



Mesures de contraintes par spectroscopie et imagerie Raman dans des dispositifs micro-électroniques

Eddy Romain-Latu

► **To cite this version:**

Eddy Romain-Latu. Mesures de contraintes par spectroscopie et imagerie Raman dans des dispositifs micro-électroniques. Physique Atomique [physics.atom-ph]. Institut National Polytechnique de Grenoble - INPG, 2006. Français. <tel-00479985>

HAL Id: tel-00479985

<https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00479985>

Submitted on 3 May 2010

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.

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE GRENOBLE

N° attribué par la bibliothèque

--	--	--	--	--	--	--	--	--	--

THÈSE

préparée au
Laboratoire d'Électrochimie et de Physico-chimie des Matériaux et des
Interfaces

dans le cadre de l'École Doctorale *Matériaux et Génie des Procédés*
pour obtenir le grade de

DOCTEUR de L'INP Grenoble

Spécialité *Science et Génie des Matériaux*

Mesures de contraintes par spectroscopie et imagerie Raman dans des dispositifs micro-électroniques

présentée et soutenue publiquement par

Eddy ROMAIN-LATU

le 14 décembre 2006

JURY

M Michel DUPEUX

Président

M Olivier THOMAS

Rapporteur

M Roland FORTUNIER

Rapporteur

M Michel MERMOUX

Directeur de thèse

M Jesse GROENEN

Examineur

M Laurens KWAKMAN

Examineur

À Lala & à Jean

Mesures de contraintes par
spectroscopie et imagerie Raman dans
des dispositifs micro-électroniques

Dont l'angle est heurté par
des tourbillons de lumière

Illuminations,
A.RIMBAUD

Remerciements

Mes remerciements s'adressent en particulier à mon directeur de thèse, M Michel Mermoux, qui a toujours su être enthousiaste et critique à l'égard de ces travaux. Sa bienveillance et sa confiance, et ses connaissances expérimentales et théoriques m'ont permis de mener à bien ce projet passionnant. Je lui adresse tous mes sentiments amicaux.

Ce projet, qui se situe avant tout dans un contexte industriel, doit également beaucoup à M Loek Kwakman, que je remercie vivement pour m'avoir accueilli au sein du groupe caractérisations physiques de l'Alliance Crolles 2. Son point de vue a toujours été extrêmement pertinent et précieux pour l'avancement de ces travaux.

Je souhaite remercier MM Olivier Thomas et Roland Fortunier qui ont accepté de rapporter ce travail de thèse, ainsi que M Michel Dupeux, président du jury de soutenance, et M Jesse Groenen, examinateur, pour l'intérêt qu'ils ont porté à mes travaux.

Mon développement scientifique doit beaucoup à M Guy Lucazeau qui, après avoir initié ce projet, m'en a transmis les rennes avec beaucoup de sérénité. Je lui dois en outre de partager une passion forte et pérenne pour la montagne.

Je suis profondément reconnaissant à M Thierry Pagnier, qui m'a accueilli au sein de l'équipe CMESSIE, et qui a toujours su apporter des débats d'idées féconds et enrichissants. M Alexandre Crisci, ainsi que MM Noël Rosman et Denis Rouchon, ont contribué de manière importante aux questions techniques et à la bonne humeur quotidienne. Je remercie d'une manière générale tous les gens du laboratoire que j'ai côtoyés et qui ont participé à l'ambiance agréable de mes trois années de thèse.

Ma reconnaissance va également aux gens des groupes caractérisations physiques et TCAD, qui m'ont aidé dans mes travaux, et je salue en particulier Laurent Clément, mon *alter ego*, et Florian Cacho, qui m'ont précédé de quelques mois dans leurs thèses respectives. Je souhaite remercier très vivement M Dominique Delille, qui a été un acteur principal de cette collaboration, que ce soit sur le plan technique ou humain. Je lui adresse toutes mes amitiés et ma sympathie.

Ma gratitude va ensuite à mes amis, qui ont une part déterminante, quoique immatérielle, dans la réalisation de ces travaux : François, Nico et Pierre, qui ont partagé bureau, papiers envahissants et tasses à café éprouvées ; Ivan, Guy, Antoine & Aude, Gégé, Aurélie et Magali, amis et œnologues avertis pour la plupart.

Enfin je ne saurais conclure ces remerciements sans exprimer une affection toute particulière pour mes parents et mes beaux-parents, pour ma tendre femme Lala, et pour mon fils Jean, auxquels je dédie ce manuscrit.

Table des matières

Glossaire et notations	v
Introduction générale	1
La double nécessité de mesurer les contraintes pour la microélectronique . . .	1
Les contraintes destructives	1
Les contraintes non destructives	2
Techniques locales de caractérisation des contraintes — La spectroscopie Ra-	
man	5
Présentation du sujet de thèse et structure du manuscrit	7
1 La spectroscopie Raman : principes et application à la mesure de	9
 contraintes dans le silicium	9
1.1 Dynamique vibrationnelle et diffusion Raman du silicium	10
1.1.1 Structure cristalline du silicium	10
1.1.2 Ondes vibrationnelles dans un cristal	11
1.1.3 La diffusion Raman	13
1.1.4 Modes propres de vibration et règles de sélection	16
1.1.5 Observation et intensité de diffusion	19
1.1.6 Résonance	21
1.2 Éléments de la théorie de l'élasticité linéaire	22
1.2.1 Les tenseurs de déformation et de contrainte	22
1.2.2 La loi de HOOKE généralisée	23
1.2.3 Représentation matricielle de VOIGT	24
1.2.4 Détermination des contraintes et des déformations	27
1.2.5 Thermo-élasticité et énergie élastique	29
1.3 Effets des déformations sur la diffusion Raman	29
1.3.1 Résolution de l'équation séculaire $ \Delta k - \lambda \mathbf{I} = 0$	29
Valeurs propres et vecteurs propres	29
1.3.2 Symétrie de déformation	31
Décalage en fréquence Raman observé $\Delta\omega(\bar{\epsilon})$	32
Interprétations	33
1.3.3 Changement de repère	34
1.4 Conclusion	35

2	Instrumentation et expérimentation	37
2.1	Instrumentation	38
2.1.1	Installation classique	38
	Les sources laser excitatrices	39
	La platine porte-échantillon	39
	Dispersion et détection de la lumière diffusée	39
2.1.2	Notions de résolution	40
	Résolution spectrale	40
	Résolution spatiale	43
2.1.3	Applications	45
	Les techniques d'imagerie	45
	La tomographie	47
	Vers le nano-Raman	48
2.2	Expérimentation	49
2.2.1	Échantillons et préparation des échantillons	49
2.2.2	Exemple de cartographie Raman	50
2.2.3	Problèmes spécifiques	53
	Stabilité : correction par les fréquences plasma	53
	Effets de la topographie sur les fréquences plasma	54
	Échauffement induit par le laser	54
	Écart à la rétrodiffusion idéale : fuites de polarisation	55
2.3	Techniques d'imagerie	56
2.3.1	Cartographie	56
2.3.2	L'imagerie-ligne	56
2.3.3	L'imagerie globale	57
2.4	Méthodologie	59
2.4.1	Méthode directe	59
2.4.2	Méthode inverse — Principe général	59
	Simulations mécaniques	60
	Simulation du décalage en fréquence $\underline{\Delta\omega}(\bar{\epsilon})$	61
	Avantages et limitations	62
2.5	Conclusion	62
3	Détermination des contraintes dans des systèmes simples	65
3.1	Identification de l'origine et de la nature des contraintes dans les composants	66
3.1.1	Contraintes induites par la gravure	66
3.1.2	Contraintes induites par l'oxydation thermique du silicium	66
3.1.3	Contraintes induites par le dépôt CVD d'oxyde	68
3.1.4	Contraintes induites par les recuits de densification	68
3.1.5	Contraintes induites par la planarisation (polissage mécano-chimique)	68
3.2	Caractérisations des bicouches SiO ₂ /substrat Si	69
3.2.1	Introduction et définition du problème	69

3.2.2	Mesures par spectroscopie Raman	70
	Expériences	70
	Résultats et interprétations (méthode directe)	71
3.2.3	Traitement dans le cadre du modèle de Stoney — mesures de courbure	74
	Expériences	76
	Résultats et interprétations	76
3.3	Caractérisations des échantillons STI (<i>Shallow Trench Insulator</i>)	77
3.3.1	Introduction et définition du problème	77
3.3.2	Expériences de profilométrie Raman	79
	Étude préliminaire	79
	Reproductibilité	79
3.3.3	Résultats et interprétations	81
	Résultats expérimentaux	81
	Simulations mécaniques	83
	Calcul du décalage en fréquence $\Delta\omega_{\text{calc}}$	87
	Résultats simulés et comparaison (méthode inverse)	88
	Résolution latérale	91
	Profils de contrainte issus des simulations	92
	Comparaison qualitative avec les résultats électriques	95
3.4	Conclusion	96
4	Extension à 3D : cartographie et tomographie Raman — Étude de SiGe	97
4.1	Caractérisations des échantillons DTI (<i>Deep Trench Insulator</i>)	98
4.1.1	Introduction et définition du problème	98
4.1.2	Expériences de cartographie et tomographie Raman	99
4.1.3	Résultats Raman en rétrodiffusion ($\bar{1}10$)	100
	Spectro-tomographie Raman	100
	Micro-usinage FIB	104
	Simulations par la méthode des éléments finis et interprétations	105
	Résultats simulés et comparaison (méthode inverse)	107
	Cartographies en bande passante	110
4.1.4	Résultats Raman en rétrodiffusion (001)	111
4.2	Application Si / SiGe	113
4.2.1	Description de l'alliage $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$	113
4.2.2	Diffusion Raman dans les alliages $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$	116
4.2.3	Effet des déformations sur les fréquences Raman des modes Si–Si, Si–Ge et Ge–Ge	118
4.2.4	Première étude : couches Si épitaxiées sur SiGe	119
	Introduction et problématique : le « cross-hatch »	119
	Origine et nature du phénomène	119
	Observation du « cross-hatch » et mesure des contraintes biaxiales par spectroscopie Raman	122

4.2.5	Seconde étude : hétérostructures STI/SiGe.	125
	Introduction et problématique	125
	Expériences de profilométrie Raman	125
	Résultats et interprétations	126
4.3	Conclusion	129
	Conclusion générale	131
	Annexes	133
	A Moyennes de VOIGT-REUSS-HILL	133
	B Modélisation	135
	B.1 Script ANSYS	135
	B.2 Script SCILAB	140
	Bibliographie	152

Glossaire et notations

BiCMOS : Bipolar Complementary Metal Oxide Semiconductor	LOCOS : Local Oxidation of Silicon
CBED : Convergent Beam Electron Diffraction	<i>n</i>MOS : <i>n</i> -doped Metal Oxide Semiconductor
CCD : Charge Coupled Device	PDP : Phonon Deformation Potential
CESL : Contact Etch Stop Layer	<i>p</i>MOS : <i>p</i> -doped Metal Oxide Semiconductor
CMOS : Complementary Metal Oxide Semiconductor	PSF : Point Spread Function
CMP : Chemical-Mechanical Polishing	RIE : Reactive Ion Etching
CVD : Chemical Vapor Deposition	SACVD : Sub Atmospheric Chemical Vapor Deposition
DTI : Deep Trench Insulator	SERS : Surface Enhanced Raman Scattering
EBSD : Electron Back Scattered Diffraction	SGOI : Silicon Germanium On Insulator
FIB : Focused Ion Beam	SMT : Stress Memory Technique
HD : Haute Dispersion	sSOI : strained Silicon On Insulator
HDP : High Densification Plasma	STI : Shallow Trench Insulator
HOLZ : High Order Laue Zone	TA : Transverse Acoustic
HREM : High Resolution Electron Microscopy	TEM : Transmission Electron Microscopy
HRXRD : High Resolution X-Ray Diffraction	TEOS : TetraEthOxySilane
IERS : Interference Enhanced Raman Scattering	TERS : Tip Enhanced Raman Scattering
LA : Longitudinal Acoustic	TO : Transverse Optic
LO : Longitudinal Optic	UV : Ultra-Violet
	XRD : X-Ray Diffraction

Notations

Les notations utilisées sont les suivantes : un tenseur de rang 4 est représenté par un caractère majuscule 4 fois barré (par exemple $\overline{\overline{\overline{\overline{\mathbf{C}}}}$). Un tenseur de rang 2 est représenté par un caractère minuscule 2 fois barré (par exemple $\overline{\overline{\mathbf{d}}}$). Un vecteur est représenté par une lettre romain gras (par exemple \mathbf{x} , \mathbf{P}). Les scalaires sont représentés par des caractères normaux, tels que a , α , E , Γ .

$a_{\text{Si}}, a_{\text{Ge}}, a_{\text{SiGe}}$: paramètres de maille	formation matériau)
a : distance STI-grille	m^* : masse effective
A : coefficient d'absorption	n : indice de réfraction
b : demi-largeur du faisceau laser incident	p, q, r : potentiels de déformation de phonons
\mathbf{b} : vecteur de Burgers	$p_{\text{Si-Si}}, p_{\text{Si-Ge}}, p_{\text{Ge-Ge}}$: probabilités de liaison
c : vitesse de la lumière dans le vide	\mathbf{P} : moment dipolaire
C_{ox} : capacité	q : charge électrique des porteurs (électrons ou trous)
$\bar{\bar{\mathbf{C}}}$: tenseur des rigidités	Q : coordonnée normale de vibration
d : section efficace de diffusion	\mathbf{q} : vecteur d'onde des phonons
d_p : profondeur de pénétration	r_{ij} : coefficients de réflexion
$\bar{\mathbf{d}}$: déviateur	R : rayon de courbure
E : énergie / module d'Young	$\bar{\mathbf{r}}$: vecteur déplacement
$\mathbf{e}_i, \mathbf{e}_d$: polarisation incidente, diffusée	$\bar{\bar{\mathbf{R}}}_1, \bar{\bar{\mathbf{R}}}_2, \bar{\bar{\mathbf{R}}}_3$: tenseurs Raman
\mathbf{E} : champ électrique	s : écart-type
f : désaccord paramétrique (déformation de Lagrange)	$\mathbf{S}, \mathbf{S}', \mathbf{T}$: matrices de passage
\mathbf{f} : forces volumiques	$\bar{\bar{\mathbf{S}}}$: tenseur des souplesses
\mathbf{F} : sollicitations	t : temps
g : densité	t_{ij} : coefficients de transmission
G : module de rigidité	T : température
Gm : transconductance	u_e : énergie élastique
h : constante de Planck	\mathbf{u} : vecteur déplacement / champ de déplacement
h_c, h_d : épaisseur de la couche, du substrat	v_{son}, v_l, v_t : vitesse du son, longitudinale et transverse
I, I_k : intensités diffusées	V_g, V_t : potentiel de grille, potentiel de seuil
I_{dsat} : courant de saturation	$\mathbf{v}_1, \mathbf{v}_2, \mathbf{v}_3$: vecteurs polarisation et vecteurs propres
\mathbf{I} : matrice identité	W : largeur de grille et longueur des lignes actives
k : constante de force	x : composition des alliages $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$
K : conductivité thermique	$\mathbf{x}, \mathbf{y}, \mathbf{z}$: base du cristal
$\mathbf{k}_i, \mathbf{k}_d$: vecteurs d'onde des photons incidents, diffusés	$\mathbf{x}', \mathbf{y}', \mathbf{z}'$: base associée aux échantillons
\mathbf{K} : matrice de rigidité	
$\bar{\bar{\mathbf{K}}}$: tenseur des constantes de forces	
$\bar{\bar{\mathbf{K}}}$: tenseur des constantes de forces différenciées	
L : largeur des lignes actives	
L_g : longueur de grille ($\equiv L$)	
m : masse / désaccord paramétrique (dé-	
$\bar{\bar{\alpha}}$: tenseur de polarisabilité / tenseur de dilatation thermique	η : viscosité
$\bar{\bar{\beta}}$: tenseur d'hyperpolarisabilité	θ : demi-angle d'ouverture / angle de diffraction
γ : énergie libre de surface	κ : courbure
δ_{ij} : delta de Kronecker	λ : longueur d'onde
$\bar{\bar{\epsilon}}$: tenseur des déformations	$\lambda_1, \lambda_2, \lambda_3$: valeurs propres

μ : mobilité des porteurs / coefficient de Lamé / masse réduite	quence par convention
ν, ν_v : fréquences de vibration	Γ : centre de zone de Brillouin / largeur des raies de diffusion
ν : coefficient de Poisson	Δ, Λ, Σ : directions (vallées) de haute symétrie de la zone de Brillouin
$\bar{\pi}$: tenseur de piezorésistivité	Δk : matrice séculaire
$\bar{\sigma}$: tenseur des contraintes	$\underline{\Delta\omega}$: décalage en fréquence moyen (observé)
τ : temps d'interaction caractéristique porteurs-phonons	
ω : nombre d'onde, également appelé fré-	

Introduction générale

La double nécessité de mesurer les contraintes pour la microélectronique

LES CONTRAINTES MÉCANIQUES sont devenues, depuis une dizaine d'années, une problématique incontournable de l'industrie microélectronique. Les contraintes mécaniques étaient avant tout perçues comme un phénomène affectant les procédés et entraînant des dysfonctionnements dans les composants. À ce titre, l'essentiel du travail d'ingénierie qui leur était consacré consistait à les supprimer. Leur perception a cependant changé au cours du temps : les contraintes mécaniques, parce qu'elles modifient les propriétés des matériaux, permettent d'améliorer sensiblement les performances des composants. La maîtrise et l'exploitation de toutes les sources de contraintes mécaniques dans l'architecture des composants constituent donc un défi majeur pour l'industrie microélectronique.

