



HAL
open science

Caractérisation et contrôle industriel des contraintes locales en microélectronique : applications aux transistors de technologie 20 nm

Aurèle Durand

► **To cite this version:**

Aurèle Durand. Caractérisation et contrôle industriel des contraintes locales en microélectronique : applications aux transistors de technologie 20 nm. Science des matériaux [cond-mat.mtrl-sci]. Université Grenoble Alpes, 2016. Français. NNT : 2016GREAY081 . tel-01693673

HAL Id: tel-01693673

<https://theses.hal.science/tel-01693673>

Submitted on 8 Feb 2018

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 LA COMMUNAUTE UNIVERSITE GRENOBLE ALPES

Spécialité : **Physique Appliquée**

Arrêté ministériel : 7 août 2006

Présentée par

Aurèle DURAND

Thèse dirigée par **Patrice GERGAUD** et
codirigée par **Razvigor OSSIKOVSKI**

préparée au sein du **Laboratoire du CEA Leti**
dans l'**École Doctorale de Physique**

Caractérisation et contrôle industriel des contraintes locales en microélectronique :

- **Applications aux transistors de technologie 20 nm -**

Thèse soutenue publiquement le **29/11/2016**, devant le jury composé
de :

Dr Roland FORTUNIER

Professeur à l'ENISE - Saint Etienne, Président

Dr Pierre-Olivier RENAULT

Professeur des universités à l'Université - Poitiers, Rapporteur

Dr Patrick SIMON

Directeur de recherche au CEMHTI-CNRS - Orléans, Rapporteur

Dr Alain CLAVERIE

Directeur de recherche au CEMES-CNRS - Toulouse, Examineur

Dr Joel EYMERY

Ingénieur de recherche au CEA-INAC - Grenoble, Examineur

Dr Patrice GERGAUD

Ingénieur de recherche au CEA-Leti - Grenoble, Directeur de thèse

Dr Denis ROUCHON

Ingénieur de recherche au CEA-Leti - Grenoble, Co-encadrant de thèse

Dr Delphine LE-CUNFF

Ingénieur à STMicroelectronics - Crolles, Co-encadrante de thèse



Table des matières

Remerciements	7
Glossaire.....	9
Notations.....	11
Introduction générale.....	13
Enjeux contextuels et objectifs de la thèse.....	17
1. Contraintes locales et méthodes de mesure : état de l'art.....	21
1. 1. L'industrie de la micro-électronique.....	21
1. 2. Les transistors MOSFETs sur silicium massif.....	23
1. 3. Utilisation de substrats FDSOI	25
1. 4. L'émergence de l'alliage SiGe pour les pMOSFET	27
1. 5. Impact des contraintes sur la mobilité.....	28
1. 6. Structures de métrologie.....	29
1. 7. Techniques de détermination des déformations locales.....	31
1. 7. 1. Techniques destructives.....	31
1. 7. 2. Techniques non destructives.....	32
1. 7. 3. Techniques prédictives.....	34
2. Contraintes mécaniques.....	36
2. 1. Notions d'élasticité linéaire.....	36
2. 1. 1. Tenseurs de déformation et de contrainte.....	36
2. 1. 2. Dépendance entre contraintes et déformations : Loi de Hooke	38
2. 1. 3. Cas particuliers.....	38
2. 2. Contrainte biaxiale dans une couche de SiGe épitaxiée.....	40
2. 2. 1. Déformation du réseau.....	41
2. 2. 2. Contrainte bi-axiale : Hétéro-épitaxie du SiGe.....	41
2. 2. 3. Effet de la relaxation des contraintes.....	44
2. 3. Simulation des champs de déformation.....	46
2. 3. 1. Approximations	46

2. 3. 2.	Modèles analytiques.....	47
2. 3. 3.	Modélisation par éléments finis (FEM).....	48
2. 3. 4.	Modèles atomistiques.....	52
2. 4.	Conclusion.....	53
3.	Evaluation de la diffraction de rayons-X haute résolution pour la caractérisation des déformations.....	54
3. 1.	Bases théoriques : diffraction des rayons-X.....	54
3. 1. 1.	Principe général.....	54
3. 1. 2.	Formalisme de la théorie cinématique.....	58
3. 1. 3.	Diffraction et réseau réciproque.....	62
3. 2.	Instrumentation.....	65
3. 2. 1.	Composition d'un diffractomètre.....	66
3. 2. 2.	Procédés d'acquisition.....	71
3. 3.	Méthodes d'analyses.....	75
3. 3. 1.	Impacts morphologiques sur la diffraction.....	76
3. 3. 2.	Caractérisation de structure homogène en déformation.....	83
3. 3. 3.	Caractérisation de nanostructures déformées.....	84
3. 3. 4.	Simulation HRXRD.....	88
3. 4.	Évaluation de la validité de la simulation HRXRD pour l'étude des RSM.....	94
3. 4. 1.	Simulation de structures rectangulaires : évaluation des modèles.....	94
3. 4. 2.	Réseau de lignes de SiGe sous-gravées : Limite des modèles.....	98
3. 4. 3.	Apport de mesures de DFEH pour la réalisation de modèles.....	102
3. 5.	Conclusion.....	109
4.	Enjeux de la caractérisation par spectroscopie Raman.....	111
4. 1.	Bases théoriques : la diffusion Raman.....	111
4. 1. 1.	Vibration des réseaux.....	111
4. 1. 2.	La diffusion Raman.....	113
4. 1. 3.	Effet de contraintes mécaniques sur les modes Raman.....	120
4. 2.	Configuration des mesures.....	123

4. 2. 1.	Configuration du spectromètre	123
4. 2. 2.	Résolutions	124
4. 2. 3.	Fluctuations du système	127
4. 3.	Analyse de la réponse Raman	127
4. 3. 1.	Méthodes d'analyse.....	128
4. 3. 2.	Dispersion temporelle.....	132
4. 3. 3.	Importance de la référence.....	132
4. 3. 4.	Choix de la longueur d'onde	133
4. 3. 5.	Mesure de déformation	134
4. 3. 6.	Simulation Raman	135
4. 4.	Spectroscopies Raman avancées.....	136
4. 5.	Caractérisation des déformations par spectroscopie Raman	138
4. 5. 1.	Etudes de calibrations.....	138
4. 5. 2.	Etude du procédé de condensation	141
4. 5. 3.	Exploration des limites de résolution de la spectroscopie Raman.....	144
4. 6.	Conclusion	149
5.	Contrôle industriel des contraintes en microélectronique	152
5. 1.	Métrologie en HRXRD	152
5. 1. 1.	Equipement JVX7300.....	152
5. 1. 2.	Évaluation de la qualité métrologique des RSM du JVX7300	158
5. 2.	Méthodes de contrôle.....	163
5. 2. 1.	Méthodes de contrôle sélectionnées.....	163
5. 2. 2.	Quantification de la comparaison des modélisations aux mesures	165
5. 2. 3.	Méthodes de comparaison des modélisations aux mesures.....	166
5. 3.	Applications.....	170
5. 3. 1.	Outil de traitement et simulation	170
5. 3. 2.	Spécificités liées à l'approche librairie.....	172
5. 3. 3.	Evaluation de l'approche librairie sur des cas concrets.....	175
5. 3. 4.	Contrôle en ligne des déformations.....	181

5. 4.	Conclusion	187
6.	Conclusion générale et perspectives.....	190
6. 1.	Discussion	190
6. 2.	Perspectives.....	191
7.	Annexes.....	198
7. 1.	Fonctions mathématiques	198
7. 2.	Substrats SOI/FDSOI	199
7. 2. 1.	Changement de référentiel	199
7. 2. 2.	Effet de la désorientation des plans	201
7. 2. 3.	Mesure de l'inclinaison.....	202
7. 3.	Application d'un modèle analytique sur des structures rectangulaires	203
7. 3. 1.	Modèle analytique.....	203
7. 3. 2.	Prise en considération de la rotation des plans cristallins.....	204
7. 3. 3.	Prise en considération de la relaxation verticale.....	205
	Bibliographie	207

Remerciements

En premier lieu, je tiens à amplement remercier les membres de mon jury qui m'ont fait l'honneur d'évaluer mon travail de thèse. Merci donc à Roland Fortunier qui a présidé ma soutenance, Joel Eymery, Patrice Gergaud, Denis Rouchon et Delphine Le-Cunff pour y avoir siégé, de même qu'Alain Claverie qui nous a fait part de sa présence malgré la distance, ainsi que Pierre-Olivier Renault et Patrick Simon pour avoir en plus accepté de rapporter ma thèse. Je remercie également Pierre Morin et Razvigor Ossikovski pour leur présence et implication.

Bien évidemment, cette thèse n'aurait pas été si complète si je n'avais pas pu profiter du support, de l'expérience et des conseils de mes directeurs de thèse et encadrants : Patrice, Razvigor, Denis et Delphine. Les mots vont me manquer mais je souhaitais les remercier chaleureusement d'avoir participé activement à mon travail, de m'avoir proposé très tôt de publier et de présenter mes travaux dans des conférences, d'avoir toujours valorisé mon travail et surtout d'avoir constamment cru en moi.

Plus personnellement je remercie Patrice, mon directeur de thèse, de m'avoir guidé durant cette thèse avec des conseils avisés. Je garderais en mémoire nos discussions très stimulantes, faisant souvent avancer à grands pas mes travaux. Mes remerciements sont aussi dirigés vers Denis, pour la confiance dont il a toujours fait preuve à mon égard, du début jusqu'à la fin, pour son implication, malgré la faible place que j'ai pu accorder à la technique de spectroscopie Raman et surtout pour les encouragements durant l'intense période de rédaction. Envers Razvigor Ossikovski pour avoir co-dirigé cette thèse et me permettre de réaliser les expériences au LPICM. Enfin, ma profonde gratitude vient aussi à Delphine, mon premier contact dans cette aventure, pour sa confiance depuis le début, son aide afin de lier des contacts dans l'entreprise, sa gentillesse, la grande disponibilité qu'elle m'a accordé, et surtout son sens d'analyse qui semble ne jamais faire défaut.

En résumé, j'ai eu la chance d'être encadré par une équipe avec des compétences et des profils variés, et de fait j'ai pu beaucoup apprendre à leur contact. Nos réunions quotidiennes, souvent tumultueuses et longues, ont contribué à la réussite de cette thèse, je les remercie encore une fois pour leur implication et leurs conseils, de même que pour l'influence qu'ils ont eue sur moi. Je considère la chance que j'ai eue de les rencontrer et je garderai un souvenir impérissable de cette période. Encore merci à eux.

Ce travail de thèse n'aurait pas été possible non plus sans les différentes équipes du CEA Leti, de l'ESRF, plus particulièrement l'équipe d'ID01 et BM02, de l'APS, du LPICM et d'STMicroelectronics, autant les scientifiques que les groupes supports et administratifs. Je tiens à remercier plus personnellement certains scientifiques que j'ai pu rencontrer dans ces laboratoires et entreprises et avec qui j'ai étroitement collaboré: Chiara Toccafondi pour son implication indéniable et sa persévérance dans la mise en place des mesures TERS. Thanh Tra Nguyen pour les mesures sur BM02 et Emilie Bourjot pour les échantillons que j'ai amplement utilisés. Matthew Wormington,

pour l'intérêt porté à mon travail et nos échanges, ainsi que Frédéric Pernot pour avoir entretenu l'équipement qui m'a fourni tant de résultats. À Romain Duru qui a eu à supporter mon insubordination et qui va continuer à interagir avec les quelques doctorants attachés aux mesures que j'ai mis en place. Aux équipes de caractérisation physique, de modélisation TCAD, d'épitaxie et d'intégration des processus qui ont toutes amplement contribué à la thèse.

Je tiens également à remercier tous les thésards du groupe DICS, avec qui on a pu forger des projets et des expériences plus que concluantes et prometteuses : Victor Boureau, Aurore Bonneville, Rémy Berthelon et Fabien Roze. Mais aussi à l'ensemble de leurs encadrants et des personnes qui ont gravité autour de ce projet, dont les piliers, si j'ose dire, ont été Cyrille Le-Royer et Yves Morand, sans qui ce groupe ne se serait pas formé.

Une pensée toute particulière à tous mes collègues de l'équipe de métrologie pour leur accueil très chaleureux, pour les liens qui se sont rapidement tissés malgré mon intermittence. Mon quota de gâteaux n'est pas formidable mais je tâcherai de me rattraper par la suite puisque l'on continue l'aventure sous le même toit.

À Axel Hourtane qui a donné, avec brio, à mes scripts python et mon début d'interface une vraie architecture logiciel, en répondant à mes exigences si particulières et en subissant mes modifications erratiques. À Melissa Kaufling qui a dû utiliser le logiciel à un moment où il était encore instable et dompter Comsol pour pouvoir associer les deux logiciels, à sa patience qui a finalement porté ses fruits. Aujourd'hui le logiciel DeusX, outil majeur de cette thèse, est une réussite et c'est en grande partie grâce à eux.

À défaut de pouvoir remercier chaque personne dont j'ai croisé la route au cours de ces années, je tiens à remercier celles que je n'ai pas explicitement citées et je pense qu'elles se reconnaîtront.

Enfin, merci à tous ceux qui me sont chers, merci à chacun de mes amis pour votre amitié, les membres de ma famille qui ont toujours été là pour m'encourager, et bien entendu à Chacha qui a été au cœur de l'action, ayant subi mes heures passées à coder soir et weekend. Merci pour votre soutien quotidien, vos conseils et votre amour.

Mes plus sincères remerciements viennent à ceux à qui je consacre cette thèse, mes parents, pour la liberté qu'ils m'ont offerte, les valeurs qu'ils m'ont transmises et leur soutien inconditionnel.

Merci à vous tous.

Glossaire

AFM : ‘*Atomic Force Microscope*’ - Microscope à force atomique

BOX : ‘*Buried Oxide*’ – Oxyde enterré permettant l’isolation des transistors par rapport au substrat, dans les technologies SOI/FDSOI

CBED : ‘*Convergent Beam Electron Diffraction*’ - Diffraction électronique en faisceau convergent

CCD : ‘*Charge-Coupled Device*’ - Dispositif à transfert de charges

CDSAXS : ‘*Critical Dimension Small Angle X-ray Scattering*’ - diffusion de rayons-X aux petits angles pour la mesure des dimensions critique

CD-SEM : ‘*Critical Dimension - Scanning Electron Microscopy*’ - Contrôle dimensionnel par microscopie électronique à balayage

CMOS : ‘*Complementary Metal Oxide Semiconductor*’ - Semi-conducteurs complémentaires à l’oxyde de métal

DFEH : ‘*Dark-Field Electron Holography*’ – Holographie électronique en champ sombre

DX : Logiciel DeusX

FDSOI : ‘*Fully Depleted Silicon On Insulator*’ – Technologie silicium sur isolant totalement déserté

FEM : ‘*Finite Element Modeling*’ – Méthode des éléments finis

FIB : ‘*Focused Ion Beam*’ - Sonde ionique focalisée

Ge : Germanium

Ge-Ge : Mode Ge-Ge du $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$

GPU : ‘*Graphical Processing Unit*’ – Carte graphique

HRXRD : ‘*High Resolution X-Ray Diffraction*’ - Diffraction de rayons-X haute résolution

LA : ‘*Longitudinal Acoustic*’ - Modes acoustiques longitudinaux

LEXES : ‘*Low energy Electron X-ray Emission Spectrometry*’ - Spectrométrie à émission rayons X à basse énergie

LO : ‘*Longitudinal Optic*’ - modes optiques longitudinaux

MBIR : ‘*Model-Based Infrared Technology*’ - Réflectométrie infrarouge

MOSFET : ‘*Metal Oxide Semiconductor Field Effect Transistor*’ – Transistor à effet de champs, dont la grille est isolée par un diélectrique (oxyde)

NBED : ‘*Nano-Beam Electron Diffraction*’ – Diffraction électronique à nano-faisceau

nMOSFET/nMOS : ‘*n-doped Metal Oxide Semiconductor Field Effect Transistor*’ – Transistor à effet de champ à structure métal-oxyde-semiconducteur dopé n

NO : ‘*Numerical aperture*’ - Ouverture numérique

OCD : ‘*Optical Critical Dimension*’ - Contrôle dimensionnel optique

PED : ‘*Precession electron diffraction*’ – Diffraction électronique par précession

pMOSFET/pMOS : ‘*p-doped Metal Oxide Semiconductor Field Effect Transistor*’ - Transistor à effet de champ à structure métal-oxyde-semiconducteur dopé p

RSM : ‘*Reciprocal Space Maps*’ – Cartographies de l’espace réciproque

SEM : ‘*Scanning Electron Microscopy*’ - Microscopie électronique à balayage

SGOI : ‘*Silicon-Germanium On Insulator*’ – Silicium-Germanium sur isolant

Si : Silicium

Si-Si : Mode Si-Si du $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$

SiGe : Silicium-Germanium

Si-Ge : Mode Si-Ge du $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$

SIMS : *'Secondary Ion Mass Spectrometry'* - Spectrométrie de masse à ionisation secondaire

SOI : *'Silicon On Insulator'* - Silicium sur isolant

Si-Si : Mode Si-Si du $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$

STI : *'Shallow Trench Isolation'* - Tranchée d'isolation permettant d'isoler latéralement les zones actives de silicium les unes des autres

STM : *'Scanning Tunneling Microscope'* - Microscope à effet tunnel

TA : *'Transverse Acoustic'* - modes acoustiques transversaux

TEM : *'Transmission Electron Microscopy'* - Microscopie électronique en transmission

TERS : *'Tip-Enhanced Raman Spectroscopy'* - Spectroscopie Raman exaltée par effet de pointe

TO : *'Transverse Optic'* - modes optiques transversaux

UV : Ultra-Violet

XRD : *'X-Ray Diffraction'* - Diffraction de rayons-X

XRF : *'X-Ray Fluorescence'* - Fluorescence des rayons X

XRR : *'X-ray reflectivity'* - Réflectométrie des rayons X

XPS : *'X-ray Photoelectron Spectrometry'* - Spectrométrie photoélectronique X

Notations

- Scalaires : caractères normaux (α)
- Vecteurs : caractères surmontés d'une flèche ($\vec{\alpha}$)
- Tenseur de rang 2 : caractères minuscules surmontés par 1 barres ($\bar{\alpha}$)
- Tenseur de rang 3 : caractères majuscules surmontés par 2 barres ($\bar{\bar{C}}$)

$\mathbf{a}_{\text{Si}}, \mathbf{a}_{\text{Ge}}, \mathbf{a}_{\text{SiGe}}$: Paramètre de maille du silicium, du germanium, de l'alliage de silicium/germanium

\mathbf{C} : Tenseur des rigidités

\mathbf{d} : Profondeur de pénétration

$\mathbf{d}_{\text{Si}}, \mathbf{d}_{\text{SiGe}}$: Profondeur de pénétration dans le silicium, dans l'alliage de silicium/germanium

$\vec{\mathbf{e}}_i, \vec{\mathbf{e}}_d$: Polarisation incidente, diffusée

$\vec{\mathbf{E}}$: Champ électrique

\mathbf{h} : Constante de Planck

\mathbf{I} : Intensité électrique, Intensités diffractée / diffusée

\mathbf{k} : Constante de force

$\vec{\mathbf{k}}_i, \vec{\mathbf{k}}_d$: Vecteurs d'onde des photons incidents, diffusés

\mathbf{L} : Longueur de grille

$\mathbf{p}, \mathbf{q}, \mathbf{r}$: Potentiels de déformation de phonons

$\mathbf{p}_{\text{Si-Si}}, \mathbf{p}_{\text{Si-Ge}}, \mathbf{p}_{\text{Ge-Ge}}$: Probabilités de liaison silicium-silicium, silicium-germanium, germanium-germanium

\mathbf{q} : Vecteur d'onde des phonons / photons

$\vec{\mathbf{r}}$: Vecteur déplacement

\mathbf{R}_k : Tenseurs Raman

\mathbf{S} : Tenseurs des souplesses

\mathbf{t} : Temps

\mathbf{u} : Vecteur déplacement

\mathbf{V} : Tension électrique

$\mathbf{x}, \mathbf{x}_{\text{Ge}}$: Composition des alliages $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$

$\vec{\mathbf{x}}, \vec{\mathbf{y}}, \vec{\mathbf{z}}$: Directions de l'espace

\mathbf{z} : Profondeur

$\bar{\alpha}$: Tenseur de polarisabilité

$\bar{\epsilon}$: Tenseur des déformations

ϵ_{\parallel} : Déformation dans le plan

ϵ_{\perp} : Déformation axiale

λ : Longueur d'onde

λ_k : Valeurs propres

μ : Masse réduite

μ_e, μ_p : Mobilité des électrons, des trous

ν : Fréquence de vibration

σ : Tenseur des contraintes

ω : Nombre d'onde

Γ : Centre de zone de Brillouin

$\Delta, \mathbf{A}, \Sigma$: Directions principales de la zone de Brillouin

$\Delta\omega$: Décalage en fréquence

Introduction générale

Rappelons que la mesure de paramètres physiques est aussi ancienne que l'histoire de l'humanité. Les hommes ont commencé à mesurer le mouvement de la lune, du soleil et des étoiles. Dès lors, les évolutions technologiques ont nécessité de nouveaux moyens de mesurer des distances et les propriétés des matériaux. Avec l'émergence de ces besoins, s'accompagnent des techniques permettant d'interpréter et garantir l'exactitude des mesures, regroupées sous le terme de métrologie. La métrologie accompagne, mais aussi bénéficie, des évolutions technologiques dans les domaines les plus variés. Selon le Bureau International des Poids et Mesures (BIPM), la métrologie est « *La science de la mesure ; elle embrasse à la fois les déterminations expérimentales et théoriques à tous les niveaux d'incertitude et dans tous les domaines des sciences et de la technologie.* ». Elle est particulièrement importante dans les milieux industriels où le contrôle précis des procédés est plus que nécessaire. Son domaine d'application est large et défini par la méthode utilisée, la nature des paramètres mesurés ou bien les applications. Elle concerne aussi le développement de nouvelles méthodes de mesure, de nouveaux standards et l'application de techniques de mesure au milieu industriel, ce qui passe par leur calibration et l'appréciation de la qualité des contrôles de la mesure.

De nos jours, de nombreux efforts sont portés sur la mesure à des échelles très faibles, proches des dimensions atomiques. Cette affirmation est d'autant plus vraie dans l'industrie de la microélectronique, nécessitant une métrologie de pointe, où les produits générés doivent être contrôlés au cours de leur réalisation et avant leur utilisation. De fait, le contrôle qualité est au cœur de ces industries, et la métrologie représente l'une de ses fondations. Pour l'élaboration des circuits microélectroniques, de nombreuses pistes sont explorées (architectures, matériaux, procédés) créant le besoin d'anticiper les techniques de caractérisation nécessaires à leur contrôle. Cependant, si les techniques de caractérisation sont nombreuses, le processus menant à leurs implémentations en milieu industriel est long et sélectif (Figure 1). Cette étape est tout aussi complexe que l'élaboration d'un processus de fabrication et nécessite plusieurs années de développement avant maturation.

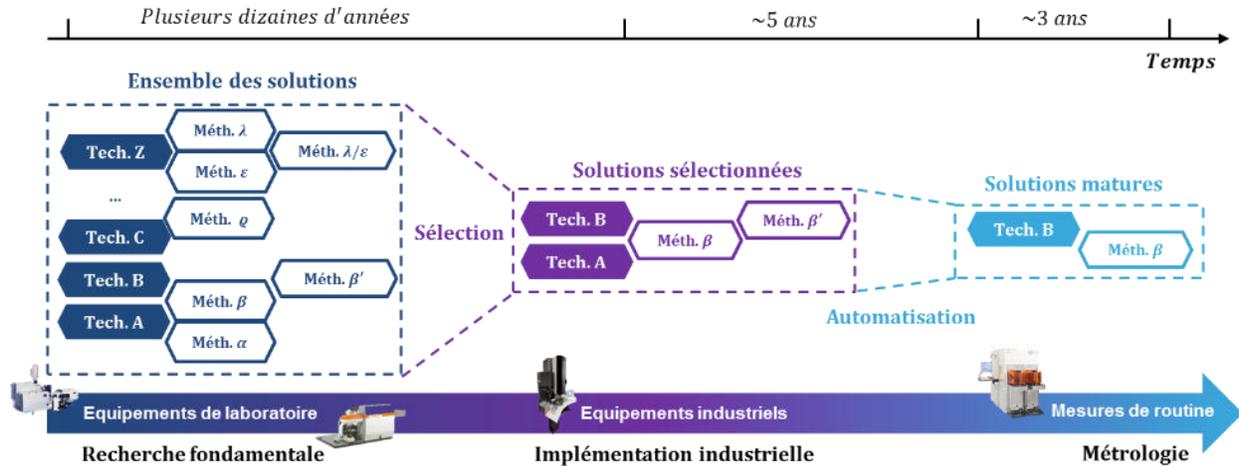


Figure 1 Illustration de la maturation des techniques de caractérisation, de leurs créations à leurs utilisations comme outil de métrologie

L'ITRS (« International Technology Roadmap for Semiconductor Industry ») [1], regroupant les plus grands acteurs de la microélectronique a pour but d'anticiper l'ensemble des activités de l'industrie du silicium. La « RoadMap ITRS », un carnet de route qui synthétise les avancées des industriels et des chercheurs dans le domaine, sert de référence et d'indicateur pour de futurs développements. Elle établit notamment un bilan des avancées technologiques, leurs maturités et les besoins en microélectronique. En métrologie, ce rapport permet d'anticiper les exigences des futures technologies concernant le suivi de paramètres d'intérêt comme la composition chimique, les profils de dopage, la rugosité, les dimensions, les contraintes, etc... Elle établit en conséquence le panel des capacités des différentes techniques de caractérisation existantes et leurs précisions.

Il en ressort, de manière évidente, que l'exigence des technologies vis-à-vis de la métrologie est de plus en plus croissante, et réciproquement les besoins en métrologie sont de plus en plus nombreux avec l'avancée des technologies. Le développement des nœuds technologiques apporte son lot de complexités puisque la conception d'un circuit électronique est passée d'une dizaine d'étapes de fabrication à plus de 700 de nos jours. Cette complexité croissante, associée à la réduction des dimensions, génère par conséquent de nouveaux challenges et exigences autour de la caractérisation des structures et des procédés. Pour une étape de procédé donnée, plusieurs techniques de mesure doivent être mises en œuvre pour fournir les caractéristiques demandées. En conséquence, les techniques liées à la métrologie se sont largement diversifiées pour accompagner l'évolution des nœuds technologiques et leur nombre a pratiquement quadruplé au nœud 22 nm, par rapport au nœud 65 nm (Figure 2). De nos jours, selon ce rapport, les équipements liés à la métrologie et la détection des défauts représentent de 25 à 33% [2] du parc des équipements, dans la majorité des industries de la microélectronique, induisant des dépenses allant de 15 à 25% du coût total dédié à l'achat d'équipements.

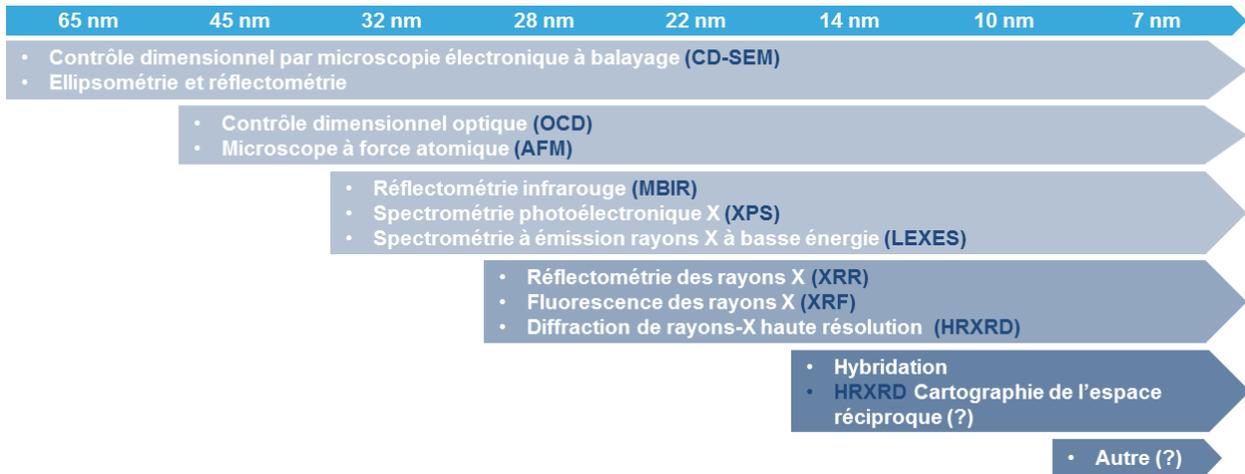


Figure 2 Schéma des techniques requises en métrologie, en fonction du nœud technologique (Données extraites et adaptées de l'ITRS [2])

Si on s'intéresse plus particulièrement aux contraintes mécaniques, on retrouve dans ce rapport l'état de l'art des techniques de détermination des contraintes, au vu des différentes échelles de la microélectronique, de la sensibilité des techniques, de leur utilisation industrielle et de leur caractère invasif (Figure 3). De nos jours, les techniques de détermination des contraintes à l'échelle des plaques et des puces sont parfaitement implémentées dans le parc d'équipement, tandis que le suivi des contraintes locales à l'échelle des transistors n'est que très peu développé en métrologie. Il s'agit en effet de pouvoir caractériser les matériaux et les contraintes à l'échelle nanométrique. La maîtrise des contraintes introduites dans les composants constitue donc toujours un défi majeur pour l'industrie de la microélectronique. Avec la complexité croissante associée aux derniers nœuds technologiques, il est impératif de surveiller l'état de contrainte des dispositifs. À ce titre, l'étude des contraintes locales est devenue incontournable et a suscité le développement de nombreuses méthodologies d'analyse [3]–[6].

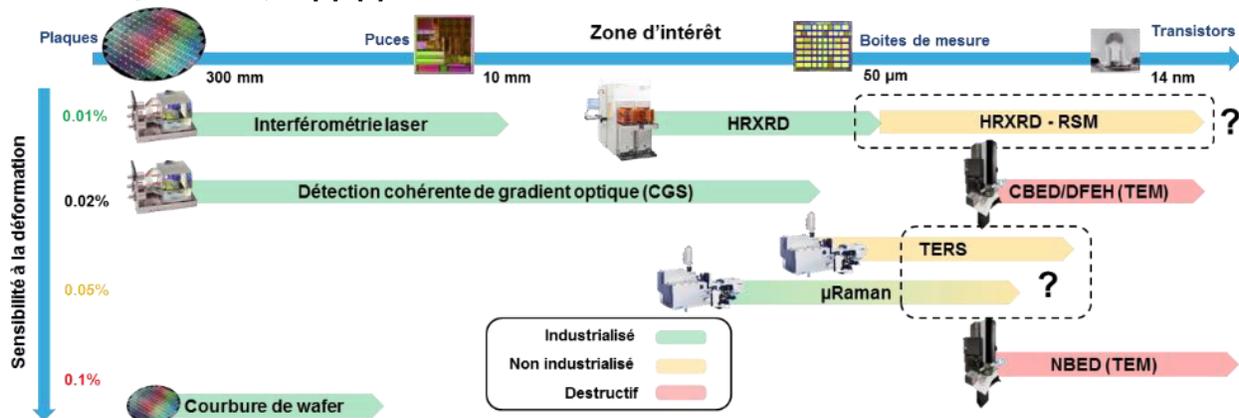


Figure 3 État de l'art des techniques de mesure de déformation/contrainte, aux différentes échelles de la microélectronique (Données extraites et adaptées de l'ITRS [2])

Dans ce contexte, des applications de métrologies innovantes sont nécessaires pour aider l'industrie des semi-conducteurs dans le développement et la surveillance des processus de fabrication. Cette mise en œuvre est d'autant plus difficile que l'évolution des technologies est fulgurante, impliquant une évolution et une adaptation croissante. Aujourd'hui, les moyens technologiques pour fabriquer les transistors et les problèmes associés sont parfois en avance sur les outils et méthodes de caractérisation, à tel point qu'il est parfois requis de tester ces techniques de contrôle en industrie alors même qu'elles sont encore en phase de développement. C'est dans ce contexte général et les problématiques associées, que s'inscrit cette thèse.

Enjeux contextuels et objectifs de la thèse

Les transistors CMOS de longueurs de grille 14 et certaines options du 28 nm fabriquées à STMicroelectronics sont basés sur une technologie planaire FD-SOI (Fully Depleted Silicon On Insulator) et intègrent des contraintes comme booster de performances, comme nous le décrirons dans le premier chapitre. Dans la perspective de l'entrée dans une phase industrielle, il devient nécessaire de pouvoir s'appuyer sur une métrologie des contraintes pour soutenir la montée en volume, ceci dans le but de s'assurer de la stabilité des procédés et minimiser les risques d'excursion et de dérive. L'ingénierie des contraintes requiert des étapes de vérification et de suivi tout au long des processus de fabrication de l'état de contrainte des structures. Certaines techniques de caractérisation destructives, telles que la microscopie, répondent déjà à la première problématique (détermination des déformations), mais elles ne permettent pas de faire un suivi en ligne pendant le processus de fabrication.

En réponse à cette double demande, l'objectif principal de cette thèse sera l'évaluation de techniques de mesure non destructives, pour la caractérisation et le contrôle en ligne des contraintes mécaniques locales. Elle se focalisera principalement sur les techniques de diffraction des rayons-X en haute résolution et de spectroscopie Raman dans le domaine du visible et du proche UV. L'utilisation de la spectroscopie Raman et de la diffraction des rayons-X par l'analyse des RSM (« Reciprocal Space Mapping »¹) ont déjà montré tout leur intérêt en tant que technique d'étude des contraintes mécaniques dans les laboratoires [7]–[9]. Non destructives par nature, elles sont particulièrement attractives, car elles présentent l'avantage de pouvoir être facilement intégrées en tant qu'équipement industriel pour la mesure de structures directement embarquées sur les plaques de silicium contenant les produits. Pour autant, elles n'ont pas encore été implantées et validées dans un environnement industriel. Ce travail de thèse s'attachera donc à :

- Diagnostiquer la capacité d'intégration de ces méthodes de caractérisation, traditionnellement présentes dans les laboratoires de caractérisation, pour la mise en place d'un contrôle industriel, les techniques devant souscrire à un certain nombre de critères : stabilité, rapidité, fiabilité, reproductibilité, flexibilité, etc.
- Mettre en place des procédures d'analyse et de traitement de données compatibles avec les spécificités d'une métrologie en ligne.

¹ Cartographie de l'espace réciproque

Les applications concernent principalement les structures de technologie 14 nm sur substrat FDSOI, notamment les transistors de type pMOS, constitués en particulier de couches épitaxiées de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$. Une attention toute particulière sera portée sur les étapes initiales de la réalisation de ces dispositifs, comme le procédé de condensation qui est une étape critique pour l'élaboration du canal et l'épitaxie des sources / drains des transistors. Les technologies FDSOI étant en phase de déploiement par plusieurs fabricants, peu d'études ont été réalisées sur de telles structures, et certaines spécificités de ce type d'intégration (désorientation du substrat par rapport à la couche reportée) obligent à revoir les méthodologies classiques d'analyse. D'autre part, la complexité des structures, le volume de matière très faible, ou les fortes anisotropies de déformation, représentent également de nombreux challenges.

Financé par l'entreprise STMicroelectronics, ce travail de thèse a été effectué dans le groupe de procédé de métrologie sur le site de Crolles, en collaboration avec la plateforme de nanocaractérisation de Minatec, dans le service de caractérisation des matériaux et composants (SCMC) du CEA Leti et le laboratoire de physique des interfaces et films minces (LPICM) de l'École Polytechnique de Palaiseau. Nous disposons ainsi de différents moyens de caractérisation ; un équipement micro-Raman au sein du CEA Leti, un montage TERS¹ au sein de l'École Polytechnique, et enfin un équipement HRXRD industriel de dernière génération. Dans ce contexte, la confrontation de différentes techniques pour la caractérisation des contraintes est rendue possible.

Ce manuscrit présente la démarche engagée afin d'atteindre les objectifs décrits précédemment, et ce aux regards des résultats principaux obtenus durant ces trois années de thèse. Pour ce faire, nous développerons ce manuscrit en cinq chapitres :

- Dans le premier chapitre, nous présenterons plus en détail le contexte précis qui a motivé ce travail. Cela concerne dans un premier temps l'environnement de travail, les technologies étudiées et les moyens mis en œuvre pour les optimiser. Nous aborderons le bénéfice apporté à ces technologies par l'ingénierie des contraintes, l'émergence et la nécessité d'une métrologie des contraintes locales et enfin les différentes techniques permettant de sonder ces contraintes locales.
- Le second chapitre est consacré aux rappels des bases théoriques indispensables à la compréhension des notions de contrainte et déformation, abordées dans ce manuscrit. Ainsi nous décrirons dans un premier temps les notations et formalismes sous-jacents à

¹ Tip-enhanced Raman Spectroscopy: Spéctroscopie Raman exaltée par effet de pointe

l'étude des contraintes/déformations. Ce rappel sera suivi d'une description simplifiée des mécanismes régissant le comportement mécanique des structures étudiées, principalement constituées d'alliage de silicium germanium. En dernier lieu, nous évoquerons les outils de simulation permettant de modéliser ces contraintes mécaniques.

- Dans les troisième et quatrième chapitres seront respectivement abordées les bases de la diffraction des rayons-X et de la diffusion Raman, en nous focalisant dans un premier temps sur la description de ces techniques, puis sur leur utilisation dans la mesure de l'état de déformations des structures. Il ne s'agit pas de donner un descriptif exhaustif, mais plutôt d'en donner quelques aperçus, en relation avec le travail présenté ici. Nous présenterons brièvement les aspects instrumentaux des équipements, leurs différentes résolutions et les configurations de mesure. Les méthodes d'analyse associées à chaque technique seront décrites, principalement celles appliquées à l'étude des déformations. Enfin, de manière assez conséquente, seront décrites les méthodes de simulation permettant de reproduire les résultats de la diffraction des rayons-X et plus succinctement ceux de la spectroscopie Raman. Nous concluons ces chapitres en illustrant la sensibilité des techniques au travers de multiples exemples.
- Quant au cinquième chapitre, il décrira les méthodes et outils mis en place dans le but d'engager une métrologie par diffraction X de la contrainte. Nous décrirons les spécificités de l'équipement de métrologie utilisé ainsi que les développements informatiques liés à son utilisation. Les résultats principaux ayant permis d'évaluer les techniques au regard du contexte industriel seront présentés. Enfin, nous finaliserons ce manuscrit en illustrant la capacité de ces méthodes de suivi de l'état de déformation de transistors pendant le processus de fabrication.
- Dans la conclusion, nous reprendrons les points-clés ayant été présentés dans ces différents chapitres. Une discussion sur les choix effectués dans le but de mettre en place des outils de métrologie des contraintes sera présentée au regard des outils et méthodologies déjà existants. À ce sujet, nous discuterons de l'infrastructure présente dans l'entreprise, son développement et ses éventuelles évolutions. Pour conclure, nous présenterons les perspectives engagées et envisageables concernant les travaux réalisés.

Dans le souci de faciliter la lecture de ce manuscrit, quelques éléments plus spécifiques seront reportés en annexes.

1. Contraintes locales et méthodes de mesure : état de l'art

1. 1. L'industrie de la micro-électronique

Depuis la genèse des technologies associées aux semi-conducteurs, la tendance est à la miniaturisation des circuits électroniques. Le composant essentiel de ces circuits étant le transistor, son optimisation est au cœur de la recherche industrielle. Robert Dennard, chercheur chez IBM, fut l'un des premiers à reconnaître les bénéfices apportés par la réduction des dimensions du transistor. Dès lors, les premiers processeurs commercialisés dans le début des années 1970 comprenant quelques milliers de transistors par cm^2 ont technologiquement évolué. Ils sont maintenant constitués de dizaines de millions de transistors. Les dimensions des transistors sont ainsi passées de plusieurs centaines de micromètres à quelques nanomètres (Figure 4), et ce tout particulièrement grâce à l'amélioration extrême des équipements et des procédés technologiques de gravure et lithographie. De nos jours, les circuits atteignent des finesses de gravure allant jusqu'à 7 nm. Meilleure est la finesse de gravure, plus le nombre de transistors fabriqués par plaquette de silicium augmente. Les circuits sont donc plus denses, ce qui permet en conséquence d'améliorer leurs performances.

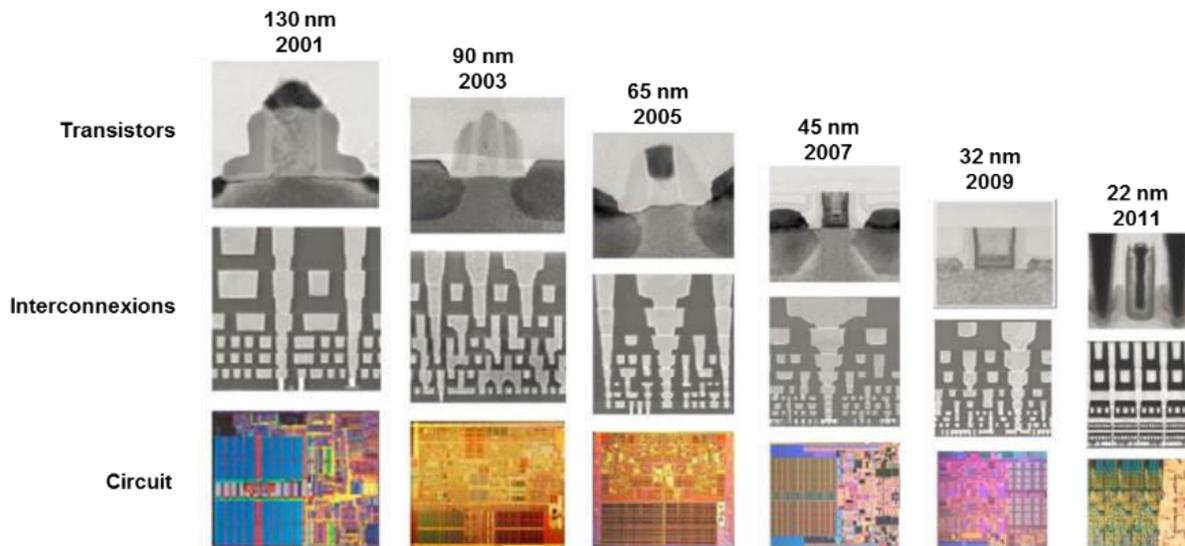


Figure 4 Évolution de la taille de grille des transistors de 2001 à 2011 (Données d'Intel en 2012).

Cette évolution, décrite par la conjoncture économique de Gordon E. Moore, un des trois fondateurs d'Intel, sous la forme de la première loi de Moore, atteint de nos jours des limites. Prédissant un doublement du nombre des transistors dans les circuits d'entrée de gamme pour un coût de production constant, cette conjecture tend à s'essouffler depuis le passage à un niveau de gravure de 20 nm. Cette rupture de tendance est liée aux investissements de plus en plus coûteux,

induits par les limitations physiques et technologiques rencontrées à ces échelles (Figure 5). La miniaturisation des transistors pose des problèmes de plus en plus difficilement surmontables tels que des fuites de courant ou encore des dissipations thermiques. De nombreux phénomènes parasites imposent ainsi à l'industrie des semi-conducteurs d'apporter de nouvelles solutions dans le but de continuer à assurer une réduction de la taille des composants tout en augmentant les performances.

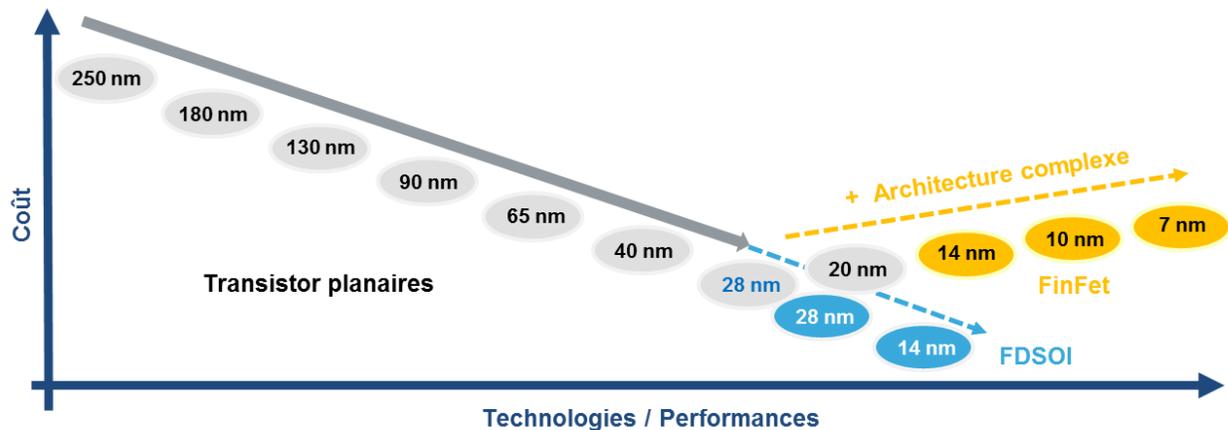


Figure 5 Évolutions du coût de fabrication des transistors en fonction des nœuds technologiques.

Parmi ces solutions, on trouve notamment l'utilisation de nouvelles architectures de transistors comme alternatives aux transistors planaires : FinFet [10], [11], Trigate [12] et transistor à base de nanofils semi-conducteurs (GAA¹) [13], pour ne citer qu'eux. L'amélioration des performances des transistors passe aussi par l'intégration de nouveaux matériaux compatibles avec le silicium, constituant principal des transistors. Ces matériaux sont les éléments qui comme le silicium, appartiennent au groupe IV du tableau périodique des éléments, tels que le carbone et le germanium. Les développements se portent aussi vers l'intégration d'alliages composés de deux ou plusieurs éléments des colonnes III et V comme l'InP, le GaAs et l'InAs [14]–[16]. Récemment, dans les milieux industriels, des efforts tout particuliers ont aussi eu lieu dans le développement de technologies basées sur l'ingénierie des contraintes [17]–[19]. Perçues tout d'abord comme un phénomène nuisible dans un circuit intégré, elles représentent aujourd'hui un des moyens d'améliorer efficacement la performance des dispositifs. En effet, au même titre que l'introduction de nouveaux matériaux, les contraintes locales (compression, tension) induisent une augmentation de la mobilité des porteurs au sein des transistors et améliorent ainsi leurs performances [20], [21].

¹ Gate-all-around

1. 2. Les transistors MOSFETs sur silicium massif

L'industrie microélectronique produit majoritairement des technologies digitales CMOS¹, composées d'un couple de transistors à effet de champ à grille métal-oxyde (MOSFET²) de type N et P, et disposées sur des plaques de silicium circulaires. Ces plaques, de diamètre actuel 300 mm, sont les supports de fabrication des circuits électroniques et incluent les différents composants du circuit ainsi que des structures de mesures fabriquées et dessinées spécifiquement pour le contrôle des procédés de fabrication. Les circuits sont créés étape par étape, de la création des structures enterrées, en passant par leur isolation, la formation des contacts et des interconnexions, jusqu'à l'étape de passivation. Les transistors, composant principal des architectures de la microélectronique, sont créés pendant les premières étapes de fabrication des circuits. Leur fabrication implique divers procédés : des dépôts de couches minces, de la lithographie optique, des gravures chimiques et plasmas, du polissage chimique et mécanique, de la diffusion et implantation d'ions, des procédés thermiques et de nombreuses autres étapes.

Parmi la variété de transistors, les plus courants sont les transistors bipolaires et le MOSFET. Le transistor MOSFET a surpassé le transistor bipolaire dans de nombreux domaines d'application, tels que l'électronique numérique. Sa particularité est d'utiliser un champ électrique pour contrôler la forme et donc la conductivité d'un canal dans un matériau semi-conducteur, en général du silicium. Ce canal, situé entre un drain et une source, est soit de type n ou p, suivant qu'il permet la conduction d'électrons (n) ou de trous³ (p), on parle alors de nMOSFET ou pMOSFET. Le transistor MOSFET dans son fonctionnement le plus simple correspond à un interrupteur, il possède un état ouvert (transistor bloqué) et un état fermé (transistor saturé). Le passage d'un état à l'autre permet de faire passer un courant ou non, et ce avec un délai et une intensité spécifique.

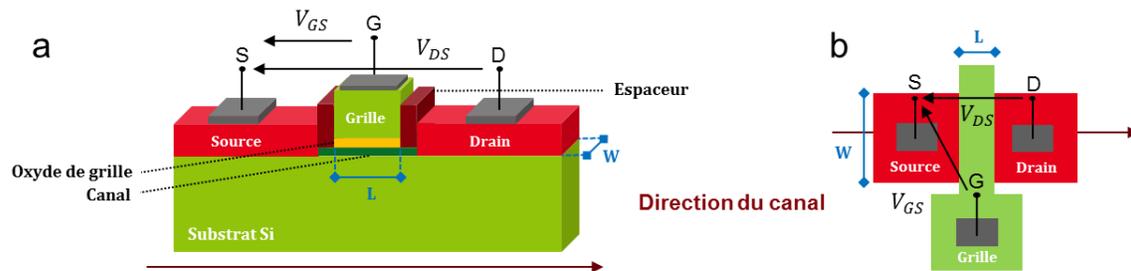


Figure 6 Schémas d'un MOSFET sur silicium massif vu en coupe (a) et vue du dessus (b). L et W correspondent respectivement à la longueur et la largeur du canal du transistor.

¹ Complementary Metal Oxide Semiconductor

² Metal Oxide Semiconductor Field Effect Transistor

³ Absence d'électrons

C'est la tension entre la grille et la source (V_{GS}) qui permet de piloter la conduction du canal et donc l'état du transistor (Figure 6). On nomme V_T la tension seuil permettant de passer de l'état bloqué à l'état saturé. Lorsqu'une tension inférieure à cette tension V_T est appliquée entre la grille et la source le transistor ne laisse pas passer le courant ($V_{GS} < V_T$). A contrario si cette tension est supérieure à la tension V_T le transistor permet le passage d'un courant I_d^{sat} ($V_{GS} > V_T$). Le fonctionnement du transistor est régi par de nombreux paramètres, mais dans le cas d'un transistor MOSFET, l'optimisation de ce courant I_d^{sat} est d'un intérêt critique. Dans son état bloqué, le transistor présente un courant non nul (I_{OFF}), ainsi plus le courant de fonctionnement ($I_{ON} = I_d^{sat}$) est important au mieux le fonctionnement du transistor est optimal. Ce courant s'exprime de la façon suivante :

$$I_d^{sat} = \mu \frac{C_{ox}W}{L} (V_{GS} - V_T)^2 \quad (1. 2-1)$$

W est la largeur de grille du transistor, L la longueur de grille, C_{ox} la capacité du diélectrique de la grille et μ la mobilité des porteurs.

Au travers de la relation (1. 2-1), on retrouve, les paramètres principaux permettant d'influencer les performances des transistors, comme les dimensions du transistor (W sa largeur et L sa longueur). Une réduction de la longueur de grille augmente le courant tandis que la réduction de la largeur de grille le diminue, il y a donc un effet compensatoire. Seulement, le système 'silicium-isolant de grille' pouvant être perçu comme un condensateur plan, la réduction de l'épaisseur de cette grille renforce le champ électrique ce qui conduit à une plus grande densité de charges dans le silicium et à une résistance plus faible. Les caractéristiques du dispositif s'en trouvent donc améliorées. Si la miniaturisation des transistors permettait jusqu'à présent d'améliorer leurs performances, elle présente aujourd'hui des limites pour les technologies MOSFET (courants de fuites, gravures imparfaites et autres effets parasites). Mais au-delà de la miniaturisation, de nombreuses améliorations ont permis de compenser ces problèmes, comme l'intégration de diélectriques à forte permittivité qui permet aussi d'améliorer le couplage électrostatique entre la grille et le canal [22]–[24].

1. 3. Utilisation de substrats FDSOI

La continuité d'utilisation des technologies conventionnelles peut aussi être résolue par l'utilisation de nouveaux substrats comme les substrats SOI¹, remplaçant le substrat en silicium par un substrat présentant une couche enterrée d'oxyde de silicium. L'introduction d'un tel substrat a de nombreux avantages, notamment la réduction des pertes et un meilleur contrôle électrostatique du canal par la grille. Les substrats SOI les plus avancés, nommés FDSOI², présentent un oxyde enterré très mince (BOX³), d'une dizaine de nanomètres (Figure 7).

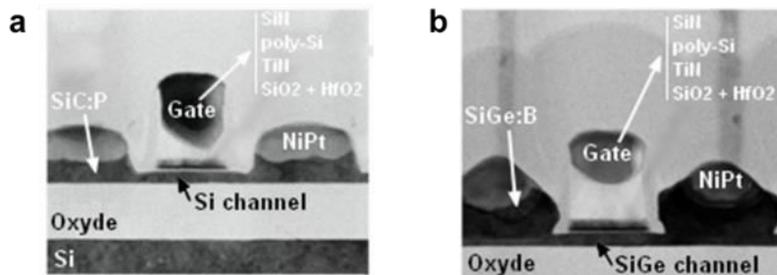


Figure 7 Image TEM de transistor FDSOI 14 nm de type nMOS à canal en silicium (a) et de type pMOS à canal en SiGe (b)

Ces substrats, comme la plupart des structures déposées par la suite présentent des structures mono-cristallines cubiques. Elles sont définies par ce que l'on appelle un réseau direct, lui-même composé de motifs qui sont inclus dans une maille élémentaire. Pour décrire ce réseau, nous utilisons communément le référentiel $\mathcal{R}_c = (\vec{a}, \vec{b}, \vec{c})$, les vecteurs de bases $\vec{a}, \vec{b}, \vec{c}$ définissant les directions principales du réseau (Figure 8). Par exemple un réseau à structure diamant (Si et SiGe) est décrit dans le référentiel \mathcal{R}_c tels que les vecteurs $\vec{a}, \vec{b}, \vec{c}$ définissent un repère orthonormé au sein de la maille élémentaire. Afin de pouvoir décrire les directions et plans cristallins au sein de ces réseaux, il est courant d'utiliser les indices de Miller, décrit par le triplet (hkl) . Ces indices sont respectivement associés aux axes de références du réseau $(\vec{a}, \vec{b}, \vec{c})$, ils permettent d'exprimer les directions cristallines, indiquées $[hkl]$, mais aussi tout plan réticulaire propre au cristal (hkl) ⁴.

¹ Silicon On Insulator : Silicium sur isolant

² Fully Depleted Silicon On Insulator : Silicium totalement déserté sur isolant

³ Buried Oxyde : Oxyde enterré

⁴ Par convention, les indices négatifs sont écrits avec une barre au-dessus des indices.

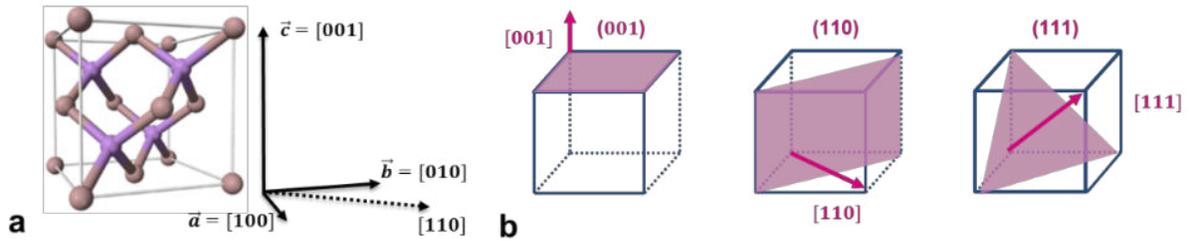


Figure 8 (a) Structure cristalline de type diamant (Si et SiGe). (b) Représentations schématiques des plans (001), (110) et (111) dans le système cubique. [100], [010] et [001] définissent les vecteurs de bases du réseau.

Le type de substrat FDSOI le plus répandu est orienté (001), signifiant que la surface des plaques est parallèle au plan (001) du silicium constituant les plaques (Figure 9 b). L'orientation cristalline des substrats détermine la direction cristallographique du canal des transistors, elle présente donc un intérêt conséquent, car elle influe sur la mobilité des porteurs (Figure 10) [25], [26]. Par exemple, pour les pMOSFET, les propriétés de transports peuvent être améliorées avec un canal orienté dans la direction [100] (Figure 9 b), sans trop dégrader les performances des nMOSFET [27].

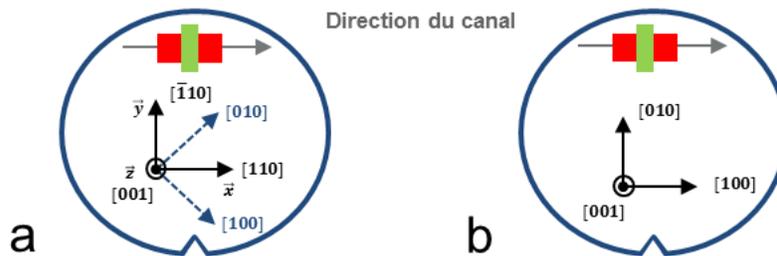


Figure 9 Schéma de deux substrats orientés (001), avec un canal orienté suivant (110) (a) et (100) (b), ainsi que les axes du référentiel associés aux orientations cristallines. Une encoche, en bas de plaque, permet de repérer l'orientation des circuits.

Tous les dispositifs présentés dans ce manuscrit sont élaborés sur des substrats (001) tels que le canal soit orienté suivant une direction équivalente à la direction [110], comme présenté sur la Figure 9 a. Nous attribuons donc les directions x , y et z aux directions cristallographiques [110], $[\bar{1}10]$ et [001] tels que:

$$\vec{x} = \frac{1}{\sqrt{2}}[110], \vec{y} = \frac{1}{\sqrt{2}}[\bar{1}10], \vec{z} = [001] \quad (1.3-1)$$

Tout au long du manuscrit et sauf indications contraires, nous considérerons donc le référentiel désigné $\mathcal{R} = (0, \vec{x}, \vec{y}, \vec{z})$, qui est celui du substrat, comme la référence. Dans ce dernier l'axe z est perpendiculaire à la surface de l'échantillon tandis que x et y sont définis dans le plan de ce dernier.

1. 4. L'émergence de l'alliage SiGe pour les pMOSFET

L'amélioration de la mobilité des porteurs dans le canal est certainement le paramètre le plus étudié. Pour y parvenir, l'industrie de la microélectronique et les laboratoires de recherche explorent de nouveaux matériaux. Parmi les nombreux matériaux permettant d'améliorer les propriétés électriques des transistors (Tableau 1), peu d'entre eux peuvent être facilement intégrés dans les technologies actuelles. Historiquement, le canal des premiers transistors était en germanium, car du point de vue des propriétés électriques ce dernier possède une mobilité bien plus importante que le silicium. Cependant, il a été mis de côté, car il est difficilement intégrable dans les structures, étant peu compatible avec la réalisation d'oxyde de grille de qualité. Le silicium, plus stable et présentant moins de défauts, lui a été préféré. De nos jours, les industries portent de nouveau un intérêt pour le germanium, avec l'introduction de l'alliage binaire de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ pour les pMOSFET [18], [28] et ce grâce à l'amélioration des procédés de dépôt sur substrat silicium.

	Si	Ge	C	GaAs	InAs	InP
Mobilité des électrons : $\mu\text{m cm}^2.\text{V}^{-1}.\text{s}^{-1}$	1600	3900	2800	9200	40000	5400
Mobilité des trous : $\mu\text{p cm}^2.\text{V}^{-1}.\text{s}^{-1}$	430	1900	1500	400	400	200

Tableau 1 Mobilité des porteurs à 300K pour les structures cristallines de Si, Ge, C, GaAs, InAs et InP pour la surface (001) [29], [30]

Le $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ possède une structure cristalline semblable à celle du silicium ($x=0$) et du germanium ($x=1$) qui cristallise selon la structure diamant, constituée de 2 réseaux cubiques faces centrées, imbriqués et décalés l'un de l'autre du quart de la diagonale principale (Figure 8 a). Suivant la composition, la nature et la distribution des liaisons au sein de la structure cristalline du $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$, les atomes s'arrangent en première approximation de manière aléatoire en formant des liaisons Si-Si, Si-Ge et Ge-Ge. Il est cependant possible d'estimer la probabilité de former une liaison Si-Si, Si-Ge ou encore Ge-Ge, soit $p_{\text{Si-Si}} = (1 - x)^2$, $p_{\text{Si-Ge}} = 2x(1 - x)$ et $p_{\text{Ge-Ge}} = x^2$ respectivement [31]. Les paramètres de maille du silicium ($a_{\text{Si}} = 0,5431 \text{ nm}$) et du germanium ($a_{\text{Ge}} = 0,5657 \text{ nm}$) possèdent un désaccord d'environ 4,2%. L'alliage $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ présente un paramètre de maille se situant entre celui de Si et du Ge [32]. Mesuré expérimentalement, en considérant l'alliage $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ comme un cristal virtuel¹ [33], le paramètre de maille de ce dernier peut être approché par une loi linéaire de Vegard [34]:

$$a_{\text{SiGe}}(x) = (1 - x)a_{\text{Si}}^0 + xa_{\text{Ge}}^0 \quad (1. 4-1)$$

¹ On considère un cristal virtuel de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$, comme composé d'atomes virtuels, qui sont des atomes mélangeant les propriétés des atomes de silicium et de germanium

La loi de Vegard (3.1) précédemment citée est une approximation que l'on corrigera via la loi empirique (polynomiale) suivante [34], [35]:

$$a_{SiGe}(x) = a_{Si} + 0,205x + 0,0263x^2(\text{Å}) \quad (1. 4-2)$$

En choisissant la stœchiométrie, il est donc possible de disposer de matériaux dont les propriétés cristallines et électroniques varient continûment [28], [36], [37]. La stœchiométrie permet de modifier les propriétés de transport de courant à travers des changements de mobilité des porteurs.

1. 5. Impact des contraintes sur la mobilité

L'amélioration de la mobilité des porteurs des transistors, comme discuté précédemment dépend des matériaux utilisés pour le canal lui-même, mais aussi très largement de leur état de contrainte $\bar{\sigma}$. Cette contrainte induite par la déformation du réseau cristallin influe sur les propriétés électroniques des dispositifs semi-conducteurs, au même titre que d'autres paramètres comme l'orientation cristallographique du réseau, la composition chimique et les défauts. L'introduction de contrainte σ impacte la structure des bandes d'énergies et modifie ainsi les masses effectives des porteurs, elles-mêmes reliées à la mobilité par la relation suivante :

$$\mu(\sigma) = \frac{\tau q}{m^*(\sigma)} \quad (1. 5-1)$$

m^* correspond à la masse effective des porteurs, τ est le temps moyen entre deux collisions et q la charge élémentaire.

Il existe deux approches basiques permettant d'introduire des contraintes dans le canal du transistor : l'approche globale et locale. La première met principalement en œuvre un substrat contraint tel que le SGOI ('Silicon Germanium On Insulator'), le sSOI ('strained Silicon On Insulator') ou encore plus récemment des fines couches de $Si_{1-x}Ge_x$ contraintes, obtenues par le procédé de condensation. Des variations locales de contraintes peuvent être alors introduites par une épitaxie de matériaux semi-conducteurs au niveau des sources et drains ($Si_{1-x}Ge_x$ pour une contrainte en compression, $Si_{1-y}C_y$ pour une contrainte en tension) ou par dépôt d'une couche contrainte (de nitrure de silicium par exemple) sur la grille des transistors. Cette contrainte est considérée comme uniaxiale ou biaxiale dans le plan du substrat lorsqu'elle est respectivement appliquée suivant une ou deux directions du substrat, en compression et tension lorsque respectivement elle comprime et étend le réseau cristallin.

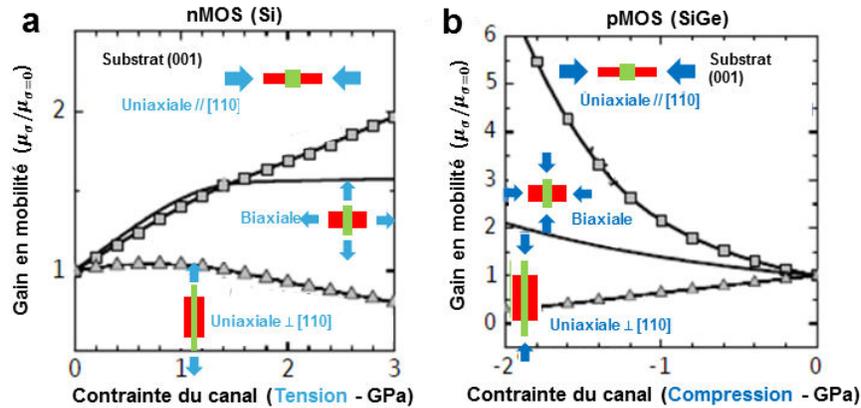


Figure 10 (a) Variation de la mobilité des électrons dans le Si et (b) de la mobilité des trous dans le $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ en fonction de la contrainte dans le canal [38]

L'utilisation de transistors à canal double, qui se compose de Si contraint pour les transistors de type n et $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ pour les transistors de type p, optimise ainsi le gain en matière de mobilité pour les deux types de transistors [39], [40]. Le nMOS à canal composé de silicium ne requiert pas, ou très peu de contrainte pour augmenter ses performances (Figure 10 a). Son complémentaire, le pMOS à canal silicium-germanium ($\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$), nécessite quant à lui une forte contrainte (environ 1GPa) [38], [41] (Figure 10 b). L'introduction de contraintes au niveau du canal du transistor présente donc un intérêt conséquent, plus particulièrement dans les technologies de transistors planaires 14 nm FDSOI [19]. Dès lors, les développements de nouveaux procédés et architectures basées sur l'ingénierie des contraintes se multiplient : utilisation de stressseurs [42], de boxcreep [43], de sSOI [44], [45], etc ... Plusieurs combinaisons aussi innovantes les unes que les autres, offrant un large choix d'optimisation des performances.

1. 6. Structures de métrologie

Le suivi des procédés est possible grâce aux équipements de métrologie en ligne de fabrication, et à la présence de structures dédiées présentes sur les plaquettes. Pour le suivi de composition chimique, d'épaisseur et de déformation, elles se veulent être le plus simple possible, représentatives du procédé à surveiller, et occupent couramment des surfaces de l'ordre de plusieurs dizaines de micromètres. L'une des raisons de cet état de fait est la taille importante de sonde des techniques mises en œuvre et/ou la résolution de la source illuminatrice. La sonde de mesure étant typiquement très étendue par rapport aux faibles dimensions des dispositifs, les équipements ne peuvent pas directement mesurer les structures de production. Ces zones de mesure pour la caractérisation de couches minces sont généralement planaires, cette simplicité s'explique par la nécessité d'atteindre des niveaux de stabilité importants, requis par la métrologie. Elles sont inutiles dans le fonctionnement du circuit et sont en règle générale situées dans les lignes de découpes des circuits

(Figure 11 a). Cependant, les mesures dans ces zones hors du champ de la puce ne sont pas forcément représentatives des effets qui peuvent survenir dans le circuit, réduisant la possibilité de réagir correctement aux déviations du procédé de fabrication. Par conséquent, il y a une tendance nette de vouloir mesurer directement au sein du champ de la puce et non pas dans des zones dédiées hors du champ de la puce. Récemment, des structures de métrologie pour la HRXRD sont aussi directement implémentées dans le champ du circuit, subissant ainsi le même procédé que le reste des structures (Figure 11 b et Figure 12).

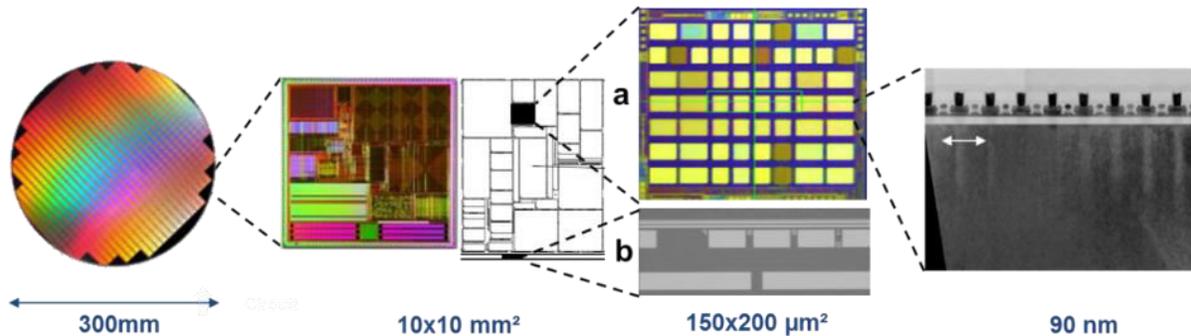


Figure 11 Illustrations des structures de métrologie. Image d'une plaque, d'un circuit et son illustration, image au microscope des boîtes de mesures intégrées dans le circuit (a), une image au TEM en coupe, et des boîtes de mesures présentes dans les lignes de découpes (b).

Certaines structures liées au suivi des étapes de gravures mécaniques et chimiques, et de lithographie sont déjà intégrées dans le champ du circuit et présentent par nécessité des géométries plus complexes, proches des composants du circuit. Pour le suivi des déformations, il est aussi indispensable de développer des structures représentatives de ces derniers, l'état de déformation des transistors variant localement, à l'échelle du nanomètre. Des structures de métrologie pour le suivi des déformations sont donc aujourd'hui composées de transistors représentatifs de ceux embarqués dans les circuits. La seule différence est que leur largeur (L) est bien plus importante, afin d'avoir des intensités diffractées suffisantes (Figure 12). Cette propriété permet aussi de réduire la complexité du champ de déformation, en limitant les variations des déformations dans la largeur des transistors. Ces transistors sont périodiquement répétés suivant leur longueur, de telle manière que cela génère un réseau de lignes. Ces réseaux sont constitués de structures pMOS et nMOS, sur substrat en silicium ou FDSOI, possédant un ensemble varié de dimensions, de même ordre de grandeur que pour les circuits. Pour chaque génération de transistors, les masques de lithographie possèdent des exigences différentes en matière de dimensionnement, de fait les structures de métrologies sont aussi soumises à ces exigences.

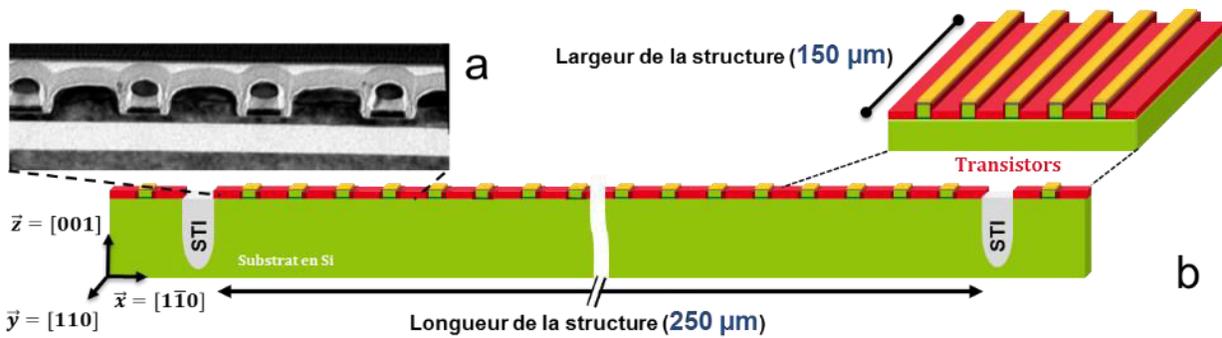


Figure 12 (a) Image TEM et (b) schéma d'une structure de métrologie de 250 μm de long et 150 μm de large, séparée du circuit par des tranchées étroites d'isolation (STI).

1. 7. Techniques de détermination des déformations locales

Avant d'introduire les techniques permettant d'accéder aux contraintes locales, il est important de préciser qu'une contrainte ne peut pas être mesurée expérimentalement. Les techniques donnent accès au champ de déformation d'une structure, qui, associées à un modèle mécanique incluant les propriétés élastiques, aboutissent à une évaluation des contraintes¹. Pour la mesure des contraintes locales, il est donc nécessaire d'avoir une technique de mesure permettant de résoudre ces déformations avec une précision de quelques nanomètres, ce qui limite le choix. Parmi les techniques de caractérisation des déformations, seul un nombre très limité peut être utilisé en industrie, en raison de faibles résolutions spatiales, de la sélectivité à une classe de matériaux ou encore de la nécessité de coupler les résultats avec une modélisation. Les techniques répondant à ces critères peuvent ensuite être distinguées suivant le critère d'éligibilité à un contrôle non destructif.

1. 7. 1. Techniques destructives

Les techniques faisant référence dans le domaine de la détermination locale des contraintes sont basées sur la microscopie électronique en transmission (TEM). Elles permettent de cartographier des champs de déformation avec une résolution nanométrique, voire sub-nanométrique. Parmi elles, la diffraction d'électrons à nano-faisceau (NBED) et la diffraction d'électrons en faisceau convergent (CBED) sont les plus courantes [46], [47]. Elles peuvent fournir des informations sur la contrainte à une échelle de quelques dizaines de nanomètres [3], [48]–[50]. Plus récemment, des développements significatifs ont permis l'émergence de l'holographie électronique en champ sombre (DFEH) [4], [6], [51], [52] et la diffraction d'électrons par précession (PED) [5], toutes deux possédant des résolutions de quelques nanomètres. La préparation d'échantillon est un prérequis de ce type d'analyse. Les structures sont découpées en lame mince, d'épaisseur submicronique, permettant au faisceau d'électrons de traverser l'échantillon. Pour ce faire, la technique utilisée est alors le micro-

¹ Par abus de langage, on parlera indifféremment de mesures de déformations ou détermination des contraintes

usinage FIB¹. Un faisceau d'ions Ga est accéléré afin de pouvoir usiner l'échantillon. Malheureusement, les tensions d'accélération, comprises entre 50eV et 5kV, peuvent induire une légère amorphisation de l'échantillon. Ainsi, la préparation de lames minces n'est pas sans effet, et peut causer la relaxation des déformations au sein des structures analysées. Ces techniques, bien que présentant une résolution spatiale parfaitement adaptée à l'analyse de transistors, sont donc par nature destructives et ne permettent qu'une analyse très localisée des échantillons. Ces caractéristiques sont de fait problématiques dans l'élaboration d'un diagnostic au plus proche des conditions de fonctionnement des transistors. De plus, ces techniques étant lourdes de mise en œuvre, leur utilisation pour le suivi d'un volume conséquent d'échantillons est très limitée. Leur utilisation reste donc souvent limitée à un environnement de laboratoire d'analyse.

1. 7. 2. Techniques non destructives

L'analyse non destructive de contrainte est essentielle, que ce soit pour l'ingénierie des transistors, dans la mise en œuvre de nouveaux procédés, mais aussi dans une démarche de contrôle pendant le processus de fabrication. Ainsi l'attention portée à des techniques permettant une analyse de contraintes directement en ligne de production, sans avoir recours à une préparation d'échantillon est grandissante. Un certain nombre de techniques très sophistiquées ont déjà fait leurs apparitions dans le milieu industriel, principalement pour des contrôles dimensionnels, stoechiométrique ou encore de contamination (Scatterometrie, Ellipsométrie, diffraction de rayons-X (XRD), spectroscopie photoélectronique X (XPS)) [53], [54]. Seulement, elles ne possèdent pas la capacité de mesurer des contraintes. Des techniques basées sur la mesure de courbure des plaques permettent de mesurer les contraintes avec précision, mais elles se limitent à une vue macroscopique, tout du moins, elles ne mesurent pas d'un point de vue local, à l'échelle des transistors [55], [56]. Pour ce faire, de nouvelles techniques ou méthodologies sont donc à développer, dans le but de contrôler les caractéristiques physiques localement.

Diffraction des rayons-X

La diffraction de rayons-X (XRD) est une technique historique de référence pour la caractérisation de la composition, de l'épaisseur et des contraintes résiduelles. Son efficacité a été démontrée à de nombreuses reprises, que ce soit en laboratoire ou en industrie [53], [57]. Avec cette technique, les valeurs de déformations peuvent être obtenues pour les différentes composantes du tenseur de déformation [40]. Elle présente de plus l'intérêt d'être applicable à une large classe de matériaux d'intérêt pour la microélectronique. Le bénéfice apporté par la diffraction de rayons-X réside notamment dans sa capacité à déterminer de manière qualitative et quantitative la déformation d'un réseau cristallin, avec une grande précision ($\sim 10^{-4}$), et ce sur la base de peu

¹ Focused Ion Beam : Sonde ionique focalisée

d'hypothèses initiales. La technique est déjà fortement utilisée en industrie [58], tout particulièrement en métrologie [59], dans le but de caractériser des couches minces déposées sur des plaques ou dans des structures planaires. Elle joue actuellement un rôle significatif dans l'élaboration des procédés de fabrication des transistors en microélectronique [53], [58]. Ceci est rendu possible grâce au développement d'équipements d'XRD dédiés à la métrologie, disposant d'une taille de faisceau faible, de $50\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$.

Néanmoins, elle n'est pas appliquée à la mesure d'éléments structurés, tel que des transistors, les méthodes d'analyse développées industriellement autour de cette technique n'atteignant pas ce niveau de complexité [7], [9], [60]. Malgré tout, des approches existent. Utilisées en laboratoire, elles permettent de résoudre le champ de déformation à l'échelle d'un transistor, par l'utilisation de cartographie de l'espace réciproque (RSM) [8], [61]. Cela suppose que les transistors forment un réseau parfaitement périodique et uniforme [62], [63]. Néanmoins, bien qu'une grande précision puisse être obtenue sur le champ de déformation, la localisation de ce champ de déformation est perdue, et ce de manière intrinsèque à la technique. L'accès à une distribution de déformation locale n'est pas aussi direct qu'avec les techniques de microscopie. Pour obtenir une image complète de ce champ de déformation, il est bien souvent requis de procéder à l'utilisation de simulations [64]–[66]. Certes, certaines de ces informations peuvent être extraites par le biais de simples opérations, comme l'extraction de la position des pics ou bien du profil d'intensité [62], [63], [67], cependant, afin d'obtenir des informations précises, une analyse plus rigoureuse est nécessaire [68], [69]. En somme, l'implémentation industrielle de l'utilisation des RSM n'est pas au point à ce jour.

Raman

En complément de la XRD, l'une des techniques envisagée est la spectroscopie Raman, plus particulièrement la micro-spectroscopie Raman. Elle dispose de nombreux atouts pour la détermination des contraintes, notamment une résolution spatiale submicronique et une sensibilité importante vis-à-vis de la déformation ($\sim 10^{-4}$) [70]. Elle présente de plus un seuil de détection relativement faible et un paramétrage de l'épaisseur sondée, permettant l'analyse de couches très minces en utilisant une source d'excitation dans l'UV. Quotidiennement utilisée en laboratoire pour l'analyse de matériaux d'intérêt pour l'industrie des micros et nanotechnologies, c'est une technique qui permet, entre autres, de mesurer à la fois la déformation, sa fluctuation, mais aussi la composition chimique des structures à base de semi-conducteurs. Dans le passé, cette technique a surtout été cantonnée à des études de chimie en complément de la spectroscopie infrarouge, donnant des informations sur la composition chimique et la cristallinité des matériaux. Cependant, depuis les premiers rapports de Anastassakis et al [71] sur la sensibilité des raies Raman à la déformation, la technique a été appliquée de plus en plus fréquemment comme un outil de mesure de ces

déformations. Malgré les différents atouts évidents que propose cette technique, elle reste actuellement cantonnée à des analyses en laboratoire, et ne dispose pas d'une résolution spatiale en adéquation avec les dimensions nanométriques des transistors. Pour combler cette lacune, des techniques avancées sont actuellement en développement, notamment la spectroscopie Raman exaltée par pointe (TERS), couplant un spectromètre μ Raman avec une pointe d'un microscope à force atomique (AFM) ou d'un microscope à effet tunnel (STM) [72]–[74]. Ces systèmes hybrides permettent de profiter à la fois des informations fournies par la spectroscopie μ Raman tout en bénéficiant des résolutions des techniques en champ proche. Développés il y a peu, elles n'ont cependant que peu été appliquées à l'étude d'alliage composite tel que le $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ [75], [76]. Il est donc d'intérêt d'évaluer la capacité de la technique à s'étendre à cette classe de matériaux et son potentiel d'industrialisation.

1. 7. 3. Techniques prédictives

Les outils de simulation des champs de déformations s'avèrent très utiles dans l'étude des contraintes. L'état de déformation de la structure est calculé à l'aide de modèles mécaniques ou thermomécaniques, traitant les équations d'équilibre du système. Parmi les méthodes de simulation les plus utilisées, on peut citer l'analyse par éléments finis, un outil informatique de simulation puissant et souple [48], [77]–[79]. Ces modèles sont en général basés sur la mécanique des milieux continus et ne considèrent pas le caractère discret à l'échelle atomique du matériau : une étape est donc nécessaire pour passer d'une description continue aux réseaux cristallins discrets, et des effets comme les glissements internes ne sont pas décrits par cette modélisation [20]. Des modèles atomistiques basés sur les forces d'interaction semblent plus pertinents, comme le modèle de champ de force de valence de Keating [80], [81]. Il faut néanmoins mentionner que, quel que soit le modèle, certaines hypothèses doivent être faites sur la distribution des contraintes ou l'état de déformation (par exemple élastique ou déformation plastique). Ces méthodes théoriques ont donc un besoin incontournable d'un support de résultats expérimentaux afin de vérifier leur validité. De fait une démarche couplée, associant mesures et modélisation présente de nombreux intérêts.

2. Contraintes mécaniques

Ce chapitre est destiné à présenter et expliquer de manière succincte les bases nécessaires à la compréhension des différentes notions propres à l'étude des contraintes présentées dans ce manuscrit. Dans le cadre de la théorie de l'élasticité linéaire, nous décrirons brièvement le concept de contrainte et déformation ainsi que les relations mathématiques qui relient ces deux concepts. Par la suite, au regard de ces bases théoriques, il sera décrit quelques propriétés physiques de l'alliage $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$, notamment l'impact de l'hétéro-épitaxie sur l'état de contrainte et nous présenterons divers états de contrainte particuliers. Enfin, des moyens de simulations des contraintes et de déformations seront abordés, au travers de différents modèles, en présentant leurs avantages et inconvénients ainsi que leurs possibles utilisations en microélectronique.

2. 1. Notions d'élasticité linéaire

La théorie de l'élasticité linéaire est un cas particulier de la mécanique des milieux continus. L'élasticité se définit comme un état réversible pour lequel un matériau retourne à son état initial lorsque l'on supprime toute sollicitation. Dans la limite de petites déformations, on parle alors d'élasticité linéaire. Sous l'application d'une force externe, les matériaux solides peuvent se déformer, lorsque la force n'existe plus, les matériaux vont retourner vers leur état originel par un processus de relaxation. L'amplitude et la distribution spatiale de cette relaxation vont dépendre des propriétés définies par l'élasticité du matériau. La force surfacique externe qui est appliquée est nommée contrainte.

2. 1. 1. Tenseurs de déformation et de contrainte

Considérant une déformation locale et uniforme d'un milieu continu et homogène (Figure 13), soit \vec{u} le déplacement d'un point par rapport au solide non déformé, on décrit alors, dans la limite des petites déformations, les composantes du tenseur des déformations par la relation suivante [82]:

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_i}{\partial \alpha_j} + \frac{\partial u_j}{\partial \alpha_i} \right) \quad (2. 1-1)$$

i et j correspondant aux directions d'une base orthonormale $\mathcal{B} = (\vec{\alpha}_1, \vec{\alpha}_2, \vec{\alpha}_3)$.

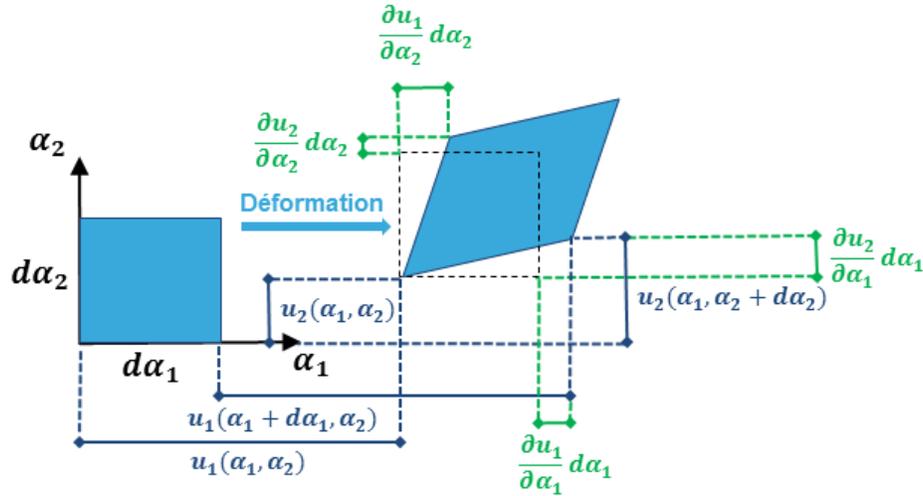


Figure 13 Représentation bidimensionnelle de la déformation locale d'une partie élémentaire d'un milieu continu

La contrainte et la déformation associée s'expriment toutes deux sous la forme de tenseurs [82]. Ces tenseurs sont symétriques, de rang 2 et d'ordre 3, possédant ainsi $3^2=9$ composantes. Cependant, les relations d'équilibre au sein du matériau permettent par symétrie de réduire les tenseurs à 6 composantes indépendantes¹. Le tenseur des déformations $\bar{\varepsilon}$, qui exprime la déformation locale d'un élément, tel que présenté en Figure 13 s'écrit alors de la façon suivante :

$$\bar{\varepsilon} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} & \varepsilon_{12} & \varepsilon_{13} \\ \varepsilon_{21} & \varepsilon_{22} & \varepsilon_{23} \\ \varepsilon_{31} & \varepsilon_{32} & \varepsilon_{33} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{\partial u_1}{\partial \alpha_1} & \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_1}{\partial \alpha_2} + \frac{\partial u_2}{\partial \alpha_1} \right) & \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_1}{\partial \alpha_3} + \frac{\partial u_3}{\partial \alpha_1} \right) \\ \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_2}{\partial \alpha_1} + \frac{\partial u_1}{\partial \alpha_2} \right) & \frac{\partial u_2}{\partial \alpha_2} & \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_2}{\partial \alpha_3} + \frac{\partial u_3}{\partial \alpha_2} \right) \\ \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_3}{\partial \alpha_1} + \frac{\partial u_1}{\partial \alpha_3} \right) & \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_3}{\partial \alpha_2} + \frac{\partial u_2}{\partial \alpha_3} \right) & \frac{\partial u_3}{\partial \alpha_3} \end{pmatrix} \quad (2. 1-2)$$

Le tenseur $\bar{\sigma}$ représentant les forces internes exercées sur un élément de volume infinitésimal par l'élément de matière voisin s'exprime de manière similaire [82]:

$$\bar{\sigma} = \begin{pmatrix} \sigma_{11} & \sigma_{12} & \sigma_{13} \\ \sigma_{21} & \sigma_{22} & \sigma_{23} \\ \sigma_{31} & \sigma_{32} & \sigma_{33} \end{pmatrix} \quad (2. 1-3)$$

Les déformations sont sans unité ([1]) et les contraintes s'expriment en Pascal ([Pa]).