Les deux paragraphes suivants illustrent cette double problématique.

Les contraintes destructives

Les contraintes peuvent effectivement générer des défauts (dislocations, formation de cavités, fissuration et délaminage) dans les structures et rendre les circuits non fonctionnels. La figure 1 illustre certains de ces problèmes.

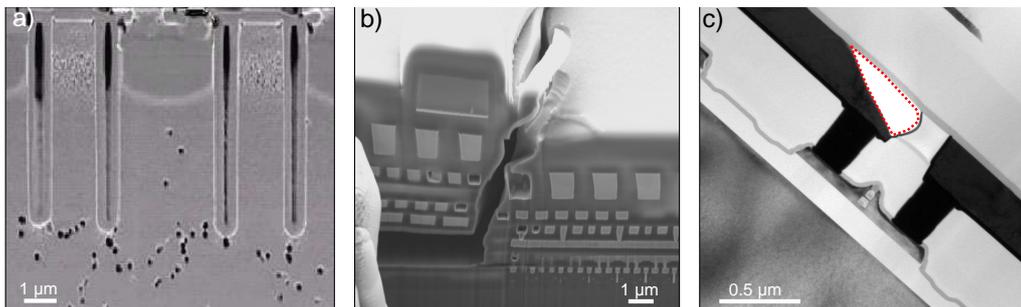


FIG. 1: a) *Dislocations révélées par attaque chimique autour de tranchées profondes (DTI).* b) *Délaminage et fissuration.* c) *Cavité formée dans une interconnexion cuivre.*

La conception de tranchées d'isolement profondes DTI (technologie BiCMOS) et peu profondes STI (technologie CMOS) génère des contraintes qui peuvent se relaxer en créant des dislocations[1, 2]. Ces défauts provoquent généralement des courants de fuite et des courts circuits[3, 4] dans les circuits intégrés.

Sous l'action des contraintes, la formation de cavités dans les interconnexions cuivre est également observée[5, 6]. L'existence de gradients de contraintes favorise en effet la migration et la précipitation des lacunes dans le cuivre sous forme de cavités[7, 8, 9, 10].

Le délaminage (décollement des couches) est en partie causée par une distribution de contraintes importantes; le grand nombre d'étapes de croissance des différentes couches d'un circuit intégré présente un budget de contraintes qui augmente les risques de délaminage.

Avec la diminution des dimensions des dispositifs, un nombre croissant de phénomènes d'endommagement liés aux contraintes apparaît. Par exemple, les structures en résines polymères de petites tailles (~ 150 nm) s'effondrent sous l'effet des forces de capillarité[11, 12].

Les contraintes non destructives

Dans les transistors MOS (figure 2a), le courant passe de la source au drain par

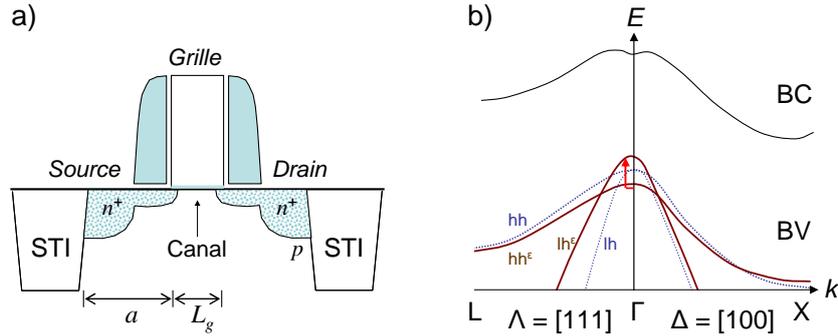


FIG. 2: a) Schéma d'un transistor nMOS. b) Représentation schématique de la redistribution des sous bandes (dans la bande de valence BV) pour les trous sous l'effet d'une déformation ϵ (hh, hh ϵ : trous lourds et lh, lh ϵ : trous légers) entraînant une augmentation de la mobilité.

un canal de conduction. Le courant de saturation I_{dsat} dans le canal (partie active du transistor) — qui détermine directement la vitesse des circuits — est proportionnel à :

$$I_{dsat} \propto \frac{W C_{ox} \mu}{L_g} \quad (1)$$

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

On peut donc augmenter la vitesse des circuits, c'est à dire I_{dsat} , de plusieurs manières :

- en réduisant les dimensions du transistor, en particulier celles de la grille : cette solution, dénommée *scaling*, rencontre actuellement de plus en plus de difficultés (lithographie et effets parasites).
- en améliorant le couplage électrostatique entre la grille et le canal : les matériaux retenus (diélectriques à forte permittivité couplés à une grille métallique) rencontrent d'importants problèmes d'intégration même si la faisabilité a été démontrée.
- en améliorant la mobilité des porteurs.

Les contraintes ont une influence capitale sur ce dernier point. La mobilité des porteurs μ dans la structure de bande $E(k)$ d'un semiconducteur est liée à leur charge q , au temps caractéristique d'interaction avec les phonons τ et à leur masse effective m^* :

$$\mu = \frac{q\tau}{m^*} = \frac{q\tau}{\hbar^2} \frac{\partial^2 E}{\partial k^2}.$$

La figure 2b illustre la levée de dégénérescence entre niveaux de la bande de valence BV (trous lourds et légers) sous l'action d'une contrainte élastique[13, 14]. La courbure des bandes entraîne une modification de la masse effective des porteurs, qui se traduit par une modification de la mobilité. Pour les semiconducteurs à gap indirect, la bande de conduction BC est également affectée par l'application d'une contrainte (réduction de la diffusion intervallée par les phonons).

L'influence des contraintes sur la mobilité dépend des porteurs majoritaires, et doit être examinée attentivement[15, p. 379]. Qualitativement, la mobilité des électrons (trous) est augmentée en appliquant une tension (compression) dans le canal pour un transistor *n*MOS (*p*MOS).

Différentes techniques d'ingénierie, présentées à la figure 3 selon deux catégories, permettent de réaliser ces états de contrainte.

La première catégorie est basée sur l'utilisation d'un substrat sur lequel le canal de silicium épitaxié est dans un état de tension biaxiale. Cette approche est valable à la fois pour les transistors *n*MOS et *p*MOS (technologies sSOI, SGOI).

La seconde catégorie concerne l'utilisation de procédés pour induire une contrainte dans le canal de silicium initialement non contraint. Par exemple, des couches (CESL) en tension et en compression déposées au dessus de la grille vont engendrer un transfert de contrainte (uniaxiale) dans le canal pour des transistors *n*MOS et *p*MOS respectivement. Une autre solution consiste à modifier le procédé d'élaboration des structures d'isolation STI (SACVD), de manière à induire une tension biaxiale dans le canal.

Malgré les difficultés introduites par ces nouvelles techniques, la génération contrôlée de contraintes dans le canal du transistor est un progrès majeur pour la microélectronique.

La figure 4a montre un exemple de gain en I_{dsat} (par rapport au transistor non contraint) obtenu pour des couches en tension et en compression. La figure 4b montre l'influence de la distance STI-grille a sur le gain.

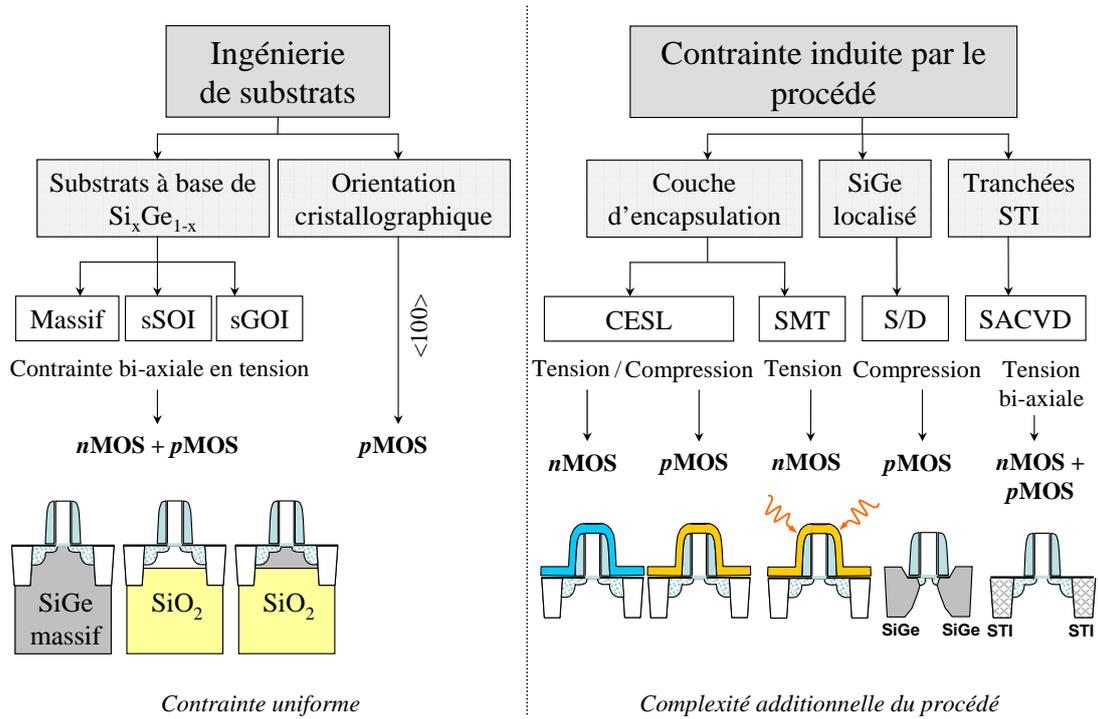


FIG. 3: Les principales techniques de génération de contraintes dans un transistor MOS. Les acronymes sont explicités dans le glossaire.

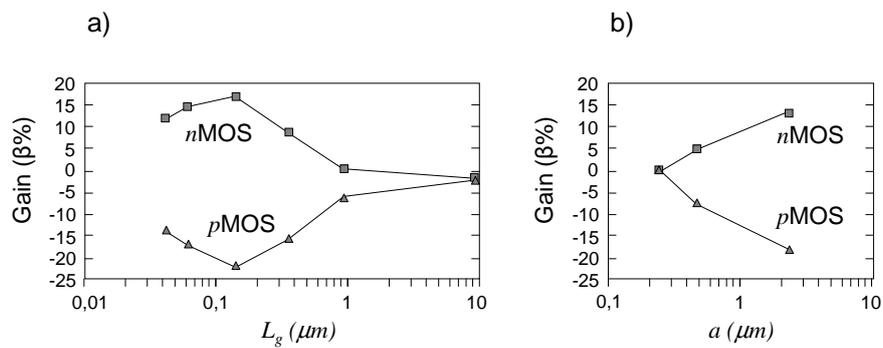


FIG. 4: Gain en $\beta = \frac{W C_{ox} \mu}{L_g}$ obtenu a) par des couches en tension (nMOS) et en compression (pMOS) et b) en réduisant la distance STI-grille a , d'après [16].

Les nouvelles générations de transistors (45 nm) pour des applications basses puissances à faible coût utiliseront largement ces techniques de génération contrôlée de contraintes[17]. Par conséquent, il faut être capable de mesurer localement et précisément les états de contraintes dans le silicium.

Techniques locales de caractérisation des contraintes — La spectroscopie Raman

Il existe différentes techniques susceptibles de mesurer *localement* les contraintes[18].

La figure 5 situe les principales techniques en fonction de leur sensibilité aux déformations et de leur résolution spatiale, dans le cadre d'une utilisation par l'industrie microélectronique.

La diffraction des rayons X (XRD)[19, 20] est une technique extensométrique (les déformations sont déduites de la mesure des paramètres de maille du cristal) très sensible[21, 22] ($\epsilon \sim 10^{-5}$). La résolution spatiale (généralement de l'ordre de quelques microns) n'est cependant pas adaptée aux dimensions des dispositifs microélectroniques actuels. Le couplage de cette technique avec des simulations par la méthode des éléments finis[23, 24, 25] ou avec des mesures de courbure[26] permet d'étudier très précisément le comportement mécanique des matériaux structurés. La diffraction X Haute Résolution et la diffraction X cohérente[27], s'appuyant sur les développements récents des sources synchrotron de troisième génération, permettent d'effectuer des mesures sur des cristaux de quelques centaines de nanomètres. Ces méthodes sont en cours de développement.

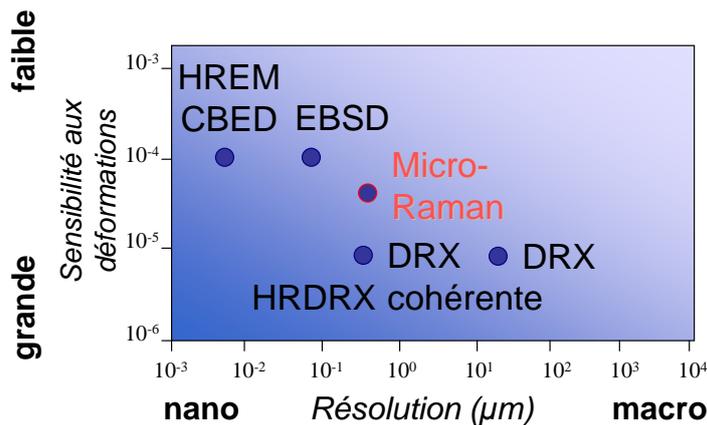


FIG. 5: Les principales techniques de caractérisation de contraintes locales. La signification des acronymes est présentée dans le glossaire.

La technique de diffraction d'électron en faisceau convergent (CBED), réalisée dans un Microscope Électronique en Transmission, bénéficie de la meilleure résolution spatiale (quelques nanomètres). Les mesures de contraintes par cette technique sont basées sur la position et l'élargissement des lignes de HOLZ[28, 29, 30]. Cette technique est cependant destructive et nécessite un important travail de modélisation dû aux relaxations de contrainte se produisant dans les échantillons amincis[31, 32].

La technique de diffraction d'électron rétrodiffusés (EBSD) utilise un Microscope Électronique à Balayage et permet d'observer des échantillons non amincis. La résolution spatiale est de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres¹. La sensibilité aux déformations est environ 10^{-4} [33]. La détermination des déformations est effectuée par l'analyse du cliché de diffraction (position des bandes de KIKUCHI. Cette technique nécessite un traitement d'image important (filtre de HOUGH, corrélations) et est en cours de développement[34, 35].

La spectroscopie Raman est une technique non destructive, très sensible aux déformations ($\epsilon \sim 10^{-5}$), qui possède une résolution spatiale sub micronique ($\sim 0,5 \mu\text{m}$). Les mesures de contraintes par spectroscopie Raman sont basées sur les variations des fréquences Raman des phonons optiques du silicium[36, 37]. L'utilisation de cette technique dans le cadre des mesures de contraintes dans des dispositifs microélectroniques[38, 39] est présentée et développée dans ce manuscrit.

D'autres techniques, telles que la nano-indentation ou la microdiffraction de KOSSEL[40], sont également proposées pour la détermination des contraintes résiduelles avec une résolution micronique.

En marge des techniques expérimentales, la modélisation par éléments finis permet de prédire le comportement mécanique des dispositifs. Bien que cette technique soit largement développée[41], des techniques complémentaires de caractérisation sont absolument nécessaires pour paramétrer les modèles.

Les méthodes de caractérisation de contraintes associent de plus en plus des simulations mécaniques par la méthode des éléments finis aux différentes techniques présentées ci-dessus.

¹Cette résolution dépend du matériau

Présentation du sujet de thèse et structure du manuscrit

Cette thèse a été effectuée dans le groupe Couches Minces et Spectroscopie des Surfaces et des Interfaces Électrochimiques (CMESSIE) du Laboratoire d'Électrochimie et de Physico-chimie des Matériaux et des Interfaces (LEPMI) en collaboration avec l'Alliance Crolles 2 (Freescale Semiconductor) au sein du groupe de caractérisation physique.

L'objectif de ces travaux de recherche était de développer une méthode de caractérisation des contraintes non destructive par spectroscopie Raman en vue d'une application dans le domaine industriel des semi-conducteurs. La problématique peut alors être formulée de la manière suivante : la résolution spatiale de la spectroscopie Raman doit être améliorée et les informations apportées par cette technique sur le tenseur de déformation doivent être complétées.

Dans ce cadre, nous avons essentiellement combiné les techniques de spectroscopie Raman UV et de simulations par la méthode des éléments finis. Nos efforts se sont également portés sur le développement de caractérisations originales, que ce soit par imagerie ou par tomographie.

Ce manuscrit est composé de quatre chapitres et présente la majorité des résultats obtenus durant ces trois années de recherche.

Dans le premier chapitre, nous présentons les propriétés du silicium ainsi que la théorie de l'élasticité linéaire dans le cadre desquelles s'inscrivent nos travaux. La diffusion Raman dans le cristal non déformé est ensuite traitée. Les effets des déformations sur la diffusion Raman sont finalement discutés.