¹ $\varepsilon_{ij} = \varepsilon_{ji}$ et $\sigma_{ij} = \sigma_{ji}$

2. 1. 2. Dépendance entre contraintes et déformations : Loi de Hooke

Dans le cadre de déformations de faible amplitude, la relation linéaire identifiée par Robert Hooke (Loi de Hooke) permet d'établir une relation entre les déformations et les contraintes (en Pa), en introduisant les tenseurs des souplesses S (en Pa^{-1}) et des rigidités C (Pa). Ces tenseurs sont de rang 3 et d'ordre 4, possédant ainsi $3^4 = 81$ composantes [82]. Les relations liant les termes du tenseur des déformations et des contraintes s'expriment alors ainsi :

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl}\varepsilon_{lk} \Leftrightarrow \varepsilon_{ij} = S_{ijkl}\sigma_{lk} \quad (2. 1-4)$$

De la même façon que pour les tenseurs des déformations et des contraintes, les tenseurs des souplesses et des rigidités peuvent être réduits à 36 composantes indépendantes par des propriétés de symétrie¹, puis à 21 en considérant le premier principe de la thermodynamique, qui fournit une grande symétrie indicelle² [83]. Les concepts de déplacement, déformation et contrainte sont donc liés (Figure 14), la connaissance des propriétés mécaniques du matériau permet de passer de l'un à l'autre. L'ensemble des valeurs des coefficients de souplesse et de rigidité sont généralement tabulés, pour différents matériaux.

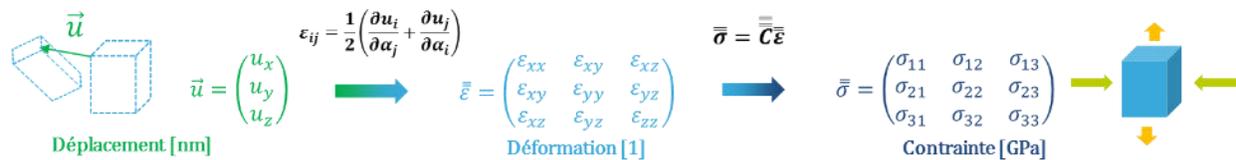


Figure 14 Illustration des liens entre les concepts de déplacements, déformations et contraintes.

2. 1. 3. Cas particuliers

Les relations abordées précédemment sont générales, cependant dans certains cas particuliers, il est possible de les simplifier dans le but de décrire plus facilement le comportement mécanique des structures. Dans la suite du manuscrit, nous rencontrerons trois cas particuliers : le cas des matériaux cubiques, des déformations planes et des contraintes planes. Ces simplifications présentent un intérêt pour l'élaboration de modèles de simulation mécaniques ou de relations mathématiques.

2. 1. 3. 1 Cas des matériaux cubiques

Par les relations de symétries cristallines précédemment évoquées, la réduction des tenseurs introduite par Voigt [84] et la réduction du nombre de composantes introduites par Nye [85], il est possible de définir les tenseurs des rigidités et des souplesses dans les matériaux cubiques, par

¹ $S_{ijkl} = S_{jikl} = S_{ijlk} = S_{jilk}$ et $C_{ijkl} = C_{jikl} = C_{ijlk} = C_{jilk}$

² $S_{ijkl} = S_{klij}$ et $C_{ijkl} = C_{klij}$

seulement 3 composantes indépendantes. Par exemple, le tenseur des rigidités s'exprime de la manière suivante [82]:

$$c_{ij} = \begin{pmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{12} & 0 & 0 & 0 \\ c_{12} & c_{11} & c_{12} & 0 & 0 & 0 \\ c_{12} & c_{12} & c_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & c_{44} \end{pmatrix} \quad (2. 1-5)$$

Les tenseurs de rigidités et de souplesses étant reliés par la relation $\underline{\underline{S}} = \underline{\underline{C}}^{-1}$, on peut exprimer les trois coefficients de rigidité à partir des coefficients de souplesse :

$$\begin{cases} c_{11} = \frac{s_{11} + s_{12}}{(s_{11} - s_{12})(s_{11} + 2s_{12})} \\ c_{12} = \frac{-s_{12}}{(s_{11} - s_{12})(s_{11} + 2s_{12})} \\ c_{44} = \frac{1}{s_{44}} \end{cases} \quad (2. 1-6)$$

Ces relations restent identiques pour les composantes du tenseur des souplesses, en inversant les coefficients c_{ij} avec les s_{ij} . Ainsi en connaissant les 6 composantes du tenseur de déformations, les composantes du tenseur de contraintes sont directement obtenues à l'aide de l'expression suivante¹ :

$$\begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{13} \\ \sigma_{12} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{12} & 0 & 0 & 0 \\ c_{12} & c_{11} & c_{12} & 0 & 0 & 0 \\ c_{12} & c_{12} & c_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & c_{44} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ 2\varepsilon_{23} \\ 2\varepsilon_{13} \\ 2\varepsilon_{12} \end{pmatrix} \quad (2. 1-7)$$

Si de plus le matériau est isotrope², le tenseur des rigidités ou des souplesses se réduit à deux composantes par la condition d'isotropie suivante [82]:

$$c_{44} = \frac{1}{2}(c_{11} - c_{12}) \quad (2. 1-8)$$

¹ Notation de Voigt

² Par exemple une structure cristalline de tungstène

2. 1. 3. 2 Déformations planes

Si le champ de déplacement est tel qu'il soit indépendant d'une coordonnée spatiale, alors la déformation suivant cette coordonnée est nulle, cela correspond à un état de déformation plan. Soit $\vec{\alpha}_2$ la direction associée à cette dimension, les composantes ε_{22} , ε_{12} et ε_{23} peuvent alors être négligées¹. Les déplacements dans la direction $\vec{\alpha}_2$ sont considérés comme nuls dans toute la structure. Le tenseur des déformations prend alors la forme suivante :

$$\bar{\varepsilon} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} & 0 & \varepsilon_{13} \\ 0 & 0 & 0 \\ \varepsilon_{31} & 0 & \varepsilon_{33} \end{pmatrix} \quad (2. 1-9)$$

On retrouve cet état lorsqu'une des dimensions d'un système est nettement supérieure aux autres.

2. 1. 3. 3 Contraintes planes

De manière similaire, une structure sera en état de contraintes planes si le champ des contraintes en tout point ne dépend que de deux coordonnées spatiales, et que les composantes du tenseur de contraintes associées à la troisième coordonnée sont nulles². Soit $\vec{\alpha}_2$ cette direction, alors le tenseur de contrainte prend alors la forme:

$$\bar{\sigma} = \begin{pmatrix} \sigma_{11} & 0 & \sigma_{13} \\ 0 & 0 & 0 \\ \sigma_{31} & 0 & \sigma_{33} \end{pmatrix} \quad (2. 1-10)$$

Cette condition est vérifiée dans le cas où l'une des dimensions de la structure est fortement réduite, par exemple dans le cas de lames minces.

2. 2. Contrainte biaxiale dans une couche de SiGe épitaxiée

L'ensemble des matériaux étudiés dans ce manuscrit est de type cristallin. Ils sont caractérisés par une structure, une orientation, des paramètres de mailles, mais aussi des propriétés mécaniques singulières. Les lois de l'élasticité linéaire, précédemment introduites, définissent le comportement mécanique des matériaux à l'échelle macroscopique pour des milieux continus, néanmoins, il est possible d'appliquer le même formalisme pour les structures cristallines.

¹ $\varepsilon_{22} = \varepsilon_{12} = \varepsilon_{23} = 0$

² $\sigma_{12} = \sigma_{23} = \sigma_{22} = 0$

2. 2. 1. Déformation du réseau

L'application d'une déformation sur un cristal déforme son réseau cristallin, modifiant ainsi les positions atomiques. Pour illustrer ce propos, considérons le cas bidimensionnel illustré en Figure 15. Les vecteurs \vec{x} et \vec{y} décrivent le réseau non déformé, correspondant dans ce cas aux vecteurs de bases du réseau.

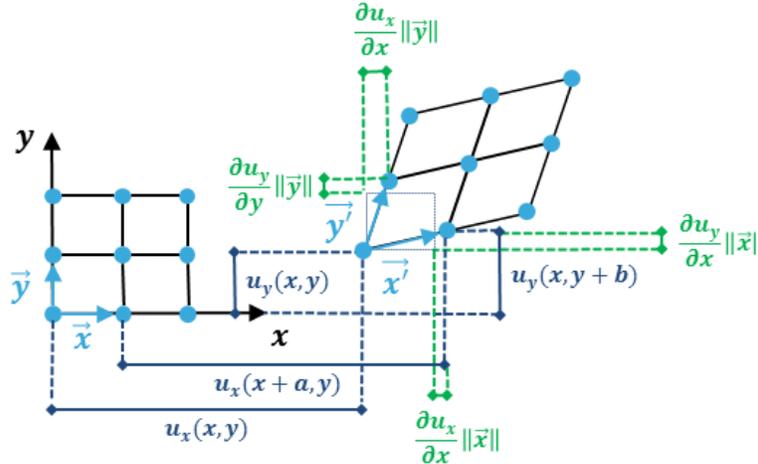


Figure 15 Représentation bidimensionnelle de la déformation locale d'un réseau cristallin.

Sous une faible déformation du réseau, les deux vecteurs peuvent être déformés suivant leur longueur, mais aussi suivant deux rotations, entraînant un déplacement suivant les directions complémentaires. Les nouveaux vecteurs peuvent alors se réécrire en fonction des anciens vecteurs et des coefficients du tenseur de déformations :

$$\begin{cases} \vec{x}' = (1 + \varepsilon_{xx})\vec{x} + \varepsilon_{xy}\vec{y} + \varepsilon_{xz}\vec{z} \\ \vec{y}' = \varepsilon_{yx}\vec{x} + (1 + \varepsilon_{yy})\vec{y} + \varepsilon_{yz}\vec{z} \end{cases} \quad (2. 2-1)$$

Le formalisme des théories mécaniques permet dans ce cas d'illustrer la déformation du réseau cristallin. De fait, tout comme dans le cas des milieux continus, il est possible de relier cette déformation à la contrainte, au travers de la loi de Hooke.

2. 2. 2. Contrainte bi-axiale : Hétéro-épitaxie du SiGe

L'alliage de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ sous forme cristalline, très largement étudié dans ce manuscrit, présente, en tant que cristal, des comportements mécaniques tels qu'abordés précédemment. Lors d'une hétéro-épitaxie sur du silicium, du fait de la faible différence de paramètre de maille, l'alliage de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ adopte le même paramètre de maille dans le plan que ce dernier, permettant ainsi la réalisation de couches épitaxiées de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ sur silicium. Cependant, cette différence provoque une déformation de l'alliage $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ à l'interface avec le substrat, et ce du fait d'interactions entre les atomes. Lorsque le désaccord de maille est faible, la croissance est pseudomorphique : le paramètre de maille de la

couche épitaxiée va s'adapter au paramètre de maille du substrat, dans le plan. La maille de la couche épitaxiée s'adaptant à celle du substrat sous-jacent dans le plan de croissance, elle est contrainte dans les deux directions de ce plan (Figure 16).

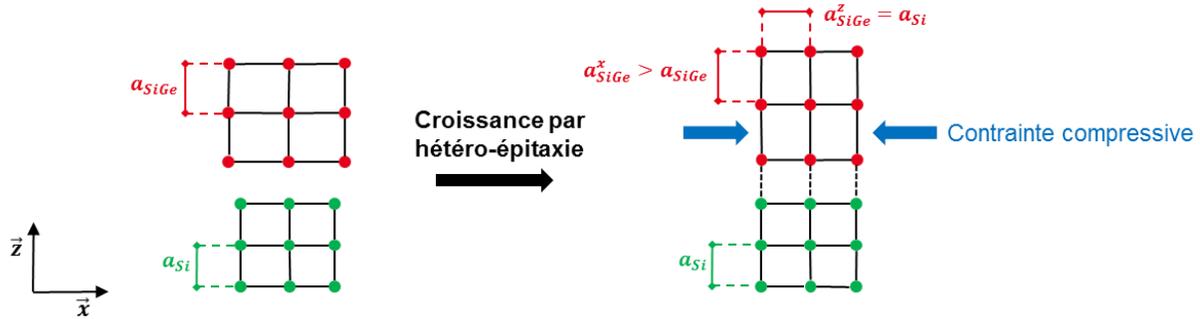


Figure 16 Schéma de l'impact d'une contrainte compressive sur les paramètres de maille pour une structure cristalline pseudomorphique de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ épitaxié sur un substrat de silicium

C'est donc l'interaction entre les structures cristallines qui va générer une déformation du réseau cristallin, qui va elle-même induire une contrainte dans la structure. Dans le cas du $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$, cette contrainte est compressive dans le plan du substrat et entraîne une dilatation dans la direction perpendiculaire [18].

2. 2. 1 Hétéro-épitaxie du SiGe

Lorsque la croissance est homogène dans le plan, on peut exprimer la déformation dans le plan du $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ par l'expression suivante :

$$\varepsilon_{\parallel} = \frac{a_{\text{Si}} - a_{\text{SiGe}}}{a_{\text{SiGe}}} \quad (2. 2-2)$$

Ici, a_{Si} et a_{SiGe} correspondent respectivement au paramètre de maille du Si et du $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$, libre de toute sollicitation extérieure.

Le paramètre de maille de l'alliage $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ étant dépendant de la teneur en Ge, la valeur de déformation résultante l'est aussi. Une concentration plus élevée en germanium induit un paramètre de maille plus grand et ainsi une déformation supérieure. Dans le cas d'une épitaxie parfaitement pseudomorphique de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ sur un substrat de silicium, la déformation est la même dans les directions x et y. La croissance ne produisant pas de déformation de cisaillement, nous avons donc respectivement les relations suivantes:

$$\begin{cases} \varepsilon_{xx} = \varepsilon_{yy} = \varepsilon_{\parallel} \\ \varepsilon_{xy} = \varepsilon_{yx} = 0 \end{cases} \quad (2. 2-3)$$

La déformation perpendiculaire ε_{zz} résultante, nommée ε_{\perp} dans ce cas, peut se calculer à partir des constantes élastiques, suivant les relations :

$$\varepsilon_{\perp} = \frac{2s_{12}}{s_{11} + s_{12}} \varepsilon_{\parallel} = \frac{-2c_{12}}{c_{11}} \varepsilon_{\parallel} \quad (2. 2-4)$$

Le tenseur correspondant s'exprime ainsi simplement:

$$\bar{\varepsilon} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{\parallel} & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_{\parallel} & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{\perp} \end{pmatrix} \quad (2. 2-5)$$

2. 2. 2. 1 Contrainte bi-axiale et loi de Hooke

En matière de contrainte, la structure est alors sous contrainte bi-axiale¹, réduisant le tenseur de contrainte à une seule composante² σ [82]. Dans ce cas précis, on peut relier les composantes du tenseur de déformations avec la contrainte de manière simple au travers de la loi de Hooke [86], menant aux relations suivantes :

$$\begin{cases} \sigma = \varepsilon_{\parallel} \frac{1}{s_{11} + s_{12}} = \varepsilon_{\parallel} \frac{(c_{11} - c_{12})(c_{11} + 2c_{12})}{c_{11}} \\ \sigma = \varepsilon_{\perp} \frac{1}{2s_{12}} = \varepsilon_{\perp} \frac{(c_{11} - c_{12})(c_{11} + 2c_{12})}{-2c_{12}} \end{cases} \quad (2. 2-6)$$

Le lien entre les déformations et les contraintes est matérialisé à partir des coefficients élastiques de rigidité et de souplesse, dont les valeurs sont reportées dans le Tableau 2, dans le cas du silicium et du germanium monocristallin [87]:

	Souplesses [$\times 10^{-12}$ Pa ⁻¹]			Rigidités [$\times 10^9$ Pa]		
	s₁₁	s₁₂	s₄₄	c₁₁	c₁₂	c₄₄
Si	7,68	-2,14	12,70	165,70	63,90	79,60
Ge	6,12	-4,88	15,00	128,34	48,34	66,71

Tableau 2 Valeurs des coefficients de rigidités et souplesses pour le silicium et le germanium

Afin d'approcher au mieux les valeurs de rigidités et souplesses au sein d'alliage de Si_{1-x}Ge_x nous pouvons considérer une interpolation linéaire entre les coefficients précédemment évoqués [88] :

¹ $\sigma = \sigma_{\parallel} = \sigma_x = \sigma_y$

² $\sigma_z = \sigma_{\perp} = 0$ et $\sigma_{xy} = \sigma_{yz} = \sigma_{xz} = 0$

$$\begin{cases} c_{11}(x) = c_{11}^{Si} - 37,3x \\ c_{12}(x) = c_{12}^{Si} - 15,6x \\ c_{44}(x) = c_{44}^{Si} - 12,8x \end{cases} \quad (2. 2-7)$$

x étant la proportion de Ge dans l'alliage de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$.

Les propriétés mécaniques de l'alliage $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ sont anisotropes, tout comme le silicium. Suivant l'axe cristallographique considéré, les composantes des tenseurs des rigidités et des souplesses ne présentent pas les mêmes valeurs. La convention dans l'expression des relations mécaniques établie précédemment est d'utiliser les axes cristallographiques principaux, les relations sont alors évoquées dans le repère \mathcal{R}_c . Pour notre étude, nous considérerons donc la transformation de ces relations par changement de référentiel décrit en annexe 7. 2. 1. Cette transformation permet d'obtenir la relation suivante pour le tenseur de rigidité, exprimé dans le repère \mathcal{R} (cf partie 1. 3.):

$$C_{ij}^{[110]} = \begin{pmatrix} \frac{c_{11} + c_{12}}{2} + c_{44} & \frac{c_{11} + c_{12}}{2} - c_{44} & c_{12} & 0 & 0 & 0 \\ \frac{c_{11} + c_{12}}{2} - c_{44} & \frac{c_{11} + c_{12}}{2} + c_{44} & c_{12} & 0 & 0 & 0 \\ c_{12} & c_{12} & c_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{c_{11} - c_{12}}{2} \end{pmatrix} \quad (2. 2-8)$$

2. 2. 3. Effet de la relaxation des contraintes

Les relations précédemment évoquées décrivent le cas idéal d'une couche mince possédant une contrainte biaxiale parfaite. En réalité, les couches peuvent subir des processus de relaxation.

2. 2. 3. 1 Relaxation plastique

Par exemple, une structure pseudomorphique ne peut exister que dans des films suffisamment minces. Pour des films trop épais, on observe une relaxation de la couche par création de dislocations [89]. L'épaisseur au-delà de laquelle des dislocations sont introduites dans la couche est nommée épaisseur critique h_c , elle dépend de la concentration en germanium [36]. La relaxation correspond à un relâchement de l'énergie élastique accumulée par la couche épitaxiée sous contrainte. Cette relaxation plastique se matérialise par une nucléation de dislocation. Dans le cas d'une couche de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ sous contrainte biaxiale subissant un processus de relaxation isotrope et homogène, on peut simplement quantifier la relaxation dans le plan à partir de la relation suivante :

$$R = \frac{a_{\parallel}^{SiGe} - a^{Si}}{a^{SiGe} - a^{Si}} \quad (2. 2-9)$$

Avec R le coefficient de relaxation et a_{\parallel}^{SiGe} le paramètre de maille de la structure de $Si_{1-x}Ge_x$ dans le plan.

Étant donné l'épaisseur des couches étudiées (entre 2 et 30 nm), et pour une concentration en germanium de l'ordre de 25 %, ces dernières doivent être d'après de précédentes études des couches parfaitement pseudomorphiques ne présentant pas de dislocations [36].

2. 2. 3. 2 Relaxation élastique

Dans le cas de nanostructures, par exemple des réseaux de lignes de $Si_{1-x}Ge_x$, la présence de bords libres permet un autre type de relaxation sans dislocations, la relaxation élastique. Cette relaxation dépend donc fortement de la géométrie de la structure, elle est généralement hétérogène. Les bords de la structure relâchent davantage, modifiant localement le champ de déformation. La relaxation d'une nanostructure sous contrainte biaxiale en compression entraîne une augmentation du paramètre de maille de la structure dans le plan et une diminution hors plan (Figure 17 a). C'est l'effet inverse d'une croissance pseudomorphique (Figure 17 b). Dans ce cas, on ne peut donc pas résumer la relaxation à une valeur ou un tenseur, elle dépend des coordonnées spatiales. L'état de déformation doit être décrit spatialement, on parle alors de champ de déformation.

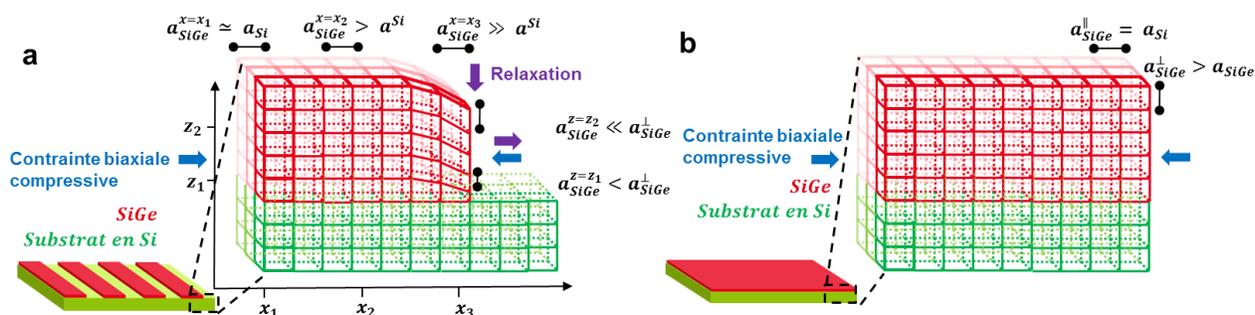


Figure 17 Schémas du réseau cristallin d'une structure de $Si_{1-x}Ge_x$ sous contrainte pseudomorphique en partie relâchée sur les bords (a) et idéale (b), sur substrat en silicium.

Pour les transistors, l'environnement joue aussi un rôle important dans les effets de relaxation, la distribution du champ de déformation est donc bien plus complexe que pour des couches minces. Les structures subissent différents processus pouvant modifier cet état de déformation. Malgré tout, la relation (2. 2-9) peut toujours être considérée localement, c'est-à-dire en exprimant la modification du paramètre de maille en différentes portions de la structure. Néanmoins, le paramètre de maille de référence du $Si_{1-x}Ge_x$ dépendant de la stœchiométrie, la connaissance précise de la concentration en germanium est un prérequis pour résoudre cette relation. Comme on le verra par la suite, il est difficile d'extraire la concentration en germanium d'un alliage

de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ lorsque le champ de déformation est complexe. Dans ce cas, il est bien plus adapté de quantifier cette relaxation à partir du désaccord de maille avec le substrat :

$$\delta_i = \frac{a_i^{\text{SiGe}} - a_0^{\text{Si}}}{a_0^{\text{Si}}}, i = x, y, z \quad (2.2-10)$$

Dans ce cas, on mesure alors une déformation relative au substrat de référence. La déformation perçue par le $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ est en réalité différente. Pour relier cette déformation à celle propre au matériau, la relation suivante doit être utilisée :

$$\varepsilon_i = \frac{a_i^{\text{SiGe}} - a_0^{\text{SiGe}}}{a_0^{\text{SiGe}}} = \frac{a_0^{\text{Si}}}{a_0^{\text{SiGe}}} \delta_i - \frac{a_0^{\text{Si}}}{a_0^{\text{SiGe}}} \frac{a_0^{\text{SiGe}} - a_0^{\text{Si}}}{a_0^{\text{Si}}}, i = x, y, z \quad (2.2-11)$$

Pour ce faire, la concentration en germanium doit être connue afin d'obtenir la valeur de a_0^{SiGe} . Le postulat de base de cette conversion est de considérer que la concentration chimique en germanium est homogène dans la structure. Par défaut, nous considérerons donc dans la suite du manuscrit la déformation relative au substrat.

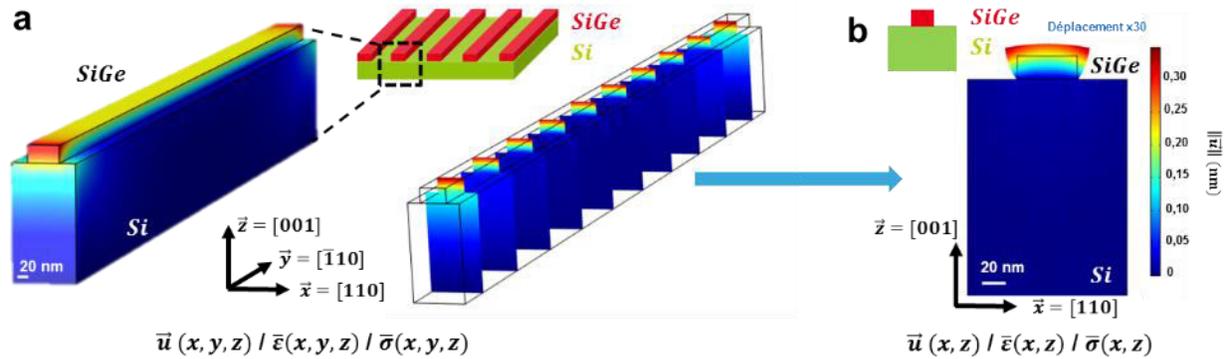
2. 3. Simulation des champs de déformation

Comme nous venons de le décrire, dans des dispositifs aussi complexes que les transistors, le champ de déformation est inhomogène et fortement dépendant de la géométrie du dispositif, de son environnement, des coefficients élastiques du matériau et des procédés technologiques utilisés. Il est donc difficile de le formaliser par une simple relation. Dans ce cas, le recours à des modèles analytiques ou des simulations est nécessaire. Malgré tout, il est souvent possible de pouvoir simplifier le problème, par des propriétés de symétries, de périodicités ou encore en négligeant certains phénomènes physiques. Les modèles pouvant reproduire des champs de déformations sont nombreux, ils peuvent être analytiques, numériques ou atomistiques. Ils présentent bien évidemment des avantages comme des inconvénients. Parmi l'ensemble de ces modèles, les plus simples à mettre en œuvre et les plus anciens sont les modèles analytiques.

2. 3. 1. Approximations

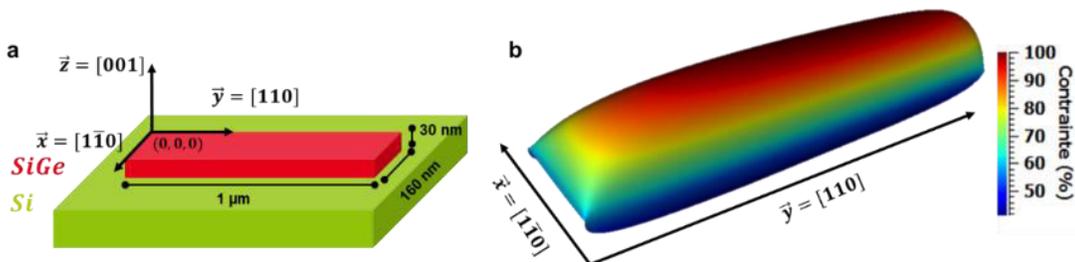
La majorité des structures étudiées dans ce manuscrit sont composées de réseaux de lignes, possédant donc une dimension très étendue suivant la direction y . Dans ce cas, une approximation semblable à la déformation plane est considérée, c'est-à-dire que nous considérons non pas que la

relaxation dans la direction y est négligeable, mais qu'elle est constante¹, les effets de bords suivant la direction y , visible sur la Figure 18 a, sont négligés. Il n'est donc pas requis de simuler l'ensemble de la structure (Figure 18 a), une simple coupe verticale des lignes est simulée (Figure 18 b). L'hypothèse de maintien de l'état de déformation dans cette direction y implique que le champ de déplacement soit entièrement parallèle au plan (xz).



2. 3. 2. Modèles analytiques

Un certain nombre de modèles analytiques permettent de calculer une déformation ou une contrainte. Parmi eux, on trouve des modèles macroscopiques comme le modèle de la force ponctuelle [90] et de la force linéique [91]. Ils permettent de modéliser les effets mécaniques induits par une singularité, une ligne ou encore un réseau de lignes. Ces modèles présentent l'intérêt de proposer une résolution simple et continue. Néanmoins, ils ne prennent pas en compte les effets de relaxation spécifiques aux structures de faibles dimensions. Il existe cependant des modèles qui prédisent la distribution du champ de contrainte ou de déformation dans de telles conditions. Ils permettent de prendre en compte la relaxation de la structure suivant une ou plusieurs directions et son interaction avec le substrat. La dimension des dispositifs jouant un rôle majeur dans ces effets de relaxation, ils s'expriment pour des géométries bien définies.



¹ $\bar{\epsilon}(x, y, z) = \bar{\epsilon}(x, z)$ et $\epsilon_{yy}(x, y, z) = \epsilon_{yy}^0$

substrat de silicium et (b) simulation analytique de la distribution de contrainte, en pourcentage de la valeur théorique sans relaxation σ_0 engendrée par l'hétéroépitaxie du $\text{Si}_{0,7}\text{Ge}_{0,3}$ sur le substrat en silicium.

Dans le cas de structures rectangulaires de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$, déposées par épitaxie sur un substrat de silicium (Figure 19), on peut par exemple exprimer la distribution de contraintes en fonction des coordonnées dans le plan à partir de la relation suivante [92]:

$$\sigma(x, y, z) = \sigma_0(x) \sqrt{f^2(x) + f^2(y) - f(x) \cdot f(y)} \quad (2. 3-1)$$

σ_0 correspond à la contrainte résiduelle induite par l'hétéroépitaxie pseudomorphique, f correspond à la fonction de distribution de la contrainte suivant une direction horizontale. Cette distribution est exprimée de la manière suivante :

$$f(\alpha) = 1 - e^{-\sqrt{\frac{2K\alpha}{\pi h}}} - e^{-\sqrt{\frac{2K(D-\alpha)}{\pi h}}} \quad (2. 3-2)$$

Avec K le coefficient de rigidité entre le $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ et le substrat de Si, dépendant de la concentration en germanium, α la distance de relaxation, h l'épaisseur et D la largeur de la structure suivant la direction associée ($K=0,8529$ pour du $\text{Si}_{0,7}\text{Ge}_{0,3}$ [92]). Ainsi, pour une structure de longueur $1\mu\text{m}$, de largeur 160 nm et d'épaisseur 30 nm on obtient la distribution de contrainte présentée en Figure 19.

Ce genre de modèles permet d'apprécier l'influence des dimensions des structures sur le champ de contrainte et de déformation. Ils sont fortement utilisés pour le dimensionnement de structures et le test de modèles électriques. Toutefois, ce genre de modèle ne permet pas de rendre compte en détail de la relaxation verticale et des effets de cisaillement, ce qui est un manque pour des structures de dimensions faibles, pour lesquelles ces effets sont significatifs. Pour combler ce manque, il est nécessaire de résoudre les équations différentielles d'équilibres des forces sans approximation. Cependant pour des structures complexes, il devient très compliqué de les résoudre. Pour dépasser les limites de ces modèles analytiques, une autre alternative que nous avons privilégiée dans cette thèse est d'avoir recours aux simulations par éléments finis.

2. 3. 3. Modélisation par éléments finis (FEM)

La FEM est une méthode qui consiste à discrétiser une structure continue en un nombre fini d'éléments dans le but de résoudre numériquement des équations aux dérivées partielles décrivant le comportement mécanique de milieux continus [93], [94]. Le problème continu est alors réduit en un problème discret, possédant un nombre fini de paramètres inconnus. Dans son application, la

structure est subdivisée en éléments polygonaux ou polyédriques, interconnectés, dont les extrémités composent des nœuds, l'ensemble des nœuds formant le maillage (Figure 20).

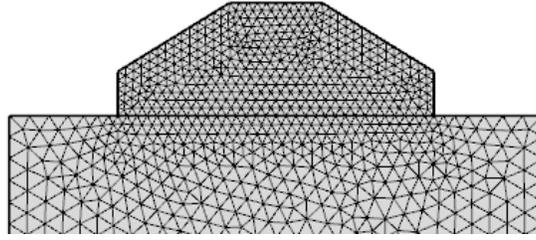


Figure 20 Illustration du maillage adaptatif utilisé sur une structure de source/drain de transistor pMOS sur substrat en silicium

Pour générer le maillage et résoudre les équations, le logiciel COMSOL Multiphysics a été utilisé, permettant de définir la géométrie de la structure et le maillage de manière interactive. Ce logiciel présente l'intérêt de pouvoir facilement générer le maillage, choisir sa finesse et en générer un adaptatif, qui s'adapte à la géométrie de la structure. Ce maillage est important, car plus il comporte d'éléments, plus le modèle est précis. Seulement, suivant l'application du modèle, il n'est pas forcément pertinent de considérer un maillage trop faible¹.

Les données d'entrée comportent les propriétés mécaniques des matériaux, la géométrie et les dimensions de la structure. Les données de sorties fournies par ce logiciel sont multiples : il est possible de récupérer des valeurs comme le champ de déplacement, des déformations et des contraintes en tout point du maillage. Les modèles mécaniques obtenus par FEM étant par la suite appliqués à des réseaux cristallins, une interpolation est effectuée à partir des résultats dans le but de s'adapter aux positions atomiques.

2. 3. 3. 1 *Résolution des équations mécaniques*

Pour la simulation des comportements mécaniques de nos structures, ces données sont générées à partir d'un modèle simple basé sur la théorie des milieux continus. Le comportement mécanique de chaque portion du maillage est décrit par des formulations faibles des équations mécaniques, résolues en chaque nœud de ce maillage. Le comportement des structures déformées, en équilibre statique, est ainsi décrit en chaque nœud par l'équation :

$$\nabla \cdot (C_{ijkl} \varepsilon_{ij}) + \rho f_i = 0 \quad (2. 3-3)$$

f_i représente les forces appliquées sur la structure et ρ la masse volumique.

¹ Dans le chapitre 3, nous utiliserons les simulations de champ de déformation pour générer un réseau cristallin. Dans ce cas, il n'est donc pas utile de générer un maillage inférieur à la distance entre les atomes du réseau.

Cette équation prenant en compte le tenseur de rigidité, il doit être modifié au regard des notations de COMSOL pour prendre en compte l'anisotropie des matériaux cubiques (Si et SiGe). Un double changement de repère est donc appliqué, une rotation de 45° autour de l'axe \vec{z} pour passer du repère $\mathcal{R}_C = (\mathbf{0}, [100], [010], [001])$ à $\mathcal{R} = (\mathbf{0}, [110], [1\bar{1}0], [001])$, donnant le tenseur de rigidité (2. 2-8) et une rotation de 90° suivant l'axe \vec{x} pour intervertir les axes \vec{y} et \vec{z} (notation COMSOL). L'équation est ensuite résolue de manière stationnaire, c'est-à-dire en recherchant l'équilibre mécanique du système. L'unicité et la stabilité numérique de la solution sont garanties par la définition de conditions initiales, de la géométrie de la structure, les propriétés des matériaux, et des conditions aux limites adaptées au problème. Dans la démarche adoptée pour faire varier les solutions du modèle dans les exemples de ce manuscrit, nous n'avons pas modifié les conditions aux limites, uniquement les conditions initiales.

2. 3. 3. 2 Conditions aux limites

Les formulations faibles de l'équation d'équilibre sont accompagnées de conditions aux limites, de continuité des déplacements et d'équilibre des forces aux points de jonctions (les nœuds). On peut classer les conditions aux limites suivant deux sortes : dans un cas le champ de déplacement est fixé, on parle de condition de Dirichlet (Equation (2. 3-4 et (2. 3-5), dans l'autre c'est le champ de déformation, c'est la condition de Neumann (Equation (2. 3-7). Les conditions aux limites dépendent du problème mécanique considéré.

Parmi les conditions aux limites, on retrouve l'expression reproduisant l'encastrement du substrat de silicium, c'est-à-dire un déplacement nul suivant les directions x et z:

$$u_i = 0 \quad (2. 3-4)$$

Les structures étudiées étant périodiques, il est préférable de ne simuler qu'un seul élément et d'appliquer des conditions périodiques sur le champ de déplacement dans la direction de périodicité :

$$u_i(x = 0) = u_i(x = p) \quad (2. 3-5)$$

Pour pouvoir reproduire un effet de glissement au niveau de l'interface entre deux matériaux, nous pouvons par exemple paramétrer le déplacement avec une constante k, en imposant un déplacement linéaire :

$$u_x(x) = k(x - \frac{L}{2}) \quad (2. 3-6)$$

Enfin, dans notre cas, les structures possèdent des interfaces libres, cette propriété s'illustre par la condition suivante :

$$\sigma_{ij}n_j = 0 \quad (2. 3-7)$$

n étant la normale à la surface

2. 3. 3 Conditions initiales

Pour formaliser les conditions mécaniques de l'hétéroépitaxie dans un modèle par éléments finis, une méthode couramment employée consiste à introduire des déformations en utilisant des modèles de dilatation thermique [95], [96]. Une variation de température permet d'introduire une contrainte fictive, qui reproduit l'état pseudomorphique. Une approche équivalente consiste à directement intégrer une valeur de contrainte résiduelle dans la structure. Enfin, plutôt que de reproduire les conditions initiales d'épitaxie, il est possible d'appliquer des déformations fictives, reproduisant le comportement de relaxation de la structure. C'est cette dernière méthode que nous avons retenue dans notre étude, nous permettant de faire évoluer l'état de relaxation de la structure de manière semi-empirique. Pour ce faire, des valeurs de déformations initiales sont introduites dans les éléments concernés, représentant des forces volumiques, conditions initiales du modèle.

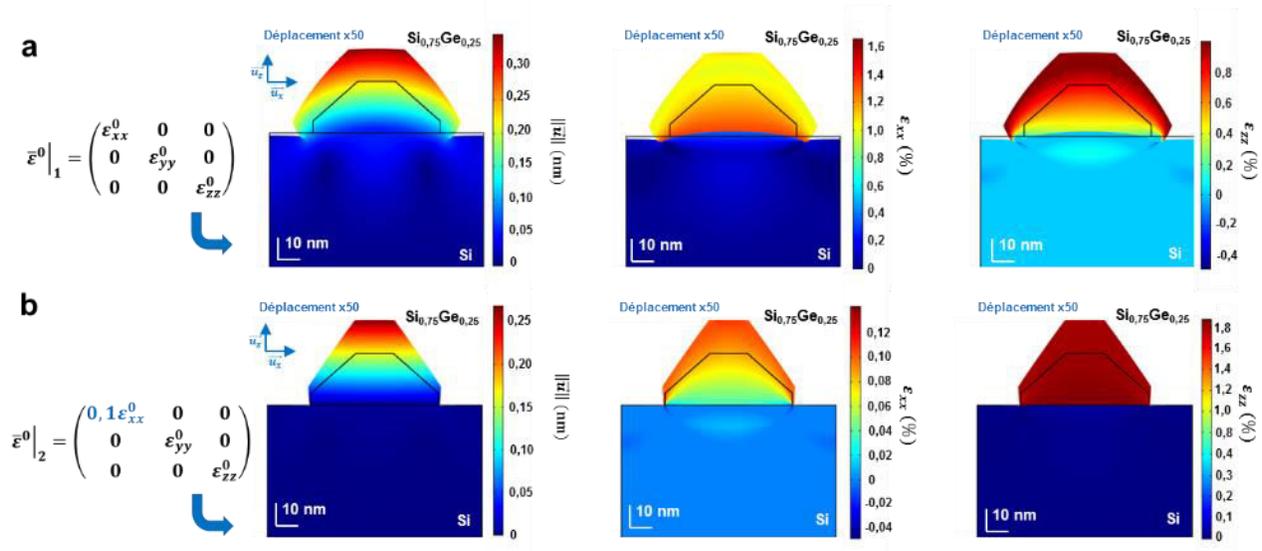


Figure 21 Simulations du champ de déplacement total, de la déformation horizontale et verticale associées, pour une structure de Si_{0.75}Ge_{0.25} déposée sur un substrat de silicium avec une déformation initiale $\bar{\epsilon}^0|_1$ (a) et $\bar{\epsilon}^0|_2$ (b), telle que $\epsilon_{xx}^0|_2 = 0, 1\epsilon_{xx}^0|_1$. La représentation du déplacement est multipliée par un facteur 50.

Dans cette démarche, nous ne cherchons pas à reproduire indépendamment les effets de chaque élément de l'environnement ou des différentes étapes d'élaboration (dépôts, recuits). Dans les deux cas, nous considérons que les contraintes résiduelles dans les matériaux sont modifiées, que

ce soit des contraintes thermo-élastiques¹ ou des contraintes intrinsèques. Cette approche permet de s'abstenir en partie de simuler l'ensemble de l'environnement des sources/drains (grilles, stresseurs, nitrures, etc ...). La variation de l'état de déformation initial permet de converger vers des états d'équilibre de déformation différents (Figure 21), chacun reproduisant une condition d'épitaxie, un environnement fictif ou un effet de relaxation induit par un fort budget thermique². Néanmoins, dans ce contexte simplifié, les effets de relaxation localisés tels que produit par des stresseurs ne sont pas parfaitement modélisés. Pour être plus précis, il faudrait inclure des conditions aux limites paramétrées (équation (2. 3-6)), intégrer ces éléments dans la simulation ou définir des zones avec des états initiaux différents [97].

2. 3. 4. Modèles atomistiques

La théorie de l'élasticité linéaire est une théorie continue, développée pour des objets macroscopiques et qui ne prend donc pas en compte la nature atomistique de la matière. Les modèles présentés précédemment ne permettent pas d'exprimer les déformations du réseau d'un point de vue atomique. Pour ce faire, il faut considérer des modèles capables de décrire les interactions entre chaque atome, comme celui développé par Keating [98]. Pour mettre en place ce modèle atomistique, les atomes sont positionnés au regard de la structure cristalline, l'orientation cristalline et des conditions initiales de contraintes de chaque élément de la structure. Ces positions de références sont modifiées de manière itérative dans le but de minimiser l'énergie totale du système à partir du modèle de force de Keating [80], [81]. Ce modèle permet de rendre compte en détail des interactions atomiques dans la structure. Développé dans le but d'obtenir une description des diagrammes de bandes, il permet aussi de calculer l'état de déformation du système. De la même manière que pour une résolution par éléments finis des conditions aux limites doivent être imposées, comme le déplacement des atomes en bord de structure. Ce genre de modèle possède l'intérêt de résoudre le champ de déplacement de manière plus juste, néanmoins le nombre important d'atomes³ implique un grand nombre d'équations à résoudre et donc de nombreuses ressources informatiques.

¹ La différence de coefficient de dilatation thermique avec les autres matériaux présents entraîne des contraintes.

² Une température suffisamment élevée permet une relaxation des contraintes, le matériau devenant partiellement viscoélastique

³ Environ 50 000 atomes pour une structure de SiGe de période 108 nm, une longueur de grille de 20 nm et des sources/drains de 30 nm d'épaisseur

2. 4. Conclusion

En préambule, nous avons décrit les principaux concepts de la théorie d'élasticité des milieux continus. Dans la suite, nous avons évoqué les modèles analytiques, simples à mettre en œuvre et demandant peu de ressources informatiques, ils s'adaptent mal à des géométries complexes. À l'opposé, les modélisations par éléments finis permettent de s'ajuster à ces géométries complexes et d'implémenter les modèles de la théorie de l'élasticité linéaire, ce pourquoi ils sont utilisés dans de nombreux domaines dont la microélectronique [99]. Seulement, si les interactions entre les quelques couches atomiques des nanostructures peuvent être décrites avec une distribution de forces continues, il n'est pas évident que cette description soit suffisante. Les modèles de la théorie de l'élasticité linéaire ne prenant pas en compte les interactions atomiques, certains comportements sont omis. Les résultats prédits par cette théorie doivent donc être évalués au regard de modèles prenant en compte ces interactions [20]. L'approche présentée dans ce manuscrit doit être considérée comme une tentative de description, sa validité restant à vérifier. Pour des simulations plus abouties, il faut se tourner vers des modèles atomistiques, permettant une description plus poussée. Ce genre de simulation demande beaucoup de ressources informatiques, mais avec les moyens à disposition de nos jours ils seraient parfaitement abordables pour des structures composées au maximum de 100 000 atomes.

L'importance de ces modèles analytiques, des simulations par éléments finis et des modèles atomistiques pour l'étude des contraintes et des comportements électriques a déjà démontré un intérêt conséquent dans le domaine de la microélectronique. Le développement de ces modèles à ces finalités sort du contexte de la thèse, cependant dans les chapitres suivants nous démontrerons leur intérêt pour la mise en place d'une métrologie des contraintes.

3. Evaluation de la diffraction de rayons-X haute résolution pour la caractérisation des déformations

*D*ans ce chapitre, nous introduisons en premier lieu les bases théoriques de la diffraction de rayons-X indispensables à la compréhension des résultats de ce manuscrit, ainsi que les impacts de la morphologie des objets diffractants sur la figure de diffraction, plus particulièrement de type déformation. Nous présentons aussi de manière succincte quelques aspects instrumentaux et les méthodes de mesure associées. Un intérêt tout particulier sera porté sur les méthodes d'analyses et notamment sur les moyens de simulation de la diffraction. Enfin, quelques exemples illustreront l'utilisation de ces simulations et l'impact des déformations sur les figures de diffractions.

3. 1. Bases théoriques : diffraction des rayons-X

Les rayons-X sont des ondes électromagnétiques de longueur d'onde de l'ordre de 0,1nm, valeur proche des dimensions atomiques. Ils interagissent avec la matière de plusieurs manières, la plus notable dans notre contexte est la diffusion élastique. Les rayons-X diffusés peuvent par la suite interagir ensemble et générer un phénomène de diffraction. Plus particulièrement, le phénomène de diffraction apparaît lorsque cette interaction entre le faisceau et la matière implique une déviation du faisceau de sa direction initiale, sans perte d'énergie. En effet, le terme diffraction désigne en Physique optique le fait que sous certaines conditions la propagation de la lumière puisse être déviée de la trajectoire prédite par l'optique géométrique.

3. 1. 1. Principe général

Une compréhension basique de la diffraction des rayons-X peut être obtenue au travers de la théorie cinématique par de simples considérations géométriques. Nous expliciterons ainsi ce phénomène au regard de ces considérations, sans présenter la théorie dynamique [100], plus complète, qui explique en détail ce phénomène. En pratique, les dimensions faibles des objets considérés dans ce manuscrit justifient cette description cinématique.

3. 1. 1. 1 Diffusion atomique

Quand les rayons-X interagissent avec un atome du réseau cristallin, l'atome diffuse cette énergie dans un processus connu comme étant la dispersion des rayons-X. Les rayons-X atteignent chaque atome avec une phase qui leur est propre, ce qui induit un déplacement du nuage électronique relativement au noyau de chaque atome. Ce phénomène crée alors des oscillations qui causent la réémission d'onde électromagnétiques de même fréquence (Figure 22). À noter que le noyau de

l'atome ne peut pas suivre cette oscillation rapide du champ électrique du fait de sa masse beaucoup plus importante, il ne contribue donc pas de manière significative à la diffusion élastique [101].

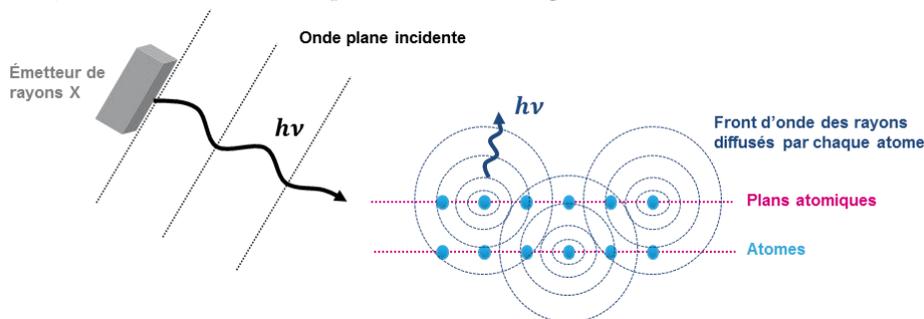


Figure 22 Illustration de l'interaction entre le front d'onde de rayons-X incidents d'énergie $h\nu$ et une structure cristalline

3. 1. 1. 2 Condition de Fraunhofer

On désigne par condition de Fraunhofer le cas où la source de rayons-X est assez éloignée de l'objet diffractant pour que les ondes qui parviennent jusqu'à ce dernier soient planes ou quasi planes (Figure 23). De même, l'observation doit se faire à l'infini par rapport à l'objet diffractant. Dans ce cas, les ondes sphériques diffusées par les atomes peuvent être aussi considérées comme des ondes planes.

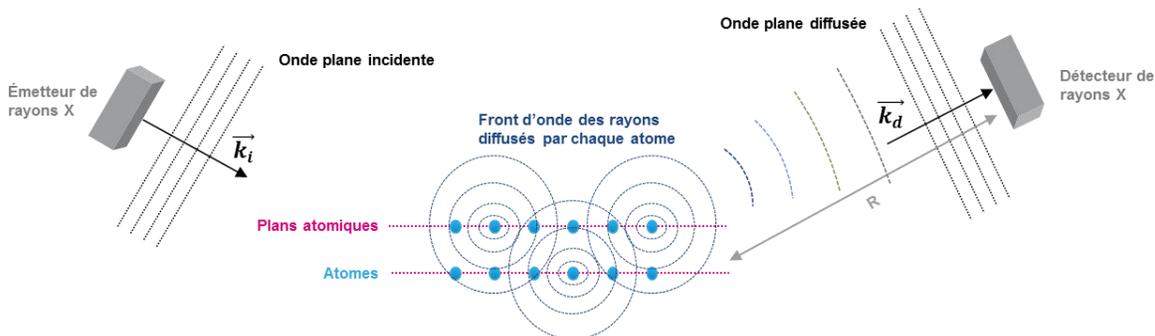


Figure 23 Illustration des conditions de Fraunhofer pour un faisceau incident et diffusé de vecteurs d'ondes \vec{k}_i et \vec{k}_d .

Sous ces conditions, les expressions des ondes incidentes et diffusées correspondent donc toutes deux à une onde plane. On désigne alors \vec{k}_i le vecteur d'onde incident, caractérisant l'onde incidente sur le cristal et \vec{k}_d le vecteur d'onde diffusée. Pour un phénomène élastique, ce qui est le cas de la diffraction, le faisceau incident et le diffusé possèdent la même norme, soit dans le vide¹:

$$\|\vec{k}_i\| = \|\vec{k}_d\| = \frac{1}{\lambda} \quad (3. 1-1)$$

Avec λ la longueur d'onde du faisceau.

¹ Dans un matériau cette norme est pondérée d'un facteur n qui est l'indice de réfraction.

3. 1. 1. 3 Interférences

Si l'on considère maintenant l'interaction de deux ondes électromagnétiques réémises par deux atomes différents, dans une même direction, le champ électromagnétique résultant est alors la somme des deux ondes. Cette interaction dépend de la direction et de la phase de l'onde. L'interaction de deux ondes de phases opposées donnera naissance à une interférence destructive (1), tandis que l'interaction de deux ondes possédant des phases identiques générera une interférence constructive (2) (Figure 24).

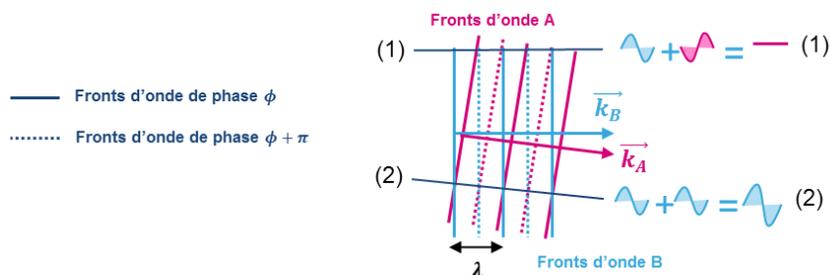


Figure 24 Illustration de l'effet d'interférence entre deux ondes planes de vecteurs d'ondes \vec{k}_A et \vec{k}_B .

Le phénomène de diffraction se manifeste lorsque les rayons-X diffusés interfèrent de manière constructive. Cet effet apparaît sous certaines conditions, lorsque les atomes sont arrangés de manière périodique dans des matériaux cristallins et que les conditions de Fraunhofer sont bien remplies. Les ondes électromagnétiques provenant des atomes vont donc interférer entre elles. Ainsi, la diffraction de rayons-X est à la fois induite par les phénomènes de diffusion et d'interférence, c'est une combinaison des deux.

3. 1. 1. 4 Diffraction : Loi de Bragg

Dans les conditions de Fraunhofer précédemment évoqués, si la longueur d'onde de la radiation est comparable à l'espacement des plans atomiques dans le réseau, des interférences constructives et destructives apparaîtront alors. Ces interférences créent des motifs de diffraction. De manière plus spécifique, si la différence de longueur entre les chemins parcourus par les rayons-X, dispersés par les atomes, sont des multiples de la longueur d'onde de la source alors la condition de Bragg est satisfaite. Les rayons-X diffusés élastiquement par les nuages d'électrons de chaque atome sont en condition d'interférence.

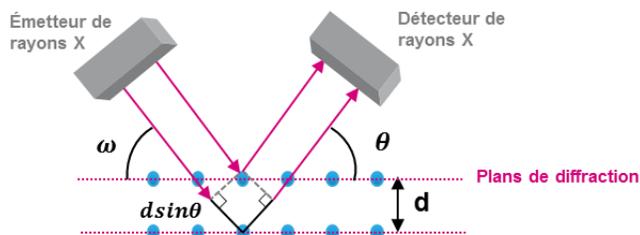


Figure 25 Illustrations des conditions de Bragg pour un cristal de distance inter-planaire égale à d et un angle θ entre le faisceau incident et la surface de la structure.

Dans la géométrie représentée en Figure 25, la longueur supplémentaire que doit parcourir le faisceau pour chaque plan de diffraction est égale à $2d\sin\theta$. Lorsque cette longueur supplémentaire est égale à un multiple entier de la longueur d'onde λ de la source de rayons-X des interférences constructives apparaissent. Les positions angulaires θ_B respectant cette condition sont obtenues via l'équation de Bragg :

$$\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta_B \quad (3. 1-2)$$

d_{hkl} correspond à l'espacement entre deux plans voisins d'indices h, k et l. Dans le cas d'un cristal cubique de paramètre de maille a cet espacement s'exprime de la façon suivante :

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (3. 1-3)$$

3. 1. 1. 5 Réflexions et transmissions

De ces relations, on comprend que la mise en condition de diffraction dépend alors des positions angulaires du faisceau incident. Pour caractériser les géométries angulaires associées aux conditions de diffraction, on parle de réflexions, le faisceau étant réfléchi par rapport aux plans diffractants. Les réflexions sont caractéristiques des positions angulaires entre la source et l'émetteur de rayons-X, vis-à-vis du plan décrivant la surface de l'échantillon. Une réflexion peut être considérée comme symétrique si les plans diffractants sont parallèles à la surface du cristal (Figure 26 a). Elle est également caractérisée par le fait que l'angle d'incidence θ et l'angle ω du faisceau diffracté sont égaux entre eux, par rapport à la surface du substrat. Pour une réflexion asymétrique, les plans de diffraction sont quant à eux inclinés par rapport à la surface du cristal (Figure 26 b).

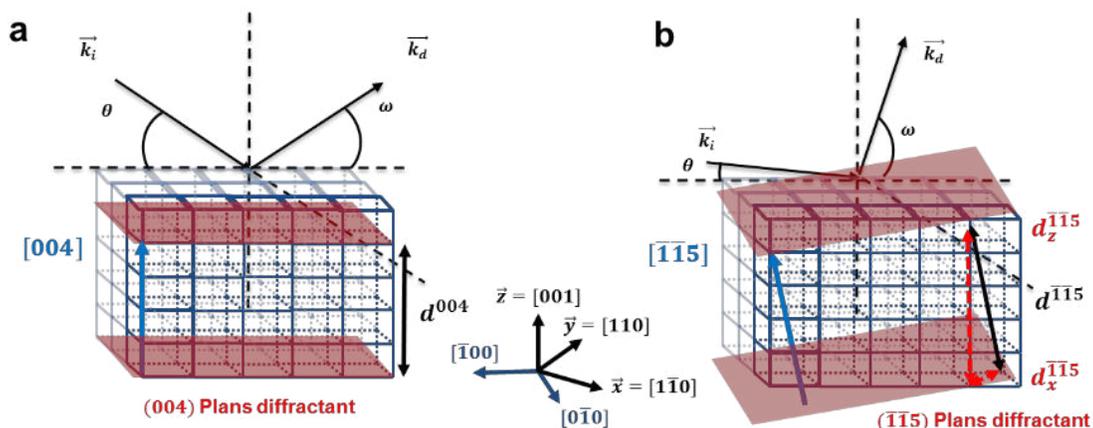


Figure 26 Représentations de réflexions symétrique (004) (a) et asymétrique (115) (b) pour un faisceau incident et diffracté de vecteurs d'ondes \vec{k}_i et \vec{k}_d .

Mais si l'on qualifie les configurations de diffraction par des réflexions, l'interaction entre le faisceau et une structure cristalline ne se limite pas à ce phénomène. Lorsque le faisceau rentre en contact avec le premier plan d'atomes d'un réseau cristallin, une petite partie est réfléchi de manière spécifique vers le détecteur tandis qu'une grande partie est également transmise plus profondément dans le cristal. Le faisceau transmis rentre ensuite en contact avec le plan d'atomes suivant sur lequel se déroule les mêmes processus: une réflexion et une transmission (Figure 27). Lorsque le faisceau se reflétant sur le deuxième plan atteint la surface, il se superpose avec le faisceau réfléchi par le premier plan, et ainsi de suite pour les plans suivants.

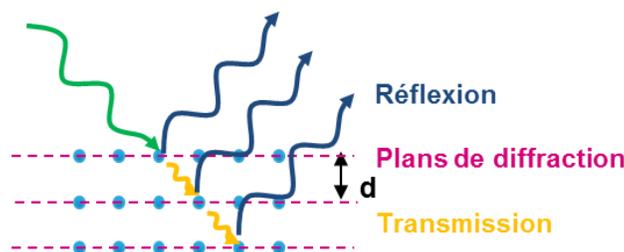


Figure 27 Illustration des phénomènes de réflexion et transmission dans un réseau cristallin.

L'ensemble de ces considérations peuvent se formaliser au travers de deux théories : la théorie dynamique et cinématique. L'approche la plus exacte est l'utilisation de la théorie dynamique, basée sur les équations de Takagi-Taupin [102], qui représentent les solutions exactes des équations de Maxwell. Cette théorie fournit une série d'équations différentielles décrivant les variations spatiales des amplitudes des faisceaux incidents et diffractés dans le cristal, elle prend rigoureusement en compte la diffraction multiple, les effets de polarisation, les effets d'extinctions et la réfraction/réflexion aux interfaces. La théorie cinématique, construite sur une série d'approximation, présente quant à elle un formalisme moins complexe.

3. 1. 2. Formalisme de la théorie cinématique

La théorie cinématique comprend trois principales simplifications par rapport à la théorie dynamique [102], [103]. Premièrement, la réflexion des rayons-X sur la surface et l'interface est ignorée. Deuxièmement, la décroissance d'amplitude du faisceau incident en fonction de l'épaisseur due à la diffusion est négligée, considérant ainsi que chaque partie de l'échantillon est illuminée avec la même intensité. Enfin, on considère que chaque onde incidente est diffusée une seule fois (approximation de Born au premier ordre¹).

¹ L'approximation de Born au premier ordre consiste à ne tenir compte que de l'onde incidente et des ondes diffusées par une seule interaction dans l'interaction entre l'onde et la matière

3. 1. 2. 1 Domaine de validité

En résumé, l'approximation cinématique définit le cadre très particulier où l'interaction rayons-X – matière est suffisamment faible pour être négligée, plus spécifiquement lorsque la diffusion multiple, décrite précédemment, est faible. Dans le cadre de cette théorie, sous l'approximation de Born et les conditions de Fraunhofer, la diffusion est purement élastique, elle ne tient compte que de l'onde incidente et des ondes diffusées, en considérant une seule interaction rayons-X – matière. Cette approximation est d'autant plus valable que la structure étudiée possède de faibles dimensions. Dans le cas de structures cristallines parfaites et épaisses, la diffusion multiple n'est plus négligeable, il faut ainsi avoir recours à la théorie dynamique. Puisque nous avons uniquement étudié des structures nanométriques au sein desquels cette diffusion est négligeable, nous ne présenterons dans cette partie que les principes de la théorie cinématique.

3. 1. 2. 2 Amplitude diffusée

Nous avons pu voir qu'une onde incidente est diffusée par le nuage électronique, qui est une fonction continue de l'espace. L'amplitude diffusée peut s'exprimer sous la forme d'une intégrale sur l'ensemble du volume diffractant d'ondes planes :

$$A = \int_{-\infty}^{+\infty} \rho(\vec{r}) \cdot e^{i\delta\phi} d^3r \quad (3. 1-4)$$

$\rho(\vec{r})$ représente la densité électronique du cristal et $\delta\phi$ la différence de phase entre les ondes diffusées par les points O et O' (Figure 28).

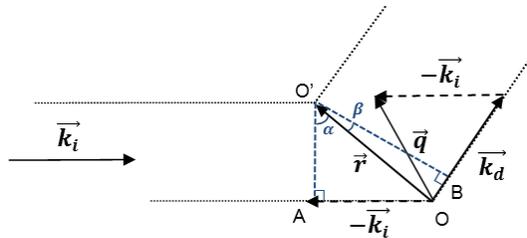


Figure 28 Interférences entre deux ondes diffusées à l'infini, pour un faisceau incident et diffracté de vecteurs d'ondes \vec{k}_i et \vec{k}_d .

La différence de phase s'exprime comme la somme des distances OB et AO, soit :

$$\delta\phi = \lambda \|\vec{r}\| (\sin \alpha + \sin \beta) = \lambda \|\vec{r}\| \left(\frac{\vec{k}_d \cdot \vec{r}}{\|\vec{r}\| \|\vec{k}_d\|} - \frac{\vec{k}_i \cdot \vec{r}}{\|\vec{r}\| \|\vec{k}_i\|} \right) \quad (3. 1-5)$$

Il est courant de résumer l'interaction entre le faisceau de rayons-X et la structure diffractante par le vecteur de diffusion \vec{q} . L'expression de ce vecteur de diffusion est définie par l'écart entre le vecteur d'onde diffracté et incident:

$$\vec{q} = \vec{k}_d - \vec{k}_i \quad (3. 1-6)$$

À partir de cette relation et en considérant le phénomène comme élastique¹, on peut simplifier l'expression de l'écart de phase (3. 1-5) de la manière suivante :

$$\delta\phi = \vec{q} \cdot \vec{r} \quad (3. 1-7)$$

Ainsi, l'amplitude totale diffusée apparaît comme la transformée de Fourier de la densité électronique dans la direction \vec{q} [104], [105]:

$$A(\vec{q}) = \int_{-\infty}^{+\infty} \rho(\vec{r}) \cdot e^{i\vec{q} \cdot \vec{r}} d^3r = TF(\rho(\vec{r})) \quad (3. 1-8)$$

3. 1. 2. 3 Discrétisation

De manière stricte, la densité électronique est définie dans un espace continu, mais en considérant une structure cristalline sous les conditions invoquées précédemment, il est pertinent de considérer qu'elle est négligeable dans les interstices séparant les atomes. Ainsi la densité électronique peut être discrétisée, relativement aux positions atomiques. Pour une structure possédant N atomes, la densité électronique peut alors s'écrire sous la forme suivante :

$$\rho(\vec{r}) = \sum_j^N \rho_j(\vec{r}) * \delta(\vec{r} - \vec{r}_j) \quad (3. 1-9)$$

En insérant cette expression dans l'équation (3. 1-8) on obtient alors la relation suivante :

$$A(\vec{q}) = TF(\rho(\vec{r})) = TF(\rho_j(\vec{r})) \cdot \sum_j^N e^{i\vec{q} \cdot \vec{r}_j} = \sum_j^N f_j(\vec{q}) e^{i\vec{q} \cdot \vec{r}_j} \quad (3. 1-10)$$

$f_j(\vec{q})$ est le facteur de diffusion atomique, c'est l'amplitude diffusée par un atome j.

¹ $\|\vec{k}_d\| = \|\vec{k}_i\|$

L'intensité reçue par le détecteur, qui est une puissance surfacique¹ est proportionnelle au carré de la norme de l'amplitude diffusée:

$$I(\vec{q}) \propto |A_0(\vec{q})|^2 \left| \sum_j^N f_j(\vec{q}) e^{i\vec{q} \cdot \vec{r}_j} \right|^2 = I_0(R) \left| \sum_j^N f_j(\vec{q}) e^{i\vec{q} \cdot \vec{r}_j} \right|^2 \quad (3.1-11)$$

3. 1. 2. 4 Facteur de structure, de forme et fonction de Laue

L'intensité diffractée apparaît donc comme une intensité de référence modulée par un facteur dépendant des positions atomiques au sein du cristal. Dans l'hypothèse où le réseau n'est pas ou peu déformé, un cristal est décrit comme étant une répétition d'une maille élémentaire. À partir de la relation (3. 1-11), il est alors possible de sommer séparément les n atomes d'une maille élémentaire, pour les M mailles :

$$I(\vec{q}) \propto I_0(R) \left| \sum_m^M \sum_j^n f_j(\vec{q}) e^{i\vec{q} \cdot (\vec{r}_j + \vec{r}_m)} \right|^2 \propto I_0(R) \left| \sum_m^M e^{i\vec{q} \cdot \vec{r}_m} \right|^2 \left| \sum_j^n f_j(\vec{q}) e^{i\vec{q} \cdot \vec{r}_j} \right|^2 \quad (3.1-12)$$

Cette relation permet de différencier la contribution d'une maille élémentaire de celle de la forme et la taille du cristal, le premier terme de l'équation ce nomme alors le facteur de structure F et le second le facteur de forme L :

$$I(R) \propto I_0(R) |F(\vec{q})|^2 |L(\vec{q})|^2 \quad (3.1-13)$$

Pour une maille donnée, l'intensité est alors majoritairement influencée par le facteur de forme. Dans le cas d'une structure parfaitement ordonnée, possédant M_1 maille dans la direction \vec{a} , M_2 dans la direction \vec{b} et M_3 dans la direction \vec{c} , alors le facteur de forme correspond au produit de trois séries géométriques de raison $e^{i\vec{q}_x \cdot \vec{a}}$, $e^{i\vec{q}_y \cdot \vec{b}}$ et $e^{i\vec{q}_z \cdot \vec{c}}$. L'intensité est alors proportionnelle aux nombres de mailles et aux paramètres de mailles:

$$I(\vec{q}) \propto \frac{\sin^2(\pi M_1 q_x a)}{\sin^2(\pi q_x a)} \frac{\sin^2(\pi M_2 q_y b)}{\sin^2(\pi q_y b)} \frac{\sin^2(\pi M_3 q_z c)}{\sin^2(\pi q_z c)} \quad (3.1-14)$$

¹ Quantité de d'énergie par unité de temps et par unité de surface

La distribution d'intensité suivant une direction \vec{q}_i de l'espace réciproque peut ainsi s'exprimer par une fonction à trois paramètres, nommément la fonction de Laue :

$$I(A, q_i, N) \propto A \frac{\sin^2(\pi N q_i)}{\sin^2(\pi q_i)} \quad (3.1-15)$$

N un nombre entier et A un coefficient de proportionnalité.

3. 1. 3. Diffraction et réseau réciproque

Depuis le début du XX^{ème} siècle avec les travaux de W.H. Bragg et W. L. Bragg [106], les phénomènes de diffraction sont essentiellement caractérisés et représentés de manière angulaire. Néanmoins, comme nous avons pu le voir dans le formalisme de la théorie cinématique, il est bien plus convenant d'utiliser une représentation vectorielle.

3. 1. 3. 1 Réseau réciproque d'un cristal

A partir d'un réseau cristallin, défini dans le référentiel $\mathcal{R}_c = (\vec{a}, \vec{b}, \vec{c})$, on peut définir un nouvel espace vectoriel $\mathcal{R}_c^* = (\vec{a}^*, \vec{b}^*, \vec{c}^*)$, nommément l'espace réciproque, tel que :

$$\vec{a} \cdot \vec{a}^* = \vec{b} \cdot \vec{b}^* = \vec{c} \cdot \vec{c}^* = 1 \quad (3.1-16)$$

Dans cet espace, nous définissons des nœuds, chaque nœud correspond à une combinaison linéaire des vecteurs de bases du réseau réciproque. Les nœuds sont ainsi définis par le vecteur \vec{h}_{hkl} :

$$\vec{h}_{hkl} = h\vec{a}^* + k\vec{b}^* + l\vec{c}^* \quad (3.1-17)$$

Chacun des nœuds correspond aussi à un ensemble de plans $\{hkl\}$ associé au vecteur \vec{h}_{hkl} (Figure 29), de direction normale au plan respectif dans l'espace réel (de distance inter-réticulaire d_{hkl}) et de norme :

$$\|\vec{h}_{hkl}\| = \frac{1}{d_{hkl}} \quad (3.1-18)$$

3. 1. 3. 2 Espace des vecteurs d'ondes

L'espace des vecteurs d'ondes est le système de coordonnées [énergie $h\nu$ - vecteur d'onde \vec{q}] dans lequel on représente les variations des fréquences de vibration du réseau cristallin ou de l'énergie des états électroniques en fonction du vecteur d'onde \vec{q} caractérisant la propagation de l'onde considérée (de nature vibrationnelle ou électronique). Cet espace vectoriel permet, entre autres, de représenter les conditions de diffusion d'un faisceau.

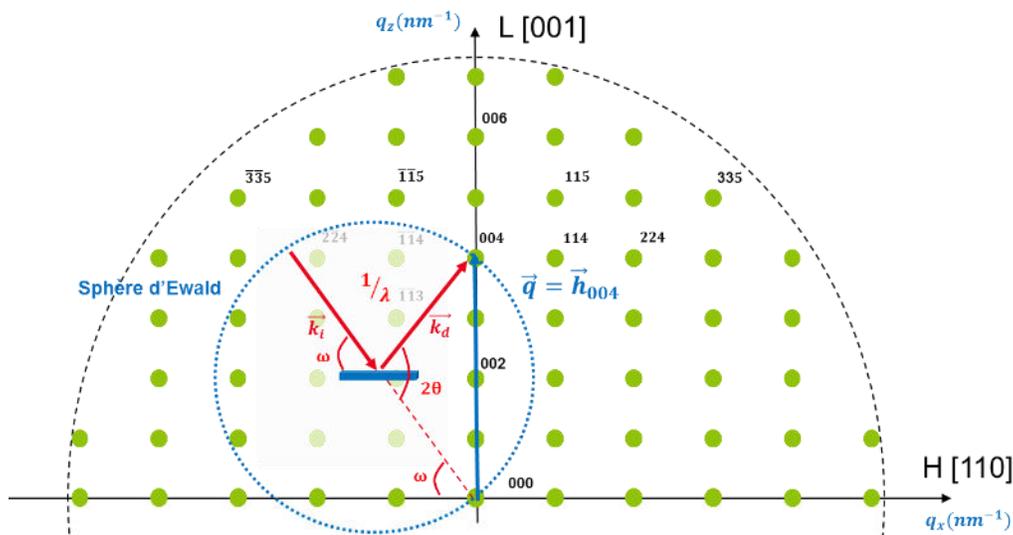


Figure 29 Représentation schématique du réseau réciproque d'une structure cubique en correspondance avec la représentation vectorielle des conditions de diffraction dans l'espace réciproque.

Il est possible de combiner la représentation de cet espace avec le réseau réciproque d'une structure cristalline (Figure 29). Cette combinaison entre cet espace et le réseau réciproque associé à la structure cristallographique permet d'exprimer les conditions de diffraction. Cette représentation est d'autant plus adaptée à la diffraction qu'elle possède la même propriété que la transformée de Fourier : les longueurs de l'espace réciproque sont inversement proportionnelles à celles de l'espace réel.

3. 1. 3. 3 Condition de diffraction dans l'espace réciproque

Au sein de ces espaces on peut représenter une sphère de rayon $1/\lambda$ (sphère d'Ewald), représentant toutes les combinaisons possibles des vecteurs incident et diffracté pour une longueur d'onde donnée (Figure 29) Cette sphère décrit les extrémités possibles du vecteur \vec{q} . Il y a diffraction lorsque l'extrémité de ce vecteur correspond à un point du réseau réciproque, plus précisément, lorsque l'écart entre les vecteurs incident et diffracté a la même direction et la même norme que le vecteur \vec{h} , alors les conditions de diffraction sont remplies (Condition de Laue):

$$\vec{h}_{hkl} = \vec{k}_d - \vec{k}_i = \vec{q} \tag{3.1-19}$$

Pour représenter les conditions de diffraction il est ainsi possible de faire référence aux coordonnées du réseau réciproque, c'est-à-dire les coordonnées réduites (h, k, l) ou bien de l'espace des vecteurs d'ondes défini par le triplet (q_x, q_y, q_z) . Le lien entre les deux systèmes de coordonnées dépend de la structure étudiée et des propriétés du faisceau de rayons-X. Par exemple, dans l'étude de structures épitaxiées sur un substrat de silicium l'élément de référence est le silicium, ainsi dans les repères respectifs \mathcal{R}_c et \mathcal{R} , on obtient les relations suivantes:

$$\begin{aligned} (h, k, l)_{\mathcal{R}_c} &= (q_x a_{Si}, q_y a_{Si}, q_z a_{Si}) & (3. \\ (h, k, l)_{\mathcal{R}} &= (2\sqrt{2} q_x a_{Si}, 2\sqrt{2} q_y a_{Si}, q_z a_{Si}) & 1-20) \end{aligned}$$

Les coordonnées du réseau réciproque étant associées à un élément de référence et un repère cristallographique, nous préférons donc l'utilisation des coordonnées (q_x, q_y, q_z) , qui ne sont définis que par rapport au choix de la longueur d'onde.

3. 1. 3. 4 Réflexions dans l'espace réciproque

Le système de coordonnées du réseau réciproque permet néanmoins de spécifier les conditions de mesure. Les indices de Miller h, k et l permettent de définir les directions et plans cristallins, mais ils permettent aussi de définir les réflexions correspondantes à différentes conditions de diffraction des plans du réseau cristallin. Ainsi une réflexion symétrique $(00l)$ est parfaitement centrée sur l'axe central \vec{q}_z dans l'espace réciproque (Figure 30 a). Celle-ci possède une réflexion complémentaire par rapport à l'axe \vec{q}_x , noté $(00\bar{l})$. Une réflexion asymétrique (hkl) se caractérise par une composante q_x non nulle et possède par symétrie par rapport à l'axe \vec{q}_x et \vec{q}_z plusieurs réflexions complémentaires $(h\bar{k}l)$, $(\bar{h}kl)$ et $(\bar{h}\bar{k}l)$ (Figure 30 b).

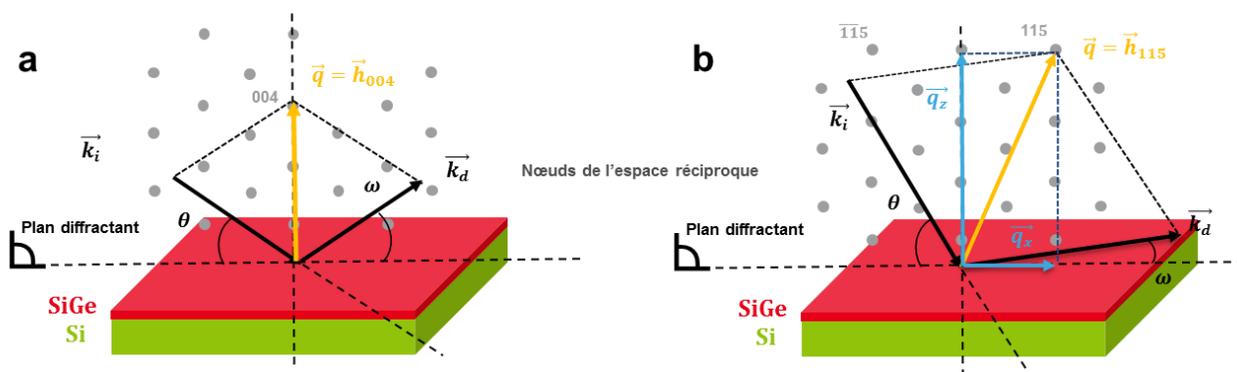


Figure 30 Représentations vectorielles des conditions de diffraction, dans l'espace réciproque pour une réflexion symétrique (a) et asymétrique (b) par rapport à une couche de SiGe sur un substrat de silicium.

Pour une longueur d'onde de rayons-X donnée, toutes les réflexions ne sont pas accessibles. Les réflexions disponibles vont dépendre de l'orientation du cristal par rapport au faisceau incident. Les conditions expérimentales induisent la présence de zones inaccessibles, délimitées par la longueur d'onde du faisceau incident et la condition mécanique obligeant les faisceaux incidents et diffractés à être au-dessus de la surface de l'échantillon¹ (Figure 31).

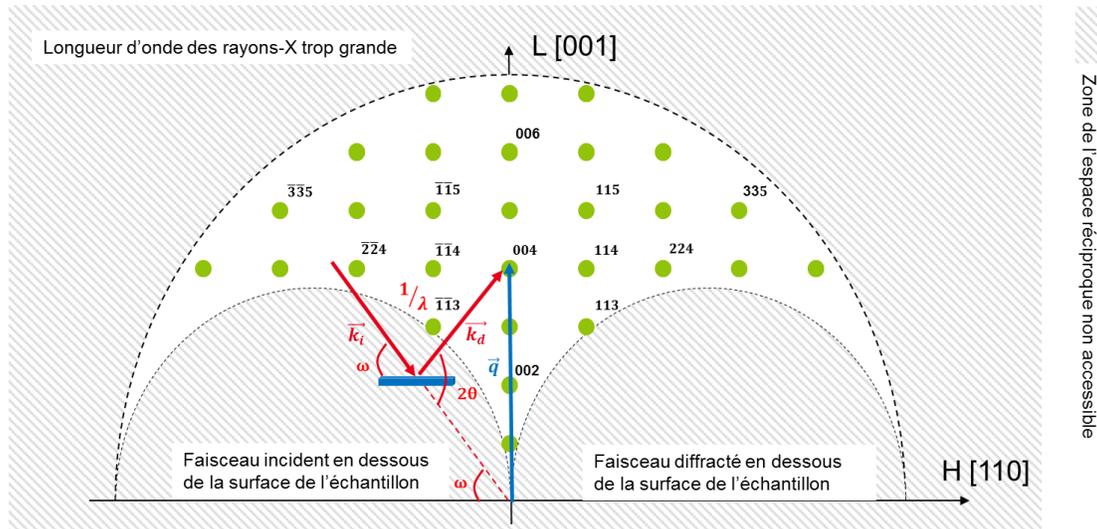


Figure 31 Illustrations des zones et réflexions accessibles suivant les directions cristallographiques [001] et [110], dans le cas d'un cristal de silicium de structure diamant, en correspondance avec les conditions de diffraction pour la réflexion 004.

L'arrangement des différents nœuds du réseau réciproque est dépendant des symétries du cristal et de sa structure. Certains nœuds sont interdits de par les propriétés de symétrie et d'arrangement des atomes au sein du cristal. Dans le cas d'un cristal possédant une structure diamant, les réflexions 002, 006 et 114 ne sont par exemple pas existantes (Figure 31). Pour un substrat silicium (001) et un faisceau de longueur d'onde λ incident suivant la direction [110] du cristal, nous obtenons les réflexions représentées en Figure 31.

3. 2. Instrumentation

Après avoir énoncé les différents principes théoriques indispensables à la compréhension des travaux de ce manuscrit, nous présenterons dans cette partie les principaux composants d'un diffractomètre, les procédés d'acquisitions associés et quelques caractéristiques de la technique de diffractométrie des rayons-X haute résolution (HRXRD). Comme son nom l'indique, la HRXRD se caractérise par sa haute résolution. En considérant la dérivée de la loi de Bragg (3. 1-2), nous pouvons comprendre le sens de la haute résolution [107]:

¹ Il est possible d'accéder à ces réflexions en étude par transmission

$$\frac{\Delta d}{d} = \frac{\Delta \lambda}{\lambda} + \frac{\Delta \theta}{\tan \theta_B} \quad (3. 2-1)$$

Les termes désignent respectivement la résolution spectrale et angulaire des mesures. Ainsi afin de pouvoir mesurer des distances interréticulaires faibles et donc des variations de déformation infimes, il est nécessaire d'avoir à la fois une étroite dispersion de la longueur d'onde ($\Delta\lambda$) et une faible diffusion angulaire ($\Delta\theta$).

3. 2. 1. Composition d'un diffractomètre

La diffraction de rayons-X peut être effectuée grâce à de nombreux dispositifs expérimentaux, et ce dans des géométries expérimentales bien différentes, mais elles possèdent toutes en commun une même base instrumentale : une source de rayons-X, un support pour les échantillons, un détecteur et divers systèmes optiques (Figure 32).

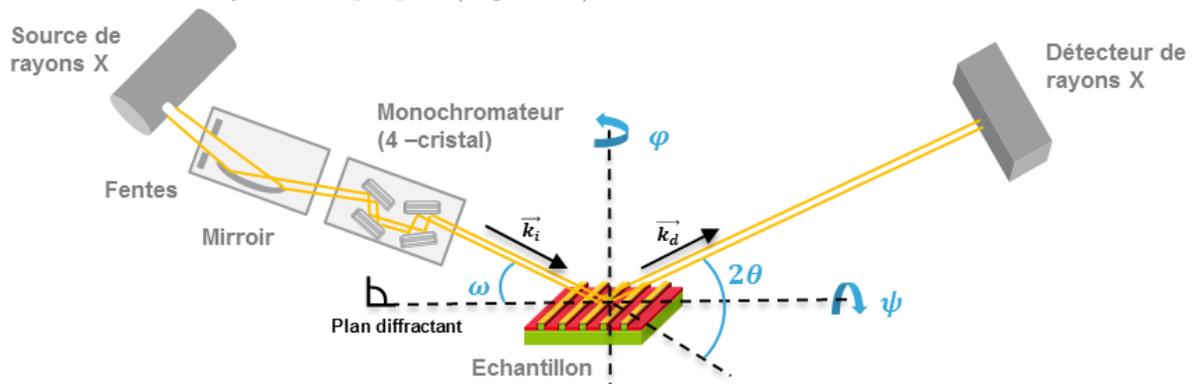


Figure 32 Schéma représentant un diffractomètre avec les 4 angles de rotation de l'échantillon

3. 2. 1. 1 Sources

De manière classique, les sources de rayons-X sont constituées d'un tube sous vide au sein duquel des électrons sont accélérés à l'aide de haut voltage (20-60kV), à partir d'une cathode (classiquement un filament de tungstène) bombardant une anode métallique. L'anode, en métal, est généralement composée de cuivre, donnant un spectre d'émission constitué d'un fond continu sur lequel se superposent des raies d'émission intenses, notamment les émissions $K_{\alpha 1}$, $K_{\alpha 2}$ et K_{β} (Figure 33). Ce spectre de rayons-X provient de la décélération des électrons au contact avec l'anode (rayonnement de freinage) et aux transitions électroniques au sein du métal (rayonnement de fluorescence).

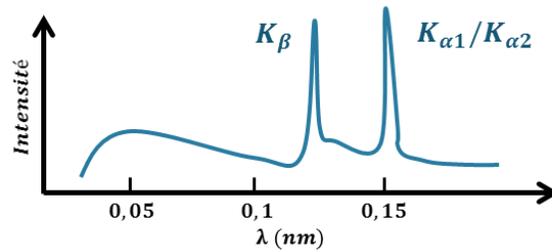


Figure 33 Schéma d'un spectre d'émission d'une anode en Cuivre, comprenant les raies d'émission principales $K_{\alpha 1}$, $K_{\alpha 2}$ et K_{β}

Les sources sont des éléments capitaux du montage, car elles permettent entre autres de définir la taille du faisceau de rayons-X, qui dépend lui-même du faisceau d'électrons fournis par l'anode. Des tubes classiques¹, avec une taille de faisceau étendue (quelques millimètres), sont utilisés en laboratoire pour la mesure sur des structures micrométriques. Sur les équipements industriels, des tubes microfocus sont préférés, plus onéreux, ils permettent d'avoir des faisceaux plus petits, générant une empreinte sur les échantillons de moins de $100 \mu\text{m} \times 100 \mu\text{m}$ et de plus forte brillance.

3. 2. 1. 2 Optiques

Pour un équipement de type HRXRD, la résolution spectrale est d'une importance capitale et elle est grandement définie par le système optique utilisé. Pour reprendre l'exemple de l'émission d'une raie K_{α} , celle-ci est certes discrète, mais elle n'est pas purement monochromatique, de plus le faisceau émis par la source n'est pas focalisé. Ainsi la résolution du diffractomètre peut être améliorée en réduisant la polychromie et la divergence du faisceau : c'est le rôle principal des systèmes optiques implémentés juste après la source. Les optiques les plus répandues sont les miroirs multicouches, les cristaux monochromateur et les fentes :

- **Miroirs** : Les miroirs ont deux fonctions : ils permettent de collecter une grande partie du faisceau émis par la source et de conditionner le faisceau. Ils permettent d'enlever les composantes non K_{α} du faisceau. Suivant la forme des miroirs, on peut obtenir un faisceau convergent ou bien parallèle. Il est par exemple possible d'obtenir en bout de chaîne de montage un faisceau parallèle possédant une divergence angulaire de l'ordre de $0,05^{\circ}$ et une résolution spectrale de $10^{-2}/10^{-3}$.
- **Monochromateur** : Ces valeurs ne sont cependant pas suffisantes pour l'étude de monocristaux, il faut alors recourir à l'utilisation de cristaux monochromateurs. Ces derniers permettent de séparer les deux raies $K_{\alpha 1}$, $K_{\alpha 2}$. Seuls des cristaux de très bonne qualité peuvent séparer les raies $K_{\alpha 1}$ et $K_{\alpha 2}$ qui sont très proches en terme de longueur d'onde (Figure 33) ($\lambda_{K_{\alpha 1}}$, $\lambda_{K_{\alpha 2}}$), quelle que soit la nature de la source.

¹ Tubes de Coolidge ou tube à cathode chaude

Le monochromateur a aussi pour rôle de collimater le flux de rayons-X sortant du tube. Le faisceau quasiment parallèle sortant du miroir a une divergence dans le plan de diffraction après le monochromateur qui peut descendre à quelques $0,001^\circ$.