Le second chapitre présente différentes techniques de spectroscopie Raman. Les notions de résolution sont illustrées à travers des caractérisations originales des structures DTI. Nous montrons également les conditions expérimentales spécifiques à nos travaux. Une méthodologie associant mesures Raman et simulations est établie.

Le troisième chapitre est consacré à la mesure de contrainte dans des dispositifs simples. Les différentes sources de contraintes dans ces dispositifs sont présentées. Les contraintes induites par des couches d'oxyde sur substrat silicium sont ensuite étudiées par spectroscopie Raman et mesures de courbure. La méthode inverse basée sur la comparaison des fréquences Raman expérimentales et calculées à partir de simulations mécaniques est finalement développée pour l'étude des contraintes induites par des structures STI.

Le quatrième et dernier chapitre étend le champ d'application de cette méthode. Des caractérisations tridimensionnelles complètes (tomographie) sont effectuées sur des structures DTI. Les alliages SiGe sont abordés et traités du point de vue de la diffusion Raman. Une structure simple et une structure originale utilisant ces alliages sont ensuite étudiées par spectroscopie Raman.

Chapitre 1

La spectroscopie Raman : principes et application à la mesure de contraintes dans le silicium

Sommaire

1.1	Dynamique vibrationnelle et diffusion Raman du silicium	10
1.1.1	Structure cristalline du silicium	10
1.1.2	Ondes vibrationnelles dans un cristal	11
1.1.3	La diffusion Raman	13
1.1.4	Modes propres de vibration et règles de sélection	16
1.1.5	Observation et intensité de diffusion	19
1.1.6	Résonance	21
1.2	Éléments de la théorie de l'élasticité linéaire	22
1.2.1	Les tenseurs de déformation et de contrainte	22
1.2.2	La loi de HOOKE généralisée	23
1.2.3	Représentation matricielle de VOIGT	24
1.2.4	Détermination des contraintes et des déformations	27
1.2.5	Thermo-élasticité et énergie élastique	29
1.3	Effets des déformations sur la diffusion Raman	29
1.3.1	Résolution de l'équation séculaire $ \Delta k - \lambda \mathbf{I} = 0$	29
1.3.2	Symétrie de déformation	31
1.3.3	Changement de repère	34
1.4	Conclusion	35

CE CHAPITRE est destiné à expliciter les divers principes et relations qui organisent le rapport des contraintes et de la spectroscopie Raman. À cet effet, une première partie est consacrée aux principes de base de la diffusion Raman. Les notions de déformations et de contraintes dans le cadre de la théorie de l'élasticité linéaire sont présentées dans la seconde partie. Enfin, les effets des déformations sur la diffusion Raman sont discutés dans une troisième partie.

1.1 Dynamique vibrationnelle et diffusion Raman du silicium

1.1.1 Structure cristalline du silicium

Les atomes de silicium sont liés entre eux par des liaisons covalentes ; chaque atome possède quatre liaisons et se trouve au centre d'un tétraèdre formé par ses quatre premiers voisins (structure diamant). La maille élémentaire de cette structure possède deux atomes à partir desquels¹ on peut reconstituer le cristal par un ensemble de translations. Le réseau cristallin correspondant à cette structure est cubique à faces centrées (cF), représenté dans la maille conventionnelle à la figure 1.1a.

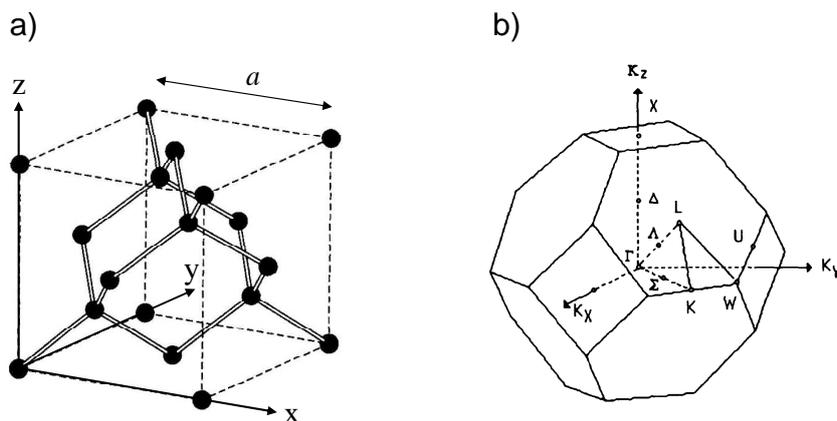


FIG. 1.1: a) Structure cristalline du silicium (réseau cF) et b) première zone de BRILLOUIN dans le réseau réciproque cI.

Le référentiel du cristal $\mathcal{R}(\mathbf{O}, \mathbf{x}, \mathbf{y}, \mathbf{z})$ dans lequel sont exprimées par convention les grandeurs physiques que nous utilisons est défini par les axes cristallins. Les vecteurs directeurs sont : $\mathbf{x} = [100]$, $\mathbf{y} = [010]$, $\mathbf{z} = [001]$.

Le paramètre de maille a_{Si} du cristal vaut : $a_{\text{Si}} = 5,431 \text{ \AA}$.

À partir du réseau cristallin, on définit le réseau réciproque, qui est le système de coordonnées [énergie - vecteur d'onde] dans lequel on représente les variations des fréquences de vibrations du réseau cristallin ou de l'énergie des états électroniques en

¹Par exemple les atomes situés en $(0, 0, 0)$ et $(\frac{1}{4}, \frac{1}{4}, \frac{1}{4})$ dans le repère du cristal.

fonction du vecteur d'onde \mathbf{q} caractérisant la propagation de l'onde considérée (de nature vibrationnelle ou électronique)[42].

Le réseau réciproque cI associé au réseau cF est cubique centré. Sa maille élémentaire, qui correspond à la première zone de BRILLOUIN est également représentée sur la figure 1.1b. Elle présente un centre de symétrie Γ à l'origine ($\mathbf{q} = 0$), et un certain nombre d'axes de symétrie ($\Delta = [100]$ et $\Lambda = [111]$).

1.1.2 Ondes vibrationnelles dans un cristal

Dans un cristal, le mouvement d'un atome soumis à l'agitation thermique est couplé à celui de ses voisins.

La situation la plus simple (2 atomes identiques couplés par un ressort) correspond au cas de l'oscillateur harmonique isolé. Dans ce cas, la force de rappel \mathbf{F} s'écrit :

$$\mathbf{F} = -k\mathbf{u} \quad (1.1)$$

où k est la constante de force (ou raideur du ressort), et \mathbf{u} correspond au déplacement x à partir d'une position initiale x_0 ($u = x - x_0$).

En résolvant l'équation du mouvement $m\ddot{u} = -ku$, on obtient une fréquence caractéristique :

$$\nu_v = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{m}} \quad (1.2)$$

où m est la masse atomique.

La symétrie par translation du cristal implique en réalité l'existence d'ondes vibrationnelles délocalisées sur l'ensemble du réseau.

Pour une chaîne linéaire diatomique par exemple, les déplacements de chaque atome (distants de $\frac{a}{2}$) par rapport à leur position d'équilibre sont, dans la maille n , u_n et u'_n . Les équations du mouvement s'écrivent :

$$m\ddot{u}_n = k(u'_n + u'_{n-1} - 2u_n) \quad (1.3)$$

$$m\ddot{u}'_n = k(u_n + u_{n-1} - 2u'_n) \quad (1.4)$$

En cherchant des solutions sous la forme :

$$u_n = Q_n \cos(qa - 2\pi\nu_v t) \quad (1.5)$$

$$u'_n = Q'_n \cos(qa - 2\pi\nu_v t) \quad (1.6)$$

où $q = |\mathbf{q}|$ est le vecteur d'onde de la vibration, on montre qu'il existe, avec des conditions aux limites cycliques (cristal infini), deux fréquences propres distinctes ν_{v+} et ν_{v-} pour chaque valeur de q :

$$\nu_{v\pm}^2(q) = \frac{1}{4\pi^2} \frac{k}{m^2} (2m \pm \sqrt{2m^2(1 + \cos qa)}) \quad (1.7)$$

Ces relations sont appelées relations de dispersion. Les courbes de dispersion correspondantes sont représentées à la figure 1.2.

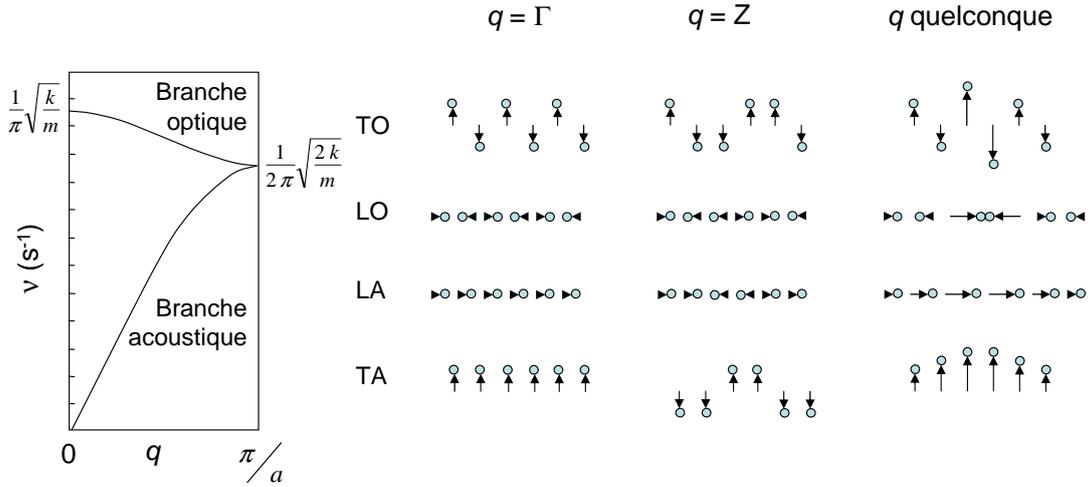


FIG. 1.2: Les courbes de dispersion dans le cas de la chaîne linéaire diatomique. Quelques modes de vibration (transverses TO, TA, et longitudinaux LO, LA) sont schématiquement représentés pour $q = 0$ (Γ), $q = \frac{\pi}{a}$ (\mathbf{Z}) et q quelconque.

Au centre de la zone de Brillouin ($q = 0$), la fréquence ν_{v-} s'annule, et la pente de la branche inférieure correspond à la vitesse de propagation du son v_{son} le long de la chaîne :

$$\nu_v = v_{son} |\mathbf{q}|$$

Il s'agit du mode acoustique. Les deux atomes de la maille vibrent en phase : on a un déplacement macroscopique du réseau (longueur d'onde infinie $\lambda = \frac{2\pi}{q}$).

La fréquence ν_+ prend la valeur :

$$\nu_{v+} = \frac{1}{\pi} \sqrt{\frac{k}{m}}$$

dont l'ordre de grandeur est celui des fréquences optiques infra-rouge, d'où la dénomination de mode optique. Les atomes vibrent en opposition de phase à l'intérieur de la maille.

Au bord de la zone de Brillouin ($q = \frac{\pi}{a}$), les deux fréquences sont confondues :

$$\nu_{v\pm} = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{2k}{m}}$$

Les modes de vibration correspondants sont schématiquement représentés sur une chaîne linéaire diatomique à la figure 1.2 aux points particuliers Γ et \mathbf{Z} de la zone de Brillouin. Un état de vibration intermédiaire de vecteur d'onde \mathbf{q} quelconque est également représenté.

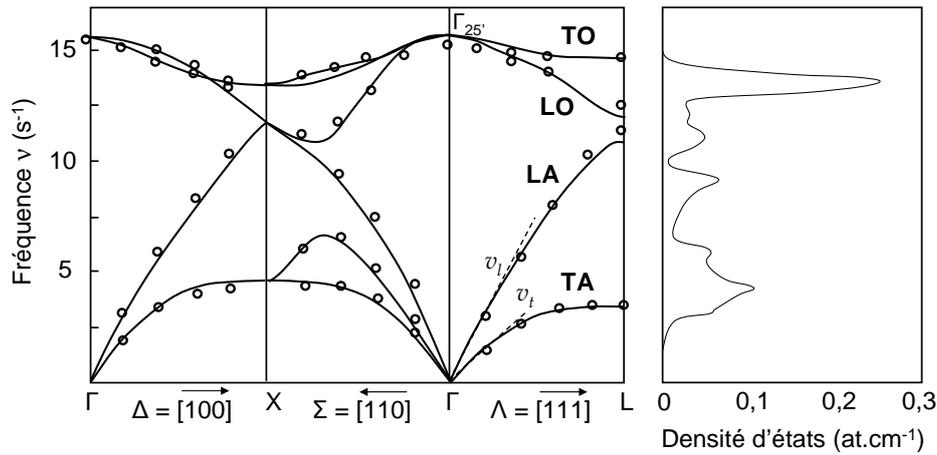


FIG. 1.3: Les courbes de dispersion de phonons du silicium et la densité d'état correspondante, d'après [45].

Dans le cas du cristal à 3 dimensions (2 atomes par maille élémentaire), les modes propres comprennent 3 branches acoustiques et 3 branches optiques, selon que les modes de vibration sont transverses (direction de propagation perpendiculaire au mouvement des atomes) ou longitudinaux (direction de propagation parallèle au déplacement des atomes). Pour des raisons de symétrie, certaines branches peuvent être confondues.

La figure 1.3 montre les courbes de dispersion du silicium ; chaque branche est caractérisée par TO (*Transverse Optic*) ou LO (*Longitudinal Optic*) et TA (*Transverse Acoustic*) ou LA (*Longitudinal Acoustic*).

Les modes de vibration sont étroitement liés aux propriétés élastiques du cristal[43] : la vitesse du son dépend des directions de propagation de l'onde acoustique Λ , Σ et Δ . Elle peut être exprimée à partir des constantes élastiques anisotropes C_{ij} du cristal[44] (voir section 1.2.4) :

$$v_{son} = \sqrt{\frac{C_{ij}}{g}}$$

où $g = \frac{4}{a^3} \approx 2,5 \cdot 10^{-2} \text{Å}^{-3}$ est la densité du cristal.

Dans un traitement quantique, l'énergie est quantifiée et les quanta de vibrations du réseau sont appelés phonons. Les phonons sont décrits par des ondes planes (ν, \mathbf{q}) et les notions précédentes restent valables.

1.1.3 La diffusion Raman

L'effet Raman, dont la prédiction théorique remonte à 1923[46], fut expérimentalement mis en évidence par le physicien indien Chandrasekhara Venkata RAMAN en 1928[47], lauréat du prix Nobel de physique en 1930 pour cette découverte.

Lorsqu'on éclaire un cristal par un faisceau de lumière monochromatique, la lumière peut être transmise, réfléchi, absorbée ou diffusée par le milieu.

Dans le dernier cas, la diffusion est majoritairement *élastique* (diffusion Rayleigh) et la lumière diffusée conserve la fréquence de la lumière incidente. Pour une infime partie du faisceau incident, la diffusion est *inélastique* et correspond à un échange d'énergie entre le rayonnement et la matière : c'est la diffusion Raman.

Le phénomène de diffusion est lié à la polarisabilité $\bar{\alpha}$ du cristal. Cette polarisabilité exprime la faculté du nuage électronique à se déformer. Le moment dipolaire électrique induit \mathbf{P} sous l'effet d'un champ électrique incident \mathbf{E} s'écrit :

$$\mathbf{P} = \bar{\alpha}\mathbf{E} \quad (1.8)$$

où $\mathbf{E} = \mathbf{E}_0 \cos(\mathbf{k}_i \cdot \mathbf{r} - 2\pi\nu t)$. $\bar{\alpha}$ est un tenseur¹ de rang 2, représenté par une matrice 3×3 symétrique :

$$\bar{\alpha} = \begin{pmatrix} \alpha_{xx} & \alpha_{xy} & \alpha_{xz} \\ \alpha_{yx} & \alpha_{yy} & \alpha_{yz} \\ \alpha_{zx} & \alpha_{zy} & \alpha_{zz} \end{pmatrix} \quad (1.9)$$

Les mouvements de vibration des atomes peuvent moduler la polarisabilité : pour une vibration de fréquence ν_v et de coordonnée normale $Q = Q_0 \cos(\mathbf{q} \cdot \mathbf{r} - 2\pi\nu_v t)$, cette modulation peut s'écrire au 1^{er} ordre :

$$\alpha_{ij} = (\alpha_{ij})_0 + \left(\frac{\partial \alpha_{ij}}{\partial Q} \right)_0 Q \quad (1.10)$$

En combinant les équations 1.8 et 1.10, nous pouvons expliciter le moment dipolaire électrique induit :

$$P = (\alpha_{ij})_0 E_0 \cos(\mathbf{k}_i \cdot \mathbf{r} - 2\pi\nu t) + \frac{1}{2} \left(\frac{\partial \alpha_{ij}}{\partial Q} \right)_0 Q_0 E_0 \left[\cos((\mathbf{k}_i + \mathbf{q}) \cdot \mathbf{r} - 2\pi(\nu + \nu_v)t) + \cos((\mathbf{k}_i - \mathbf{q}) \cdot \mathbf{r} - 2\pi(\nu - \nu_v)t) \right] \quad (1.11)$$

L'expression du champ électrique diffusé E_{diff} , proportionnel à P , comporte donc, outre un premier terme en $\cos(\mathbf{k}_i \cdot \mathbf{r} - 2\pi\nu t)$ qui correspond à la diffusion Rayleigh de fréquence ν , un second terme faisant intervenir deux fonctions sinusoïdales de fréquences différentes. Ce deuxième terme correspond à la diffusion Raman, inélastique,

¹Pour représenter certaines propriétés physiques (dans le cas des matériaux anisotropes en particulier), la notion de vecteur doit être généralisée : dans l'approximation de la réponse linéaire, la grandeur physique reliant 2 vecteurs est un tenseur de rang 2 (par exemple $\bar{\alpha}$, $\bar{\epsilon}$). De manière similaire, la grandeur physique reliant linéairement 2 tenseurs de rang 2 est un tenseur de rang 4 (par exemple $\bar{\bar{\bar{C}}}$). Un tenseur est caractérisé par son rang, c'est à dire son nombre d'indices, son ordre (de contravariance), c'est à dire le nombre de ses composantes contravariantes, et son type, c'est à dire la position des indices contravariants. Sa représentation dépend de la base suivant une loi de transformation caractéristique.

dont les fréquences $\nu + \nu_v$ et $\nu - \nu_v$ sont respectivement liées aux raies anti-Stokes et Stokes. Ce phénomène n'aura lieu que si la dérivée $\left(\frac{\partial \alpha_{ij}}{\partial Q}\right)_0$ est non nulle, c'est-à-dire uniquement pour les mouvements donnant lieu à une variation de la polarisabilité du cristal (règles de sélection).

Même si l'analyse rigoureuse des processus ne peut se faire que dans le cadre de la physique quantique, le traitement classique permet de retrouver les lois de conservation pour la diffusion Raman :

$$\mathbf{k}_d = \mathbf{k}_i \pm \mathbf{q} \quad \text{et} \quad \nu_d = \nu \pm \nu_v \quad (1.12)$$

(ν, \mathbf{k}_i) caractérisent le rayonnement incident, (ν_d, \mathbf{k}_d) le rayonnement diffusé et (ν_v, \mathbf{q}) la vibration du réseau. Le processus de diffusion implique $\nu \gg \nu_v$ et $\mathbf{k}_i \approx \mathbf{k}_d$: La spectroscopie Raman est une spectroscopie de centre de zone ($\mathbf{q} \approx 0$).

La figure 1.4 page suivante représente schématiquement les transitions qui produisent ces raies de part et d'autre de la raie Rayleigh, et forment le spectre Raman de l'échantillon. L'expérience historique de RAMAN et KRISHNAN, révélant sur une plaque photographique ces radiations, est reproduite en insert. On se limite généralement à la partie droite (Stokes) du spectre qui est la plus intense.

L'approche classique ne détaille pas le rôle majeur des électrons. Les fréquences des photons incidents étant bien supérieures à celles des phonons, la probabilité d'interaction directe photon-phonon est très faible ; cette interaction s'effectue alors par l'intermédiaire des électrons. Le processus de diffusion Raman comporte ainsi trois étapes :

- (i) une interaction photon incident-électron avec la création d'une paire électron-trou.
- (ii) une diffusion d'un membre de celle-ci par le phonon mis en jeu.
- (iii) une interaction électron-photon diffusé avec annihilation de la paire électron-trou.

L'état intermédiaire virtuel représenté à la figure 1.4 page suivante correspond à ces interactions.

Conventions et notations

En spectroscopie, les nombres d'onde sont utilisés par convention. Les relations unissant le nombre d'onde $\tilde{\nu}$, la fréquence temporelle ν et la pulsation ω sont :

$$\tilde{\nu}(\text{cm}^{-1}) = \frac{\nu(\text{s}^{-1})}{c(\text{cm.s}^{-1})} = \frac{\omega}{2\pi c} = \frac{1}{\lambda(\text{cm})} \quad (1.13)$$

La plupart des auteurs auxquels nous nous référons utilisent couramment ω pour désigner le nombre d'onde, et lui associent souvent le terme de « fréquence ». Pour respecter cette pratique, nous avons retenu dans ce manuscrit : ω pour le nombre d'onde. Le recours systématique à l'unité permet d'éviter toute confusion avec la pulsation.

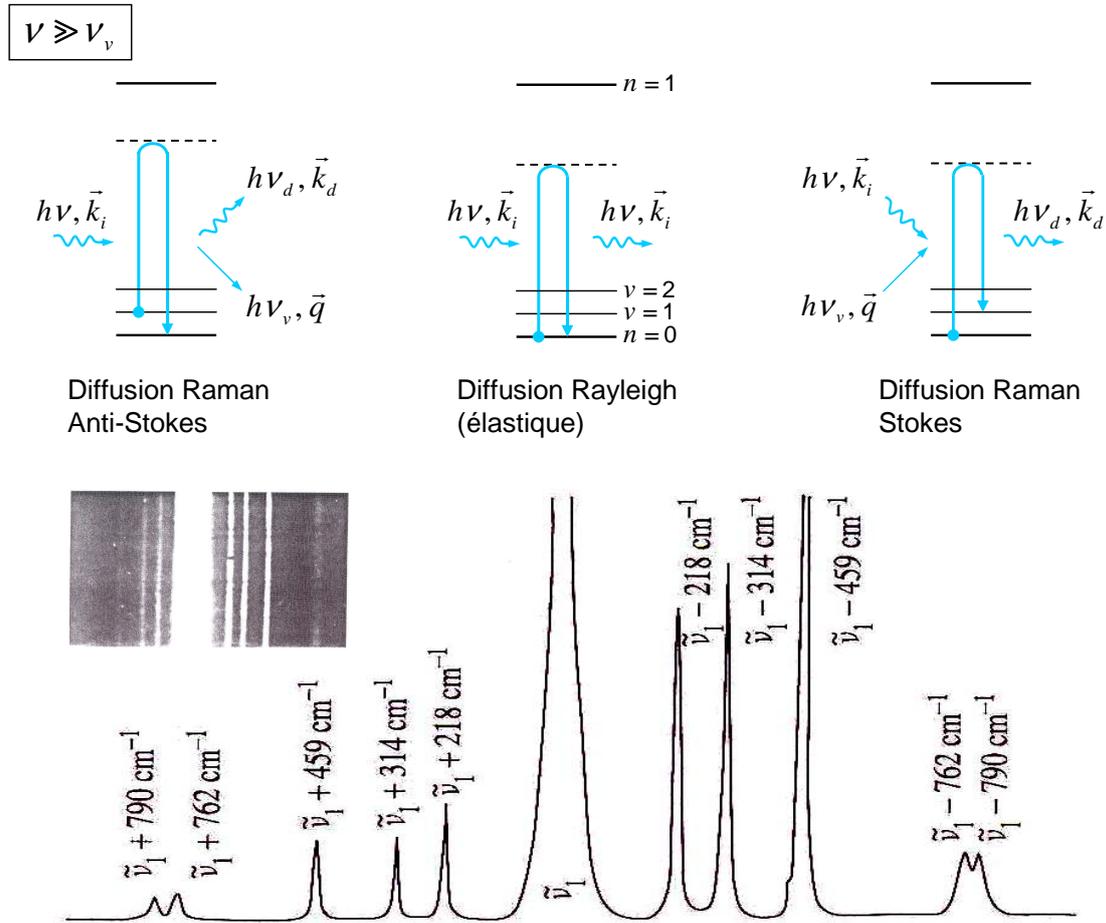


FIG. 1.4: Les principaux processus de diffusion Rayleigh, Raman Stokes et Anti-Stokes, illustrés schématiquement et expérimentalement par le spectre de PCl_4 . En insert la plaque photographique de C. V. RAMAN en 1928.

1.1.4 Modes propres de vibration et règles de sélection

L'analyse des vibrations du cristal peut être simplifiée si l'on tient compte de ses propriétés de symétrie. Pour le silicium, le groupe d'espace (respectivement le groupe ponctuel de symétrie) est : $\text{Fd}3\text{m}$ (\mathcal{O}_h)[48].

La théorie des groupes permet de prédire si un mode de vibration de coordonnée normale Q est actif en spectrométrie Raman. On peut montrer que n'importe quelle dérivée $\left(\frac{\partial f(Q)}{\partial Q}\right)_0$ est non nulle si et seulement si $f(Q)$ et Q appartiennent à la même représentation irréductible, c'est-à-dire se transforment de la même manière vis-à-vis de tous les éléments de symétrie du cristal.

\mathcal{O}_h	E	$8C_3$	$3C_2$	$6C_4$	$6C_2'$	i	$8S_6$	$3\sigma_h$	$6S_4$	$6\sigma_d$	Activités
A_{1g}	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	$\alpha_{xx} + \alpha_{yy} + \alpha_{zz}$
A_{2g}	1	1	1	-1	-1	1	1	1	-1	-1	
E_g	2	-1	2	0	0	2	-1	2	0	0	$(2\alpha_{zz} - \alpha_{xx} - \alpha_{yy},$ $(\alpha_{xx} - \alpha_{yy}))$
T_{1g}, F_{1g}	3	0	-1	1	-1	3	0	-1	1	-1	(R_x, R_y, R_z)
T_{2g}, F_{2g}	3	0	-1	-1	1	3	0	-1	-1	1	$(\alpha_{xy}, \alpha_{xz}, \alpha_{yz})$
A_{1u}	1	1	1	1	1	-1	-1	-1	-1	-1	
A_{2u}	1	1	1	-1	-1	-1	-1	-1	1	1	
E_u	2	-1	2	0	0	-2	1	-2	0	0	
T_{1u}, F_{1u}	3	0	-1	1	-1	-3	0	1	-1	1	(T_x, T_y, T_z)
T_{2u}, F_{2u}	3	0	-1	-1	1	-3	0	1	1	-1	

TAB. 1.1: Table de caractères du groupe \mathcal{O}_h .

La dernière colonne de la table de caractères du groupe \mathcal{O}_h (tableau 1.1) indique à quelle espèce de symétrie appartiennent les éléments α_{ij} ($i, j = x, y$ ou z) du tenseur de polarisabilité.

Seuls les modes symétriques, d'indice g (*gerade*), ont une activité Raman. Les modes acoustiques de symétrie T_{1u} par exemple correspondent à des translations d'ensemble et ne sont donc pas observables en Raman (fréquence nulle).

Les raies de diffusion Raman correspondent donc aux modes propres de vibration. Une raie peut être caractérisée par sa fréquence ω , sa largeur Γ et son intensité I .

Les dispositifs microélectroniques qui sont étudiés par spectroscopie Raman dans ce manuscrit sont essentiellement constitués de silicium monocristallin (substrat), de silicium polycristallin et de dioxyde de silicium.

Un spectre Raman typique du silicium pur, monocristallin, est montré à la figure 1.5. Après examen de la table de caractère, il apparaît que le seul mode de vibration actif du silicium est un mode optique triplement dégénéré, de symétrie T_{2g} . Les trois raies Raman correspondantes ont une fréquence propre d'environ $\omega_0 = 521 \text{ cm}^{-1}$ (relativement à la raie Rayleigh — excitatrice).

D'autres structures peu intenses, vers 300 et 950 cm^{-1} , correspondent au spectre du second ordre. Le processus de diffusion Raman au second ordre met en jeu 2 phonons : les lois de conservation deviennent $\mathbf{q}_1 + \mathbf{q}_2 \approx 0$, et n'impliquent plus de se trouver en centre de zone. Ce spectre peut donc être interprété comme un *reflet* de la courbe de densité d'état de phonons (cf figure 1.3). Ces raies ne présentent pas d'intérêt particulier dans le cadre de nos travaux.

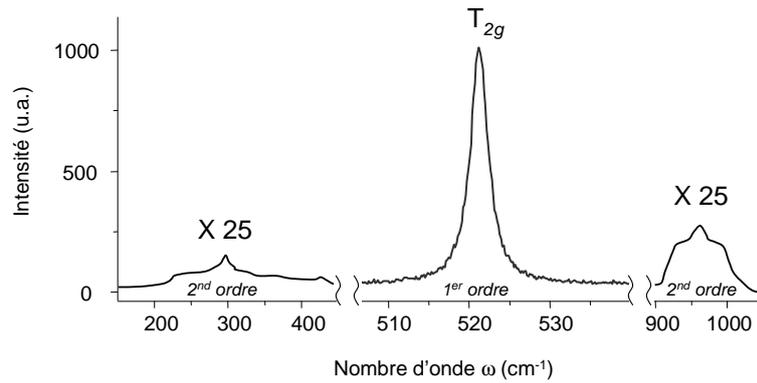


FIG. 1.5: *Spectre Raman du silicium monocristallin.*

La raie Raman du silicium polycristallin se différencie de celle du monocristal essentiellement par sa largeur accrue et sa dissymétrie. Les modes de vibration se propageant à l'infini dans le monocristal sont perturbés par les joints de grain dans un polycristal.

Une relaxation de la règle $\mathbf{q} \simeq 0$ est permise sur l'ensemble des domaines cohérents, selon le principe d'incertitude, et la diffusion est observée pour $\Delta\mathbf{q}$. La forme de cette raie dépend également du temps de vie des phonons optiques[49]. Ces effets de confinement de phonons, liés à la taille de grain d_g , dissymétrisent donc la raie du polycristal vers les basses fréquences. Une représentation schématique est donnée à la figure 1.6.

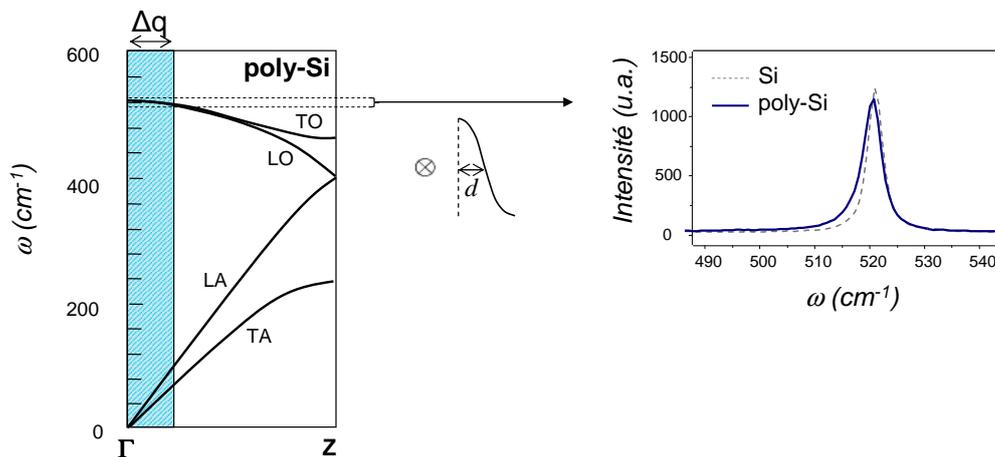


FIG. 1.6: *Spectre Raman du silicium polycristallin : élargissement vers les basses fréquences dû à la taille de grain d .*

D'autres effets liés à l'anharmonicité[50, 51], tels que la température T [52] ou les déformations ϵ , peuvent également élargir les raies de diffusion.

En ce qui concerne l'oxyde de silicium, amorphe, la multiplicité des oscillateurs « individualisés » et couplés mécaniquement tend à étaler en fréquence les modes de vibration (le spectre de la silice peut également être interprété comme étant un reflet de la courbe de densité d'état[53]) : une raie très large, peu définie, vers 450 cm^{-1} est observée. Il existe également d'autres raies vers 490, 610, 1000 cm^{-1} . Toutes ces raies sont très peu intenses, dans un rapport d'intensité $\frac{I_{\text{Si}}}{I_{\text{SiO}_2}} \simeq 200$ avec celle du silicium, et ne sont donc pas observées en pratique.

1.1.5 Observation et intensité de diffusion

La section efficace de diffusion $d = \frac{\partial \alpha_{ij}}{\partial Q}$ détermine en partie l'intensité de diffusion Raman (règles de sélection). La polarisabilité $\bar{\alpha}$ étant un tenseur, on peut calculer le tenseur correspondant, appelé tenseur Raman, à partir de considérations sur le groupe de symétrie[54]. Le mode de vibration T_{2g} du silicium met en jeu trois phonons de même énergie. Par conséquent, trois tenseurs Raman $\bar{\mathbf{R}}_k$ ($k = 1-3$) représentent la contribution *individuelle* de chacun de ces 3 phonons. Ces tenseurs s'écrivent, dans \mathcal{R} :

$$\bar{\mathbf{R}}_1 = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & d \\ 0 & d & 0 \end{pmatrix} \quad \bar{\mathbf{R}}_2 = \begin{pmatrix} 0 & 0 & d \\ 0 & 0 & 0 \\ d & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad \bar{\mathbf{R}}_3 = \begin{pmatrix} 0 & d & 0 \\ d & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad (1.14)$$

Les vecteurs polarisations qui leur sont associés sont respectivement : $\mathbf{v}_1 = [100]$, $\mathbf{v}_2 = [010]$ et $\mathbf{v}_3 = [001]$. Ces vecteurs représentent les directions de vibrations des atomes.

L'intensité de la radiation diffusée peut être calculée à partir de la puissance moyenne rayonnée par le dipôle oscillant induit. Les intensités relatives I_k de chaque raie obéissent à la relation :

$$I_k = C | \mathbf{e}_d^T \bar{\mathbf{R}}_k \mathbf{e}_i |^2 I_0, \quad k = 1-3 \quad (1.15)$$

où C est une constante, \mathbf{e}_i et \mathbf{e}_d sont respectivement les polarisations des champs incident et diffusé.