Ces deux propriétés permettent respectivement de réduire le premier et second terme de l'équation (3. 2-1) est ainsi obtenir une haute résolution des conditions de diffraction.

- **Fentes** : Les fentes, définies par un bloc motorisé, composé d'une ouverture au sein d'un matériau absorbant les rayons-X, permettent de manière simple d'ajuster l'étendue du faisceau sur la surface de l'échantillon.

3. 2. 1. 3 Axes

Différents axes de rotation permettent de positionner l'échantillon au regard des angles incidents et diffractés, afin de choisir les géométries et les réflexions, effectuer l'alignement de l'échantillon et le mettre en condition de diffraction. Un diffractomètre est défini par son nombre de cercles, correspondant aux axes de rotations et donc aux degrés de liberté. Un diffractomètre 4 cercles, le plus courant, dispose de 4 degrés de liberté :

- ω : angle entre le faisceau incident et la surface de l'échantillon
- 2θ : angle entre le faisceau incident et diffracté
- φ : angle de rotation autour de la normale à la surface
- χ : angle de rotation perpendiculaire à l'axe d'angle φ et dans le plan de diffraction

Les angles ω et 2θ sont en général pilotés par des cercles concentriques possédant une motorisation très précise. Typiquement, la précision des deux angles est de l'ordre de $0,0002^\circ$, tandis que les autres angles sont définis avec une précision inférieure, d'un ordre de grandeur. Les angles ω et 2θ sont définis avec plus de précision, car ils sont communément utilisés afin de scanner les conditions de diffraction.

3. 2. 1. 4 Détecteurs

Tout comme pour les instrumentations déjà présentées, il existe différentes configurations de détecteurs. Les détecteurs ponctuels (0D), à scintillation ou proportionnels, sont couramment utilisés. Ils comptent le nombre de photons incidents en un point, ces photons induisent une impulsion électronique qui est alors comptabilisée. Ils sont couramment accompagnés par un cristal analyseur en Ge (220) diffractant 3 fois avant que le signal soit réceptionné par le détecteur. Ce système permet d'avoir une résolution proche de $0,003^\circ$, sachant qu'un déplacement de $0,001^\circ$ correspond à une différence de déformation $\Delta\varepsilon$ de 10^{-5} . Ce système permet donc une analyse précise de la déformation de la maille cristalline.

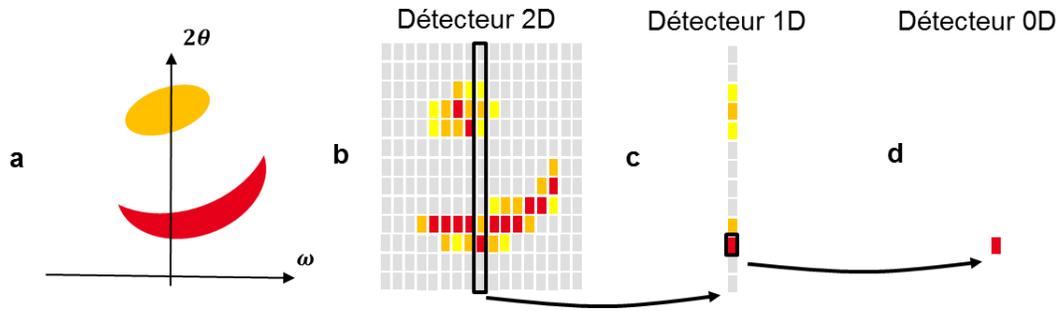


Figure 34 Illustration de l'acquisition de figure de diffraction (a) par un détecteur plan (b), linéaire (c) et ponctuel (d)

Les détecteurs linéaires (1D) et plan (2D) permettent quant à eux une acquisition simultanée de plusieurs positions angulaires, ce qui permet de réduire de manière significative le temps d'acquisition (Figure 34). Ils possèdent en général plusieurs modes. Un détecteur à une dimension (1D) peut par exemple être utilisé en détecteur ponctuel (0D). Un détecteur 1D utilisé en mode 0D ne permet pas de faire une mesure angulaire précise, mais permet de collecter le signal d'une gamme angulaire relativement large. Ce mode permet par exemple de localiser de manière rapide une position de diffraction. Les détecteurs utilisés pour les mesures HRXRD subissent des intensités variant de plusieurs ordres de grandeur, ils doivent donc disposer d'une grande dynamique.

3. 2. 1. 5 Longueur de cohérence

L'une des caractéristiques capitales de la diffraction de rayons-X haute résolution concerne la cohérence du faisceau. Il existe plusieurs moyens de caractériser cette cohérence [107]:

- *Cohérence transverse* : Elle représente la distance latérale le long d'un front d'onde à partir de laquelle il y a un déphasage total entre deux ondes de même longueur d'onde, provenant de deux points séparés dans l'espace. Cette longueur de cohérence se comprend très bien en considérant le schéma ci-dessous (Figure 35), où S est l'ouverture de la source, R la position d'observation relativement à la source et λ la longueur d'onde de la source. Considérant des ondes planes, les deux fronts d'ondes issus de la source associée ne seront pas déphasés de plus de 2π sur une distance L_t dans la direction transverse.

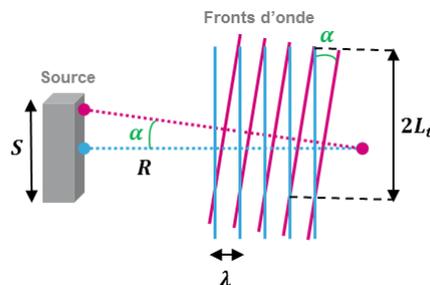


Figure 35 Représentation de la longueur de cohérence transverse L_t , pour une source d'ouverture S , à une distance R de la mesure et une longueur d'onde de faisceau λ .

À partir de ce schéma, on obtient l'expression de longueur de cohérence suivante¹ :

$$L_t = \frac{\lambda R}{S} \tag{3. 2-2}$$

Si une source pouvait être ponctuelle, la longueur de cohérence serait alors infinie, mais en pratique ceci est impossible.

- *Cohérence longitudinale* : Distance sur laquelle deux ondes provenant d'une même source avec des longueurs d'onde différentes seront complètement déphasées. Soit un faisceau de résolution spatiale $\Delta\lambda/\lambda$, sa longueur de cohérence s'exprime de la manière suivante :

$$L_l = \frac{\lambda^2}{\Delta\lambda} \tag{3. 2-3}$$

Ces deux valeurs déterminent la longueur de cohérence en coupe du faisceau. En pratique, il faut considérer l'angle incident afin d'obtenir la valeur de longueur de cohérence projetée sur l'échantillon.

3. 2. 1. 6 Aberrations optiques

Les systèmes optiques utilisés pour modifier les propriétés du faisceau ne sont pas sans défauts, monochromateur et analyseur induisent des signatures sur les intensités mesurées qui peuvent être gênantes [101](Figure 36).

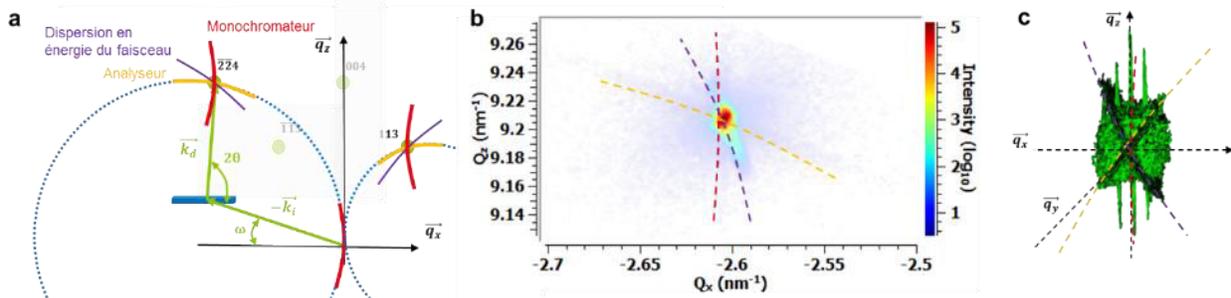


Figure 36 (a) Illustration de l'effet des aberrations optiques. (b) RSM $\bar{115}$ et (c) RSM 115 centrée sur la figure de diffraction du substrat de silicium

Ces aberrations sont causées par le fait que le monochromateur et l'analyseur ne diffractent pas suivant une direction unique, ils possèdent une résolution définie. Lorsqu'il n'y a pas d'analyseur, c'est l'acceptance angulaire du détecteur, généralement limitée par des fentes, qui détermine cette trace. Ceci résulte dans l'élargissement de l'intensité suivant cette même direction de façon non

¹ $\tan \alpha \cong \frac{\lambda}{2L_t} \cong \frac{S/2}{R}$

linéaire. L'élargissement est donc déterminé par l'ouverture de la fente, ou l'acceptance angulaire du monochromateur.

3. 2. 2. Procédés d'acquisition

Dans les techniques HRXRD, comme on a pu le voir, l'intensité diffractée est mesurée autour d'un nœud de l'espace réciproque, définissant la diffraction d'un plan cristallin de la structure. De manière générale, les mesures se font en fonction des angles entre l'émetteur et le récepteur, au regard de la surface de l'échantillon, ceci via l'utilisation d'un diffractomètre. Il est d'ailleurs courant de représenter les résultats en fonction des angles de ce diffractomètre. Cependant, nous préférons l'utilisation des coordonnées dans l'espace réciproque, qui sont indépendantes des différentes géométries des diffractomètres.

3. 2. 2. 1 Diffraction coplanaire

Suivant les conditions de diffraction, déterminées par la configuration angulaire de l'échantillon mesuré et du faisceau, plusieurs géométries sont possibles. De manière générale, la géométrie coplanaire est préférée, i.e le faisceau incident (de vecteur d'onde \vec{k}_i) et diffracté (de vecteur d'onde \vec{k}_d) sont dans le plan perpendiculaire à la surface de l'échantillon. Le vecteur de diffusion (\vec{q}) ne varie de position que dans ce plan (dans l'espace réciproque).

Pour réaliser une diffraction coplanaire, la variation de seulement deux angles est nécessaire. On utilise les angles incident (ω) et diffusé (θ) (Figure 32). Dans le cadre de ce manuscrit, nous désignerons les directions \vec{q}_x et \vec{q}_z comme les directions incluses dans ce plan, respectivement parallèles (dans la direction \vec{x}) et perpendiculaires à la surface de l'échantillon. \vec{q}_y étant la direction perpendiculaire à ce plan. Dans ce cas, le lien entre les composantes q_x et q_z et les angles de l'espace réel ω et θ est alors donné par les équations suivantes :

$$\begin{cases} q_x = \frac{2}{\lambda} \sin(\theta) \sin(\theta - \omega) \\ q_z = \frac{2}{\lambda} \sin(\theta) \cos(\theta - \omega) \end{cases} \quad (3. 2-4)$$

La diffraction non-coplanaire permet d'accéder à l'ensemble de l'espace réciproque, mais nécessite alors de faire varier davantage d'angles. Le lien entre les angles et les coordonnées dans l'espace réciproque est alors plus complexe [107].

3. 2. 2 Scans de l'espace réciproque

Les scans de l'espace réciproque, en général composés d'une variation des coordonnées de deux angles du diffractomètre, fournissent rapidement des résultats pour l'analyse de structure homogène. Il représente un segment (unidimensionnel) de l'espace réciproque (tridimensionnel), vertical ou horizontal (Figure 37). Une variation de ces angles autour d'une position nominale permet de balayer l'espace réciproque. À partir de ces angles, plusieurs scans sont possibles :

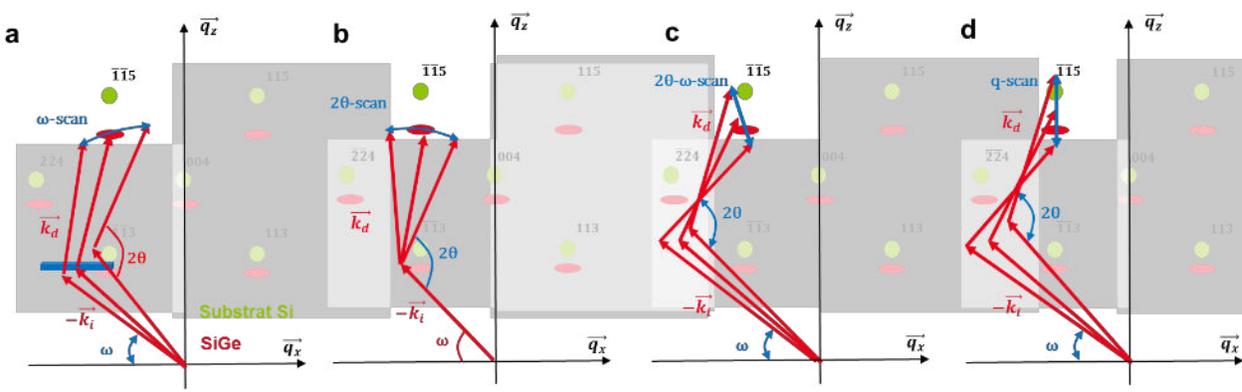


Figure 37 Illustrations des scans (a) ω , (b) 2θ , (c) $2\theta - \omega$ et (d) q -scan dans le plan (q_x q_z) de l'espace réciproque

- **ω - scan** : Scan transverse (rocking curve) – seul l'angle incident varie (ω) (Figure 37 a)
- **2θ - scan** : Scan radial – seul l'angle diffusé varie (2θ) (Figure 37 b)
- **$2\theta - \omega$ - scan** : Scan longitudinal – les angles incidents et diffusés varient en même temps, avec un ratio 1:2 entre eux, de telle sorte que l'écart $\Delta\alpha = \omega - \frac{1}{2} * 2\theta$ soit constant (Figure 37 c)
- **q - scan** : Scan longitudinal/transverse – les angles incidents et diffusés varient de telle sorte que l'espace réciproque soit parcouru suivant une direction strictement verticale ou horizontale dans l'espace réciproque (Figure 37 d et Figure 38)

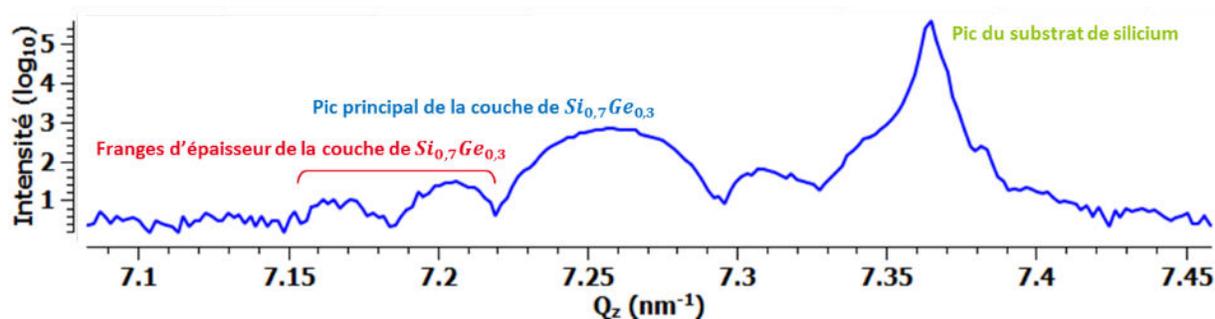


Figure 38 q -scan d'une couche de $\text{Si}_{0,7}\text{Ge}_{0,3}$ épitaxié sur un substrat de silicium

Pour réaliser ce genre de mesure, il est possible de réaliser une série d'acquisitions à différentes positions, en utilisant un détecteur ponctuel ou linéaire. Cette méthode d'analyse nécessite de nombreuses hypothèses à propos de la structure des matériaux puisque seule une portion de l'espace réciproque est sondée. La structure doit par exemple être homogène en matière de déformation, de composition et d'épaisseur. Pour cette raison, les scans présentent un intérêt pour l'étude de structures simples : des couches déposées sur une plaque ou des structures de mesures planaires. Ils sont adaptés pour des analyses rapides de structures de type pseudomorphes. Pour l'étude de structures plus complexes, engendrant des figures de diffraction non uniformes, il est requis de cartographier l'espace réciproque.

3. 2. 2. 3 Cartographies de l'espace réciproque

La cartographie de l'espace réciproque (RSM) permet d'imager la diffraction suivant un volume (RSM 3D - Figure 39 a) de l'espace réciproque ou une coupe de ce volume (RSM 2D¹ - Figure 39 b). Pour ce faire, de nombreuses possibilités existent : variation de deux ou plus d'axes du diffractomètre, en utilisant un détecteur ponctuel (0D), linéaire (1D) ou plan (2D). Les cartographies peuvent être effectuées en réalisant une combinaison des scans précédemment cités, par exemple des scans omega-2theta avec des valeurs $\Delta\alpha$ différentes.

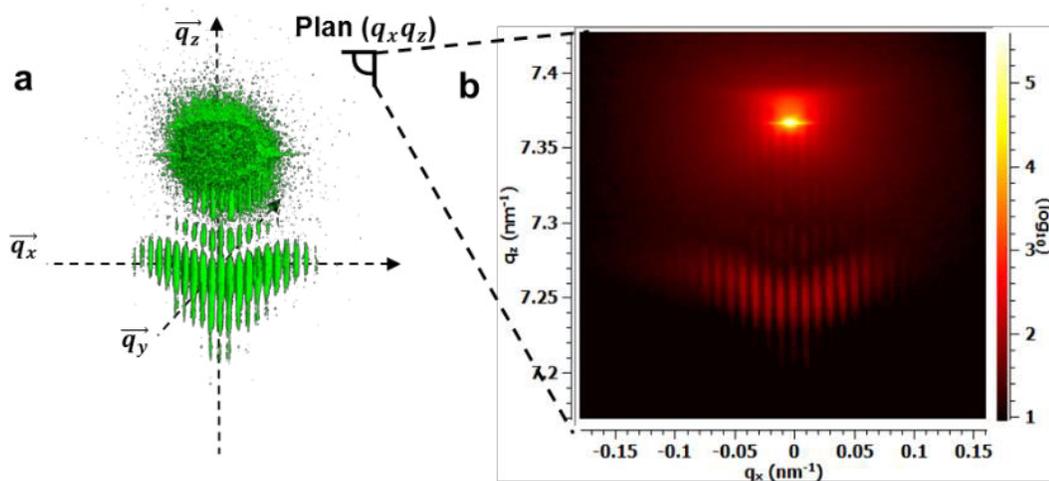


Figure 39 RSM 3D d'un réseau de transistors sur substrat en silicium (a) et son intégration suivant la direction \vec{q}_y (b). Mesure effectuée à l'APS (Advanced Photon Source).

Intrinsèquement, les RSM contiennent davantage d'informations que les scans couramment utilisés, seulement elles sont bien plus complexes à traiter et bien plus longues à obtenir. Suivant les structures étudiées, une à trois RSM suffisent à décrire les caractéristiques principales d'un cristal.

¹ Dans la suite du manuscrit, nous nommerons RSM les cartographies en 2D.

3. 2. 2. 4 Conversion de l'espace réel à l'espace réciproque

Les données brutes de ces mesures correspondent à un champ de données tridimensionnel (ou une partie de cet espace) comprenant des intensités diffractées, fonction des angles du diffractomètre. Ces valeurs doivent être converties afin de pouvoir les représenter dans l'espace réciproque. L'utilisation de scans, nommément les q-scans, permet de régler le pas des axes du diffractomètre dans le but d'obtenir des valeurs linéairement espacées dans l'espace réciproque. Cette démarche est reproductible pour les RSM, avec l'utilisation de détecteur ponctuel, cependant l'acquisition dans ce genre de configuration est longue. De ce fait, l'utilisation de détecteur linéaire (1D) ou plan (2D), possédant des pixels périodiquement espacés (dans l'espace réel), implique l'obtention de valeurs non-linéairement distribuées, dans l'espace réciproque. L'acquisition de RSM se distingue donc des scans dans le sens où une interpolation est indispensable pour pouvoir représenter ces dernières dans un espace régulier (voir chapitre 5).

3. 2. 2. 5 Equipements synchrotrons

Les synchrotrons, grands instruments dédiés à l'accélération à haute énergie de particules élémentaires permettent de dépasser les limites des instruments de laboratoire. Depuis les deuxièmes et troisièmes générations de synchrotrons ces derniers se sont spécialisés dans l'émission de radiations synchrotron. Cette onde électromagnétique est générée par l'accélération d'électrons, occasionnée par la courbure de leur trajectoire [108]. Les sources synchrotron offrent des capacités extraordinaires et complémentaires aux instruments classiques, spécifiquement pour la R&D avancée. Elles possèdent entre autres trois principaux avantages :

- une source hautement brillante, permettant de réduire de manière conséquente le temps d'acquisition et d'offrir une large gamme d'énergie
- un faisceau fortement collimaté avec une excellente cohérence
- une taille de faisceau adaptative, allant de quelques mm à quelques nm

Classiquement, les diffractomètres possèdent des longueurs de cohérence de plusieurs centaines de nanomètres, tandis que les sources synchrotrons possèdent des longueurs de cohérence de l'ordre de 5 μm pour la cohérence longitudinale et 25 μm pour la cohérence transversale [109] et contrairement aux équipements de laboratoire, les équipements disponibles dans les synchrotrons sont en général équipés de diffractomètres 6 cercles, permettant une plus grande flexibilité. Pour ces différentes raisons, certaines expériences présentes dans ce manuscrit ont été réalisées à l'European Synchrotron Radiation Facility' (ESRF - Grenoble) et à l'Advanced Photon Source' (APS - Chicago) sur les lignes de lumière :

- **ESRF – BM02** : Pour la mesure, la ligne était équipée d'un monochromateur focalisant à 2 réflexions Si(111), de miroirs collimatants et focalisants, avant et après le monochromateur, de même qu'un analyseur à 3 réflexions Si (111) et un détecteur 2D. L'énergie du faisceau était de 8keV pour une taille latérale d'environ 500 μ m. Les acquisitions sur cette ligne ont permis d'obtenir des RSM avec un excellent rapport signal sur bruit, permettant l'obtention de davantage de détails.
- **ESRF - ID01** : Cette ligne dispose d'un dispositif unique, le K-Map [110], qui présente l'intérêt de pouvoir réaliser des cartographies spatiales rapides. Pour ce faire, la ligne dispose aussi d'un nano-faisceau, possédant une empreinte sur la surface de l'échantillon de l'ordre de 200x300nm². Cette taille de faisceau permet donc de scanner des zones micrométriques avec une résolution d'une centaine de nanomètres. Le déplacement se fait à l'aide de moteurs piézoélectriques suivant deux directions et l'acquisition avec un détecteur 2D rapide.
- **APS – BM33-C** : La ligne disposait pour la mesure d'un monochromateur Si(111), un diffractomètre 4 cercles et un détecteur 2D Pilatus 100K. L'énergie du faisceau était fixée à 10,0 keV pour une empreinte sur l'échantillon d'environ 100*100 μ m². Elle fut utilisée pour l'acquisition de cartographie 3D de l'espace réciproque (Figure 40).

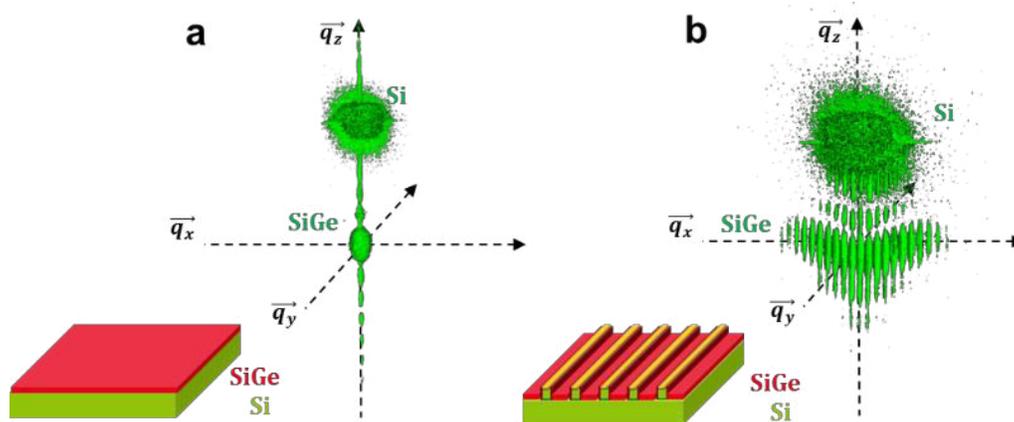


Figure 40 RSM 3D d'une couche de SiGe (a) et d'un réseau de transistors sur substrat de silicium (b)

3. 3. Méthodes d'analyses

L'objectif de cette étude est d'extraire la déformation du réseau cristallin dans les structures de la microélectronique, dans le but d'accéder à l'ensemble de la distribution des déformations. Cette partie présente alors les méthodes d'analyses par HRXRD de couches minces et nanostructures déformées. Les méthodes permettant de remonter à la stœchiométrie, la déformation et les épaisseurs de couches minces non structurées étant bien établies, nous ne les rappellerons que brièvement ici.

Une attention toute particulière sera attribuée aux méthodes permettant d'étudier la déformation des structures nanométriques. Le champ de déformation, pour des structures nanométriques, est bien souvent complexe, et n'est pas le seul paramètre à influencer les figures de diffraction. Comme nous le verrons, la stœchiométrie, la géométrie, l'inclinaison et la périodicité ont aussi un impact sur la figure de diffraction. Nous verrons notamment que pour l'ensemble de ces procédures, plus particulièrement la dernière, il est indispensable d'avoir recours à des simulations. De fait, nous introduirons les moyens permettant de simuler les résultats HRXRD, qui ont joué un rôle central dans l'analyse des résultats.

3. 3. 1. Impacts morphologiques sur la diffraction

La diffraction de rayons-X possède une grande sensibilité aux variations de paramètre de maille d'une structure cristalline, celle-ci étant elle-même influencée par de nombreux paramètres physiques comme la composition chimique et l'état de déformation. Comme nous avons pu le voir, l'intensité et la forme des figures de diffraction dépendent de l'arrangement des atomes au sein d'une maille élémentaire, de l'arrangement du réseau et du nombre de plans cristallins qui contribue à la diffraction. Nous présenterons donc dans cette partie les principaux paramètres physiques influençant la diffraction des structures étudiées dans ce manuscrit.

3. 3. 1. 1 Effet dimensionnel

Dans le cas de structure ne possédant pas de champ de déformation, la position et la forme des figures de diffraction dépendent uniquement de la structure cristalline et du nombre de plans atomiques, tel que décrit par l'équation (3. 1-14). Un grand nombre de plans de diffraction donneront une figure de diffraction très étroite et très intense, de manière complémentaire, un faible nombre de plans diffractants générera une figure de diffraction très large avec une intensité faible (Figure 41).

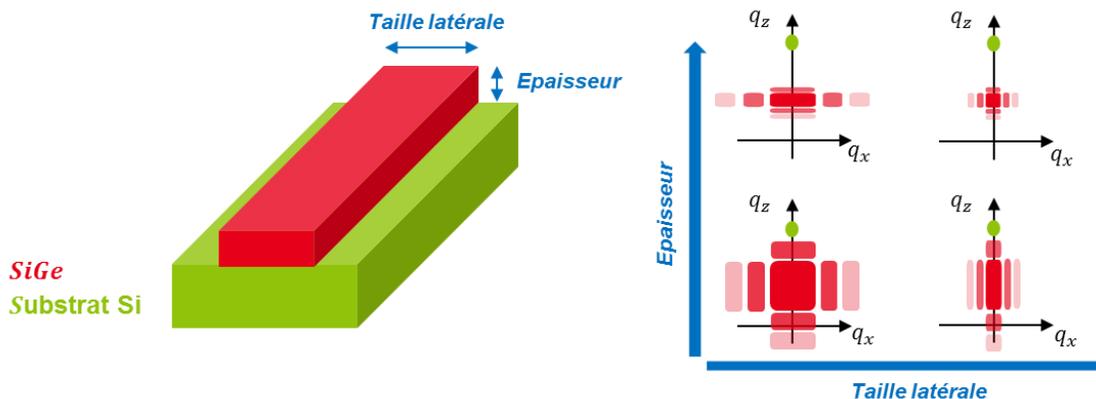


Figure 41 Illustration de l'effet dimensionnel sur les figures de diffraction d'une nanostructure de SiGe sur un substrat en silicium

Les rayons-X possédant une profondeur de pénétration de plusieurs micromètres, la quantité de matière traversée par les rayons au sein du substrat est importante dans l'étude de nanostructures. Ainsi la figure associée au substrat est la plus intense et la plus étroite, tandis que les structures rapportées sur le substrat sont moins intenses et plus étendues. L'effet dimensionnel est parfaitement indépendant de la réflexion, il peut donc être mesuré à partir de n'importe quel plan $\{hkl\}$ (Figure 42).

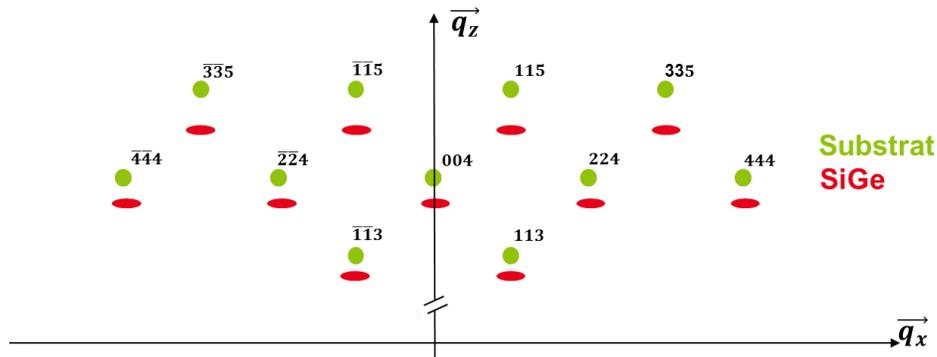


Figure 42 Illustration du principe d'invariance de l'élargissement des figures de diffraction au regard du plan hkl mesuré pour une structure de SiGe sur un substrat de silicium dans l'espace réciproque

3. 3. 1. 2 Effet de la composition chimique – structure cubique Si ou SiGe

La composition chimique du cristal ayant une influence directe sur le paramètre de maille de la structure, la diffraction est sensible à cette composition. Ainsi un alliage, constitué de différents atomes, possède des paramètres de maille distincts et par conséquent des distances inter planaires inégales. Cet écart va résulter en des conditions de diffraction différentes (Figure 43). Plus les indices hkl des réflexions sont grands, plus l'écart entre les conditions de diffraction des composés est conséquent.

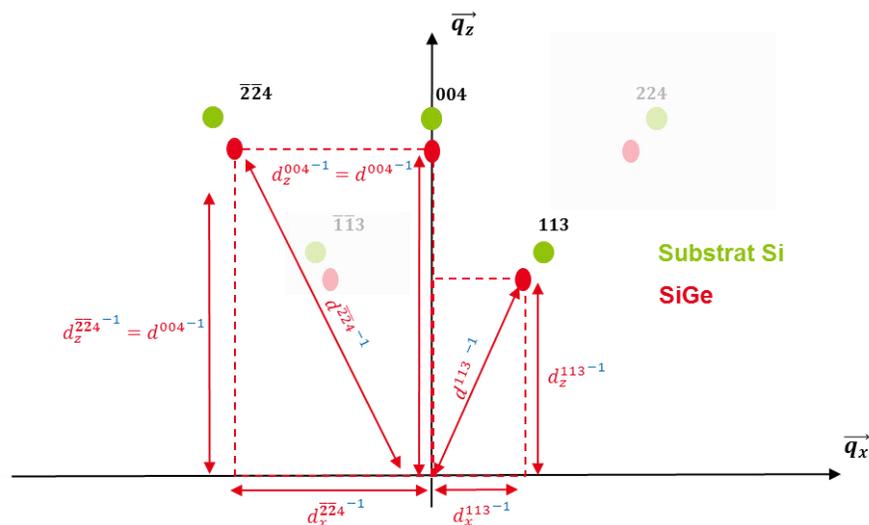


Figure 43 Illustration des positions des figures de diffraction dans l'espace réciproque pour une structure de SiGe et de silicium

Dans le cas d'un alliage, suivant la stoechiométrie de l'élément, son paramètre de maille va évoluer, ainsi sa position dans l'espace réciproque va se déplacer en conséquence, tel que décrit précédemment. Par exemple, dans le cas d'un alliage de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$, sa position dans l'espace réciproque va évoluer entre la position du silicium et celle du Germanium. Cette évolution se fait suivant la diagonale qui rejoint l'origine de l'espace réciproque avec le nœud hkl considéré (Figure 44).

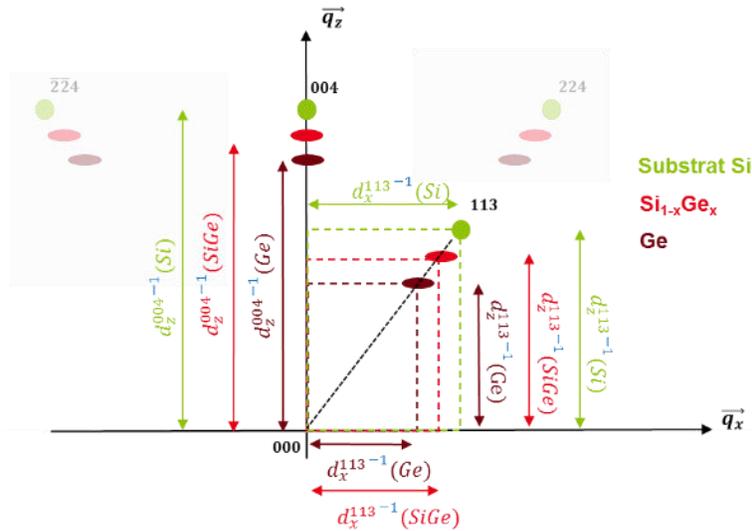


Figure 44 Illustration de l'impact de la stoechiométrie d'un alliage de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ sur la position de la figure de diffraction dans l'espace réciproque par rapport aux positions du silicium et du germanium.

Ainsi, pour caractériser cette composition, la mesure des écarts sur la figure de diffraction va donner des informations sur les différentes distances interplanaires, et de cette information on en déduit les différents paramètres de maille menant, par le calcul, à la composition chimique des éléments.

3. 3. 1. 3 Effet de la périodicité

Avec les équipements à disposition, il n'est pas possible de mesurer une structure unique, ce qui implique que l'ensemble des structures nanométriques étudiées dans ce manuscrit sont périodiques, suivant une ou plusieurs directions. Dans ce cas, la périodicité crée un réseau de diffraction, chaque structure élémentaire interfère de manière constructive avec les autres. Soit un système périodique dans la direction x, il est possible de décrire l'effet de cette périodicité en reprenant les équations de la théorie cinématique. L'amplitude totale diffusée pouvant s'écrire :

$$A(\vec{q}) = \sum_m^M \sum_n^N f_n(\vec{q}) e^{i\vec{q} \cdot (\vec{r}_n + m\vec{p})} = \sum_m^M A_N(\vec{q}) e^{iq_x m p} = A_N(\vec{q}) \sum_m^M e^{iq_x m p} \quad (3. 3-1)$$

Avec p la périodicité, M le nombre de périodes et N le nombre d'atomes dans une structure périodique.

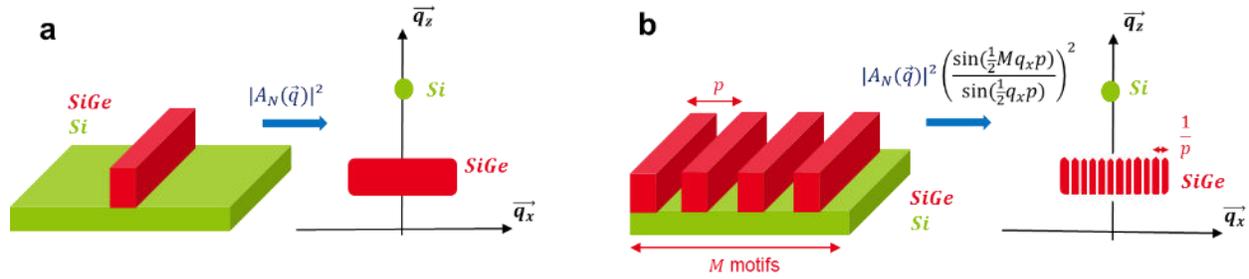


Figure 45 Illustrations de l'effet de périodicité : schéma d'une RSM d'une structure de SiGe sur un substrat de silicium sans (a) et avec (b) une périodicité de période p avec M motifs.

Ce phénomène crée des interférences périodiquement constructives et destructives, modulant la figure de diffraction de la structure élémentaire¹, tel que décrit par l'équation (3. 3-2). L'amplitude totale est définie par la somme des amplitudes diffusées de chaque période, pondérée par l'exponentielle complexe e^{iq_xmp} . Le terme comprenant une somme d'exponentielles dans l'équation (3. 3-1) représente une somme géométrique, ainsi l'intensité diffusée prend la forme d'un quotient de sinus :

$$I(\vec{q}) = |A(\vec{q})|^2 = |A_N(\vec{q})|^2 \left(\frac{\sin(\frac{1}{2}Mq_xp)}{\sin(\frac{1}{2}q_xp)} \right)^2 \quad (3. 3-2)$$

Ainsi l'intensité diffusée d'une structure périodique est identique à l'intensité diffusée par un constituant élémentaire (Figure 45 a), modulée par une enveloppe périodique (Figure 45 b). En théorie, l'effet de périodicité n'impacte pas la distribution d'intensité, néanmoins, il supprime une partie de la figure de diffraction et donc de l'information. Cette configuration permet néanmoins d'obtenir davantage de signal qu'avec une structure unique, puisque la quantité de matière est N fois plus importante. La figure de diffraction apparaît alors comme un ensemble de pics (Figure 46 d). On nomme ce phénomène l'effet de super-réseau. L'analyse des déformations ne pourra donc se faire qu'au travers de cette série discrète de pics. L'ensemble de ces pics décrit l'enveloppe générale de la figure de diffraction. Les maxima de ces pics sont obtenus pour les valeurs :

$$q_x = \frac{k}{p}, k \in \mathbb{Z} \quad (3. 3-3)$$

¹ Cette notion implique que l'ensemble des motifs élémentaires définissant la structure périodique sont suffisamment semblables pour que les amplitudes qui leurs sont associées se somment de manière constructive.

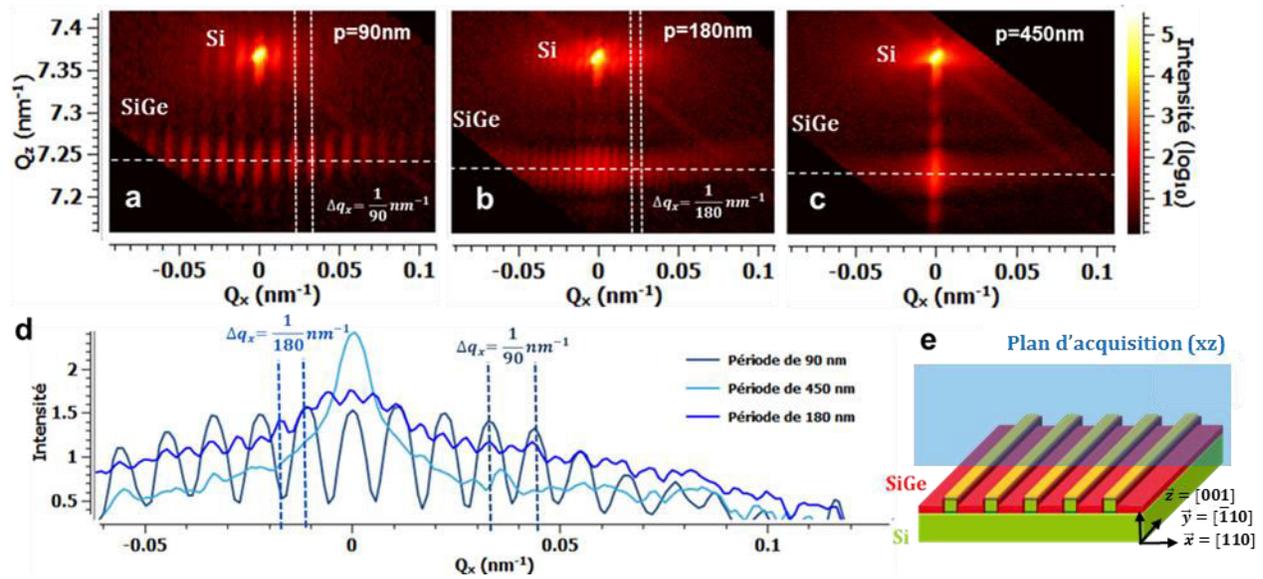


Figure 46 RSM 004 de réseaux de transistors de périodicité 90 (a), 180 (b) et 450 nm (c), composés de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ de 30 nm d'épaisseur et les coupes verticales des RSM en $q_z = 7,24 \text{ nm}^{-1}$. Schéma des réseaux de transistors et du plan d'acquisition (xz) (e)

Néanmoins, toutes les valeurs de périodicité ne génèrent pas d'effet périodique. La valeur de périodicité minimale p_{min} est au moins égale à la largeur de la ligne, suivant la direction périodique. Au-delà de cette valeur, l'effet de périodicité est forcément visible : les minima générés par les interférences sont espacés d'une distance plus petite que l'étendue de la figure de diffraction. A contrario, il existe une valeur p_{max} au-delà de laquelle l'espace entre les minima et maxima est inférieur à la résolution de l'équipement, dans ce cas l'effet de périodicité n'est plus observable (Figure 46 c). Entre ces deux limites, où l'effet périodique est visible, la perte d'information est inversement proportionnelle à la période : plus grande est la période, plus les extinctions de signal sont proches et réciproquement (Figure 46). Pour déterminer les limites de visibilité de l'effet de super-réseau, la cohérence du faisceau doit aussi être prise en compte. Cette dernière doit être très supérieure à la taille du motif étudié ($L_T \gg p$), ce qui est couramment le cas des dispositifs de la microélectronique.

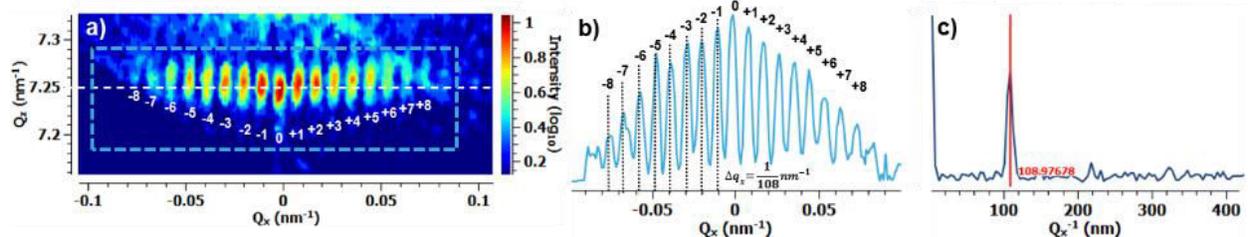


Figure 47 RSM 004 d'un réseau de transistors en $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$, de périodicité 108 nm (a) mesurée dans le plan (xz). Intégration verticale de la figure de diffraction du $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ (b) et sa transformée de Fourier (c).

Dans le cas où l'effet de super-réseau est visible, la mesure de l'espacement entre deux pics consécutifs, dans la direction i , fournit la valeur de la période (p) (Figure 47 b) [62], [111]:

$$p = \frac{1}{\Delta q_i^{\text{satellites}}} \quad (3.3-1)$$

La transformée de Fourier du signal permet aussi de quantifier cette périodicité (Figure 47c). La position du pic associé à la période donne la valeur de périodicité et la largeur du pic permet d'apprécier la dispersion de cette période.

Dans la direction de périodicité, la position des pics ne permet donc pas de caractériser la structure, uniquement sa périodicité. Néanmoins, la mesure de l'intensité des différents pics permet tout de même d'accéder à l'enveloppe de la figure de diffraction et donc à des informations structurelles. Ces propriétés permettent donc la caractérisation d'un objet élémentaire, de faibles dimensions, et ce peu importe le nombre d'objets diffractant, à condition que tous les objets élémentaires soient identiques. Une RSM dénuée d'effet périodique contient plus d'informations, néanmoins une période plus grande équivaut à une densité de matière moindre et donc un signal moins intense.

3.3.1.4 Effet de la déformation

La déformation modifie localement les paramètres de maille du réseau, résultant en une variation des distances interréticulaires, modifiant localement les conditions de diffraction. Cette modification s'exprime par l'équation suivante¹ [107]:

$$\delta \vec{h} = \vec{h}' - \vec{h} = -\nabla (\vec{h} \cdot \overline{\mathbf{u}(\mathbf{r})}) \quad (3.3-4)$$

Le gradient de déplacement $\overline{\mathbf{u}(\mathbf{r})}$ d'un atome peut se décomposer en deux éléments, une déformation $\overline{\boldsymbol{\varepsilon}}$ et une rotation $\overline{\boldsymbol{\omega}}$, l'expression (3.3-4) devient donc :

$$\delta \vec{h} = -\vec{h}(\varepsilon_{ji} + \omega_{ji}) = (-\varepsilon_{ij} + \omega_{ij})\vec{h} \quad (3.3-5)$$

Dans cette équation, nous pouvons remarquer que le décalage apparaît alors sous la forme de deux composantes, une contribution due à la déformation et une composante due à la rotation :

$$\delta \vec{h} = \delta \vec{h}^{\text{déformation}} + \delta \vec{h}^{\text{rotation}} \quad (3.3-6)$$

¹ La rotation étant antisymétrique on peut écrire : $\omega_{ij} = -\omega_{ji}$

Le décalage induit par la déformation se présente donc comme un simple produit scalaire entre le tenseur de déformation et la position initiale (non déformée) dans l'espace réciproque, de la figure de diffraction :

$$\delta \vec{h}^{déformation} = -\bar{\epsilon} \cdot \vec{h} \quad (3. 3-7)$$

Le tenseur complet décrivant le décalage dans l'espace réciproque dû à la déformation locale s'écrit alors sous la forme matricielle suivante :

$$\delta \vec{h}^{déformation} = - \begin{pmatrix} \epsilon_{xx} h_x + \epsilon_{xy} h_y + \epsilon_{xz} h_z \\ \epsilon_{xy} h_x + \epsilon_{yy} h_y + \epsilon_{yz} h_z \\ \epsilon_{xz} h_x + \epsilon_{yz} h_y + \epsilon_{zz} h_z \end{pmatrix} \quad (3. 3-8)$$

Suivant l'ordre de la réflexion étudiée l'effet peut être plus ou moins important. Une réflexion symétrique d'indice élevé aura une sensibilité plus importante aux déformations perpendiculaires, tandis que pour obtenir une meilleure sensibilité aux déformations dans le plan il faut considérer une réflexion asymétrique d'indice élevé (Figure 48). Cependant, les mesures associées à des réflexions de forts indices ont souvent des intensités diffractées plus faibles.

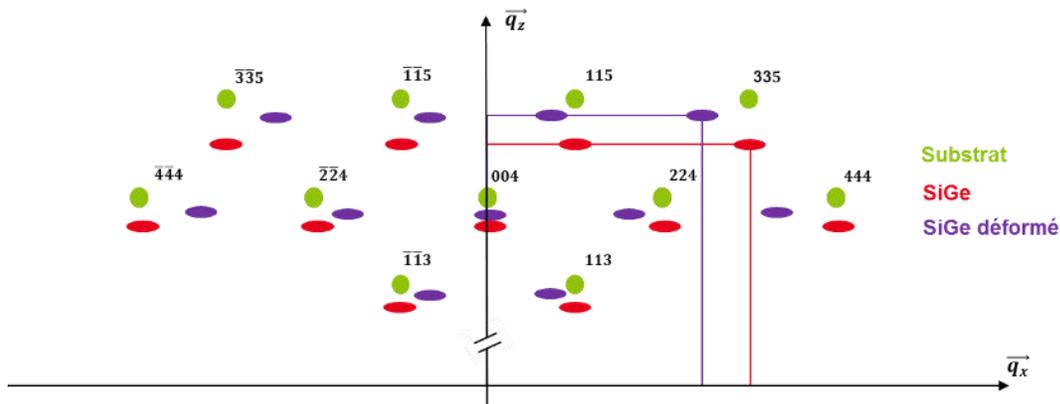


Figure 48 Illustrations de l'impact de la déformation au sein d'une couche de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ sur les conditions de diffraction, représentée dans l'espace réciproque

La déformation est un effet symétrique (si le cristal est symétrique), par exemple, relativement à l'axe \vec{q}_z , les réflexions sont équivalentes. Des réflexions de même valeur d'indice l auront la même sensibilité aux déformations verticales, c'est-à-dire la même position suivant l'axe \vec{q}_z , de même pour des réflexions possédant les mêmes valeurs h/k , la position suivant l'axe \vec{q}_x est invariable.

3. 3. 2. Caractérisation de structure homogène en déformation

Les couches minces, que l'on distingue des nanostructures par le fait qu'elles présentent des dimensions dans le plan nettement supérieures à leur épaisseur, possèdent généralement un état de déformation homogène. Dans ce cas, la figure de diffraction est entièrement décalée (Figure 49 b), sans que sa forme ne soit changée par rapport à l'état non déformé (Figure 49 a).

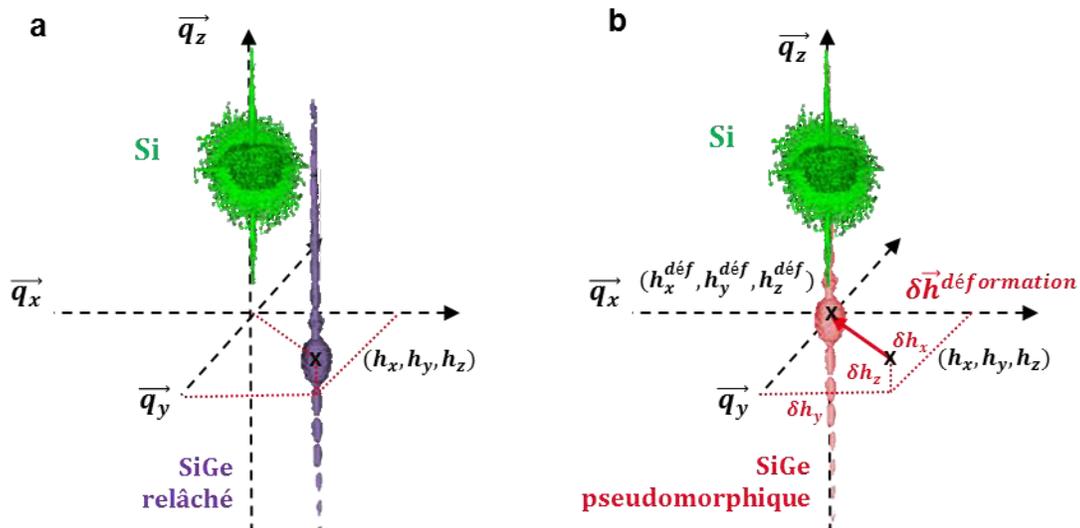


Figure 49 Schéma d'une RSM d'une structure de $\text{Si}_{0.7}\text{Ge}_{0.3}$ totalement relâché (a) et pseudomorphique (b) sur un substrat de silicium

Une structure pseudomorphique de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ à déformation homogène est caractérisée par le fait que le tenseur de déformation ne présente pas de terme de cisaillement (partie 2. 2. 2. 1), dans ce cas on peut obtenir les termes restants ($\varepsilon_{//}$, ε_{zz}) par la mesure de la position de la figure de diffraction, connaissant la position non déformée (h_x, h_y, h_z):

$$\overrightarrow{(\delta h)}^{déformé} = - \begin{pmatrix} \varepsilon_{//} h_x \\ \varepsilon_{//} h_y \\ \varepsilon_{zz} h_z \end{pmatrix} \quad (3. 3-9)$$

À partir de cet exemple, on peut noter que dans le cas d'une RSM symétrique on ne sera pas sensible à la relaxation suivant x, étant donné que $h_x \cong 0$, a contrario d'une RSM asymétrique qui est sensible à la relaxation suivant les deux directions. L'analyse de scans sur une ou plusieurs figures de diffraction (symétrique / asymétrique) permet de déterminer complètement l'état de relaxation de ce type de structure (Figure 50).

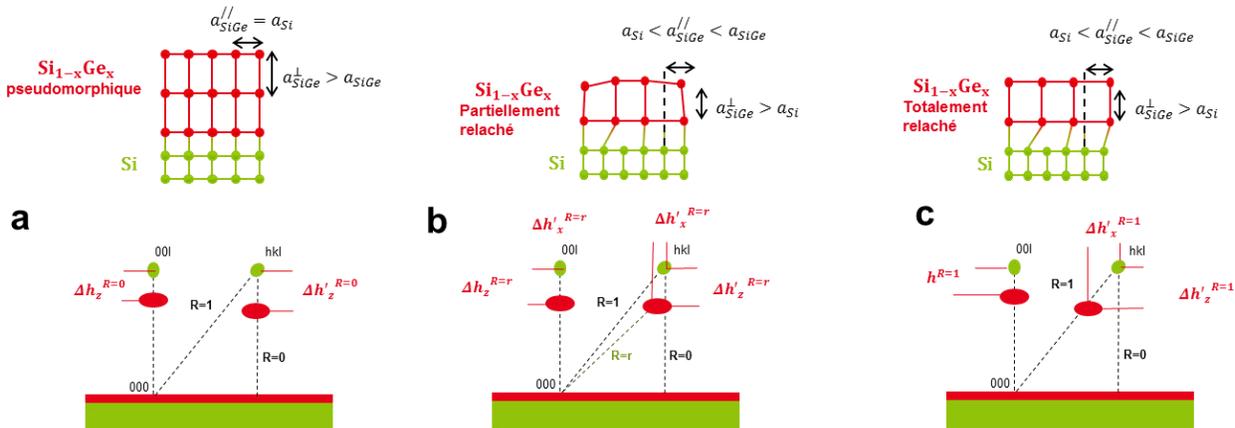


Figure 50 Décalage des figures de diffraction associées à une couche de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ déposée sur un substrat en silicium, en fonction de son état de déformation et de son inclinaison. R correspond au taux de relaxation (équation (2. 2-9))

Pour ce genre d'analyse, les méthodes sont aujourd'hui pleinement décrites [112], des logiciels performants basés sur des simulations qui reproduisent le signal du substrat de silicium et des couches déposées permettent l'analyse des résultats [113]. Ces simulations, indispensables pour accéder univoquement à l'ensemble des paramètres, deviennent de manière logique un prérequis pour l'analyse de structures plus complexes.

3. 3. 3. Caractérisation de nanostructures déformées

Tandis qu'une déformation uniforme de la structure induit un déplacement global des conditions de diffraction, une déformation inhomogène a une influence directe sur la forme et la position des figures de diffraction. Elle induit un élargissement (Figure 51 a), voire une rotation des plans cristallins (Figure 51 b), ce qui modifie localement les conditions de diffraction. Une structure déformée de manière inhomogène est composée par un ensemble de plans atomiques qui ne sont pas tous orientés de la même façon : suivant la direction du vecteur de diffusion, seuls les plans qui autorisent les conditions de Bragg vont générer des interférences constructives, et donc un signal (Figure 51).

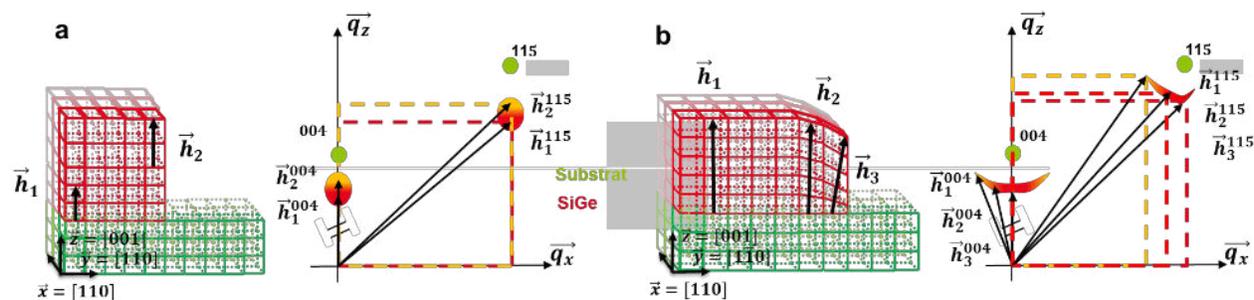


Figure 51 Illustration des conditions de diffractions d'un réseau avec une déformation inhomogène suivant la direction z (a) et inhomogène suivant les directions x et z (b), ainsi que les positions et conditions de diffraction correspondantes dans l'espace réciproque.

Dans le cas de couches structurées, représentatives des caractéristiques géométriques d'un transistor, la complexité du champ de déformation nécessite la mesure et l'analyse détaillée de cartographies de l'espace réciproque (RSM), sur plusieurs réflexions. En effet, sous une déformation non homogène, la figure de diffraction est fortement déformée (Figure 52 a), et les scans de l'espace réciproque (3. 2. 2. 2) ne permettent pas de capturer toute sa complexité (Figure 52 c).

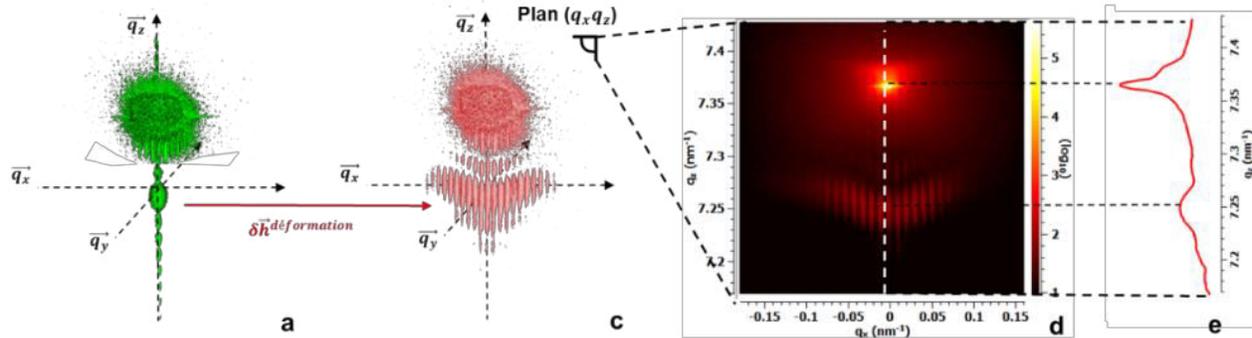


Figure 52 RSM 3D d'une couche de $\text{Si}_{0,7}\text{Ge}_{0,3}$ (a) et d'un réseau de transistors (b) sur substrat en silicium. Intégration suivant la direction \vec{q}_y de la RSM associée aux réseaux de transistors (c) et une coupe de cette intégration suivant la direction \vec{q}_z (d).

3. 3. 3. 1 Direction d'acquisition

La majorité des structures étudiées correspondent donc à des réseaux de lignes ou de transistors. Elles présentent trois directions principales, que l'on peut caractériser à partir de deux orientations différentes du faisceau de rayons-X. Ces deux orientations ($\Phi=90^\circ$ et $\Phi=0^\circ$) sont perpendiculaires et illustrées en Figure 53. Les mesures dans la configuration $\Phi=90^\circ$ image le champ de déformation dans les directions y et z, tandis que la configuration $\Phi=0^\circ$ permettent d'obtenir des informations sur le champ de déformation suivant les directions x et z.

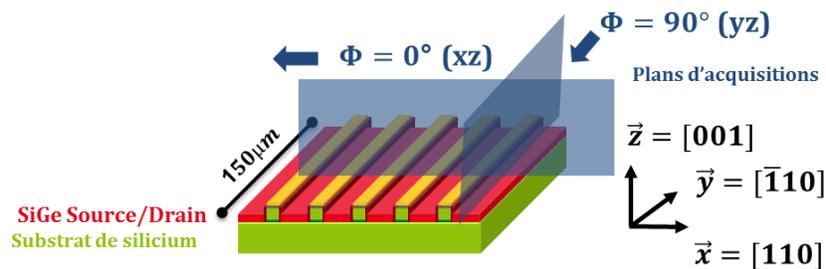


Figure 53 Illustration des directions d'acquisition dans la mesure de réseau de transistors composés de sources/drains en SiGe sur un substrat de silicium

Dans le cas de réseaux, la première configuration mesure ainsi une structure non périodique et infiniment grande (Figure 54), tandis que la deuxième mesure des structures finies et périodiques (Figure 55) :

- Dans la direction $\Phi=90^\circ$ - plan (yz) - Figure 54: les structures sont globalement homogènes, les RSM présentent donc un pic étroit et uniforme dans l'espace réciproque, quasiment équivalentes aux RSM caractéristiques d'une couche mince non structurée. Il n'y a pas d'effet de super-réseau.

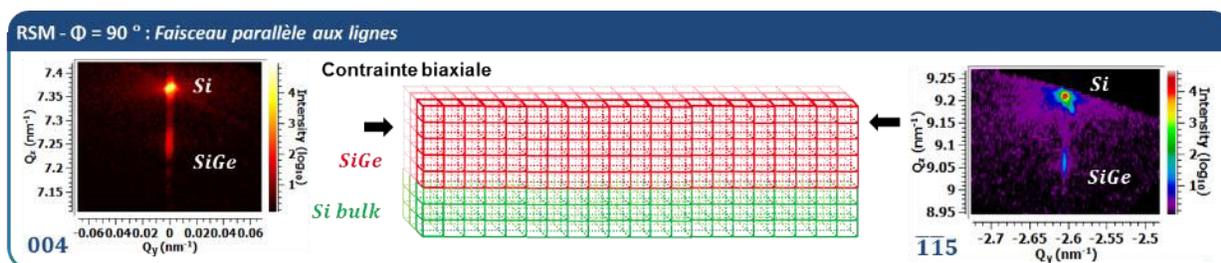


Figure 54 Illustration d'un réseau de transistors de $\text{Si}_{0.7}\text{Ge}_{0.3}$ de période 110 nm, d'épaisseur 25 nm et de largeur 60 nm, sur un substrat de silicium, mesurée dans la direction d'acquisition parallèle (plan (yz)) aux lignes et les RSM 004 et 115 correspondantes

- Dans la direction $\Phi=0^\circ$ - plan (xz) - Figure 55: les RSM imagent des déformations très hétérogènes, résultant en des figures de diffraction étendues, incurvées et périodiquement découpées comme nous avons pu le décrire en partie 3. 3. 1. 3

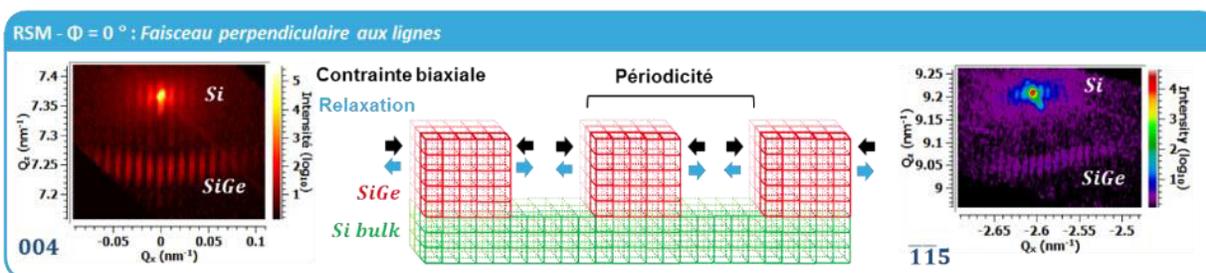


Figure 55 Illustration d'un réseau de transistors de $\text{Si}_{0.7}\text{Ge}_{0.3}$ de période 110 nm, d'épaisseur 25 nm et de largeur 60 nm, sur un substrat de silicium, mesurée dans la direction d'acquisition perpendiculaire (plan (xz)) aux lignes et les RSM 004 et 115 correspondantes

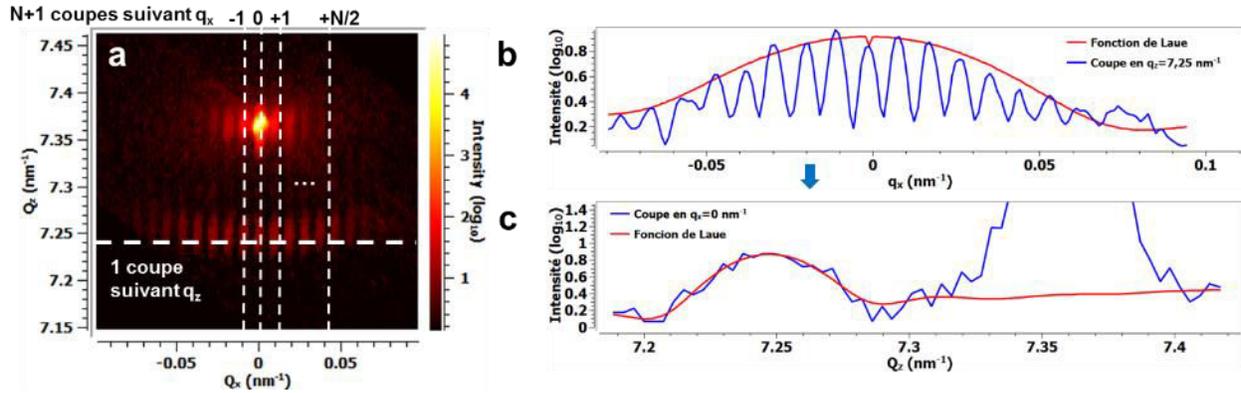
3. 3. 3. 2 Analyse des cartographies de l'espace réciproque

Comme nous avons pu le voir, l'analyse des RSM dans une direction où les dimensions de la structure sont faibles est difficile du fait de la forme complexe des figures de diffraction. Il n'existe pas de modèle analytique simple permettant de décrire l'intégralité de la figure de diffraction. Dans le but de faciliter cette analyse, les RSM en 2D peuvent être réduites à de simples coupes (1D) que l'on exploitera à la manière des scans (Figure 56). À partir de ces coupes, on peut extraire la position des pics, leur largeur à mi-hauteur, et leur intensité (Figure 57 a). Ces paramètres sont reliés à la géométrie et l'état de contrainte de la structure. Cependant, le lien n'est pas direct. Pour permettre de relier ces paramètres à des données physiques, il est indispensable d'émettre des hypothèses. Par

exemple, pour une réflexion 004, on peut négliger le terme $\varepsilon_{xz}q_x^{ref}$ par rapport à $\varepsilon_{zz}q_z^{ref}$ dans la relation (3. 3-8), étant donné que $\varepsilon_{zz} \gg \varepsilon_{xz}$ et $q_x^{ref} \cong 0$. On obtient ainsi la relation suivante :

$$\varepsilon_{zz} = \frac{q_z^{nSiGe} - q_z^{SiGe}}{q_z^{SiGe}} = \frac{\delta q_z^{SiGe}}{q_z^{SiGe}} \quad (3. 3-10)$$

q_z^{nSiGe} et q_z^{SiGe} correspondent respectivement aux positions de la structure de $Si_{1-x}Ge_x$ déformée et non déformée.



Cette relation simplifiée permet de relier, au premier ordre, la position des figures de diffraction suivant l'axe q_z à une valeur de déformation hors plan. Les variations de cette déformation apparaissent donc comme une variation de la projection du vecteur de diffusion \vec{h} sur l'axe q_x . Elle nécessite la connaissance de la position non déformée du $Si_{1-x}Ge_x$ et donc la concentration en germanium. Par défaut, nous caractériserons donc la position des figures de diffraction par rapport au silicium :

$$\delta_i = \frac{q_z^{nSiGe} - q_i^{Si}}{q_i^{Si}} = \frac{\Delta q_i^{SiGe}}{q_i^{Si}}, i = x, y, z \quad (3. 3-11)$$

Dans le cas où la déformation hors plan n'est pas homogène, cette valeur correspond à une valeur moyenne de déformation. En effet, si la structure présente suivant son épaisseur des variations de déformation importantes, la figure de diffraction ne pourra être décrite par un seul pic (Figure 57 b). Dans ce cas, le profil de déformation hors plan est donc obtenu en mesurant la forme et la position de la figure de diffraction dans la direction q_x . L'intensité et la largeur des pics sont par contre bien moins évidentes à interpréter, elles dépendent de la distribution de déformation et de la géométrie. Dans le cas où la géométrie est invariante, il est cependant acceptable d'interpréter des variations de distributions d'intensités comme un changement de répartition des déformations.

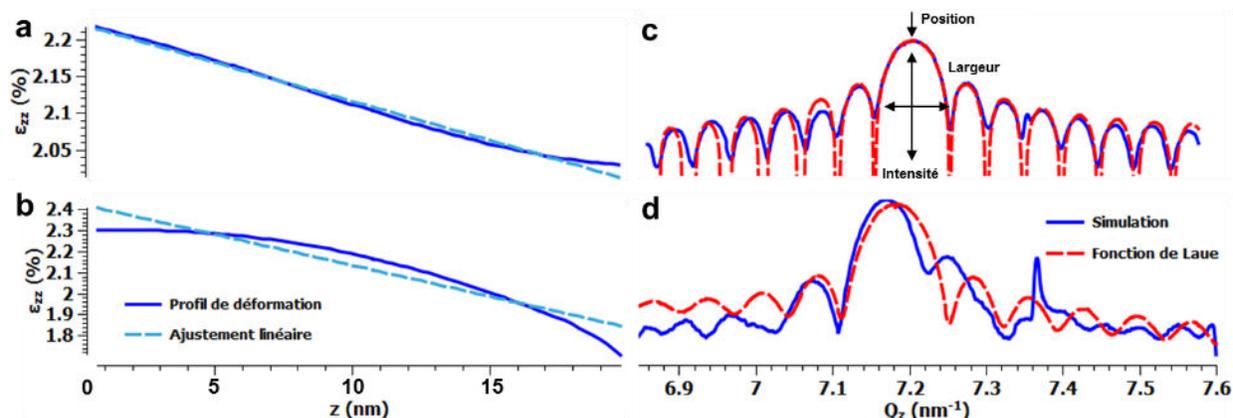


Figure 57 Profil de déformation homogène (a) et hétérogène (b) d'une structure de $\text{Si}_{0.75}\text{Ge}_{0.25}$, simulation de la figure de diffraction associée suivant la direction q_z (c/d) et ajustée par une fonction de Laue (Annexe 7. 1.).

Pour accéder à des informations sur le champ de déformation horizontale, il faut analyser une RSM asymétrique. Mais dans ce cas, l'approximation précédemment introduite devient grossière, il est en effet nécessaire de décorréliser les contributions des déformations dans le plan, hors plan et du cisaillement. La distribution des pics de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ suivant q_z fournit principalement une information sur l'état de déformation hors plan. Dans la direction q_x les positions des pics sont entièrement déterminées par l'effet de super-réseau. Pour accéder à des informations sur la déformation dans le plan, il faut ainsi mesurer la distribution d'intensité (Figure 56 d). La déformation moyenne dans le plan est obtenue à partir de la position du maximum d'intensité de l'enveloppe de la figure de diffraction (Figure 56 d).

À partir de cette courte discussion, nous avons évoqué les moyens de simplifier l'analyse des cartographies de l'espace réciproque. Nous userons de ces méthodes par la suite pour quantifier l'écart entre les différentes RSM. Néanmoins, comme évoquée précédemment, l'étude des structures déformées, de manière exacte, nécessite des simulations que nous décrirons maintenant.

3. 3. 4. Simulation HRXRD

Comme nous avons pu le voir, l'exploitation des RSM par de simples analyses est possible, seulement cela requiert d'émettre des hypothèses et ne permet d'accéder qu'à une information partielle. Pour aller plus loin dans l'analyse des RSM, il semble indispensable d'avoir recours à des simulations, les simulations établissant un lien direct entre l'ensemble de ces paramètres et la figure de diffraction.

3. 3. 4. 1 Le problème de phase

L'information sur le champ de déformation d'une structure est théoriquement accessible au travers du phénomène de diffraction. Néanmoins, étant donné que l'intensité mesurée par les détecteurs est proportionnelle au module au carré de l'amplitude diffractée (amplitude complexe) la phase de cette dernière n'est pas disponible. Cette phase est pourtant indispensable dans le but de décrire de manière complète le champ de déformation, car c'est elle qui contient l'information spatiale. Il n'est pas possible d'extraire directement des informations sur la localisation de la déformation, mais seulement sur son amplitude. À partir d'un cliché de diffraction, pour associer une localisation spatiale aux valeurs de déformations, il est requis d'émettre des hypothèses.

3. 3. 4. 2 Inversion de phase

Pour résoudre ce problème, on peut par exemple utiliser la méthode d'inversion de phase. Connaissant la géométrie et la distribution globale du champ de déformation, il est possible d'utiliser un algorithme¹ de récupération de phase permettant de retrouver la phase de l'amplitude diffractée [114]–[116]. La méthode consiste en une succession de transformées de Fourier, permettant de basculer entre espace réel et réciproque, en appliquant des conditions aux limites aux deux domaines pour converger vers une solution [117], [118]. L'utilisation de ce genre de procédure permet de déterminer le champ de déformation complet. L'algorithme HIO (« Hybrid Input-Output ») est le plus utilisé de par sa capacité à éviter les minimums locaux de l'espace des solutions [94], [119], [120]. Cependant, la présence du bruit dans les mesures perturbe la convergence de l'algorithme, de plus cette approche nécessite l'analyse d'un objet unique. Ces conditions impliquent de disposer d'un petit faisceau très brillant, elle est donc souvent cantonnée à l'étude de mesures réalisées sur des équipements possédant une source synchrotron [117], [118]. De fait, ce genre de méthode possède un intérêt limité pour du contrôle en ligne et pour des structures présentant des géométries variées.

3. 3. 4. 3 Méthode inverse

Un autre moyen de résoudre le problème de phase est d'utiliser une méthode inverse. Cela consiste à calculer le signal de diffraction à partir d'un modèle de déformation possédant différents paramètres d'ajustement. En faisant varier ces paramètres d'entrée, la diffraction simulée peut alors être ajustée afin de correspondre aux mesures. L'utilisation de cette méthode inverse offre l'avantage de permettre l'étude de l'influence des paramètres du modèle mécanique sur des figures de diffractions complexes. Cette méthode fait donc appel à deux étapes : la première consiste à modéliser un champ de déformation qui est la donnée d'entrée de la seconde étape, la simulation de

la diffraction. Lorsque le champ de déformation est connu, il est aisé de calculer l'intensité diffractée, que ce soit en théorie cinématique ou dynamique [121], [122]. C'est avant tout la première étape, la simulation du champ de déformation, qui nécessite une attention toute particulière. Il existe de nombreuses manières de simuler le champ de déformation, donnée d'entrée de la simulation, comme nous l'avons évoqué dans la partie 2. 3.

Simulation de la diffraction par transformation de Fourier

Il est fréquent d'appliquer la méthode inverse en prenant en donnée d'entrée un champ de déplacement, fourni par une simulation FEM, pour reproduire les conditions de diffraction en utilisant la théorie cinématique [66], [68], [69]. L'utilisation de cette théorie, valide sous la première approximation de Born, est justifiée par les faibles dimensions des structures, la diffusion multiple et l'atténuation du signal pouvant être négligées comme l'ont démontré de nombreuses études [123]–[125].

Pour un cristal déformé, les atomes de position \vec{r} sont décalés d'une quantité \vec{u} par rapport aux positions atomiques de la structure non déformée. Après déformation, les atomes sont alors à une position \vec{r}' tel que $\vec{r}' = \vec{r} + \vec{u}$. Dès lors, l'équation (3. 1-10) décrit dans la partie 3. 1. 2 devient :

$$A(\vec{q}) = \int_{-\infty}^{+\infty} \rho(\vec{r}) \cdot e^{i\vec{q}\cdot\vec{r}'} d^3r = \int_{-\infty}^{+\infty} \rho(\vec{r}) \cdot e^{i\vec{q}\cdot(\vec{r}+\vec{u})} d^3r \quad (3. 3-12)$$

À proximité du vecteur de Bragg \vec{Q}_{hkl} de la réflexion hkl considérée, pour des faibles déplacements, c'est-à-dire lorsque $(\vec{q} - \vec{Q}_{hkl}) \cdot \vec{u} \rightarrow 0$, il est possible d'appliquer l'approximation selon laquelle :

$$e^{i\vec{q}\cdot(\vec{r}+\vec{u})} \sim e^{i\vec{q}\cdot\vec{r}} e^{i\vec{Q}_{hkl}\cdot\vec{u}}, \quad (3. 3-13)$$

La relation (3. 3-12) devient alors :

$$A(\vec{q}) = \int_{-\infty}^{+\infty} (\rho(\vec{r}) e^{i\vec{Q}_{hkl}\cdot\vec{r}}) e^{i\vec{q}\cdot\vec{r}} d^3r \propto TF [\rho(\vec{r}) e^{i\vec{Q}_{hkl}\cdot\vec{u}}] \quad (3. 3-14)$$

Dans la plupart des études, le champ de déplacement simulé est alors directement converti en RSM par l'intermédiaire de cette relation, modulé par le facteur de structure et de forme. Dans ce cas, la résolution dans l'espace réciproque est donc proportionnelle à la résolution dans l'espace réel. Soit un champ de déplacement rectangulaire de dimension L_i simulé avec un maillage régulier de pas δl_i , l'étendue Δq_i et le pas δq_i de l'espace réciproque sont alors définis par les relations suivantes [126]:

$$\Delta q_i = \frac{1}{\delta l_i} \text{ et } \delta q_i = \frac{1}{L_i} \quad (3. 3-15)$$

Cette approche implique de définir le maillage du modèle FEM en fonction des simulations de RSM, ce qui est limitant. De plus, l'approximation (3. 3-13) peut a priori ne pas être totalement valide dans le cas de structures de faibles dimensions et fortement déformées.

Simulation de la diffraction par diffusion

La solution envisagée dans notre étude repose sur les mêmes principes, mais diffère en quelques points. :

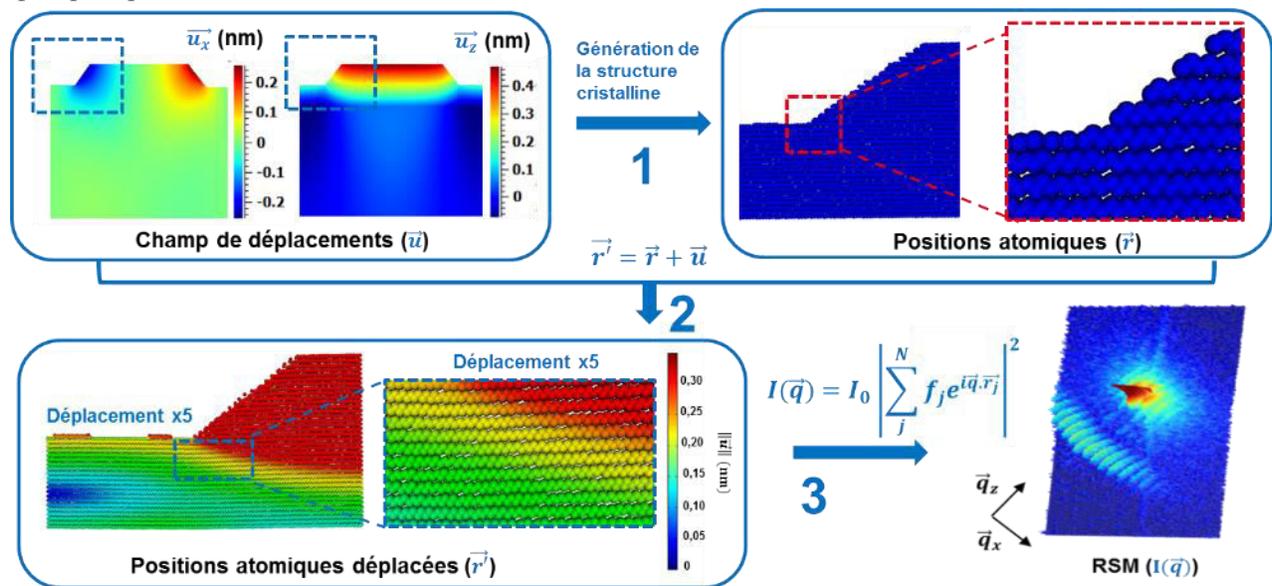


Figure 58 Procédure de simulation des RSM : (1) conversion de la structure en positions atomiques, (2) altération de ces positions par le champ de déplacement et (3) conversion en RSM par la relation (3. 1-10)

- La principale nuance qui est appliquée ici réside dans la conversion des champs de déplacements en positions atomiques, pour chaque élément de la structure. Dans une première étape, le réseau cristallin de ces éléments est généré en fonction de leur structure cristalline et de leur géométrie (Figure 58 - étape 1).
- Par la suite, le champ de déplacement est interpolé pour pouvoir correspondre aux positions du réseau cristallin généré. Chaque position atomique de ce réseau est ensuite altérée par les valeurs du champ de déplacement, en ajustant chaque position atomique \vec{r} du déplacement \vec{u} (Figure 58 – étape 2).
- À partir de là, la diffusion élastique est calculée pour chaque atome et sommée sur l'ensemble de la structure. Cette étape revient à directement appliquer la relation (3. 3-12) sans utiliser l'approximation (3. 3-13), c'est-à-dire l'équation (3. 1-10) appliquée aux positions déplacées \vec{r}' (Figure 58 – étape 3).

La conversion des champs de déplacements en positions atomiques augmente le temps de calcul et complexifie la démarche, cependant, cela présente aussi les avantages suivants :

- L'approximation (3. 3-13) n'est pas appliquée.
- Il est possible de faire le lien entre les modèles mécaniques et les modèles atomistiques, dans le but de pouvoir adapter la simulation à d'autres modèles plus pertinents prenant en compte les interactions atomiques. De surcroît, cette particularité autorise la prise en compte de phénomènes expérimentaux tels que l'agitation thermique, ou d'autres phénomènes propres à l'échelle atomique.
- L'étendue de l'espace simulé et sa résolution sont choisies manuellement, ou directement exportées des mesures. Une simulation avec un espace réciproque hérité des mesures permet d'avoir un même échantillonnage, ce qui facilite la comparaison entre la simulation et la mesure. Dans ce cas, les RSM mesurées et simulées possèdent la même étendue et le même pas¹. C'est cette propriété que nous exploiterons tout particulièrement dans les résultats du chapitre 5.

Pour des structures nanométriques possédant des dimensions de quelques dizaines de nanomètres le temps de calcul est de moins d'une minute. Ce temps de calcul faible est obtenu par un ensemble d'algorithmes optimisés pour le produit matriciel, inspiré par les travaux de Strassen [127], minimisant le nombre d'opérations arithmétiques [128], [129].

3. 3. 4 Exemple de simulations : géométrie et déformation

La plupart des données expérimentales dans cette thèse présentent l'effet de super-réseau (Figure 55). L'utilisation de simulations des RSM, présentées précédemment, permet de calculer la figure de diffraction sans cet effet et représenter la forme complète de la RSM. Les exemples suivants (Figure 59) illustrent l'impact de la distribution de déformation, de la forme et des dimensions de la structure sur les RSM dénuées de l'effet de super-réseau. Précédemment, la présence de déformation était présentée comme induisant un déplacement des figures de diffraction. Pour des structures possédant une forte inhomogénéité en déformation, la figure entière est alors déformée en plus d'être décalée [107]. Les conditions de diffraction au sein de la structure étant non uniformes, cela génère une figure de diffraction non uniforme (partie 3. 3. 1. 4). Il ne s'agit pas seulement de mesurer un décalage de pic de Bragg, mais de caractériser aussi la distribution d'intensité de cette

¹ Les matrices de positions sont exactement les mêmes : $X(n,m)=X'(n,m)$ et $Y(n,m)=Y'(n,m)$ avec n et m les dimensions des matrices.

figure de diffraction. La distribution d'intensité étant aussi dépendante de la géométrie, son étude permet donc d'obtenir des informations dimensionnelles [130], [131].

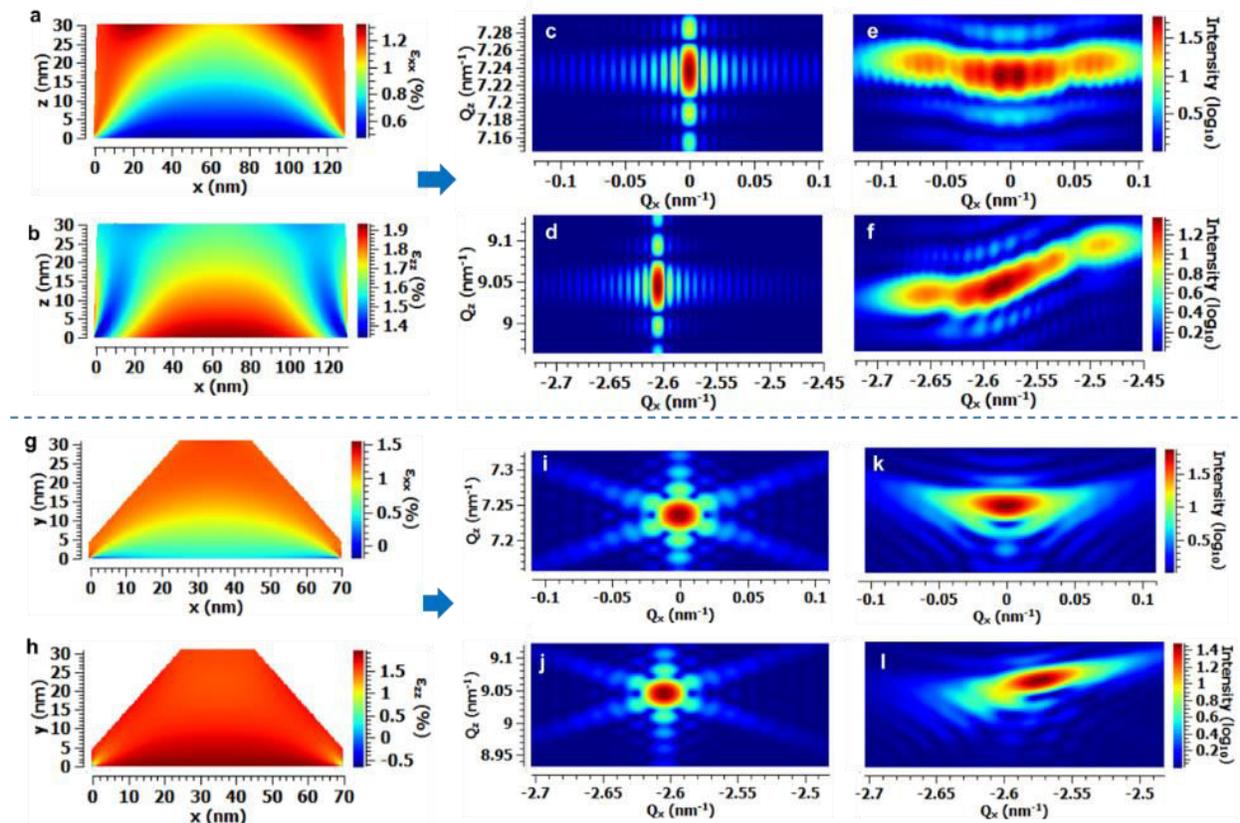


Figure 59 Simulation du champ de déformation horizontal (a et g) et vertical (b et h) pour respectivement une structure rectangulaire et trapézoïdale de $\text{Si}_{0.7}\text{Ge}_{0.3}$ de 30 nm d'épaisseur déposée sur un substrat de silicium. Simulation des RSM 004 et $\bar{1}\bar{1}5$ correspondantes avec une déformation uniforme (c/d et i/k) et avec (e/f) les champs de déformation a et b et (j/l) les champs de déformation g et h.