Il ressort de cette relation que l'activité d'un mode k donné dépend également des polarisations incidentes et diffusées. Il est par conséquent possible de sélectionner une ou plusieurs raies en particulier, en utilisant certaines configurations de polarisations.

Porto[55] a introduit des notations synthétiques pour décrire les configurations d'observation et de polarisations. Ces notations sont de la forme :

$$\mathbf{k}_i(\mathbf{e}_i, \mathbf{e}_d)\mathbf{k}_d$$

La relation 1.15 est exacte dans le cas de rétrodiffusion idéale ($\mathbf{k}_i = -\mathbf{k}_d$).

En réalité, si $\mathbf{k}_i \neq \mathbf{k}_d$ (c'est le cas lorsque l'on utilise des objectifs pour focaliser la lumière par exemple), la réfraction par le milieu doit être prise en compte. Cette relation doit donc être modifiée selon :

$$I_k = C | \mathbf{e}_d^T \mathbf{S}' \bar{\mathbf{R}}_k \mathbf{T} \mathbf{S} \mathbf{e}_i |^2 I_0, \quad k = 1-3 \quad (1.16)$$

où \mathbf{S}' et \mathbf{S} sont des matrices représentant respectivement le passage de la lumière diffusée et incidente à travers l'interface Si/air et air/Si. \mathbf{T} représente la réfraction de la lumière à travers cette interface (matrice de passage d'un système de coordonnées propres à la lumière incidente au référentiel du cristal). Ces matrices sont explicitées à la référence [56].

En pratique, le fort indice de réfraction $n(\lambda)$ du silicium (compris entre 3,9 ($\lambda = 647$ nm) et 6,9 ($\lambda = 363$ nm)[57]) impose que la rétrodiffusion soit quasi-idéale au sein du matériau[58]. La situation est représentée à la figure 1.7.

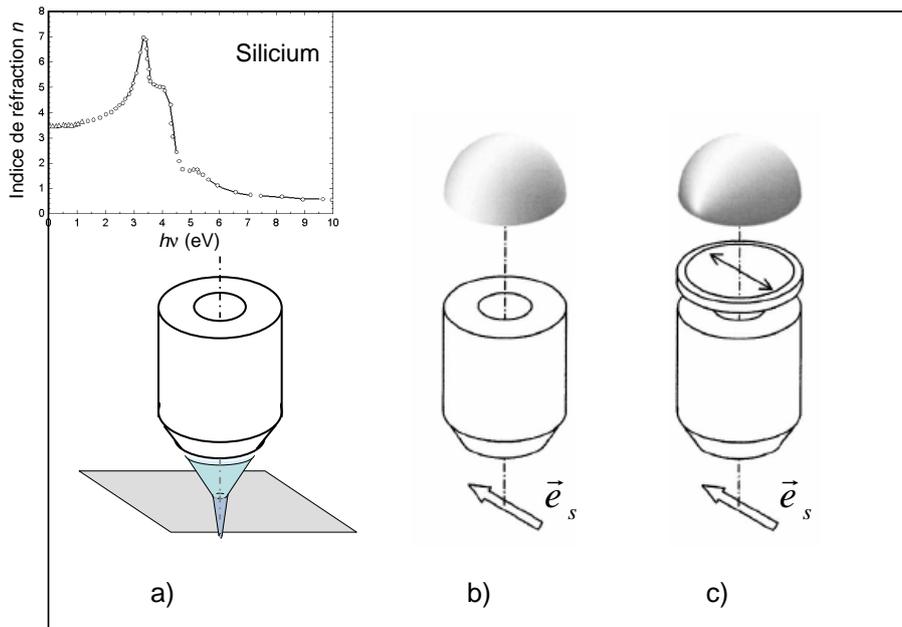


FIG. 1.7: a) Réfraction de la lumière focalisée sur un substrat silicium (la courbe $n(\lambda)$ est en insert) et distributions d'intensité collectées à travers un objectif, d'après [59] : b) sans et c) avec analyseur. Les maxima d'intensité correspondent aux zones claires.

Il reste que les différentes polarisations de la lumière diffusée doivent être intégrées sur l'angle solide de collection. Les rayons marginaux sont néanmoins minoritaires[59]. Une estimation des « fuites de polarisation » correspondantes est effectuée au chapitre 2. La figure 1.7 illustre la distribution d'intensité collectée par un objectif, avec et sans

analyseur. On remarque que la bande d'intensité maximale et d'égale largeur calculée dans le cas a) se rétrécit aux angles extrêmes en utilisant un analyseur : les fuites de polarisation sont alors très réduites.

Le tableau 1.2 regroupe les intensités relatives de chaque mode en fonction de différentes configurations de polarisations en rétrodiffusion utilisées dans la suite.

Configurations de polarisations	I_1	I_2	I_3
$\mathbf{z}(\mathbf{x} \mathbf{y})\bar{\mathbf{z}}$	0	0	d^2
$\mathbf{z}(\mathbf{x} \mathbf{x})\bar{\mathbf{z}}$	0	0	0
$\mathbf{z}(\mathbf{x}' \mathbf{y}')\bar{\mathbf{z}}$	0	0	0
$\mathbf{z}(\mathbf{x}' \mathbf{x}')\bar{\mathbf{z}}$	0	0	d^2
$\mathbf{y}'(\mathbf{z} \mathbf{x}')\bar{\mathbf{y}}'$	$\frac{1}{2}d^2$	$\frac{1}{2}d^2$	0
$\mathbf{y}'(\mathbf{x}' \mathbf{x}')\bar{\mathbf{y}}'$	0	0	d^2
$\mathbf{y}'(\mathbf{z} \mathbf{z})\bar{\mathbf{y}}'$	0	0	0

TAB. 1.2: Intensité relatives I_k déterminées à partir des règles de sélection pour certaines configurations de polarisations (notations de Porto); $\mathbf{x}' = \frac{1}{\sqrt{2}}[110]$, $\mathbf{y}' = \frac{1}{\sqrt{2}}[\bar{1}10]$, $\mathbf{z}' = [001]$.

Pour des surfaces (001), ce qui est le cas des substrats en microélectronique, le seul mode de vibration observable est le phonon longitudinal $k = 3$. Pour des surfaces (110), les phonons $k = 1, 2$ sont observables simultanément : on ne peut pas séparer leurs contributions en contrôlant les polarisations. Ces aspects sont de première importance, et seront développés dans le cadre des mesures de contraintes.

1.1.6 Résonance

La diffusion Raman de résonance est un cas particulier de l'effet Raman qui intervient lorsque la longueur d'onde de la radiation excitatrice est voisine de celle d'une transition électronique du cristal.

Dans ce cas, l'état intermédiaire virtuel dans le processus Raman peut être assimilé à l'état réel excité pré-résonnant ou résonnant (figure 1.8). La probabilité d'observer les transitions du processus Raman et, par conséquent, l'intensité de diffusion augmentent fortement[60].

Le gap direct du silicium se situe à une énergie de 3,5 eV ($\lambda = 354$ nm); un phénomène de (pré) résonance est donc susceptible de se produire pour des longueurs

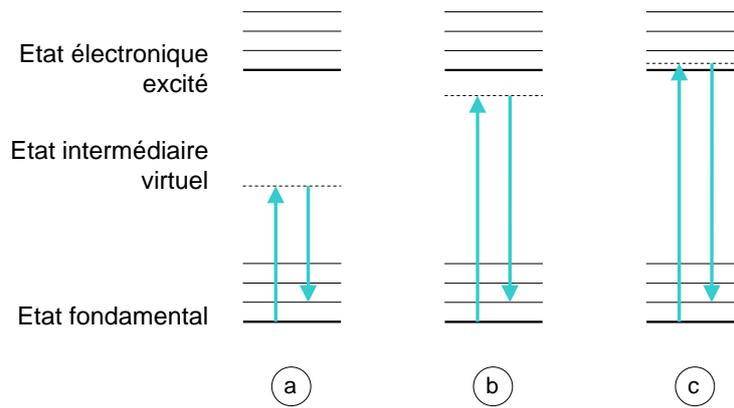


FIG. 1.8: a) *Raman conventionnel*; b) *Raman de pré-résonance*; c) *Raman de résonance*.

d'onde excitatrices proches de 350 nm. Il est démontré par la suite comment l'on peut tirer profit de l'utilisation d'une raie UV de l'Argon (363,8 nm)[61, 62].

Effets Raman non linéaires

Dans le cadre de nos travaux, nous ne traitons que l'effet Raman spontané, au premier ordre, qui est un phénomène linéaire. À cet effet Raman classique, largement le plus étudié, s'ajoutent des effets non linéaires. En effet, lorsque le champ électrique \mathbf{E} atteint des valeurs très élevées (c'est le cas des lasers pulsés), le dipôle induit peut être exprimé sous forme d'un développement en puissance : $\mathbf{P} = \bar{\alpha}\mathbf{E} + \bar{\beta}\mathbf{E}\mathbf{E} \dots$

Ces effets non linéaires sont à l'origine de techniques telles que l'effet hyper Raman, l'effet Raman stimulé, l'effet Raman inverse ou la diffusion Raman anti-Stokes cohérente. Le lecteur est invité à consulter les ouvrages [63, 64] pour plus de détails.

1.2 Éléments de la théorie de l'élasticité linéaire

Avant de traiter les effets des déformations sur la diffusion Raman dans le silicium, il est nécessaire de préciser le cadre théorique de l'élasticité linéaire.

1.2.1 Les tenseurs de déformation et de contrainte

Une déformation locale et uniforme d'un milieu continu homogène se décrit par le tenseur de déformation $\bar{\epsilon}$; dans le cadre de l'approximation linéaire des petites déformations, la variation relative de longueur entre deux points voisins du solide, de vecteurs déplacements \mathbf{u} et $\mathbf{u} + d\mathbf{u}$, caractérise la déformation :

$$\epsilon_{ij} = \epsilon_{ji} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_j}{\partial x_i} + \frac{\partial u_i}{\partial x_j} \right) \quad \text{ou, en notations vectorielles : } \bar{\epsilon} = \frac{1}{2} (\nabla^t \mathbf{u} + \nabla \mathbf{u}) \quad (1.17)$$

Dans un espace à 3 dimensions, $\bar{\bar{\epsilon}}$ est un tenseur symétrique de rang 2 et d'ordre 3 possédant $3^2 = 9$ composantes. Il peut être représenté par une matrice 3×3 dans une base $(\mathbf{x}_1, \mathbf{x}_2, \mathbf{x}_3)$:

$$\bar{\bar{\epsilon}} = \begin{pmatrix} \epsilon_{11} & \epsilon_{12} & \epsilon_{13} \\ \epsilon_{21} & \epsilon_{22} & \epsilon_{23} \\ \epsilon_{31} & \epsilon_{32} & \epsilon_{33} \end{pmatrix} \quad (1.18)$$

Les termes diagonaux du tenseur des déformations représentent les variations des longueurs des vecteurs d'une base *locale* et les termes non diagonaux représentent les variations des angles entre les vecteurs de cette base locale.

On peut décomposer le tenseur des déformations en une partie sphérique $\epsilon_m \bar{\bar{\delta}}$ (variation de volume isotrope) et une partie déviateur $\bar{\bar{\mathbf{d}}}$ (déformation pure à volume constant) :

$$\epsilon_{ij} = \epsilon_m \delta_{ij} + d_{ij} \quad (1.19)$$

avec $\epsilon_m = \frac{1}{3} \text{Tr}(\bar{\bar{\epsilon}})$ et δ_{ij} le delta de KRONECKER. La convention d'EINSTEIN (somme implicite sur les indices répétés) est utilisée.

Le tenseur des contraintes représente les forces internes exercées par un élément de matière infinitésimal sur l'élément de matière voisin. Ce tenseur, noté $\bar{\bar{\sigma}}$, est également de rang 2 et d'ordre 3 (9 composantes homogènes à une force de contact par unité de surface (Pa)). Les relations d'équilibre au sein d'un matériau impliquent l'égalité suivante : $\sigma_{ij} = \sigma_{ji}$.

Les tenseurs de déformations et de contraintes sont donc symétriques, ce qui réduit à 6 le nombre de leurs composantes indépendantes.

1.2.2 La loi de HOOKE généralisée

Afin de caractériser et de prévoir le comportement mécanique d'un matériau, il faut expliciter la relation qui existe entre les déformations et les contraintes dans ce matériau. Pour de petites déformations, il existe une relation linéaire (loi de HOOKE) entre les contraintes et les déformations :

$$\begin{aligned} \sigma_{ij} = C_{ijkl} \epsilon_{kl} & \Leftrightarrow \epsilon_{ij} = S_{ijkl} \sigma_{kl} \\ \text{ou } \bar{\bar{\sigma}} = \bar{\bar{\mathbf{C}}} : \bar{\bar{\epsilon}} & \Leftrightarrow \bar{\bar{\epsilon}} = \bar{\bar{\mathbf{S}}} : \bar{\bar{\sigma}} \end{aligned} \quad (1.20)$$

Cette expression introduit deux tenseurs supplémentaires : $\bar{\bar{\mathbf{C}}}$ et $\bar{\bar{\mathbf{S}}} = \bar{\bar{\mathbf{C}}}^{-1}$. Ces tenseurs sont de rang 4 et possèdent $3^4 = 81$ composantes. Les constantes S_{ijkl} sont parfois dénommées *souplesses* et les constantes C_{ijkl} *rigidités* ou *constantes élastiques anisotropes*. Les relations générales entre ces constantes sont :

$$C_{ijkl} S_{klmn} = \frac{1}{2} (\delta_{im} \delta_{jn} + \delta_{in} \delta_{jm}) \quad (1.21)$$

Par suite des relations de symétrie $S_{ijkl} = S_{jikl} = S_{ijlk} = S_{jilk}$ et $C_{ijkl} = C_{jikl} = C_{ijlk} = C_{jilk}$, ces tenseurs ne possèdent plus que 21 composantes indépendantes.

1.2.3 Représentation matricielle de VOIGT

Les notations en indices supprimés, avec la règle de correspondance entre les indices (ij) et (kl) , sont utilisées dans la suite¹ :

$$\begin{aligned} 11 &\rightarrow 1 & 12 &\rightarrow 4 & 13 &\rightarrow 6 \\ 21 &\rightarrow 4 & 22 &\rightarrow 2 & 23 &\rightarrow 5 \\ 31 &\rightarrow 6 & 32 &\rightarrow 5 & 33 &\rightarrow 3 \end{aligned} \quad (1.22)$$

Pour faciliter la représentation de ces tenseurs, en particulier ceux de rang 4, VOIGT a proposé de transformer les tenseurs de rang 2 en vecteurs² colonne à six composantes et les tenseurs de rang 4 en matrices carrées 6×6 .

Les six composantes de déformation et les six composantes de contrainte sont respectivement représentées par les vecteurs :

$$\begin{aligned} \epsilon_1 &= \epsilon_{11} & \sigma_1 &= \sigma_{11} \\ \epsilon_2 &= \epsilon_{22} & \sigma_2 &= \sigma_{22} \\ \epsilon_3 &= \epsilon_{33} & \sigma_3 &= \sigma_{33} \\ \gamma_4 &= \epsilon_{12} + \epsilon_{21} & \sigma_4 &= (\sigma_{12} + \sigma_{21})/2 \\ \gamma_5 &= \epsilon_{23} + \epsilon_{32} & \sigma_5 &= (\sigma_{23} + \sigma_{32})/2 \\ \gamma_6 &= \epsilon_{13} + \epsilon_{31} & \sigma_6 &= (\sigma_{13} + \sigma_{31})/2 \end{aligned} \quad (1.23)$$

Le nombre de composantes indépendantes pour les tenseurs de rang 4 peut être encore réduit par des considérations de symétries cristallines. Ce travail a été fait à partir des groupes ponctuels de symétrie des cristaux par NYE[65] : il en résulte que seules 3 composantes sont indépendantes pour ces tenseurs dans le cas des cristaux cubiques :

$$\overset{\equiv}{\mathbf{C}} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} \end{pmatrix} \overset{\equiv}{\mathbf{S}} = \begin{pmatrix} S_{11} & S_{12} & S_{12} & 0 & 0 & 0 \\ S_{12} & S_{11} & S_{12} & 0 & 0 & 0 \\ S_{12} & S_{12} & S_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & S_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & S_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & S_{44} \end{pmatrix} \quad (1.24)$$

$$\begin{aligned} C_{11} &= \frac{S_{11} + S_{12}}{(S_{11} - S_{12})(S_{11} + 2S_{12})} & S_{11} &= \frac{C_{11} + C_{12}}{(C_{11} - C_{12})(C_{11} + 2C_{12})} \\ \text{avec } C_{12} &= \frac{-S_{12}}{(S_{11} - S_{12})(S_{11} + 2S_{12})} & \text{et/ou } S_{12} &= \frac{-C_{12}}{(C_{11} - C_{12})(C_{11} + 2C_{12})} \\ C_{44} &= \frac{1}{S_{44}} & S_{44} &= \frac{1}{C_{44}} \end{aligned}$$

¹Cette règle de correspondance est celle adoptée par le code de calcul ANSYS que nous utilisons ; notons qu'en général, cette règle s'écrit plutôt sous la forme : $23 \rightarrow 4$, $13 \rightarrow 5$, $12 \rightarrow 6$.

²Les définitions de ces vecteurs font intervenir des sommes et des demi-sommes fréquemment sources de confusions et d'erreurs.

Constantes élastiques ^a	Silicium monocristallin	Silicium polycristallin
S_{11} (MPa ⁻¹)	$7,68 \cdot 10^{-6}$	$6,20 \cdot 10^{-6}$
S_{12} (MPa ⁻¹)	$-2,14 \cdot 10^{-6}$	$-1,39 \cdot 10^{-6}$
S_{44} (MPa ⁻¹)	$12,7 \cdot 10^{-6}$	$15,17 \cdot 10^{-6}$
C_{11} (GPa)	165	185,5
C_{12} (GPa)	63	52,8
C_{44} (GPa)	79,1	66,4

^aIl est courant que le système d'unités choisi dans les références citées soit le système CGS ; la relation d'équivalence entre les unités de pression SI et CGS est : $1 \text{ MPa} = 10^7 \text{ dynes.cm}^{-2}$

TAB. 1.3: *Constantes élastiques du silicium : souplesses et rigidités.*

Le tableau 1.3 donne les valeurs des souplesses et des rigidités déterminées pour le silicium monocristallin[37] et polycristallin[66] (à partir de moyennes d'espaces selon la procédure VOIGT-REUSS-HILL, annexe A).

Cas des matériaux isotropes

Pour un matériau isotrope, le tenseur élastique n'a que deux composantes indépendantes ; la condition d'isotropie s'écrit :

$$C_{44} = \frac{1}{2}(C_{11} - C_{12}) \quad (1.25)$$

Il est usuel de caractériser un matériau isotrope par son module d'Young E et son coefficient de Poisson ν , ou par ses coefficients de Lamé λ et μ . On peut mesurer facilement E et ν par l'essai de traction (ν est le rapport de la contraction transverse sur l'élongation d'un barreau uniforme soumis à une traction ; E étant quant à lui défini par le rapport de la contrainte élastique sur la déformation élastique).

La loi de HOOKE peut se réécrire sous les formes :

$$\sigma_{ij} = \lambda \text{Tr}(\bar{\epsilon})\delta_{ij} + 2\mu\epsilon_{ij} \quad (\text{équations de LAMÉ}) \quad (1.26)$$

$$\epsilon_{ij} = \frac{-\nu}{E} \text{Tr}(\bar{\sigma})\delta_{ij} + \frac{1+\nu}{E}\sigma_{ij} \quad (\text{relations de YOUNG}) \quad (1.27)$$

Ces descriptions sont totalement équivalentes et il existe des relations entre (λ, μ) et (E, ν) :

$$\lambda = \frac{\nu E}{(1 + \nu)(1 - 2\nu)} \quad (1.28a)$$

$$\mu = \frac{E}{2(1 + \nu)} \quad (1.28b)$$

μ est également appelé module de cisaillement ou module de rigidité.

On peut exprimer E et ν (ou λ et μ) en fonction des S_{ij} ou des C_{ij} ¹ :

$$\lambda = C_{12} \quad (1.29a)$$

$$\mu = C_{44} \quad (1.29b)$$

$$E = \frac{1}{S_{11}} \quad (1.29c)$$

$$\nu = -\frac{S_{12}}{S_{11}} \quad (1.29d)$$

La procédure VRH utilisée pour le calcul des constantes élastiques du silicium polycristallin satisfait à la condition d'isotropie 1.25 : par conséquent, les propriétés élastiques du silicium polycristallin peuvent également être décrites par le module d'Young et le coefficient de Poisson. Pour le dioxyde de silicium amorphe, les valeurs de E et ν dépendent en partie de l'élaboration de ce matériau (oxydation, dépôt CVD, densification. . .). Les valeurs courantes de ces constantes sont données au tableau 1.4.

¹les relations écrites pour E et ν en fonction des S_{ij} sont valables dans une base orthonormée *quelconque* ; les relations écrites pour E et ν en fonction des C_{ij} sont valables dans une base orthonormée d'axes parallèles aux axes cristallins (traction selon ces axes). On peut également établir une formule générale pour calculer E et ν *anisotropes* dans toutes les directions cristallographiques[44, p. 54]

Constantes élastiques	Silicium polycristallin	Dioxyde de silicium amorphe
E (GPa)	161	80
ν	0,22	0,17

TAB. 1.4: *Constantes élastiques du dioxyde de silicium amorphe : module d'Young et coefficient de Poisson.*

1.2.4 Détermination des contraintes et des déformations

Équation de NAVIER

L'équilibre local de chaque volume élémentaire à l'intérieur du matériau s'écrit (équation de CAUCHY) :

$$\frac{\partial \sigma_{ij}}{\partial x_j} + f_i = 0 \quad \text{ou} \quad \nabla \cdot \bar{\bar{\sigma}} + \mathbf{f} = 0 \quad (1.30)$$

où f_i sont les composantes de la force volumique selon x_i . En introduisant la loi de HOOKE dans cette expression, nous obtenons l'équation de NAVIER suivante :

$$\frac{\partial^2 C_{ijkl} u_k}{\partial x_j \partial x_l} + f_i = 0 \quad \text{ou} \quad \nabla \cdot (\bar{\bar{\mathbf{C}}} : \nabla \mathbf{u}) + \mathbf{f} = 0 \quad (1.31)$$

Équation du mouvement — vitesses des ondes acoustiques dans le cristal

Nous pouvons écrire l'équation du mouvement (explicitée de manière vectorielle) :

$$\ddot{\mathbf{u}} = v_l^2 \nabla \cdot (\nabla \mathbf{u}) - v_t^2 \nabla \times (\nabla \times \mathbf{u}) \quad (1.32)$$

où v_l et v_t sont les vitesses longitudinales et transverses du son dans le cristal (cf courbes de dispersion des phonons acoustiques, figure 1.3 page 13).

Le tableau 1.5 page suivante indique les vitesses des ondes acoustiques selon les 3 directions principales.

Résolution de l'équation de NAVIER

La résolution des équations aux dérivées partielles 1.31 se fait à partir des conditions aux limites aux déplacements imposés sur la surface externe $\partial\Omega$ du cristal (domaine Ω). Pour cela, on divise $\partial\Omega$ en deux parties :

- Une partie $\partial\Omega_{\mathbf{u}}$ sur laquelle on connaît les déplacements \mathbf{u} .
- Une partie $\partial\Omega_{\mathbf{t}}$ sur laquelle on connaît le vecteur contrainte \mathbf{t} .

avec $\partial\Omega = \partial\Omega_{\mathbf{u}} \cup \partial\Omega_{\mathbf{t}}$.

Le problème à résoudre peut alors être formulé de la façon suivante :

$$\begin{aligned} \nabla \cdot (\bar{\bar{\mathbf{C}}} : \nabla \mathbf{u}) + \mathbf{f} &= 0 & \text{pour } \mathbf{x} \in \Omega \\ \mathbf{u} &= \mathbf{u}_0 & \text{pour } \mathbf{x} \in \partial\Omega_{\mathbf{u}} \quad (\text{conditions de DIRICHLET}) \\ \mathbf{t} = (\bar{\bar{\mathbf{C}}} : \nabla \mathbf{u}) \cdot \mathbf{n} &= \mathbf{t}_0 & \text{pour } \mathbf{x} \in \partial\Omega_{\mathbf{t}} \quad (\text{conditions de NEUMANN}) \end{aligned} \quad (1.33)$$

où \mathbf{u}_0 et \mathbf{t}_0 sont respectivement des vecteurs déplacement et contrainte connus.

Il existe plusieurs façons de résoudre ce problème : nous utiliserons la méthode des éléments finis (Chapitre 2. Méthodologie).

Direction de propagation	Vitesse	Phonons acoustiques
[100]	$\sqrt{\frac{C_{11}}{g}}$	LA
	$\sqrt{\frac{C_{44}}{g}}$	TA1, TA2
[110]	$\sqrt{\frac{C_{11} + C_{12} + 2C_{44}}{2g}}$	LA
	$\sqrt{\frac{C_{11} - C_{12}}{2g}}$	TA1
	$\sqrt{\frac{C_{44}}{g}}$	TA2
[100]	$\sqrt{\frac{C_{11} + 2C_{12} + 4C_{44}}{3g}}$	LA
	$\sqrt{\frac{C_{11} - C_{12} - C_{44}}{3g}}$	TA1, TA2

TAB. 1.5: Vitesses du son dans le silicium selon les 3 directions principales. g est la densité cristalline.

Conditions aux limites particulières : déformation plane et contrainte plane

La déformation plane correspond à une déformation ayant lieu dans un plan : le champ de déplacements \mathbf{u} est nul en dehors du plan. Dans ce cas, le tenseur de déformation s'écrit (pour un plan Oxy du repère \mathcal{R}) :

$$\bar{\bar{\epsilon}} = \begin{pmatrix} \epsilon_{xx} & \epsilon_{xy} & 0 \\ \epsilon_{yx} & \epsilon_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad (1.34)$$

L'hypothèse de déformation plane est généralement vérifiée pour des structures ayant une grande dimension normale au plan. Nous utiliserons cette hypothèse au chapitre 3, pour l'étude de lignes actives délimitées par des STI.

De manière similaire, la contrainte plane correspond à une contrainte dans le plan¹.

¹Le tenseur de contrainte est de la même forme que 1.34.

Contrairement à l'hypothèse de déformation plane, l'hypothèse de contrainte plane se vérifie pour des structures minces (petite dimension normale au plan).

1.2.5 Thermo-élasticité et énergie élastique

Les déformations qui sont étudiées dans les chapitres suivants sont essentiellement dues à des variations thermiques.

Les structures microélectroniques sont en effet élaborées à partir d'étapes de dépôts en température de différents matériaux. Les coefficients d'expansion thermique de ces matériaux étant en général différents, des contraintes résiduelles sont présentes dans la structure. Ces contraintes peuvent être calculées à partir des déformations :

$$d\epsilon_{ij} = S_{ijkl}\sigma_{kl} + \alpha_{ij}dT \quad (1.35)$$

où $\bar{\alpha}$ est le tenseur de dilatation thermique à la température T .

La variation des constantes élastiques C_{ijkl} avec la température (équation de VARSHNI) est faible[67, 68] et ne sera pas prise en compte dans la suite.

La variation de densité d'énergie élastique du matériau s'écrit :

$$du_e = \frac{\partial u}{\partial \epsilon_{ij}} d\epsilon_{ij} = \sigma_{ij}d\epsilon_{ij} = C_{ijkl}\epsilon_{kl}d\epsilon_{ij} \quad (1.36)$$

soit :

$$u_e = \frac{1}{2}C_{ijkl}\epsilon_{kl}\epsilon_{ij} \quad (1.37)$$

La densité d'énergie élastique est une quantité positive qui ne s'annule qu'en l'absence de déformations. Un exemple de considérations énergétiques concernant la relaxation élastique d'une couche sous contrainte biaxiale est proposé au chapitre 4.

1.3 Effets des déformations sur la diffusion Raman

Les déformations que subit un cristal influent sur la diffusion Raman de celui-ci. Les développements théoriques[36, 37, 69, 70] traitant de la diffusion Raman dans un cristal cubique déformé datent du début des années 70.

1.3.1 Résolution de l'équation séculaire $|\Delta k - \lambda \mathbf{I}| = 0$

Valeurs propres et vecteurs propres

En appliquant une déformation au cristal, l'équation de la dynamique s'écrit :

$$\mu \ddot{u}_i = -K_{ii}u_i - \sum_{jkl} K_{ijkl} \epsilon_{kl}u_j \quad (1.38)$$

où μ est la masse réduite, u_i est le $i^{\text{ème}}$ déplacement relatif de deux atomes de la maille élémentaire ; $K = \mu\omega_0^2$ est la constante de force effective en l'absence de déformation ; $K_{ijkl} = \frac{\partial K_{ij}}{\partial \epsilon_{kl}}$ est la variation de la constante de force sous la déformation ϵ_{kl} .

Dans le cas des cristaux cubiques, le tenseur $\overset{\equiv}{\mathbf{K}}$ symétrique de rang 4 (ordre 6) possède seulement trois composantes indépendantes. Les coefficients phénoménologiques p , q et r sont généralement introduits pour décrire les effets des déformations sur les constantes de force :

$$\begin{aligned} p &= K_{iii}/\mu \\ q &= K_{ijj}/\mu \\ r &= K_{ijij}/\mu \end{aligned} \quad (1.39)$$

Ces coefficients sont également appelés Potentiels de Déformations de Phonon (PDP)¹.

Les valeurs des PDP pour le silicium monocristallin, mesurées sous déformation uniaxiale à plusieurs reprises[37, 71], et pour le silicium polycristallin[66] (calculés à partir de la procédure VOIGT-REUSS-HILL) sont regroupées au tableau 1.6.

PDP	Silicium monocristallin	Silicium polycristallin
p	$-1,85 \pm 0,06 \omega_0^2$	$-2,12 \pm 0,06 \omega_0^2$
q	$-2,31 \pm 0,06 \omega_0^2$	$-1,65 \pm 0,06 \omega_0^2$
r	$-0,71 \pm 0,02 \omega_0^2$	$-0,23 \pm 0,02 \omega_0^2$

TAB. 1.6: Valeurs des PDP du silicium monocristallin et polycristallin.

Il vient ensuite, de ces considérations, que les nouvelles fréquences Raman ω_k en présence de déformations se calculent à partir de la résolution de l'équation séculaire :

$$\begin{vmatrix} p\epsilon_{11} + q(\epsilon_{22} + \epsilon_{33}) - \lambda & 2r\epsilon_{12} & 2r\epsilon_{13} \\ 2r\epsilon_{21} & p\epsilon_{22} + q(\epsilon_{33} + \epsilon_{11}) - \lambda & 2r\epsilon_{23} \\ 2r\epsilon_{31} & 2r\epsilon_{32} & p\epsilon_{33} + q(\epsilon_{11} + \epsilon_{22}) - \lambda \end{vmatrix} = 0 \quad (1.40)$$

où :

$$\lambda_k = \omega_k^2 - \omega_0^2$$

Les décalages en fréquence Raman $\Delta\omega_k = \omega_k - \omega_0$ s'écrivent, en développant au premier ordre :

¹On trouve parfois des PDP adimensionnés, notés $\tilde{K}_{iii} = p/\omega_0^2$, $\tilde{K}_{ijj} = q/\omega_0^2$ et $\tilde{K}_{ijij} = r/\omega_0^2$

$$\Delta\omega_k \equiv \frac{\lambda_k}{2\omega_0} \quad (1.41)$$

Les vecteurs propres (ou vecteurs polarisation¹) $\mathbf{v}_k^{(\epsilon)}$ se calculent à partir de l'équation aux valeurs propres :

$$(\Delta k) \mathbf{v}_k^{(\epsilon)} = \lambda_k \mathbf{v}_k^{(\epsilon)} \quad (1.42)$$

1.3.2 Symétrie de déformation

Sous l'effet d'une contrainte, la maille cristalline se déforme et peut perdre des éléments de symétrie : dans ce cas, elle n'appartient plus au groupe \mathcal{O}_h mais à un groupe de symétrie moindre. Sur la base de la théorie des groupes, il est possible de prévoir la symétrie des phonons sous l'action d'une contrainte donnée, à partir des tables de corrélation de \mathcal{O}_h . À titre d'exemple, le tableau 1.7 présente les correspondances entre les abaissements de symétrie dus aux contraintes et les nouveaux modes de vibration observés en diffusion Raman.

Contrainte	Abaissement de symétrie (groupe)	Symétrie des phonons observés en diffusion Raman	Levée de dégénérescence
hydrostatique	$\mathcal{O}_h \longrightarrow \mathcal{O}_h$	T_{2g}	non observée
uniaxiale [110]	$\mathcal{O}_h \longrightarrow \mathcal{D}_{2h}$	B_{1g} B_{2g} B_{3g}	totale
uniaxiale [111]	$\mathcal{O}_h \longrightarrow \mathcal{D}_{3d}$	A_{1g} E_g	partielle
uniaxiale [001]	$\mathcal{O}_h \longrightarrow \mathcal{D}_{4h}$	B_{2g} E_g	partielle

TAB. 1.7: Transformations des phonons de symétrie T_{2g} sous l'effet d'une contrainte déterminées à partir des tables de corrélation de \mathcal{O}_h .

Sous une contrainte uniaxiale selon [110], le cristal de silicium devient orthorombique (\mathcal{D}_{2h}), et les modes actifs en Raman sont les modes B_{1g} , B_{2g} et B_{3g} non dégénérés.

La figure 1.9 illustre schématiquement cette levée de dégénérescence sous l'action d'une contrainte.