La forme de la figure de diffraction est par exemple très différente entre une structure rectangulaire et trapézoïdale non déformées (Figure 59 c/d - i/j). Pour des structures déformées, la figure de diffraction dépend à la fois de la déformation et de la géométrie de la structure (Figure 59 e/f - k/l): les deux étant étroitement liées puisque la géométrie influence la déformation (Figure 59 a/b - g/h).

3. 4. Évaluation de la validité de la simulation HRXRD pour l'étude des RSM

Les simulations introduites dans la partie précédente permettent de mettre en place une démarche de traitement numérique indispensable pour un suivi en ligne des déformations. Mais avant cela, il est important de valider que :

- Les modèles permettent de reproduire convenablement les RSM mesurées.
- Les RSM mesurées sont compatibles avec cette démarche, c'est-à-dire qu'elles contiennent l'expression du champ de déformation avec une résolution suffisante.

Pour ce faire, des études préalables ont été ainsi effectuées dans le but d'évaluer les méthodes de simulation mises en œuvre. Elles ont été réalisées en trois étapes, toutes consistant en l'attribution d'un champ de déformation aux figures de diffraction à partir de simulations. Pour ces études, des échantillons de plus en plus complexes ont été étudiés. Les deux premiers exemples s'attardent sur des structures possédant des géométries simples, comportant un dépôt de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ sur substrat silicium. Le troisième concerne une structure de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ partiellement gravée de manière périodique, générant un champ de déformation plus complexe. Quant au dernier exemple, il est porté sur l'étude de structures représentatives des transistors fabriqués en ligne de production.

3. 4. 1. Simulation de structures rectangulaires : évaluation des modèles

Les structures étudiées en premier lieu se composent de réseaux de lignes aux dimensions variées¹. Ces structures, que nous nommerons DIVA², ont été spécifiquement créées pour la caractérisation avec une multitude de techniques. Elles permettent d'apprécier l'impact des dimensions des structures et du champ de déformation au regard de la figure de diffraction pour une même condition de process. Une géométrie et une composition simple les caractérisent, ce qui permet de mettre en œuvre facilement des simulations FEM ou des modèles analytiques. Nous illustrerons donc l'utilisation des simulations pour l'analyse des RSM sur l'une de ces structures : un réseau de lignes de $\text{Si}_{0,7}\text{Ge}_{0,3}$ de 30 nm d'épaisseur, de 130 nm de large et de période 240 nm, déposé sur un substrat en silicium (Figure 60). Les mesures sont effectuées juste après la gravure de la couche de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$, les structures sont donc partiellement³ libres de relâcher leur contrainte.

¹ 102 structures carrées et rectangulaires de dimension latérale allant de 45 nm à 2 μm .

² Nom du masque de lithographie

³ Le substrat en silicium permet le maintien des déformations à l'interface avec le $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$

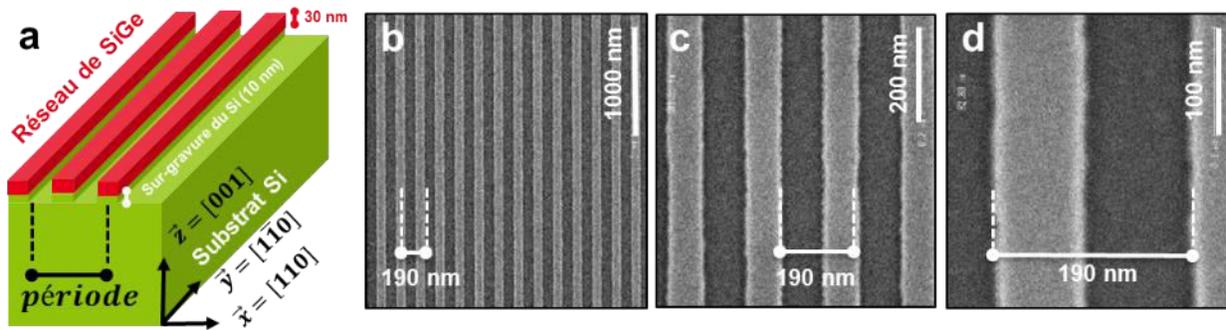


Figure 60 (a) Schéma d'un réseau de lignes de $\text{Si}_{0.7}\text{Ge}_{0.3}$ de largeur 80 nm, d'épaisseur 30 nm et de période 190 nm. (b/c/d) Images SEM¹ associées, à différentes échelles.

3. 4. 1. 1 Simulation FEM

Les simulations mécaniques effectuées sont basées sur un modèle idéal, défini par la géométrie et la composition théorique de la structure. Les échantillons présentent une sur-gravure du substrat en silicium entre les lignes de $\text{Si}_{0.7}\text{Ge}_{0.3}$, d'environ 10 nm, reproduite dans les simulations. Ces simulations fournissent les champs de déplacements et de déformations présentés en Figure 61. Les cartographies résultantes mettent en évidence l'inhomogénéité horizontale et verticale du champ de déformation:

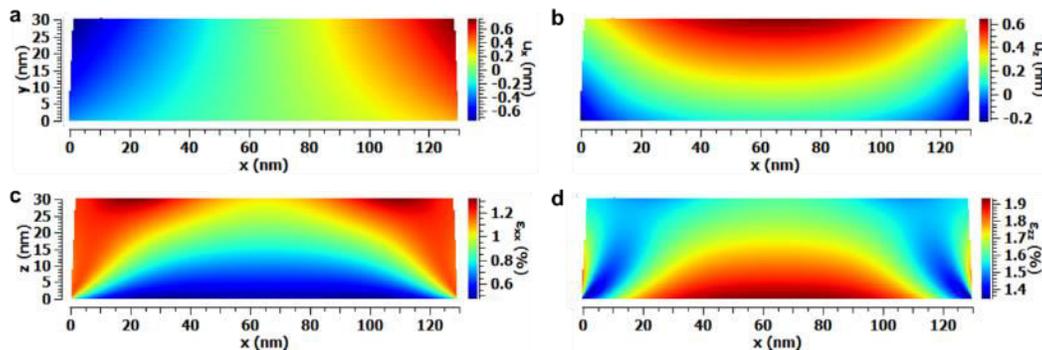


Figure 61 Simulations FEM du champ de déplacement horizontal (a) et vertical (b) et les champs de déformation correspondants (c) et (d) pour un réseau de lignes $\text{Si}_{0.7}\text{Ge}_{0.3}$ de 30 nm d'épaisseur, 130 nm de large et d'une période de 240 nm

- Le champ de déplacement horizontal est quasiment nul au centre de la structure et varie radialement par rapport aux coins supérieurs de la structure (Figure 61 a).
- Les variations du champ de déplacement vertical possèdent quant à elles une distribution verticalement homogène au centre et se courbent fortement sur les bords (Figure 61 b).

L'ensemble de ces caractéristiques est associé à des phénomènes de relaxation élastique, la combinaison des deux variations correspondant à des rotations des plans cristallins, telles que

¹ 'Scanning Electron Microscopy' - Microscopie électronique à balayage

décrites en partie 2. 2. 3. 2. Ce modèle fournit des résultats cohérents. Néanmoins, les variations de champ de déformation semblent bien trop abruptes, notamment aux extrémités de la structure (Figure 61 c/d). Pour cette première étude, aucun ajustement de ce modèle n'a été considéré.

3. 4. 1. 2 Description des RSM

Une fois le champ de déplacement FEM converti en RSM, une grande similarité est obtenue entre les simulations et les mesures, les différentes caractéristiques des RSM mesurées étant présentes dans les simulations (Figure 62). Les figures de diffraction possèdent la même position dans l'espace réciproque et une forme semblable, qui se décompose en deux parties : une partie centrale à ($q_x \cong 0 \text{ nm}^{-1}; q_z = 7,23 \text{ nm}^{-1}$) et des parties latérales à ($q_x = 0,065 \text{ nm}^{-1}; q_z = 7,25 \text{ nm}^{-1}$) pour les RSM symétriques. Pour les RSM asymétriques les parties latérales se distinguent avec une partie à ($q_x = -2,64 \text{ nm}^{-1}; q_z = 9,25 \text{ nm}^{-1}$) et une autre à ($q_x \cong -2,51 \text{ nm}^{-1}; q_z = 9,07 \text{ nm}^{-1}$).

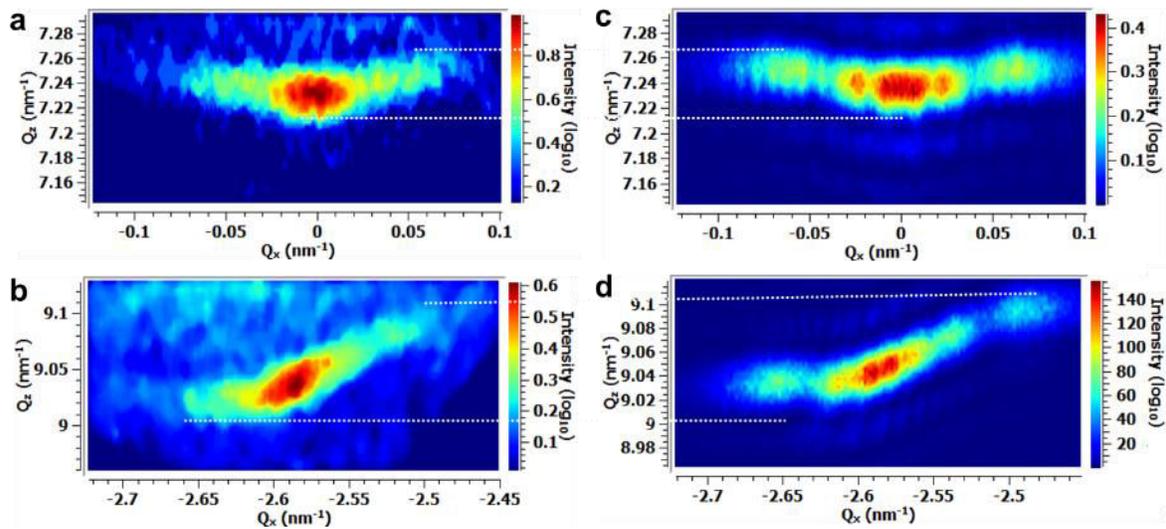


Figure 62 RSM 004 (a) et $\bar{1}\bar{1}5$ (b) mesurée et simulées (c) et (d) pour un réseau de lignes de $\text{Si}_{0.7}\text{Ge}_{0.3}$ de 30 nm d'épaisseur, 130 nm de large et d'une période de 240 nm.

La partie centrale de la figure de diffraction observée correspond à la diffraction de plans cristallins quasiment parallèles au substrat, dans ce cas le vecteur de diffusion répondant aux conditions de Bragg est alors perpendiculaire au substrat (Figure 63 c/e). On peut attribuer cette partie au cœur de la structure, où les champs de déformation sont le plus homogène. Inversement, sur les bords de la structure la rotation des plans cristallins est importante, modifiant les conditions de diffraction (Figure 63 b/d). Le vecteur de diffusion n'est donc plus parfaitement perpendiculaire ($q_x \neq 0$) sur les bords de la structure. La déformation perpendiculaire étant moindre, la position suivant q_z augmente. Cet écart significatif entre les deux zones de la structure est important dans les simulations, correspondant à une variation abrupte du champ de déplacement (Figure 63 d/e).

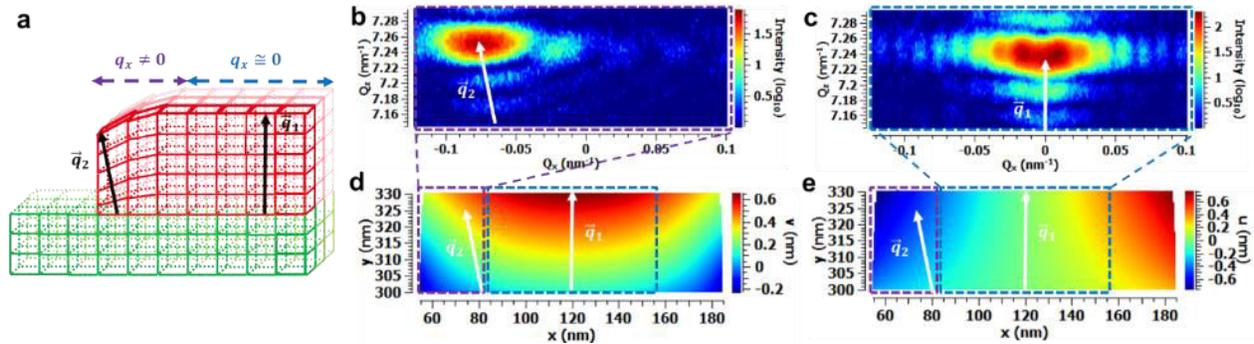


Figure 63 Schéma d'une structure déformée (a). RSM 004 simulée du bord (b) et du centre (c) d'un réseau de lignes de $\text{Si}_{0.7}\text{Ge}_{0.3}$ de 30 nm d'épaisseur, 130 nm de large et d'une période de 240 nm, ainsi que le champ de déplacement horizontal (d) et vertical (e) associés.

En réalité, la variation du champ de déplacement ne semble pas aussi abrupte d'après les mesures, étant donné que la figure de diffraction ne présente pas des zones aussi distinctes (Figure 62). Cette différence indique que le modèle doit être amélioré. Néanmoins, cette simulation permet de reproduire et expliquer aisément la forme des RSM, la courbure des figures de diffraction s'expliquant par les variations du champ de déplacement comme nous avons pu le voir.

3. 4. 1. 3 Correspondance entre les simulations et les mesures

Il est complexe d'effectuer une comparaison quantitative entre les différentes RSM qui ait du sens. Par conséquent, la comparaison entre les mesures et les simulations est effectuée en comparant les positions et intensités moyennes du centre des figures de diffraction suivant la direction q_z (Figure 64), comme nous avons pu le voir en partie 3. 3. 3. 2. Nous userons de cette méthode pour comparer les RSM dans la suite de ce chapitre. À partir de cette méthode, on observe un écart moyen des positions suivant q_z équivalent à une déformation de 0,002 % pour les RSM 004 et de 0,008 % pour les RSM $\bar{1}\bar{1}5$. L'écart de position entre les intensités des RSM $\bar{1}\bar{1}5$ équivaut quant à lui à un écart de déformation horizontale de 0,064 %. Cet écart plus important ($\gg 0,002\%$) s'explique par une valeur d'incertitude plus grande : la fonction de Laue utilisée n'étant pas adaptée à l'ajustement de la figure de diffraction pour une structure déformée, dans la direction q_x . L'ajustement dans la direction q_z n'est pas non plus idéal, mais l'incertitude est négligeable au premier ordre.

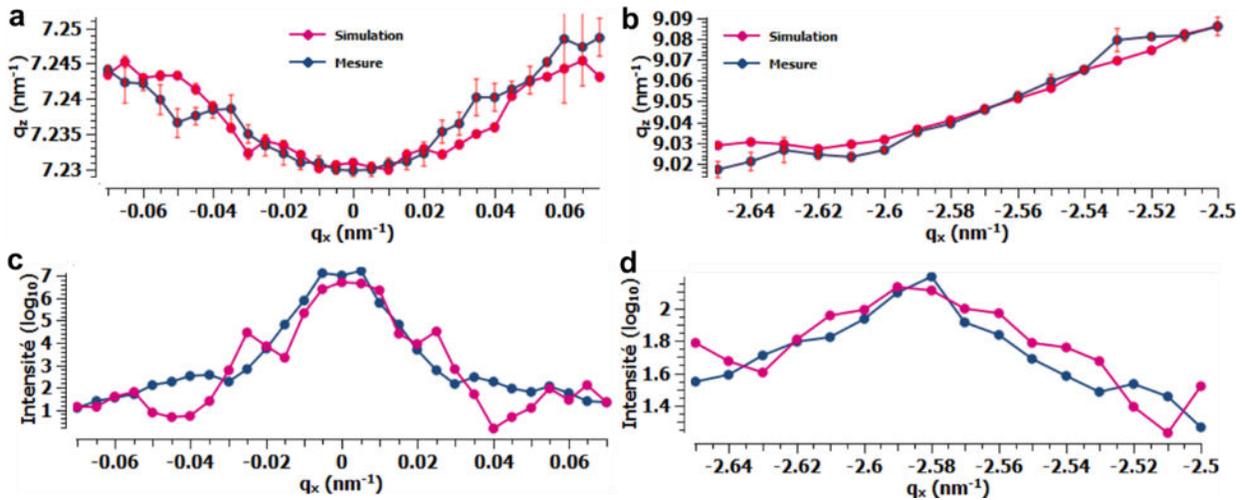


Figure 64 Positions extraites des RSM 004 (a) et $\overline{115}$ (b) simulées et mesurées. Intensités extraites des RSM 004 (c) et $\overline{115}$ (d) simulées et mesurées.

Le profil d'intensité de la figure n'est pas parfaitement reproduit (Figure 64 c/d), tout particulièrement les parties latérales de la structure. En effet, la simulation présente une figure de diffraction bien plus hétérogène que les mesures. Les parties latérales de la figure sont idéalement distinctes de la partie centrale, et leur étendue latérale est plus importante contrairement aux mesures. Cet écart s'explique en grande partie par les singularités des champs de déformation présentées auparavant.

Pour le moment, aucune tentative n'a été effectuée dans le but d'obtenir un accord parfait, en ajustant la géométrie de la structure, les propriétés des matériaux ou le modèle. Nous voulons simplement établir la validité de cette approche. Mais en soi, le modèle mécanique utilisé permet de reproduire convenablement la forme, l'intensité relative et la position de la figure de diffraction du $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ (Figure 64 a/b).

3. 4. 2. Réseau de lignes de SiGe sous-gravées : Limite des modèles

Les réseaux de lignes rectangulaires présentent un intérêt dans le but de valider les modèles mécaniques et comprendre les figures de diffraction, cependant les structures de la microélectronique possèdent parfois des géométries bien plus élaborées. Pour approcher cette complexité, une structure différente a été abordée, il s'agit d'un film de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ épitaxié sur substrat en silicium, partiellement gravé de manière périodique (Figure 65 a/b/c). Dans le cas présent, la structure possède une périodicité de 160 nm, le $\text{Si}_{0,7}\text{Ge}_{0,3}$ gravé présente une épaisseur de 12 nm, et la partie non gravée 20 nm. Cette dernière est surmontée d'un oxyde de silicium de 150 nm d'épaisseur.

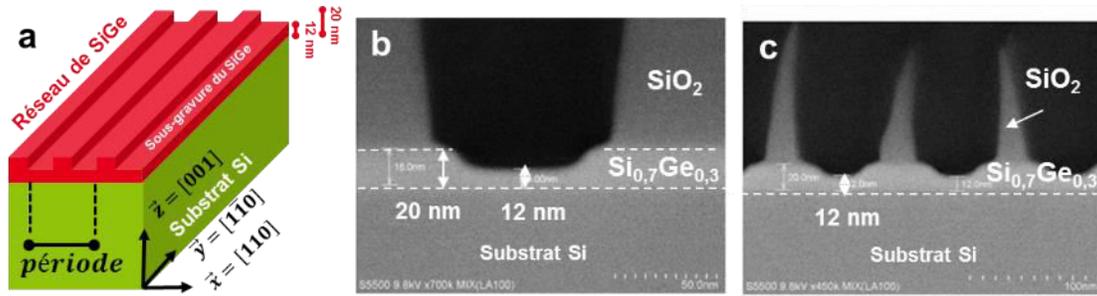


Figure 65 Schéma (a) et image TEM de la structure étudiée de réseaux de lignes de $\text{Si}_{0,7}\text{Ge}_{0,3}$ d'épaisseur allant de 12 à 20 nm et de périodicité 160 nm (b) et 90 nm (c).

Les résultats mécaniques, calculés par FEM et présentés dans la Figure 66, démontrent que les inhomogénéités d'épaisseurs entraînent des effets de relaxation dans les zones épaisses et, par équilibre mécanique, une mise en surcontrainte des zones minces. Les champs de déformation se distinguent donc principalement suivant la composante horizontale, en compression pour la zone mince ($\langle \epsilon_{xx} \rangle_B = -0,39\%$) et en tension pour la zone épaisse ($\langle \epsilon_{xx} \rangle_A = 0,31\%$) (Figure 66 c). En conséquence, la composante verticale est moindre dans la zone épaisse ($\langle \epsilon_{zz} \rangle_A = 2,10\%$) par rapport à la zone mince ($\langle \epsilon_{zz} \rangle_B = 2,31\%$) (Figure 66 d). La zone épaisse présente alors des champs de déplacements caractéristiques d'effets de relaxation élastiques tandis que la partie de plus faible épaisseur présente un comportement différent. Les champs de cette partie correspondent à l'état d'une structure pseudomorphique, avec une légère surcompression induite par la relaxation de la partie adjacente. On peut retrouver ce genre de comportement dans le canal des transistors intégrant des contraintes, le canal étant mis en compression par relaxation des sources/drains [42].

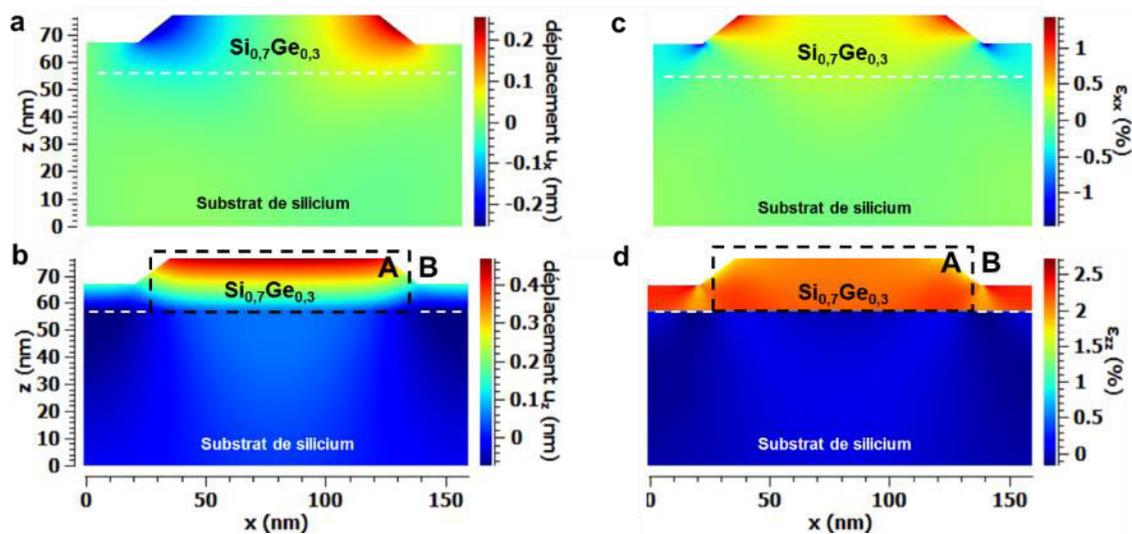


Figure 66 Simulations FEM du champ de déplacement latéral (a) et perpendiculaire (b) ainsi que le champ de déformation horizontal (c) et vertical (d) de réseaux de lignes de $\text{Si}_{0,7}\text{Ge}_{0,3}$ de périodicité 160 nm et d'épaisseur allant de 12 à 20 nm.

3. 4. 2. 1 Silicium contraint

Dans les exemples précédents, nous n'avons pas décrit la partie attribuée au silicium, pourtant présente. Présentement, la relaxation des lignes épaisses de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$, du fait de la présence des bords de la ligne, induit un champ de déformation dans le substrat de silicium (Figure 66). L'étendue de ce champ de déplacement est influencée par l'épaisseur du silicium choisi, la détermination de l'épaisseur du silicium à prendre en compte est donc cruciale. Pour ce faire, il faut un critère de sélection de cette épaisseur, que nous avons choisi comme l'épaisseur à partir de laquelle la valeur moyenne du champ de déplacement vertical est inférieure à 0,001 %. À partir de ce critère, la valeur de 120 nm est obtenue. Cette profondeur simulée est importante, car le silicium joue le rôle de substrat et donc de maintien mécanique. À défaut d'une épaisseur suffisante, le comportement mécanique de la structure n'est pas idéalement reproduit. Les cartographies du réseau réciproque résultants de ces résultats mécaniques mettent en évidence le champ de déformation dans le silicium et son caractère périodique, et ce par l'existence de franges autour du pic du substrat (Figure 67).

3. 4. 2. 2 Hétérogénéité du champ de déformation

La réflexion utilisée dans cet exemple est la 224, qui est bien plus profitable que la $\bar{1}\bar{1}5$ puisqu'elle est deux fois plus sensible à la déformation dans le plan. La cartographie 224 met parfaitement en évidence l'hétérogénéité du champ de déformation, deux zones se distinguent :

- Une figure étendue et mince suivant la direction q_z et q_x ($q_x=5,23\text{nm}^{-1}; q_z=7,15\text{nm}^{-1}$)
- Une autre avec une étendue moindre en q_z et supérieure en q_x ($q_x=5,19\text{nm}^{-1}; q_z=7,21\text{nm}^{-1}$)

Ces zones et leurs caractéristiques correspondent aux observations du champ de déformation. La figure la plus intense, correspondant à la zone épaisse, possède une position moindre suivant la direction q_x et plus importante en q_z , équivalent à un état de déformation inférieure, par rapport à la figure la moins intense (Figure 67 a). Les positions et intensités relatives des deux zones précédemment décrites sont donc en adéquation avec les champs de déformation (Figure 66).

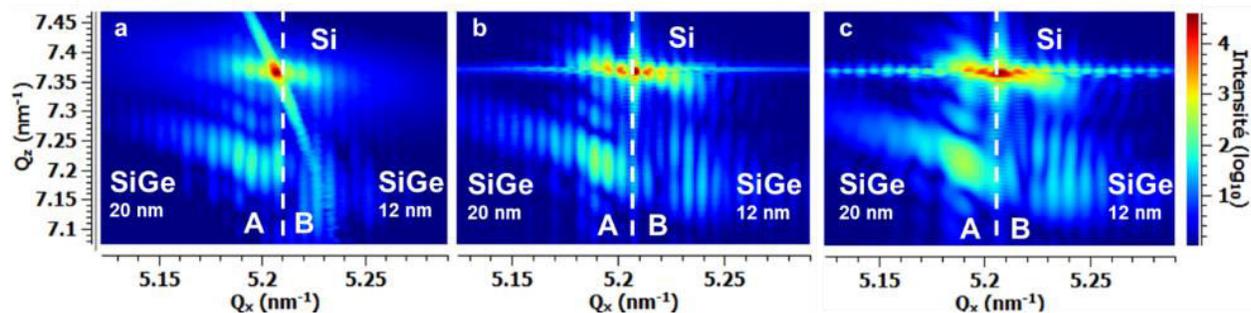


Figure 67 RSM 224 mesurée (a) et simulée avec (b) et sans (c) l'effet de super-réseau de réseaux de lignes de $\text{Si}_{0,7}\text{Ge}_{0,3}$ de périodicité 160 nm et d'épaisseur allant de 12 à 20 nm.

À première vue, un très bon accord est obtenu entre les RSM expérimentales (Figure 67 a) et simulées (Figure 67 b/c) confirmant les potentialités d'utilisation des simulations pour des structures plus complexes. Pour apprécier cette affirmation de manière plus quantitative, les positions des pics et leurs intensités ont été comparées (Figure 68). Ainsi, pour nuancer ce propos optimiste, on remarque tout de même que la similarité n'est que partielle, des écarts de position suivant q_z non négligeables sont observables pour la zone de moindre intensité (Figure 68 a). De plus, la distribution d'intensité indique que la répartition de la figure suivant la direction q_x n'est pas idéalement reproduite pour cette partie de la RSM (Figure 68 b).

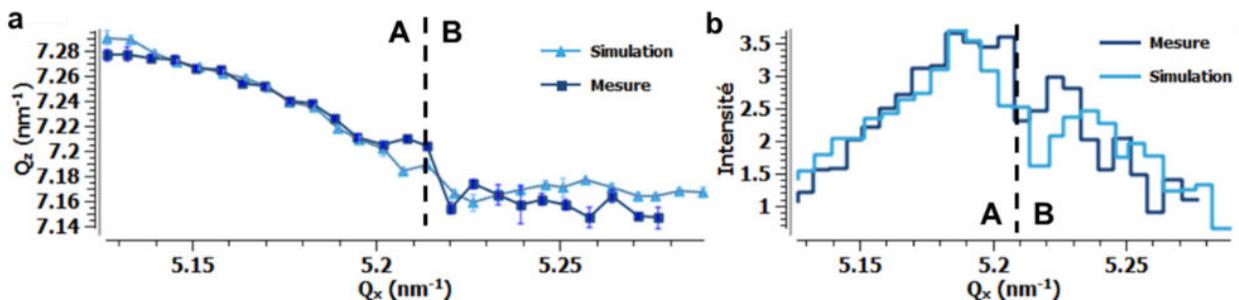


Figure 68 Positions (a) et intensités (b) des pics de SiGe extraits de la mesure (bleu foncé) et de la simulation (bleu clair)

L'écart moyen de position équivaut à un écart de déformation vertical de 0,018 %, qui se décompose en 0,02 % pour la partie gauche et 0,16 % pour la droite. Concernant la déformation horizontale, l'écart moyen pour la partie gauche est de 0,02 % et 0,17 % pour la partie droite. En somme, l'écart entre le modèle et la mesure est tout à fait acceptable pour la partie épaisse de la structure et bien moins pour la partie mince.

3. 4. 2. 3 Imperfection du modèle

La simulation de la RSM sans l'effet de super-réseau permet de mieux apprécier la complexité de la figure de diffraction et la perte d'information induite par cet effet. Si l'effet de super-réseau empêche d'accéder à l'intégrité de la figure, l'extraction de paramètres effectuée dans cet exemple ne permet pas non plus de sonder toute l'information. Les écarts observés au travers de cette méthode d'analyse sont donc à considérer avec précaution, bien qu'ils permettent d'affirmer que la partie mince de la structure est mécaniquement moins bien modélisée que le reste de la structure. L'ensemble de ces affirmations laissent à penser que le modèle parvient à reproduire l'hétérogénéité de déformations dans la structure dans une moindre mesure et que dans l'objectif d'obtenir davantage de précision il est nécessaire de considérer un modèle plus complexe et de pouvoir l'adapter. Par exemple, on aurait très bien pu intégrer une valeur de contrainte intrinsèque supplémentaire, localisée dans cette partie, ou alors modifier les conditions aux limites du modèle spécifiquement pour cette zone.

3. 4. 3. Apport de mesures de DFEH pour la réalisation de modèles

Dans l'exemple précédent, les limites du modèle FEM utilisé ont été mises en évidence, il est donc nécessaire d'améliorer ce modèle dans l'objectif de sonder le champ de déformation pour des réseaux de transistors. Nous avons alors appuyé le développement d'un modèle à l'aide d'une autre technique de caractérisation des champs de déformations, la DFEH. Cette technique fait partie des techniques de référence dans la mesure de déformations, avec une sensibilité maximale en déformation de l'ordre de 0,02 %, associé à une résolution spatiale de 5 nm [132]. La résolution spatiale, en déformation et le champ de vue sont corrélés, la résolution en déformation est par exemple réduite à 0,1 % pour pouvoir atteindre une résolution spatiale de 1 nm.

Ce travail a été accompli en collaboration avec Victor Boureau, anciennement en thèse CIFRE (STMicroelectronics/CEMES-CNRS), qui a réalisé les expériences de DFEH. Les mesures ont été réalisées sur l'I²TEM, dédié à la mesure in situ et aux expériences d'holographie, installé au CEMES-CNRS. La DFEH est une technique d'interférométrie utilisant deux faisceaux d'électrons, diffractés par un ensemble de plans cristallographiques. L'un des faisceaux est diffracté par un réseau cristallin bien connu et sert de référence pour le second faisceau qui sonde la région d'intérêt. La figure d'interférence obtenue comporte une information de phase, directement proportionnelle au champ de déplacement des atomes. Les avantages de cette technique de mesure résident donc dans sa très bonne résolution spatiale, sa résolution en déformation et de la capacité d'obtention de l'ensemble du tenseur à partir d'un cliché expérimental.

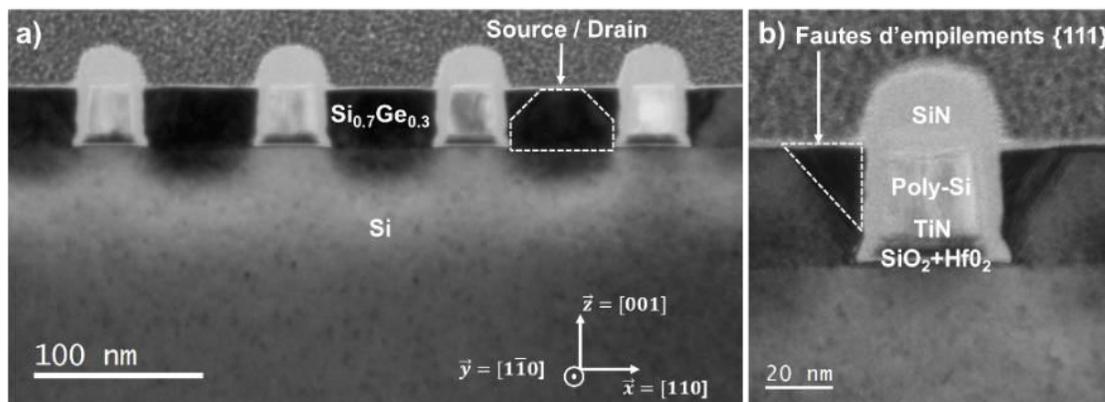


Figure 69 Sections par TEM en champ clair d'une structure composée de pMOS de longueur de grille 20nm, d'épaisseur des sources/drains en $\text{Si}_{0,75}\text{Ge}_{0,25}$ de 28 nm et de largeur de grille 150 nm. Ils sont périodiquement répétés sur 350 nm avec une période de 108 nm. Les sources et drains sont considérés comme trapézoïdaux du fait que de la présence de fautes d'empilement $\{111\}$ à leurs sommets, inclinées de $54,7^\circ$ par rapport à la direction (100).

Les structures étudiées sont constituées de réseaux périodiques de pMOS, de période 108 nm, possédant une grille de 20 nm de longueur et des sources/drains de 30 nm d'épaisseur, formés par dépôt épitaxial de $\text{Si}_{0,75}\text{Ge}_{0,25}$. La grille est composée d'un empilement de SiO_2 , HfO_2 , TiN, poly-Si et elle est séparée des sources/drains par des espaceurs en SiN (Figure 69). La zone de mesure étant loin des tranchées étroites d'isolation (STI), les transistors ne sont pas influencés par un quelconque effet de relaxation dû à leur présence [133]–[135].

3. 4. 3. 1 Champ de déformation mesuré en DFEH

La DFEH image un hologramme dont l'interfrange encode la phase géométrique. Connaissant l'échelle de l'image, il est ainsi possible d'accéder au champ de déplacement à partir de la cartographie de la phase. Ce dernier est obtenu sur une surface de $330 \times 250 \text{ nm}^2$, avec une résolution spatiale de 3 nm. Les sources et drains sont en théorie rectangulaires, mais leurs coins sont constitués d'une succession de fautes d'empilement sur les plans $\{111\}$ (à $\pm 54,7^\circ$ de la surface (100)), ils sont donc considérés comme étant des structures trapézoïdales de 28 nm d'épaisseur au-dessus d'un rectangle de 6 nm d'épaisseur. À partir des champs de déplacement, les déformations sont obtenues par dérivation. Les champs de déplacements et de déformations principaux sont représentés en Figure 70.

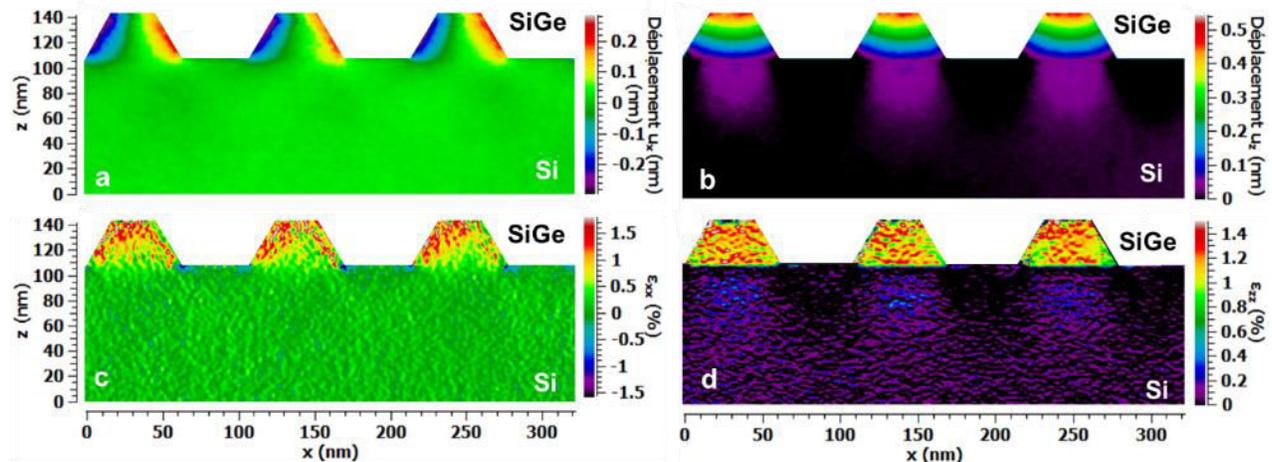


Figure 70 Champ de déplacement dans le plan (a) et hors plan (b) et les champ de déformation associés (c) et (d) obtenus par les mesures DFEH de pMOS de longueur de grille 20nm, d'épaisseur des sources/drains en $\text{Si}_{0,75}\text{Ge}_{0,25}$ de 28 nm et de largeur de grille $150 \mu\text{m}$

Deux zones peuvent être identifiées dans ces cartographies des déformations:

- Les sources et drains en $\text{Si}_{0,75}\text{Ge}_{0,25}$, qui présentent le champ de déformation le plus important. Proche de l'interface entre le $\text{Si}_{0,75}\text{Ge}_{0,25}$ et le silicium, les sources et drains en $\text{Si}_{0,75}\text{Ge}_{0,25}$ possèdent une valeur moyenne de déformation hors plan de 1,3 %, qui décroît jusqu'à la valeur de 1,1 % au sommet. D'un autre côté, la valeur moyenne de déformation dans le plan

croit, du centre (0,5 %) vers les bords de la structure (1,6 %). Cette déformation provient du paramètre de maille du $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ qui tente de s'adapter à celui du substrat en silicium, dans la partie inférieure et d'un effet de relaxation de la structure.

- Le substrat en silicium, présente quant à lui un champ de déformation plus faible, il est impacté par la relaxation du $\text{Si}_{0,75}\text{Ge}_{0,25}$, mais de manière moindre du fait de son maintien mécanique important. Le substrat de silicium est alors en tension (+0,4 %) sous les sources et drains, en conséquence de ces éléments qui essaient d'imposer leur paramètre de maille. Ce comportement induit aussi une compression dans le plan (-0,2 %) du silicium en dessous de la grille. En conséquence, le silicium est aussi légèrement déformé dans la direction verticale, due à l'effet Poisson. Par des considérations de symétrie, la contrainte dans le silicium a très exactement la même périodicité que le $\text{Si}_{0,75}\text{Ge}_{0,25}$.

À noter que ces mesures donnent une information sur l'étendue du champ de déformation dans le substrat. Suivant le critère précédemment établi, on trouve une profondeur de 90 nm, l'ordre de grandeur est comparable à la profondeur observée dans les simulations du cas précédent. Dans ces deux cas, cette profondeur semble avoir une amplitude proche de la période de la structure

3. 4. 3. 2 Simulation des RSM à partir des résultats DFEH

L'analyse des champs de déformations, détaillée dans deux publications [136], [137], est riche en informations, mais l'objectif principal de cette étude est de pouvoir comparer les mesures HRXRD et DFEH. Cependant, bien que toutes deux fortement sensibles à la déformation, les données mesurées ont un formalisme différent. Pour comparer les résultats des deux techniques, nous utilisons alors la même procédure que pour la simulation, consistant à convertir les champs de déplacement en positions atomiques puis simuler les RSM associés. L'étendue latérale de la mesure DFEH, correspondant à trois périodes, est considérée comme suffisante pour reproduire les RSM expérimentales (largeur de 330 nm), la valeur étant inférieure à la longueur de cohérence de l'équipement HRXRD (entre 500 et 900 nm).

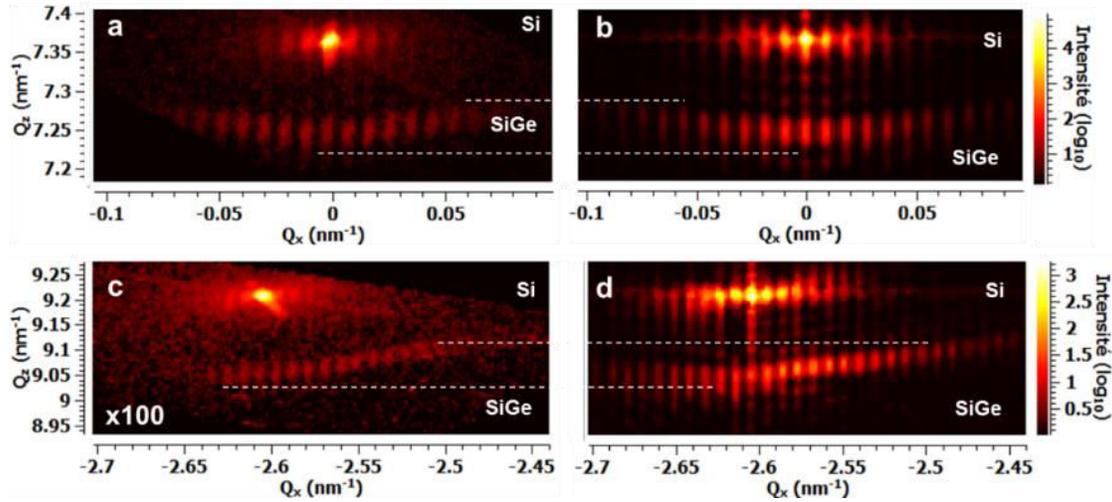


Figure 71 RSM expérimentales 004 (a) et $\bar{1}\bar{1}5$ (c) ainsi que les simulations correspondantes (b) et (d) de pMOS de longueur de grille 20nm, d'épaisseur des sources/drains en $\text{Si}_{0,75}\text{Ge}_{0,25}$ de 28 nm et de largeur de grille 150 μm . La partie inférieure de la RSM $\bar{1}\bar{1}5$ mesurée a été amplifiée par un facteur de 100 pour rendre visible le signal.

La simulation des cartographies à partir des champs de déplacement mesurés en DFEH donne de manière qualitative des résultats très similaires aux mesures (Figure 71). Les parties supérieures, aux positions $q_z^{004} \cong 7,36 \text{ nm}^{-1}$ et $q_z^{115} \cong 9,21 \text{ nm}^{-1}$ respectivement associées aux RSM 004 et $\bar{1}\bar{1}5$ correspondent au silicium. Les parties inférieures, aux positions $q_z^{004} \cong 7,245 \text{ nm}^{-1}$ et $q_z^{115} \cong 9,05 \text{ nm}^{-1}$ au $\text{Si}_{0,75}\text{Ge}_{0,25}$. Cependant, si la forme et l'intensité des figures de diffraction correspondent, l'écart de position entre le silicium et le $\text{Si}_{0,75}\text{Ge}_{0,25}$ est quant à lui bien différent. La position des pics de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ de la RSM simulée à partir des résultats DFEH est décalée vers des plus grandes valeurs en q_z , correspondant donc à un état de déformation moindre [136]. Cet écart équivaut à une relaxation verticale de 0,3 %, qui peut être expliqué par un effet de lame mince [136] : la contrainte suivant la direction d'amincissement tend vers une valeur nulle (Figure 72).

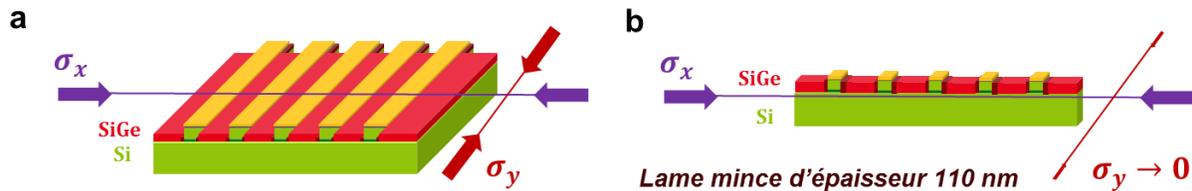


Figure 72 Schéma d'un réseau de pMOS avant (a) et après (b) la préparation au FIB

Ce résultat illustre le fait que l'utilisation de techniques de microscopie électronique à transmission implique des complications pour la mesure de déformations. En effet, les échantillons sont préparés sous forme de lames minces de 50 à 300 nm d'épaisseur selon les techniques (110 nm dans ce cas). La préparation de ces lames peut entraîner une amorphisation de la surface et une implantation ionique dans le cas de l'utilisation du FIB. Il a également été montré que la faible épaisseur de la lame implique une relaxation de déformations suivant la normale à la surface [138].

La préparation de la lame mince cause un effet de relaxation dans la direction d'amincissement, qui induit par effet Poisson une relaxation du reste de la structure, dans le plan (xz). La comparaison des RSM simulées à partir des mesures DFEH avec les mesures HRXRD démontre que la préparation d'échantillon n'est pas sans effet sur ce champ de déformation. Pour une concentration de 25 %, la valeur théorique de relaxation pour une lame infiniment mince est de 0,47 %, dans ce cas l'effet est donc moindre, ce qui est tout à fait cohérent puisque l'amincissement se limite à une épaisseur de 110 nm (Figure 72).

3. 4. 3. 3 Correction de la mesure DFEH

En considérant cet effet, il est ainsi possible de corriger le champ de déformation mesuré en DFEH. Pour ce faire, il est alors nécessaire d'utiliser des simulations pour calculer les champs de déformation avant amincissement. Dans un premier temps, les champs de déformation mesurés par DFEH ont été reproduits par une simulation FEM, en faisant varier les contraintes résiduelles de chaque élément de la structure et en appliquant des conditions de bords compatibles avec une contrainte plane¹ [119]. Une déformation initiale est introduite dans les sources et drains, pour reproduire les conditions d'épitaxie. De même, une contrainte est introduite dans les matériaux amorphes pour reproduire la contrainte intrinsèque du réseau, introduite pas le dépôt et les traitements thermiques.

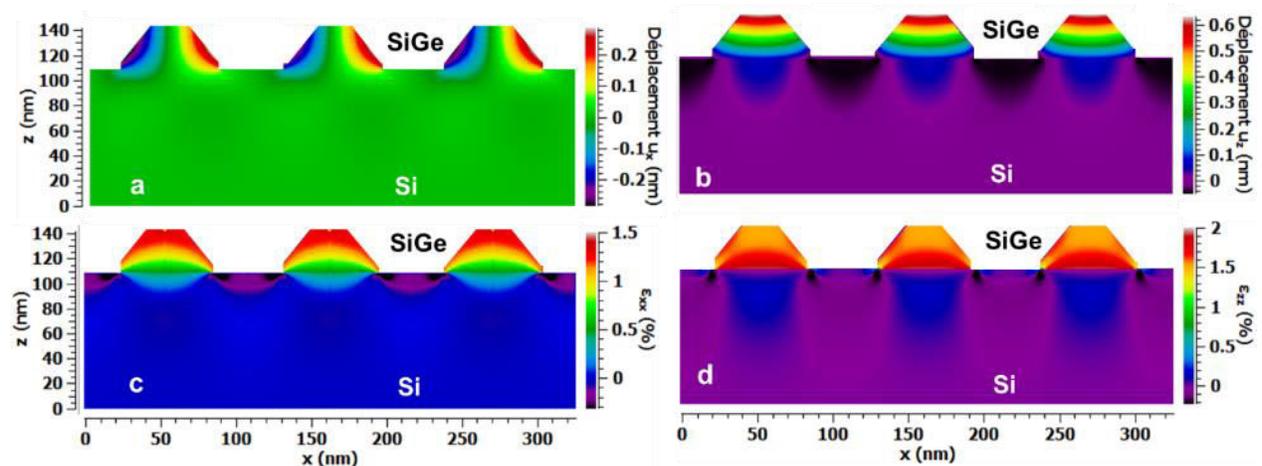


Figure 73 Champ de déplacements dans le plan (a) et hors plan (b) simulés sur la base des mesures DFEH avec effet de lame mince corrigé et champs de déformation correspondants (c et d), de pMOS de longueur de grille 20nm, d'épaisseur des sources/drains en $\text{Si}_{0,75}\text{Ge}_{0,25}$ de 28 nm et de largeur de grille 150 μm

Une fois la correspondance entre le modèle et les mesures validée, la relaxation due à l'effet de lame mince est compensée en modifiant les conditions dans la direction y dans le but de retrouver les conditions avant amincissement (déformation plane²). On obtient alors un modèle FEM simulant

¹ $\sigma_y = 0; \epsilon_{yy} \neq 0$

² $\sigma_y \neq 0; \epsilon_y = 0$

la relaxation de la lame mince à partir de la géométrie observée par DFEH. Les champs de déformation résultants, simulant les mesures DFEH avec un effet de lame mince corrigé, sont représentés en Figure 73. La différence avant et après correction est avant tout caractérisée par une augmentation de la déformation hors plan. Proche de l'interface entre le $\text{Si}_{0,75}\text{Ge}_{0,25}$ et le Si, les sources et drains en $\text{Si}_{0,75}\text{Ge}_{0,25}$ possèdent maintenant une valeur moyenne de déformation hors plan de 1,9 %, qui décroît jusqu'à la valeur de 1,5 % au sommet.

3. 4. 3. 4 Comparaison des résultats après correction des mesure DFEH

Les RSM simulées à partir des résultats de DFEH corrigés, représentés en Figure 74, sont à nouveau très similaires aux mesures, à la différence près que cette fois-ci la position de la figure de diffraction du $\text{Si}_{0,75}\text{Ge}_{0,25}$ semble correspondre. Pour s'en convaincre, les positions des figures après et avant corrections ont été extraites et représentées en Figure 75.

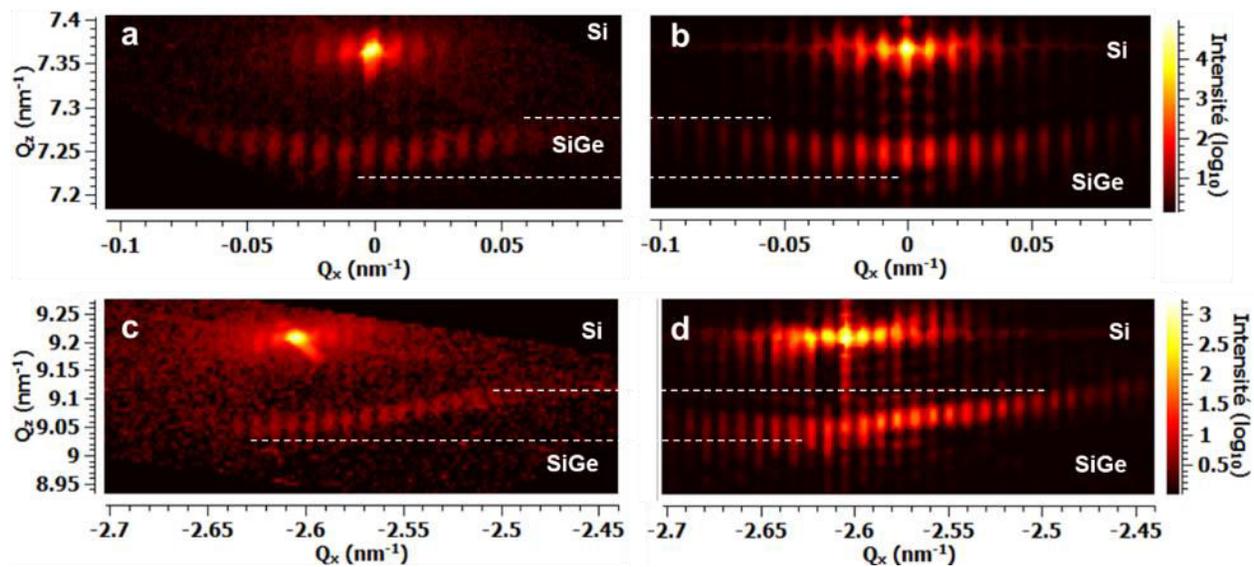


Figure 74 RSM 004 (a) et $\bar{115}$ (c) mesurées, et respectivement simulées (b) et (d) à partir du champ de déplacement basé sur les mesures DFEH avec effet de lame mince corrigé, de pMOS de longueur de grille 20nm, d'épaisseur des sources/drains en $\text{Si}_{0,75}\text{Ge}_{0,25}$ de 28 nm et de largeur de grille 150 μm

Après correction, l'écart relatif entre la mesure HRXRD et la simulation basée sur les mesures DFEH corrigées est très faible, respectivement 0,03 % et 0,06 % pour les RSM symétriques et asymétriques (Tableau 3). La différence de déformation horizontale avant et après la correction est quant à elle faible (0,01 %).

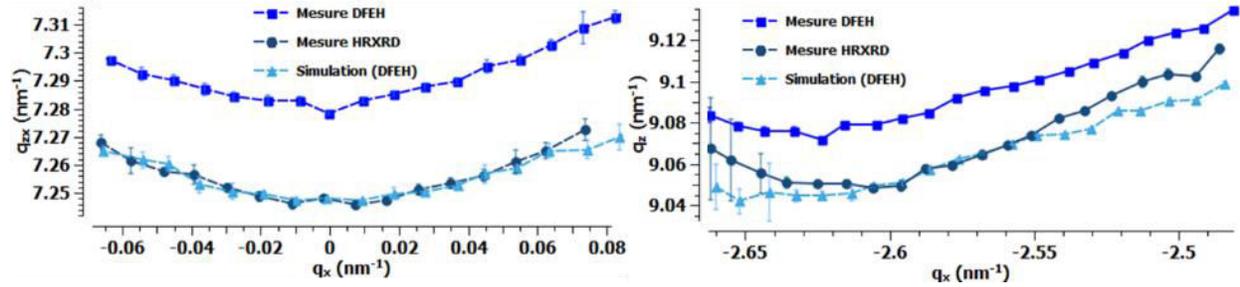


Figure 75 Positions centrales de chaque pic de SiGe extrait des mesures HRXRD, des simulations basées sur les mesures DFEH non corrigées et corrigées. Les positions ont été déterminées avec une fiabilité moyenne de $9.10^{-4} \text{ nm}^{-1}$ pour les mesures et 2.10^{-4} pour les simulations.

En comparant la correction avec les mesures HRXRD, on en conclut plusieurs éléments : la correction de l'effet de lame mince est correcte dans le sens où elle rapproche les mesures HRXRD et DFEH, le modèle utilisé pour corriger les mesures DFEH présente un champ de déformation qui reproduit convenablement les RSM mesurées et les RSM mesurées en HRXRD retranscrivent bien le champ de déformation moyen des structures, notamment leurs hétérogénéités.

Ecart de déformations	004 $\bar{1}\bar{1}5$		
	$\delta\epsilon_{zz}$	$\delta\epsilon_{xx}$	$\delta\epsilon_{zz}$
Mesure DFEH	0,29 %	0,32 %	0,05 %
Mesure DFEH corrigée par FEM	0,03 %	0,06 %	0,06 %

Tableau 3 Écart de déformation hors plan et dans le plan entre la mesure HRXRD et les résultats DFEH

3. 4. 3. 5 Conclusion sur l'apport de la mesure DFEH

Ces résultats sont novateurs dans le sens où ils ont permis de comparer deux techniques intrinsèquement différentes au travers de la même représentation, la RSM. Cette comparaison met en avant la sensibilité de la HRXRD par rapport à la mesure de déformation et démontre l'intérêt de combiner cette technique avec les techniques de microscopie. De plus, nous avons vu que les valeurs de déformation mesurées en microscopie peuvent s'avérer moindres par rapport à leur état initial, tandis que la HRXRD permet de sonder cette déformation sans l'impacter. Cela génère donc une différence, intrinsèque, entre les deux techniques. Malgré tout, comme nous avons pu le voir, une fois les effets de lame mince corrigés les résultats sont très similaires à ceux fournis par l'HRXRD.

À partir de ces résultats, on peut affirmer que l'HRXRD possède les atouts permettant de développer un suivi des déformations comparé aux techniques de microscopie qui sont actuellement la référence. Malgré la perte de l'information spatiale, la HRXRD semble très sensible aux valeurs de déformations, les résultats étant très similaires aux champs de déformations mesurés en DFEH. L'utilisation de la microscopie en amont des mesures HRXRD a permis de sonder le champ de déformation et la géométrie, et donc d'anticiper la forme des RSM. Mais avant tout, nous avons pu développer un modèle qui retranscrit la diffraction des transistors avec une précision au moins égale

à celle fournie par la DFEH. Ce modèle, construit à partir des résultats DFEH constitue la base des travaux ultérieurs.

3. 5. Conclusion

Au travers des différents exemples présentés dans ce chapitre, nous avons pu démontrer que l'utilisation des RSM était primordiale pour analyser les champs de déformation de structures nanométriques. Seulement, si l'hétérogénéité des champs de déformations est bien visible en diffraction, il est bien moins évident de localiser spatialement ses variations. Cependant, l'utilisation de simulations FEM et analytiques ont permis de faire le lien entre des champs de déformation complets et les figures de diffraction, pour des structures simples. Pour une structure plus complexe, les simulations FEM ont présenté des limites, que nous avons tâché de combler pour l'étude des champs de déformations des transistors en nous appuyant sur une analyse DFEH. La confrontation des RSM mesurées en HRXRD et simulées à partir des résultats DFEH nous a montré que si leurs formes sont similaires, la position moyenne de la figure de diffraction du $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ (déformation moyenne du $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$) est décalée. Nous avons pu montrer que ce décalage était dû à une relaxation de contrainte suite à la préparation de l'échantillon pour les mesures au TEM. Malgré tout, après correction de cette relaxation, un excellent accord entre les résultats DFEH et HRXRD est obtenu. La comparaison des deux techniques a permis de vérifier et valider les résultats de chacune d'entre elles : permettant de détecter et corriger les effets de la préparation de lames minces et de relier les RSM mesurées en HRXRD à un champ de déformation complet.

La conclusion principale de cette étude est qu'il est possible de caractériser les déformations de réseaux de transistors avec une résolution spatiale nanométrique et une résolution en déformation proche de 0,01 % par la mesure de RSM en HRXRD. Ces caractérisations sont réalisées avec des temps de mesure compatibles avec un suivi de procédés, de manière non destructive et sans artefacts de préparation. En soi, l'utilisation de la microscopie n'est pas une finalité, mais cette technique a permis de développer un modèle mécanique adéquat pour des structures complexes, présentant un champ de déformation a priori inconnu. La combinaison des deux techniques est donc pertinente, le modèle ayant servi de base pour les résultats présentés dans le chapitre final.

Conclusion

4. Enjeux de la caractérisation par spectroscopie Raman

Ce chapitre est consacré à l'étude des aptitudes de la spectroscopie Raman pour la détermination des champs de déformations dans les matériaux semi-conducteurs (silicium et silicium-germanium) et la stoechiométrie de l'alliage $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$. Nous présentons de manière succincte les principes théoriques indispensables à la compréhension des résultats et des méthodes mises en place. Ensuite, nous décrirons les instruments utilisés durant cette étude, les méthodes de mesure associées et les moyens mis en place afin de pouvoir analyser les données recueillies. À partir de ces différentes considérations, seront abordés plusieurs exemples permettant d'illustrer les études menées pendant la thèse. Ces études se sont portées sur la calibration de la réponse Raman pour des échantillons présentant des états de contraintes variées, puis sur la base de ces résultats, sur l'exploration des capacités de la spectroscopie Raman dans ce contexte.

4. 1. Bases théoriques : la diffusion Raman

Dans le cadre de notre étude, seul l'effet Raman spontané au premier ordre (phénomène linéaire) est étudié. D'autres techniques, liées à des effets non linéaires comme l'hyper-Raman, le Raman stimulé, le Raman inverse ou la diffusion Raman anti-stokes cohérente existent, mais ne sont ni présentées ni étudiées dans le cadre de cette thèse. Bien qu'utilisés pendant les travaux, nous n'aborderons pas en détail les aspects théoriques de la spectroscopie Raman exaltée de surface [76], [139], [140].

4. 1. 1. Vibration des réseaux

Dans le cadre de l'étude de semi-conducteurs, la spectroscopie Raman est une technique basée sur l'étude des modes de vibration du réseau cristallin. Les atomes au sein du réseau, soumis à une perturbation (interaction avec un champ électromagnétique ou perturbation mécanique) peuvent se déplacer, exerçant des forces couplées entre les atomes voisins. Un mouvement périodique d'un ou plusieurs de ces atomes autour de leurs positions d'équilibre induit une vibration du réseau. On montre avec des conditions aux limites cycliques (cristal infini) qu'il existe au sein des réseaux cristallins des fréquences de vibration propres, distinctes, pour chaque valeur d'amplitude du vecteur d'onde \vec{q} . Dans l'exemple d'une chaîne linéaire¹, ces fréquences sont aux nombres de deux (\mathbf{v}_- et \mathbf{v}_+)

¹ Cas d'une chaîne linéaire avec une longueur de maille a , composée de 2 atomes A et B de masses respectives m_A et m_B et μ la masse réduite telle que $\mu = \frac{m_A m_B}{m_A + m_B}$

et on les exprime suivant des relations nommées relations de dispersion auxquelles on associe des courbes de dispersion [141]:

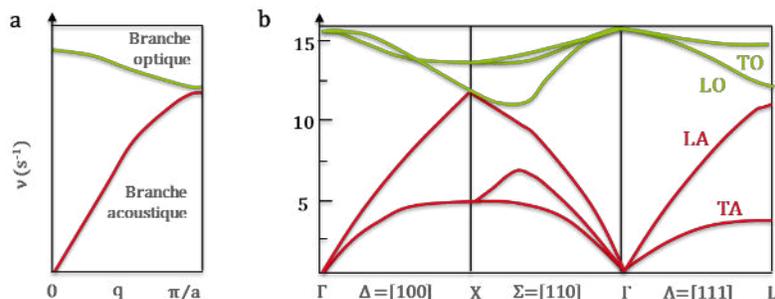


Figure 76 Schémas de courbes de dispersion de phonons, d'une chaîne linéaire diatomique (a) et du silicium (b)

Sur ces courbes de dispersion (Figure 76 a) on observe deux branches, nommées branche optique et acoustique. À titre d'exemple, dans le cas particulier où $q = 0$ (point Γ de la zone de Brillouin), c'est-à-dire en centre de zone de Brillouin (Figure 77), la fréquence ν_- s'annule, les atomes vibrent en phase avec une longueur d'onde infini de $\lambda = 2\pi/q$ correspondant au mode acoustique. La fréquence ν_+ prend quant à elle la valeur $\nu_+ = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \sqrt{\frac{k}{\mu}}$, les atomes vibrent à l'intérieur de la maille l'un par rapport à l'autre, ils sont ainsi de charges opposées et peuvent facilement être agités par une onde lumineuse, créant ainsi une vibration dénommée mode optique.

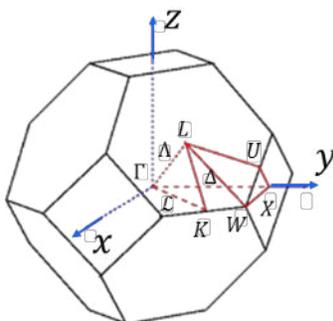


Figure 77 Première zone de Brillouin du réseau réciproque d'un système cubique

Pour un cristal à 3 dimensions, de 2 atomes par maille élémentaire, les modes propres comprennent 3 branches acoustiques et 3 branches optiques, selon que ces derniers soient transverses (direction de propagation perpendiculaire au mouvement des atomes) ou longitudinaux (direction de propagation parallèle au déplacement des atomes). Ces différents modes¹ sont représentés sur la Figure 78 et décrivent les courbes de dispersions tels que présentés en Figure 76 b. Du point de vue de la physique quantique, les notions précédentes restent valables, par contre l'énergie est quantifiée,

¹ TO (Transverse Optique), LO (Longitudinal Optique), TA (Transverse acoustique) et LA (Longitudinal Acoustique)

les quantas de vibrations du réseau sont appelés phonons et sont décrits par des ondes planes de paramètres (ν, q) .

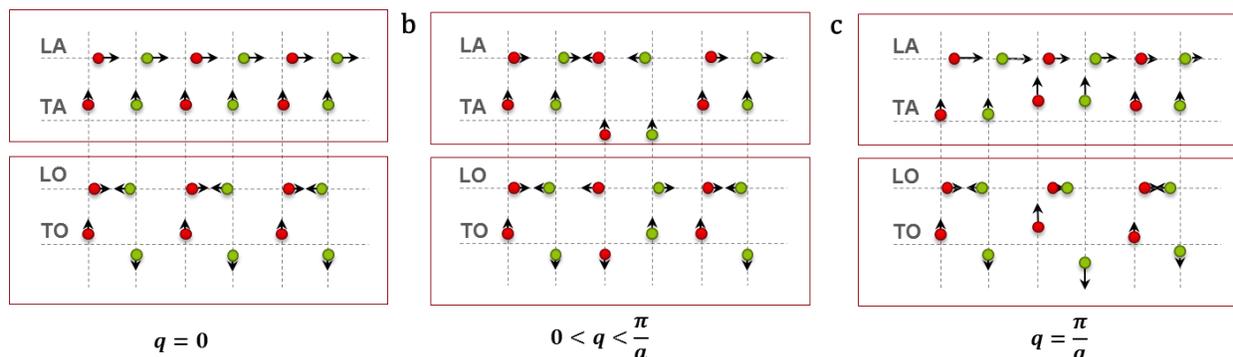


Figure 78 Schéma des modes des vibrations dans le cas d'une chaîne linéaire diatomique pour $q=0$ (a), $0 < q < \frac{\pi}{a}$ (b) et $q = \frac{\pi}{a}$ (c)

4. 1. 2. La diffusion Raman

Le phénomène Raman, mis en évidence par le physicien Chandrasekhara Venkata RAMAN en 1928, lauréat du prix Nobel de physique en 1930 pour cette découverte est un phénomène de diffusion inélastique. Une structure cristalline soumise à un faisceau de lumière monochromatique peut soit transmettre, réfléchir, absorber ou diffuser ce faisceau. En ce qui concerne la diffusion, on peut distinguer deux cas:

- La diffusion majoritaire est la diffusion Rayleigh, qui est une diffusion élastique, signifiant qu'il y a une conservation de la fréquence de la lumière incidente (Figure 79 a).
- De manière plus marginale, on trouve la diffusion Raman, qui est une diffusion inélastique, le rayonnement échange une partie de son énergie avec la matière (Figure 79 b/c).

4. 1. 2. 1 Approche quantique

Cet échange d'énergie entre le faisceau de lumière incident et la structure cristalline s'exprime de manière quantique par une émission (Stokes) (Figure 79 b) ou absorption (Anti-Stokes) (Figure 79 c) d'un phonon d'énergie $h\nu_q$ et de vecteur d'onde \vec{q} [142]. Malgré l'échange d'énergie, les principes de conservation de l'énergie et de quantité de mouvement impliquent respectivement les relations $\nu_d = \nu \pm \nu_q$ et $\vec{k}_d = \vec{k}_i \pm \vec{q}$. Cependant, le processus de diffusion induit à la fois une fréquence de vibration faible ($\nu \gg \nu_q$) et une quasi-conservation de l'amplitude des vecteurs d'ondes incident et diffusé ($\|\vec{k}_i\| \cong \|\vec{k}_d\|$). Ces conditions résultent en une amplitude du vecteur d'onde faible ($\|\vec{q}\| \cong 0$): La spectroscopie Raman est de ce fait une spectroscopie de centre de zone de Brillouin.

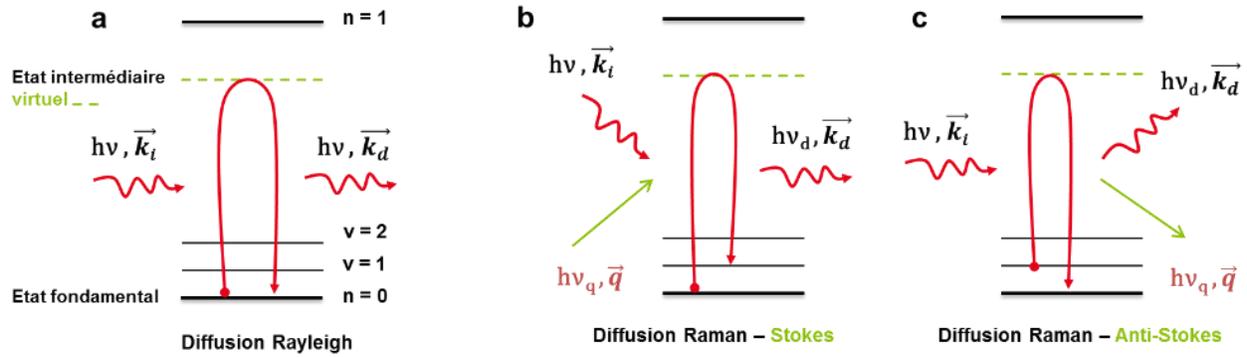


Figure 79 Schéma des processus de diffusion Rayleigh (a), Raman Stokes (b) et Raman Anti-Stokes (c)

La diffusion Raman induit donc un échange d'énergie entre le rayon lumineux et le milieu (Figure 80 a). Cet échange d'énergie se caractérise par une transition sur un état électronique virtuel (intermédiaire) :

- Si cet état est légèrement inférieur à un état électronique réel, on observe un effet de pré-résonance (Figure 80 b).
- Dans le cas où l'énergie associée à la longueur d'onde de la radiation excitatrice est équivalente à celle d'une transition électronique du cristal, il se produit alors un effet de résonance (Figure 80 c). Dans ce cas, la probabilité de transition associée au processus Raman augmente fortement, exaltant le signal en conséquence [143].

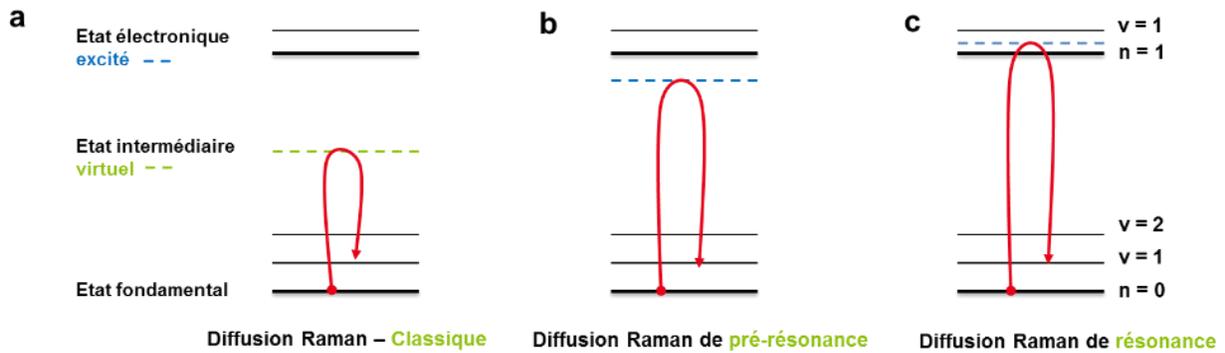


Figure 80 Schéma des phénomènes de diffusion Raman : a) Classique, b) de pré-résonance et c) de résonance

Les écarts énergétiques entre les transitions électroniques précédemment décrites dépendent de l'élément étudié, les effets de pré-résonance et résonance le sont donc aussi. Comme nous l'avons vu, la spectroscopie Raman est liée à un effet de centre de zone de Brillouin ($k = \Gamma$). Le gap¹ direct du silicium se situant à une énergie de 3,5 eV ($\lambda = 354$ nm) on peut observer un phénomène de résonance pour des longueurs d'onde excitatrices proches de 354 nm. La structure de bande, simple

¹ Largeur de la bande interdite

pour le silicium, est plus complexe pour l'alliage de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ (Figure 81 b), elle est très dépendante de la proportion en germanium, évoluant entre celle du silicium (Figure 81 a) et du germanium (Figure 81 c) [36], [144].

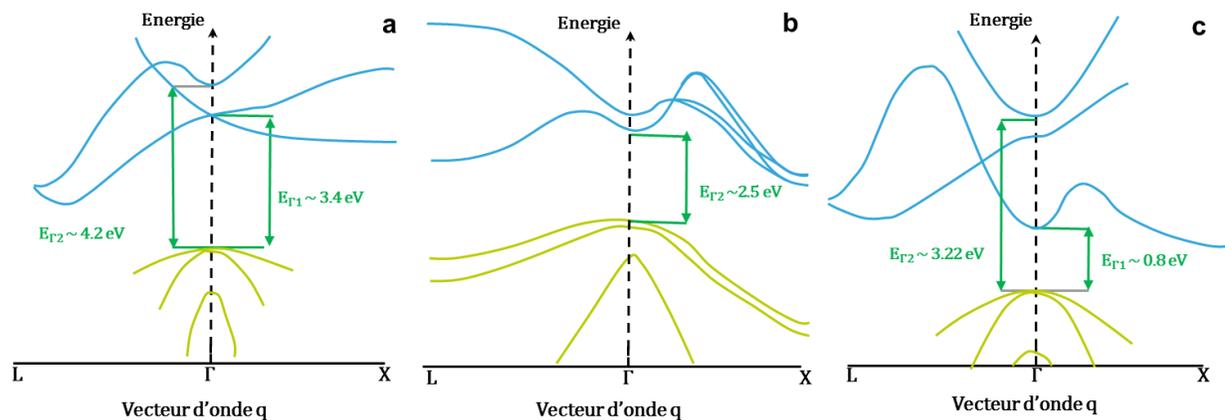


Figure 81 Schémas de structure de bande en énergie du Si (a), $\text{Si}_{0,5}\text{Ge}_{0,5}$ (b) et Ge (c)

L'énergie de l'alliage $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ de centre de zone de Brillouin correspond à la transition directe $E_{\text{SiGe}}^{\Gamma_2}$, elle dépend de la composition de l'alliage, et s'exprime à température ambiante de la façon suivante [36], [144] (Figure 82):

$$E_{\text{SiGe}}^{\Gamma_2}(x) = 4,2 - 4,6x + 2,4x^2 \text{ eV (295K)} \quad (4. 1-1)$$

Par exemple, pour la longueur d'onde de 363 nm, le faisceau a une énergie très proche de la transition directe du silicium et de celle de l'alliage $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ pour une concentration en germanium d'environ 15 %, ce qui induit un comportement résonant. À contrario, à la longueur de 514 nm, l'énergie (2,4eV) est trop faible pour induire une résonance quelconque que ce soit pour l'alliage $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ ou le silicium (Figure 82). L'énergie $E_{\text{SiGe}}^{\Gamma_1}$ (entre 1,5 et 3,8 eV), qui est aussi une transition de centre de zone de Brillouin, ne correspond pas aux énergies d'excitation obtenus en spectroscopie Raman pour une concentration en germanium inférieure à 45 % (Figure 82). Le SiO_2 situé entre le silicium substrat et le silicium du FDSOI n'est pas considéré pour les mesures, étant donné que son énergie de gap ($E_{\text{SiO}_2}^{\Gamma_2} = 5\text{eV}$) est bien trop importante par rapport aux énergies engagées dans le phénomène.

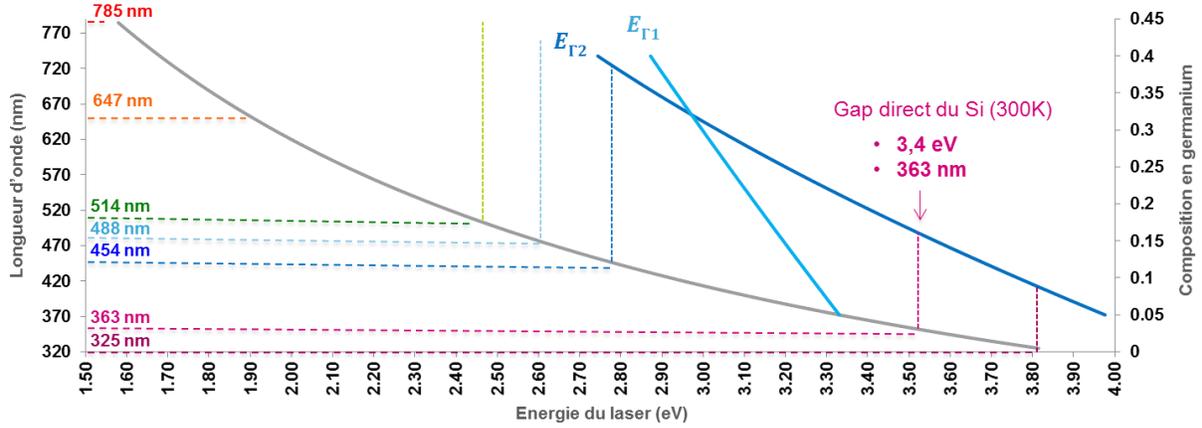


Figure 82 Energies d'excitation du laser — et énergies $E_{SiGe}^{\Gamma_1}$ et $E_{SiGe}^{\Gamma_2}$ en fonction de la composition en germanium (x) de l'alliage $Si_{1-x}Ge_x$ [145]. L'énergie $E_{SiGe}^{\Gamma_1}$ (entre 1,5 et 3,8 eV) n'appartient pas aux énergies d'excitation obtenues en spectroscopie Raman pour une concentration en germanium inférieure à 45 %. Les énergies d'excitation associées aux longueurs d'ondes 454, 363 et 325 nm correspondent respectivement à l'énergie $E_{SiGe}^{\Gamma_2}$ pour les concentrations de 39 %, 15 % et 8 %.

Pour une description complète du phénomène, il faut continuer à développer cette approche quantique [146], cependant une approche classique permet d'aborder convenablement le phénomène. Cette approche permet d'introduire les règles de sélection, utiles dans la description des phénomènes Raman et révèle tout de même les règles de conservation quantique précédemment citées.

4. 1. 2. Approche classique

Le phénomène de diffusion Raman est lié à la polarisabilité ($\bar{\alpha}$) du matériau cristallin, qui caractérise la déformation du nuage électronique soumis à un champ électrique \vec{E} . La résultante de cette déformation est nommée moment dipolaire induit \vec{P} et s'exprime de manière classique de la façon suivante dans un repère direct $\mathcal{R} = (0, \vec{x}, \vec{y}, \vec{z})$, avec α tenseur de rang 2 [70], [142], [147]:

$$\vec{P} = \bar{\alpha} \vec{E} = \begin{pmatrix} \alpha_{xx} & \alpha_{xy} & \alpha_{xz} \\ \alpha_{yx} & \alpha_{yy} & \alpha_{yz} \\ \alpha_{zx} & \alpha_{zy} & \alpha_{zz} \end{pmatrix} \vec{E} \quad (4. 1-2)$$

En considérant une onde monochromatique de fréquence ν_i , de champ électrique $\vec{E} = \vec{E}_0 \cos(\vec{k}_i \cdot \vec{r} - 2\pi\nu_i t)$, en désignant le mouvement de vibration des atomes par la coordonnée normale $\vec{Q} = \vec{Q}_0 \cos(\vec{k}_i \cdot \vec{r} - 2\pi\nu_i t)$, l'expression des coefficients du tenseur de polarisabilité peut se développer au premier ordre de la façon suivante [70], [142], [147]:

$$\alpha_{ij} = \alpha_{ij_0} + \left. \frac{\delta \alpha_{ij}}{\delta Q} \right|_0 Q \quad (4. 1-3)$$

En remplaçant le développement des coefficients du tenseur de polarisabilité dans l'équation (4. 1-2) nous obtenons ainsi l'expression suivante:

$$\begin{aligned} \vec{P} = & \alpha_{ij} \vec{E}_0 \cos(\vec{k}_i \cdot \vec{r} - 2\pi\nu t) \\ & + \frac{1}{2} \frac{\delta\alpha_{ij}}{\delta Q} \Big|_0 Q_0 \vec{E}_0 [\cos((\vec{k}_i + \vec{q}) \cdot \vec{r} - 2\pi(\nu - \nu_q)t) \\ & + \cos((\vec{k}_i - \vec{q}) \cdot \vec{r} - 2\pi(\nu - \nu_q)t)] \end{aligned} \quad (4. 1-4)$$

Cette équation se compose ainsi de trois termes indépendants, le terme de premier ordre décrit la diffusion Rayleigh et les termes des seconds ordres décrivent respectivement la diffusion Anti-Stokes et Stokes. Dans le cas où les termes de second ordre sont non nuls, c'est-à-dire que le pré-facteur $\frac{\delta\alpha_{ij}}{\delta Q} \Big|_0$ est lui-même non nul, le phénomène Raman est activé. D'un point de vue physique, cette condition correspond au cas où les mouvements atomiques entraînent une variation de la polarisabilité du matériau cristallin, on parle dès lors de règles de sélection.

Règles de sélection

Dans un cristal non polaire, les phonons optiques modifient l'énergie électronique en changeant la longueur et/ou les angles des liaisons. La polarisabilité $\vec{\alpha}$ étant un tenseur, on peut donc lui associer un potentiel de déformation sous la forme de tenseurs que l'on nomme tenseurs Raman R. Dès lors, la théorie des groupes permet de prédire si un mode de vibration de coordonnée normale Q est actif en spectroscopie Raman ou non, et ainsi de définir via des considérations symétriques supplémentaires le tenseur Raman. Dans le cas typique du silicium pur, monocristallin, le seul mode de vibration actif du silicium est un mode optique triplement dégénéré¹. On associe à ces modes les trois tenseurs Raman R_k ($k \in [1 : 3]$) qui représentent la contribution individuelle de chacun de ces 3 phonons [70]. À titre d'exemple, les tenseurs Raman des 3 phonons pour un cristal cubique orienté (001) s'expriment dans $\mathcal{R} = (0, [100], [010], [001])$ [148]:

$$\overline{\overline{R_x}} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & d \\ 0 & d & 0 \end{pmatrix}, \overline{\overline{R_y}} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & d \\ 0 & 0 & 0 \\ d & 0 & 0 \end{pmatrix}, \overline{\overline{R_z}} = \begin{pmatrix} 0 & d & 0 \\ d & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad (4. 1-5)$$

Dans l'ensemble des échantillons décrits dans ce manuscrit, définis dans le repère $\mathcal{R}' = (0, \vec{x} = [110], \vec{y} = [1\bar{1}0], \vec{z} = [001])$, une rotation de 45° est nécessaire, donnant les tenseurs :

$$\overline{\overline{R_x}} = \frac{1}{\sqrt{2}} \begin{pmatrix} 0 & 0 & d \\ 0 & 0 & d \\ d & d & 0 \end{pmatrix}, \overline{\overline{R_y}} = \frac{1}{\sqrt{2}} \begin{pmatrix} 0 & 0 & -d \\ 0 & 0 & d \\ -d & d & 0 \end{pmatrix}, \overline{\overline{R_z}} = \begin{pmatrix} 0 & d & 0 \\ d & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad (4. 1-6)$$

¹ Trois phonons de même énergie

Avec $d = \frac{\delta\alpha_{ij}}{\delta Q}$ la section efficace de diffusion.

Intensité diffusée

Comme l'indiquent les relations (4. 1-5) et (4. 1-6), l'intensité diffusée dépend fortement de l'orientation du substrat. À partir de la puissance moyenne rayonnée par le dipôle oscillant induit, il est ainsi possible de calculer l'intensité diffusée relative I_k^R pour chaque raie ($k \in [1: 3]$) [70]:

$$I_k^R = I_0 |\vec{e}_d \cdot \overline{R}_k \cdot \vec{e}_i|^2 C \quad (4. 1-7)$$

Avec \vec{e}_d , \vec{e}_i la polarisation de l'onde respectivement diffusée et incidente, et C une constante.

À partir de cette équation, on peut en déduire qu'il est possible de sélectionner l'activité d'un mode k en utilisant différentes configurations de polarisations (Figure 83).

Polarisation		Intensité diffusée relative		
\vec{e}_i	\vec{e}_d	I_1	I_2	I_3
(100)	(100)	0	0	0
(100)	(010)	0	0	d^2
(010)	(010)	0	0	0
(1 $\bar{1}$ 0)	(1 $\bar{1}$ 0)	0	0	d^2
(110)	(1 $\bar{1}$ 0)	0	0	0
(110)	(110)	0	0	d^2

Figure 83 Règles de sélection pour un faisceau rétrodiffusé sur une surface (001)

Dans les cas étudiés dans ce manuscrit, soit un substrat orienté (001), d'après les règles de sélection et la configuration instrumentale (rétrodiffusé), le mode de vibration observable est le phonon longitudinal (LO) associé au tenseur R_z .

4. 1. 2. 3 Spectres Raman

Nous avons vu dans l'ensemble de ce préambule que la spectroscopie Raman est basée sur l'étude des modes de vibrations. De fait, on caractérise la réponse Raman par la fréquence ω , que l'on nomme 'Nombre d'onde'. Le nombre d'onde est défini comme $\sigma = 1/\lambda$ (en cm^{-1}) ; il est donc proportionnel à la fréquence (plus exactement, à la pulsation) définie comme $\omega = (2\pi c)/\lambda$ (en s^{-1}). En spectroscopie, on écrit simplement ω au lieu de σ , et on parle de 'fréquence' en sous-entendant 'nombre d'onde'. Ce paramètre fait référence à la position en fréquence des modes de vibrations de la structure relativement à la fréquence de la source excitatrice ($\omega = 0 \text{ cm}^{-1}$), associée à la diffusion

Rayleigh. L'ensemble des fréquences des modes de vibrations des spectres Raman dépendent de la structure observée.

Spectre du silicium

Pour une structure de silicium, la réponse Raman indique la présence d'un mode de vibration triplement dégénérés, nommés T_{2g} . À ces modes, est associée une fréquence propre $\omega_0 = 521 \text{ cm}^{-1}$. D'autres modes sont en réalité observables vers les valeurs de $\omega = 300$ et $\omega = 950 \text{ cm}^{-1}$, mais ils sont attribués à des processus de diffusion Raman du second ordre ou des modes acoustiques ne présentant pas d'intérêt pour cette étude (Figure 84).

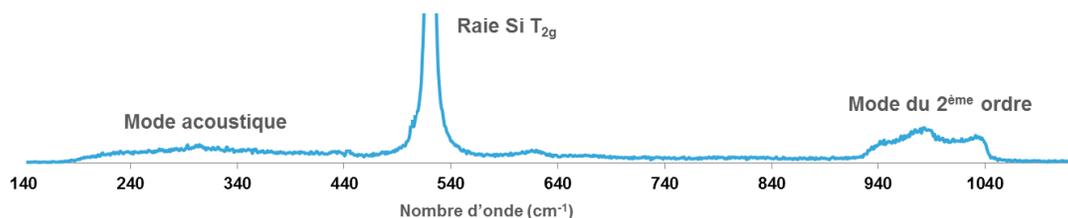


Figure 84 Spectre Raman typique du Silicium comprenant trois modes triplement dégénérés (T_{2g}) à $\omega = 521 \text{ cm}^{-1}$, un mode acoustique et du second ordre vers $\omega = 300$ et $\omega = 950 \text{ cm}^{-1}$.

Spectre du SiGe

Dans le cas d'un alliage de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$, il existe trois phonons optiques. Leurs modes¹ sont situés vers 500, 400 et 300 cm^{-1} : ce sont trois phonons de centre de zone de Brillouin ($k=\Gamma$) que l'on attribue respectivement au mouvement de paires adjacentes de Si-Si, Si-Ge et Ge-Ge (Figure 85). La fréquence de chaque mode dépend fortement de la composition et de la contrainte dans la couche [149]–[151].

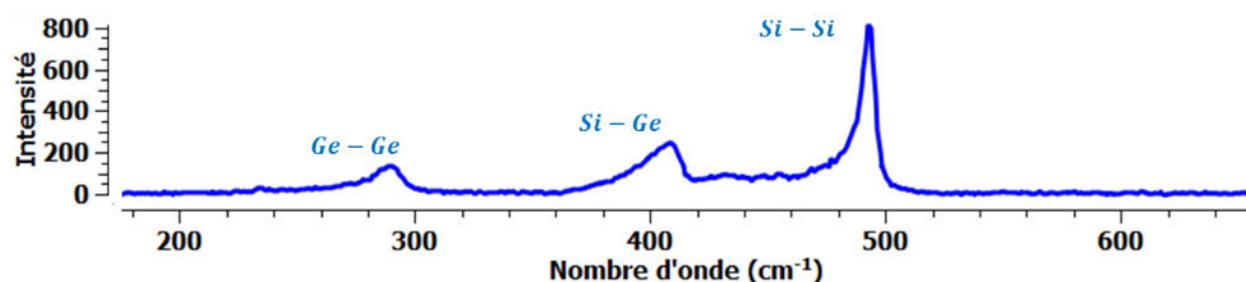


Figure 85 Spectre Raman d'une couche totalement relâchée de $\text{Si}_{0,55}\text{Ge}_{0,45}$ de $1\mu\text{m}$ d'épaisseur, caractérisé par 3 modes de vibration: Si-Si ($\omega_{\text{Si-Si}} \cong 500 \text{ cm}^{-1}$), Si-Ge ($\omega_{\text{Si-Ge}} \cong 400 \text{ cm}^{-1}$) and Ge-Ge ($\omega_{\text{Ge-Ge}} \cong 300 \text{ cm}^{-1}$).

Contrairement aux fréquences, les intensités propres à ces modes de vibrations dépendent uniquement de la composition en germanium², elles sont proportionnelles aux probabilités de liaisons

¹ Un mode du silicium, dit localisé, est aussi présent aux alentours de 440 cm^{-1}

² Pour des conditions expérimentales fixes

$p_{Si-Si} = (1 - x)^2$, $p_{Si-Ge} = 2x(1 - x)$, et $p_{Ge-Ge} = x^2$ introduites dans la description de l'alliage $Si_{1-x}Ge_x$ du chapitre 1. Considérant une composition moyenne dans l'alliage, les rapports d'intensités entre les modes de vibrations varient donc principalement avec la concentration en germanium. On obtient par exemple les rapports suivants [152], [153]:

$$\begin{cases} \gamma_{Si-Ge}^{Si-Si} = \frac{I_{Si-Si}}{I_{Si-Ge}} = A \frac{(1-x)}{2x} \\ \gamma_{Si-Ge}^{Ge-Ge} = \frac{I_{Ge-Ge}}{I_{Si-Ge}} = B \frac{x}{2(1-x)} \end{cases} \quad (4. 1-8)$$

A et B sont des constantes qui doivent être déterminées expérimentalement pour chaque longueur d'onde et devraient varier faiblement avec la composition.

4. 1. 3. Effet de contraintes mécaniques sur les modes Raman

4. 1. 3. 1 Théorie de l'effet des déformations mécaniques sur les modes Raman

Sous l'effet d'une déformation, les constantes élastiques des matériaux sont modifiées et en conséquence les fréquences Raman sont affectées. L'équation dynamique classique régissant le mouvement des atomes est ainsi modifiée en présence de contraintes [141], [154]:

$$\mu \cdot \ddot{u}_i = - \left(K_{ii} u_i + \sum_{j,k,l} K_{ijkl} \varepsilon_{kl} u_j \right) \quad (4. 1-9)$$

Où μ est la masse réduite des atomes, u_i le déplacement relatif de deux atomes de la maille élémentaire, K_{ii} est la constante de force effective en l'absence de déformation et $K_{ijkl} = \delta K_{ij} / \delta \varepsilon_{kl}$ la variation au premier ordre de la constante de force sous la déformation ε_{kl} ¹.

Pour un matériau à structure cubique, le tenseur K, symétrique de rang 4 (ordre 6), se réduit à seulement trois composantes indépendantes (p, q, r). Les coefficients p, q et r sont des coefficients phénoménologiques appelés potentiels de déformations de phonon [141] (4. 1-10).

$$p = \frac{K_{iii}}{\mu}, q = \frac{K_{iij}}{\mu} \text{ et } r = \frac{K_{ijj}}{\mu} \quad (4. 1-10)$$

¹ Détails en annexes B

Les valeurs de ces coefficients sont référencées pour différents matériaux [154], [155]. On obtient par exemple les valeurs suivantes pour le silicium et le germanium monocristallin (Tableau 4):

	Si	Ge
p	$-1,85 \pm 0,06\omega_0^2$	$-0,47 \pm 0,06\omega_0^2$
q	$-2,31 \pm 0,06\omega_0^2$	$-0,62 \pm 0,06\omega_0^2$
r	$-0,71 \pm 0,02\omega_0^2$	$-0,87 \pm 0,02\omega_0^2$

Tableau 4 Potentiels de déformation des phonons pour le silicium et germanium monocristallin

En présence de déformation, le calcul des nouvelles fréquences Raman ω_k passe par la résolution de l'équation séculaire suivante, tel que détaillé dans [141], [156]:

$$|\Delta k(\bar{\varepsilon}) - \lambda I| = 0 \quad (4.1-11)$$

$\Delta k(\bar{\varepsilon})$ est la matrice dynamique obtenue en calculant le tenseur des pseudo-potentiels de déformation $\bar{\bar{K}}$ s'exprimant de la façon suivante :

$$\Delta k(\bar{\varepsilon}) = \begin{pmatrix} p\varepsilon_{11} + q(\varepsilon_{22} + \varepsilon_{33}) & 2r\varepsilon_{12} & 2r\varepsilon_{13} \\ 2r\varepsilon_{21} & p\varepsilon_{22} + q(\varepsilon_{33} + \varepsilon_{11}) & 2r\varepsilon_{23} \\ 2r\varepsilon_{31} & 2r\varepsilon_{32} & p\varepsilon_{33} + q(\varepsilon_{11} + \varepsilon_{22}) \end{pmatrix} \quad (4.1-12)$$

Les valeurs propres associées à l'équation (4. 1-11) sont définies par la relation :

$$\lambda_k = \omega_k^2 - \omega_0^2 \quad (4.1-13)$$

Un développement au premier ordre de ce résultat permet de relier le décalage en fréquence $\Delta\omega_k = \omega_k - \omega_0$ et les valeurs propres λ_k [79]:

$$\Delta\omega_k = \frac{\lambda_k}{2\omega_0} \quad (4.1-14)$$

Enfin, l'association de cette relation avec la résolution des valeurs propres de l'équation (4. 1-12) et de loi de Hooke (2. 1-4) permet de relier le décalage en fréquence avec la déformation ou la contrainte associée. Dans le cas d'une contrainte bi-axiale suivant la direction [100], tel que décrit en partie 2. 2. 2, les décalages en fréquence s'écrivent :

$$\begin{cases} \Delta\omega_1 = \Delta\omega_2 = \frac{\lambda_2}{2\omega_0} = \frac{1}{2\omega_0} [\varepsilon_{\parallel}(p+q) + q\varepsilon_{\perp}] \\ \Delta\omega_3 = \frac{\lambda_3}{2\omega_0} = \frac{1}{2\omega_0} [2q\varepsilon_{\parallel} + p\varepsilon_{\perp}] \end{cases} \quad (4.1-15)$$

En rétrodiffusion sur la face (001), le mode observable est celui associé au décalage $\Delta\omega_3$. L'application de contrainte provoque un décalage en fréquence vers les basses fréquences pour une contrainte en tension et inversement pour une contrainte en compression [70] (Figure 86).

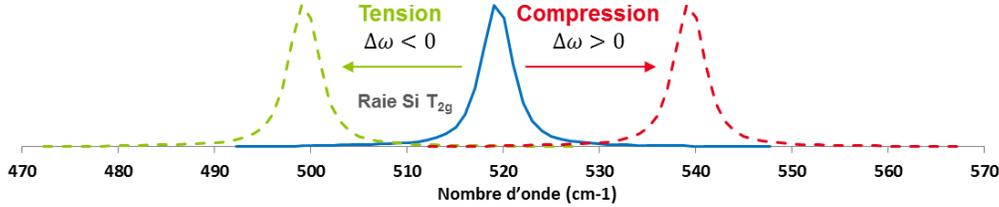


Figure 86 Modification de la position en fréquence du mode Γ_{2g} du Silicium en fonction de la déformation

4. 1. 3. 2 Effet de la déformation sur le $Si_{1-x}Ge_x$

D'après les travaux de Kutsukake [157], l'effet des déformations sur le décalage de la fréquence du mode Si-Si du $Si_{1-x}Ge_x$ peut être, pour des petites déformations, décollées de l'effet de masse du germanium¹, le décalage en fréquence s'exprimant par la relation suivante:

$$\omega_{Si-Si}^{SiGe}(x, \varepsilon_{\parallel}) = \omega_{Si-Si}^{SiGe}(x) + \Delta\omega_{Si-Si}^{SiGe}(\varepsilon_{\parallel}) \quad (4.1-16)$$

L'écart en fréquence entre le mode Si-Si du $Si_{1-x}Ge_x$ et celui du silicium peut alors quant à lui se décomposer en deux termes de contribution différente [158]:

$$\Delta\omega(x, \varepsilon_{\parallel}) = \omega_{Si-Si}^{SiGe}(x, \varepsilon_{\parallel}) - \omega_0^{Si} = -a_{Si-Si}^{SiGe}x + b_{Si-Si}^{SiGe}\varepsilon_{\parallel} \quad (4.1-17)$$

b_{Si-Si}^{SiGe} est un terme qui se calcule en résolvant l'équation (4. 1-11) pour le mode Si-Si [154], et a_{Si-Si}^{SiGe} est obtenu par la mesure de substrats virtuels relaxés de $Si_{1-x}Ge_x$. Dans le cas d'un composé pseudomorphe, le paramètre b_{Si-Si}^{SiGe} prend la valeur suivante [71], [142], [158]:

$$b_{Si-Si}^{SiGe} = \frac{1}{2\omega_0} \left(-\frac{2C_{12}}{C_{11}}p + 2q \right) \quad (4.1-18)$$

¹ Effet dû à l'augmentation de la concentration en germanium

De fait, il est en théorie possible de décorrélérer l'effet de décalage en fréquence de la concentration en germanium et de la déformation. Nous verrons par la suite plus en détail comment accéder au paramètre a_{Si-Si}^{SiGe} et mesurer indépendamment la concentration en germanium et la déformation.

4. 2. Configuration des mesures

Les études présentées dans ce manuscrit ont été majoritairement réalisées sur un spectromètre μ -Raman T64000 de JOBIN-YVON, installé au département DTSI/SCMC du CEA Leti.

4. 2. 1. Configuration du spectromètre

Le modèle utilisé est un modèle classique, il comprend donc des éléments couramment présents dans un spectromètre Raman (Figure 87) [142]. Dans le cadre de notre étude, le spectromètre est configuré de la manière suivante :

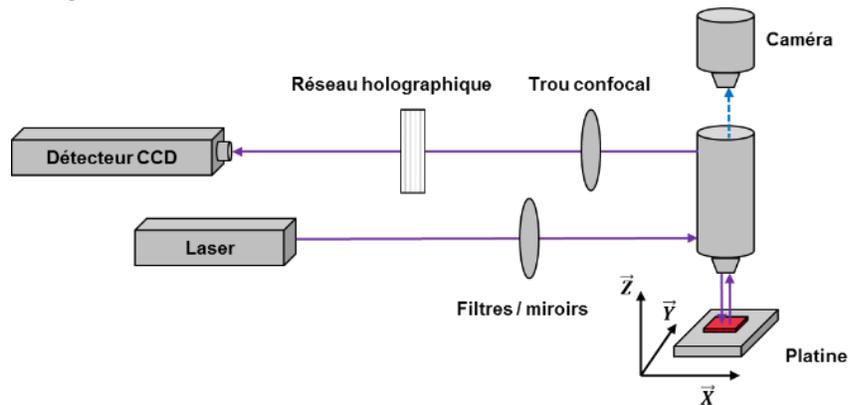


Figure 87 Schéma de principe simplifié du spectromètre Raman T64000

- Deux sources laser monochromatiques sont utilisées: un laser Argon/Krypton et un laser Argon couvrant une gamme de longueur d'onde allant de 229 à 647 nm. Dans notre étude, sont utilisées la longueur d'onde 514 nm et une excitation dans le proche UV (363 nm).
- Des filtres, des miroirs et un microscope équipés de différentes optiques permettent d'obtenir un faisceau incident de puissance variable, focalisé sur l'échantillon. Le faisceau incident est polarisé rectilignement suivant la direction [100] par rapport à la platine porte-échantillon. Il est focalisé avec un objectif x100 d'ouverture numérique 0,9 et limité à une puissance de 0,1 mW.
- Le faisceau diffusé et les raies réfléchies sont collectés par rétrodiffusion via le microscope. Un diaphragme, que l'on nomme 'trou confocal', permet de couper les rayons en dehors du plan focal afin d'améliorer la résolution axiale.
- Le détecteur CCD refroidi par azote liquide vient recueillir la lumière sortante sur 262 144 pixels (1024 colonnes et 256 lignes).

- Les réseaux holographiques utilisés afin de disperser la lumière sont gravés à 1800 traits/mm dans le visible tandis que dans l'UV un microscope adapté (objectif + miroirs) et un réseau de 2400 traits/mm sont employés.

Les échantillons étudiés sont placés directement sur une platine qui se déplace de manière automatisée avec un pas mécanique minimal de 0,1 μ m dans deux directions orthogonales de l'espace, $\vec{X} = [100]$ et $\vec{Y} = [010]$. Un déplacement manuel est aussi accessible dans la direction $\vec{Z} = (001)$ permettant de focaliser le faisceau sur l'échantillon. Le mouvement suivant le plan (XY) permet de repérer la zone de mesure via une caméra, mais également d'effectuer des profils de surface et de cartographies. En effet, la spectroscopie Raman n'est pas limitée à l'acquisition d'un spectre, il est possible de faire de l'imagerie. Dans le cadre de notre recherche, l'ensemble des images est réalisé par la méthode point par point : le faisceau laser est focalisé sur l'échantillon¹ puis on balaye la surface pas à pas à l'aide de la platine porte-échantillon avec un incrément régulier. En chaque point est enregistré un spectre, auquel on extrait la fréquence, la largeur et l'intensité des raies.

Le logiciel LabSpec v4.18-03 développé pour le dispositif Jobin-Yvon permet de manipuler la platine, contrôler l'état du détecteur CCD, piloter le spectromètre et assure l'acquisition et le traitement des données. Néanmoins, de façon à maintenir un contrôle total sur les données et les méthodes d'analyse, l'ensemble des spectres a été traité avec un logiciel dédié (DeusX) que nous décrirons dans le chapitre 5, après avoir longuement comparé les capacités des deux logiciels.

4. 2. 2. Résolutions

La connaissance des propriétés de l'appareillage, tel que la résolution spatiale et spectrale, est un prérequis à l'analyse des spectres Raman. Ces valeurs dépendent de la résolution instrumentale, elle-même définie par différents paramètres : le faisceau, les réseaux utilisés, les fentes, les miroirs, les lentilles et de la distance focale qui les sépare du détecteur CCD.

4. 2. 2. 1 Spatiale (latérale)

La résolution latérale se détermine par la distance minimale entre deux points pour lesquels les spectres Raman présentent une différence. La taille du faisceau laser sur l'échantillon définit la résolution latérale. Sa taille minimum, que l'on peut obtenir en focalisant le laser, est limitée par la diffraction et dépend de la limite de résolution établie par le critère de Rayleigh. Ce dernier stipule que deux objets sont distinguables si le sommet de la figure de diffraction de l'un correspond au

¹ Le T64000 de Jobin-Yvon utilisé dans cette étude ne dispose pas d'auto-focus, ainsi si la surface n'est pas parfaitement plane le faisceau sera quelque peu défocalisé

premier minimum nul de la figure de diffraction de l'autre, soit une résolution latérale maximale $\Delta\delta$ exprimée de la manière suivante :

$$\Delta\delta = \frac{1,22\lambda}{ON} \quad (4. 2-1)$$

Avec ON, l'ouverture numérique de la lentille de focalisation et λ la longueur d'onde de la lumière incidente.

Longueur d'onde (nm)	514	363	325
Taille du faisceau estimée	700 nm	500 nm	450 nm

Tableau 5 Taille du faisceau théorique pour un objectif $\times 100$, ON = 0,9 pour les longueurs d'onde 514, 363 et 325 nm

Dans le cas d'une mesure en configuration rétrodiffusée (perpendiculairement à l'échantillon), l'empreinte du faisceau sur l'échantillon est identique à la taille du faisceau. En théorie, la résolution latérale est donc déterminée par les valeurs du Tableau 5. Il n'est à priori pas utile d'utiliser un pas mécanique inférieur à la taille de faisceau pour la platine porte échantillon lors de l'acquisition de profils ou de cartographies. Néanmoins, la distribution d'intensité du faisceau n'étant pas homogène (faisceau gaussien), cette limite peut être légèrement repoussée par déconvolution des résultats des profils ou des cartographies, elle doit donc être déterminée expérimentalement.

4. 2. 2 Spatiale (Axiale)

Le faisceau incident sur l'échantillon pénètre plus ou moins dans l'échantillon, cette profondeur de pénétration peut être calculée à partir de la loi de Beer-Lambert suivante :

$$I(z) = I_0 e^{-\frac{4\pi k}{\lambda} z} \quad (4. 2-2)$$

Avec I l'intensité de l'onde diffusée, I_0 l'intensité de l'onde incidente, z la profondeur sondée, k le coefficient d'extinction de l'onde à travers le milieu et λ la longueur d'onde de la source.

À matériau donné, il est possible de paramétrer la résolution axiale en changeant la longueur d'onde λ (Figure 88). La convention définit la profondeur de pénétration comme la profondeur pour laquelle 90 % de l'intensité incidente a été absorbée, ce qui permet d'obtenir la relation suivante [70]:

$$d = \frac{2,3}{\alpha} = \frac{2,3\lambda}{4\pi k} \quad (4. 2-3)$$

α correspond au coefficient d'absorption du matériau, répertorié dans le Tableau 6 pour les matériaux analysés dans cette thèse.

	Elément	Si	$Si_{0,5}Ge_{0,5}$	Ge	SiO_2
Coefficient d'absorption (cm^{-1})	364 nm & 325 nm	10^6	10^6	$2 \cdot 10^6$	10^{-6}
	514 nm	$7 \cdot 10^3$	10^5	$7 \cdot 10^5$	10^{-7}

Tableau 6 Coefficients d'absorption du Si, $Si_{0,5}Ge_{0,5}$, Ge et SiO_2 pour les longueurs d'ondes 364 et 514 nm [145]

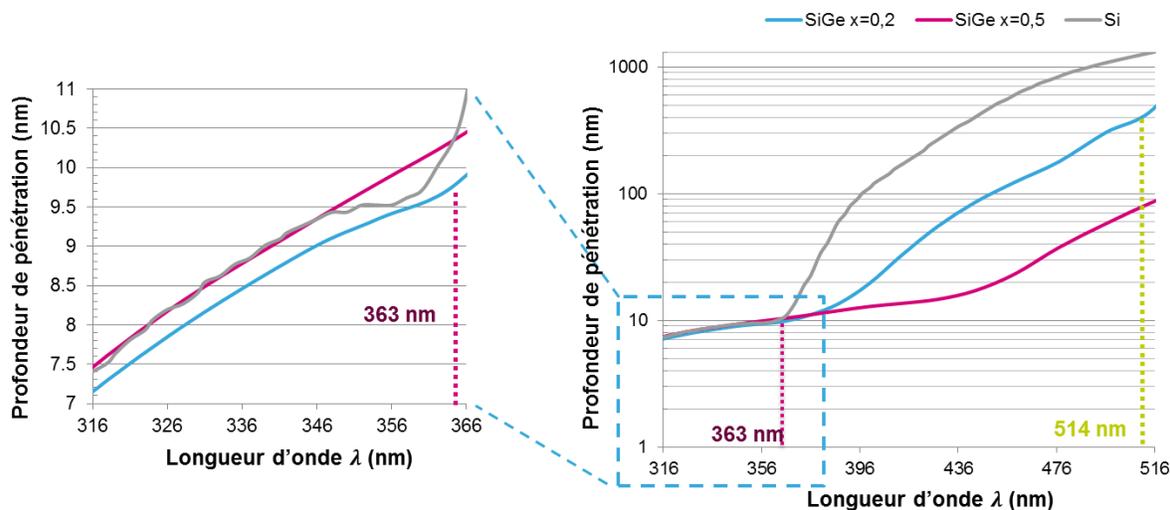


Figure 88 Profondeur de pénétration des différentes longueurs d'onde pour le Si et $Si_{1-x}Ge_x$

4. 2. 2. 3 Spectrale

La position en fréquence d'une raie est déterminée par la recherche du maximum d'intensité de cette raie. Ce maximum est d'autant plus précisément déterminé que la résolution spectrale est importante. Cette résolution spectrale est dépendante de la longueur d'onde et du réseau utilisé (Tableau 7)(Figure 89).

Longueur d'onde	Réseau (traits/mm)	Résolution (cm^{-1})
325 nm	2400	1,6
363 nm	2400	0,9
514 nm	1800	0,6

Tableau 7 Résolutions spectrales en fonction de la longueur d'onde et du réseau

Cependant, cette résolution est affinée par l'ajustement entre la raie du signal et une fonction mathématique¹. Par exemple, pour un réseau de 2400 traits/mm et une longueur d'onde de 363 nm, la résolution spectrale descend à une valeur comprise entre 0,1 et 0,2 cm^{-1} [159].

¹ Fonction de Lorentz, de Gauss ou autre fonction en pic. Annexe 7. 1.

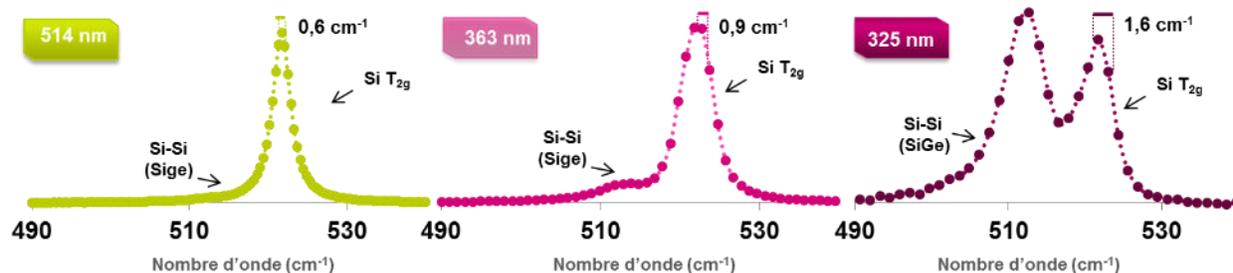


Figure 89 Exemples de spectre Raman à 514, 363 et 325 nm, associés au réseau 1800 traits/mm pour la longueur d'onde de 514 nm et aux réseaux 2400 pour les longueurs d'onde 363 et 325 nm, possédant des résolutions spectrales respectivement égales à 0,6, 0,9 et 1,6 cm^{-1}

4. 2. 3. Fluctuations du système

La puissance du laser peut produire un échauffement des matériaux analysés, provoquant une dilatation de la maille cristalline, qui se traduit par une diminution de la fréquence Raman et une augmentation de la largeur de raie. Cet effet dépend de la puissance appliquée à l'échantillon, mais il dépend aussi de la nature de l'échantillon. L'échauffement est d'autant plus important avec des structures composites comprenant des oxydes étant donné la faible dissipation de la chaleur de ces derniers¹. Il convient donc de maîtriser correctement l'effet induit par le laser pour éviter un mélange entre les propriétés de la structure étudiée et l'effet induit par échauffement du laser.

De plus, un spectromètre Raman est sensible à son environnement, les variations de l'ensemble du spectromètre² peuvent provoquer des variations de fréquence des raies Raman dans le temps. L'utilisation de lampe émettant des raies caractéristiques, indépendantes de la rétrodiffusion Raman, en aval de la diffusion du faisceau sur l'échantillon, permet de suivre et contrôler les variations du spectromètre. Ces raies présentent donc un bon moyen de contrôler les variations de fréquences parasites, que l'on peut soustraire à la variation en fréquence des raies Raman du matériau étudié, comme nous le verrons pas la suite dans la partie 4. 3. 3.

4. 3. Analyse de la réponse Raman

Nous avons précédemment décrit un ensemble de notions instrumentales indispensables à la compréhension des résultats à venir, néanmoins une seule configuration instrumentale a été utilisée, seule la longueur d'onde a été variée. Cependant, un travail conséquent a été opéré sur les méthodes d'analyse des spectres Raman. Les spectres Raman sont composés d'un ensemble de raies, la

¹ Le coefficient de conductivité thermique pour l'oxyde silicium est de $K_{\text{SiO}_2} = 1.4 \text{ W.m}^{-1}\text{.K}^{-1}$

² L'ensemble du bâti + miroirs + réseaux est soumis aux variations de l'environnement : température, pression, etc ...

caractérisation par spectroscopie Raman est donc basée sur l'étude des fréquences, des largeurs et des intensités de ces raies.

4. 3. 1. Méthodes d'analyse

En théorie, le spectre Raman d'une source de lumière monochromatique enregistré par un appareil parfait correspond à un pic de Dirac¹, cependant sur un dispositif réel la forme des raies dépend de l'appareillage et de l'échantillon analysé. L'appareillage en lui-même émet une réponse sous forme gaussienne, tandis que l'échantillon génère des raies de forme Lorentzienne². De manière stricte, la réponse globale équivaut ainsi à une convolution des deux fonctions, soit une fonction de Voigt. Etant donné que la contribution de l'échantillon est bien plus importante, la forme d'une raie de diffusion Raman est donc généralement assimilable à une fonction Lorentzienne. À partir d'un spectre Raman, il est donc possible d'extraire des paramètres des raies Raman, la fréquence, la largeur et l'intensité, via un algorithme adapté qui fait correspondre le signal du spectre à ces fonctions mathématiques. La fiabilité de cette décomposition dépend en grande partie du rapport signal/bruit du spectre, mais aussi de la capacité à distinguer des différentes raies. L'ajustement mathématique peut s'appliquer de deux façons différentes :

- **1 - Analyse directe** : Suite à une indexation de premier ordre, par détection de la concavité de l'intensité, le logiciel va alors associer aux pics désignés un ensemble de fonctions mathématiques. L'ensemble des raies sont ainsi détectées de manière couplée et rapide (Figure 90).

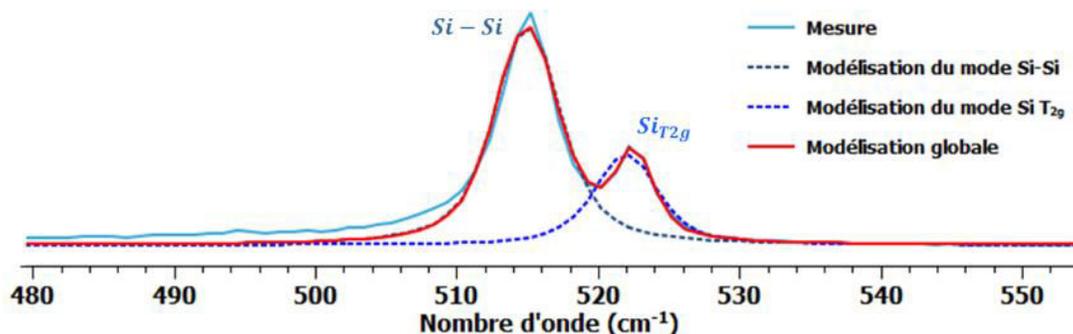


Figure 90 Exemple d'un spectre Raman d'une structure de $\text{Si}_{0,75}\text{Ge}_{0,25}$ sur un substrat de Si et les ajustements mathématiques associés. Ce spectre comprend le mode Si-Si du $\text{Si}_{0,75}\text{Ge}_{0,25}$ et la raie Si T_{2g} du substrat de silicium.

- **2 - Analyse par soustraction** : Un spectre référence est soustrait au spectre mesuré afin de supprimer les raies de référence. La condition nécessaire à la réalisation de cette méthode est de disposer d'un spectre référence obtenu dans des conditions de mesure identiques. Les

¹ Une courbe 'piquée' en une fréquence précise

² Annexe 7. 1.

raies du spectre référence doivent correspondre parfaitement avec celle de la mesure : pas de décalage en fréquence ni d'élargissement des raies.

Dans l'exemple d'analyse d'une couche de $\text{Si}_{0,75}\text{Ge}_{0,25}$ pseudomorphique déposée sur un substrat en silicium, cette méthode par soustraction permet de dissocier complètement le mode Si-Si du $\text{Si}_{0,75}\text{Ge}_{0,25}$ du signal du substrat (Figure 91 a). Pour ce composé de $\text{Si}_{0,75}\text{Ge}_{0,25}$, les incertitudes liées à ces deux méthodes ont été calculées en réalisant à 15 reprises l'extraction sur le même point de mesure (Figure 91 b).

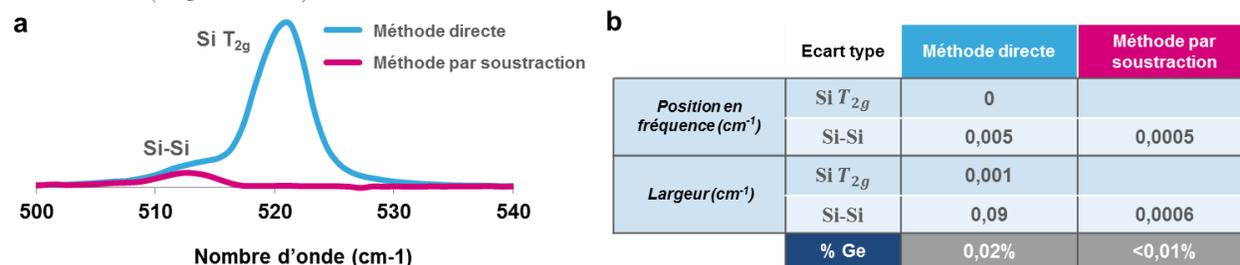


Figure 91 (a) Spectres Raman d'une structure $\text{Si}_{0,75}\text{Ge}_{0,25}$. (b) Tableau des écarts types liés aux deux méthodes de mesure ainsi que l'impact sur la détermination de la concentration en germanium à partir de la position du mode Si-Si du $\text{Si}_{0,75}\text{Ge}_{0,25}$.

Les résultats démontrent, pour cet exemple, que la méthode de soustraction présente une répétabilité plus importante que ce soit sur la mesure de position des raies, de la largeur à mi-hauteur et in-fine sur la détermination de la concentration en germanium et l'état de déformation. Cependant, les incertitudes présentées ci-dessus sont très inférieures à la résolution spectrale de l'appareil ($0,1/0,2 \text{ cm}^{-1}$), elles sont donc négligeables, la méthode d'analyse ne semble donc pas limitante dans cet exemple. Comme nous le verrons par la suite, la méthode par soustraction présente avant tout un intérêt pour des signaux présentant un faible rapport signal sur bruit ou des concentrations en germanium faibles (mode Si-Si proche du mode Si T_{2g}). Dans l'éventualité où le spectre est décalé en fréquence ou en intensité, il est possible de corriger ces effets en utilisant un algorithme de correction présenté de manière simplifiée en Figure 92.

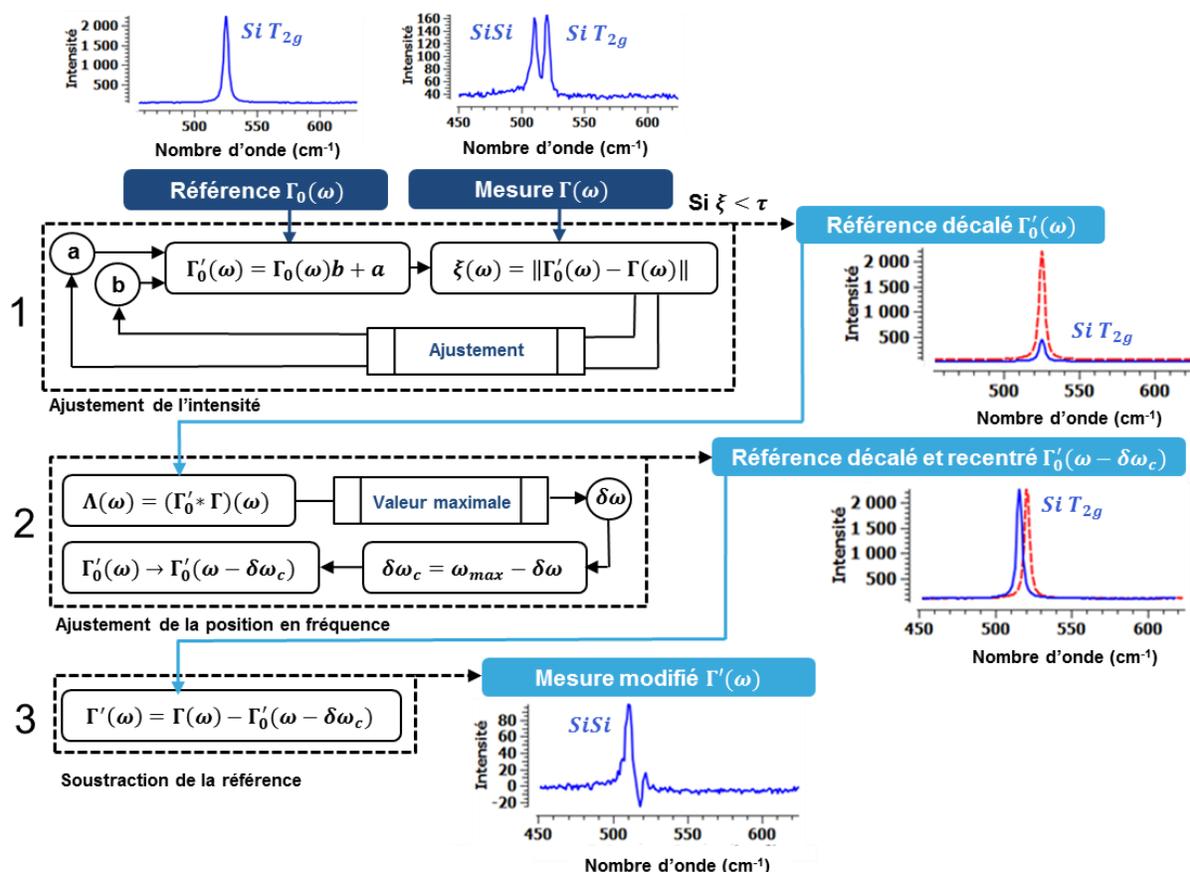


Figure 92 Illustration simplifiée du fonctionnement de l’algorithme de soustraction en 3 étapes : (1) ajustement de l’intensité, (2) ajustement de la position en fréquence et (a) soustraction de la référence.

L’ajustement de l’intensité est effectué par un ajustement affine de l’écart entre le spectre de référence et le spectre mesuré (Figure 92 - étape 1). Le décalage en fréquence est obtenu en sélectionnant le pic le plus proche du décalage nul ($\delta\omega = 0 \text{ cm}^{-1}$) dans le spectre résultant de la convolution de la référence avec le spectre mesuré (Figure 92 – étape 2 et Figure 93). La dernière étape consiste uniquement en la soustraction du spectre avec la référence ajustée et décalée (Figure 92 - étape 3). Pour les acquisitions de longues durées une dérive spectrale est fréquemment observée comme on a pu le décrire en partie 4. 2. 3, dans ce cas la procédure présente un grand intérêt. L’automatisation du procédé permet d’appliquer la soustraction à un ensemble de spectres (profil ou cartographie).

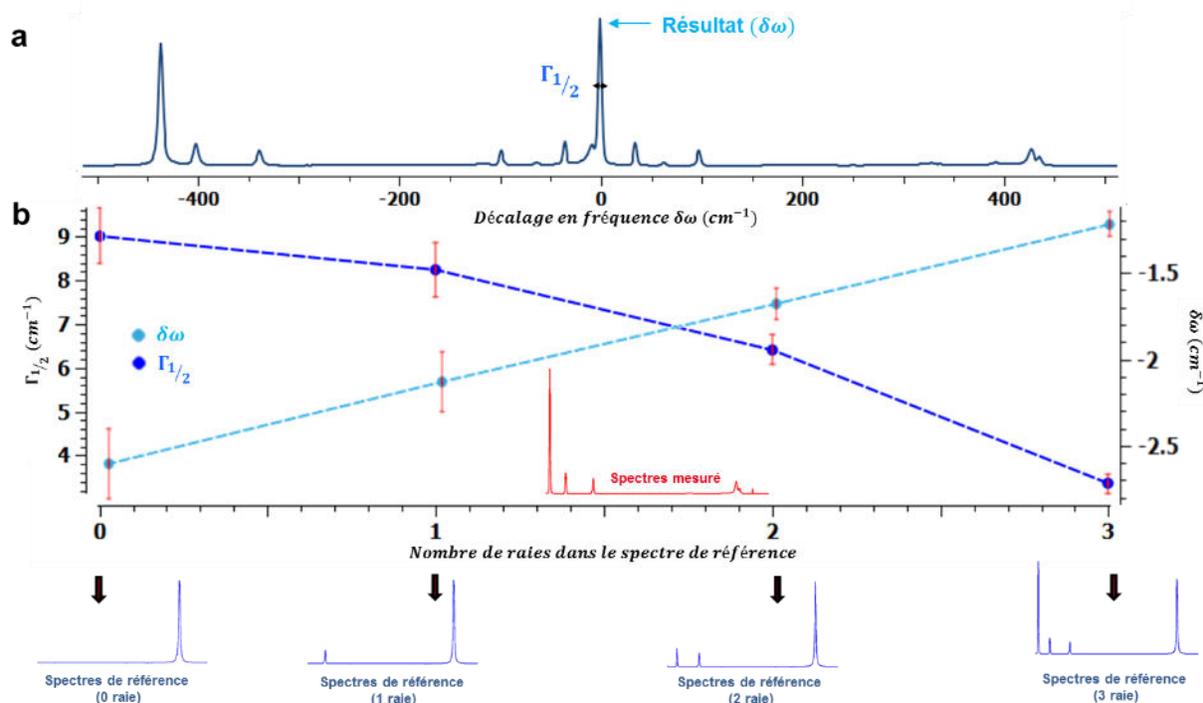


Figure 93 (a) Exemple de résultat d’une convolution d’un spectre référence de substrat de silicium avec un spectre de $\text{Si}_{0,8}\text{Ge}_{0,2}$ pseudomorphique et (b) résultats de détection de l’écart en fréquence entre la référence et la mesure pour des références avec un nombre différent de raies

L’étape de convolution, permettant la mesure du décalage en fréquence, est d’autant plus efficace qu’il y a de raies dans le spectre de référence (Figure 93). Les résultats de l’algorithme sont aussi fortement dépendants de la proximité du mode Si-Si du $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ au mode $\text{Si}_{T_{2g}}$ du substrat de silicium et de leur intensité relative (Figure 94). Plus l’écart de position du mode Si-Si ($\Delta\omega_{\text{Si-Si}}$) avec le mode $\text{Si}_{T_{2g}}$ et le rapport d’intensité $(\gamma_{\text{Si-Si}}^{\text{Si}_{T_{2g}}})^1$ sont grands, plus l’algorithme est fiable. Pour une faible concentration en germanium l’écart $\Delta\omega_{\text{Si-Si}}$ est faible (Figure 94 b). Dans la suite de cette étude, les deux méthodes de mesures (directe et soustraction) ont donc été utilisées suivant la concentration en germanium et la visibilité du mode Si-Si de l’alliage de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$.

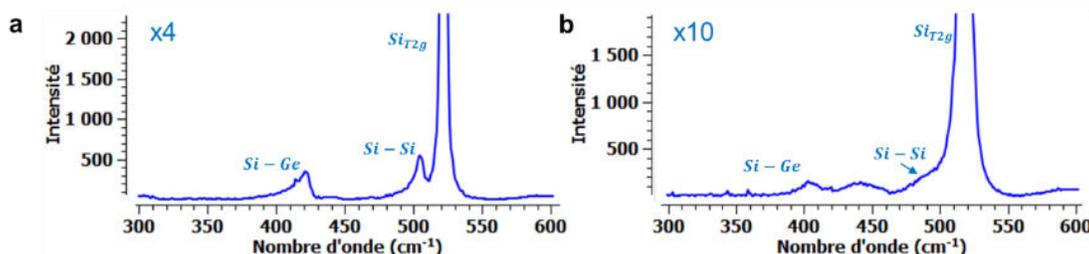


Figure 94 Spectres d’une structure de $\text{Si}_{0,47}\text{Ge}_{0,53}$ (a) et de $\text{Si}_{0,91}\text{Ge}_{0,09}$ (b) totalement relâchées comprenant les modes Si-Si et SiGe du SiGe et le mode $\text{Si}_{T_{2g}}$ du silicium.

¹ $\gamma_{\text{Si-Si}}^{\text{Si}_{T_{2g}}} = \frac{I_{\text{Si}_{T_{2g}}}}{I_{\text{Si-Si}}}$

4. 3. 2. Dispersion temporelle

Un des phénomènes importants qui vient perturber les mesures Raman concerne la dispersion temporelle, c'est-à-dire l'évolution du spectre Raman suivant le temps de mesure. Les variations de l'ensemble du spectromètre (bâti, miroirs, réseaux) soumis aux variations de l'environnement (température, pressions) induisent ces variations. Des mesures sur des temps importants (heures) ont permis de révéler cet effet, qui d'après les résultats peut se modéliser de manière linéaire (Figure 95 a) ou polynomiale (Figure 95 b) suivant le temps de mesure. L'erreur induite par cette dérive est importante, elle peut atteindre des écarts sur la détermination de la concentration en germanium pour une structure de $\text{Si}_{0,75}\text{Ge}_{0,25}$, allant jusqu'à un écart de 4 % (Figure 95 b).

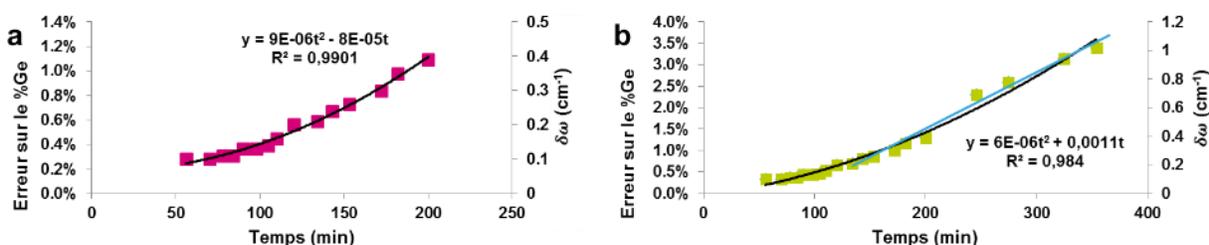


Figure 95 Décalages en fréquence $\delta\omega$ du mode Si-Si d'une structure de $\text{Si}_{0,75}\text{Ge}_{0,25}$ et la correspondance en écart de concentration en germanium pour une période courte (a) et une période longue (b)

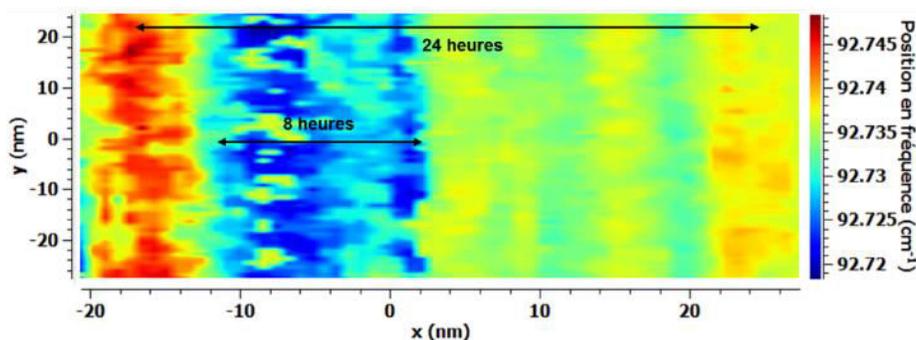


Figure 96 Positions en fréquence d'une raie plasma pendant une période de 30 heures pour une cartographie de $45\mu\text{m} \times 46\mu\text{m}$.

Néanmoins, cette dérive n'est en réalité pas continue puisque pour des acquisitions sur de longues périodes (plusieurs jours), elle est périodique, laissant observer des cycles jours/nuits (Figure 96) propres à l'environnement de travail.

4. 3. 3. Importance de la référence

L'ensemble de ces phénomènes peut être corrigé par l'utilisation d'une référence. L'importance de la référence spectrale a été précédemment abordée, cependant il est indispensable d'apprécier l'erreur induite par l'omission de cette dernière. La position en fréquence de la raie du Néon présente de manière sensible les mêmes variations que la position en fréquence de la raie Si.

La variation en fréquence de la raie néon ne dépendant que des conditions de mesure, elle permet donc de corriger la variation en fréquence de la raie Si (Figure 97).

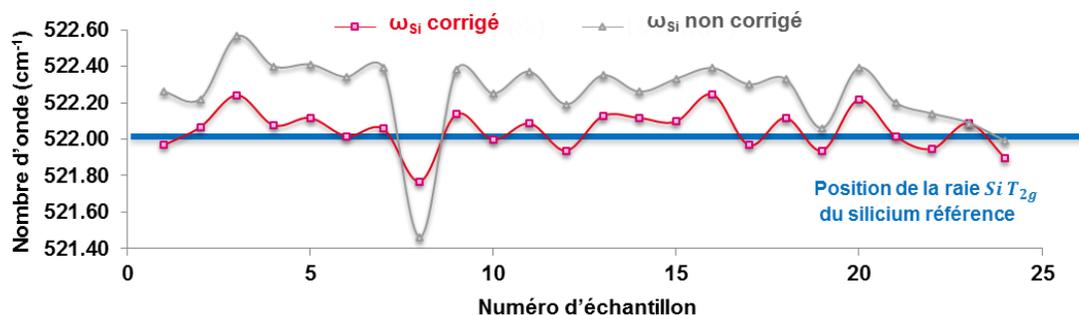


Figure 97 Comparaison de la position du mode Si T_{2g} d'un substrat de silicium référence corrigé et non corrigé pour plusieurs échantillons

Les valeurs ainsi corrigées de position en fréquence du mode Si T_{2g} présentent un écart type moindre ($0,12 \text{ cm}^{-1}$) par rapport aux valeurs non corrigées ($0,21 \text{ cm}^{-1}$). La comparaison des deux séries de mesures permet de révéler une différence moyenne d'environ $0,4 \text{ cm}^{-1}$, valeur sensiblement non négligeable puisque pour un composé pseudomorphique cela équivaut à une variation relative de concentration en germanium de 1 %, ce qui souligne l'importance de la référence dans les mesures Raman. La prise en compte de cette référence est effectuée par suivi de la position de la raie de référence sur chaque spectre mesuré (Figure 96) ou par convolution d'un spectre référence aux spectres mesurés (Figure 92) pour déterminer le décalage en fréquence de la même manière que pour la méthode par soustraction.

4. 3. 4. Choix de la longueur d'onde

Le choix de la longueur d'onde n'est pas anodin, comme décrit précédemment elle influence la profondeur de pénétration, la résolution spatiale et spectrale ainsi que la réponse Raman en termes d'intensité:

- **514 nm** : À cette longueur d'onde, pour les matériaux étudiés, il n'est pas question de résonance ou de pré-résonance cependant le faisceau étant très pénétrant ($0,7 \mu\text{m}$), et les couches étudiées de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ très fines ($<30\text{nm}$), le signal propre au substrat de silicium est prédominant. Le mode Si-Si du $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ reste donc faible et peu discernable par rapport au signal du silicium du substrat pour des concentrations en germanium entre 10 et 30 %.
- **363 nm** : Dans la mesure de structures d'une dizaine de nanomètres d'épaisseur, le faisceau sonde presque autant la couche de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ que le silicium du substrat, cependant le silicium étant résonant à cette longueur d'onde, la raie du mode Si T_{2g} est exaltée. Malgré cet effet

de résonance, le signal du mode Si-Si du $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ présente ici l'avantage d'être beaucoup plus discernable que pour une longueur d'onde de 514 nm.

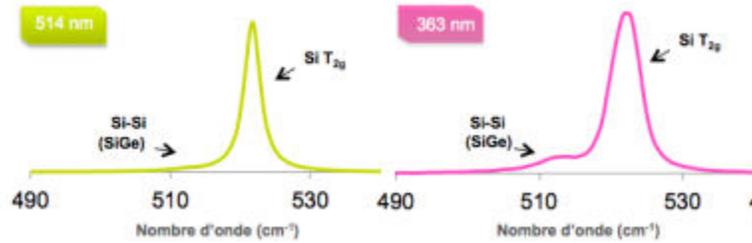


Figure 98 Spectres Raman pour les longueurs d'onde de 514 et 363 nm d'un échantillon de $\text{Si}_{0.7}\text{Ge}_{0.3}$ de 9 nm d'épaisseur épitaxié sur substrat Si

L'excitation dans le proche UV permet de restreindre la profondeur de pénétration du faisceau incident à la proche surface de la plupart des matériaux, elle est voisine de 10 nm pour le silicium lorsque l'on utilise une excitation à 363 nm, alors qu'elle est d'environ 0,7 μm à 514 nm (Tableau 7). La perte en résolution spectrale par rapport à une longueur d'onde de 514 nm étant faible, la longueur d'onde de 363 nm est donc tout à fait pertinente pour étudier les déformations de réseau et les contraintes dans les nanostructures.

4. 3. 5. Mesure de déformation

Dans de nombreuses publications [158], [160], [161], les modes de vibrations du $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ d'une structure épitaxiée suivant la direction de croissance (001) sous contrainte biaxiale sont décrits comme étant directement proportionnels à la concentration en germanium et la déformation dans le plan ϵ_{\parallel} , pour une certaine gamme de concentration en germanium. La position en fréquence de ces modes peut donc s'exprimer de la manière suivante :

$$\begin{cases} \omega_{\text{Si-Si}} = \omega_{\text{Si-Si}}^0 - a_{\text{Si-Si}}x + b_{\text{Si-Si}}\epsilon_{\parallel} \\ \omega_{\text{Si-Ge}} = \omega_{\text{Si-Ge}}^{0,x \rightarrow 0} - a_{\text{Si-Ge}}x + b_{\text{Si-Ge}}\epsilon_{\parallel} \\ \omega_{\text{Ge-Ge}} = \omega_{\text{Ge-Ge}}^0 - a_{\text{Ge-Ge}}x + b_{\text{Ge-Ge}}\epsilon_{\parallel} \end{cases} \quad (4. 3-1)$$

$\omega_{\text{X-Y}}$ correspond à la fréquence expérimentale du mode X-Y (avec X et Y correspondant à Si ou Ge), $\omega_{\text{X-Y}}^0$ la fréquence du mode T_{2g} du silicium pour $X=Y=\text{Si}$ et du mode du germanium pour $X=Y=\text{Ge}$, x est la concentration en germanium, $\omega_{\text{Si-Ge}}^{0,x \rightarrow 0}$ la fréquence du mode SiGe pour x proche de 0.

Par analogie avec les études sur des structures de Si contraint sur $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ [162], [163], des mesures de corrélation entre HRXRD et la spectroscopie Raman réalisées par différents auteurs ont permis de définir les valeurs de ces coefficients, dans une gamme de concentration de 5 à 55 % pour

le mode Si-Si [41], [150], [152], [164]. Pour le cas d'un composé totalement relâché¹ (sans déformations), le décalage en fréquence dépend uniquement de la composition en germanium, ce qui permet d'obtenir la valeur du coefficient a_{x-y} . Il apparaît de ces mesures que la fréquence ω_{Si-Si} du mode Si-Si varie quasi linéairement selon la composition :

$$\Delta\omega_{Si-Si}^{Totalement\ relâché}(x) = -a_{Si-Si}x = -62x \quad (4. 3-2)$$

D'après les équations (4. 3-1), il n'est pas possible de décorréler directement l'effet de la composition et de la déformation à partir de la simple mesure du mode Si-Si. Cependant, pour une structure pseudomorphe, la déformation ϵ_{\parallel} dépend de la composition en germanium suivant l'équation mécanique (2. 2-2), dépendant elle-même de la loi de Vegard (1. 4-2). Néanmoins, les mesures de variation de fréquence en fonction de la concentration en germanium démontrent aussi une variation linéaire [164]:

$$\Delta\omega_{Si-Si}^{Pseudomorphique}(x) = -a_{Si-Si}x + b_{Si-Si}\epsilon_{\parallel} = -30x \quad (4. 3-3)$$

En supposant que la relation (4. 3-1) reste valide entre ces deux états de contrainte, il est possible de déterminer la valeur du paramètre b_{Si-Si} en combinant les équations (4. 3-2) et (7. 2-6) [165]. Après détermination du coefficient b_{Si-Si} et en considérant une relaxation homogène, pour un domaine restreint de composition ($0,05 < x < 0,55$), la relation suivante permet donc d'exprimer l'écart en fréquence en fonction de l'état de déformation et de la composition en germanium [166]:

$$\Delta\omega_{Si-Si}^{relâché}(x, \epsilon_{\parallel}) = -a_{Si-Si}x + b_{Si-Si}\epsilon_{\parallel} = -62x - 850\epsilon_{\parallel} \quad (4. 3-4)$$

4. 3. 6. Simulation Raman

Pour l'étude de structures contraintes présentant un champ de déformation hétérogène, les équations précédemment établies ne sont plus valides, il est nécessaire d'utiliser des simulations. Une démarche similaire à celle proposée pour simuler les RSM en HRXRD peut être appliquée à la spectroscopie Raman (partie 3. 3. 4). Il s'agit de calculer les fréquences Raman à partir d'un tenseur ou d'un champ de déformation simulé par un modèle mécanique. À partir des valeurs des champs de déformation, il suffit de calculer les valeurs propres de l'équation séculaire (4. 1-11) [167] (Figure 99). Par la suite, les paramètres du modèle mécanique peuvent être ajustés afin de trouver le meilleur accord entre la simulation et l'expérience.

¹ $\epsilon_{\parallel} = 0$ pour un composé non déformé

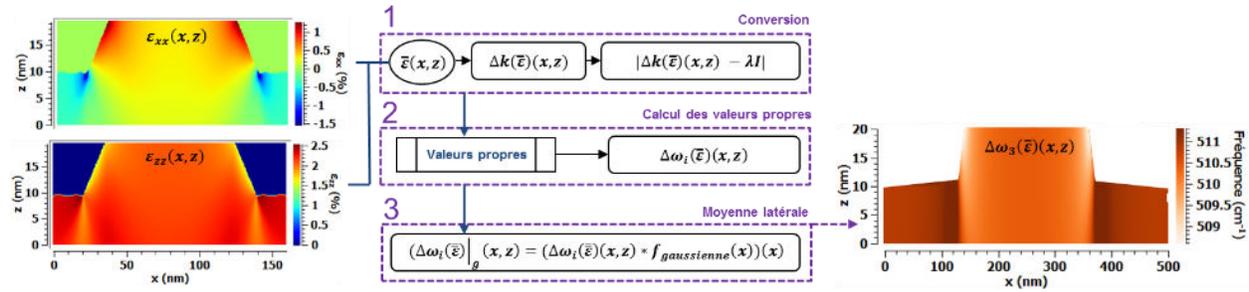


Figure 99 Illustration du procédé de simulation de la réponse Raman simplifié

Dans le cas où la simulation est utilisée pour simuler les résultats d'une cartographie ou d'un profil, il s'agit alors de calculer les nouveaux tenseurs $\Delta k(\bar{\epsilon})$ point par point et de moyenner les intensités relatives de chacun des modes en fonction de la profondeur et de la résolution latérale du faisceau (Figure 99 – étape 3). Cette moyenne est effectuée en convoluant les résultats par une fonction gaussienne dans le but de reproduire les propriétés du faisceau et du dispositif expérimental. Pour définir les paramètres de la fonction gaussienne à utiliser, des calibrations sur un échantillon connu sont indispensables.

4. 4. Spectroscopies Raman avancées

4. 4. 1. 1 Spectroscopie Raman en incidence oblique

La spectroscopie Raman en incidence oblique, liée au contrôle de l'état de polarisation des rayonnements d'excitation et diffusé [168], présente de nombreux avantages, en particulier dans le domaine de l'analyse des déformations dans les semiconducteurs. Ainsi, sur des cristaux cubiques tels que le Si, il devient possible d'observer la contribution des trois phonons (TO1, TO2, et LO), dont la dégénérescence est levée par les contraintes et, de cette façon, d'accéder à des informations complètes sur le tenseur des déformations. Cette caractérisation ne peut être donnée par la spectroscopie Raman en incidence normale « classique », celle-ci n'étant « sensible » qu'au phonon LO [169].

De même, par un choix judicieux de la polarisation de l'excitation dans le visible, il est possible d'exciter des effets de résonance plasmonique dans des nanostructures de Si (lignes ou tranchées de Si de largeurs et épaisseurs nanométriques) [170] amplifiant ainsi la réponse Raman de la structure et rendant possible sa caractérisation en termes de déformation. Cependant, en configuration oblique, l'empreinte du faisceau est supérieure à celle d'une configuration rétrodiffusée et dépend de l'angle d'inclinaison du faisceau. Par exemple, pour une longueur d'onde de 514 nm, un faisceau d'ouverture numérique de 0,45 et un angle de 60° , l'empreinte du faisceau sur l'échantillon est elliptique et de taille $\sim 1,6\mu\text{m} \times 1,4\mu\text{m}$ [170].

4. 4. 1. 2 Spectroscopie Raman exaltée

Afin de dépasser les limites de résolution spatiale de la spectroscopie Raman, il est possible de coupler la spectroscopie en incidence oblique avec des techniques de mesure en champ proche, tels que des microscopes à force atomique (AFM) ou encore à effet tunnel (STM). Le couplage de la spectroscopie Raman en incidence oblique avec une pointe AFM permet d'accéder à une meilleure résolution (50 nm). De plus, l'utilisation d'une pointe métallique (Ag ou Au) permet l'exaltation du signal, que l'on nomme effet TERS (« Tip Enhanced Raman Spectroscopy »)¹, intensifiant le signal jusqu'à un facteur de 10^6 . Cet effet est obtenu par une forte augmentation du champ électromagnétique, due à une résonance plasmon en surface² de la pointe métallique lorsque le faisceau est focalisé sur la pointe [72], [74], [171], [172].

Cependant, ces améliorations se font au détriment de la sensibilité aux différents modes qu'apporte l'incidence oblique. De plus, la quantité de matière sondée en champ proche est généralement bien moindre par rapport au champ lointain dans l'étude de nanostructures. Ainsi, malgré l'amplification, le signal associé au champ proche reste faible relativement au champ lointain, il devient alors difficile de dissocier les deux. Pour remédier à cela, il est possible d'envisager les solutions suivantes :

- Utiliser un système de polarisation afin de couper le champ lointain, ce qui peut réduire grandement le volume diffusant, induisant une perte importante de signal.
- Réaliser une double mesure : en premier temps le champ lointain, puis la double contribution champ lointain et champ proche dans le but de soustraire la contribution du champ lointain à la double contribution. Cette mesure s'effectuant en modulant la position de l'échantillon suivant sa normale.

Distinguer le champ lointain du champ proche n'est pas la seule difficulté, des artefacts et réflexions parasites sur la pointe peuvent modifier les polarisations incidentes et diffusées, l'alignement de la pointe doit ainsi être réalisé avec précision. Egalement, la réalisation de la pointe représente une étape critique, le dépôt métallique d'or ou d'argent doit être parfaitement homogène. Toutes ces difficultés rendent la technique TERS difficile à mettre en œuvre.

¹ Dans la même catégorie on peut citer le SERS (« Surface-enhanced Raman Scattering ») pour lequel l'exaltation du signal ne se fait pas à l'aide d'une pointe mais d'une surface métallique.

² Oscillations quantifiées de plasma

4. 5. Caractérisation des déformations par spectroscopie Raman

Les études exposées dans ce manuscrit portent sur l'analyse de structures de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ sur un substrat silicium ou FDSOI. Les mesures Raman sont effectuées à deux longueurs d'ondes, 514 nm et 363 nm, menant à des tailles de faisceau respectivement égales à 0,7 μm et 0,5 μm et une profondeur de pénétration aux alentours de 700 nm pour le visible¹ et environ 10 nm pour l'UV. Des études de calibrations seront exposées en premier lieu. Ensuite, nous explorerons la caractérisation d'une étape indispensable pour la formation du canal des pMOS sur substrat FDSOI : le processus de condensation, qui permet la formation d'une couche mince contrainte de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ enrichie en germanium. Puis, nous tâcherons d'explorer les capacités de la spectroscopie Raman au travers de simulations et du couplage de la technique avec la microscopie en champ proche.

4. 5. 1. Etudes de calibrations

Comme nous avons pu l'évoquer précédemment, il est possible de relier l'état de déformation et la concentration en germanium de l'alliage $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ aux fréquences des modes de vibrations par des relations linéaires. Nous établirons donc tout d'abord ces calibrations pour retrouver les relations et les coefficients associés pour la longueur d'onde de 363 nm.

4. 5. 1. 1 Calibrations des relations

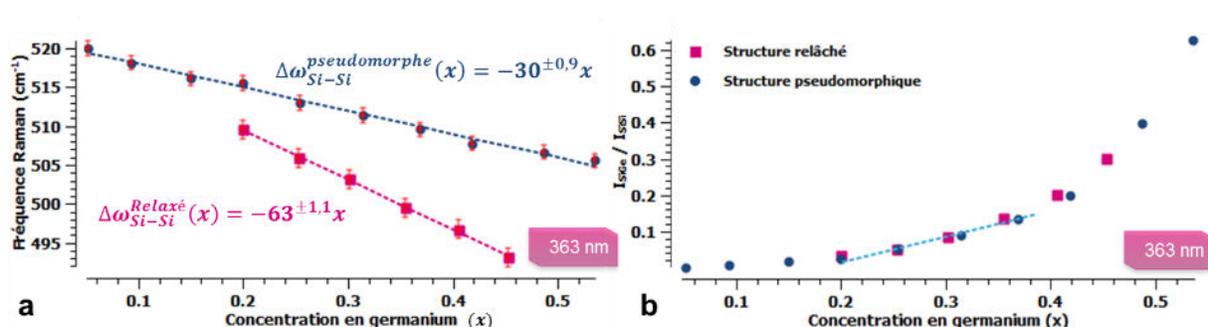


Figure 100 (a) Ecart en fréquence du mode Si-Si en fonction des concentrations en germanium déterminées par HRXRD pour les échantillons pseudomorphiques et totalement relâchés. Les points correspondent aux mesures et les lignes en tirets correspondent aux résultats de l'ajustement mathématique. (b) Rapport d'intensité entre les modes Si-Si et Si-Ge du SiGe pour les échantillons pseudomorphiques et totalement relâchés.

Une première série d'échantillons composés de couches de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ totalement relâchées, avec des compositions en germanium comprises entre 20 et 45 % [41]. Une seconde série de structures pseudomorphiques sera étudiée, d'épaisseurs comprises entre de 7 et 20 nm, de compositions allant de 5 à 52 % [164]. À partir de ces échantillons, des mesures de calibrations ont été opérées de la

¹ visible = 514 nm - UV = 363 nm et 325 nm

même manière que dans la partie (7. 2-6). Dans un premier temps, la concentration en germanium et les épaisseurs ont été déterminées par HRXRD, puis la position et l'intensité du mode Si-Si ont été extraites des spectres Raman pour chaque échantillon de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ (Figure 100) [173].

Il apparaît de ces mesures que les relations (4. 3-2) et (7. 2-6 (4. 3-3) sont bien linéaires, ce qui est cohérent avec les résultats de différents auteurs présentés en partie 4. 3. 5. Des coefficients légèrement différents sont obtenus pour les paramètres $a_{\text{Si-Si}}$ et $b_{\text{Si-Si}}$, cependant les valeurs sont dans la gamme d'incertitude des relations obtenues pour les différents types de structures :

$$\begin{cases} \Delta\omega_{\text{Si-Si}}^{\text{Totalement relaché}}(x) = -a_{\text{Si-Si}}x = -63^{\pm 1,1}x \\ \Delta\omega_{\text{Si-Si}}^{\text{Pseudomorphique}}(x) = -a_{\text{Si-Si}}x + b_{\text{Si-Si}}\varepsilon_{\parallel} = -30^{\pm 0,9}x \\ \Delta\omega_{\text{Si-Si}}^{\text{relaché}}(x, \varepsilon_{\parallel}) = -a_{\text{Si-Si}}x + b_{\text{Si-Si}}\varepsilon_{\parallel} = -63^{\pm 1,1}x - 850\varepsilon_{\parallel} \end{cases} \quad (4. 5-1)$$

Les modes Si-Ge et Ge-Ge sont difficiles à distinguer du bruit de mesure dans cette gamme de composition en germanium étant donné leurs faibles intensités et une largeur spectrale significativement étendue par rapport au mode Si-Si. Ces propriétés induisent une faible précision sur la détermination de la position de ces modes (Tableau 8). À partir des calibrations établies et la détermination des incertitudes associées, il apparaît donc que seul le mode Si-Si est viable dans cette gamme de composition ($x < 0,5$), dans nos conditions expérimentales et avec nos méthodes d'analyse. Ces résultats indiquent qu'il est possible d'extraire la concentration en germanium avec une justesse de $\pm 0,6 \%$ ¹ et une répétabilité de $\pm 0,3 \%$ pour un composé pseudomorphique possédant une concentration de 20 % en germanium (Tableau 8).

a	Plasma	Si	Si-Si	Si-Ge	Ge-Ge	b	% Ge	Déformation (%)
Ecarts de position² (cm⁻¹)	0,06	0,10	0,06	0,60	1,21	Ecarts	0,3	0,012

Tableau 8 (a) Ecarts types (2σ) des positions de la référence Plasma, des modes Si-Si et Si-Ge du $\text{Si}_{0,8}\text{Ge}_{0,2}$, et du mode Si T_{2g} du silicium extraites de spectres Raman de composés pseudomorphiques de $\text{Si}_{0,8}\text{Ge}_{0,2}$. (b) Ecarts types convertis en écarts de concentration en germanium et en déformation.

La mesure des rapports d'intensités (Figure 100) démontre le fait qu'ils sont en effet indépendants de la déformation, tel que décrit par les équations (4. 1-8). Ce résultat est en accord avec ceux obtenus dans la littérature [71], [142], [158], [164]. Cependant, une régression quadratique des rapports d'intensités (Figure 100 b) ne permet pas d'obtenir une précision suffisante pour pouvoir utiliser ces rapports d'intensités pour la détermination d'une concentration en germanium. La justesse d'utilisation de ce rapport d'intensité est meilleure que pour les positions ($\pm 0,2 \%$)³ mais la

¹ D'après l'incertitude de la régression affine (Figure 100)

² Deux fois l'écart type (2σ), calculé à partir de 12 spectres

³ D'après l'incertitude de la régression quadratique pour une concentration en germanium de 20 % (Figure 100)

répétabilité est bien moindre ($\pm 1.72\%$). La faible valeur de répétabilité est expliquée par la difficulté d'extraire l'intensité intégrée de manière fiable des modes Si-Si et Si-Ge. Tout du moins, en considérant une région étroite, plus particulièrement entre les concentrations de 20 à 30 %, et un écart faible $\delta x < 0,02$ de déformation entre les valeurs x_0 et $x_0 + \delta x$, les équations (4. 1-8) et les variations observées peuvent se linéariser suivant l'équation suivante:

$$\gamma_{Si-Si}^{Si-Ge} = I_{Si-Ge} / I_{Si-Si} \propto A\delta x \quad (4. 5-2)$$

Dans le but d'utiliser de cette relation pour déterminer la concentration en germanium des calibrations plus poussées doivent être menées, c'est-à-dire avec davantage d'échantillons. Cependant, pour des mesures d'écart entre des spectres (profils et cartographies), cette relation permet de détecter des variations de concentration en germanium en mesurant des écarts de la valeur γ_{Si-Si}^{Si-Ge} .

4. 5. 1. 2 Vérification des calibrations

Les calibrations précédentes ont été testées par la suite sur un lot de 11 échantillons avec des épaisseurs de couches de $Si_{1-x}Ge_x$ allant de 3,7 à 12 nm tels que vérifié en XRR et HRXRD (Figure 101 a) et une concentration en germanium de 15 à 30 %. Les films minces de $Si_{1-x}Ge_x$ ayant été déposés par épitaxie, les structures représentent un composé pseudomorphe et l'équation (7. 2-6) est donc utilisée pour déterminer la concentration en germanium (Figure 101 b). À titre de comparaison, des mesures HRXRD et SIMS ont également été effectuées.

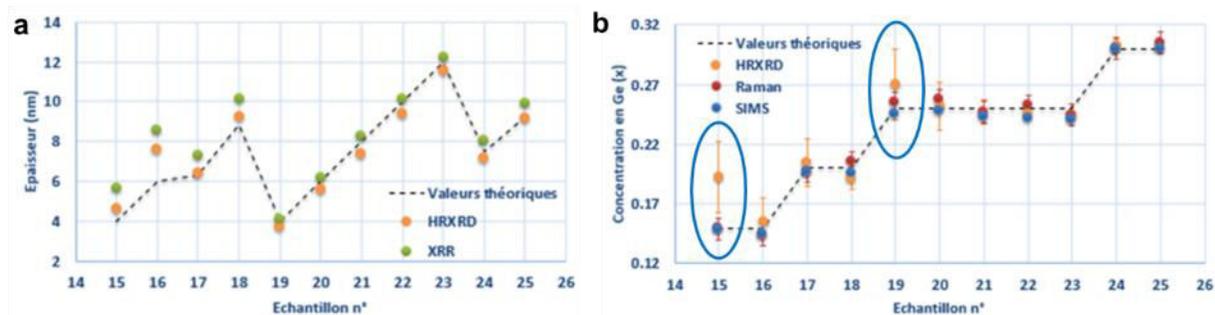


Figure 101 (a) Épaisseurs déterminées par HRXRD et XRR et (b) concentration en germanium déterminées par spectroscopie Raman, HRXRD et SIMS, pour une série de plaques non structurées de SiGe pseudomorphe sur substrat silicium

On ne peut pas identifier de manière affirmative la technique qui donne des valeurs exactes de concentration en germanium néanmoins les résultats obtenus à partir du SIMS et de la spectroscopie Raman sont tout à fait cohérents avec les valeurs attendues. La similarité entre les valeurs données par la HRXRD est quant à elle satisfaisante uniquement pour les fortes épaisseurs. Pour les faibles épaisseurs, les échantillons 15 et 19 (Figure 101), une différence non négligeable avec les autres techniques apparaît, allant jusqu'à 0,8 %. Cet écart est dû à l'élargissement conséquent

des figures de diffraction en HRXRD pour les couches minces tel que décrit en partie 3. 3. 1. 1. Une comparaison des écarts de valeurs entre les techniques donne le tableau suivant :

		Ellipsométrie	SIMS	HRXRD	HRXRD*	Raman	
Ecart (%Ge)	Raman	2,1 %	0,5 %	1,0 %	0,6 %	-	HRXRD*: Sans les échantillons de faible épaisseur 15 et 19
	Théorie	1,9 %	0,4 %	0,9 %	0,4 %	0,4 %	

Tableau 9 Ecart moyen de concentration en germanium entre les valeurs théoriques et les résultats des techniques d'ellipsométrie, de SIMS, d'HRXRD et de spectroscopie Raman.

Si l'on se réfère aux valeurs théoriques et la cohérence des résultats du Raman, il est alors possible d'affirmer que la méthode utilisée offre un moyen de déterminer la concentration en germanium d'une structure pseudomorphique avec une justesse avoisinant les $\pm 0,4$ %. Cette valeur est identique pour la HRXRD sur l'ensemble des échantillons de fortes épaisseurs. La spectroscopie Raman semble être en accord avec la HRXRD pour les couches de fortes épaisseurs et représente donc une alternative à la HRXRD pour la détermination du pourcentage en germanium des structures pseudomorphiques de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ de faibles épaisseurs (jusqu'à 4 nm). L'étape suivante est alors de déterminer si elle peut aussi représenter une alternative ou un complément dans des structures plus complexes telles que le $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ sur FDSOI.

4. 5. 2. Etude du procédé de condensation

Les technologies FDSOI requièrent la présence d'une couche de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ contrainte à forte concentration en germanium, sur un oxyde mince, en remplacement du canal en Si. Le processus de condensation permet d'obtenir une telle structure, néanmoins il est complexe, il doit être surveillé en matière d'homogénéité de composition et de déformation. L'objectif est de conserver l'état de déformation induit par l'hétéro-épitaxie du $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ sur le silicium pendant le processus de condensation et d'obtenir une couche homogène en composition chimique et en état de déformation [174].

4. 5. 2. 1 Processus de condensation

La couche de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ à forte concentration en germanium est obtenue par un processus d'oxydation et de diffusion de la couche de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ épitaxiée sur substrat FDSOI [175] (Figure 102). Sous atmosphère de O_2 et à haute température (entre 950 et 1150°) le silicium de la couche de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ s'oxyde de manière préférentielle, rejetant le germanium vers la couche inférieure de silicium. Cette oxydation préférentielle du silicium est due à la grande valeur négative de l'énergie libre de Gibbs pour former l'oxyde de silicium, comparé à la valeur de formation de l'oxyde de germanium¹.

¹ En théorie il n'y a donc pas formation de GeO_2 dans le processus de condensation

Ces étapes de recuit peuvent éventuellement entraîner un relâchement de la contrainte au sein du matériau et donc supprimer le caractère pseudomorphe de la structure [31], [176], [177].

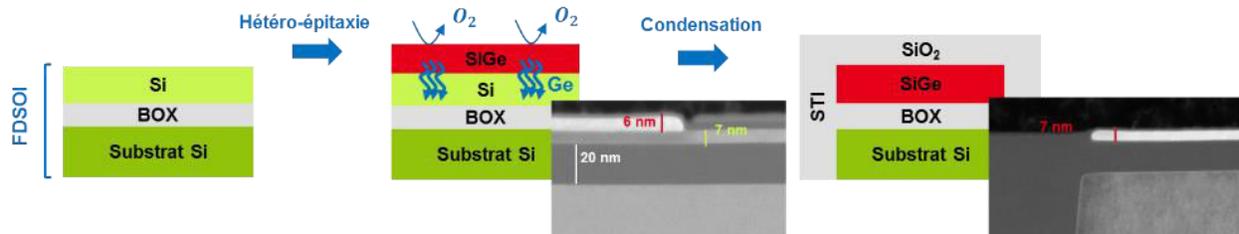


Figure 102 Schéma simplifié des étapes de formation d'une couche condensée de SiGe sur substrat FDSOI

4. 5. 2. 2 Profils et cartographies Raman

Pour la caractérisation du procédé de condensation, nous avons étudié des échantillons venant de plaquettes produit sur lesquelles nous avons réalisé des profils et des cartographies spatiales. L'étude est effectuée sur une structure de mesure de $50 \mu\text{m} \times 100 \mu\text{m}$, avant et après condensation du $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$, déposée sur substrat FDSOI. Les images Raman présentées sont obtenues en enregistrant point par point les spectres avec un pas de 400 nm et de 100 nm pour les profils. Les images et profils sont ensuite construits à partir des informations contenues dans les spectres : fréquence, largeur et intensité des modes de vibration du $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$. Dans l'étude, nous avons utilisé à la fois les fréquences Raman du mode Si-Si et le rapport d'intensité $\gamma_{\text{Si-Si}}^{\text{Si-Ge}}$.

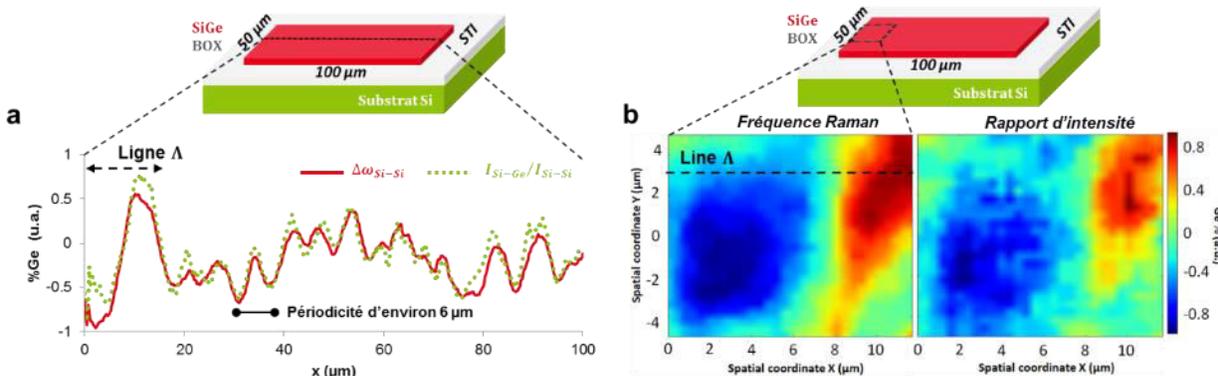


Figure 103 Schémas de la structure de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ étudiée et (a) profil et (b) cartographie de la variation en fréquence $\Delta\omega_{\text{Si-Si}}^{\text{exp}}$ du mode Si-Si et du rapport d'intensité $\gamma_{\text{Si-Si}}^{\text{Si-Ge}}$ converti en concentration en germanium en unité arbitraire. La cartographie est effectuée en bord de structure de mesure où les variations les plus importantes ont été observées.

En premier lieu, l'analyse avant condensation ne montre pas de changement significatif des spectres Raman. Les cartographies et profils ne sont donc pas présentés dans ce manuscrit. Les écarts de fréquence observés sont inférieurs à la résolution spectrale ($\langle\Delta\omega_{\text{Si-Si}}\rangle = 0,06 \text{ cm}^{-1}$) : il est donc possible d'affirmer que la zone de mesure est homogène, ou tout au moins ne représente pas un écart de concentration en germanium arbitraire de plus de 0,2 % et une déformation horizontale

de 0,007 %. Bien au contraire des analyses en fréquence et en rapport d'intensité après condensation qui ont permis quant à elles de mettre en évidence une variation significative de la position en fréquence ($\langle \Delta\omega_{SiSi} \rangle = 0,18 \text{ cm}^{-1}$) et du rapport d'intensité, spécialement en bord de structure (Figure 103 a). Que ce soit sur la cartographie (Figure 103 b) ou le profil (Figure 103 a), le rapport d'intensité entre les modes Si-Ge et Si-Si (γ_{Si-Si}^{Si-Ge}) et les variations de position du mode Si-Si ($\Delta\omega_{Si-Si}$) suivent les mêmes variations, ce qui indique que les variations de la position du mode Si-Si sont principalement induites par une variation de la concentration en germanium et non une relaxation éventuelle de l'état de déformation. Ces résultats indiquent la formation d'une inhomogénéité spatiale de composition en germanium après le procédé de condensation.

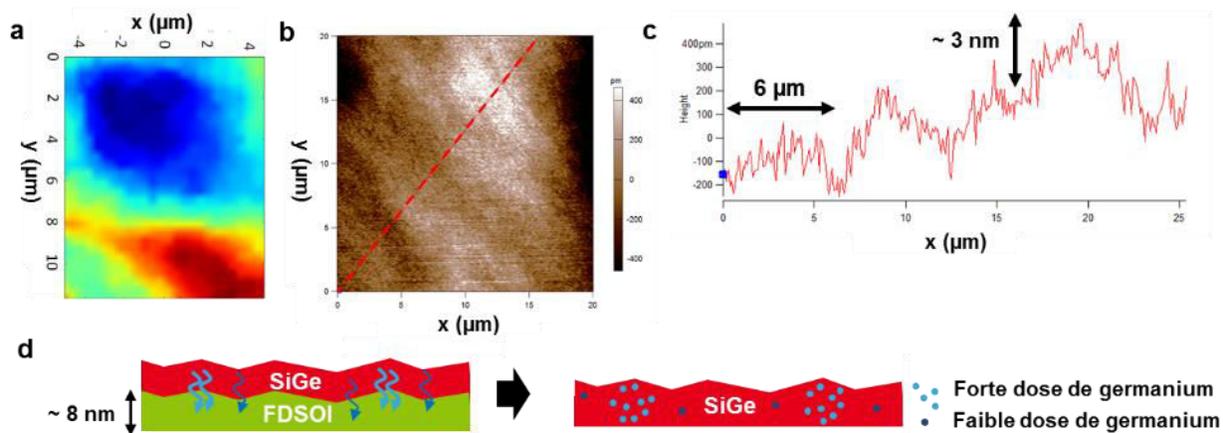


Figure 104 (a) Cartographie de la variation en fréquence $\Delta\omega_{Si-Si}^{exp}$ du mode Si-Si. (b) Image AFM de la surface de l'échantillon et (c) profil suivant la diagonale de l'image AFM. (d) Schéma du mécanisme expliquant l'inhomogénéité en concentration en germanium de la couche de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ après le processus de condensation.

Le profil (Figure 103 a) met de plus en évidence l'effet périodique des variations, avec une périodicité d'environ 6 μm . Des mesures AFM du substrat FDSOI avant le dépôt de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ révèlent une rugosité fortement corrélée avec les variations observées (Figure 104 a/b) et possédant une période identique (Figure 104 c). Ces résultats laissent à envisager un lien étroit entre le procédé de condensation et la topographie du substrat FDSOI. Des résultats récemment publiés présentent des mesures et des conclusions similaires, proposant même un mécanisme (Figure 104 d) [178]. Dans le cas de couches minces, la rugosité ($\sim 3 \text{ nm}$) devient significative par rapport à l'épaisseur de la structure ($\sim 8 \text{ nm}$), l'impact des différences d'épaisseur locales sur la diffusion du germanium semble alors non négligeable. La rugosité de surface entraîne une ségrégation du germanium plus ou moins importante dans les couches de SiGe, suite au procédé de condensation. Une cartographie plus étendue permet de mettre en évidence le caractère étendu de cet effet (Figure 105 d).

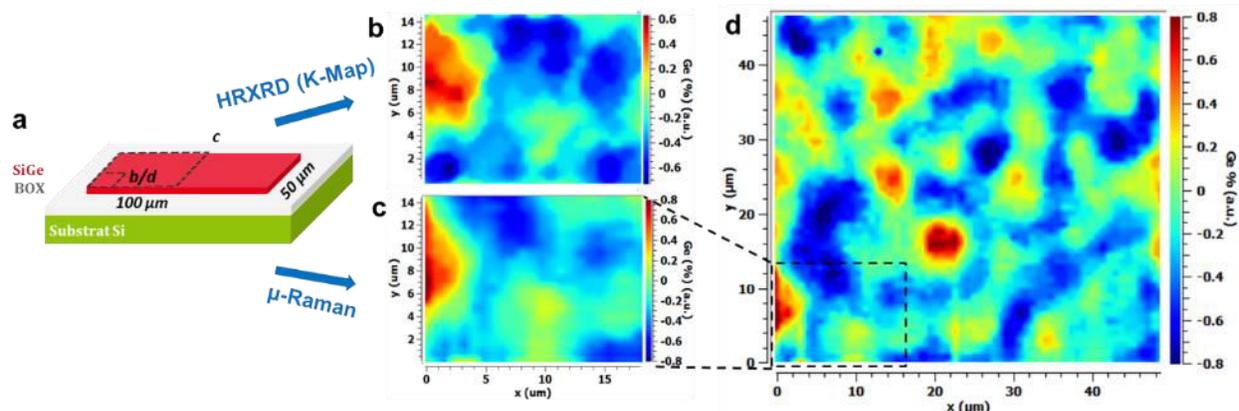


Figure 105 (a) Schéma de la structure de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ étudiée. (b) Cartographie de la position verticale de la figure de diffraction 004 mesurée en HRXRD convertie en concentration en germanium arbitraire. (c) Cartographies d'une zone de $14 \times 14 \mu\text{m}^2$ et de (d) $50 \times 50 \mu\text{m}^2$ de la variation en fréquence $\Delta\omega_{\text{Si-Si}}^{\text{exp}}$ du mode Si-Si converti en concentration en germanium arbitraire.

Il est à noter que l'ensemble de ces résultats est donné en faisant l'hypothèse que la couche épitaxiée de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ est restée pseudomorphe, même après le procédé de condensation. Dans le but de pouvoir s'assurer de la validité de l'hypothèse selon laquelle la structure est parfaitement pseudomorphique, une comparaison avec de la HRXRD est requise. Et pour ce faire, il faut disposer d'un faisceau de rayons-X de taille suffisante, permettant de la même façon de cartographier la surface de la structure avec un pas sub-micrométrique. Ces résultats ont donc été corrélés à des mesures de nano diffraction X réalisées sur la ligne ID01 de l'ESRF avec une résolution spatiale équivalent à celle du Raman (taille de faisceau de $500 \times 700 \text{ nm}^2$). L'analyse HRXRD fournit davantage de détails sur les déformations du réseau, l'inclinaison, la composition et les fluctuations d'épaisseur, à une échelle inférieure au micron. Bien que complexe, du fait d'un signal faible, d'une tache de diffraction étendue et du nombre de RSM à analyser ($\sim 25\,000$ RSM), l'analyse de l'ensemble de ces paramètres mène à la même conclusion que les mesures Raman (Figure 105 b/c). Ce résultat confirme l'hypothèse mise en place selon laquelle les variations observées sont majoritairement induites par une inhomogénéité de la concentration en germanium. Il en ressort que les variations observées en diffraction de rayons-X sont moindres (écart de $\pm 0,2\%$ (u.a.)) par rapport à la cartographie obtenue en spectroscopie Raman, indiquant un effet de relaxation des déformations, non pris en compte dans les résultats Raman.