¹Ils déterminent en effet les nouvelles directions des vibrations correspondantes

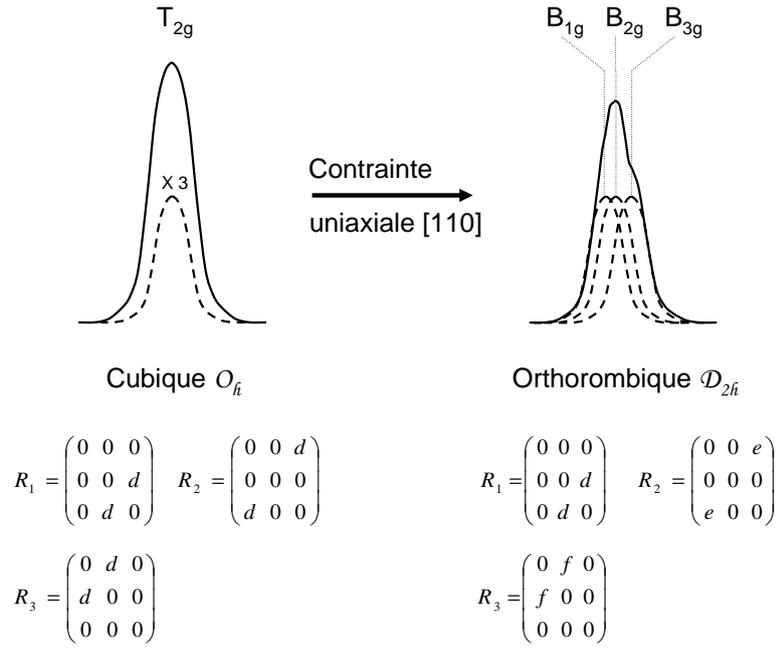


FIG. 1.9: Illustration schématique de la levée de dégénérescence sous l'effet d'une contrainte.

Les tenseurs Raman $\bar{\bar{\mathbf{R}}}_k^{(\epsilon)}$ du cristal déformé, associés à ces nouveaux modes de vibration, peuvent donc être déduits de ces considérations de symétries[54]. Ils peuvent être recalculés selon :

$$\bar{\bar{\mathbf{R}}}_k^{(\epsilon)} = \sum_{i=1}^3 \bar{\bar{\mathbf{R}}}_i (\mathbf{v}_k^{(\epsilon)})_i, \quad k = 1-3 \quad (1.43)$$

où $\bar{\bar{\mathbf{R}}}_i$ est le tenseur Raman du $i^{\text{ième}}$ phonon de symétrie T_{2g} (cristal parfait), et $(\mathbf{v}_k^{(\epsilon)})_i$ représente la $i^{\text{ième}}$ composante du $k^{\text{ième}}$ vecteur propre normalisé.

La géométrie de diffusion est donc déterminée par les vecteurs propres de l'équation séculaire 1.40. Les intensités relatives des raies Raman du cristal déformé obéissent aux règles de sélection modifiées selon :

$$I_k = | \mathbf{e}_d^T \bar{\bar{\mathbf{R}}}_k^{(\epsilon)} \mathbf{e}_i |^2, \quad k = 1-3 \quad (1.44)$$

Décalage en fréquence Raman observé $\Delta\omega(\bar{\epsilon})$

En pratique, les $\Delta\omega_k$ sont bien moins importants que la largeur de raie du silicium, de sorte que l'on observe expérimentalement $\underline{\Delta\omega}$, qui peut s'écrire comme une moyenne pondérée des $\Delta\omega_k$ [72] :

$$\underline{\Delta\omega} = I_1 \cdot \Delta\omega_1 + I_2 \cdot \Delta\omega_2 + I_3 \cdot \Delta\omega_3 \quad (1.45)$$

avec $I_1 + I_2 + I_3 = 1$.

Interprétations

La fonction $\underline{\Delta\omega}$ ainsi définie respecte la linéarité du calcul tensoriel :

$$\forall n \in R \quad \underline{\Delta\omega}(n\bar{\epsilon}) = n \underline{\Delta\omega}(\bar{\epsilon})$$

$$\underline{\Delta\omega}(\bar{\epsilon}) = \underline{\Delta\omega}(\epsilon_m \bar{\delta}) + \underline{\Delta\omega}(\bar{\mathbf{d}})$$

Nous avons évalué la contribution de la partie déviatorique $\underline{\Delta\omega}(\bar{\mathbf{d}})$ au décalage en fréquence observé $\underline{\Delta\omega}(\bar{\epsilon})$ en attribuant la même valeur aux composantes du tenseur de déformation : $\forall i, j, \quad \epsilon_{ij} = cste$. Cette contribution dépend de la géométrie d'observation $\mathbf{k}_i(\mathbf{e}_i, \mathbf{e}_d)\mathbf{k}_d$ et reste petite devant la contribution de la partie hydrostatique $\underline{\Delta\omega}(\epsilon_m \bar{\delta})$. En particulier, pour les deux situations suivantes :

$$\mathbf{z}(\mathbf{x} \mathbf{y})\bar{\mathbf{z}} : \underline{\Delta\omega}(\bar{\epsilon}) = \underline{\Delta\omega}(\epsilon_m \bar{\delta}), \quad \underline{\Delta\omega}(\bar{\mathbf{d}}) = 0$$

$$\mathbf{x}'(\mathbf{z} \mathbf{y}')\bar{\mathbf{x}}' : \underline{\Delta\omega}(\bar{\mathbf{d}}) \simeq 18\% \quad \underline{\Delta\omega}(\bar{\epsilon})$$

La diffusion Raman est donc essentiellement affectée par la partie hydrostatique du tenseur de déformation.

Dans le cas général cependant ($\epsilon_{ij} \neq cste$), il se peut que la partie déviatorique soit beaucoup plus importante que la partie hydrostatique (cisaillement important par exemple) et contribue fortement au décalage Raman observé.

Quelle que soit la géométrie d'observation, les 3 valeurs propres solutions de l'équation séculaire 1.40 ne permettent pas de déterminer les 6 inconnues du tenseur de déformation $\bar{\epsilon}$. Des hypothèses sur les composantes du tenseur de déformation sont généralement effectuées, de manière à obtenir un problème résoluble.

À l'inverse, si l'on connaît le tenseur de déformation, les valeurs $\Delta\omega_k$ se calculent en diagonalisant la matrice séculaire. C'est la méthode dite « inverse » qui nécessite de résoudre l'équation de NAVIER pour déterminer le tenseur de déformation. Les hypothèses sont donc ramenées aux conditions aux limites du problème. Cette alternative est présentée et détaillée au chapitre 2 (partie Méthodologie).

Pour les cristaux cubiques, on peut montrer que si le tenseur de contrainte est diagonal, alors le tenseur de déformation l'est aussi, et la matrice séculaire (Δk) également. dans ce cas, le sous-espace vectoriel ($\mathbf{v}_1, \mathbf{v}_2, \mathbf{v}_3$) est toujours solution de l'équation aux valeurs propres 1.42. En d'autres termes, les vecteurs polarisation sont inchangés pour

des contraintes diagonales. Ce résultat a des prolongements importants du point de vue des règles de sélection. En effet, si les vecteurs polarisation ne changent pas, les tenseurs Raman restent identiques et les intensités I_k ne sont pas affectées par des contraintes de type diagonales. Cela signifie théoriquement que seuls les termes de cisaillement sont susceptibles d'induire des variations d'intensité.

Il faut remarquer cependant que les propriétés optiques du cristal (fonction diélectrique et indice de réfraction) sont modifiées par les déformations. Ces variations locales de propriétés peuvent produire d'autres sources de contraste en intensité. Le résultat précédent n'est donc pas directement exploitable.

De nombreuses applications expérimentales sont basées sur l'exploitation des règles de sélection, que ce soit pour la détermination des orientations d'un cristal[73, 74] par exemple, ou pour mesurer indépendamment les phonons du silicium dans le cadre de la mesure de contrainte[75, 76, 77, 56, 59].

Dans ce dernier cas, la détermination des contraintes dans des substrats de silicium (001) n'est cependant pas totale. Les méthodes hors-axe[56, 59] se rapprochent en pratique des conditions de rétrodiffusion (l'indice de réfraction du silicium est élevé).

Le contrôle des règles de sélection en rétrodiffusion par l'utilisation d'un polariseur couplé à un analyseur permet néanmoins de connaître précisément les phonons observés.

1.3.3 Changement de repère

Les expériences de spectroscopie Raman sont réalisées sur des dispositifs microélectroniques gravés selon les directions $[110]$, $[\bar{1}10]$ et $[001]$. Bien que ces études puissent être entièrement menées dans le référentiel du cristal, il est parfois plus simple d'utiliser un référentiel propre, associé aux structures, que l'on définit comme suit : soit $\mathcal{R}'(\mathbf{O}', \mathbf{x}', \mathbf{y}', \mathbf{z}')$ le référentiel associé aux structures, dont les vecteurs directeurs sont : $\mathbf{x}' = \frac{1}{\sqrt{2}}[110]$, $\mathbf{y}' = \frac{1}{\sqrt{2}}[\bar{1}10]$, $\mathbf{z}' = [001]$.

Les relations de changements de base entre les deux référentiels orthonormés \mathcal{R} et \mathcal{R}' sont¹ :

Pour un tenseur de rang 1, représenté par un vecteur \mathbf{v} :

$$v'_i = b_{ij}v_j$$

Pour un tenseur de rang 2, représenté par une matrice \mathbf{m} :

$$m'_{ij} = b_{ik}a_{lj}m_{kl}$$

Pour un tenseur $\overset{\equiv}{\mathbf{C}}$ de rang 4 :

$$C'_{ijkl} = b_{ip}a_{jq}b_{kr}a_{ls}C_{pqrs}$$

¹ \mathcal{R} et \mathcal{R}' étant orthonormés, il n'y a pas lieu de faire de distinction entre les composantes co- et contravariantes des tenseurs.

où (a_{ij}) est la matrice 3×3 de changement de base (matrice de rotation de \mathcal{R} à \mathcal{R}'), et (b_{ij}) son inverse :

$$(a_{ij}) = \begin{pmatrix} \frac{1}{\sqrt{2}} & -\frac{1}{\sqrt{2}} & 0 \\ \frac{1}{\sqrt{2}} & \frac{1}{\sqrt{2}} & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

Dans \mathcal{R}' , les tenseurs Raman $\bar{\bar{\mathbf{R}}}'_k$ pour le cristal parfait s'écrivent, par simple changement de base :

$$\bar{\bar{\mathbf{R}}}'_1 = \frac{1}{\sqrt{2}} \begin{pmatrix} 0 & 0 & d \\ 0 & 0 & d \\ d & d & 0 \end{pmatrix} \quad \bar{\bar{\mathbf{R}}}'_2 = \frac{1}{\sqrt{2}} \begin{pmatrix} 0 & 0 & d \\ 0 & 0 & -d \\ d & -d & 0 \end{pmatrix} \quad \bar{\bar{\mathbf{R}}}'_3 = \begin{pmatrix} d & 0 & 0 \\ 0 & -d & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

Les vecteurs polarisations qui leur sont associés deviennent respectivement : $\mathbf{v}'_1 = \frac{1}{\sqrt{2}}[110]$, $\mathbf{v}'_2 = \frac{1}{\sqrt{2}}[\bar{1}10]$ et $\mathbf{v}'_3 = [001]$.

Dans \mathcal{R}' , on utilisera les $\bar{\bar{\mathbf{R}}}'_k$ ainsi que \mathbf{e}'_i et \mathbf{e}'_d pour le calcul des intensités relatives :

$$I_k = C |\mathbf{e}'_d{}^T \bar{\bar{\mathbf{R}}}'_k \mathbf{e}'_i|^2 I_0, \quad k = 1-3 \quad (1.46)$$

La matrice dynamique $\Delta k'$ est obtenue[72] en calculant le tenseur des pseudo-potentiels de déformation $\bar{\bar{\mathbf{K}}}'$:

$$\Delta k'(\bar{\bar{\epsilon}}') = \begin{pmatrix} p'\epsilon'_{11} + q'\epsilon'_{22} + q'\epsilon'_{33} & (p-q)\epsilon'_{12} & 2r\epsilon'_{13} \\ (p-q)\epsilon'_{21} & q'\epsilon'_{11} + p'\epsilon'_{22} + q'\epsilon'_{33} & 2r\epsilon'_{23} \\ 2r\epsilon'_{31} & 2r\epsilon'_{32} & p\epsilon'_{33} + q(\epsilon'_{11} + \epsilon'_{22}) \end{pmatrix} \quad (1.47)$$

avec

$$p' = \frac{p+q}{2} + r, \quad q' = \frac{p+q}{2} - r$$

Dans le cadre de l'étude de dispositifs microélectroniques, la résolution de l'équation séculaire $|\Delta k' - \lambda \mathbf{I}| = 0$ est facilitée pour des raisons de simplifications dans l'expression du tenseur des déformations $\bar{\bar{\epsilon}}'$.

1.4 Conclusion

Nous avons présenté dans ce chapitre les principes de base de la spectroscopie Raman et son application dans le cadre des mesures de contraintes dans le silicium. Après avoir explicité les relations entre contraintes et déformations dans la théorie de l'élasticité linéaire, nous nous sommes intéressés aux effets des déformations sur le spectre Raman du silicium : les fréquences Raman en présence de déformations

dépendent essentiellement de la partie hydrostatique du tenseur de déformation. Les intensités relatives dépendent en revanche des termes non diagonaux de ce tenseur. Les règles de sélection conditionnent donc fortement l'observation du signal Raman. La théorie montre qu'il n'existe pas de solution analytique générale pour la détermination des contraintes par spectroscopie Raman. La résolution de ce problème nécessite par conséquent une méthodologie adaptée, dont la définition dépend en partie du dispositif expérimental : le contrôle des conditions d'observation (par l'utilisation de polariseurs) est nécessaire pour interpréter les mesures expérimentales. Le chapitre suivant présente les principaux aspects de l'instrumentation et de l'expérimentation, et propose une méthodologie pour la détermination des contraintes par spectroscopie Raman.

Chapitre 2

Instrumentation et expérimentation

Sommaire

2.1 Instrumentation	38
2.1.1 Installation classique	38
2.1.2 Notions de résolution	40
2.1.3 Applications	45
2.2 Expérimentation	49
2.2.1 Échantillons et préparation des échantillons	49
2.2.2 Exemple de cartographie Raman	50
2.2.3 Problèmes spécifiques	53
2.3 Techniques d'imagerie	56
2.3.1 Cartographie	56
2.3.2 L'imagerie-ligne	56
2.3.3 L'imagerie globale	57
2.4 Méthodologie	59
2.4.1 Méthode directe	59
2.4.2 Méthode inverse — Principe général	59
2.5 Conclusion	62

CE CHAPITRE est consacré aux applications expérimentales de la spectroscopie Raman dans le cadre des mesures de contraintes/déformations dans des structures microélectroniques. Les divers éléments et dispositifs instrumentaux sont plus particulièrement détaillés. Une lecture critique des développements dans ce domaine est proposée, à l'issue de laquelle est établi un protocole expérimental.

2.1 Instrumentation

2.1.1 Installation classique

Une installation de spectrométrie Raman comprend généralement :

- une source laser dont le faisceau est focalisé sur l'échantillon à analyser par une optique appropriée ;
- une platine porte-échantillon ;
- une optique de collection de la lumière diffusée et de couplage avec le dispositif d'analyse spectrale ;
- un système d'analyse spectrale (spectromètre) ;
- un détecteur de rayonnement très sensible (CCD) ;
- une électronique d'acquisition et de traitement des données spectrales.

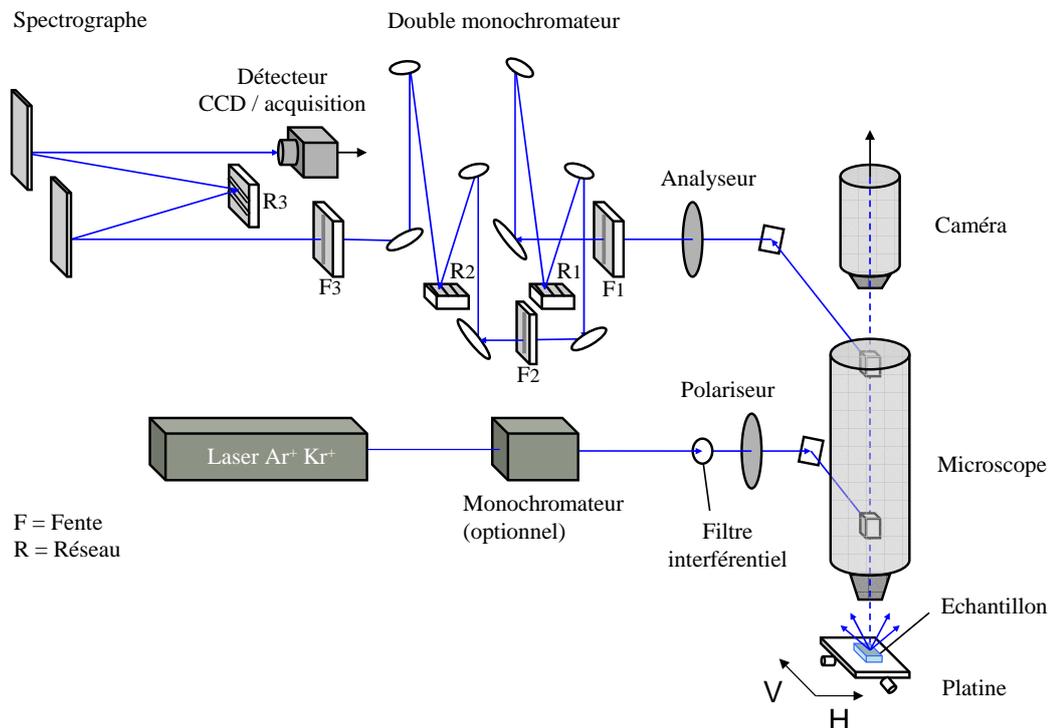


FIG. 2.1: Schéma d'un spectromètre à 3 monochromateurs (JOBIN-YVON T 64000).