4. 5. 3. Exploration des limites de résolution de la spectroscopie Raman

La caractérisation de l'homogénéité de concentration en germanium et en déformation de structures planaires minces de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ est primordiale pour le développement de procédé microélectronique¹ et a permis de comparer des mesures HRXRD et Raman. Cependant, l'objectif

¹ Notamment pour la formation du canal des transistors

de la thèse est avant tout de déterminer l'état de déformation local des structures. Dans le but d'explorer les limites de résolutions spatiales de la spectroscopie Raman, un ensemble de mesures ont été opérées sur un équipement μ -Raman et un équipement TERS.

4. 5. 3. 1 Spectroscopie μ -Raman

La première série de mesures, ont été effectuées par μ -Raman sur un ensemble de réseaux de lignes de $\text{Si}_{0,7}\text{Ge}_{0,3}$ sous-gravées, tel qu'étudié en HRXRD dans l'exemple de la partie 3. 4. 2. Les différentes lignes étudiées disposent de périodes de 1000, 500, 300, 160, 90 et 64 nm, avec une largeur de demi-période. Les structures planaires étudiées jusqu'à présent possédaient un état parfaitement pseudomorphique ou totalement relâché, cependant lorsque la structure n'est plus parfaitement sous contrainte biaxiale les équations utilisées précédemment (4. 5-1) ne sont plus directement applicables. Il est alors nécessaire d'avoir recours à des simulations. Les résultats HRXRD ont aussi indiqué que les différentes structures sont fortement hétérogènes en matière de déformation. Les zones minces de $\text{Si}_{0,7}\text{Ge}_{0,3}$ (10 nm) disposant d'un état de déformation supérieur par rapport aux zones épaisses (20 nm) pour les structures de période 160 nm ($\langle \Delta \varepsilon_{xx} \rangle_{A/B} = -0,39\%$ et $\langle \Delta \varepsilon_{zz} \rangle_{A/B} = -0,21\%$). À partir des champs de déformation utilisés pour la simulation des RSM, des simulations Raman ont alors été opérées, permettant d'estimer l'écart en fréquence $\langle \Delta \omega_{\text{Si-Si}} \rangle_{A/B}$ moyen entre les deux zones respectivement nommées A et B (Figure 106). Dans une première démarche, la largeur à mi-hauteur du faisceau est définie à 500 nm pour opérer une moyenne latérale des fréquences Raman. L'écart en fréquence $\langle \Delta \omega_{\text{Si-Si}} \rangle_{A/B}$ est estimé à $1,5 \text{ cm}^{-1}$ pour les lignes de 1000 nm et à $1,17 \text{ cm}^{-1}$ pour les lignes de 500 nm.

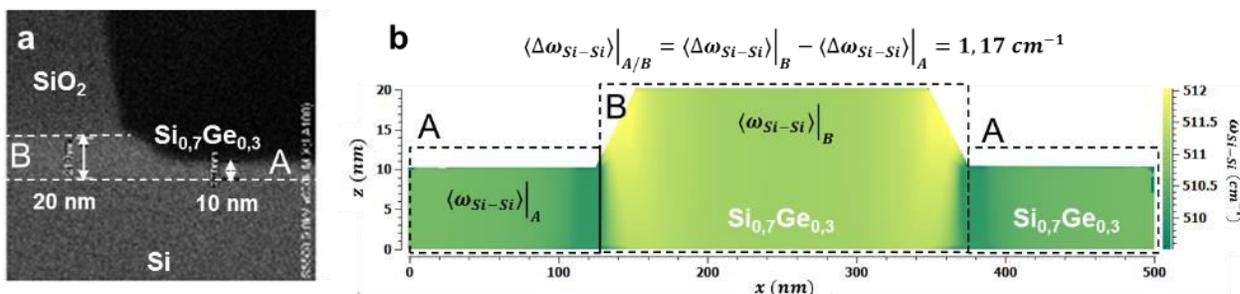


Figure 106 (a) Image TEM de la structure de $\text{Si}_{0,7}\text{Ge}_{0,3}$ de période 500 nm. (b) Simulation de la fréquence du mode Si-Si pour un réseau de lignes de $\text{Si}_{0,7}\text{Ge}_{0,3}$ de période 500 nm à partir de la simulation du champ de déformation

Les mesures sur des lignes de 1000 nm permettent d'observer un écart moyen entre les lignes et la partie gravée de $\langle \Delta \omega_{\text{Si-Si}} \rangle_{A/B}^{1000\text{nm}} = 1,7 \text{ cm}^{-1}$. Pour les lignes de 500 nm l'écart en fréquence est de $\langle \Delta \omega_{\text{Si-Si}} \rangle_{A/B}^{500\text{nm}} = 0,2 \text{ cm}^{-1}$ (Figure 106). Quant à l'ensemble des mesures sur des lignes de tailles inférieures, elles ne permettent pas de distinguer d'écart de fréquence. La valeur d'écart calculée à partir des simulations ($\langle \Delta \omega_{\text{Si-Si}} \rangle_{A/B}^{1000\text{nm}}$) est corrélée avec la mesure pour les lignes de 1000 nm, tandis que la mesure sur les lignes de 500 nm fournit un écart de fréquence bien en deçà

de cette valeur théorique. Les mesures HRXRD sur les lignes de 160 nm démontrent pourtant que l'écart de déformations entre les deux zones est significatif. On devrait donc observer un écart non négligeable pour les lignes de période intermédiaire de 500 nm, comme l'indiquent les simulations (Figure 106).

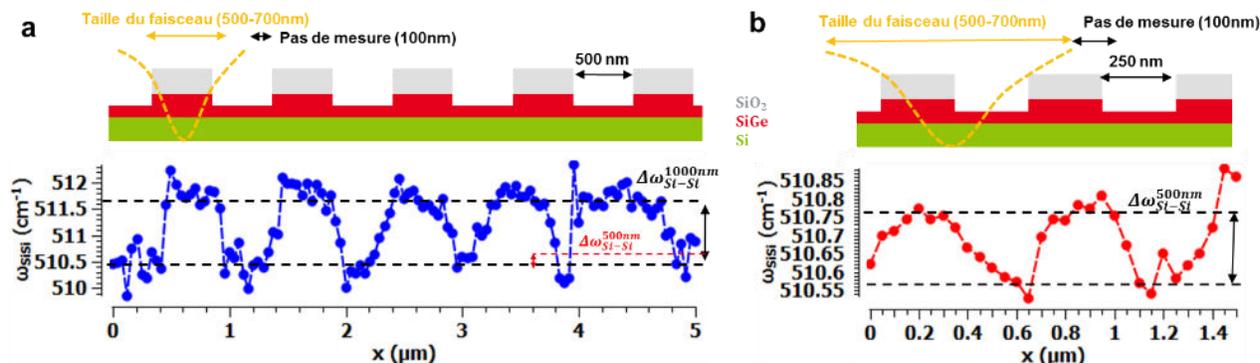


Figure 107 Schéma de la structure mesurée et profil de position en fréquence du mode Si-Si du $\text{Si}_{0,7}\text{Ge}_{0,3}$ le long de la structure de période 1000 (a) et 500 nm (b)

Les mesures sur les lignes de 1000 nm permettent donc de bien distinguer les écarts de déformation, sans fournir une résolution suffisante pour pouvoir décrire les variations entre les deux domaines. En effet, les variations locales de fréquence observées sont de l'ordre de $0,2 \text{ cm}^{-1}$, le même ordre de grandeur que la déviation standard des écarts en fréquence ($0,28 \text{ cm}^{-1}$). Bien que les mesures semblent décrire un profil de relaxation cohérent, la fiabilité des mesures est bien trop faible pour pouvoir conclure à ce sujet. Les mesures sur les lignes de 500 nm ne permettant quant à elles de ne distinguer aucun de ces deux aspects. Avec le μ -Raman, dans ces conditions expérimentales, pour ce type d'échantillon, il ne semble donc pas possible de distinguer idéalement des états de déformation (valeurs moyennées) à des résolutions inférieures à 500 nm.

4. 5. 3. 2 STM-TERS

Pour tenter d'étendre les limites observées dans l'exemple précédent, des tests ont été opérés sur un équipement TERS composé d'un STM¹ et d'un spectromètre Raman Labram HR800, installé au laboratoire LPICM de l'école polytechnique de Palaiseau [179]. Les mesures concernent les échantillons DIVA de la partie 3. 4. 1., et une zone de mesure non structurée de $50 \mu\text{m} \times 100 \mu\text{m}$, plus simple que la structure précédemment étudiée. Les réseaux de lignes de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ étudiés possèdent des périodes de 10.000, 4000 et 1000 nm, des largeurs égales à 5000, 2000 et 500 nm, et enfin des épaisseurs de 10, 20 et 30 nm. Le faisceau est incliné de 60° , de longueur d'onde 633 nm focalisé sur une pointe d'or avec un objectif à longue distance de travail ($\text{ON}=0,45$).

¹ Un système SPM smartSPM-1000 équipé d'une tête STM

Dans ces conditions, la quantité de matière sondée est importante étant donné que le faisceau à cette longueur d'onde pénètre de plusieurs micromètres ($\sim 3\mu\text{m}$) dans la structure et le substrat. Dès lors, le signal provenant du champ lointain de la structure est faible par rapport au signal du substrat. Cependant, en théorie, l'effet TERS permet d'exalter le signal en surface et ainsi de percevoir un signal amplifié pour le $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ [75], [76], [180]. Le fait est qu'expérimentalement, même pour les structures de plus fortes épaisseurs (30 nm), le signal du mode Si-Si se distingue peu de celui du substrat, malgré la forte concentration en germanium¹ (40 %) (Figure 108 a).

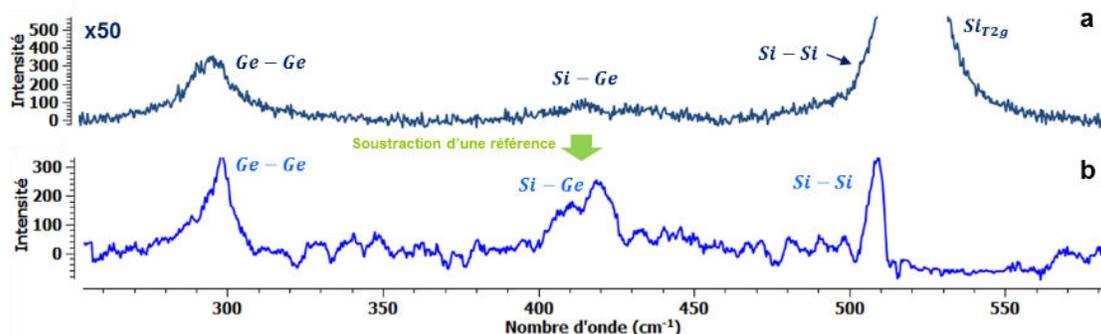


Figure 108 Spectres de la structure de $\text{Si}_{0.6}\text{Ge}_{0.4}$ d'épaisseur 30 nm avant (a) et après (b) soustraction du signal de référence du substrat en silicium.

Dans ce cas, l'utilisation de la méthode d'analyse par soustraction d'une référence, vue en partie 4. 3. 1, est indispensable. Elle permet de séparer de manière plus que satisfaisante le spectre du champ lointain du champ proche (Figure 108 b) puisque l'analyse directe ne permet sur aucune mesure d'extraire la position du mode Si-Si. Malgré cela, l'ensemble des mesures sur les réseaux de lignes ne présentent pas de résultats probants.

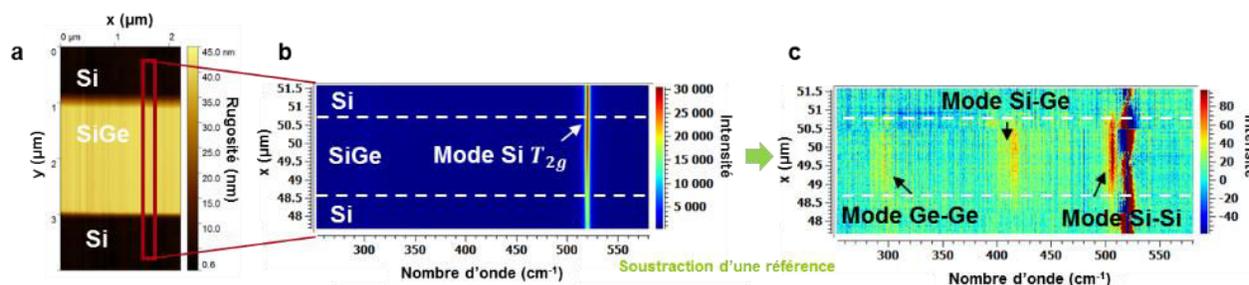


Figure 109 Image STM de la structure mesurée (a). Spectres de la structure de $\text{Si}_{0.6}\text{Ge}_{0.4}$ d'épaisseur 30 nm et de période 4000 nm avant (a) et après (c) soustraction du signal de référence du substrat en silicium.

Par exemple, pour la ligne de période 4000 nm des variations sont observables, mais l'écart maximal ($\Delta\omega_{\text{Si-Si}}^{\text{max}} = 0,3^{\pm 0,42} \text{ cm}^{-1}$) est du même ordre de grandeur que l'incertitude sur la détermination de la position du mode Si-Si ($0,42 \text{ cm}^{-1}$) (Figure 109). Seule la mesure en bord de la

¹ Une forte concentration en germanium implique une intensité moindre pour le mode Si-Si, mais un décalage en fréquence important par rapport au mode SiT_{2g} du substrat en silicium

zone de mesure de $50 \mu\text{m} \times 100 \mu\text{m}$ présente un signal suffisant pour pouvoir observer des variations significatives de position du mode Si-Si ($\Delta\omega_{\text{Si-Si}}^{\text{max}} = 2^{\pm 0,33} \text{ cm}^{-1}$). Dans ce cas, l'incertitude de détermination de la position en fréquence du mode Si-Si après soustraction de la référence est de $0,26 \text{ cm}^{-1}$, ce qui est comparable aux mesures sur l'équipement μ -Raman sur les échantillons de plus faible période ($0,28 \text{ cm}^{-1}$), vue en partie 4. 5. 3. 1. À noter que des variations semblables sont aussi observées sur les modes Ge-Ge et Si-Ge mais nous limiterons notre analyse au mode Si-Si.

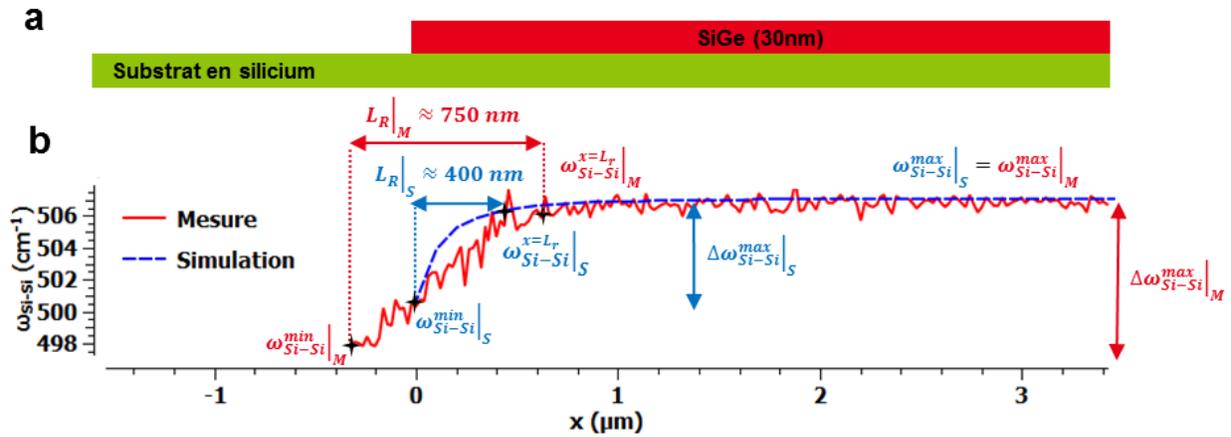


Figure 110 (a) Schéma du bord de la zone de mesure de $\text{Si}_{0,6}\text{Ge}_{0,4}$ de $50 \mu\text{m} \times 100 \mu\text{m}$ et de 30 nm d'épaisseur. (b) Positions en fréquence mesurées et simulées du mode Si-Si du SiGe en bord de la zone de mesure.

Pour comparaison aux mesures, un profil de variation de la position en fréquence du mode Si-Si a été généré à partir du modèle analytique présenté en partie 2. 3. 2. La variation mesurée est qualitativement cohérente avec les effets de relaxations observées en HRXRD en bord de lignes (Partie 3. 4. 1) et présente un profil semblable à la simulation (Figure 110). À première vue, un décalage est tout de même observé entre le modèle et la mesure. Pour une comparaison plus quantitative, nous avons défini une longueur de relaxation L_r caractérisée par la distance à partir de laquelle la fréquence du mode Si-Si atteint 10 % de l'écart en fréquence entre la valeur maximale et minimale (Figure 110):

$$\Delta\omega_{\text{Si-Si}}^{x=L_r} = \left| \omega_{\text{Si-Si}}^{x=L_r} - \omega_{\text{Si-Si}}^{\text{max}} \right| = 0,1 \left| \omega_{\text{Si-Si}}^{\text{min}} - \omega_{\text{Si-Si}}^{\text{max}} \right| = 0,1 \Delta\omega_{\text{Si-Si}}^{\text{max}} \quad (4. 5-3)$$

La longueur de relaxation extraite des simulations est d'environ 400 nm et de 750 nm pour la mesure. La valeur obtenue par les simulations (400 nm) est cohérente avec les observations sur le champ de déformation de cette étude et d'autres [181], [182]. Ce décalage, en plus de l'écart de profil entre la simulation et la mesure, peut s'expliquer par la dimension étendue du faisceau, non prise en compte dans la simulation. L'effet TERS, qui est local, ne devrait pas subir l'impact de la taille du faisceau, ce qui incite à penser que le signal du champ lointain prend fortement le dessus par rapport à l'effet TERS, ne permettant pas de distinguer de variations de fréquence pour ces réseaux

de lignes. Les expériences présentées n'ont donc pas permis d'atteindre une résolution inférieure à celle obtenue en μ -Raman.

4. 6. Conclusion

Les relations obtenues dans la partie 4. 5. 1 permettent de déterminer l'état de déformation et la concentration en germanium d'une couche pseudomorphique ou relâchée de manière homogène. Afin d'obtenir ces résultats, des mesures HRXRD sur des structures épaisses sont nécessaires, dans le but de calibrer la réponse spectrale de la spectroscopie Raman en amont des mesures. Ces calibrations sont donc fortement dépendantes des résultats HRXRD et de la corrélation entre les deux techniques. Meilleures sont les calibrations, plus justes seront les mesures Raman. Une fois que la dépendance des fréquences et intensités des modes de vibrations par rapport aux déformations et compositions chimiques est connue pour un type de couche, il est possible de caractériser cette dernière sans avoir recours à de nouvelles calibrations. Il est difficile d'améliorer la répétabilité et la fiabilité des mesures, cependant au regard des résultats présentés dans ce manuscrit, il semble possible et indispensable d'améliorer les calibrations avec la mesure d'une quantité plus significative¹ d'échantillons, possédant des concentrations en germanium plus proches.

L'homogénéité de la contrainte et de la composition en germanium dans le plan de croissance, dans les structures de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ sur silicium, est un paramètre essentiel pour la réalisation de circuits intégrés à haute mobilité utilisant ces matériaux. Et comme nous avons pu le voir, la spectroscopie Raman a permis la caractérisation d'une structure après condensation, à une échelle micrométrique, plus simplement qu'en HRXRD. L'utilisation de simulations apporte un intérêt conséquent dans le but de prédire les résultats des mesures. Cependant, nous avons vu que la résolution spatiale du faisceau utilisé en spectroscopie Raman fait qu'il n'est pas possible de sonder le champ de déformation des structures sub-micrométriques avec une résolution comparable à la HRXRD. En conclusion, cette technique a présenté des avantages complémentaires à la HRXRD, notamment la capacité de pouvoir mesurer des structures minces de manière rapide [173]. Les deux techniques sont complémentaires en termes de résolution spatiale. L'intégration d'équipement Raman en industrie, qui est possible, est donc aussi nécessaire [183]–[187].

Les techniques Raman avancées possèdent aussi des atouts par rapport à la μ -Raman, néanmoins leurs capacités doivent être davantage testées sur les matériaux semi-conducteurs tels que le $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$. Les résultats obtenus sur le bord de la structure démontrent les performances et l'intérêt de l'algorithme de soustraction, néanmoins ce résultat ne présente que peu d'intérêt pour

¹ Il faudrait au moins disposer d'échantillons comportant des variations de quelques dixièmes de pourcentage.

Conclusion

la caractérisation des déformations. L'ensemble des résultats sur les réseaux de lignes ne permettent pas d'extraire le signal du $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ de manière suffisante. L'effet TERS n'est donc pas suffisant dans ce type de structures pour permettre de visualiser les variations des modes du $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ ou bien les conditions expérimentales ne sont pas adaptées à cette caractérisation. Pour ce type de structures, un faisceau de longueur d'onde dans l'UV semble indispensable, mais il n'existe à ce jour pas de pointe permettant d'exalter le signal. Dans ce cas précis, la mesure TERS n'a pas apporté de bénéfice par rapport à la mesure en μ -Raman. Dans le but de pouvoir caractériser convenablement les longueurs de relaxations observées, de l'ordre de 400 nm, qui sont utiles aux développements des technologies usant des contraintes, une résolution spatiale d'au moins 100 nm semble indispensable.

Conclusion

5. Contrôle industriel des contraintes en microélectronique

Dans ce chapitre, nous présenterons les moyens mis en place afin d'établir une méthode de mesure des contraintes en ligne de production. Nous avons précédemment mis en évidence la capacité de la HRXRD à mesurer des champs de déformations de manière non destructive, sur des structures équivalentes aux transistors embarqués dans les produits. La suite de cette étude consiste à mettre en place un outil de traitement numérique permettant d'extraire le champ de déformation de manière rapide, résolue et systématique pour de multiples types de structures. Les méthodes permettant l'analyse des RSM sont pour le moment restreintes à des analyses ponctuelles nécessitant un opérateur, il s'agit donc d'étendre leurs capacités pour opérer des analyses simples et automatiques. Nous démontrerons donc comment explorer l'évolution de champ de déformation en utilisant un ensemble de RSM mesurées à différentes étapes de fabrication de transistors pMOS. À cette fin, deux procédures automatiques et précises ont été développées et mises en place. La première met en œuvre une analyse directe des RSM, sans recours à des modélisations, permettant un suivi rapide. La seconde est une méthode basée sur l'utilisation d'une librairie de RSM générée à partir de modèle de simulation de champs de déformation. Elle permet d'accéder à une description fine des champs de déformation dans les structures. Les deux méthodes sont entièrement automatisées, elles dessinent le chemin vers une analyse des déformations totalement automatisée, pendant le processus de fabrication.

5. 1. Métrologie en HRXRD

L'étude portant sur l'intégration d'une méthode de suivi des déformations s'est focalisée sur l'utilisation avancée de l'équipement industriel d'HRXRD disponible en ligne de fabrication chez STMicroelectronics. Le rôle de cette intégration est de fournir aux opérateurs de salle blanche et aux ingénieurs une mesure rapide et fiable de l'état de déformation d'une structure, à chaque étape de fabrication, pour contrôler ou optimiser celle-ci.

5. 1. 1. Equipement JVX7300

Historiquement, l'utilisation des équipements d'HRXRD était limitée à la R&D et la caractérisation en laboratoire, du fait de seuil de détection faible et de taille de faisceau très large. Cette limitation se traduit par des mesures de HRXRD très longues et peu compatibles avec le suivi de procédés en ligne de production. En industrie, la dimension décroissante des structures de mesure (< 100 μm) nécessite l'utilisation de faisceau de rayons-X de plus en plus brillants (maximum de flux sur une surface d'analyse minimale).



Figure 111 JvX7300, équipement HRXRD et XRR pour la métrologie des rayons-X en ligne.

Le JvX7300 (Figure 111), équipement d'HRXRD industriel, a été tout spécialement conçu dans le but satisfaire les besoins d'une métrologie des déformations en salle blanche. Il possède une double capacité : il peut être utilisé pour de la réflectivité des rayons-X (XRR) ou de la diffraction des rayons-X haute résolution (HRXRD) [188]. Il fournit la possibilité de réaliser des mesures automatisées, et de caractériser des structures sur des échantillons plans ou structurés. Grâce à sa configuration, il permet la mesure dans des zones intégrées aux plaques de production, mais aussi une capacité de cadence de mesure élevée. Il est principalement doté des éléments suivant :

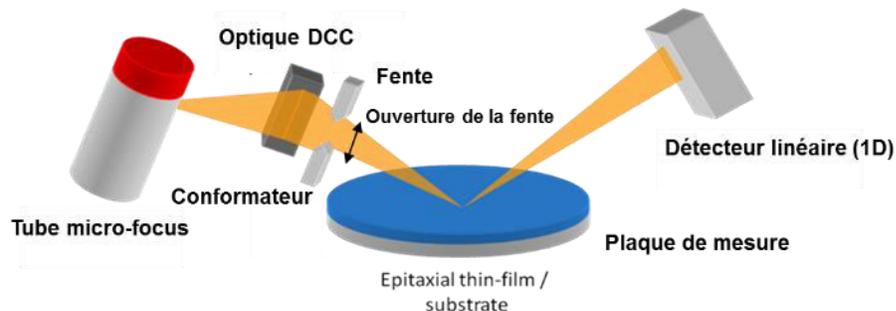


Figure 112 Schéma simplifié de la configuration instrumentale du JvX7300

- Un tube microfocus avec une brillance de l'ordre de 10^{11} photons/s/mm², une optique DCC¹ et un système de fentes. L'ensemble permet de fournir un faisceau convergent de faible taille ($\sim 50 \mu\text{m} \times 50 \mu\text{m}$).
- Un détecteur linéaire possédant une résolution spatiale d'environ $\sim 50 \mu\text{m}$ (taille latérale d'un pixel), soit l'équivalent de $0,0085^\circ$ (Figure 112). Ce détecteur nouvelle génération possède 1280 pixels, ce qui permet de mesurer plusieurs valeurs de 2θ en même temps (1280 valeurs)² [189], [190].
- Un microscope optique et des algorithmes de reconnaissance de forme permettant la localisation automatiquement des structures.

¹ Doubly Curved Crystals : cristaux doublements incurvés

² Acceptante angulaire verticale de $10,85^\circ$

L'ensemble des moteurs, le chargement des plaques, l'alignement et les mesures sont automatisés et définis par des recettes et procédures préalablement configurées. Ainsi, cet instrument industriel permet de mesurer de manière automatique un lot de plaques, et ce dans un but de développement et de contrôle des procédés de fabrication.

5. 1. 1. 1 Acquisition des RSM

Actuellement utilisée pour la caractérisation de couches minces, dans le suivi de l'état de contrainte, de la stœchiométrie et de l'épaisseur des couches épitaxiées, l'équipement a démontré sa capacité à mesurer des films de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ de quelques nanomètres d'épaisseur, avec une grande sensibilité aux déformations ($< 10^{-4}$) [53]. Dès lors, la technique requiert d'être étendue au suivi de structures plus complexes. Le détecteur 1D présent sur l'équipement, de par sa sensibilité et sa résolution, permet actuellement de faire l'acquisition de RSM de manière routinière sur des structures nanométriques.

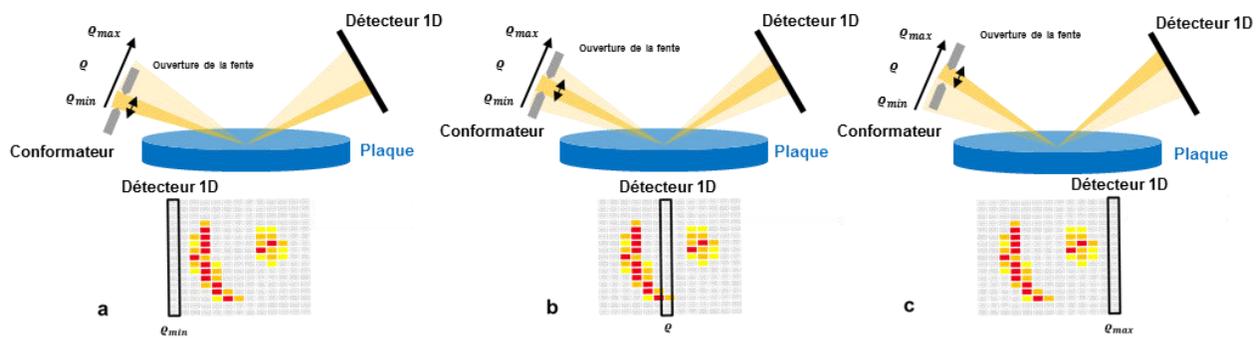


Figure 113 Illustration des configurations d'acquisition et de la zone mesurée correspondante de la figure de diffraction, en fonction de la position du conformateur. (a) Position minimale ϑ_{min} , (b) position intermédiaire ϑ et (c) position maximale ϑ_{max} .

L'acquisition des RSM requiert, sur les équipements classiques, un mouvement mécanique des axes du diffractomètre pendant l'acquisition. Le J VX7300 possède quant à lui la particularité d'avoir une source et un détecteur fixe pendant la durée d'acquisition. L'acquisition des RSM se fait en déplaçant non pas le détecteur mais un 'conformateur de faisceau' (Figure 113). Ce conformateur compose le système de fentes situé en sortie de la source (Figure 112). À chaque position de ce conformateur, correspondant à un angle incident, une acquisition par le détecteur est effectuée (Figure 113), et l'ensemble des acquisitions forme la RSM (Figure 114 a). Sur cet équipement, ce n'est pas la gamme, ni le pas des angles du diffractomètre qui définissent l'amplitude de la cartographie et sa résolution, mais c'est la position du conformateur et l'ouverture de la fente.

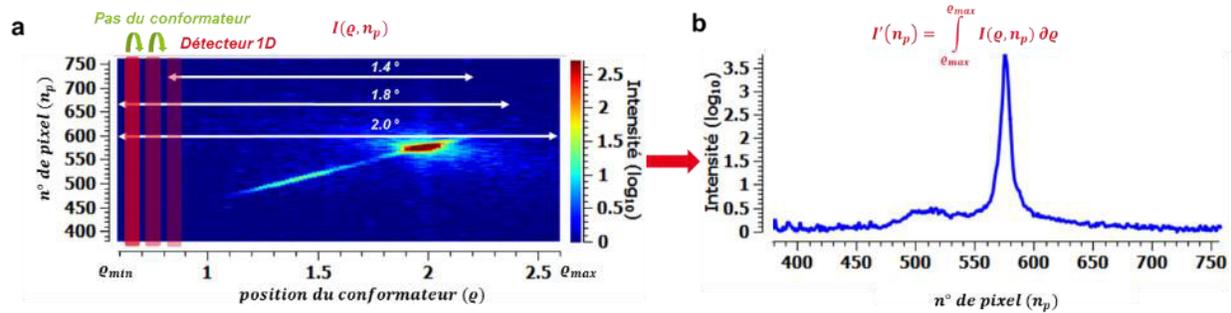


Figure 114 (a) RSM 004 telle que mesurée par le détecteur (dans l'espace réel) et (b) intégration du signal suivant l'ensemble des positions du conformateur

La limite basse de l'ouverture de la fente est théoriquement proche de la taille des pixels du détecteur, tandis que la limite haute est déterminée selon le degré d'exigence de la résolution pour la mesure. L'amplitude de positionnement de la fente permet quant à elle de déterminer l'étendue d'acquisition des angles du faisceau incident. La gamme angulaire maximale utilisée est de 2° , mais suivant la mesure nous limiterons celle-ci à $1,8^\circ$ ou $1,4^\circ$ (Figure 114 a). La taille de pixel définit le balayage minimal : il est inutile de balayer l'espace réciproque avec un pas inférieur à $50 \mu\text{m}$ dans l'espace réel, ce qui équivaut à une ouverture angulaire de $0,0085^\circ$. Enfin, la gamme d'angles diffusés est fixée par la position et la taille du détecteur. Une acquisition avec la fente ouverte au maximum équivaut à intégrer l'ensemble du signal suivant la direction attribuée aux positions du conformateur (Figure 114 b).

5. 1. 1. 2 Référence et conversion des RSM

Le détecteur 1D du JVX7300 est fixé autour d'une position nominale, centrée sur la position théorique du silicium, qui dépend de la réflexion mesurée. Cette position absolue n'est pas modifiée pendant l'acquisition, pour autant, la position de la figure de diffraction peut légèrement varier autour de cette valeur entre les différentes acquisitions. Ainsi, à chaque analyse des RSM, le pic du substrat doit être détecté et analysé (Figure 115 a). La position obtenue à partir de l'analyse, correspondant à un pixel et une position du conformateur, est convertie en position angulaire (Figure 115 b). Cette position permet la conversion en angle (Figure 115 b) et dans l'espace réciproque (Figure 115 c). En conséquence, elle sert de référence à l'ensemble de l'acquisition. Sur ce type d'acquisition, la justesse des mesures est ainsi en grande partie déterminée par la localisation de la position du substrat. Nous évoquerons cet aspect par la suite.

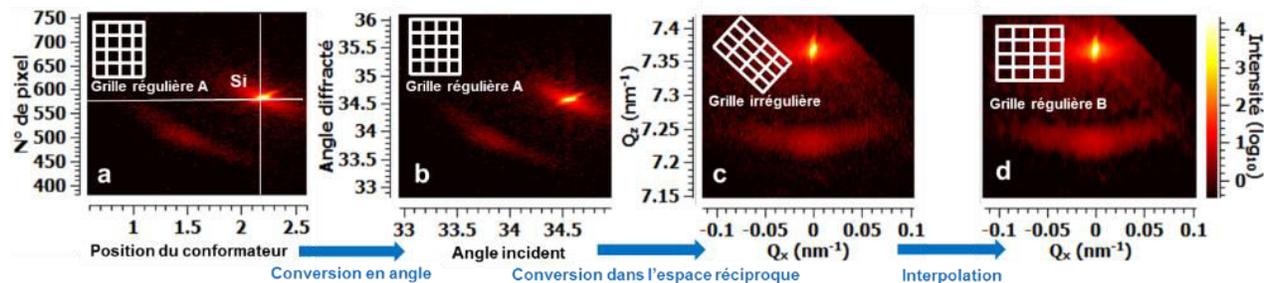


Figure 115 (a) RSM brute, mesurée en fonction de la position du conformateur. (b) RSM après détection de la position du silicium et la conversions en angle. (c) RSM convertie dans l'espace réciproque avec une grille irrégulière. (d) RSM convertie dans l'espace réciproque avec une grille régulière.

Ajoutées à cela, les relations permettant de passer de l'espace réel à l'espace réciproque ne sont pas linéaires (3. 2-4), ainsi les valeurs obtenues dans l'espace réciproque ne forment pas une grille régulière (Figure 115 c), contrairement aux RSM dans l'espace réel (Figure 115 a/b). Les valeurs de l'espace réciproque sont donc interpolées en une grille régulière pour permettre l'analyse des données (Figure 115 d). Cette interpolation est primordiale, car suivant l'espacement entre les positions de la nouvelle grille, une perte d'information peut se produire ou des artefacts peuvent apparaître.

5. 1. 1. 3 Résolution et temps d'acquisition

Comme décrit précédemment, un système de fente permet de sélectionner l'étendue spatiale du faisceau sur le JVX7300, et de facto la résolution et le flux de rayons-X. C'est donc son ouverture et le pas de déplacement qui déterminent majoritairement les conditions expérimentales. À titre d'exemple, une trop grande ouverture de faisceau va drastiquement dégrader la résolution des RSM, et en contrepartie l'intensité mesurée sera augmentée (Figure 116). Un gain en résolution implique une perte de flux, il faut donc augmenter le temps d'acquisition pour contrebalancer cet effet et obtenir suffisamment de signal.

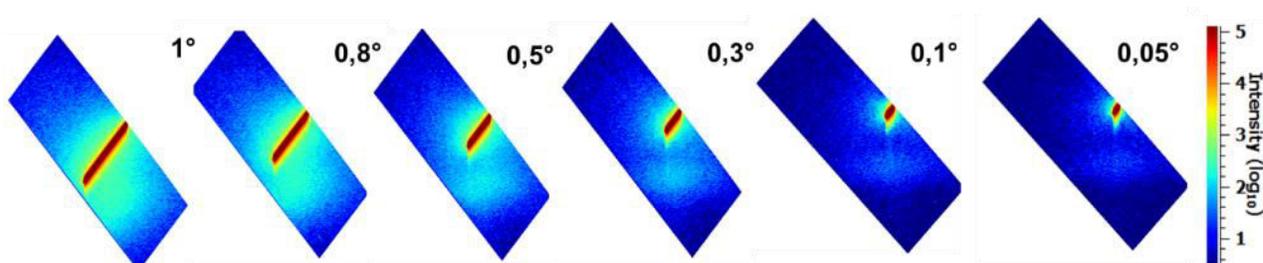


Figure 116 RSM 004 mesurées avec différentes ouvertures de fentes, de 0,05 à 1 °.

L'optimisation des réglages de l'acquisition est une affaire de compromis, qui varie en fonction de la structure étudiée et des besoins. Une structure avec une figure de diffraction peu étendue nécessite une haute résolution et réciproquement. Avantageusement, une figure étroite est synonyme de structures avec des dimensions importantes et donc un volume diffractant suffisant

pour ne pas avoir à augmenter le temps de comptage. Dans les cas étudiés dans ce manuscrit, les figures de diffraction sont de manière générale étendues, la résolution n'est donc pas le critère déterminant, comparé à l'intensité du signal. De plus, dans un contexte de métrologie industrielle, il est difficile d'envisager des acquisitions longues, les mesures présentes dans ce manuscrit sont donc limitées à une durée d'une heure (Figure 117).

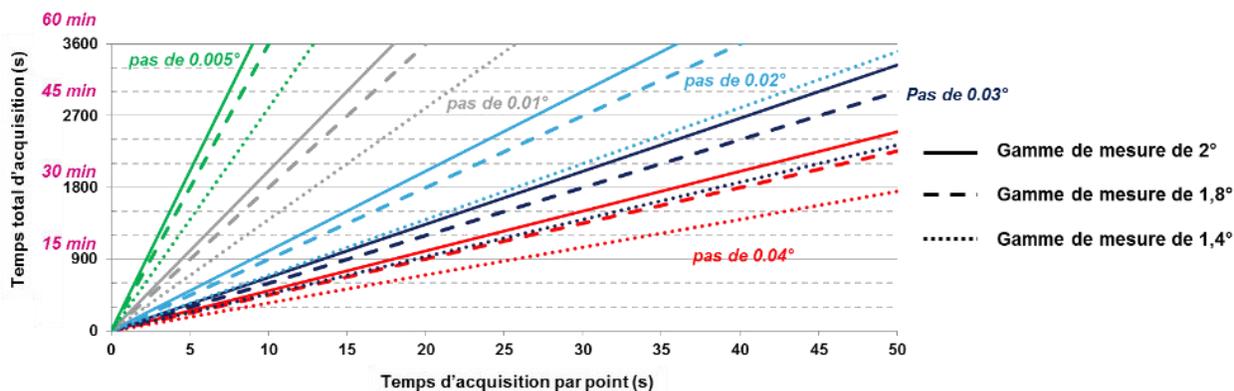


Figure 117 Temps de mesure en fonction du pas de mesure, de son étendue et du temps d'acquisition par pas

La très grande majorité des mesures ont été effectuées avec un pas de 0.02° et une ouverture angulaire de $1,8^\circ$, soit un temps d'acquisition de 40s par acquisition (Figure 117). Le pas a été déterminé expérimentalement, afin d'avoir une résolution suffisante, et l'ouverture déterminée par la distance entre la position de la figure de diffraction du SiGe par rapport à celle du silicium.

5. 1. 1. 4 Résolution minimale théorique

La résolution minimale théorique est définie par les caractéristiques du détecteur. Ce dernier, à position fixe, possède 1260 pixels d'une taille de $50 \mu\text{m}$, ce qui impose une limite de résolution verticale et de balayage. Cette résolution minimale peut s'exprimer dans l'espace réciproque à partir de l'équation (3. 1-10), les résultats sont présentés dans le Tableau 10. Ces valeurs reflètent l'écart entre les pixels du détecteur dans l'espace réciproque. Elles donnent un ordre de grandeur, mais ne permettent cependant pas de définir la résolution minimale réelle. Pour ce faire, des tests expérimentaux doivent être effectués.

	Résolution du détecteur		Pas du conformateur	
	004	$\bar{1}\bar{1}5$	004	$\bar{1}\bar{1}5$
$\delta q_x \text{ (nm}^{-1}\text{)}$	$1,11 \cdot 10^{-3}$	$9 \cdot 10^{-8}$	$1,11 \cdot 10^{-3}$	$8 \cdot 10^{-5}$
$\delta q_z \text{ (nm}^{-1}\text{)}$	$1,16 \cdot 10^{-3}$	$5,3 \cdot 10^{-4}$	$1,58 \cdot 10^{-3}$	$1,92 \cdot 10^{-3}$
$\delta \varepsilon_{xx} \text{ (\%)} $	-	$<0,001$	-	0,003
$\delta \varepsilon_{zz} \text{ (\%)} $	0,015	0,006	0,021	0,021

Tableau 10 Résolutions minimales théoriques déterminées à partir de la taille des pixels du détecteur et du pas du conformateur

5. 1. 2. Évaluation de la qualité métrologique des RSM du J VX7300

Avant de déployer un nouveau système sur une ligne de production, il doit être caractérisé et calibré afin de vérifier que les mesures et les systèmes d'analyse correspondent aux exigences de contrôle du produit mesuré. Pour ce faire, il existe plusieurs notions élémentaires, dont la fidélité et la justesse. Une mesure fidèle implique que plusieurs mesures sur le même objet sont proches les unes des autres, tandis qu'une mesure juste signifie que les données sont proches des 'vraies' valeurs de la mesure (Figure 118).

5. 1. 2. 1 Notions de métrologie

On caractérise la fidélité d'une mesure ou d'une méthode par sa répétabilité et sa reproductibilité. La répétabilité désigne la capacité d'un opérateur ou d'une procédure à répéter de façon cohérente la même mesure, dans les mêmes conditions. Tandis que la reproductibilité désigne la capacité d'un instrument à reproduire de façon cohérente la même mesure, dans les mêmes conditions. La fidélité est donc un concept statistique qui détermine la proximité entre chaque valeur mesurée, déterminée en mesurant plusieurs fois le même échantillon. Dans le cadre de mesures automatisées, on peut séparer la contribution à la fidélité de la partie mesure à celle de la partie automatisme. Quant à la justesse, qui est aussi un concept statistique, elle est estimée par rapport à la proximité à une référence, théorique ou expérimentale (Figure 118). On qualifiera une mesure juste et fidèle comme étant exacte.

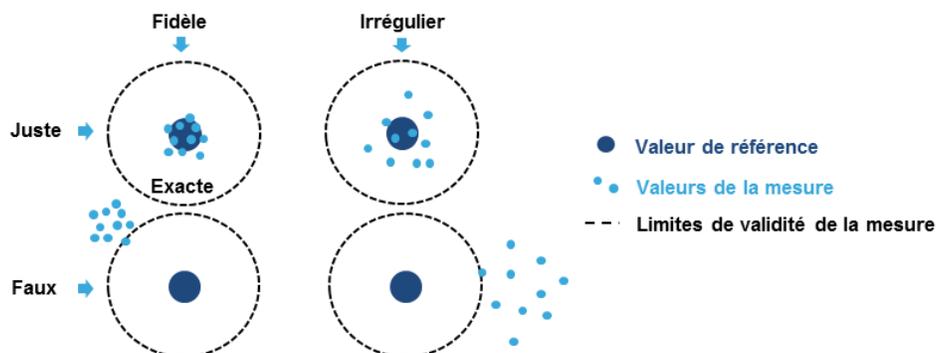


Figure 118 Illustration des notions de fidélité et justesse

La qualité des mesures et de l'analyse dépend grandement de la structure étudiée, des conditions expérimentales et de la méthode utilisée. Leur évaluation doit se faire pour des conditions et pour une méthode donnée. Aussi, l'ensemble des études qui suivent sont effectuées avec une structure d'épaisseur 30 nm de $\text{Si}_{0,7}\text{Ge}_{0,3}$ épitaxié en pleine plaque sur un substrat de silicium. Cette épaisseur étant la valeur maximale étudiée dans ce manuscrit, l'étude de cette structure permet d'évaluer à minima les qualités métrologiques de l'équipement et des méthodes de mesure.

5. 1. 2. 2 Fidélité

Pour évaluer plus en détail la résolution expérimentale minimale que l'on peut espérer avoir, des mesures de fidélité ont été mises en œuvre sur la structure de $\text{Si}_{0,7}\text{Ge}_{0,3}$. L'ensemble des tests est basé sur des ajustements entre des coupes suivantes \vec{q}_x et \vec{q}_z des cartographies de l'espace réciproque. Les pics de diffraction de couches minces sont ajustés avec une fonction de Laue et le pic du substrat à une pseudo-fonction de Voigt¹ (Figure 119)(Annexe 7. 1.). En amont de l'utilisation de ces fonctions, nous avons d'abord évalué la fidélité de la méthode d'ajustement. L'ensemble des tests statistiques présentent des résultats convergeant vers une valeur moyenne inférieure à $1.10^{-5} \text{ nm}^{-1}$, et ce pour des configurations symétriques et asymétriques. Cette valeur est parfaitement négligeable puisqu'elle équivaut à une valeur de déformation inférieure à 0,001 % (écart de concentration en germanium inférieur à 0,001 % pour un composé $\text{Si}_{0,7}\text{Ge}_{0,3}$). Nous la considérerons comme le seuil de précision des méthodes d'analyse.

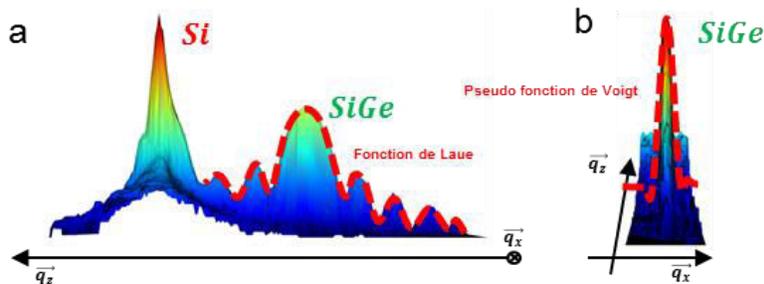


Figure 119 Illustration des fonctions utilisées pour l'évaluation de la fidélité instrumentale

Un ensemble de 15 mesures sur le même échantillon pour différentes acquisitions a été opéré pour l'évaluation des incertitudes. Les valeurs obtenues sont reportées dans les Tableau 11 et Tableau 12. Les incertitudes converties à des valeurs physiques donnent une fidélité de détermination de l'épaisseur et de la concentration en germanium respectivement égales à 0,19 nm et 0,26 %, dans le cas d'une structure de $\text{Si}_{0,7}\text{Ge}_{0,3}$ d'épaisseur 30 nm. Bien évidemment, ces valeurs limites sont à considérer en prenant l'hypothèse que chaque paramètre peut être déterminé de manière indépendante, ce qui n'est pas strictement le cas.

	SiGe		Si	
	004	$\bar{1}\bar{1}5$	004	$\bar{1}\bar{1}5$
$\sigma(q_x) \text{ (nm}^{-1}\text{)}$	$2,6 \cdot 10^{-4}$	$2,6 \cdot 10^{-4}$	$2,8 \cdot 10^{-4}$	$2,8 \cdot 10^{-4}$
$\sigma(q_z) \text{ (nm}^{-1}\text{)}$	$1,0 \cdot 10^{-4}$	$9,0 \cdot 10^{-4}$	$4 \cdot 10^{-5}$	$4 \cdot 10^{-5}$
$\sigma(\varepsilon_{xx}) \text{ (\%)} $	-	0,010	-	0,011
$\sigma(\varepsilon_{zz}) \text{ (\%)} $	0,013	0,010	<0,001	<0,001

¹Une pseudo-fonction de Voigt est la somme d'une fonction gaussienne et d'une fonction lorentzienne ayant la même position et la même aire. Cette fonction permet de décrire les profils des pics de diffraction de structure homogènes.

Tableau 11 Écart type de détermination de la position de pics de diffraction à partir de RSM 004 et $\bar{1}\bar{1}\bar{5}$

L'ensemble de ces résultats sont dépendants du rapport signal sur bruit et de l'intensité relative du SiGe par rapport au signal du substrat de silicium et de la forme des pics. Suivant la direction \vec{q}_x , la largeur et la forme des pics sont sensiblement les mêmes et en conséquence l'incertitude l'est aussi (Tableau 11). Suivant la direction \vec{q}_z , l'incertitude sur la détermination du centre du pic est plus faible pour le substrat de silicium (Tableau 11). Dans cette direction, les pics n'ont pas la même forme et intensité, le silicium est plus étroit et intense, résultant en une incertitude moindre.

	SiGe		Si	
	004	$\bar{1}\bar{1}\bar{5}$	004	$\bar{1}\bar{1}\bar{5}$
$\sigma(\Delta q_x) (nm^{-1})$	$1,5 \cdot 10^{-4}$	$3 \cdot 10^{-5}$	$2,8 \cdot 10^{-4}$	$7 \cdot 10^{-5}$
$\sigma(\Delta q_z) (nm^{-1})$	$1,9 \cdot 10^{-4}$	$4 \cdot 10^{-5}$	$4 \cdot 10^{-5}$	$1,1 \cdot 10^{-4}$
$\sigma(\Delta \varepsilon_{xx}) (\%)$	-	0,001	-	0,002
$\sigma(\Delta \varepsilon_{zz}) (\%)$	0,003	<0,001	<0,001	0,001

Tableau 12 Écart type de détermination de la largeur à mi-hauteur de pics de diffraction à partir de RSM 004 et $\bar{1}\bar{1}\bar{5}$

Les incertitudes sur la détermination de la largeur des pics de diffraction sont globalement plus faibles pour les RSM $\bar{1}\bar{1}\bar{5}$, à l'exception de la direction \vec{q}_z pour le substrat de silicium (Tableau 12). Ces résultats sont bien moins évidents à interpréter, ils sont possiblement induits par le fait que la distance entre le silicium et le SiGe est plus importante pour les RSM $\bar{1}\bar{1}\bar{5}$ ou encore par l'écart d'échantillonnage entre la RSM 004 et $\bar{1}\bar{1}\bar{5}$.

5. 1. 2. 3 Justesse

La justesse de l'équipement peut être évaluée au regard de la capacité de l'équipement mais aussi en comparaison avec un équipement de référence.

Justesse d'acquisition

Nous avons vu précédemment, en partie 5. 1. 1. 2, que la détermination de la position du silicium est essentielle, elle définit en grande partie la justesse de la mesure. Une série de 22 mesures a permis de mettre en évidence la fidélité obtenue sur l'évaluation de la position du silicium, les résultats donnent une valeur moyenne de $1 \cdot 10^{-5} nm^{-1}$ suivant l'axe \vec{q}_x et de $1,5 \cdot 10^{-4} nm^{-1}$ suivant l'axe \vec{q}_z , équivalant respectivement à des valeurs en déformations de 0,0004 % et 0,002 % pour une RSM $\bar{1}\bar{1}\bar{5}$. Mais cet aspect n'est pas le seul à influencer la justesse, une fois la position du silicium déterminée, la conversion des positions des pixels en positions angulaires influe aussi sur la justesse. En effet, comme décrit précédemment en partie 5. 1. 1. 2, l'écart entre les pixels du détecteur n'étant pas angulairement linéaire dans l'espace réciproque, une correction doit être appliquée. Expérimentalement, cet effet induit un décalage caractéristique d'une rotation de la figure de

diffraction par rapport à la position de référence du silicium (q_x^{Si}, q_z^{Si}) (Figure 120 a). La correction appliquée permet donc de recentrer la figure de diffraction suivant l'axe \vec{q}_x , en corrigeant les décalages $\Delta q_x(q_z^0)$ et $\Delta q_z(q_z^0)$ propres à la position initiale de la figure de diffraction q_z^0 (Figure 120 b).

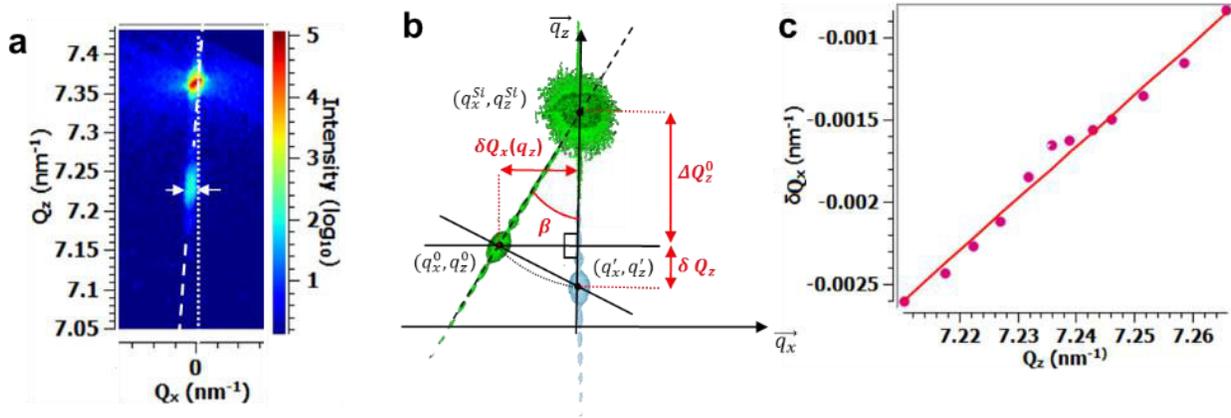


Figure 120 (a) RSM 004 sans ajustement angulaire de la position des pixels du détecteur, (b) schéma des écarts δQ_x et δQ_z entre la position corrigée et non corrigée et (c) mesure de l'écart δQ_x en fonction de la position Q_z .

L'impact de cette correction a été évalué par différentes calibrations à des concentrations en germanium différentes (20, 30 et 40 %): sans cette correction la position suivant l'axe \vec{q}_x est biaisé de 0,75 %¹ de l'écart suivant \vec{q}_z , avec une incertitude de 0,17 % (Figure 120 c). Pour un composé pseudomorphique de $Si_{1-x}Ge_x$, possédant une concentration en germanium de 25 %, l'erreur de position horizontale est par exemple de $9 \cdot 10^{-4} \text{ nm}^{-1}$ avec une incertitude de $2 \cdot 10^{-4} \text{ nm}^{-1}$, respectivement associé à des valeurs de déformation de 0,035 % et 0,008 %. Cette fois-ci, les écarts sont alors non négligeables suivant la direction \vec{q}_x . L'écart suivant la direction \vec{q}_z est quant à lui parfaitement négligeable.

Mesure de référence

L'ensemble des paramètres précédemment évoqués permettent de quantifier la qualité des méthodes d'analyse et de la mesure, liée à l'équipement. Mais il existe aussi des limites physiques, qui limitent la quantité de détails observables dans les RSM. Dans l'objectif d'apprécier ces limites, les capacités de l'équipement industriel ont été évaluées par rapport à un système de référence. Les structures étudiées sont constituées de réseaux périodiques de pMOS, de période 108 nm, possédant une grille de 20 nm de longueur et des sources/draines de 30 nm d'épaisseur, formés par dépôt épitaxial de $Si_{0,75}Ge_{0,25}$. Les données mesurées sur l'équipement de salle blanche ont été comparées

¹ $\beta \sim 0,0075^\circ$: $\delta Q_x(q_z^0) = (q_z^0 - q_z^{Si}) * \beta = \Delta Q_z^0 * 0,0075$

aux mesures sur une ligne de lumière de l'Argonne Photon Source (APS)¹. Les deux équipements sont très différents, notamment au niveau des sources de rayons-X. La longueur de cohérence du JVX7300 est estimée entre 500 et 900 nm pour la cohérence transverse théorique, donc sur l'échantillon entre 1 et 1,8 μm^2 (partie 3. 2. 1. 5). Celle de la source synchrotron est estimée à 100 μm . Dans les deux cas, ces valeurs sont supérieures à plusieurs périodes de transistors, la figure observée devrait donc être semblable. Cependant étant donné la différence de flux, on peut s'attendre à voir davantage de détails sur les RSM mesurées au synchrotron. Ce qui n'est qualitativement pas le cas (Figure 121).

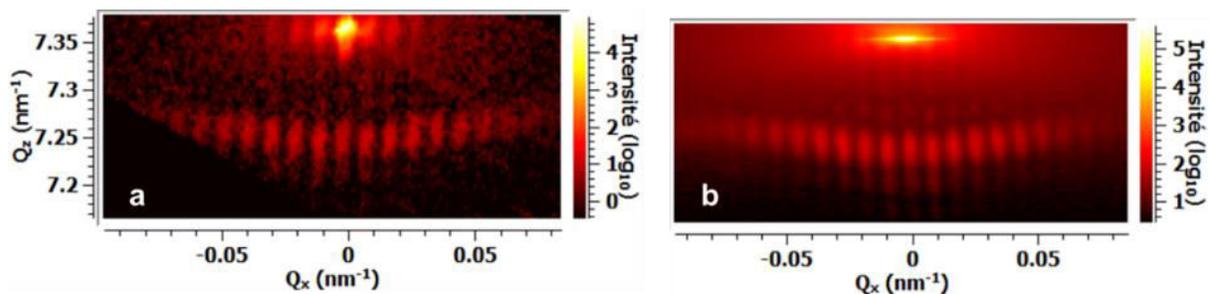


Figure 121 RSM 004 mesurées sur le JVX7300 (a) et à l'Argonne Photon Source (b) de pMOS de longueur de grille 20nm, d'épaisseur des sources/drains en Si_{0,75}Ge_{0,25} de 28 nm et de largeur de grille 150 μm .

La comparaison de positions des pics de Si_{0,7}Ge_{0,3} révèle un écart moyen de 0,04 %, ce qui est proche de la valeur de justesse de l'équipement et inférieur aux écarts observés lors de la comparaison effectuée avec la technique DFEH en partie 3. 4. (Figure 122 a). Quant au profil d'intensité, il présente un écart type moyen de 0,7 % par rapport à l'intensité au centre de la tâche de diffraction (Figure 122 b). À noter que les écarts les plus importants observés entre les positions et intensités des deux RSM sont corrélés avec les incertitudes de l'ajustement mathématique (6σ)(Figure 122). Ces différences ne semblent donc pas provenir des mesures, mais principalement de la méthode de comparaison entre les mesures.

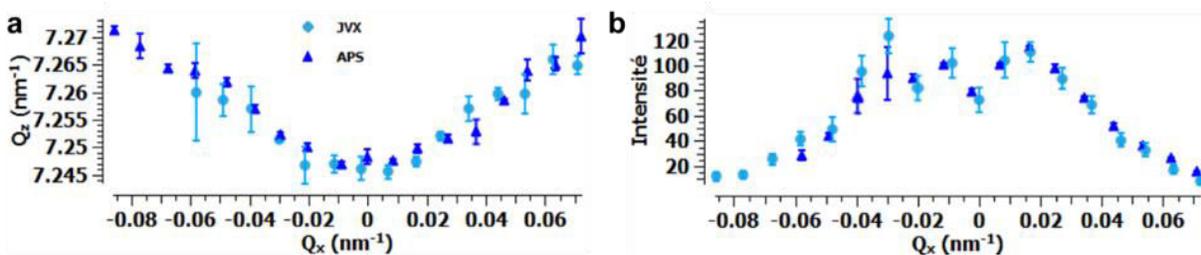


Figure 122 (a) Position et (b) intensités des pics de SiGe des RSM 004 mesurées sur le JVX7300 et à l'APS. Les barres d'erreurs représentent la précision de l'ajustement mathématique (6σ)

¹ L'utilisation de l'APS a été soutenue par le « U.S. Department of Energy, Office of Science, Office of Basic Energy Sciences », sous le contrat n° DE-AC02-06CH11357

² $\lambda = 0,1541$ nm, $D \approx 30$ μm , $R \approx 350$ mm

En résumé, la justesse est donc en grande partie dépendante de la correction des positions angulaires du détecteur et de la capacité à localiser le pic de silicium. La justesse maximale que l'on puisse atteindre, est donc de $1,5 \cdot 10^{-4} \text{ nm}^{-1}$ suivant l'axe \vec{q}_z et $9 \cdot 10^{-4} \text{ nm}^{-1}$ suivant \vec{q}_x , respectivement associées à des valeurs de déformations de 0,002 % et 0,035 %. Néanmoins, nous avons montré que ces valeurs sont négligeables. De plus, la justesse n'est pas aussi critique que la fidélité, la sensibilité et la répétabilité pour le contrôle des procédés de l'industrie des semi-conducteurs.

Au regard de ces différentes comparaisons, l'équipement industriel semble donc pleinement adapté au suivi de l'état de déformation de ces structures complexes. Un gain en résolution ou en temps de comptage n'apporte pas de valeur ajoutée significative. Les résultats démontrent que les RSM mesurées sur l'équipement industriel sont proches des RSM que l'on obtient avec une source synchrotron pour ce type de structures.

5. 2. Méthodes de contrôle

L'ensemble des considérations précédemment évoquées sont primordiales pour développer une métrologie des déformations, elles sont partiellement présentées et doivent être approfondies pour opérer un suivi industriel. Comme nous l'avons évoqué en introduction du premier chapitre de ce manuscrit, la métrologie ne se limite pas à l'étude de la justesse et la fidélité des mesures, mais aussi à la mise en place de nouvelles méthodes de contrôle. Ainsi, au regard de ces notions, nous avons évalué et mis en place des méthodes de contrôle des déformations répondant au mieux aux exigences de la métrologie, c'est-à-dire une méthode fiable et rapide.

5. 2. 1. Méthodes de contrôle sélectionnées

À l'issue de ces travaux de thèse, trois méthodes ont été développées et testées pour l'analyse des RSM (Figure 123), présentant chacune des avantages et inconvénients :

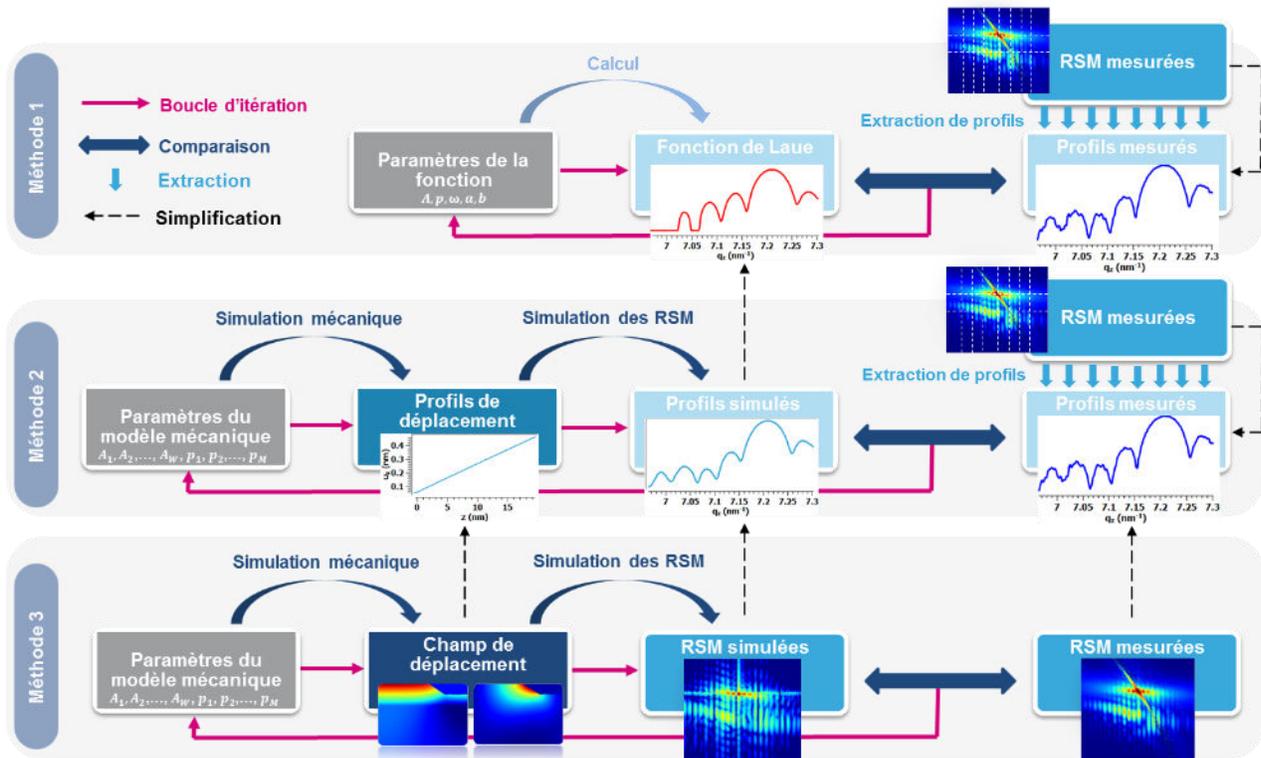


Figure 123 Illustration des méthodes d'analyse des RSM utilisées, ainsi que les différentes étapes de simplification, de comparaison et d'extraction.

- **Méthode 1 (\mathcal{M}_1)** : Analyse de la position, de la largeur et de l'intensité des pics de diffraction suivant la direction q_x (3 paramètres), couplée avec l'extraction de la position moyenne de la figure suivant la direction complémentaire. Pour une RSM présentant N pics mesurables, il est ainsi possible d'extraire $3N$ paramètres physiques (Figure 123 – méthode 1).
- **Méthode 2 (\mathcal{M}_2)** : Proche du niveau précédent, cette analyse consiste à étudier la distribution d'intensité suivant la direction q_x à partir d'un outil de simulation, de la même manière que pour l'étude de couches minces [113]. L'utilisation de la théorie dynamique permet de reproduire le pic de diffraction à partir de l'épaisseur de la couche et de son profil de déformation. Pour une RSM présentant N pics mesurables, la méthode fournit N profils de déformation verticale (Figure 123 – méthode 2).
- **Méthode 3 (\mathcal{M}_3)** : Ce niveau d'analyse consiste quant à lui à simuler l'ensemble de la figure de diffraction, dans l'objectif de lier la RSM à un champ de déformation complet (Figure 123 – méthode 3), comme décrit dans la partie 3. 3. 4. 3.

L'ensemble des méthodes abordées sont en théorie applicables pour un suivi des déformations. Néanmoins les méthodes \mathcal{M}_1 et \mathcal{M}_2 présentent, pour l'heure, plusieurs défauts peu compatibles avec les exigences de la métrologie. Notamment une sensibilité importante au bruit qui impacte fortement leur robustesse. Suivant le rapport signal sur bruit, les méthodes itératives d'ajustement peuvent présenter des difficultés à converger, comme nous le verrons par la suite. À l'heure actuelle, la procédure mise en place n'est pas assez robuste. La difficulté principale de ces méthodes réside avant tout dans l'assemblage des différents paramètres extraits de l'analyse, c'est-à-dire d'interpréter le lien entre eux, ce lien n'étant pas direct. Nous utiliserons tout de même la méthode \mathcal{M}_1 , qui avec la méthode \mathcal{M}_3 sont illustrées dans la suite de ce manuscrit. La méthode \mathcal{M}_2 ne présente actuellement pas une maturité suffisante, mais il est tout de même important de la mentionner dans la mesure où elle représente un compromis entre les deux.

5. 2. 2. Quantification de la comparaison des modélisations aux mesures

Nous avons présenté trois méthodes, dont deux basées sur l'utilisation d'outil de simulation des déformations. Chacune de ces méthodes présente un intérêt pour la mise en place d'un suivi métrologique des déformations. Elles mettent en œuvre la même démarche : elle consiste à reproduire les figures de diffraction avec un modèle, dans le but de les comparer aux mesures. Si les détails de la procédure varient, le fonctionnement est le même. Dans tous les cas, elle consiste à minimiser l'écart entre le modèle et les mesures en fonction des paramètres du modèle, qui sont des variables d'ajustement.

Un modèle de calcul est défini par un nombre M de paramètres ajustables, que l'on nommera p_i . Ces paramètres décrivent, dans notre cas, les géométriques du modèle, la stœchiométrie, le champ de déformation, les conditions de bords et tous autres paramètres physiques. Un ensemble Y de paramètres sont connues et fixés, ils représentent des données physiques et expérimentales, comme par exemple la longueur d'onde ou les angles d'émission, nous les noterons A_i . Ces derniers, indispensables pour le modèle ne rentrent pas en compte dans la démarche de comparaison. À partir de là, le principe est d'ajuster les paramètres pour que le modèle reproduise les mesures. On définit alors une norme qui exprime la distance les séparant. La différence entre la valeur mesurée et la valeur simulée en chaque coordonnée de l'espace réciproque x_i s'appelle le résidu. Elle est généralement pondérée par sa dispersion, comme par exemple l'inverse de l'incertitude. On exprime alors le résidu de la manière suivante :

$$\xi_i(x_i, p_1, \dots, p_M, A_1, \dots, A_Y) = \frac{y_i^{mesure}(x_i) - y_i^{modèle}(x_i, p_1, \dots, p_M, A_1, \dots, A_Y)}{\vartheta_i} \quad (5. 2-1)$$

Où y_i^{mesure} est le jeu de données mesurées, $y_i^{modèle}$ les valeurs du modèle associé et ϑ_i l'incertitude estimée sur les données en chaque point. Dans le cas d'une RSM mesurée dans le plan (q_x, q_z) , x_i correspond aux coordonnées q_x et q_z .

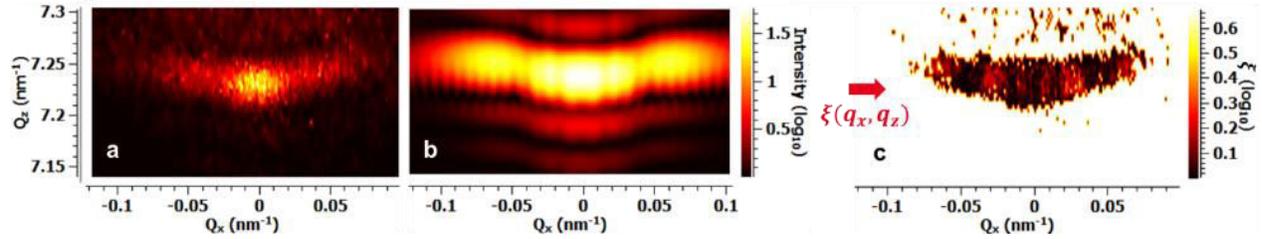


Figure 124 RSM 004 mesurée (a), simulée (b) et résultat de la comparaison entre les deux, exprimé en valeur du résidu ξ (c).

Dans le cas des RSM, plus particulièrement lorsque le signal est faible, et qu'une grande partie de l'information est nulle, il est indispensable de relier l'incertitude à l'intensité mesurée. Pour obtenir un résidu pertinent, il s'agit donc d'adapter l'incertitude en chaque point. De nombreuses méthodes ont été évaluées et utilisées, présentant chacune des spécificités, des avantages et des inconvénients. Dans notre cas, l'une des méthodes les plus performantes consiste à faire dépendre le paramètre ϑ_i (équation (5. 2-2)), de la mesure et de la simulation :

$$\vartheta_i(x_i, p_1, \dots, p_M, A_1, \dots, A_Y)^2 = y_i^{mesure}(x_i) * y_i^{modèle}(x_i, p_1, \dots, p_M, A_1, \dots, A_Y) \quad (5. 2-2)$$

Cette double dépendance permet de croiser les incertitudes (attribuées au signal ici) des figures de diffraction mesurées (Figure 124 a) et simulées (Figure 124 b). Ceci permet de négliger les zones ne présentant pas de signal et ainsi de favoriser la détection de motifs similaires (Figure 124 c). Sans cela la procédure est bien moins précise et robuste.

Enfin, à partir de la valeur de résidu obtenue, plusieurs méthodes de calcul de distance entre la mesure et la simulation existent : la différence des intégrales, la différence algébrique, le carré de la différence. Le choix de la norme dépend de la statistique des mesures. Pour un tel problème, la donnée statistique du chi-carrés (χ^2) est employée, elle est adaptée au bruit de mesure gaussien et en moindre mesure au bruit poissonnien. La valeur du χ^2 est définie comme telle :

$$\chi(x_i, p_1, \dots, p_M, A_1, \dots, A_Y)^2 = \sum_{i=1}^N \xi_i(x_i, p_1, \dots, p_M, A_1, \dots, A_Y)^2 \quad (5. 2-3)$$

À partir de cette valeur, il s'agit alors par la suite de trouver le jeu de paramètres p_i qui la minimise.

5. 2. 3. Méthodes de comparaison des modélisations aux mesures

L'utilisation d'un algorithme permettant de quantifier la similarité entre deux RSM fait correspondre à chaque RSM mesurée une RSM simulée, et donc de manière indirecte à un champ de déformation, lui-même associé aux différents paramètres p_i définissant le modèle mécanique (Figure 125). À partir de là, il existe au moins deux stratégies permettant de comparer la mesure avec le modèle :

- **Approche itérative** : Ajustement progressif des paramètres jusqu'à faire correspondre le modèle à la mesure à l'aide d'un critère de distance minimum ($\chi^2 \leq \chi^2_{min}$).
- **Approche librairie** : Comparaison de la mesure avec une librairie contenant un ensemble de RSM simulées. La librairie est générée à partir d'un jeu de paramètres. Chaque élément de cette librairie fait correspondre un jeu de données avec une simulation.



Figure 125 Schéma décrivant les étapes d'appariement d'un champ de déformation à une RSM mesurée par une approche itérative et une approche librairie

5. 2. 3. 1 Approche itérative

L'approche itérative consiste à ajuster la modélisation à la mesure en minimisant la valeur de χ^2 par une suite de boucles itératives sur les paramètres du modèle mécanique (forme des lignes, niveau de contrainte initiale...). La procédure s'arrête lorsqu'elle atteint la correspondance entre le modèle et la mesure, défini par un critère d'arrêt qui est une condition sur le résidu, les paramètres, le nombre d'itérations ou directement sur la valeur de χ^2 , ou sa dérivée. La dérivée première et seconde du χ^2 permet de détecter les minimums et maximums de l'espace des solutions, en caractérisant leur concavité/convexité, et ainsi permettre d'atteindre la valeur minimale du χ^2 .

Parmi les algorithmes de minimisation efficaces, on retrouve l'algorithme de Levenberg-Marquardt ou la méthode des gradients [191], [192]. Tous deux nécessitent l'utilisation de dérivée de la fonction $y_i^{modèle}$ au regard de chacun des paramètres p_i . Lorsque cette dérivée n'est pas accessible, il faut avoir recours à des méthodes comme la méthode du simplexe ou de Powell [191], [192]. Dans la procédure d'ajustement, un mécanisme¹ permet, après avoir accompli la simulation

¹ Par exemple, dans le cas du simplexe, on définit entre autre un coût réduit, qui sert à déterminer la direction optimale pour faire converger l'algorithme [191], [192].

pour un jeu de données, de décider automatiquement quels paramètres doivent varier par la suite, dans quelle direction et avec quel pas (δp_i).

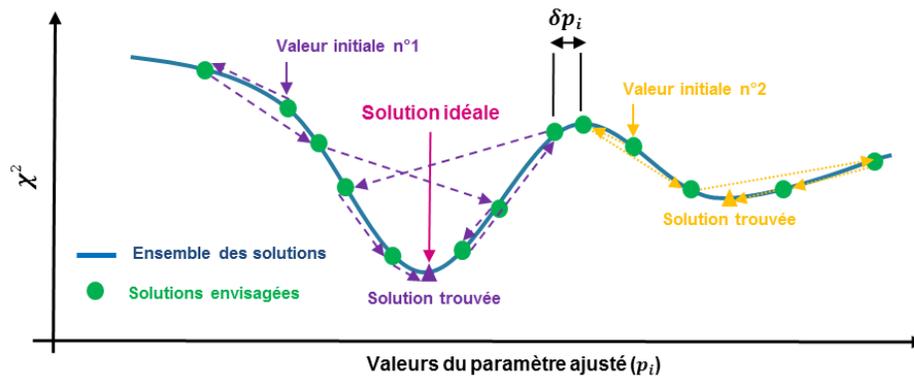


Figure 126 Illustration du fonctionnement d'une procédure itérative d'un modèle à une variable p_i ajustée avec un pas variable δp_i , dont l'espace des solutions comporte deux minima locaux.

La difficulté principale dans la mise en œuvre d'une réponse itérative réside dans ce que l'on nomme la confiance, qui permet d'évaluer la probabilité que le résultat obtenu soit correct. Pour ce faire, il faut avoir accès à la fiabilité des mesures, évaluer les erreurs du modèle et l'incertitude de la régression. Plus la quantité de paramètres (degré de liberté) est grande, plus la probabilité pour que le résultat soit dans l'intervalle de confiance est faible.

En effet, les algorithmes d'ajustement sont confrontés au problème d'unicité de la solution, du moment où le χ^2 présente plusieurs minima locaux. Par exemple, dans la Figure 126, la procédure itérative ne parvient pas dans tous les cas à converger vers la solution idéale. Suivant la valeur initiale choisie pour le paramètre ajusté, la procédure peut rester bloquée dans un minima local. Elle est fortement dépendante des conditions initiales, qui déterminent le chemin emprunté dans l'espace des solutions. Dans un cas simple, d'un modèle possédant un seul paramètre, ce problème est facile à résoudre, il l'est bien moins pour des modèles possédant de nombreux paramètres.

Cette méthode est donc mise en œuvre pour les méthodes \mathcal{M}_1 et \mathcal{M}_2 . Il est alors important de noter que ces méthodes sont donc très dépendantes des paramètres initiaux de la procédure et peuvent présenter des difficultés à converger vers une solution fiable. Pour la méthode \mathcal{M}_3 , étant donné la quantité de paramètres libres des modèles mis en place (géométries, déformations, concentration en germanium) et la complexité de leur influence sur la figure de diffraction, il semble qu'une telle approche pour analyser les RSM, soit vouée à l'échec dans notre cas, en étant trop lente ou en restant bloquée dans un minimum local [191]. Même si cette approche est possible, nous ne l'avons donc pas abordée.

5. 2. 3. 2 Approche librairie

L'approche librairie utilise la procédure de simulation (des champs de déformation et des RSM) pour créer une librairie de RSM à partir d'un large jeu de données. Les champs de déformation sont simulés à partir de modèles mécaniques avec des dimensions, des conditions initiales de déformation, des propriétés des matériaux et des géométries variées, tel que présenté en partie 2. 3. 3. La procédure permet de générer une base de données de champs de déformation associés aux différentes structures et rencontrées en production. Les champs de déformation sont donc associés à des RSM simulées.

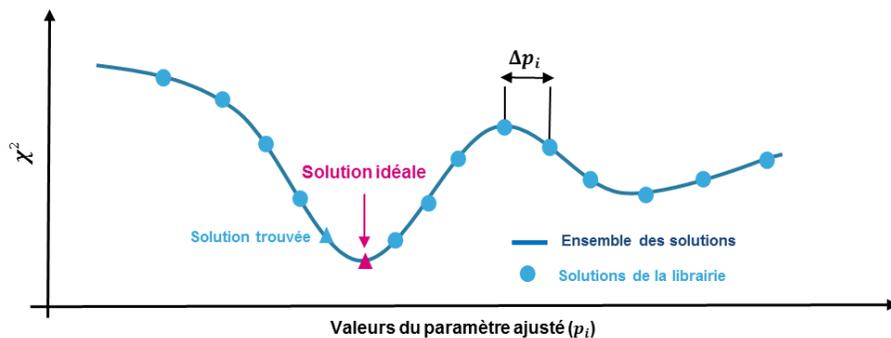


Figure 127 Illustration du fonctionnement d'une procédure itérative d'un modèle à une variable p_i ajustée avec un pas constant Δp_i , dont l'espace des solutions comporte deux minima locaux.

Par la suite, la méthode consiste à calculer le résidu entre les RSM mesurées et simulées pour l'ensemble des RSM de la librairie. Les solutions les plus pertinentes sont sélectionnées à partir des valeurs de χ^2 les plus faibles (Figure 127). La RSM est directement associée à une simulation et un champ de déformation (Figure 128). La différence par rapport à la méthode itérative est que les simulations sont pré-calculées et que l'espace des solutions est de dimension finie. Cela permet d'obtenir une solution plus rapidement et supprime les problèmes de convergence.

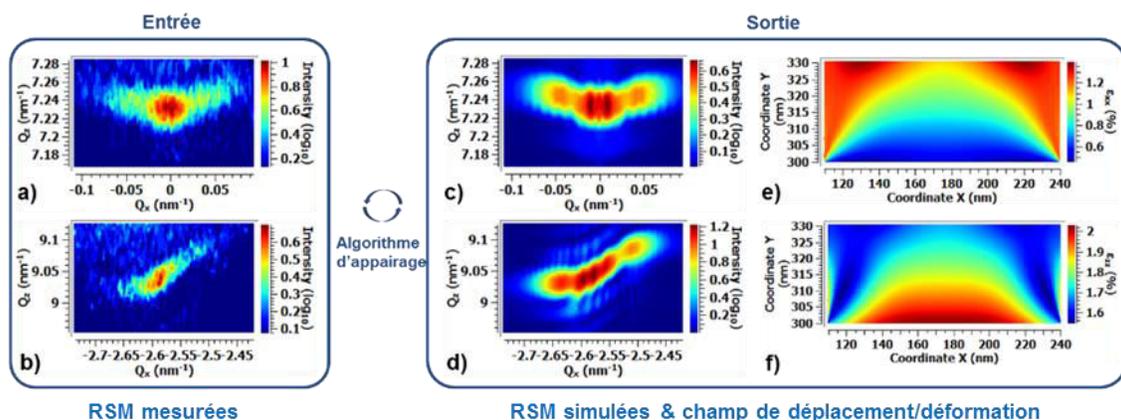


Figure 128 Illustration de l'approche librairie, associant des RSM mesurées (a/b) à des RSM simulées (c/d) et un champ de déplacement/déformation (e/f).

L'inconvénient de cette approche est que suivant le pas Δp_i choisi pour générer la librairie (pour chaque paramètre), la solution trouvée n'est pas forcément la solution idéale (Figure 127). Plus le pas est réduit plus la librairie est volumineuse. Elle peut très vite devenir conséquente et plus il y a de RSM, plus la procédure est longue. Il existe des méthodes permettant de sélectionner un échantillon de manière pertinente, par exemple en sélectionnant aléatoirement un sous-ensemble statistiquement représentatif de la librairie :

- Pour une librairie possédant 10 000 RSM, il est par exemple possible d'associer 10 RSM avec des paramètres proches pour créer un sous-ensemble de 1000 lots de RSM. Ainsi, la comparaison ne se fait pas sur les 10 000 RSM mais sur 1000 RSM. Une fois le meilleur lot sélectionné, la procédure est opérée sur les 10 RSM de ce lot. Au total, on a donc réduit la comparaison à 1010 RSM au lieu de 10 000.

Dans l'approche proposée ici, nous utilisons cette simple réduction ou bien nous calculons le résidu pour chaque RSM de la librairie.

5. 3. Applications

Nous présentons ici l'implémentation en ligne de production des méthodes présentées précédemment, pour supporter l'ingénierie et la métrologie des déformations. Ces méthodes fournissent des informations clés sur l'évolution des déformations au regard de l'architecture implémentée, mais aussi pendant les étapes de fabrication. Les mesures sont utilisées avec pour deux objectifs : contrôler la conformité des lots par rapport aux spécifications établies pour répondre aux besoins client et contrôler la stabilité des équipements de process associés. Dans cette thèse, les technologies étudiées ne sont pour le moment pas en phase de production, il n'existe donc pas de spécification quant à la fiabilité des mesures de contraintes/déformations. Les travaux d'intégration présentés par la suite se basent donc dans un contexte d'anticipation de ces spécifications.

5. 3. 1. Outil de traitement et simulation

Les récents développements d'équipements industriels permettent de réaliser des scans en quelques secondes et cartographier l'espace réciproque en quelques minutes, ce qui ouvre de nouvelles possibilités. Des logiciels commerciaux associés permettent de faire l'analyse des scans 1D de l'espace réciproque, avec des modèles détaillés et performants. Cependant, concernant les RSM la situation n'est pas la même, que ce soit pour une simple visualisation ou une utilisation avancée. En réponse à cette problématique, de nombreux efforts ont été portés pour créer un logiciel dédié et compatible avec les modes opérationnels décrits précédemment. L'implémentation des nouvelles méthodes de mesure présentées dans ce manuscrit a donc nécessité un travail conséquent sur le traitement des

données et son automatisation. Particulièrement dans le développement d'algorithmes appropriés pour l'analyse rapide et précise des RSM.

5. 3. 1. 1 Logiciel de traitement et simulation des RSM

Un logiciel spécifique nommé DeusX (DX) a été entièrement développé. C'est un logiciel versatile de traitement de données, de visualisation et de simulation. Principalement développé en Python¹, il permet au travers d'une interface simple de manipuler des jeux de données 1D/2D et 3D. Conçu avant tout pour le traitement des fichiers de l'équipement d'HRXRD et de la spectroscopie Raman, il permet actuellement de manipuler des données d'AFM, de DFEH, de NBD et peut s'étendre à bien d'autres techniques. Intégré au réseau informatique du site de Crolles d'STMicroelectronics, le logiciel permet le traitement automatique des données mesurées par l'équipement HRXRD et la mise en œuvre des méthodes de contrôle précédemment discutées.

Pour éviter de saturer les ressources informatiques du système de mesure, les données mesurées sont automatiquement transmises à un serveur sur lequel est installé le logiciel, qui se charge de traiter/simuler les RSM. Le logiciel possède un mode serveur (sans interface graphique) dédié aux traitements des données et un mode utilisateur (avec interface graphique) pour la visualisation et le post-traitement. L'ensemble des traitements et simulations des RSM sont opérés avec ce logiciel. Il comporte de fait un ensemble de filtres (Wiener, Median, Gaussien, Sobel, etc...), d'algorithmes de convolution/déconvolution classiques (Kaiser, ondelettes) et avancés [193]–[195]. Les données d'entrées de la simulation sont directement générées dans le logiciel ou récupérées à partir d'un logiciel de simulation mécanique. Il possède une architecture complexe, dont le code comprend 1.000.000 mots de plus de 5 caractères, représentant un ensemble de 26.000 lignes de code de plus de 3 mots, pour un volume de 50Mo (non compilé). Pour cette raison et par souci de confidentialité, il ne sera donc pas présenté en annexe.

5. 3. 1. 2 Simulation mécanique des champs de déformation

Concernant les simulations mécaniques, les modèles analytiques et atomistiques ont été implémentés dans le logiciel DeusX tandis que les simulations FEM ont été effectuées avec le logiciel Comsol Multiphysics (partie 2. 3. 3). L'utilisation de ce logiciel commercial de FEM permet de simplement définir les géométries de la structure, les propriétés des matériaux, les conditions aux limites, le maillage, et ce au travers d'une interface graphique. L'utilisation de ce genre d'outil ne permet cependant pas de raffiner le modèle de manière itérative, mais permet tout de même la génération de bases de données. En définissant un jeu de paramètres, il est possible d'automatiser

¹ De manière stricte, Qt a été utilisé comme interface de programmation applicative, associé au langage de balisage XHTML et de feuille de style CSS.

la génération de multiples champs de déformation, exportés sous un même fichier qui comprend le champ de déplacement propre à chaque élément de la structure. En pratique, les modèles FEM génèrent des résultats sous forme de zones qui correspondent aux différents éléments de la structure ($\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$, Substrat, Oxyde enterré, ...). Cette organisation présente l'intérêt de pouvoir simuler la diffraction associée aux différentes zones de manière indépendante. Par exemple, dans les exemples à venir, nous ne simulerons que le SiGe dans les RSM, alors que le silicium est pris en compte dans les simulations mécaniques.

5. 3. 2. Spécificités liées à l'approche librairie

La méthode basée sur la simulation des RSM semble la plus prometteuse pour le contrôle industriel des contraintes, car la plus complète. Dans l'objectif de l'intégrer pour le suivi des contraintes locales, sa maturité et sa fiabilité doivent être évaluées. Cependant, la tâche est plus ardue que celle qui a été opérée en début de chapitre pour les méthodes d'ajustement 1D. Les notions de justesse, répétabilité et fiabilité sont des notions statistiques, or, cette méthode est mise en œuvre avec des pas fixes pour les paramètres, ce qui limite les considérations statistiques. Nous illustrerons tout de même les prémisses de cette évaluation dans les exemples à venir. Pour ce faire, nous avons évalué ces aspects sur de nombreux exemples et structures, de la plus simple à la plus complexe. Nous illustrerons les travaux au travers de trois exemples, deux basés sur la variation d'un seul des paramètres du modèle mécanique et l'autre impliquant plusieurs paramètres.

5. 3. 2. 1 Configuration de la procédure d'appariement

Nous détaillerons ici la configuration de la procédure utilisée pour appairer les RSM. Premièrement, le substrat de silicium n'est pas considéré, ce qui suppose que l'impact de l'interaction entre les rayons-X provenant du substrat avec ceux des lignes de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ est faible. Pour mettre en valeur cette affirmation, nous avons simulé la RSM avec et sans le silicium. Les résultats montrent que l'interférence entre les deux signaux est faible [136]. Mais même si le silicium ne modifie pas la forme de la figure de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$, le pied de la raie du silicium impacte l'intensité du $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ (Figure 129). Lorsque le $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ est suffisamment lointain du silicium, l'effet est négligeable, dans le cas contraire, nous l'avons pris en compte en utilisant une pseudo-fonction de Voigt bidimensionnelle ou par convolution d'un signal de calibration du substrat.

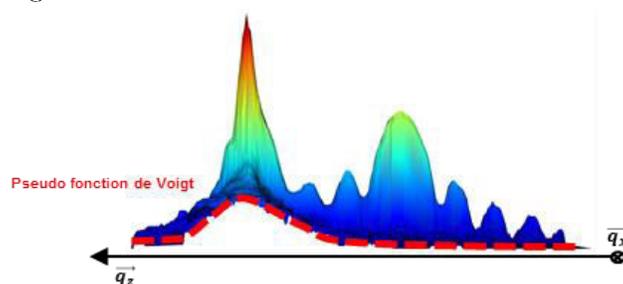


Figure 129 Illustration des fonctions utilisées pour l'évaluation de la fidélité instrumentale

Ensuite, bien que l'outil de simulation puisse prendre en compte l'effet de super-réseau, nous avons établi qu'il n'était pas nécessaire de le considérer dans le cadre de cette approche, dans la mesure où c'est l'enveloppe générale qui décrit l'information sur le champ de déformation¹. Et c'est justement cette enveloppe qui est considérée dans l'algorithme d'appariement, pour une RSM avec un effet de super-réseau les minima n'ont pas d'impact sur les valeurs de résidus (Figure 130).

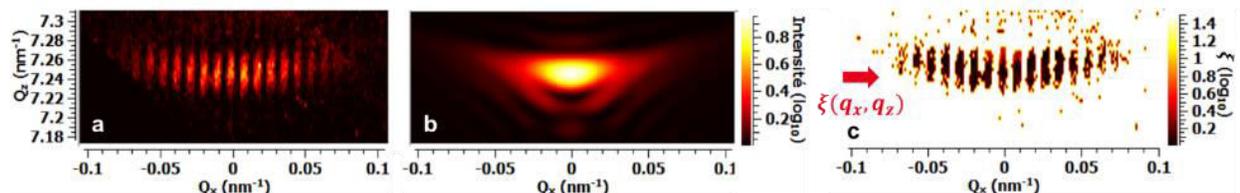


Figure 130 RSM 004 mesurée (a), simulée (b) et résultat de la comparaison entre les deux, exprimé en écart de résidu ξ (c).

Pour une approche exacte, cet effet et un ensemble d'autres effets comme l'agitation thermique et la fonction instrumentale devraient néanmoins être pris en compte. Néanmoins, nous avons jugé que la fiabilité et la justesse de la procédure sont pour l'heure suffisantes pour éviter de les prendre en compte.

5. 3. 2. 2 Résultats de la procédure d'appariement

Dès lors, cette configuration est utilisée pour générer la librairie. Le résultat optimal est sélectionné à partir de la valeur de χ^2 la plus faible dans l'ensemble de l'espace des solutions obtenu par comparaison entre les simulations et la mesure. Bien évidemment, une même RSM pouvant correspondre à plusieurs géométries de champ de déformation, il n'est mathématiquement pas possible d'affirmer l'unicité de la solution. Cependant, les lois de la mécanique associée à une connaissance préalable de la géométrie de la structure permettent de l'affirmer, tout du moins de pouvoir discriminer plusieurs solutions. Nous illustrerons ce propos dans les exemples à venir.

$$\chi_n^2 = 100 \frac{\chi^2 - \chi_{min}^2}{\chi_{max}^2} \quad (5. 3-1)$$

Pour sélectionner les valeurs proches du résultat un seuil de tolérance ζ est utilisé. Le critère pour définir ce seuil est de considérer une valeur du χ^2 normalisé (χ_n^2 (5. 3-1)) inférieure à 1 % (Figure 131). Dans le cas où une seule valeur est disponible sous le seuil de tolérance, la valeur de ce seuil est automatiquement augmentée jusqu'à obtenir au moins trois valeurs sous ce dernier.

¹ Ces remarques restent valides dans la mesure où l'ensemble des RSM de la base de données ne présentent pas ces effets.

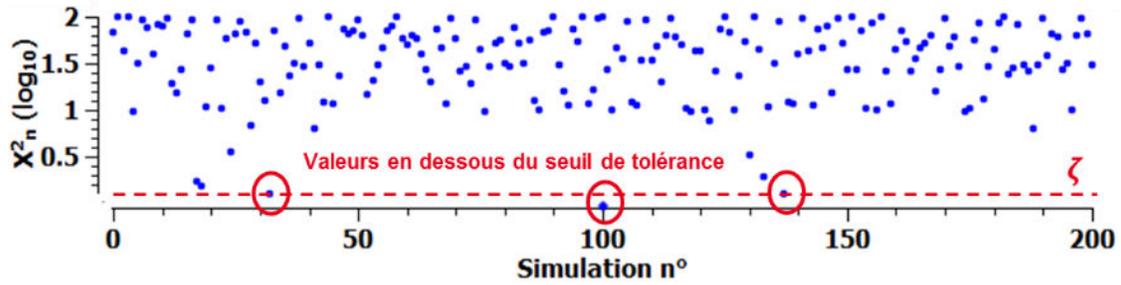


Figure 131 Résultats d’association entre une mesure et un ensemble de simulation d’une librairie à 2 paramètres exprimés en valeurs de χ_n^2 . 3 résultats sont en dessous du seuil de tolérance.

5. 3. 2. 3 Proximité des solutions

Pour déterminer la fiabilité de cette procédure, il faut déterminer la proximité des solutions. Dans la mesure où l’ensemble des résultats en deçà du seuil de tolérance sont adjacents, c’est-à-dire proches dans l’espace des solutions, on peut dès lors considérer que la solution est fiable. Pour un modèle à un paramètre, la proximité des solutions est directement équivalente aux écarts entre les valeurs de ce paramètre.

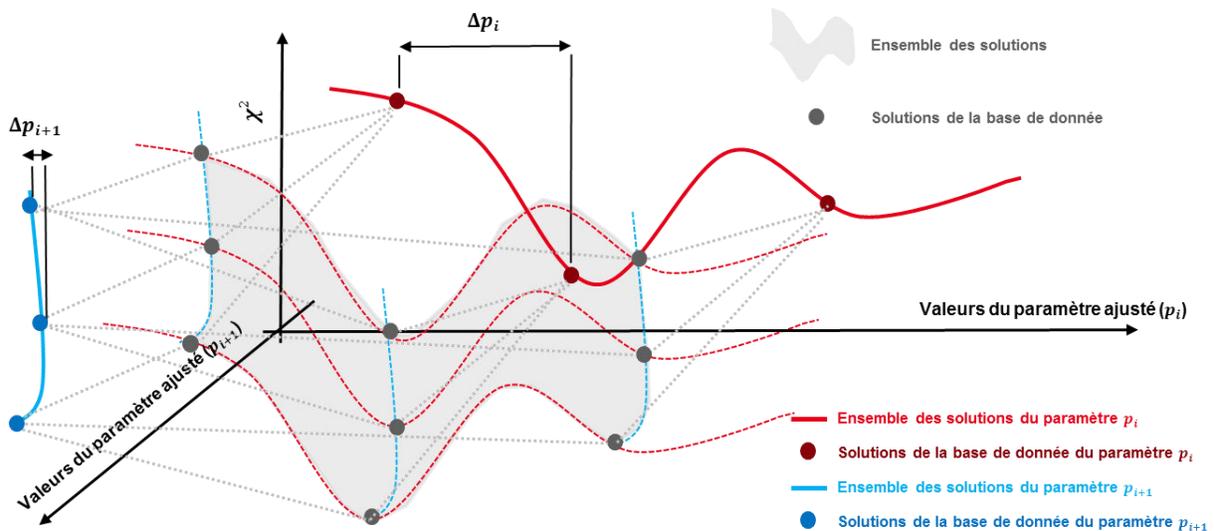


Figure 132 Représentation d’un espace 2D des solutions, en valeur de χ^2 , pour les paramètres p_i et p_{i+1}

Pour un modèle à plusieurs paramètres (M), il faut comparer indépendamment la distance entre chaque paramètre, et ainsi représenter les solutions dans un espace à M dimensions (Figure 132). On peut tout de même représenter les solutions dans un espace unidimensionnel, mais il est plus difficile de visualiser la proximité des solutions (Figure 131). Dans l’exemple de la Figure 131 le modèle possède 2 paramètres et les solutions ne sont pas ordonnées, pourtant les 3 valeurs en dessous du seuil de tolérance ont des valeurs de paramètres adjacentes.

Dans le cas où l’on veut pouvoir visualiser dans un espace à une dimension la proximité des solutions, une distance τ doit être définie entre les solutions pour les ordonner. En géométrie

euclidienne, on utilise classiquement la norme usuelle τ_{Σ} (équations (5. 3-2)) pour déterminer la distance entre des points de l'espace de coordonnées p_i . Dans notre cas nous choisirons la norme τ_{Π} (équations (5. 3-2)).

$$\tau_{\Sigma}^2 = \sum_i^M p_i^2 \text{ et } \tau_{\Pi}^M = \prod_i^M p_i \quad (5. 3-2)$$

La raison de ce choix est empirique, cette distance permet, dans les cas observés, d'obtenir des résultats plus pertinents pour les modèles à plusieurs paramètres (Figure 133).

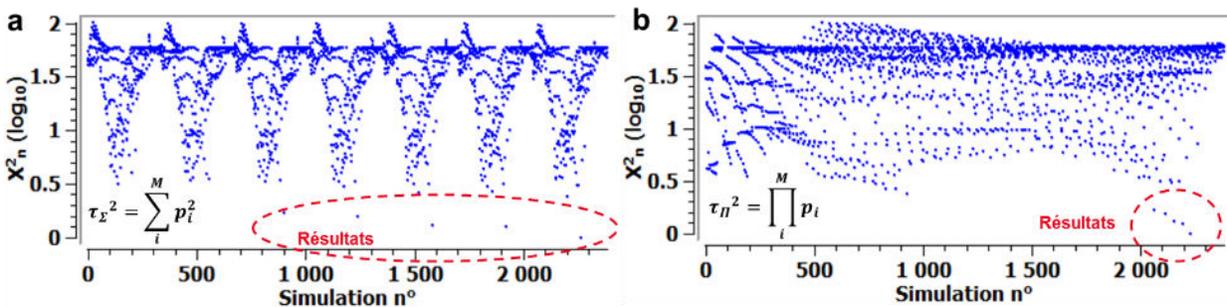


Figure 133 Résultats d'association entre une mesure et un ensemble de 2500 simulations d'une librairie générée avec un modèle à 5 paramètres, ordonnés avec la norme usuelle τ_{Σ} (a) et avec la norme τ_{Π} (b), et exprimés en valeurs de χ_n^2 .

5. 3. 3. Evaluation de l'approche librairie sur des cas concrets

De manière théorique, la méthode permet non seulement de détecter des variations de champ de déformation, mais aussi de géométrie comme présenté dans la partie 3. 3. 4. 4. Néanmoins, l'étude de la géométrie d'une structure n'est pas parfaitement décorrélée de l'effet des déformations, les deux effets sont intrinsèquement liés. La géométrie détermine en grande partie le champ de déformation. Dès lors, nous pouvons nous poser la question de savoir dans quelle mesure les deux types de paramètres peuvent être identifiés et avec quelle précision.

5. 3. 3. 1 Modèle à un paramètre de déformation

Dans un premier temps, nous avons étudié les effets séparément, en ne faisant varier qu'un paramètre. Pour ce faire, un réseau de lignes rectangulaires de $\text{Si}_{0,7}\text{Ge}_{0,3}$, de 30 nm d'épaisseur et de 100 nm de large, déposé sur du silicium a été étudié. Cela correspond aux structures 'DIVA', mesurées et simulées en partie 3. 4. 1. L'état initial de déformation du modèle mécanique est défini par le cas d'une épitaxie parfaite, dont les valeurs des déformations ne dépendent que de la géométrie de la structure et de la concentration en germanium. La concentration définit le désaccord de maille entre la structure de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ et le substrat, et en conséquence l'état de déformations du réseau. Néanmoins, le paramètre de concentration en germanium (x_{Ge}) ne correspond pas strictement à une concentration 'réelle', il est avant tout associé à des valeurs de déformations. Pour associer cette

valeur à la concentration de la structure, et ainsi évaluer la justesse, des calibrations et comparaisons avec d'autres techniques de mesure doivent être effectuées. Dans cet exemple, nous évaluerons uniquement la fiabilité de la procédure. La base de données est constituée à partir de 4 paramètres, une épaisseur (h), une largeur (L), un angle d'inclinaison des bords de la structure (α) et un paramètre de composition en germanium (x_{Ge}). L'ensemble des RSM de la base de données sont générés avec des paramètres variant autour des valeurs nominales théoriques ($x_{Ge} = 30\%$, $\alpha = 90^\circ$, $e = 30nm$, $l = 100nm$).

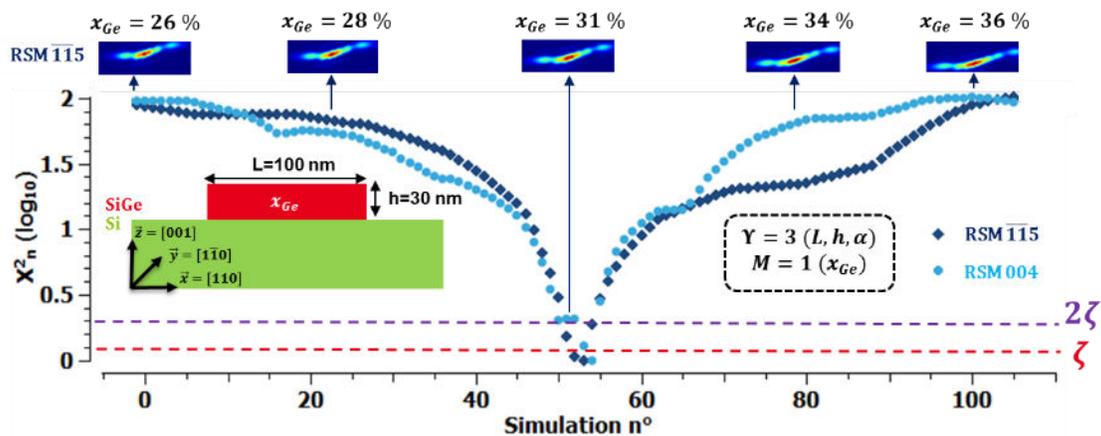


Figure 134 Schéma de la structure étudiée et résultats de la procédure d'analyse basée sur une base de données comportant des RSM $\bar{1}\bar{1}5$ simulées de différentes valeurs de concentration en germanium, exprimés en valeurs de χ_n^2 .

Dans un premier temps, seul le paramètre de concentration en germanium est ajusté. Une librairie comportant un ensemble de 220 RSM avec des concentrations allant de 26 % à 37 % avec un pas de 0,1 % est générée. À partir de cette librairie, en comparant les simulations avec les mesures, un seul résultat est obtenu pour les RSM 004 ($x_{Ge}^{004} = 31,4\%$), et deux pour les RSM $\bar{1}\bar{1}5$ ($x_{Ge}^{\bar{1}\bar{1}5} = 31,2\%$ et $x_{Ge}^{\bar{1}\bar{1}5} = 31\%$) (Figure 134). L'écart observé de 0,2 % en concentration en germanium entre les résultats est équivalent à un écart de 0,004 % en déformation horizontale pour un composé tel que $x_{Ge} = 30\%$. Cette valeur est très faible.

À parti du seuil de tolérance établi, il n'y a donc pas de doute quant à la fiabilité du résultat, les valeurs obtenues sont parfaitement adjacentes. La procédure est très sélective. En doublant le seuil de tolérance, la valeur de $x_{Ge}^{004} = 31,2\%$, commune avec les résultats des RSM $\bar{1}\bar{1}5$ est incluse pour les RSM 004, tandis que la valeur $x_{Ge}^{\bar{1}\bar{1}5} = 30,8\%$ est ajoutée pour les RSM $\bar{1}\bar{1}5$. Donc l'ensemble de ces valeurs sont cohérentes entres-elles. Les RSM $\bar{1}\bar{1}5$ étant plus sélectives et présentant une double sensibilité (aux champs de déplacements verticaux et horizontaux), nous limiterons notre analyse à celles-ci par la suite. Pour cette structure, nous considérerons la valeur de $x_{Ge} = 31,2\%$ comme *juste*.

5. 3. 3. 2 Modèle à un paramètre géométrique

À partir de la valeur du paramètre $x_{Ge} = 31,2\%$ obtenue précédemment, nous avons constitué une librairie avec 21 valeurs d'angles, allant de 90° à 27° avec un pas de 3° . Cette librairie est donc associée aux structures possédant une valeur de x_{Ge} juste ($x_{Ge} = 31,2\%$), et ne contient pas d'autres valeurs. De cette librairie, une double comparaison a été effectuée, avec la RSM précédemment utilisée (x_{Ge} juste) et une RSM possédant une valeur théorique de $x_{Ge} = 40\%$ (x_{Ge} faux non représenté dans la librairie). Dans cet exemple, nous n'avons donc pas normalisé le χ^2 pour pouvoir apprécier les écarts entre les deux ajustements.

Les résultats sont très nets pour la RSM juste, la seule simulation ressortant de cette étude correspond à la structure avec un angle de 84° , ce résultat indique que la structure n'est pas parfaitement rectangulaire (Figure 135). Il est bien connu que le procédé de gravure ne génère pas des structures parfaitement rectangulaires, ce résultat est donc cohérent. Mais ce qui ressort de ces résultats, c'est avant tout la sélectivité de l'algorithme d'appariement. Les simulations correspondant aux autres angles sont, sans aucune ambiguïté, distinctes de la solution. Pourtant, les RSM possédant des angles proches ($\pm 0,3^\circ$) sont très semblables. La quantité de valeurs comprises en deçà du seuil de tolérance permet d'estimer si le pas est suffisamment précis. Dans ce cas, il semble possible d'affiner la valeur de l'angle, une seule RSM étant sous le seuil (Figure 135).

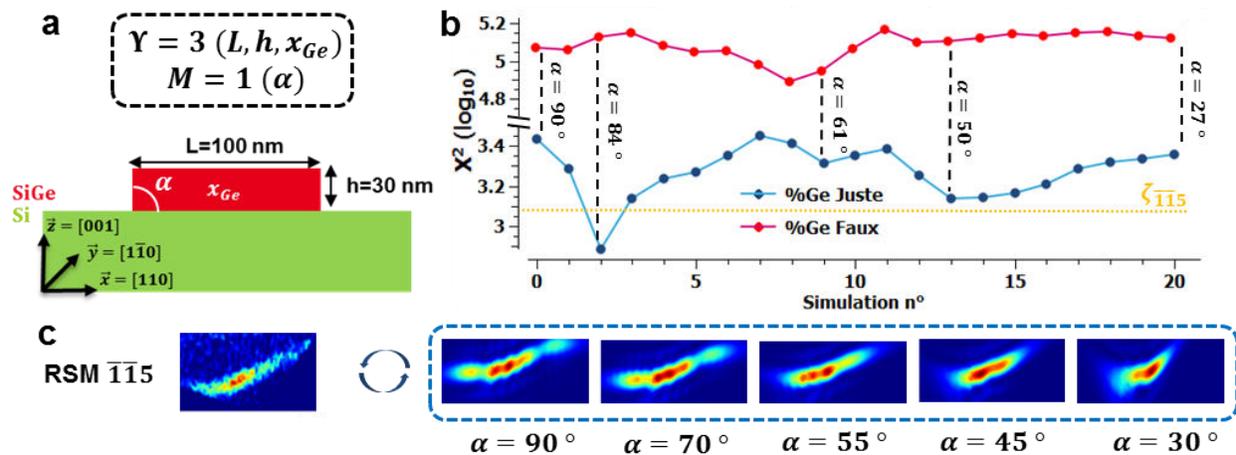


Figure 135 (a) Schéma de la structure étudiée. (b) Résultats de la procédure d'analyse basée sur une base de données comportant différentes valeurs d'angles pour une concentration en germanium juste et fausse, exprimés en valeur de χ^2 . (c) RSM $\bar{1}\bar{1}5$ mesurée et RSM de la librairie associées à plusieurs valeurs d'angle α .

On peut tout de même noter qu'une valeur d'angle très différente ($\alpha = 50^\circ$) possède une valeur de χ^2 faible, une augmentation de 20 % du seuil de tolérance pourrait inclure cette simulation dans les résultats (Figure 135). Cette augmentation est beaucoup trop importante, on s'éloigne

grandement du minimum de χ^2 et a donc peu d'intérêt. Cependant, on peut tout de même noter que la RSM associée à cet angle possède une similarité avec la mesure, la figure de diffraction est homogène, du moins plus homogène que la RSM associée à l'angle de 84° (Figure 136).

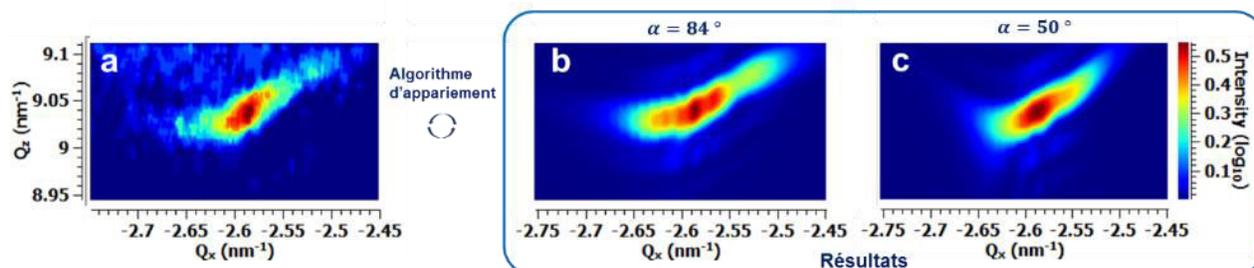


Figure 136 RSM $\bar{1}\bar{1}\bar{5}$ mesurée (a) et RSM simulées correspondant à un angle de 84° (b) et 50° (c)

La différence géométrique entre les deux simulations est significative (Figure 137), ces résultats laissent donc à penser que l'impact des déformations est plus influant sur l'algorithme d'appariement que la géométrie de la structure. La géométrie associée à l'angle de 50° semble générer un champ de déformation présentant des similarités avec celui associé aux mesures. En comparant les champs de déformation des deux configurations, on observe que le champ de déformation associé à l'angle de 50° est plus homogène (Figure 137). Bien que cette valeur soit non raisonnable en matière de géométrie, ce résultat donne une donc information sur le champ de déformation. Le modèle mis en place semble générer un champ de déformation bien plus hétérogène qu'il ne l'est dans les mesures. On retrouve la même conclusion que dans la partie 3. 4. 1.

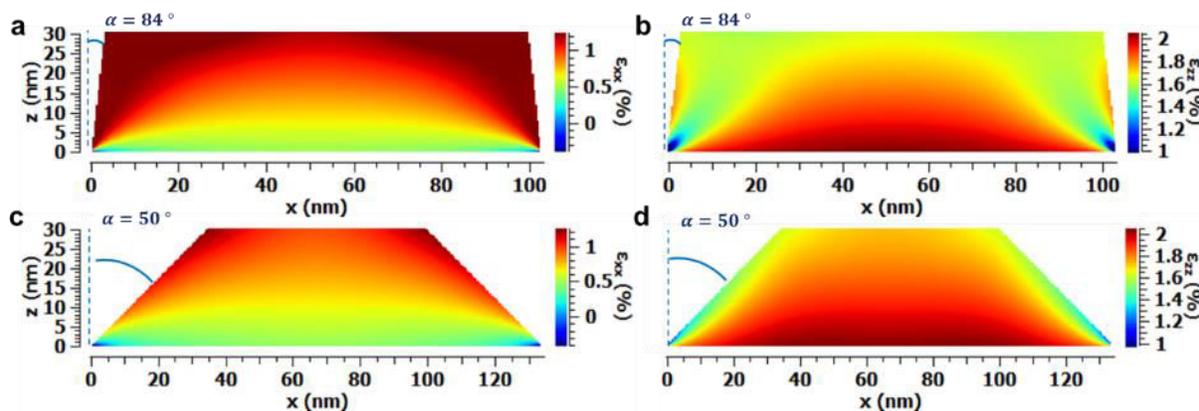


Figure 137 Simulations du champ de déformation horizontal et vertical de la structure de $\text{Si}_{0.7}\text{Ge}_{0.3}$ de 30 nm d'épaisseur et environ 100 nm de large (dépendant de l'angle α) pour une valeur de l'angle α de 84° (a et b) et 50° (c et d).

Enfin, l'analyse de la RSM possédant une valeur théorique de x_{Ge} « fausse » donne quant à elle des valeurs de χ^2 supérieure de deux ordres de grandeur par rapport à la RSM précédente. La valeur obtenue est $\alpha = 61^\circ$, ce résultat erroné est évidemment dû au fait que la base de données ne prend pas en compte de RSM possédant une telle concentration en germanium. Au regard de l'exemple précédent, il n'y a pas de doute quant à l'invalidité du résultat, mais cet exemple illustre

les limites de l'utilisation de cette méthode : la librairie créée doit comporter suffisamment de RSM pour pouvoir décrire les différents cas de figure observés. Bien évidemment, les paramètres ne peuvent raisonnablement pas varier au-delà de certaines bornes, il faut donc les définir en conséquence. Pour ce faire, il est pertinent de se référer à des caractérisations par d'autres techniques, comme par exemple la microscopie pour pouvoir connaître la géométrie. Mais par mesure de sécurité, la procédure prend en compte cette faille : elle détecte lorsque la solution inclut une borne de l'espace des solutions, indiquant qu'il faut ajouter des solutions à cet espace. Soit un paramètre possédant m valeurs entre les bornes p_0 et p_m , si la solution obtenue comprend à l'une de ces bornes, l'espace des solutions doit alors être augmenté.

L'ensemble de ces résultats présentent une excellente sélectivité, pourtant les RSM sont très similaires. Cependant, ces exemples présentent la variation d'un seul paramètre, pour étudier plus en détail la sélectivité de la procédure, il faut alors considérer une base de données présentant une variation de plusieurs paramètres.

5. 3. 3. 3 Modèle à plusieurs paramètres

Par la suite, un modèle plus complexe représentant les sources/drains de transistors pMOS a été considéré (Figure 138 a), constitué de 9 paramètres, dont 5 paramètres qui varient. Ces paramètres sont la concentration en germanium (x_{Ge}), l'angle d'inclinaison (α), la largeur de la structure (a) et deux paramètres d'épaisseur (H et h), l'ensemble forme une librairie disposant de 6000 RSM. Les paramètres varient respectivement de 27 à 32 %, 79 à 82 °, 54 à 68 nm, 6 à 9 nm, 32 à 35 nm, avec un pas de 0,5 % pour la concentration en germanium, 0,6 ° pour l'angle et 1 nm pour les dimensions. Le modèle a été construit sur la base de la comparaison entre les mesures HRXRD et DFEH de la partie 3. 4. 3, la structure possédant une géométrie complexe.

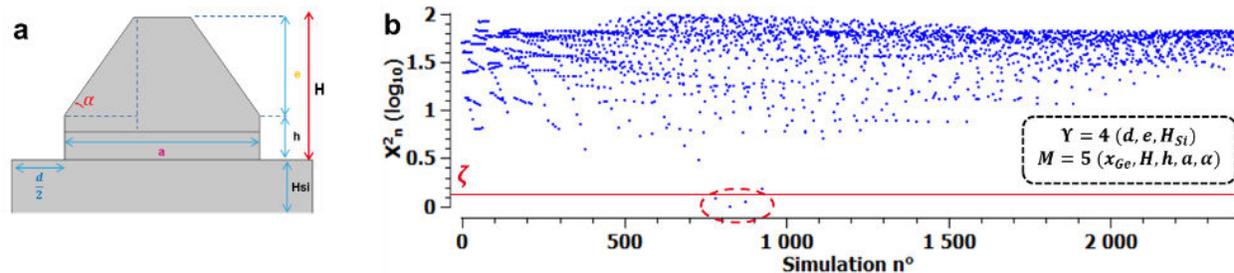


Figure 138 (a) Schéma de la structure du modèle mécanique et (b) valeurs de χ^2_n pour une sélection de 2400 RSM de la librairie

Par comparaison aux mesures, la procédure fournit un ensemble de 2 résultats possédants 4 valeurs identiques ($x_{Ge} = 29$ %, $\alpha = 81$ °, $H = 34$ nm, $h = 9$ nm) et une valeur différente ($a = 67$ nm et $a = 66$ nm). Ces résultats sont très semblables et se distinguent parfaitement des autres simulations dans l'espace unidimensionnel des solutions (Figure 138 b). La procédure est donc

toujours aussi sélective et fiable. Néanmoins, pour pouvoir apprécier convenablement la fiabilité de la procédure, il faudrait disposer de davantage de valeurs. Ainsi, nous avons augmenté le seuil de tolérance afin d'avoir 5 résultats (Figure 139 c). La variation de 5 paramètres forme un espace des solutions à 5 dimensions, ce qui n'est pas représentable. Néanmoins parmi les 5 solutions en dessous du seuil de tolérance seul 3 paramètres varient. À défaut de pouvoir représenter un espace tridimensionnel des solutions, l'espace des paramètres de concentration en germanium (x_{Ge}) et de la largeur (a) est représenté en Figure 139 a/b.

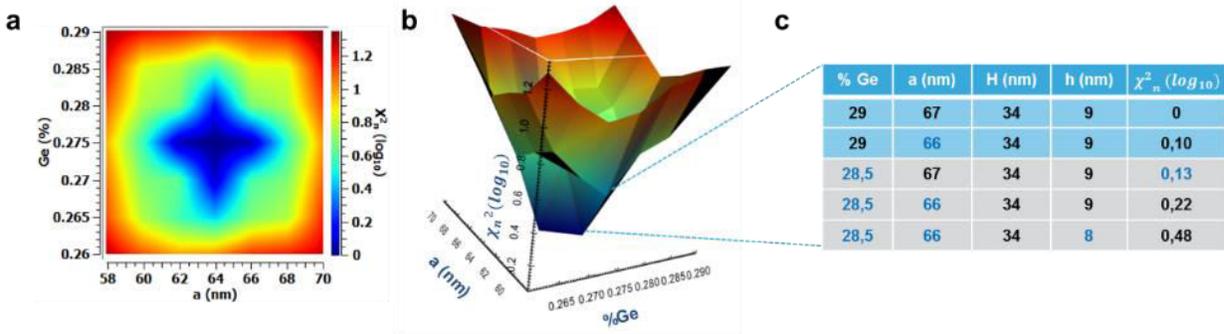


Figure 139 Valeurs de χ^2_n pour une sélection des 25 RSM de la librairie présentant les valeurs de χ^2_n les plus faibles représentées en 2D (a) et en 3D (b) en fonction de la largeur et la concentration en germanium de la structure, ainsi que les valeurs de paramètres associés aux 5 résultats les plus faibles (c).

Cet espace illustre un minimum local dont les plus faibles valeurs de χ^2_n définissent les 5 résultats obtenus (Figure 139 c). L'ensemble des valeurs sont adjacentes, ce qui illustre davantage la sélectivité de la procédure. Cependant, il est possible que des valeurs de χ^2_n plus faibles soient accessibles avec une variation plus fine des paramètres. Par exemple, le pas de la concentration en germanium x_{Ge} est dans cet exemple de 0,5 %, pourtant nous avons vu dans l'exemple précédent qu'une variation de 0,1 % permettait encore de distinguer les RSM.

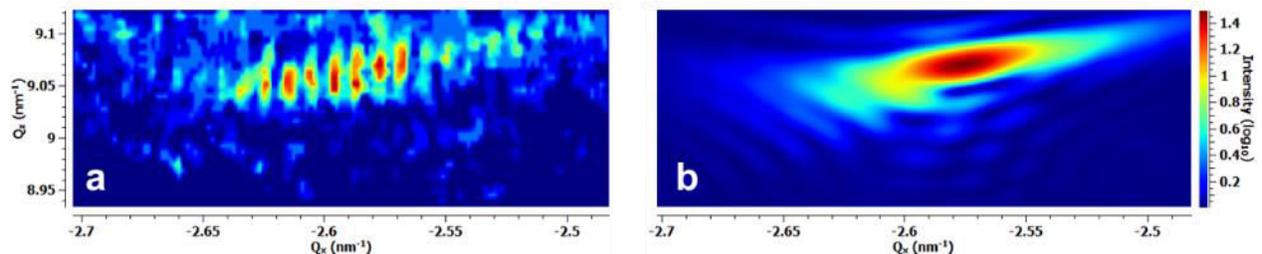


Figure 140 (a) RSM $\overline{115}$ mesurée, présentant un faible rapport signal sur bruit et (b) RSM $\overline{115}$ associée à partir de la librairie (valeur minimale de χ^2_n)

Malgré le faible rapport signal sur bruit de la RSM mesurée (Figure 140 a), la RSM simulée lui est très semblable (Figure 140 b) et les résultats restent fiables. Le temps de calcul de la procédure est de 8 minutes, ce qui est compatible pour un suivi en ligne du procédé de fabrication. Nous userons d'un modèle similaire pour le suivi du procédé de fabrication.

5. 3. 4. **Contrôle en ligne des déformations**

L'ensemble des méthodes évoquées dans ce manuscrit ayant été intégré avec succès en aval du système de mesure, elles ont pu être utilisées pour le suivi de l'état de déformation de transistors pendant les premières étapes de fabrication. Le développement informatique introduit précédemment a permis de traiter automatiquement les RSM mesurées et ainsi fournir des résultats détaillés pour l'ensemble des étapes [196].

5. 3. 4. 1 Etapes de fabrication

L'état de contrainte/déformation des structures est fortement dépendant de la géométrie de ces dernières, comme nous avons pu le voir dans la partie 3. 3. 4. 4, et des étapes de fabrication qui lui sont associées [181]. Ainsi l'optimisation des différentes étapes de procédés peut permettre de paramétrer convenablement la distribution de contrainte [197]–[199]. Cependant, les transistors constituent une mosaïque complexe, où les matériaux ont des caractéristiques variées, subissent des procédés et températures diverses. Il est bien connu que, pendant et après le traitement de ces dispositifs, les contraintes mécaniques évoluent, que ce soit dans les films et dans le substrat [18], [200], [201]. Malgré le fait que la contrainte soit convenablement introduite dans les étapes initiales, certaines étapes de fabrication postérieures risquent d'altérer son état. À titre d'exemple, des coefficients de dilatation thermique ou des distributions de la température non uniformes peuvent induire une modification de l'état de contrainte [202], [203]. La fabrication des dispositifs implique des étapes de recuits, pour lesquelles il risque de se produire des désorptions, une réaction entre différentes phases, une densification, ou encore une ségrégation d'éléments. Une relaxation de cet état de contrainte/déformation peut aussi être induite à proximité des zones actives en réponse à des étapes de gravures profondes, comme des tranchées d'isolations [70], [204], [205]. Autant de phénomènes qui ont la capacité d'influencer l'état de contrainte de la structure. Les problèmes liés à l'introduction de contraintes sont donc multiples, interconnectés et extrêmement complexes.

La capacité de suivi de l'ensemble de ces étapes présente un intérêt conséquent pour l'ingénierie des contraintes/déformations. De fait, une première démarche de suivi de l'état de déformations des transistors a été mise en œuvre sur les premières étapes de fabrications des transistors pMOS. Elles n'ont pas toutes été étudiées, les mesures ont seulement été effectuées pour 14 étapes de fabrications clés pouvant induire des modifications de cet état. Les premières étapes étudiées sont représentées dans la Figure 141.

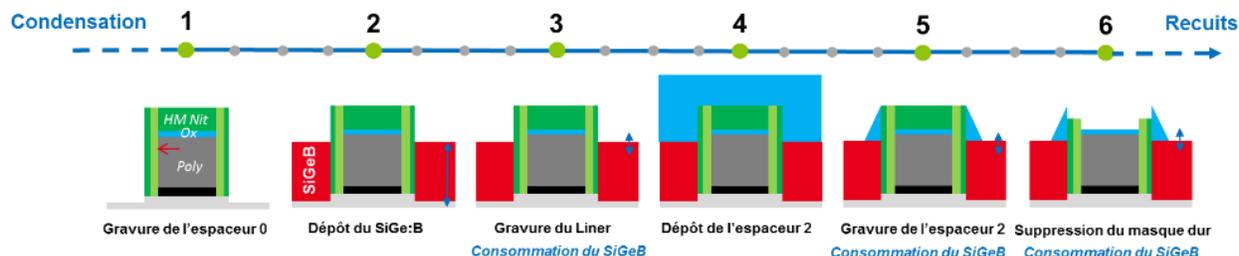


Figure 141 Illustrations des 6 premières étapes mesurées dans le processus de fabrication, composées de gravures et dépôts.

La plupart des étapes consistent en des gravures de couches précédemment déposées sur les sources/drains, elles peuvent donc impacter leur état de déformation. Les étapes suivantes, non représentées dans ce schéma, ont aussi été étudiées, elles consistent pour la plupart en un ensemble de recuits thermiques, allant de 230° à 1250°. Ces recuits peuvent aussi influencer la déformation, favorisant la fluctuation de la structure cristalline et donc la redistribution de ces déformations.

5. 3. 4. 2 Suivi global

Dans un premier temps, la méthode d'analyse \mathcal{M}_1 a été mise en œuvre, permettant de suivre les positions moyennes des pics de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ pendant le processus, pour des RSM dans les configurations $\Phi=90^\circ$ et $\Phi=0^\circ$, symétriques 004 (Figure 142) et asymétriques $\bar{1}\bar{1}5$ (Figure 143). La procédure, automatisée, détecte les pics de diffractions du $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ suivant la direction q_x sur la base d'un seuil d'intensité et de la concavité des gradients d'intensités. Une détection de la position maximale des pics suivant la direction q_z permet ensuite de déterminer les conditions initiales de la fonction mathématique d'ajustement. Cette étape est critique dans la procédure, une mauvaise condition initiale pouvant entraîner une erreur de convergence comme nous l'avons évoqué en début de chapitre (Figure 126). L'ensemble des paramètres de la fonction mathématique et des informations statistiques sur la qualité de l'ajustement sont alors disponibles pour chaque RSM des étapes de fabrication.

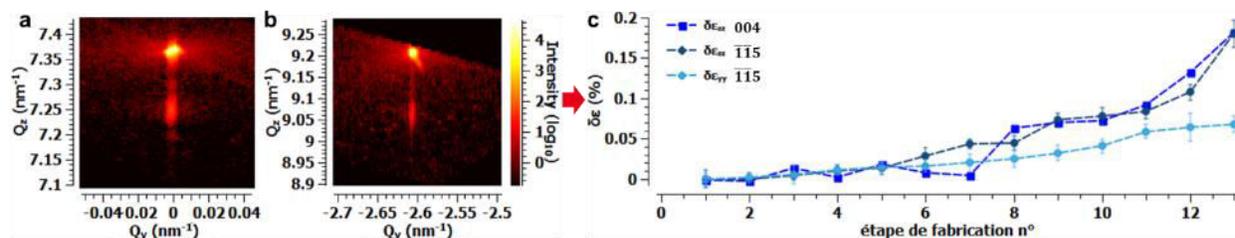


Figure 142 (a) RSM 004 et (b) RSM $\bar{1}\bar{1}5$ de la première étape, mesurées dans la direction de la largeur des transistors ($\Phi=90^\circ$). (c) Evolution de la position/déformation du pic de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$, pour chaque étape de fabrication.

Nous avons vu au préalable qu'il était possible pour les RSM symétriques d'attribuer le décalage de position du pic de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ suivant la direction q_z à une variation moyenne de la

déformation hors plan dans la structure ($\delta\epsilon_{zz}$). Les positions verticales des figures de diffraction pour les RSM 004 ont donc aussi été converties en déformation moyenne (Figure 142 c et Figure 143 a). À partir des résultats des RSM 004, on peut dès lors détecter les étapes impactant la déformation : une valeur constante à 0,05 % au milieu du procédé (étape 9 à 11) et qui augmente jusqu'à 0,18 % à la fin (étape 14)(Figure 142 c). Le premier seuil de variation correspond à des mesures après un ensemble d'étapes associées à un dépôt et gravure de nitrure. L'ensemble des variations qui suivent correspondent aux différentes étapes de recuits. Des résultats similaires sont obtenus à partir des RSM $\bar{1}\bar{1}5$, suivant la longueur des transistors (Figure 142 c). On identifie une variation similaire de la déformation perpendiculaire, à l'exception de l'étape 7 (Figure 142 c). Une variation continue de la déformation dans le plan est aussi visible, jusqu'à la valeur de 0,06 % (Figure 142 c).

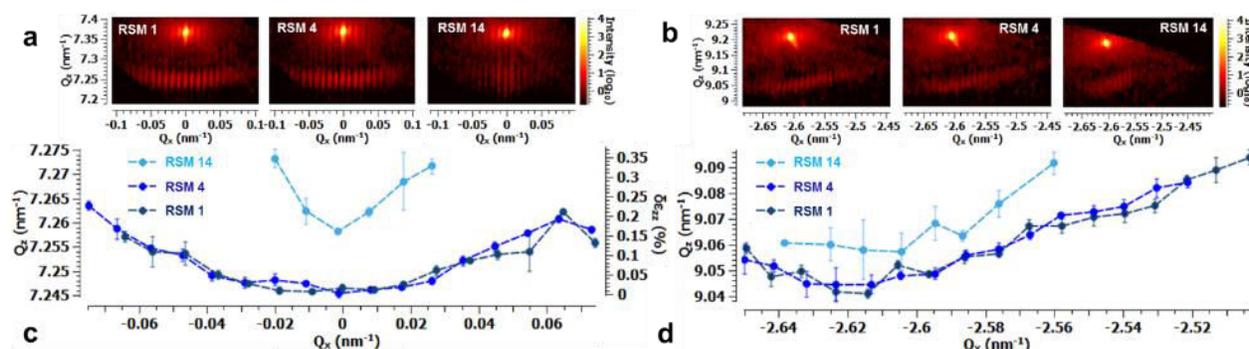


Figure 143 (a) RSM 004 et (b) RSM $\bar{1}\bar{1}5$ mesurées dans la direction de la longueur des transistors ($\Phi=90^\circ$). (c) Evolution correspondante de la position/déformation pour les RSM 004 et (d) position pour les RSM $\bar{1}\bar{1}5$ des pics de SiGe, pour la première étape du procédé, une étape intermédiaire (étape 4) et la dernière (étape 14).

Le réel bénéfice apporté par les RSM réside dans l'analyse de la configuration perpendiculaire ($\Phi=0^\circ$) (Figure 143), comme nous avons pu le voir dans le chapitre 3. Dans cette configuration, la forme de la figure de diffraction du $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ correspond, au premier ordre, à l'inhomogénéité du champ de déformation dans la longueur des transistors. Le suivi se limitant à l'évolution de ces positions, il donne donc des informations partielles sur l'évolution de la relaxation locale pendant le processus. En premier lieu, on observe que les variations de position dans la direction q_z dans cette configuration sont cohérentes avec les variations suivant la configuration perpendiculaire $\Phi=90^\circ$.

Cependant, non seulement l'ensemble de la figure de diffraction est décalée vers des positions en q_z de plus grandes valeurs, mais sa forme est aussi modifiée, du moins en fin de procédé (Figure 143). Les résultats révèlent une légère relaxation au début du procédé et une dégradation conséquente en fin de procédé (Figure 142 f et Figure 143 f). Néanmoins, l'ensemble de ces variations, bien que quantitatives, ne donnent que des variations moyennes, qu'il est difficile de relier à des

variations locales. Elles indiquent a priori que la relaxation est plus importante sur les bords de la structure qu'au centre en fin de procédé. Cette variation étant accompagnée d'une diminution de nombres de pics de diffraction, on peut supposer que la déformation est homogénéisée pendant le processus de fabrication. Du moins, cette interprétation est cohérente avec le fait que les RSM concernées correspondent à des étapes de traitement thermique.

5. 3. 4. 3 Suivi local

Dans le but d'accéder à davantage d'informations et lier l'ensemble des variations de position, de forme et d'intensités de la figure de diffraction, la même démarche a été mise en œuvre en usant de la méthode \mathcal{M}_3 . Pour ce faire, une librairie de champ de déformation et de RSM a été générée avec un jeu de données possédant des pas fins. Cette librairie est composée de 4000 champs de déformation et 2 fois plus de RSM, générée en utilisant un modèle mécanique composé de 6 paramètres fixés et 3 paramètres ajustés, semblable au modèle présenté dans l'exemple de la partie 5. 3. 3. 3. Les différentes valeurs de ces 3 paramètres forment une combinaison de 1000 valeurs de déformations verticales ($\Delta\varepsilon_{zz} = 0,45\%$) et horizontales ($\Delta\varepsilon_{xx} = 0,95\%$), avec une variation de $0,05\%$, et 4 valeurs d'épaisseur avec un pas de $0,5\text{ nm}$. Les paramètres fixés correspondent à la concentration en germanium et d'autres paramètres définissant la géométrie de la structure.

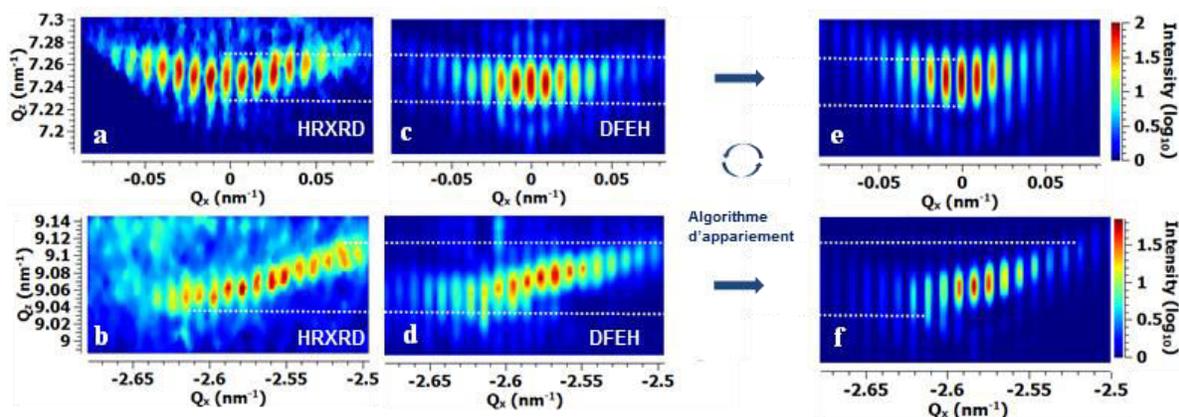


Figure 144 RSM 004 (a) et $\overline{115}$ (b) mesurées en HRXRD. RSM 004 (c) et $\overline{115}$ (d) simulées à partir d'un modèle basé sur résultats DFEH. RSM 004 (e) et $\overline{115}$ (f) respectivement associées aux RSM a/c et b/d par la procédure d'appariement. L'ensemble de ces RSM correspondent à l'étape initiale, l'épitaxie des sources/drains.

Dans la démarche d'interpréter les RSM à partir d'un modèle de champ de déformation, nous avons en premier lieu vérifié la pertinence de cette approche à partir de la première étape, correspondant à l'épitaxie des sources/drains. Nous avons vérifié que la figure de diffraction de la première étape caractérise bien le champ de déformation attendu pour une épitaxie cohérente de

$\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ sur un substrat en silicium. Cette étape correspond à l'exemple de la partie 3. 4. 3, dans laquelle nous avons validé la correspondance entre le champ de déformation de la DFEH et les mesures HRXRD. Avec la démarche présentée dans cette partie, on obtient aussi une correspondance entre les mesures HRXRD et DFEH. Les RSM mesurées et simulées à partir des résultats DFEH donnant la même correspondance à partir de l'approche utilisant la librairie (Figure 144). La procédure indique donc elle aussi que le champ de déformation du modèle DFEH est proche du champ associé aux mesures HRXRD. On considère alors que la procédure est suffisamment valide pour effectuer un suivi. Cette analyse initiale est alors utilisée comme référence pour suivre l'évolution des déformations pendant l'intégralité du processus.

Parmi les résultats, les champs de déformation associés à la première et dernière étape sont présentés en Figure 145. Visuellement, il y a peu d'écart entre les deux champs, si ce n'est sur l'amplitude de la déformation. Mais leur différence, représentée en Figure 145 e/f, permet de mieux discerner l'évolution de la déformation. On identifie à la fois une réduction de la déformation verticale et horizontale, de manière hétérogène. Ce résultat est globalement cohérent avec les résultats obtenus avec la méthode \mathcal{M}_1 . Cependant contrairement aux conclusions que nous avons établies, il semblerait que la relaxation en bord soit essentiellement horizontale. Nous avons énoncé que la relaxation verticale était plus importante sur les bords de la structure alors que cette méthode permet de mettre en évidence une conclusion inverse : la variation la plus importante est à l'interface avec le silicium. Il semblerait que les différents procédés favorisent une homogénéisation de l'état de déformation dans la structure. À noter qu'une diminution de l'épaisseur de 0,5 nm est observée à partir de l'étape 7 correspondant à une gravure.

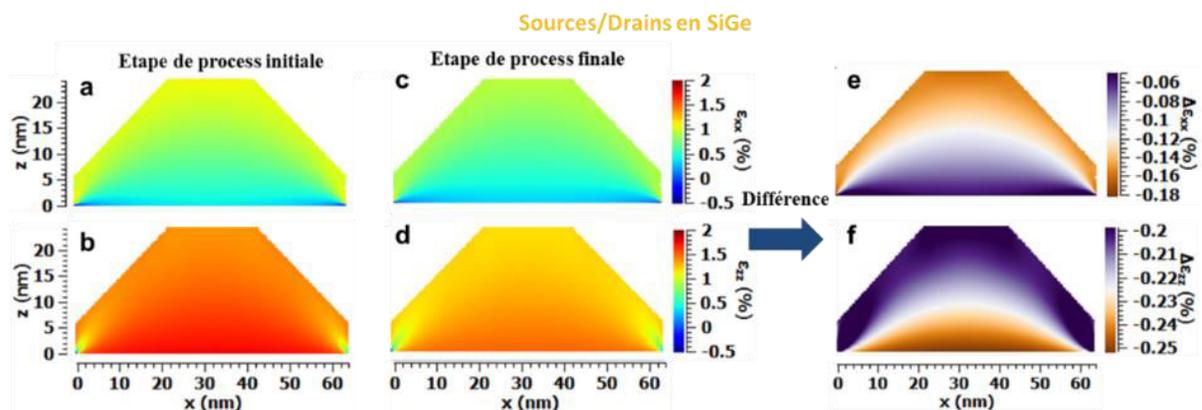


Figure 145 Champs de déformation horizontaux et verticaux dans les sources/drains en $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ pour la première étape de fabrication (a/b) et pour l'étape finale (c/d) obtenue à partir de la procédure d'appariage. Différence entre les champs horizontaux et verticaux (e/f).

Ce résultat met donc en avant la facilité d'interprétation de cette méthode (\mathcal{M}_3), contrairement à la première abordée (\mathcal{M}_1) qui nécessite d'émettre des hypothèses. Dans ce cas,

l'évolution du champ de déformation est directement visible. Cette méthode présente l'avantage de combiner l'ensemble des paramètres que l'on pouvait extraire avec la méthode \mathcal{M}_1 . Elle permet d'obtenir une seule donnée de sortie, transcrite en champ de déformation. À partir de cette méthode, nous sommes donc capables de détecter facilement des variations du champ de déformation, mais aussi des changements de géométries ou de dimensions.

5. 3. 4. 4 Evaluation de la qualité du suivi

Il est possible de se référer aux études effectuées dans la partie 5. 1. 2 pour quantifier la qualité de la méthode \mathcal{M}_1 . L'évaluation de la procédure basée sur l'utilisation d'une librairie (\mathcal{M}_3) présente quant à elle des difficultés. Afin d'apprécier les qualités de la méthode \mathcal{M}_3 , nous avons utilisé la méthode \mathcal{M}_1 pour comparer les RSM sélectionnées par l'algorithme avec les mesures (Figure 146). L'écart moyen pour la première étape est de 0,04 %, une valeur légèrement moindre par rapport à la comparaison avec la DFEH.

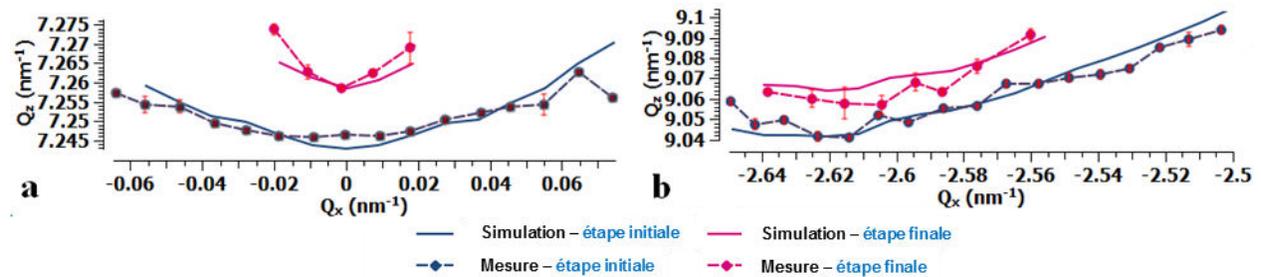


Figure 146 Comparaison des positions des pics de SiGe des RSM 004 (a) et $\overline{115}$ (b) entre les mesures et les simulations pour la première étape et la dernière étape du procédé de fabrication

Concernant la dernière étape, l'écart moyen est de 0,07 %, néanmoins cette valeur n'a que peu de sens étant donné que l'écart type est de 0,05 %¹. Ces écarts reflètent le fait que la position de la figure de diffraction entre les mesures et les simulations est proche, mais pas la forme. En effet, les RSM expérimentales sont plus incurvées, ce qui laisse à penser que le champ de déformation n'est pas assez hétérogène dans les simulations. Le modèle ne semble donc pas parfaitement prendre en compte l'ensemble des phénomènes de relaxation. Un ou plusieurs paramètres supplémentaires permettant d'ajuster localement la relaxation, c'est-à-dire les gradients de déformation, semblent donc requis.

¹ L'importante valeur d'écart type provient aussi du fait qu'il y a peu de point de mesure

5. 4. Conclusion

En conclusion de ce chapitre, les conditions expérimentales ne semblent pas être le facteur limitant dans l'analyse des RSM, ni même la qualité des algorithmes d'ajustement. Ce qui limite l'analyse des RSM c'est avant tout le développement d'un moyen d'automatisation efficace, avec une répétabilité suffisante. Le facteur limitant de cette démarche est le rapport signal sur bruit. Parmi les méthodes automatisées de suivi des contraintes présentées dans ce chapitre, nous avons illustré deux de ces méthodes. La première, basée sur l'utilisation de fonction d'ajustement pour l'extraction de paramètres comme la position, la largeur et l'intensité de coupes extraites des figures de diffraction dans les RSM, permet de rapidement suivre la variation moyenne de la déformation pendant le processus de fabrication. Cette méthode, bien que simple à mettre en œuvre et rapide, n'est cependant pertinente que lorsque le champ de déformation est relativement homogène. Pour les situations plus complexes, il faut utiliser des fonctions analytiques plus élaborées ou des simulations. Néanmoins, tout comme la méthode \mathcal{M}_2 , non développée dans ce manuscrit, la limite de ces approches est atteinte lorsque le rapport signal sur bruit est faible, la méthode d'ajustement convergeant difficilement vers une solution. Dans l'hypothèse où la méthode d'ajustement peut être améliorée, il est cependant possible de se limiter à ce genre de procédure pour du contrôle en ligne. La comparaison des positions des pics permet de détecter des variations de procédés. Il est aussi possible de suivre la largeur et l'intensité des pics de diffractions. Toutefois, il est bien trop complexe d'attribuer ses variations à des modifications physiques. Pour ce faire, des hypothèses fortes doivent être effectuées. Ces méthodes présentent donc l'inconvénient de fournir peu d'information sur le champ de déformation.

À l'inverse, la deuxième méthode implémentée, basée sur l'utilisation d'une base de données de simulations offre un moyen d'identifier rapidement et simplement les champs de déformation associés à des RSM. Les RSM mesurées sont ainsi directement comparées avec les RSM présentes dans ces bases de données. Elles offrent ainsi un champ de déformation comme donnée de sortie. En considérant l'ensemble des informations contenu dans la cartographie, le nombre de données utilisé dans la procédure d'ajustement est maximisé, et donc la qualité de la procédure l'est en conséquence. Cela permet d'accéder à une meilleure capacité d'analyse avec une sensibilité réduite au bruit. Cette approche a été testée sur de nombreuses structures, en se basant sur des modèles simples dans lesquels peu de paramètres géométriques et physiques varient. Pour chaque structure, des milliers de RSM ont été simulées et correspondent convenablement aux mesures. Simple à mettre en œuvre, elle a démontré sa robustesse, sa fiabilité et sa rapidité, malgré les faibles rapports signal sur bruit. Elle est une méthode favorable pour le contrôle en ligne des déformations. Cette approche est d'autant plus pertinente lorsqu'elle est utilisée pour du contrôle de procédés. En effet, les structures

Conclusion

étudiées varient peu, en matière de dimension, de composition, mais aussi et surtout en déformation. Malgré la quantité de paramètres nécessaire pour simuler des structures aussi complexes, l'espace des solutions est restreint. Par contre, cette approche ne permet pas d'accéder au meilleur résultat possible par rapport à une méthode itérative. Sous certaines conditions, elle permet tout de même d'obtenir un accord satisfaisant entre la mesure et la simulation. La principale limite de cette approche réside dans la qualité du modèle utilisé et de la gamme des paramètres utilisés pour créer la librairie. Un modèle précis est associé à un nombre important de paramètres et une gamme étendue de jeu de données.

La comparaison des acquisitions sur l'équipement industriel avec les mesures au synchrotron a mis en évidence que pour ce type de cartographie, un équipement plus performant n'apporte pas plus de détail. Cette conclusion est confirmée par le fait que les simulations n'apportent pas non plus davantage de détail, l'ensemble des détails de la figure de diffraction sont accessibles. Cette étude a permis de démontrer que l'équipement industriel acquière des RSM d'une grande qualité, et ce pour un temps de mesure compatible avec les exigences de la métrologie en ligne.

Si les modèles précédemment introduits reproduisent très bien les champs de déformation post-dépôt, ils deviennent obsolètes pour des étapes de fabrications ultérieures. Dans cette étude, un modèle simple a été utilisé, limité à des variations de déformation initiales de 0,05 % et sans contrôle de la distribution des déformations (gradients de déformation). Pour une meilleure analyse, un modèle permettant de faire varier plus finement les gradients de déformation doit être considéré, pour reproduire les variations spécifiques à chaque étape de fabrication. Malgré cela, nous avons pu reproduire de manière satisfaisante la forme globale de la figure de diffraction et sa position. Même si le champ de déformation n'est pour le moment pas parfaitement modélisé, l'utilisation des RSM représente tout de même un réel bénéfice pour le suivi des déformations pendant le processus de fabrication.

Conclusion

6. Conclusion générale et perspectives

Ce travail de thèse a permis de statuer sur les possibilités d'un suivi automatique des déformations locales par le biais de cartographies du réseau réciproque (RSM) et des possibilités de mesurer la déformation par spectroscopie Raman. Les résultats ont été confrontés à ceux obtenus par une technique de référence pour la mesure des déformations comme la DFEH, mais également corrélés à des études comparatives de simulation de champs de déformations par des modèles éléments finis (FEM) et des modèles analytiques. De ces études, il en ressort que la spectroscopie Raman et la HRXRD présentent des capacités différentes et complémentaires. La résolution spatiale de la HRXRD est très faible, de l'ordre de plusieurs centaines de micromètres, en comparaison à la spectroscopie Raman qui est sub-micrométrique. Néanmoins la propriété de la diffraction permet à la HRXRD de résoudre les champs de déformation avec une résolution nanométrique du fait de la haute résolution dans l'espace réciproque. La HRXRD est donc bien adaptée pour la mesure des déformations localisées à l'échelle de quelques nanomètres, tout comme les techniques de microscopie, tandis que la spectroscopie Raman présente un intérêt pour la mesure de structure à l'échelle du micromètre jusqu'à la centaine de nanomètres.

6. 1. Discussion

La micro-spectroscopie Raman s'est avérée être un outil permettant de mesurer la composition en germanium et la déformation avec respectivement une justesse de $\pm 3\%$ et $0,12\%$, et une fiabilité de $\pm 0,3\%$ et de $0,012\%$, pour des couches minces de $\text{Si}_{0,7}\text{Ge}_{0,3}$ épitaxiées sur silicium d'au moins 2 nanomètres d'épaisseur. Le choix quant à la longueur d'onde excitatrice permet d'ajuster la profondeur de pénétration et de s'adapter ainsi aux structures étudiées. Dans le cas présent, l'utilisation d'une source UV est tout à fait compatible avec les structures étudiées, d'épaisseurs de l'ordre de quelques nanomètres. Étant donné la faible taille du faisceau, la spectroscopie Raman peut être aussi utilisée pour déterminer l'uniformité d'une couche épitaxiée avec une résolution latérale de $0,1\mu\text{m}$ et axiale d'une dizaine de nanomètres. Enfin, les algorithmes de traitement des spectres Raman développés ont démontré un réel intérêt, notamment dans l'étude de données présentant peu de signal.

La technique la plus appropriée à notre besoin, reste à ce jour l'HRXRD, déjà présente en milieu industriel et utilisée pour suivre les procédés de fabrication sur des couches minces. Pour étendre ses capacités à l'analyse de structures tridimensionnelles comme les transistors, nous avons vu que l'utilisation des RSM était primordiale. L'ensemble des résultats présentés est une première étape pour illustrer les bénéfices et la sensibilité de la HRXRD, soulignant le lien entre les RSM et

le champ de déformation local des nanostructures. Au travers d'une comparaison avec la DFEH nous avons montré que cette technique était sensible aux champs de déformations au même titre que les techniques de microscopie, qui représente actuellement les techniques de choix dans la détermination des champs de déformations, avec en plus l'avantage de ne pas présenter d'effet de lame mince. Les méthodes présentées dans ce manuscrit ont permis l'intégration d'un suivi en ligne de production des champs de déformations de structures aussi complexes que des transistors. La démarche la plus adaptée que nous avons mise en place consiste à corréler des RSM expérimentales avec des RSM modélisées à partir du champ de déplacement généralement déduit d'un calcul mécanique par la méthode des éléments finis (FEM). La pertinence de cette approche a été testée pour un ensemble de structures plus ou moins complexes.

Grâce aux avancées dans les équipements industriels d'HRXRD, l'utilisation de RSM peut désormais être implémentée en tant que routine de mesure. Étant donné que ces RSM peuvent être générées dans un délai d'une heure, il devient envisageable de les utiliser pour réaliser du contrôle en ligne. Les procédures d'analyses introduites dans ce manuscrit sont rapides et simples d'utilisation. La méthode \mathcal{M}_1 d'extraction a permis de suivre l'évolution globale de la déformation et de détecter les étapes de fabrication ayant un impact sur l'état de déformation, et ce avec précision ($< 0,01\%$). La méthode \mathcal{M}_3 offre un accès plus détaillé sur la distribution de la déformation et sur la géométrie de la structure, informations qui ne sont pas accessibles avec les procédures d'analyse classiques, i.e. des coupes de l'espace réciproque. Au-delà de sa rapidité, elle présente l'intérêt d'être précise, robuste et demande très peu de ressources informatiques. Elle présente de plus l'avantage de pouvoir mesurer des RSM possédant un rapport signal sur bruit très faible. La HRXRD présente donc tous les avantages permettant de développer une métrologie des contraintes. L'analyse de structures qui sont représentatives des transistors fournit des informations additionnelles et primordiales. La méthode a été illustrée sur l'exemple de l'alliage $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$, mais elle est parfaitement généralisable à d'autres structures cristallines présentes en microélectronique, telle que le $\text{Si}_{1-x}\text{C}_x$ ou le $\text{Ga}_{1-x}\text{As}_x$. Les travaux de cette thèse sont donc une première étape vers le développement de la HRXRD comme une technique précieuse pour l'ingénierie des contraintes et la métrologie en ligne.

6. 2. Perpectives

Étant donné la complexité croissante de la réalisation de circuits électroniques, les équipes de process qui développent et fabriquent les structures et procédés requièrent de plus en plus de soutien de la part des équipes de métrologie et de détection des défauts. Il y a un double besoin : une accélération du développement du design des structures, mais aussi améliorer les conditions de procédés de fabrication. La contrainte étant un des moyens principaux d'augmenter le courant dans les transistors le développement d'une métrologie des déformations non destructive est donc requis.

Nous avons dans ce manuscrit présenté des moyens d'y parvenir, néanmoins des progrès sont encore indispensables dans ce domaine. Il est notamment indispensable de calibrer avec plus de précision les méthodes.

6. 2. 1. 1 Raman

Dans l'objectif de pouvoir utiliser la spectroscopie Raman comme un outil de métrologie des déformations, un effort est à fournir dans la calibration des lois semi-empiriques permettant de corréler la déformation au décalage en fréquence Raman. L'étude de structures pseudomorphiques est directe, cependant dans le cas où la contrainte n'est plus purement bi-axiale, la mesure Raman ne permet plus d'extraire directement les valeurs de déformations. Dans ce cas, il faut alors recourir à des simulations numériques, qui permettent de déterminer entièrement le tenseur des déformations au point de mesure. De la même manière que pour la HRXRD, des bases de données peuvent être établies dans le but d'attribuer un spectre Raman à une valeur/un champ de déformation. Seulement dans le cadre du μ -Raman en configuration rétrodiffusée le manque d'information est limitant, le nombre restreint de paramètres que l'on peut extraire de ces spectres ne permet pas de définir l'unicité de la solution. Pour ce faire, il faut pouvoir mesurer l'ensemble des modes optiques, tel que fourni par les techniques Raman obliques. Seulement ces techniques induisent un agrandissement conséquent de la taille du faisceau, ce qui rend les mesures locales à l'échelle nanométrique infaisables. Pour améliorer la résolution spatiale, la technique de TERS doit être développée. Cependant, même si des progrès sont déjà réalisés [76], [206], le TERS nécessite encore un long travail de développement. En somme, à l'heure actuelle, le TERS et le μ -Raman ne répondent donc pas aux besoins industriels, pour la caractérisation des déformations locales. Malgré tout, le μ Raman a tout de même le potentiel, la performance et la maturité pour être industrialisé. Il peut être utilisé pour la caractérisation de couches minces, ce pourquoi plusieurs équipements μ -Raman font leur apparition en salle blanche, pour la mesure de plaque de production [183]–[187].

6. 2. 1. 2 HRXRD

La génération actuelle d'équipement industriel d'HRXRD dédié à la microélectronique est très performante. Néanmoins, les RSM mesurées disposent d'un très faible rapport signal sur bruit et si les acquisitions sont courtes pour des équipements HRXRD, elles restent longues pour des équipements industriels. De fait, des progrès sont possibles. Les sources à jet de métal liquide (LMJ) [207] semblent par exemple prometteuses de même que celles basées sur l'effet Compton inverse (ICS)[208]. Par contre, leur intégration en équipement industriel n'est pas encore opérationnelle en termes de répétabilité et fiabilité.

Comme nous avons pu le voir, pour pouvoir extraire le champ de déformation les transistors doivent être suffisamment semblables et former un réseau cohérent. De fait, les études présentées

dans ce manuscrit sont basées sur l'hypothèse que l'ensemble des transistors sont identiques. Cependant, les études Raman et HRXRD avec un faisceau nanométrique ont démontré que certaines étapes du procédé de fabrication induisent une inhomogénéité à l'échelle du micromètre [173]. Ainsi, pour évaluer la fiabilité de la méthode, des études approfondies doivent être menées afin de déterminer l'impact de cette hétérogénéité sur l'écart entre les simulations et les mesures. Il est par exemple possible de simuler cette hétérogénéité et ainsi explorer son effet sur les RSM, et détecter la sensibilité de la HRXRD à cette inhomogénéité. Il est aussi possible de concevoir des structures de métrologie spécifiques pour l'étude de ce genre de phénomène. Concernant les structures de métrologie, on pourrait par exemple très bien imaginer un double réseau de transistors, c'est-à-dire des transistors périodiquement répétés dans deux directions. Bien que réduisant la densité de matière et donc le signal mesuré, cette architecture permettrait de se rapprocher des états de déformation des transistors 'réels'.

6. 2. 1. 3 Hybridation

L'hybridation peut aussi être un moyen de faciliter et améliorer les méthodes évoquées précédemment. À titre d'exemple, les dimensions des structures peuvent être déterminées avec fiabilité par des techniques optiques, non destructives telles que la scatterométrie et la XRR. Il serait aussi intéressant de pouvoir combiner l'utilisation de la diffusion de rayons-X aux petits angles pour la mesure des dimensions critique (CDSAXS) avec la HRXRD, qui n'est pas sensible à la déformation, mais seulement à la géométrie de la structure [209]. Nous avons vu précédemment que l'effet de la stoechiométrie de l'alliage et du dopage sur les RSM est similaire, il est alors important de pouvoir connaître l'un des deux paramètres. De manière générale, la concentration de dopant est bien connue, mais elle peut être déterminée au préalable par des techniques bien plus sensibles au dopage, tel que la réflectométrie infrarouge (MBIR). Une fois la dose connue son effet sur la position des figures de diffraction peut-être soustrait des mesures HRXRD. La métrologie hybride présente donc, à priori, un réel potentiel. Elle peut être indexée de manière virtuelle, au travers d'un système automatique embarqué sur serveur, qui récupère l'ensemble des informations via l'utilisation d'un même logiciel de traitement des données. Le développement de méthodes d'analyse et de traitement dans le but de croiser les données présente un grand intérêt.

Il semble inévitable d'utiliser plus d'un type de mesure, d'équipement et de méthodes afin de tirer parti des jeux de données les plus pertinents apportés par chaque technique. À titre d'exemple, nous avons pu voir que la caractérisation de structure mince est rendue difficile pour la technique HRXRD. L'étant moins pour les techniques Raman, la comparaison des résultats Raman avec la HRXRD permet donc de réduire les incertitudes. Cette combinaison ne se limite pas à ces techniques comme nous avons pu le voir précédemment, l'association avec les techniques de

microscopie présente aussi un intérêt conséquent. Présentée dans ce manuscrit, la DFEH possède des atouts dans la caractérisation des contraintes, offrant avec une excellente résolution un champ de déformation. Ce genre de technique permet ainsi de cartographier le champ de déformation local d'une structure inconnue, offrant un bon moyen d'anticiper ce que peut donner la diffraction de cette structure. Il est aussi possible d'utiliser le champ de déformation mesuré par cette technique comme données d'entrées des méthodes de simulation évoquées. Cela présente l'avantage d'éviter la première étape, la simulation du champ de déformation, et ainsi de permettre de comparer les mesures d'HRXRD avec des mesures DFEH dans une même représentation, la RSM. Notre choix quant à la technique de microscopie aurait pu être différent, en utilisant par exemple la NBED ou encore la PED. Seulement la DFEH est une des techniques les plus récentes, offrant des champs de déformations suffisamment résolus. Ces comparaisons ne sont cependant pas directes étant donné les écarts de résolution, de sensibilités et de formalisme entre les techniques. Des artefacts peuvent survenir du fait de la combinaison des données. Il est plus que nécessaire d'évaluer et tester le bon fonctionnement des algorithmes permettant de combiner les résultats.

6. 2. 1. 4 Modélisation

Avec la complexité croissante des structures et l'augmentation des exigences, il est plus que nécessaire de développer les modèles informatiques permettant de prévoir et/ou interpréter les mesures expérimentales. Dans ce manuscrit, nous avons présenté l'utilisation de modèle de déformation simple, c'est-à-dire ne prenant pas en compte tous les phénomènes mécaniques, dans le but de pouvoir reproduire les mesures HRXRD et Raman. La pertinence de cette approche, évaluée pour des structures de géométries simples a été étendue à des structures plus complexes à l'aide de la microscopie. La prochaine étape consiste à développer des modèles plus précis, prenant en compte davantage de phénomènes impactant les déformations. Pour ce faire, il est évidemment intéressant de s'appuyer sur les résultats des techniques de microscopie, comme initié dans ce manuscrit. Il s'agit dans un premier temps de développer des modèles reproduisant les champs de déformation mesurés par microscopie, puis dans un second temps d'utiliser ces modèles pour pouvoir reproduire des variations de déformation, en faisant varier les paramètres. De même, il est possible de se baser sur des simulations de champ de déformation bien plus avancées, comme développées par le service TCAD¹ à STMicroelectronics. À ce propos, il est envisageable d'utiliser des modèles atomistiques, comme les modèles basés sur le champ de force de valence de Keating, présenté dans le chapitre 2. Ils permettent de prendre en compte des effets induits par les interactions atomiques, comme le glissement interne [20]. Le principe étant de pouvoir obtenir un modèle pouvant reproduire de manière suffisamment précise les effets influençant la déformation. L'utilisation de ces modèles dans la démarche présentée dans ce manuscrit représente une perspective plus que profitable.

¹ Technology CAD : Technology Computer Aided Design

À noter que le temps de calcul de ces procédures peut être réduit en optimisant les algorithmes et/ou les procédures en elles-mêmes. L'algorithme permet actuellement d'appairer des RSM en quelques minutes pour un ensemble de 4000 RSM. Ce temps peut être raccourci en sélectionnant les RSM à comparer, par des algorithmes intelligents de sélection (réseau de neurones [210]–[212]), en changeant le langage de programmation ou en optimisant son fonctionnement. Actuellement, cet algorithme n'est pas parallélisé et il n'utilise pas de GPU¹ [213], alors qu'il possède la capacité de l'être et d'utiliser cette architecture. Finalement, la procédure en elle-même possède de nombreux moyens d'être optimisé et amélioré. À titre d'exemple, étant donné que les RSM symétriques sont sensibles qu'à la déformation hors plan, un premier ajustement peut être établi sur ces paramètres. Cette étape initiale réduit le nombre de degrés de liberté. En effet, une fois ces paramètres déterminés, l'ajustement des RSM asymétriques peut se faire uniquement sur la base de la déformation dans le plan. De même, la démarche utilise les RSM 004 et $\bar{1}\bar{1}5$ de manière indépendante, néanmoins l'appairage en simultané de ces deux réflexions, ou plusieurs autres, permettrait de réduire les incertitudes.

Enfin, nous avons focalisé notre analyse sur le $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$. Néanmoins, le champ de contraintes s'étendant dans le silicium sur des distances qui ne sont pas négligeables, nous aurions pu utiliser ces informations pour améliorer les résultats de l'algorithme. De même, la justesse et la répétabilité de cette méthode ont été que partiellement abordées, il est pourtant primordial d'approfondir ces résultats dans le but de déterminer les limites d'utilisations. L'approche basée sur l'utilisation d'une librairie est certes efficace, cependant il semble aussi intéressant d'implémenter des modèles analytiques, comme présenté en partie 7. 3. . Avec ce genre de procédure, une variation ingénieuse des paramètres permettrait de converger vers la solution attendue, avec une précision d'autant plus importante que le modèle est bien défini. Cependant, ce genre d'approche demande de nombreuses ressources informatiques avec un temps de calcul assez conséquent qui est difficilement compatible avec une approche de métrologie en ligne.

¹ Graphics Processing Unit : Processeur graphique

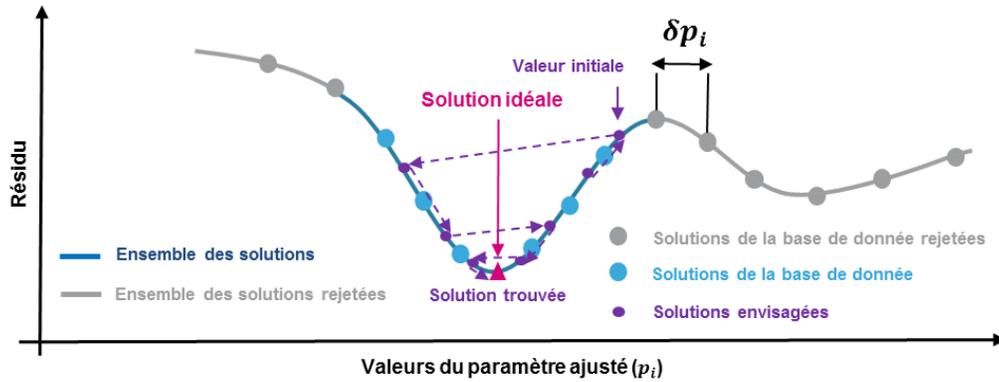


Figure 147 Illustration du fonctionnement d'une procédure combinant l'approche itérative et librairie d'un modèle à une variable p_i ajustée avec un pas variable δp_i , dont l'espace des solutions comporte deux minima locaux.

En somme, les approches itératives présentent des problèmes de convergence et de temps de calcul et l'approche librairie présente quant à elle l'inconvénient d'être limitée. En effet, le champ de solution peut être insuffisant ou manquer de précision. Pour résoudre ce double problème, il est alors possible de proposer une approche combinée. Une association des deux méthodes permet d'allier rapidité et performance : la méthode utilisant la librairie permet de rapidement approximer l'ensemble des paramètres et leurs bornes, en excluant les valeurs trop éloignées du résultat (Figure 147). À partir de cette sélection, un ajustement itératif peut être opéré, ce qui permet de raffiner les valeurs pour atteindre un optimal. L'espace des solutions ayant été au préalable réduit cet algorithme convergera avec plus d'aisance vers une solution satisfaisante. L'approche librairie évaluant l'ensemble des solutions, il est plus probable d'éviter les problèmes de convergence.

7. Annexes

Cette annexe est dédiée à la présentation des principales notions mathématiques utilisées dans ce manuscrit, des spécificités de l'utilisation de substrat SOI/FDSOI au regard des méthodes présentées et une illustration de l'utilisation d'un modèle analytique.

7. 1. Fonctions mathématiques

Dans cette première partie sont détaillées les expressions des principales fonctions mathématiques utilisées :

- **Lorentziennes \mathfrak{L}** - σ est la largeur de la raie, I_0 son intensité maximale et ω_0 sa fréquence centrale :

$$\mathfrak{L}(\omega, \omega_0, I_0, \sigma) = I_0 \frac{\sigma}{(\omega - \omega_0)^2 + \sigma^2} \quad (7. 1-1)$$

- **Gaussienne \mathfrak{G}** - σ est la largeur de la raie, I_0 son intensité maximale et ω_0 sa fréquence centrale :

$$\mathfrak{G}(\omega, \omega_0, I_0, \sigma) = \frac{I_0}{\sigma\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{(\omega-\omega_0)^2}{2\sigma^2}} \quad (7. 1-2)$$

- **Pseudo-fonction de Voigt \mathfrak{V}** - α est le paramètre qui contrôle le poids de la fonction Gaussienne par rapport à la fonction Lorentzienne :

$$\mathfrak{V}(\omega, \omega_0, I_0, \sigma, \alpha) = \alpha\mathfrak{L}(\omega, \omega_0, I_0, \sigma) + (1 - \alpha)\mathfrak{G}(\omega, \omega_0, I_0, \sigma) \quad (7. 1-3)$$

- **Pseudo-fonction de Laue \mathcal{L}_a** - N est la largeur de la raie, I_0 son intensité maximale et ω_0 sa fréquence centrale :

$$\mathcal{L}_a(\omega, \omega_0, I_0, \sigma) = \frac{I_0 \sin(\pi N(\omega - \omega_0))}{N^2 \sin(\pi(\omega - \omega_0))} \quad (7. 1-4)$$

En théorie N est une valeur entière, mais il n'est pas possible de définir une valeur entière dans les fonctions d'ajustement.

- **Loi de Poisson** – La probabilité de détecter n photons lorsque N sont attendus en moyenne s'écrit :

$$p(n) = \frac{N^n e^{-N}}{n!} \quad (7. 1-5)$$

7. 2. Substrats SOI/FDSOI

L'analyse de structures sur des substrats SOI/FDSOI n'a pas été présentée dans ce manuscrit, pourtant ces substrats sont omniprésents dans l'industrie microélectronique. Sûr les substrats FDSOI, créés par un procédé de collage, il est fréquent de mesurer une très légère désorientation cristalline entre la couche de silicium de surface et le silicium qui constitue le substrat (Figure 148). Étant donné que les structures sont déposées sur cette couche inclinée, elles possèdent la même inclinaison. Il est donc important de prendre en considération ces valeurs d'inclinaison avant l'analyse des résultats HRXRD, à défaut les analyses seront incorrectes.

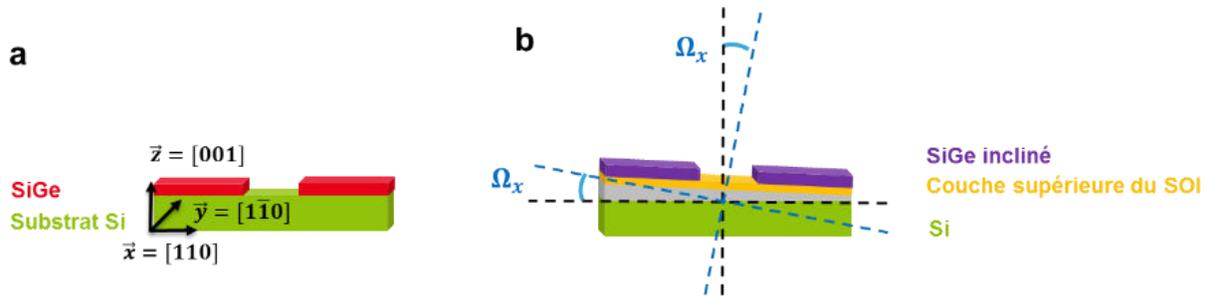


Figure 148 Schéma d'une structure composée de SiGe sur (a) un substrat de silicium et sur (b) un substrat SOI dont la couche supérieure de silicium est inclinée d'un angle Ω_x par rapport à la normale de la surface de la couche de silicium inférieure.

7. 2. 1. Changement de référentiel

La rotation peut s'attribuer à un changement de référentiel. De même, les substrats étant de différentes orientations et les structures elles-mêmes possédant des orientations spécifiques, il est nécessaire de pouvoir exprimer la contrainte ou les déformations dans des systèmes de coordonnées cristallographiques variés. Soit un système de repère $\mathcal{R}_0 = (0, \vec{x}, \vec{y}, \vec{z})$, il est possible de passer à un nouveau repère $\mathcal{R}_1 = (0, \vec{x}'', \vec{y}'', \vec{z}'')$, via la matrice de transformation suivante :

$$\bar{R}(\theta, \phi) = \begin{pmatrix} \cos\theta \cos\phi & -\cos\theta \sin\phi & \sin\theta \\ \sin\phi & \cos\phi & 0 \\ -\sin\theta \cos\phi & \sin\theta \sin\phi & \cos\theta \end{pmatrix} \quad (7. 2-1)$$

Avec θ l'angle polaire et ϕ l'angle azimutal, les angles permettant de passer du repère \mathcal{R}_0 au repère \mathcal{R}_1 (Figure 149).

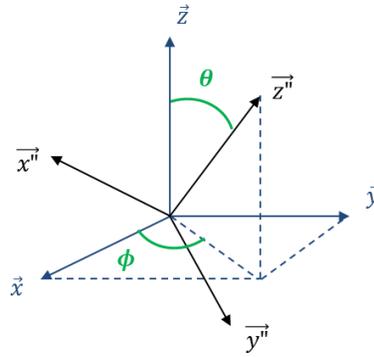


Figure 149 Position du repère $\mathcal{R}_1 = (\mathbf{0}, \bar{x}'', \bar{y}'', \bar{z}'')$ relativement au repère $\mathcal{R}_0 = (\mathbf{0}, \bar{x}, \bar{y}, \bar{z})$ par rotation (θ, ϕ)

La matrice de rotation étant une composante des matrices de rotation associées aux angles θ et Φ :

$$\bar{R}(\theta) = \begin{pmatrix} \cos\theta & 0 & \sin\theta \\ 0 & 1 & 0 \\ -\sin\theta & 0 & \cos\theta \end{pmatrix}, \bar{R}(\phi) = \begin{pmatrix} \cos\phi & -\sin\phi & 0 \\ \sin\phi & \cos\phi & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \quad (7. 2-2)$$

Considérant l'exemple d'une déformation appliquée dans le système cristallographique $[x, y, z]$, elle s'exprimera dans le nouveau système de la façon suivante:

$$\bar{\bar{\epsilon}}_{cristal} = \bar{R} \cdot \bar{\bar{\epsilon}} \cdot \bar{R}^T \quad (7. 2-3)$$

À titre d'exemple, considérant des déformations non nulles appliquées dans les directions x, y et z dans le système $[100]$, le tenseur de déformation dans les systèmes de coordonnées $[100]$ et $[110]$ s'écriront respectivement :

$$\bar{\bar{\epsilon}}_{[100]} = \begin{pmatrix} \epsilon_x & 0 & 0 \\ 0 & \epsilon_y & 0 \\ 0 & 0 & \epsilon_z \end{pmatrix}, \bar{\bar{\epsilon}}_{[110]} = \begin{pmatrix} P/2 & P/2 & 0 \\ P/2 & P/2 & 0 \\ 0 & 0 & \epsilon_z \end{pmatrix} \quad (7. 2-4)$$

Concernant les tenseurs de rigidité et de souplesses, la matrice exprimant la rotation autours de l'axe z s'exprime de la manière suivante:

$$\bar{R}(\phi) = \begin{pmatrix} \cos^2\phi & \sin^2\phi & 0 & 0 & 0 & 2\sin\phi\cos\phi \\ \sin^2\phi & \cos^2\phi & 0 & 0 & 0 & -2\sin\phi\cos\phi \\ 0 & 0 & 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \cos\phi & \sin\phi & 0 \\ 0 & 0 & 0 & -\sin\phi & \cos\phi & 0 \\ -\sin\phi\cos\phi & \sin\phi\cos\phi & 0 & 0 & 0 & \cos^2\phi - \sin^2\phi \end{pmatrix} \quad (7. 2-5)$$

Tandis que la matrice d'une rotation suivant l'axe x s'exprimera ainsi :

$$\bar{R}(\theta) = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & \cos^2 \theta & \sin^2 \theta & 2 \cos \theta \sin \theta & 0 & 0 \\ 0 & \cos^2 \theta & \cos^2 \theta & -2 \cos \theta \sin \theta & 0 & 0 \\ 0 & -\sin \theta \cos \theta & \sin \theta \cos \theta & \cos^2 \theta - \sin^2 \theta & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \cos \theta & -\sin \theta \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \sin \theta & \cos \theta \end{pmatrix} \quad (7. 2-6)$$

7. 2. 2. Effet de la désorientation des plans

Dans le cas de structure sur un substrat SOI/FDSOI, les conditions de diffractions sont légèrement modifiées pour cette structure et il faut alors prendre en compte ces modifications dans l'étude. Tel que décrit précédemment dans l'équation (3. 3-5), l'effet de la rotation sur la modification des conditions de diffraction s'exprime de la manière suivante :

$$\delta \vec{h}^{rotation} = \bar{\omega} \cdot \vec{h} = \begin{pmatrix} \omega_{xz} h_z - \omega_{xy} h_y \\ \omega_{yx} h_x - \omega_{yz} h_z \\ \omega_{zy} h_y - \omega_{zx} h_x \end{pmatrix} \quad (7. 2-7)$$

Les coefficients ω_{ij} décrivent les composantes du tenseur de rotation $\bar{\omega}$, reliés au champ de déformation par la relation suivante :

$$\omega_{ij} = \frac{1}{2} \left(\frac{\delta u_i}{\delta x_j} - \frac{\delta u_j}{\delta x_i} \right) \quad (7. 2-8)$$

L'expression (7. 2-7) est générale et permet de décrire l'impact de rotations locales. Dans le cas où la rotation est uniforme, donc macroscopique, il est possible de retrouver ce résultat en appliquant les relations de changement de repère établi précédemment. Soit une rotation uniforme de composantes $(\Omega_x, \Omega_y, \Omega_z)$, les conditions de diffraction après rotations deviennent :

$$(\delta \vec{h})^{rotation} = \Omega_{xyz} \cdot \vec{h} - \vec{h} = \begin{pmatrix} 0 & -\delta \Omega_z & \delta \Omega_y \\ \delta \Omega_z & 0 & -\delta \Omega_x \\ -\delta \Omega_y & \delta \Omega_x & 0 \end{pmatrix} \cdot \vec{h} \quad (7. 2-9)$$

On retrouve de ce fait l'expression (7. 2-7) précédemment établie:

$$(\delta \vec{h})^{rotation} = \vec{h}' - \vec{h} = \Omega_{ij} \cdot \vec{h} = \begin{pmatrix} \delta \Omega_x \\ \delta \Omega_y \\ \delta \Omega_z \end{pmatrix} \wedge \vec{h} \quad (7. 2-10)$$

Tout comme l'effet de la déformation, plus les indices de la réflexion sont importants et plus le décalage $(\delta\vec{h})^{rotation}$ le sera. Cependant, c'est un effet antisymétrique, l'impact sur les figures de diffraction est donc propre à chaque réflexion. Ainsi une réflexion et ses complémentaires ne subissent pas les mêmes effets de rotation (Figure 150).

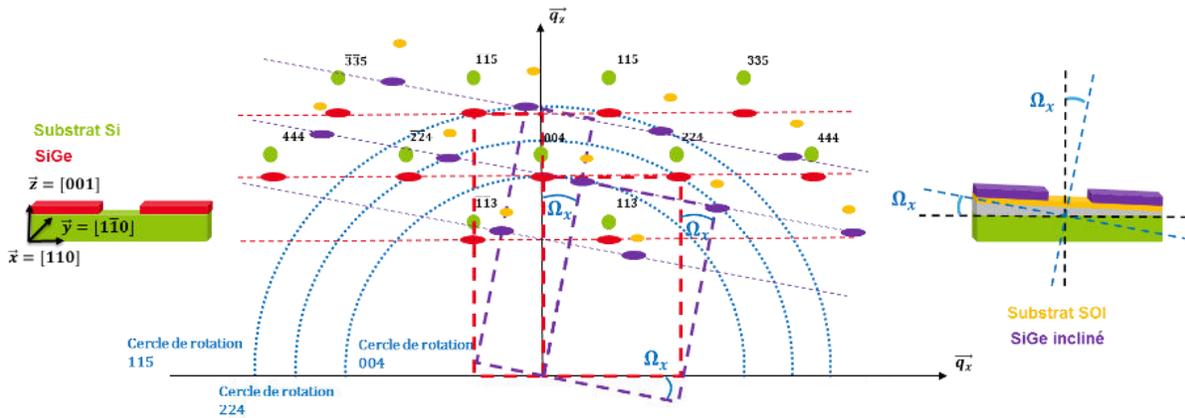


Figure 150 Illustrations de l'effet de rotation sur les figures de diffraction d'une nanostructure épitaxiée sur un substrat SOI incliné d'un angle Ω_x par rapport au substrat Si sous-jacent, dans le plan (xz) .

7. 2. 3. Mesure de l'inclinaison

Dans le cas où la structure étudiée est inclinée par rapport au substrat, la figure de diffraction associée sera alors décalée en accord avec cette inclinaison. L'obtention des valeurs d'inclinaison est donc une condition préalable à l'étude des propriétés de la structure étudiée. Cependant, la couche inclinée est difficile à détecter, elle est mince et de fait elle donne donc un signal étendu souvent très proche de celui du substrat. Sa mesure doit donc se faire indirectement, à partir des couches déposées. De précédentes études ont permis de mettre en place une méthodologie de mesure d'inclinaison à partir de scans de l'espace réciproque [59]. Elles ont démontré que la variation d'inclinaison était très variable, et dépendait du fournisseur des plaques SOI, mais qu'elle n'était pas dépendante de la localisation de la mesure. Idéalement, il faudrait mesurer l'inclinaison sur les plaques FDSOI avant les premiers dépôts.

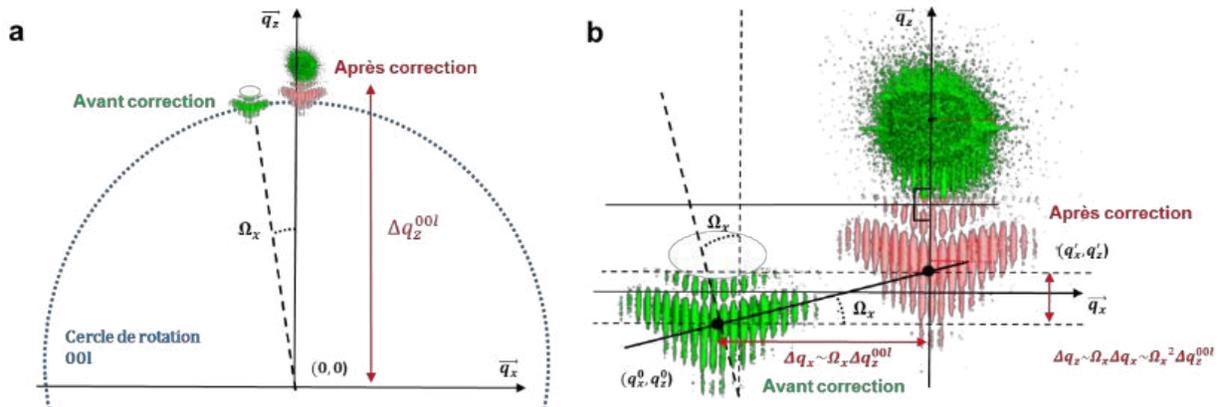


Figure 151 Schéma de l'effet de la rotation sur la position de la figure de diffraction et schéma de la correction à appliquer pour

Pour l'analyse des RSM, une méthodologie spécifique doit donc être mise en place, en amont de toutes autres procédures (Figure 151). Tel que décrit en partie 7. 2. 2., l'inclinaison dépend de la configuration de l'expérience et des réflexions (hkl) utilisées. En l'absence d'inclinaison, la figure de diffraction d'une RSM symétrique est parfaitement centrée par rapport à l'axe \vec{q}_x , ainsi un décalage (Δq_x) apparaît lorsque la structure est inclinée. La mesure de ce décalage donne dès lors la valeur d'inclinaison (équation (7. 2-11)). Donc en théorie, la simple mesure d'une RSM symétrique suffit à caractériser l'inclinaison (Figure 151 a). Cependant, l'inclinaison peut être obtenue pour chaque RSM, ainsi à l'aide de plusieurs RSM mesurées la fidélité sur cette valeur est améliorée.

$$\Omega_x = \tan^{-1} \frac{\Delta q_x}{\Delta q_x^{hkl}} \sim \frac{\Delta q_x}{\Delta q_x^{hkl}} \quad (7. 2-11)$$

Un ensemble de 12 mesures, pour une structure pseudomorphique de $\text{Si}_{0,8}\text{Ge}_{0,2}$, en utilisant 2 RSM, donne par exemple une fidélité moyenne sur la valeur d'inclinaison de $0,007^\circ$, équivalent à une valeur de $0,0007\%$ en déformation suivant l'axe \vec{q}_x , ce qui est parfaitement négligeable. Une fois la valeur d'inclinaison connue, la correction des RSM se fait alors par rotation de la figure de diffraction relativement à l'origine du réseau réciproque (Figure 151 b). L'angle d'inclinaison Ω_x étant faible, la rotation peut néanmoins être approximée par une translation ($\tan \Omega_x \sim \Omega_x$).

7. 3. Application d'un modèle analytique sur des structures rectangulaires

Nous avons présenté dans ce manuscrit des procédures basées sur l'utilisation de simulation FEM pour ajuster les champs de déformation mesurés en HRXRD. Cependant, l'une des approches les plus intéressantes est l'utilisation de simulations basées sur un modèle analytique. Il est relativement aisé de faire varier les paramètres du modèle dans le but de converger vers une solution permettant de reproduire les RSM mesurées. L'utilisation des modèles analytiques permet d'ajuster le modèle mécanique au regard des résultats et d'implémenter aisément de nouveaux comportements. La démarche que nous présentons ici est alors d'affiner un modèle analytique existant aux données expérimentales, en ajoutant étape par étape des paramètres permettant de reproduire les comportements manquants.

7. 3. 1. Modèle analytique

Cette démarche a été mise en œuvre en collaboration avec Rémy Berthelon, actuellement en thèse CIFRE (STMicronics/CEA-Leti/CEMES-CNRS). Le modèle initial [181], que l'on

cherche à adapter, exprime la distribution de contrainte dans la direction x dans une structure rectangulaire de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$, de largeur L et d'épaisseur e, au travers d'une distance de relaxation λ par l'expression suivante (Figure 152 a) :

$$\sigma(x, L, \lambda, x) = \sigma_0(x) \left(1 - e^{-\frac{x}{\lambda}} - e^{-\frac{x-L}{\lambda}} + e^{-\frac{-L}{\lambda}} \right) \quad (7. 3-1)$$

Cette relation permet de déterminer le champ de contraintes dans le plan (110) en fonction de la longueur de relaxation et de la largeur de la structure. Le champ de contraintes est converti par la suite en champ de déformation à partir de la loi de Hooke (Figure 152 b/c) et en champ de déplacement par intégration des champs de déformations.

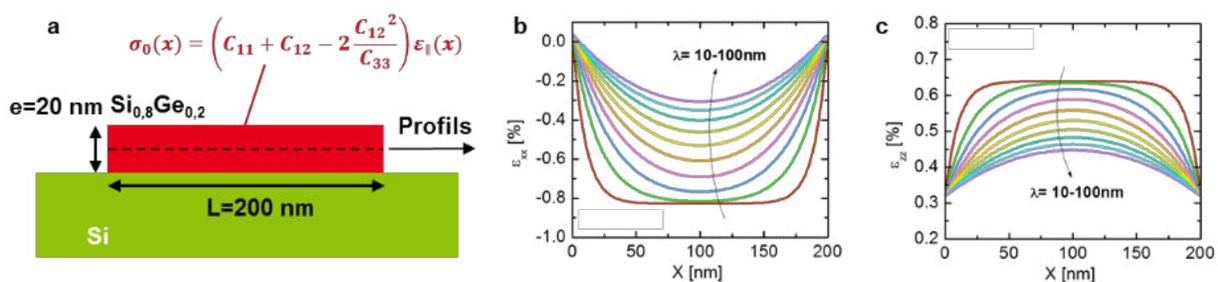


Figure 152 Schéma de la structure simulée (a), une ligne de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ de largeur 200 nm et les profils de (b) déformation horizontale (b) et verticale (c) pour des longueurs de relaxation variant de 10 à 100 nm [181].

7. 3. 2. Prise en considération de la rotation des plans cristallins

Ce modèle, comme la plupart des modèles analytiques, permet de reproduire la relaxation horizontale, mais ne prend pas en compte la relaxation verticale et les composantes de cisaillement. Pourtant dans les nanostructures, comme nous avons pu le voir dans l'exemple précédent, ces valeurs sont importantes en bord de ligne. L'unique considération des variations latérales ne marche donc pas, les RSM qui en résultent (Figure 153 c) sont loin de pouvoir reproduire les simulations FEM (Figure 153 a). La simulation FEM obtenue en empêchant toutes rotations des champs de déplacements permet de reproduire en partie la RSM du modèle analytique (Figure 153 b). L'effet de rotation des plans cristallins induits pas les champs de déplacement semble donc avoir un impact significatif.

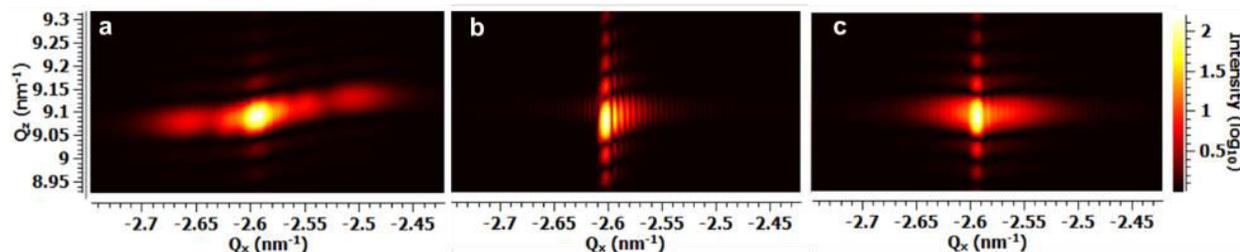


Figure 153 RSM $\overline{115}$ simulées à partir du modèle mécanique FEM avec (a) et sans (b) rotation, et du modèle analytique décrit par l'équation (7. 3-1)(c), pour un réseau de lignes de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ de largeur 200 nm, une longueur de relaxation de 40 nm, une concentration en Ge de 20 % et une épaisseur de 20 nm.

Pour corriger ce manque, une rotation est alors apportée sur la déformation de manière empirique au modèle, à partir de l'expression de phase suivante où φ_0 représente l'origine de la phase et λ^{rot} une longueur de rotation :

$$\varphi(x, \varphi_0, \lambda^{rot}, L) = \varphi_0 \left(e^{\frac{-x-L/2}{\lambda^{rot}}} - e^{-\frac{x-L/2}{\lambda^{rot}}} \right) \quad (7. 3-2)$$

À partir de cette phase, la rotation des champs de déplacement est alors déterminée par les relations :

$$\begin{cases} u_x^{rot} = \int_0^{x-L/2} (\cos \varphi(s, \varphi_0, \lambda^{rot}, L) - 1) ds \\ u_z^{rot} = \int_0^{x-L/2} \sin \varphi(s, \varphi_0, \lambda^{rot}, L) ds \end{cases} \quad (7. 3-3)$$

L'implémentation de cette rotation permet un fort élargissement de la figure de diffraction, et donc de se rapprocher grandement des résultats des simulations FEM (Figure 154 a). Malgré tout, la distribution verticale de la figure reste inadéquate, l'asymétrie de la figure de diffraction n'est pas reproduite (Figure 154 b).

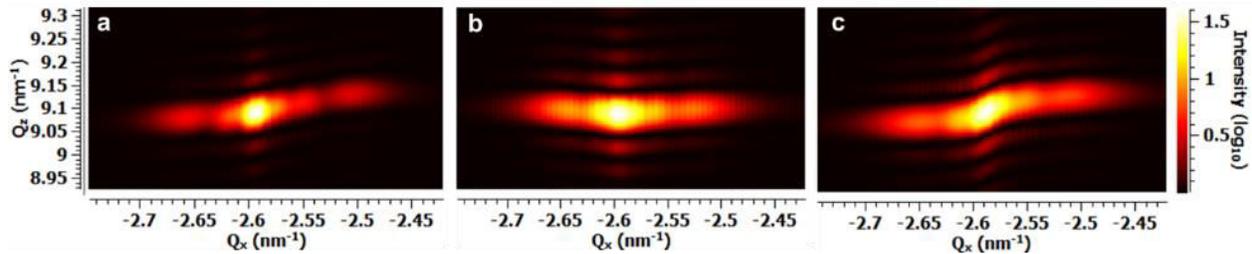


Figure 154 RSM $\overline{115}$ simulées à partir d'un modèle FEM (a), du modèle analytique sans prendre en compte l'inhomogénéité verticale (a) et (b) en la prenant en compte, pour un réseau de lignes de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ de largeur 200 nm, une longueur de relaxation de 40 nm, une concentration en Ge de 20 % et une épaisseur de 20 nm

7. 3. 3. Prise en considération de la relaxation verticale

Nous l'avons vue précédemment, le champ de déplacement horizontal joue un rôle significatif dans la distribution verticale de la figure de diffraction pour les RSM asymétriques. La différence entre le champ de déplacement horizontal générée par le modèle analytique et le modèle FEM réside dans son homogénéité. L'asymétrie de la figure de diffraction est caractéristique de la relaxation

verticale de la structure, induisant une variation verticale du champ de déplacement horizontal. Cette relaxation a été prise en compte en modifiant le champ de déformation latéral au travers d'une simple relation linéaire :

$$\varepsilon'_x(x, y) = \varepsilon_x(x, y) + \mu \cdot (y - \frac{e}{2}) \quad (7. 3-4)$$

μ définit l'amplitude de relaxation et e l'épaisseur de la structure.

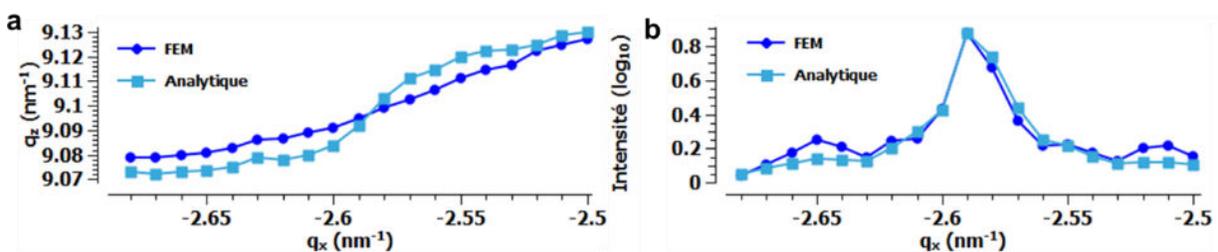


Figure 155 Comparaison de la position (a) et de l'intensité (b) de la RSM $\overline{115}$ simulée par FEM et par le modèle analytique. Les barres d'erreurs ne sont pas représentées, car elles ne sont pas visibles.

Après l'implémentation de cette relation la correspondance entre la simulation FEM et le modèle analytique est bien plus satisfaisante (Figure 154 a/c) : l'écart en déformation vertical moyen est de $0,04^{\pm 0,007}$ % valeur identique à l'écart en déformation horizontale moyen ($0,04^{\pm 0,001}$ %) (Figure 155). En conclusion, ce modèle analytique comprenant 7 paramètres¹ permet de reproduire convenablement les simulations FEM précédemment introduites. Suivant les exigences d'écart entre la mesure et la simulation, ce genre de modèle simple peut très bien se substituer à des simulations plus complexes.

Le but de cette approche est de mettre en place un modèle simple, permettant de reproduire à minima les RSM observées. Dans ce cas, nous avons ajusté le modèle analytique à une simulation FEM mais le principe est de pouvoir l'ajuster à une mesure, et ainsi en déterminer le champ de déformation. Cette démarche, mise en œuvre pour une structure simple, peut aussi s'appliquer à des structures plus complexes, en s'appuyant de même sur des simulations mécaniques ou des mesures. Mais la démarche présente aussi l'intérêt de mettre en avant les caractéristiques de la RSM. Comme nous avons pu le voir, la modification d'un seul paramètre permet de déterminer l'influence de ce dernier sur la figure de diffraction. Les contributions de chacun des paramètres semblent bien distinctes, ce genre de modèle est à priori adapté pour la mise en place d'une procédure d'ajustement, permettant de remplacer les ajustements de coupes partielles par un ajustement de RSM.

¹ Une épaisseur, une largeur de ligne, 2 distances de relaxation, 2 paramètres de rotations et la concentration en germanium

Bibliographie

- [1] “International Roadmap for Semiconductors Industry,” [online] <http://www.itrs2.net> .
- [2] B. Su, E. Solecky, A. Vaid, S. Bo, E. Solecky, A. Vaid, and H. James, *Introduction to Metrology Applications in IC Manufacturing*, SPIE. 2015.
- [3] A. Béch e, C. Bougerol, D. Cooper, B. Daudin, and J. L. Rouvi ere, “Measuring two dimensional strain state of AlN quantum dots in GaN nanowires by nanobeam electron diffraction,” *J. Phys. Conf. Ser.*, vol. 326, p. 12047, Nov. 2011.
- [4] M. H ytch, F. Houdellier, F. H ue, and E. Snoeck, “Nanoscale holographic interferometry for strain measurements in electronic devices.,” *Nature*, vol. 453, no. 7198, pp. 1086–9, Jun. 2008.
- [5] D. Cooper, N. Bernier, and J.-L. Rouvi ere, “Combining 2 nm Spatial Resolution and 0.02% Precision for Deformation Mapping of Semiconductor Specimens in a Transmission Electron Microscope by Precession Electron Diffraction.,” *Nano Lett.*, vol. 15, no. 8, pp. 5289–94, Aug. 2015.
- [6] D. Cooper, J.-P. Barnes, J.-M. Hartmann, A. B ech e, and J.-L. Rouvi ere, “Dark field electron holography for quantitative strain measurements with nanometer-scale spatial resolution,” *Appl. Phys. Lett.*, vol. 95, no. 5, p. 53501, 2009.
- [7] T. Ulyanenkova, M. Myronov, and A. Benediktovitch, “X-ray diffraction and imaging Characterization of SiGe thin films using a laboratory X-ray instrument X-ray diffraction and imaging,” *J. Appl. Crystallogr.*, pp. 898–902, 2013.
- [8] D. Chrastina, G. M. Vanacore, M. Bollani, P. Boye, S. Sch oder, M. Burghammer, R. Sordan, G. Isella, M. Zani, and A. Tagliaferri, “Patterning-induced strain relief in single lithographic SiGe nanostructures studied by nanobeam x-ray diffraction,” *Nanotechnology*, vol. 23, no. 15, p. 155702, Apr. 2012.
- [9] P. Zaumseil, “A Fast X-Ray Method to Determine Ge Content and Relaxation of Partly Relaxed Si - xGex Layers on Silicon Substrates,” *Phys. Status Solidi*, vol. 155, pp. 155–161, 1994.
- [10] R. Bijesh, I. Ok, M. Baykan, C. Hobbs, P. Majhi, R. Jammy, and S. Datta, “Hole mobility enhancement in uniaxially strained SiGe FINFETs: Analysis and prospects,” in *Device Research Conference (DRC), 2011 69th Annual*, 2011, pp. 237–238.
- [11] A. Gendron-Hansen, K. Korablev, I. Chakarov, J. Egley, J. Cho, and F. Benistant, “TCAD analysis of FinFET stress engineering for CMOS technology scaling,” *Int. Conf. Simul. Semicond. Process. Devices, SISPAD*, vol. 2015–Octob, pp. 417–420, 2015.

- [12] P. Hashemi, M. Kobayashi, A. Majumdar, L. A. Yang, A. Baraskar, K. Balakrishnan, W. Kim, K. Chan, S. U. Engelmann, J. A. Ott, S. W. Bedell, C. E. Murray, S. Liang, R. H. Dennard, J. W. Sleight, E. Leobandung, D. Park, I. B. M. T. J. Watson, K. Road, and Y. Heights, "High-Performance Si 1- x Ge x Channel on Insulator Trigate PFETs Featuring an Implant-Free Process and Aggressively-Scaled Fin and Gate Dimensions T19," *Dig. Tech. Pap. - Symp. VLSI Technol.*, pp. 18–19, 2013.
- [13] Y. Guerfi and G. Larrieu, "Vertical Silicon Nanowire Field Effect Transistors with Nanoscale Gate-All-Around," *Nanoscale Res. Lett.*, pp. 1–7, 2016.
- [14] C. G. Bailey, S. M. Hubbard, D. V Forbes, and R. P. Raffaele, "Evaluation of strain balancing layer thickness for InAs/GaAs quantum dot arrays using high resolution x-ray diffraction and photoluminescence," *Appl. Phys. Lett.*, pp. 20–22, 2009.
- [15] D. Lee, M. S. Park, Z. Tang, H. Luo, R. Beresford, C. R. Wie, D. Lee, M. S. Park, and Z. Tang, "Characterization of metamorphic In x Al 1 – x As / Ga As buffer layers using reciprocal space mapping Characterization of metamorphic In x Al 1 – x As / GaAs buffer layers using," *J. Appl. Phys.*, vol. 63523, no. 2007, 2016.
- [16] R. Chau, S. Datta, M. Doczy, B. Doyle, B. Jin, J. Kavalieros, A. Majumdar, M. Metz, and M. Radosavljevic, "Benchmarking Nanotechnology for Logic Transistor Applications," *IEEE*, vol. 4, no. 2, pp. 153–158, 2005.
- [17] D. J. Paul, "Si/SiGe heterostructures: from material and physics to devices and circuits," *Semicond. Sci. Technol.*, vol. 19, no. 10, pp. R75–R108, Oct. 2004.
- [18] J. Bean, "Strained-layer epitaxy of germanium-silicon alloys," *Science (80-.)*, 1985.
- [19] C. Le Royer, M. Cassé, D. Cooper, F. Andrieu, O. Weber, L. Brevard, P. Perreau, J.-F. Damlencourt, S. Baudot, B. Prévitali, C. Tabone, F. Allain, P. Scheiblin, C. Rauer, C. Figuet, C. Aulnette, N. Daval, B.-Y. Nguyen, K. K. Bourdelle, J. Gyani, and M. Valenza, "Dual strained channel CMOS in FDSOI architecture: New insights on the device performance," *Solid. State. Electron.*, vol. 65–66, pp. 9–15, Nov. 2011.
- [20] D. Rideau, M. Feraille, L. Ciampolini, M. Minondo, C. Tavernier, H. Jaouen, and A. Ghetti, "Strained Si, Ge and SiGe alloys modeling with full-zone k.p method optimized from first principle calculation," *Phys. Rev. B*, pp. 1–54, 2008.
- [21] S. E. Thompson, S. Member, R. S. Chau, S. Member, T. Ghani, K. Mistry, S. Tyagi, and M. T. M. T. Bohr, "In Search of 'Forever,' Continued Transistor Scaling One New Material at a Time," *IEEE Trans. Semicond. Manuf.*, vol. 18, no. 1, pp. 26–36, Feb. 2005.
- [22] R. D. Clark, "Emerging Applications for High K Materials in VLSI Technology," *Materials (Basel)*, vol. 7, no. 4, pp. 2913–2944, 2014.

- [23] T. P. Ma, "High-k Gate Dielectrics for Future CMOS Technology," 2004.
- [24] G. Brezeanu, M. Brezeanu, and F. Bernea, "High-K Dielectrics in Nanoµelectronics."
- [25] T. Sato, Y. Takeishi, and H. Hara, "Effects of Crystallographic Orientation on Mobility , Surface State Density , and Noise in p-Type Inversion Layers on Oxidized Silicon Surfaces," *Jpn. J. Appl. Phys.*, vol. 588, 1968.
- [26] M. Yang, L. Shi, K. Chan, V. Chant, A. Chout, E. Gusev, K. Jenkins, D. Boyd, Y. Ninomiya, D. Pendleton, Y. Surpris, D. Heenan, J. Ott, K. Guarini, C. D. Emic, M. Cobb, P. Mooney, B. To, N. Rovedo, J. Benedict, H. Ng, and M. Jeong, "High performance CMOS fabricated on hybrid substrate with different crystal orientations," in *IEEE International Electron Devices Meeting 2003*, 2003, no. 100, p. 18.7.1-18.7.4.
- [27] T. Komoda, A. Oishi, T. Sanuki, K. Kasai, H. Yoshimura, K. Ohno, M. Iwai, M. Saito, F. Matsuoka, N. Nagashima, and T. Noguchi, "Mobility Improvement for 45nm Node by Combination of Optimized Stress Control and Channel Orientation Design," *Int. Electron Devices Meet. 1999. Tech. Dig. (Cat. No.99CH36318)*, pp. 217–220, 1999.
- [28] B. Vincent, J. F. Damlencourt, Y. Morand, A. Pouydebasque, C. Le Royer, L. Clavelier, N. Dechoux, P. Rivallin, T. Nguyen, S. Cristoloveanu, Y. Campidelli, D. Rouchon, M. Mermoux, S. Deleonibus, D. Bensahel, T. Billon, and C. Le Royer, "The Ge condensation technique: A solution for planar SOI/GeOI co-integration for advanced CMOS technologies?," *Mater. Sci. Semicond. Process.*, vol. 11, no. 5–6, pp. 205–213, Oct. 2008.
- [29] D. W. Palmer, "www.semiconductors.co.uk," 2014. .
- [30] H. J. Joyce, C. J. Docherty, Q. Gao, H. H. Tan, C. Jagadish, J. Lloyd-hughes, L. M. Herz, and M. B. Johnston, "Electronic properties of GaAs , InAs and InP nanowires studied by terahertz spectroscopy," *Nanotechnology*, vol. 24, 2013.
- [31] F. Meyer, M. Zafrany, M. Eizenberg, R. Beserman, C. Schwebel, and C. Pellet, "Raman scattering and stress measurements in Si_{1-x}Ge_x layers epitaxially grown on Si(100) by ion-beam sputter deposition," *J. Appl. Phys.*, vol. 70, no. 8, p. 4268, 1991.
- [32] D. B. Aldrich, R. J. Nemanich, and D. E. Sayers, "Bond-length relaxation in Si_{1-x}Ge_x alloys," *Phys. Rev. B. Condens. Matter*, vol. 50, no. 20, Nov. 1994.
- [33] C. K. Maiti, N. B. Chakrabarti, and S. K. Ray, *Strained Silicon Heterostructures: materials and devices*. Institution of Engineering and Technology, 2001.
- [34] E. Kasper, A. Schuh, G. Bauer, B. Holländer, and H. Kibbel, "Test of Vegard's law in thin epitaxial SiGe layers," *J. Cryst. Growth*, vol. 157, no. 1, pp. 68–72, 1995.
- [35] J. P. Dismukes, L. Ekstrom, and R. J. Paff, "Lattice Parameter and Density in Germanium-Silicon Alloys," *J. Phys. Chem.*, vol. 437, no. 10, 1964.

- [36] P. Taylor and T. P. Pearsall, "Silicon-germanium alloys and heterostructures: Optical and electronic properties," *Crit. Rev. Solid State Mater. Sci.*, vol. 15, no. April 2013, pp. 37–41, Jan. 2006.
- [37] V. Palankovski, G. Röhrer, T. Grasser, S. Smirnov, H. Kosina, and S. Selberherr, "Rigorous modeling approach to numerical simulation of SiGe HBTs," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 224, no. 1–4, pp. 361–364, Mar. 2004.
- [38] F. Andrieu, M. Cassé, E. Baylac, P. Perreau, O. Nier, D. Rideau, R. Berthelon, F. Pourchon, and A. Pofelski, "Strain and layout management in dual channel (sSOI substrate , SiGe channel) planar FDSOI Strain and Layout Management in dual Channel (sSOI substrate , SiGe channel) planar FDSOI MOSFETs," *IEEE*, no. September 2014, 2016.
- [39] Y. Mishima, H. Ochimizu, A. Mimura, Y. Mishima, H. Ochimizu, and A. Mimura, "Strained-silicon formation on relaxed silicon – germanium / silicon-on-insulator substrate using laser annealing," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 72106, no. 2005, pp. 2004–2006, 2011.
- [40] N. Tamura, A. A. MacDowell, R. S. Celestre, H. a. Padmore, B. Valek, J. C. Bravman, R. Spolenak, W. L. Brown, T. Marieb, H. Fujimoto, B. W. Batterman, and J. R. Patel, "High spatial resolution grain orientation and strain mapping in thin films using polychromatic submicron x-ray diffraction," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 80, no. 20, p. 3724, 2002.
- [41] J. M. Hartmann, A. Abbadie, D. Rouchon, M. Mermoux, and T. Billon, "Tensile-strained Si layers grown on Si 0.6 Ge 0.4 and Si 0.5 Ge 0.5 virtual substrates: II. Strain and defects," *Semicond. Sci. Technol.*, vol. 22, no. 4, pp. 362–368, Apr. 2007.
- [42] P. Morin, S. Maitrejean, F. Allibert, E. Augendre, Q. Liu, N. Loubet, L. Grenouillet, A. Pofelski, K. Chen, A. Khakifirooz, R. Wacquez, S. Reboh, A. Bonneville, Y. Morand, J. Kanyandekwe, D. Chanemougamme, Y. Mignot, Y. Escarabajal, B. Lherron, F. Chafik, S. Pilorget, P. Caubet, M. Vinet, L. Clement, B. Desalvo, B. Doris, and W. Kleemeier, "A review of the mechanical stressors efficiency applied to the ultra-thin body & buried oxide fully depleted silicon on insulator technology," *Solid State Electron.*, vol. 117, pp. 100–116, 2016.
- [43] A. Bonneville, C. Le Royer, Y. Morand, S. Reboh, and D. Rouchon, "sSOI Relaxation by BOX Creep Technique for Dual Strain CMOS Integration," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 86, no. 4, pp. 6–7, 2004.
- [44] S. Maitrejean, N. Loubet, E. Augendre, P. Morin, S. Reboh, N. Bernier, R. Wacquez, B. Lherron, A. Bonneville, Q. Liu, J. M. Hartmann, H. He, A. Halimaoui, J. Li, S. Pilorget, J. Kanyandekwe, L. Grenouillet, F. Chafik, Y. Morand, C. Le Royer, O. Faynot, M. Celik, B. Doris, and B. De Salvo, "Converting SOI to sSOI through Amorphization and Crystallization : Material Analysis and Device Demonstration," *J. Solid State Sci. Technol.*, vol. 4, no. 9, pp. 376–381, 2015.

- [45] S. Maitrejean, N. Loubert, E. Augendre, P. Morin, S. Reboh, N. Bernier, R. Wacquez, B. Lherron, A. Bonneville, Q. Liu, J. . Hartmann, H. He, A. Halimaoui, J. Li, S. Pilorget, J. Kanyandekwe, L. Grenouillet, F. Chafik, Y. Morand, C. Le Royer, O. Faynot, M. Celik, B. Doris, B. De Salvo, E. C. S. Transactions, and T. E. Society, “A New Method to Induce Tensile Stress in Silicon on Insulator Substrate: From Material Analysis to Device Demonstration,” in *ECS*, 2015, vol. 66, no. 4, pp. 47–56.
- [46] A. Béché, J. L. Rouvière, J. P. Barnes, and D. Cooper, “Ultramicroscopy Strain measurement at the nanoscale: Comparison between convergent beam electron diffraction , nano-beam electron diffraction , high resolution imaging and dark fi eld electron holography,” *Ultramicroscopy*, vol. 131, pp. 10–23, 2013.
- [47] S. L. Toh, K. P. Loh, C. B. Boothroyd, K. Li, C. H. Ang, and L. Chan, “Strain analysis in silicon substrates under uniaxial and biaxial stress by convergent beam electron diffraction Strain analysis in silicon substrates under uniaxial and biaxial stress by convergent beam electron diffraction,” *J. Vac. Sci. Technol. B, Nanotechnol. Microelectron. Mater. Process. Meas. Phenom.*, vol. 940, no. 2005, 2009.
- [48] V. Senez, A. Armigliato, I. De Wolf, G. Carnevale, R. Balboni, S. Frabboni, A. Benedetti, I. De Wolf, G. Carnevale, R. Balboni, S. Frabboni, A. Armigliato, I. De Wolf, and R. Balboni, “Strain determination in silicon microstructures by combined convergent beam electron diffraction , process simulation , and micro-Raman spectroscopy Strain determination in silicon microstructures by combined convergent beam electron diffraction , process,” *J. Appl. Phys.*, vol. 5574, no. 9, p. 5574, 2003.
- [49] J. Parsons, E. H. C. Parker, D. R. Leadley, T. J. Grasby, a. D. Capewell, J. Parsons, E. H. C. Parker, D. R. Leadley, and T. J. Grasby, “Misfit strain relaxation and dislocation formation in supercritical strained silicon on virtual substrates Misfit strain relaxation and dislocation formation in supercritical strained silicon on virtual substrates,” *Appl. Phys. Lett.*, vol. 91, no. 6, p. 63127, 2007.
- [50] Y. Kimura, N. Sugii, S. Kimura, K. Inui, and W. Hirasawa, “Generation of misfit dislocations and stacking faults in supercritical thickness strained-SiSiGe heterostructures,” *Appl. Phys. Lett.*, vol. 88, no. 3, p. 31912, 2006.
- [51] M. J. Hÿtch and A. M. Minor, “Observing and measuring strain in nanostructures and devices with transmission electron microscopy,” *MRS Bull.*, vol. 39, no. 2, pp. 138–146, Feb. 2014.
- [52] M. J. Hÿtch, F. Houdellier, F. Hüe, and E. Snoeck, “Dark-field electron holography for the measurement of geometric phase.,” *Ultramicroscopy*, vol. 111, no. 8, pp. 1328–37, Jul. 2011.
- [53] D. Le-Cunff, R. Duru, N. Laurent, M. Wormington, D. Le Cunff, T. Nguyen, F. Abbate, J. Hoglund, D. Le Cunff, T. Nguyen, R. Duru, F. Abbate, J. Hoglund, N. Laurent, F. Pernot, and M. Wormington, “Combining metrology techniques for in-line control of thin SiGe:B

- layers,” *J. Micro/Nanolithography, MEMS, MOEMS*, vol. 13, no. 4, p. 41402, Sep. 2014.
- [54] L. Fauquier, B. Pelissier, D. Jalabert, F. Pierre, D. Doloy, C. Beitia, and T. Baron, “Depth profiling analysis of HfON on SiON ultrathin films by parallel angle resolved x-ray photoelectron spectroscopy and medium energy ion scattering,” *Surf. Interface Anal.*, vol. 7, pp. 436–439, 2016.
- [55] J. A. Floro, E. Chason, and S. R. Lee, “Real Time Measurement of Epilayer Strain Using a Simplified Wafer Curvature Technique,” *MRS Proc.*, vol. 405, 2011.
- [56] P. Waters, “Stress analysis and mechanical characterization of thin films for microelectronics and MEMS applications,” 2008.
- [57] P. Gergaud, a. Jonchère, B. Amstatt, X. Baudry, D. Brellier, and P. Ballet, “X-ray Diffraction Investigation of Thermoelastic Properties of HgCdTe/CdZnTe Structures,” *J. Electron. Mater.*, vol. 41, no. 10, pp. 2694–2699, Sep. 2012.
- [58] B. Mendoza, B. L. Herron, N. Loubet, J. Fronheiser, A. Reznicek, J. Gaudiello, P. Gin, K. M. Matney, J. Wall, P. Ryan, and M. Wormington, “Inline Monitoring of SiGe Strain Relaxed Buffers (SRBs) using High-Resolution X-ray Diffraction,” *IEEE*, pp. 44–49, 2016.
- [59] D. Le-Cunff, R. Duru, A. Durand, F. Pernot, M. Wormington, A. Tokar, D. Rouchon, and P. Gergaud, “HRXRD for in-line Monitoring of Advanced FD-SOI Technology : Use-Cases,” *IEEE*, 2016.
- [60] F. Bocquet, P. Gergaud, and O. Thomas, “X-ray diffraction from inhomogeneous thin films of nanometre thickness: modelling and experiment,” *J. Appl. Crystallogr.*, vol. 36, no. 1, pp. 154–157, Jan. 2003.
- [61] I. Robinson and R. Harder, “Coherent X-ray diffraction imaging of strain at the nanoscale,” *Nat. Mater.*, vol. 8, no. 4, pp. 291–8, Apr. 2009.
- [62] M. Medikonda, G. R. Muthinti, J. Fronheiser, V. Kamineni, M. Wormington, K. Matney, T. N. Adam, E. Karapetrova, and A. C. Diebold, “Measurement of periodicity and strain in arrays of single crystal silicon and pseudomorphic Si_{1-x}Gex/Si fin structures using x-ray reciprocal space maps,” *J. Vac. Sci. Technol. B Microelectron. Nanom. Struct.*, vol. 32, no. 2, p. 21804, Mar. 2014.
- [63] J. R. Holt, A. Madan, E. C. T. Harley, M. W. Stoker, T. Pinto, D. J. Schepis, T. N. Adam, C. E. Murray, S. W. Bedell, and M. Holt, “Observation of semiconductor device channel strain using in-line high resolution X-ray diffraction,” *J. Appl. Phys.*, vol. 114, no. 15, p. 154502, 2013.
- [64] E. Wintersberger, D. Kriegner, N. Hrauda, J. Stangl, and G. Bauer, “research papers Algorithms for the calculation of X-ray diffraction patterns from finite element data research

- papers,” *J. Appl. Crystallogr.*, pp. 1287–1299, 2010.
- [65] A. Benediktovitch, F. Rinaldi, S. Menzel, K. Saito, T. Ulyanenkova, T. Baumbach, I. D. Feranchuk, and A. Ulyanenkov, “Lattice tilt, concentration, and relaxation degree of partly relaxed InGaAs/GaAs structures,” *Phys. status solidi*, vol. 208, no. 11, pp. 2539–2543, Nov. 2011.
- [66] S. Escoubas, M. Eberlein, P. Rohr, and O. Thomas, “High-resolution X-ray diffraction as a tool to investigate the evolution of local stress in sub-micrometric Si lines isolated by periodic arrays of oxide-filled trenches,” *Mater. Sci. Semicond. Process.*, vol. 12, no. 1–2, pp. 64–70, Feb. 2009.
- [67] P. Y. Hung, N. Kasper, J. Nadeau, I. Ok, C. Hobbs, and A. Vigliante, “Application of inline high resolution x-ray diffraction in monitoring Si/SiGe and conventional Si in SOI fin-shaped field effect transistor processes,” *J. Vac. Sci. Technol. B Microelectron. Nanom. Struct.*, vol. 30, no. 4, p. 41211, 2012.
- [68] M. Eberlein, S. Escoubas, M. Gailhanou, O. Thomas, J.-S. Micha, P. Rohr, and R. Coppard, “Investigation by High Resolution X-ray Diffraction of the local strains induced in Si by periodic arrays of oxide filled trenches,” *Phys. status solidi*, vol. 204, no. 8, pp. 2542–2547, Aug. 2007.
- [69] Y. Ezzaidi, G. Gaudeau, S. Escoubas, O. Thomas, and P. Morin, “Local strain induced in silicon by Si₃N₄ lines: Modeling and experimental investigation via X-ray diffraction,” *Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. B Beam Interact. with Mater. Atoms*, vol. 284, pp. 23–28, Aug. 2012.
- [70] I. De Wolf, “Micro-Raman spectroscopy to study local mechanical stress in silicon integrated circuits,” *Semicond. Sci. Technol.*, vol. 11, no. 2, pp. 139–154, Feb. 1996.
- [71] E. Anastassakis, A. Pinczuk, E. Burstein, F. H. H. Pollak, M. Cardona, and R. Island, “Effect of static uniaxial stress on the Raman spectrum of silicon,” *Solid State Commun.*, vol. 88, no. 11–12, pp. 1053–1058, Dec. 1993.
- [72] N. Jiang, D. Kurouski, E. A. Pozzi, N. Chiang, M. C. Hersam, and R. P. Van Duyne, “Tip-enhanced Raman spectroscopy : From concepts to practical applications,” *Chem. Phys. Lett.*, vol. 659, pp. 16–24, 2016.
- [73] H. Hanafusa, N. Hirose, A. Kasamatsu, T. Mimura, T. Matsui, H. M. H. Chong, H. Mizuta, and Y. Suda, “Strain Distribution Analysis of Sputter-Formed Strained Si by Tip-Enhanced Raman Spectroscopy,” *Appl. Phys. Express*, vol. 4, no. 2, p. 25701, Jan. 2011.
- [74] N. Kumar, S. Mignuzzi, W. Su, and D. Roy, “Tip-enhanced Raman spectroscopy : principles and applications,” *EPJ Tech. Instrum.*, 2015.

- [75] P. Hermann, M. Hecker, D. Chumakov, M. Weisheit, J. Rinderknecht, A. Shelaev, P. Dorozhkin, and L. M. Eng, “Imaging and strain analysis of nano-scale SiGe structures by tip-enhanced Raman spectroscopy,” *Ultramicroscopy*, vol. 111, no. 11, pp. 1630–5, Nov. 2011.
- [76] G. M. Vanacore, M. Chaigneau, N. Barrett, M. Bollani, F. Boioli, M. Salvalaglio, F. Montalenti, N. Manini, L. Caramella, P. Biagioni, D. Chrastina, G. Isella, O. Renault, M. Zani, R. Sordan, G. Onida, R. Ossikovski, H.-J. Drouhin, and a. Tagliaferri, “Hydrostatic strain enhancement in laterally confined SiGe nanostripes,” *Phys. Rev. B*, vol. 88, no. 11, p. 115309, Sep. 2013.
- [77] S. M. Hu, “Stress from isolation trenches in silicon substrates Stress from isolation trenches in silicon substrates,” *J. Appl. Phys.*, vol. 1092, 1989.
- [78] M. Bowden, D. J. Gardiner, D. Wood, J. Burdess, A. Harris, and J. Hedley, “Raman and finite-element analysis of a mechanically strained silicon microstructure,” *J. Micromechanics Microengineering*, vol. 11, no. 1, pp. 7–12, Jan. 2001.
- [79] S. Jain, B. Dietrich, H. Richter, A. Atkinson, and A. Harker, “Stresses in strained GeSi stripes: Calculation and determination from Raman measurements,” *Phys. Rev. B*, vol. 52, no. 9, pp. 6247–6253, Sep. 1995.
- [80] H. Rücker and M. Methfessel, “Anharmonic Keating model for group-IV semiconductors with application to the lattice dynamics in alloys of Si, Ge, and C,” *Phys. Rev. B*, 1995.
- [81] D. Camacho and Y. M. Niquet, “Application of Keating ’ s valence force field model to non-ideal wurtzite materials,” *Phys. E Low-dimensional Syst. Nanostructures*, vol. 42, no. 5, pp. 1361–1364, 2010.
- [82] M. Mouis, *Contraintes mécaniques en micro, nano et optoélectronique*, Hermes Sci. 2006.
- [83] M. Sidoroff, “Mécanique des milieux continus.,” 2010.
- [84] W. Voigt, “Lehrbuch der kristallphysik (mit ausschluß der kristalloptik),” 1946.
- [85] J. F. Nye, *Physical Properties of Crystals: Their Representation by Tensors and Matrices*. 1985.
- [86] A. C. Ugural and S. K. Fenster, *Advanced Mechanics of Materials and Applied Elasticity*. 2011.
- [87] W. A. Brantley, “Calculated elastic constants for stress problems associated with semiconductor devices,” *J. Appl. Phys.*, vol. 534, no. 1973, pp. 43–45, 2016.
- [88] M. E. Levinshtein, S. L. Rumyantsev, and M. S. Shur, *Properties of Advanced Semiconductor Materials: GaN, AlN, InN, BN, SiC, SiGe*. New York: John Wiley & Sons, 2001.

- [89] Y. Heiohts, “Defects in epitaxial multilayers: I. Misfit dislocations,” *J. Cryst. Growth*, vol. 27, pp. 118–125, 1974.
- [90] Joseph Boussinesq, *Application des potentiels à l'étude de l'équilibre et du mouvement des solides élastiques*. Gauthier-Villars, 1885.
- [91] P. Podio-Guidugli and A. Favata, “The Flamant Problem,” in *Elasticity for Geotechnicians: A Modern Exposition of Kelvin, Boussinesq, Flamant, Cerruti, Melan, and Mindlin Problems*, Cham: Springer International Publishing, 2014, pp. 55–77.
- [92] A. Fischer, H. Kuhne, B. Roos, and H. Richter, “Elastic strain relaxation in patterned heteroepitaxial structures,” *Semicond. Sci. Technol.*, vol. 9, no. 12, p. 2195, Dec. 1994.
- [93] K. J. Bathe, *Finite Element Procedures*. 1996.
- [94] O. C. Zienkiewicz, *The Finite Element Method*. 1977.
- [95] D. Jacob Y. Androussi T. Benabbas P. F, “Surface relaxation of strained semiconductor heterostructures revealed by finite-element calculations and transmission electron microscopy,” *Philos. Mag. A*, vol. 78, no. 4, pp. 879–891, 1998.
- [96] S. C. Jain, H. E. Maes, K. Pinardi, and I. De Wolf, “Stresses and strains in lattice-mismatched stripes, quantum wires, quantum dots, and substrates in Si technology,” *J. Appl. Phys.*, vol. 79, no. 11, p. 8145, 1996.
- [97] B. Sklenard, “Physical modeling of junction processing in FDSOI devices for 20 nm node and below,” 2016.
- [98] P. N. Keating, “Theory of the Third. -Order Elastic Constants of Diamond-Like Crystalss,” *Phys. Rev.*, vol. 129, no. 62, 1966.
- [99] A. Loubens, “Champ de déformation induit dans un monocristal par un réseau de dimensions submicroniques : diffraction des rayons X en mode haute résolution et simulation par éléments finis,” 2006.
- [100] S. Takagi, “Dynamical theory of diffraction applicable to crystals with any kind of small distortion,” *Acta Crystallogr.*, vol. 15, no. 12, pp. 1311–1312, Dec. 1962.
- [101] B. WARREN, *X-ray diffraction*, Dover Publ. 1990.
- [102] S. Takagi, “A Dynamical Theory of Diffraction for a Distorted Crystal,” *J. Phys. Soc. Japan*, vol. 26, no. 5, pp. 1239–1253, May 1969.
- [103] H. Yan, J. J. J. Maser, A. Macrander, Q. Shen, S. Vogt, B. Stephenson, H. C. Kang, G. B. Stephenson, H. C. Kang, and B. Stephenson, “Takagi-Taupin description of x-ray dynamical diffraction from diffractive optics with large numerical aperture,” *Phys. Rev. B*, vol. 76, no.

- 11, p. 115438, Sep. 2007.
- [104] R. Jenkins, "X-ray spectroscopy.," *X-Ray Spectrom.*, vol. 3, no. 3, pp. A21--A21, 1974.
- [105] J. M. Cowley, *Diffraction Physics*. Elsevier, 1995.
- [106] W. H. Bragg and W. L. Bragg, *X Rays and crystal structure*. 1918.
- [107] U. Pietsch, V. Holy, and T. Baumbach, *High-resolution X-ray scattering: from thin films to lateral nanostructures*. Springer, 2004.
- [108] F. Masiello, "X-ray diffraction and imaging with a coherent beam: application to X-Ray optical elements and crystal exhibiting phase inhomogeneities," 2011.
- [109] G. Xiong, O. Moutanabbir, M. Reiche, R. Harder, and I. Robinson, "Coherent X-Ray Diffraction Imaging and Characterization of Strain in Silicon-on-Insulator Nanostructures," *Adv. Mater.*, vol. 26, no. 14, pp. 7747–7763, 2014.
- [110] M. H. Zoellner, M. Richard, G. A. Chahine, P. Zaumseil, C. Reich, G. Capellini, F. Montalenti, A. Marzegalli, Y. Xie, T. U. Schu, P. Storek, and T. Schroeder, "Imaging Structure and Composition Homogeneity of 300 mm SiGe Virtual Substrates for Advanced CMOS Applications by Scanning X - ray Di ff raction Microscopy," *Appl. Mater. interfaces*, vol. 7, no. 17, pp. 9031–9037, 2015.
- [111] R. Chao, K. Kohli, Y. Zhang, A. Madan, G. R. Muthinti, A. J. Hong, D. Conklin, J. Holt, and T. C. Bailey, "Novel in-line metrology methods for Fin pitch walking monitoring in 14nm node and beyond," *Proc. SPIE*, vol. 9050. p. 90501E–90501E–10, 2014.
- [112] D. Le Cunff, R. Duru, A. Durand, P. M. Group, F. Pernot, M. Wormington, B. S. Division, X. B. Unit, D. Rouchon, and P. Gergaud, "HRXRD for in-line Monitoring of Advanced FD-SOI Technology: Use-Cases," *IEEE*, 2016.
- [113] M. Wormington, C. Panaccione, K. M. Matney, and D. K. Bowen, "Characterization of structures from X-ray scattering data using genetic algorithms," *Philos. Trans. R. Soc. A Math. Phys. Eng. Sci.*, vol. 357, no. 1761, pp. 2827–2848, Oct. 1999.
- [114] a. Minkevich, T. Baumbach, M. Gailhanou, and O. Thomas, "Applicability of an iterative inversion algorithm to the diffraction patterns from inhomogeneously strained crystals," *Phys. Rev. B*, vol. 78, no. 17, p. 174110, Nov. 2008.
- [115] A. Minkevich, M. Köhl, S. Escoubas, O. Thomas, and T. Baumbach, "Retrieval of the atomic displacements in the crystal from the coherent X-ray diffraction pattern.," *J. Synchrotron Radiat.*, vol. 21, no. Pt 4, pp. 774–83, Jul. 2014.
- [116] J. R. Fienup, "Phase retrieval algorithms: a comparison.," *Appl. Opt.*, vol. 21, no. 15, pp. 2758–69, Aug. 1982.

- [117] H. M. L. Faulkner and J. M. Rodenburg, “Movable Aperture Lensless Transmission Microscopy: A Novel Phase Retrieval Algorithm,” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 93, pp. 2–5, 2004.
- [118] J. M. Rodenburg and H. M. L. Faulkner, “A phase retrieval algorithm for shifting illumination,” *Appl. Phys. Lett.*, vol. 4795, no. 2004, pp. 13–16, 2016.
- [119] E. Javon, A. Lubk, R. Cours, S. Reboh, N. Cherkashin, F. Houdellier, and C. Gatel, “Ultramicroscopy Dynamical effects in strain measurements by dark-field electron holography,” *Ultramicroscopy*, vol. 147, pp. 70–85, 2014.
- [120] F. Cerdeira, C. J. Buchenauer, F. H. Pollak, and M. Cardona, “Stress-Induced Shifts of First-Order Raman Frequencies of Diamond- and Zinc-Blende-Type Semiconductors*,” *Phys. Rev. B*, vol. 5, 1972.
- [121] R. W. James and W. L. Bragg, *The optical principles of the diffraction of x-rays*. London: G. Bell & Sons, 1962.
- [122] O. Brümmer, “Dynamical scattering of X-rays in crystals,” *Krist. und Tech.*, vol. 14, no. 6, p. 752, 1979.
- [123] Q. Shen and S. Kycia, “Determination of interfacial strain distribution in quantum-wire structures by synchrotron x-ray scattering,” *Phys. Rev. B*, vol. 55, no. 23, pp. 15791–15797, Jun. 1997.
- [124] V. M. Kaganer, B. Jenichen, G. Paris, K. H. Ploog, O. Konovalov, P. Mikulík, and S. Arai, “Strain in buried quantum wires: Analytical calculations and x-ray diffraction study,” *Phys. Rev. B*, vol. 66, no. 3, p. 35310, Jul. 2002.
- [125] M. Gailhanou, A. Loubens, J.-S. S. Micha, B. Charlet, A. Minkevich, R. Fortunier, and O. Thomas, “Strain field in silicon on insulator lines using high resolution x-ray diffraction,” *Appl. Phys. Lett.*, vol. 90, no. 11, p. 111914, Mar. 2007.
- [126] Y. Ezzaidi, “Déformations locales induites dans le silicium; Calcul par éléments finis et affinement des données de diffraction des rayons X,” 2013.
- [127] V. Strassen, “Gaussian Elimination is not Optimal,” vol. 356, pp. 354–356.
- [128] F. Le Gall, “Powers of Tensors and Fast Matrix Multiplication,” pp. 1–28.
- [129] I. V. O. Hedtke, “Strassen’s matrix multiplication algorithm for matrices of arbitrary order,” *Bull. Math. Anal. Appl.*, pp. 1–8, 2010.
- [130] A. A. Darhuber, E. Koppensteiner, H. Straub, G. Brunthaler, W. Faschinger, and G. Bauer, “Triple axis x-ray investigations of semiconductor surface corrugations,” *J. Appl. Phys.*, vol. 76, no. 12, pp. 7816–7823, 1994.

- [131] Q. Shen, C. C. Umbach, B. Weselak, and J. M. Blakely, “X-ray diffraction from a coherently illuminated Si(001) grating surface,” *Phys. Rev. B*, vol. 48, no. 24, pp. 17967–17971, 1993.
- [132] V. Boureau, “Déformations introduites lors de la fabrication de transistors FDSOI: une contribution de l’holographie électronique en champ sombre,” 2016.
- [133] N. Alam, B. Anand, and S. Dasgupta, “Microelectronics Reliability The impact of process-induced mechanical stress on CMOS buffer design using multi-fingered devices,” *Microelectron. Reliab.*, vol. 53, no. 3, pp. 379–385, 2013.
- [134] N. Rezzak, “The effect of shallow trench isolation (SPI) topology, sidewall doping and layout-related stress on radiation-induced leakage current,” 2010.
- [135] X. Li, Y. Tan, Y. Wang, X. Li, Z. Ye, Y. Tan, and Y. Wang, “A Two-Dimensional Analysis Method on STI- Aware Layout-Dependent Stress Effect,” *IEEE*, 2012.
- [136] A. Durand, V. Boureau, D. Le-Cunff, A. Hourtane, D. Benoit, A. Claverie, M. Hytch, D. Rouchon, and P. Gergaud, “Combining high-resolution X-ray reciprocal space mapping and dark-field electron holography for strain analysis in 20 nm pMOS structures,” *IEEE*, pp. 785–788, 2015.
- [137] A. Durand, V. Boureau, D. Le-Cunff, A. Claverie, M. Hytch, D. Rouchon, D. Benoit, and P. Gergaud, “Advanced 20 nm pMOS transistor strain investigation correlating industrial high-resolution X-ray reciprocal space mapping with dark-field electron holography analysis,” *To be Publ.*, 2016.
- [138] L. Clément, R. Pantel, L. F. T. Kwakman, and J. L. Rouvière, “Strain measurements by convergent-beam electron diffraction: The importance of stress relaxation in lamella preparations,” *Appl. Phys. Lett.*, vol. 85, no. 4, 2004.
- [139] M. S. U. Cem, “Surface Enhanced Raman Spectroscopy Christine J Hicks,” 2001.
- [140] A. J. McQuillan, “The discovery of surface-enhanced Raman scattering,” *Notes Rec. R. Soc.*, vol. 63, no. 1, pp. 105–109, Mar. 2009.
- [141] Z. Sui, H. Burke, and I. Herman, “Raman scattering in germanium-silicon alloys under hydrostatic pressure,” *Phys. Rev. B*, 1993.
- [142] P. Dhamelincourt, J. Barbillat, D. Bougeard, G. Buntix, M. Delhayé, and F. Fillaux, *Spéctrométrie Raman*, Techniques. 2013.
- [143] J. Renucci, R. Tyte, and M. Cardona, “Resonant Raman scattering in silicon,” *Phys. Rev. B*, vol. 11, no. 10, pp. 3885–3895, May 1975.
- [144] A. Picco, “Resonance effects in the Raman analysis of SiGe nanostructures.”

- [145] V. Semiconductor, “Optical Properties of SiGe and Ge This article contains tables on the optical properties of SiGe and Ge.”
- [146] J. C. D. Brand, *Lines of light: The sources of Dispersive Spectroscopy*. 1995.
- [147] K. F. Dombrowski, “Micro-Raman Investigation of Mechanical Stress in Si Device Structures and Phonons in SiGe,” 2000.
- [148] A. Zoubir, *Raman Imaging: Techniques and Applications*. 2012.
- [149] C. Grein, “Local vibration modes of ge-rich c-Si_{1-x}Ge_x alloys,” *Phys. Rev. B*, 1992.
- [150] J. Groenen, R. Carles, S. Christiansen, M. Albrecht, W. Dorsch, H. P. Strunk, H. Wawra, and G. Wagner, “Phonons as probes in self-organized SiGe islands,” *Appl. Phys. Lett.*, vol. 71, no. 26, p. 3856, 1997.
- [151] M. Cazayous, J. Groenen, F. Demangeot, R. Sirvin, M. Caumont, T. Remmele, M. Albrecht, S. Christiansen, M. Becker, H. P. Strunk, and H. Wawra, “Strain and composition in self-assembled SiGe islands by Raman spectroscopy,” *J. Appl. Phys.*, vol. 91, no. 10, p. 6772, 2002.
- [152] J. C. Tsang, P. M. Mooney, F. Dacol, and J. O. Chu, “Measurements of alloy composition and strain in thin Ge_xSi_{1-x} layers,” *J. Appl. Phys.*, vol. 75, no. 12, p. 8098, 1994.
- [153] S. Gu, L. Qin, R. Zhang, X. Zhu, and Y. Zheng, “Raman spectroscopy of strained GeSi alloys deposited on Ge substrates,” vol. 390, pp. 387–390, 1996.
- [154] F. Cerdeira, C. Buchenauer, F. Pollak, and M. Cardona, “Stress-induced shifts of first-order Raman frequencies of diamond-and zinc-blende-type semiconductors,” *Phys. Rev. B*, 1972.
- [155] D. J. Lockwood and J.-M. Baribeau, “Strain-shift coefficients for phonons in Si, „Ge,,epilayers on silicon,” *Phys. Rev. B*, vol. 45, no. 15, pp. 8565–8571, 1992.
- [156] R. Ossikovski, Q. Nguyen, G. Picardi, J. Schreiber, and P. Morin, “Theory and experiment of large numerical aperture objective Raman microscopy: application to the stress-tensor determination in strained cubic materials,” no. February, pp. 661–672, 2008.
- [157] K. Kutsukake, N. Usami, T. Ujihara, K. Fujiwara, G. Sazaki, and K. Nakajima, “On the origin of strain fluctuation in strained-Si grown on SiGe-on-insulator and SiGe virtual substrates,” *Appl. Phys. Lett.*, vol. 85, no. 8, p. 1335, 2004.
- [158] L. H. Wong, C. C. Wong, J. P. Liu, D. K. Sohn, L. Chan, L. C. Hsia, H. Zang, Z. H. Ni, and Z. X. Shen, “Determination of Raman Phonon Strain Shift Coefficient of Strained Silicon and Strained SiGe,” *Jpn. J. Appl. Phys.*, vol. 44, no. 11, pp. 7922–7924, Nov. 2005.
- [159] A. Durand, “Caractérisation de films minces épitaxiés de SiGe par Spectroscopie Raman,”

2013.

- [160] T. Perova, J. Wasyluk, and K. Lyutovich, "Composition and strain in thin Si_{1-x}Ge_x virtual substrates measured by micro-Raman spectroscopy and x-ray diffraction," *J. Appl. ...*, 2011.
- [161] J. Groenen, R. Carles, S. Christiansen, M. Albrecht, W. Dorsch, H. P. Strunk, H. Wawra, and G. Wagner, "Phonons as probes in self-organized SiGe islands Phonons as probes in self-organized SiGe islands," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 3856, no. 1997, pp. 27–30, 2016.
- [162] Y. Bogumilowicz, J. M. Hartmann, F. Laugier, G. Rolland, T. Billon, N. Cherkashin, and a. Claverie, "High germanium content SiGe virtual substrates grown at high temperatures," *J. Cryst. Growth*, vol. 283, no. 3–4, pp. 346–355, Oct. 2005.
- [163] J. Schmidt, G. Vogg, F. Bensch, S. Kreuzer, P. Ramm, S. Zollner, R. Liu, and P. Wennekers, "Spectroscopic techniques for characterization of high-mobility strained-Si CMOS," *Mater. Sci. Semicond. Process.*, vol. 8, no. 1–3, pp. 267–271, Feb. 2005.
- [164] D. Rouchon, M. Mermoux, F. Bertin, and J. M. Hartmann, "Germanium content and strain in Si_{1-x}Ge_x alloys characterized by Raman spectroscopy," *J. Cryst. Growth*, vol. 392, pp. 66–73, 2014.
- [165] G. Bhagavannarayana, B. Dietrich, and P. Zaumseil, "Determination of Germanium Content and Relaxation $\pm x \text{ Ge } x / \text{ Si}$ Layers by Raman Spectroscopy and X-Ray Diffractometry," *Phys. Status Solidi*, vol. 425, pp. 425–432, 1999.
- [166] J. C. Tsang, P. M. Mooney, F. Dacol, and J. Chu, "Measurements of alloy composition and strain in thin Ge, Si, --x layers," *J. Appl. Phys.*, vol. 75, no. 12, 1994.
- [167] S. C. Jain, A. H. Harker, A. Atkinson, and K. Pinaridi, "Edge-induced stress and strain in stripe films and substrates: A two-dimensional finite element calculation," *J. Appl. Phys.*, vol. 78, no. 3, pp. 1630–1637, 1995.
- [168] R. Ossikovski, G. Picardi, G. Ndong, and M. Chaigneau, "Raman spectroscopy and polarization: Selected case studies," *Comptes Rendus Phys.*, vol. 13, no. 8, pp. 837–852, Oct. 2012.
- [169] R. Ossikovski, Q. Nguyen, G. Picardi, and J. Schreiber, "Determining the stress tensor in strained semiconductor structures by using polarized micro-Raman spectroscopy in oblique backscattering configuration," *J. Appl. Phys.*, vol. 103, no. 9, p. 93525, 2008.
- [170] G. Ndong, G. Picardi, C. Licitra, D. Rouchon, J. Eymery, and R. Ossikovski, "Determination of the biaxial stress in strained silicon nano-strips through polarized oblique incidence Raman spectroscopy," *J. Appl. Phys.*, vol. 114, no. 16, p. 164309, 2013.
- [171] Y. Saito, M. Motohashi, N. Hayazawa, and S. Kawata, "Stress imaging of semiconductor surface by tip-enhanced Raman," vol. 229, no. September 2006, pp. 217–222, 2008.

- [172] T. Hartman, C. S. Wondergem, N. Kumar, A. Van Den Berg, and B. M. Weckhuysen, "Surface- and Tip-Enhanced Raman Spectroscopy in Catalysis," *J. Phys. Chem. Lett.*, vol. 7, no. 8, pp. 1570–1584, 2016.
- [173] A. Durand, D. Rouchon, D. Le-cunff, P. Gergaud, M. Campus, and G. Cedex, "Micro-Raman spectroscopy as a complementary technique to high resolution X-ray diffraction for the characterization of Si_{1-x}Ge_x thin layers," *Phys. Status Solidi*, vol. 6, pp. 1–5, Feb. 2015.
- [174] T. Shimura, T. Inoue, D. Shimokawa, T. Hosoi, Y. Imai, O. Sakata, S. Kimura, and H. Watanabe, "Characterization of SiGe Layer during Ge Condensation Process by X-ray Diffraction Methods," *Jpn. J. Appl. Phys.*, vol. 50, no. 1R, p. 10112, Jan. 2011.
- [175] S. Balakumar, T. Wei, C. h. Tung, G. . Lo, H. Nguyen, C. Fong, A. Agarwal, R. Kumar, N. Balasubramanian, S. Lee, and D. I. Kwong, "Fabrication of high Ge content SiGe layer on Si by Ge condensation technique," in *13th International Symposium on the Physical and Failure Analysis of Integrated Circuits*, 2006, pp. 301–305.
- [176] N. Sugii, "Thermal stability of the strained-Si/Si_[sub 0.7]Ge_[sub 0.3] heterostructure," *J. Appl. Phys.*, vol. 89, no. 11, p. 6459, 2001.
- [177] S. M. Prokes, O. J. Glembocki, and D. J. Godbey, "Stress and its effect on the interdiffusion in Si_{1-x}Ge_x/Si superlattices," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 60, no. 9, p. 1087, Mar. 1992.
- [178] S.-H. Huang, C. Li, W.-F. Lu, C. Wang, G.-Y. Lin, H.-K. Lai, and S.-Y. Chen, "Non-homogeneous SiGe-on-insulator formed by germanium condensation process," *Chinese Phys. B*, vol. 23, no. 4, p. 48109, Apr. 2014.
- [179] C. Toccafondi, G. Picardi, and R. Ossikovski, "Molecular Bending at the Nanoscale Evidenced by Tip-Enhanced Raman Spectroscopy in Tunneling Mode on Thiol Self-Assembled Monolayers," *J. Phys. Chem. C*, vol. 120, no. 30, pp. 18209–18219, 2016.
- [180] M. Hecker, M. Roelke, P. Hermann, E. Zschech, and V. Vartanian, "Strain distribution analysis in Si/SiGe line structures for CMOS technology using Raman spectroscopy," *J. Phys. Conf. Ser.*, vol. 209, p. 12008, Feb. 2010.
- [181] R. Berthelon, F. Andrieu, S. Ortolland, R. Nicolas, T. Poiroux, E. Baylac, D. Dutartre, and E. Josse, "Impact of the design layout on threshold voltage in SiGe channel UTBB-FDSOI pMOSFET," *IEEE*, pp. 88–91, 2016.
- [182] D. Harame, *SiGe, Ge, and related compounds 4: Materials, Processing, and Devices*. 2010.
- [183] W. S. Yoo, K. Kang, T. Ueda, and T. Ishigaki, "Design of Multi-Wavelength Micro Raman Spectroscopy System and Its Semiconductor Stress Depth Profiling Applications," *Appl. Phys. Express*, vol. 2, no. 11, p. 116502, Nov. 2009.
- [184] R. Liu and M. Canonico, "Applications of UV-Raman spectroscopy and high-resolution X-

- ray diffraction to microelectronic materials and devices,” *Microelectron. Eng.*, vol. 75, no. 3, pp. 243–251, Sep. 2004.
- [185] W. S. Yoo, T. Ueda, and K. Kang, “Characterization of uni-axially stressed Si and Ge concentration in Si_{1-x}Ge_x using polychromator-based multi-wavelength Raman spectroscopy,” *2009 Int. Work. Junction Technol.*, pp. 79–83, Jun. 2009.
- [186] C.-W. Chang, M.-H. Hong, W.-F. Lee, K.-C. Lee, S.-K. Jang Jian, Y. Chuang, Y.-T. Fan, N. Hasuike, H. Harima, T. Ueda, T. Ishigaki, K. Kang, and W. Sik Yoo, “Contactless monitoring of Ge content and B concentration in ultrathin single and double layer Si_{1-x}Ge_x epitaxial films using multiwavelength micro-Raman spectroscopy,” *AIP Adv.*, vol. 2, no. 1, p. 12124, 2012.
- [187] A. Ogura, K. Yamasaki, D. Kosemura, S. Tanaka, I. Chiba, and R. Shimidzu, “UV-Raman Spectroscopy System for Local and Global Strain Measurements in Si,” *Jpn. J. Appl. Phys.*, vol. 45, no. 4B, pp. 3007–3011, Apr. 2006.
- [188] M. Wormington, B. Yokhin, D. Berman, A. Krokhmal, I. Mazor, P. Ryan, J. Wall, and R. Bytheway, “A Novel X-ray Diffraction and Reflectivity Tool for Front-End of Line Metrology,” no. 1, p. 300.
- [189] B. Schmitt, C. Brönnimann, E. F. Eikenberry, F. Gozzo, C. Hörmann, R. Horisberger, and B. Patterson, “Mythen detector system,” *Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. A Accel. Spectrometers, Detect. Assoc. Equip.*, vol. 501, no. 1, pp. 267–272, 2003.
- [190] S. R. Lee, B. L. Doyle, T. J. Drummond, J. W. Medernach, and R. P. Schneider, “Reciprocal space mapping of epitaxial materials using position-sensitive x-ray detection,” *Adv. X-ray Anal.*, vol. 38, pp. 201–213, 1995.
- [191] W. Press, S. Teukolsky, W. Vetterling, B. Flannery, and E. Ziegel, *Numerical Recipes: The Art of Scientific Computing*, vol. 29, no. 4. 1987.
- [192] J. F. Bonnans, J. C. Gilbert, C. Lemaréchal, and C. Sagastizábal, *Numerical Optimization - Theoretical and Practical Aspects (second edition)*. Springer Verlag, Berlin, 2006.
- [193] H. Liu, S. Member, L. Yan, and Y. Chang, “Spectral Deconvolution and Feature Extraction With Robust Adaptive Tikhonov Regularization,” *IEEE*, vol. 62, no. 2, pp. 315–327, 2013.
- [194] F. Sánchez-Bajo and F. L. Cumbreira, “Deconvolution of X-ray diffraction profiles by using series expansion,” *J. Appl. Crystallogr.*, vol. 33, no. 2, pp. 259–266, 2000.
- [195] D. Rafaja, “Convolution and deconvolution in the x-ray diffraction analysis,” no. 2.
- [196] A. Durand, M. Kaufling, D. Le-Cunff, D. Rouchon, and P. Gergaud, “In-line monitoring of strain distribution using High Resolution X-ray Reciprocal Space Mapping into 20nm SiGe pMOS,” *Mater. Sci. Semicond. Process.*, 2016.

- [197] N. Xu, “Effectiveness of strain solutions for next-generation MOSFETs,” 2012.
- [198] C. Krzeminski, “Stress mapping in strain-engineered silicon p-type MOSFET device: a comparison between process simulation and experiments,” *J. Vac. Sci. Technol. B, Nanotechnol. Microelectron. Mater. Process. Meas. Phenom.*, 2012.
- [199] S. S. Mahato, T. K. Maiti, R. Arora, A. R. Saha, S. K. Sarkar, and C. K. Maiti, “Strain Engineering for Future CMOS Technologies,” 2006.
- [200] F. K. Legoues, A. Powell, S. S. Iyer, F. K. Legoues, A. Powell, and S. S, “Relaxation of SiGe thin films grown on Si / SiO₂ substrates Relaxation of SiGe thin films grown on Si / SiO₂ substrates,” *J. Appl. Phys.*, vol. 7240, no. 1994, pp. 1–8, 2016.
- [201] D. Buca, B. Holländer, S. Feste, H. Trinkaus, S. Mantl, R. Loo, and M. Caymax, “Fabrication and Characterization of Patterned Si / SiGe Lines with Asymmetric Biaxial Stress,” *IEEE*, no. 110, pp. 7–8, 2006.
- [202] S. H. Olsen, A. G. O. Neill, P. Dobrosz, S. J. Bull, L. S. Driscoll, S. Chattopadhyay, and K. S. K. Kwa, “Study of strain relaxation in Si / SiGe metal-oxide-semiconductor field-effect transistors,” *J. Appl. Phys.*, vol. 114504, no. 2005, 2008.
- [203] Y.-J. Kuo, T.-C. Chang, C.-H. Dai, S.-C. Chen, J. Lu, S.-H. Ho, C.-H. Chao, T.-F. Young, O. Cheng, and C.-T. Huang, “Temperature-Dependent Biaxial Compressive Strain Effect on p-MOSFETs,” *Electrochem. Solid-State Lett.*, vol. 12, no. 2, p. H32, 2009.
- [204] T. Tada, V. Poborchii, and T. Kanayama, “Study of stress distribution in a cleaved Si shallow trench isolation structure using confocal micro-Raman system,” *J. Appl. Phys.*, vol. 107, no. 11, p. 113539, 2010.
- [205] V. Poborchii, T. Tada, and T. Kanayama, “Study of stress in a shallow-trench-isolated Si structure using polarized confocal near-UV Raman microscopy of its cross section,” *Appl. Phys. Lett.*, vol. 91, no. 24, p. 241902, 2007.
- [206] T. J. Dill, M. J. Rozin, S. Palani, and A. R. Tao, “Colloidal Nanoantennas for Hyperspectral Chemical Mapping,” *ACS Nano*, p. acsnano.6b02403, Aug. 2016.
- [207] O. Hemberg, M. Otendal, and H. M. Hertz, “Liquid-metal-jet anode electron-impact x-ray source,” *Appl. Phys. Lett.*, vol. 83, no. 7, pp. 1483–1485, 2003.
- [208] M. Jacquet, “High intensity compact Compton X-ray sources: Challenges and potential of applications,” *Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. B Beam Interact. with Mater. Atoms*, vol. 331, pp. 1–5, 2014.
- [209] D. F. Sunday, M. R. Hammond, C. Wang, W. Wu, D. M. Delongchamp, M. Tjio, J. Y. Cheng, J. W. Pitera, and R. J. Kline, “Determination of the Internal Morphology of Nanostructures Patterned by Directed Self Assembly,” *ACS Nano*, vol. 8, no. 8, pp. 8426–

8437, 2014.

- [210] E. Schikuta, C. Brunner, and C. Schultes, “A Relational Neural Network Database Model.”
- [211] W.-S. Li, C. Clifton, and S.-Y. Liu, “Database Integration Using Neural Networks: Implementation and Experiences,” *Knowl. Inf. Syst.*, vol. 2, no. 1, pp. 73–96, 2000.
- [212] E. Schikuta, “Neural networks and database systems.”
- [213] V. Favre-nicolin, J. Coraux, M. Richard, H. Renevier, and T. Eyck, “computer programs,” vol. 6, no. 3.

La simplicité est la sophistication suprême.

Léonard de Vinci

Abstract

For many years, characterization techniques have been used in the microelectronic industry in order to probe and analyze integrated components. Nowadays the critical downscaling of transistors and implementation of new materials and methods, such as silicon-germanium (SiGe) and strain engineering, induce the necessity of developing innovative metrology in order to monitor the fabrication processes at each step. In this context, there is a need for non-destructive and fast strain characterization techniques, capable of in-line analysis of nano-structures. Within that framework, the capabilities of High Resolution X-Ray Diffraction (HRXRD) and Raman spectroscopy for strain measurements is evaluated and a methodology tailored to in-line metrology constraints is proposed.

Industrial HRXRD equipment, developed for an in-line strain metrology have demonstrated their ability to measure strain in SiGe thin films of only a few nanometers thick, with a great sensitivity ($< 10^{-4}$). Nonetheless, when it comes to advanced structures, such as planar transistors, the strain field complexity requires the measurement and the thorough analysis of Reciprocal Space Mappings (RSM). In this study, we demonstrate the interest and capability of RSM for the characterization of strained structures for gratings of pMOS transistors. A reverse method that consists in using a strain field model to reproduce the measured RSMs is used. The benefit of using different mechanical models is explored and a very good agreement between experimental and simulated RSM's is established. Strain field extracted by this method is successfully correlated to the one measured by Dark-Field Electron Holography (DFEH) technique, emphasizing the capability of HRXRD for pMOS strain field investigation.

Alongside, μ -Raman spectroscopy was also identified to be a promising candidate for the industry, due to a sub-micrometers spatial resolution and a low detection threshold. It enables to determine simultaneously the strain state and the average composition of SiGe thin films down to the nanometer scale. Thereby, μ -Raman reveals that a condensation process, critical to create a strained SiGe channel for advanced transistor technology, induces a germanium composition inhomogeneity in the SiGe thin films. To go further, the spatial resolution of μ -Raman and Tip-enhanced Raman Spectroscopy (TERS) techniques is investigated by comparing the measurements with simulations, highlighting that there is still some way to go before fulfilling the demands of the microelectronics industry.

Finally, a HRXRD methodology is developed in order to follow the strain field evolution all along process steps in a manufacturing environment. The main method uses a large library computed for a bunch of structures with varying geometries, germanium content and strain parameters. Then the measured RSMs are selectively matched to the simulated RSMs within the library, providing in a simple and a quick way a close corresponding geometry and strain field as an output, which could then be refined by iteration if necessary. Thanks to a homemade software (DXtract), that processes and simulates the RSMs, the whole procedure is automated and is capable to follow, detect and localize even the small strain variations induced by the manufacturing steps. In addition, all the results demonstrate that the procedure is compatible with industrial constraints, meaning fast, robust and easy to operate. This work is therefore a major step towards the use of RSM for in-line monitoring, which is undoubtedly a relevant technique for industrial strain metrology.

Keywords—RSM, simulation, pMOS, strain, DFEH, HRXRD, metrology, SiGe, Raman

Résumé

Depuis longtemps des techniques de caractérisation sont utilisées dans les industries de la microélectronique dans le but de sonder et analyser les circuits. De nos jours, la diminution critique des dimensions des transistors, l'implémentation d'alliage de silicium-germanium (SiGe) et l'ingénierie des déformations, impliquent la nécessité de développer une métrologie innovatrice pour le contrôle des procédés de fabrication. Il y a alors un besoin de techniques non-destructives et rapides de caractérisation des déformations, capables d'analyser des nanostructures directement en ligne de production. Nous avons de fait évalué la capacité de la diffraction de rayons-X haute résolution (HRXRD) et de la spectroscopie Raman à mesurer des déformations, et proposé en conséquence une méthodologie adaptée aux exigences de la métrologie.

Les équipements industriels d'HRXRD, développés pour la métrologie en-ligne, ont démontré leur habileté à mesurer la déformation de couches minces de SiGe de quelques nanomètres d'épaisseur, avec une grande sensibilité ($< 10^{-4}$). Néanmoins, pour des structures complexes comme les transistors planaires, la complexité du champ des déformations requière la mesure et l'analyse approfondie de cartographies de l'espace réciproque (RSM). Nous avons donc démontré l'intérêt et la capacité de l'utilisation des RSM pour la caractérisation de réseaux de transistors pMOS. Pour ce faire, une méthode inverse est utilisée, consistant à utiliser un modèle mécanique de déformation pour reproduire les RSM. Le bénéfice d'utiliser différents modèles est exploré et un très bon accord entre les RSM mesurées et simulées est établi. Le champ des déformations extrait par cette méthode est corrélé avec succès à celui mesuré par la technique d'holographie électronique en champ sombre (DFEH), mettant en exergue la capacité d'analyse des champs des déformations des pMOS par la HRXRD.

Parallèlement, la spectroscopie μ -Raman a aussi été identifiée comme étant une candidate prometteuse pour l'industrie, du fait de sa résolution spatiale sub-micrométrique et un seuil de détection faible. Elle permet de déterminer de manière simultanée l'état de déformation et la composition moyenne d'une couche mince de SiGe de quelques nanomètres d'épaisseur. Ainsi, la spectroscopie μ -Raman a permis de révéler que le procédé de condensation, critique pour la création du canal en SiGe contraint des transistors de technologie avancée, induit une inhomogénéité de composition en germanium dans la couche mince de SiGe. Enfin, la résolution spatiale de la spectroscopie μ -Raman et la spectroscopie Raman exaltée par effet de pointe (TERS) est examinée en comparant les mesures avec des simulations, mettant en avant le chemin à parcourir avant qu'elles répondent aux exigences de l'industrie de la microélectronique.

Finalement, la méthodologie industrielle d'HRXRD permettant de suivre l'évolution du champ des déformations pendant les procédés de fabrication est développée. La méthode principale utilise une librairie générée à partir d'une série de structures avec des géométries, des compositions en germanium et des paramètres de déformation variables. Les RSM mesurées sont ainsi associées de manière sélective aux RSM simulées, de la librairie, fournissant simplement et rapidement une géométrie et un champ des déformations comme donnée de sortie, pouvant être ajustées par des itérations si nécessaire. Grâce au développement d'un logiciel (DeusX), qui traite et simule les RSM, l'ensemble de la procédure est capable de suivre, détecter et localiser automatiquement des variations faibles de déformation induites par les étapes de fabrication. L'ensemble des résultats démontrent que la procédure est compatible avec les exigences industrielles : elle est rapide, robuste et simple. Ce travail représente ainsi une avancée majeure vers l'utilisation des RSM pour le suivi en ligne des déformations.

Mots clés —RSM, simulation, pMOS, déformation, DFEH, HRXRD, métrologie, SiGe, Raman