Le modèle de spectromètre que nous utilisons principalement est un JOBIN-YVON T 64000 dont les éléments sont schématisés à la figure 2.1. D'autres spectromètres ont été utilisés ponctuellement pour évaluer leurs performances (JOBIN-YVON LABRAM) et différentes techniques d'imagerie (RENISHAW IN VIA).

Les sources laser excitatrices

Suivant la longueur d'onde souhaitée, deux laser sont utilisés : Un laser SPECTRA PHYSICS Ar^+/Kr^+ qui produit certaines raies dans le domaine du visible (488 nm, 514 nm et 645 nm sont les raies les plus intenses), un laser COHERENT Ar^+ qui produit en particulier une raie proche UV (363 nm). Ces lasers sont polarisés verticalement. Des filtres, des miroirs et un microscope permettent d'obtenir un faisceau incident de puissance variable focalisé sur l'échantillon à étudier. La lumière incidente à travers cette optique est polarisée rectilignement selon H sur la platine porte-échantillon (figure 2.1). À côté des raies principales qui sont utilisées comme longueur d'onde excitatrices, une multitude de raies peu intenses, appelées raies « plasma », sont émises par le laser. Cette lumière est simplement réfléchiée par l'échantillon, et apparaît sur le spectre enregistré. Il est possible de couper ces raies plasma à l'aide d'un monochromateur placé juste après le laser. Il peut être judicieux de conserver ces raies comme référence (de fréquence) : ces aspects sont discutés dans la suite (section expérimentation).

La platine porte-échantillon

La platine porte-échantillon se déplace dans les trois directions de l'espace : le déplacement vertical permet d'effectuer la mise au point du microscope sur l'échantillon. Le déplacement horizontal dans le plan (HV) permet à la fois de repérer la zone à analyser et d'effectuer des cartographies ou des profils de mesures sur les échantillons. Le pas mécanique minimal est $0,1 \mu\text{m}$.

Dispersion et détection de la lumière diffusée

La collection de la lumière diffusée (et réfléchiée) se fait en rétrodiffusion par l'intermédiaire d'un microscope. Différents objectifs de grandissement et d'ouverture numérique variables sont utilisés. Un diaphragme (*pinhole*) permet d'utiliser le microscope en mode confocal : ce mode permet d'améliorer la résolution axiale en coupant les rayons qui sont en dehors du plan focal.

La partie spectromètre Le spectromètre Jobin-Yvon T 64000 possède trois « étages » constitués de fentes (F) et de réseaux (R) que l'on peut coupler de manière à obtenir une luminosité et une résolution spectrale variables. Les modes d'utilisation sont les suivants :

- Le mode « simple dispersion » utilise seulement le 3^e étage du spectromètre, et correspond au mode de luminosité maximale.

Les 1^{er} et 2^e étages du spectromètre peuvent être combinés de deux manières différentes avec le 3^e étage pour obtenir :

- Le mode « soustractif » (Dispersion Normale), de luminosité et de résolution intermédiaires, où la lumière est focalisée sur F3. Ce mode permet d'éliminer la raie Rayleigh et d'atteindre ainsi de très basses fréquences par rapport à l'excitatrice ($\sim 4 \text{ cm}^{-1}$).
- Le mode « additif » (Haute Dispersion) de résolution spectrale maximale.

Les différents étages utilisent des réseaux gravés à 600 traits/mm (Simple dispersion) et 1800 traits/mm (Dispersion Normale et Haute Dispersion).

Enfin, l'utilisation de l'UV nécessite un microscope adapté (objectif + miroirs) et des réseaux possédant 2400 traits/mm.

L'ensemble des réseaux transmet la lumière diffusée selon V à plus de 85%.

Le détecteur CCD (*Coupled Charged Detector*) Le CCD que nous utilisons possède 262 144 pixels répartis sur 256 lignes et 1024 colonnes. Il est refroidi par azote liquide.

Traitement Le logiciel LABSPEC développé pour Jobin-Yvon effectue toutes les tâches relatives aux expériences de spectroscopie Raman. Il permet en particulier de piloter la platine et le spectromètre, et assure l'acquisition et le traitement des données.

2.1.2 Notions de résolution

Les caractérisations par spectroscopie Raman sont basées sur l'analyse des fréquences, des largeurs et des intensités des spectres enregistrés. Dans le cadre de caractérisations *locales*, il faut en outre connaître précisément le volume sondé. Les paragraphes suivants sont consacrés aux questions de résolution spectrale et spatiale.

Résolution spectrale

Fonction instrumentale Le spectre d'une source de lumière monochromatique enregistré par un instrument *parfait* correspond à un pic de Dirac. Le spectre d'une source de lumière monochromatique enregistré par un instrument *réel* dépend de la fonction instrumentale ¹ de cet instrument.

La fonction instrumentale correspond à la convolution des différentes fonctions « élémentaires » de chaque élément constitutif du spectromètre (optiques, fentes, réseaux...). Les fentes d'entrée, dont le réglage permet d'optimiser le signal, sont représentées par des fonctions créneaux de différentes largeurs.

Il est relativement difficile d'évaluer les diverses contributions élémentaires à la fonction instrumentale *globale*. Il est en outre plus juste, du point de vue expérimental, d'évaluer directement la fonction instrumentale globale du spectromètre. Un moyen simple est d'observer une raie monochromatique (une raie plasma par exemple) à travers le spectromètre. Il apparaît que la fonction instrumentale du spectromètre T 64000 est assimilable à une gaussienne, tandis que les raies de diffusion Raman

¹parfois dénommée fonction de transfert ou d'étalement, ou encore *Point Spread Function* (PSF)

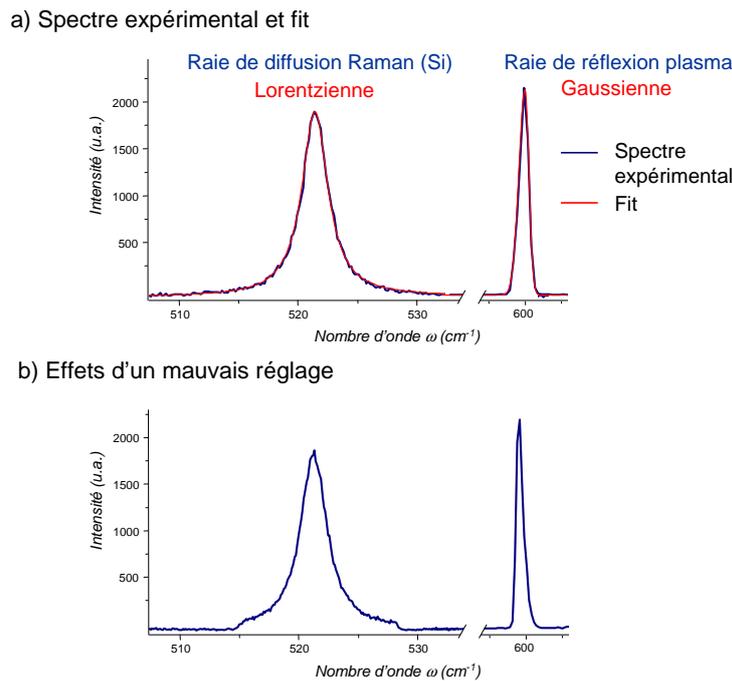


FIG. 2.2: a) Raie Raman et raie plasma enregistrées par le spectromètre T 64000 (c'est à dire convoluées par la fonction instrumentale). b) Illustration des effets d'un mauvais réglage sur le spectre observé.

convoluées par la fonction instrumentale sont assimilables à des fonctions Lorentzienne (figure 2.2a).

On peut remarquer que l'observation de ces raies permet également de juger de la qualité des réglages optiques : un mauvais alignement conduit généralement à l'observation d'une raie dissymétrique. Une fente d'entrée trop fermée coupe le signal (produit de convolution d'une fonction créneau par la fonction instrumentale) (figure 2.2b).

Détermination de la position d'une raie La position (fréquence) d'une raie est déterminée par la recherche du maximum d'intensité de cette raie. Ce maximum est d'autant plus précisément repéré que la résolution spectrale est meilleure. Celle-ci dépend des réseaux utilisés et de la distance focale qui les sépare du détecteur CCD. Le tableau 2.1 page suivante résume les résolutions spectrales obtenues pour différentes longueur d'onde en Haute Dispersion (HD).

Le spectromètre disperse mieux dans le rouge, conformément à la loi de Bragg pour la diffraction ($n\lambda = 2d \sin \theta$ où d est la distance entre 2 traits du réseau et $n = 1$ au premier ordre de diffraction¹).

¹Certains spectromètres travaillent à des ordres de diffraction supérieurs de manière à augmenter la dispersion et la résolution spectrale.

Longueur d'onde	Réseau (HD)	Résolution
363 nm	2400 traits/mm	0,33 cm ⁻¹
488 nm	1800 traits/mm	0,24 cm ⁻¹
514 nm	1800 traits/mm	0,21 cm ⁻¹
568 nm	1800 traits/mm	0,16 cm ⁻¹
647 nm	1800 traits/mm	0,12 cm ⁻¹

TAB. 2.1: *Résolution spectrale en fonction de la longueur d'onde.*

La forme de la raie de diffusion Raman est assimilable à une fonction Lorentzienne Λ_0 :

$$\Lambda_0(\omega; \omega_0) = \frac{I_0 \Gamma_{\frac{1}{2}}}{(\omega - \omega_0)^2 + \Gamma_{\frac{1}{2}}^2} \quad (2.1)$$

où $\Gamma_{\frac{1}{2}}$ est la demi-largeur à mi-hauteur de la raie.

Connaissant la forme de cette raie, il est facile de déterminer sa position moyennant un algorithme de *fit*. La précision sur le résultat de ce *fit* dépend en partie du rapport d'intensités signal/bruit.

L'incertitude (égale à 2 fois l'écart-type) en fréquence de la mesure a pu être estimée à partir d'une série de 25 mesures réalisées en un point d'un échantillon de silicium pris comme référence.

Le bruit enregistré par le détecteur CCD étant constant, il a été montré (figure 2.3) que, quelle que soit la façon d'augmenter l'intensité du signal (puissance appliquée ou temps d'acquisition), l'incertitude est minimale ($\simeq 0,05$ cm⁻¹) pour un signal d'intensité $I \geq 800$ coups environ. Cette incertitude augmente exponentiellement pour

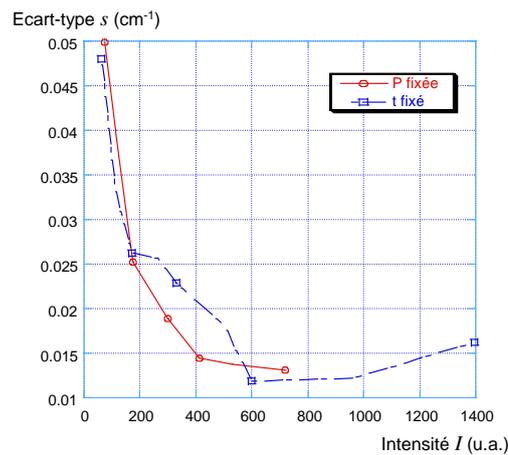


FIG. 2.3: *Écart-type s en fonction de l'intensité I du signal.*

$I \leq 800$ coups. Notons cependant que l'augmentation de la puissance du laser induit d'autres effets susceptibles de modifier la fréquence de la raie (cf paragraphe 2.2.3).

Résolution spatiale

Critère de Rayleigh Le critère de Rayleigh stipule que deux objets sont distincts (sur une image) si le sommet de la tâche de diffraction de l'un correspond au premier minimum nul de [la tâche de diffraction de] l'autre.

E. ABBE définit ainsi la résolution latérale maximale $\Delta\delta$ répondant au critère de Rayleigh :

$$\Delta\delta = \frac{1.22 \lambda}{2 ON} \quad (2.2)$$

où λ est la longueur d'onde du faisceau de lumière incident à travers une optique d'ouverture numérique $ON = n \sin \theta$ (n est l'indice de réfraction du milieu et θ le demi-angle d'ouverture).

La figure 2.4 illustre ces notions de résolution spatiale.

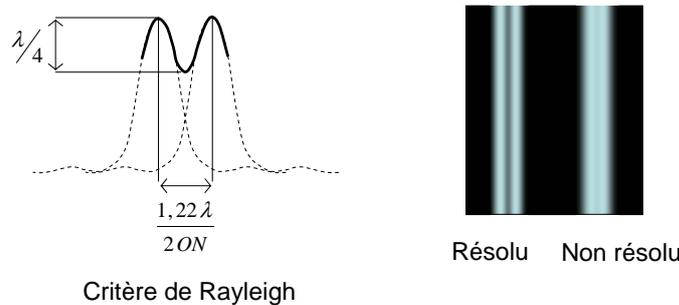


FIG. 2.4: *Résolution latérale selon le critère de Rayleigh.*

La taille de spot minimale b_{th} que l'on peut obtenir en focalisant le laser est limitée par la diffraction et répond également au critère de Rayleigh : $b_{th} = \frac{1.22 \lambda}{2 ON}$.

L'utilisation d'objectifs à immersion[78] ($ON > 1$) permet d'améliorer la résolution latérale. Nous n'avons cependant pas observé de réel gain lors de l'utilisation d'un objectif à immersion liquide.

Échantillonnage en cartographie : le pas mécanique Le laser focalisé sur la surface de l'échantillon présente une distribution en intensité que l'on assimile à une gaussienne[72] :

$$I = I_0 \exp\left(\frac{-2(x - x_0)^2}{b^2}\right) \quad (2.3)$$

x_0 est la position à laquelle le spectre est mesuré, et b est la demi-largeur du faisceau à $\frac{1}{e^2}$ en intensité.

Le pas mécanique est un autre paramètre qui détermine en partie la résolution finale de l'image (profil ou cartographie).

Pour un profil de n points (selon \mathbf{x} par exemple) aux positions x_i ($i = 1 \dots n$), il faut tenir compte du pas $p = |x_i - x_{i+1}|$ et de la distribution gaussienne dans la résolution latérale expérimentale. Soient n pics de Dirac correspondant aux positions de mesures (peigne de Dirac). La convolution de ce peigne (représentant le profil expérimental) par la fonction gaussienne génère un peigne « lissé » (fonction périodique en p , figure 2.5a). Un bon recouvrement est obtenu pour un pas $p = 0,2 \mu\text{m}$. Une bonne qualité d'image, bénéficiant de la meilleure résolution possible, nécessite donc de travailler avec un pas inférieur à la taille du spot.

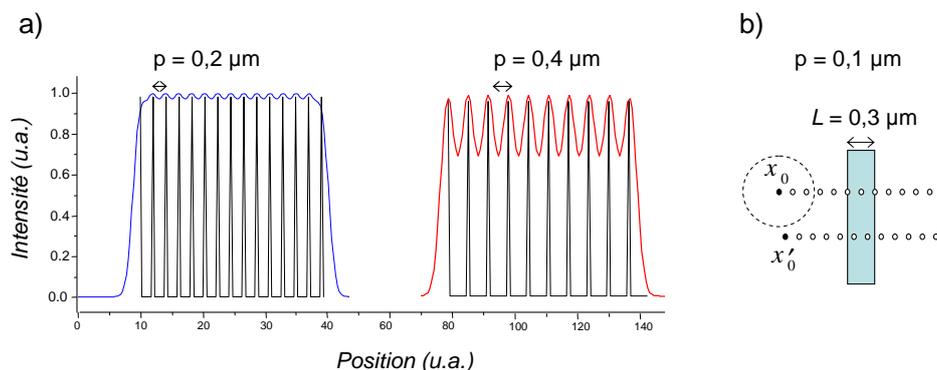


FIG. 2.5: a) Convolution du spot laser par le profil de points expérimentaux (peigne de Dirac) selon le pas de mesures p . b) Effet de la position initiale sur le nombre de points de mesure dans une ligne de petites dimensions ($L = 0,3 \mu\text{m}$).

En outre, la position initiale x_0 peut avoir une influence sur le nombre de points de mesure effectués dans des structures de petites dimensions. Pour un pas minimal de $0,1 \mu\text{m}$ et pour une ligne active de silicium de largeur $L = 0,3 \mu\text{m}$ par exemple, la distribution de points (2 ou 3) dans la ligne dépend de la position initiale (figure 2.5b). La taille de spot est $\geq 0,5 \mu\text{m}$ environ (selon la longueur d'onde utilisée) et recouvre donc systématiquement ces petites structures.

Profondeur de pénétration La résolution axiale dépend également de la profondeur de pénétration dans l'échantillon. On peut calculer la profondeur de pénétration d_p dans le silicium à partir de la loi de Beer-Lambert $I = I_0 \exp(-2Az)$ pour $\frac{I}{I_0} \approx 0,1$ par exemple :

$$d_p = \frac{2,3}{2A} \quad (2.4)$$

Comme A dépend de la longueur d'onde λ , d_p dépend également de λ (figure 2.6).

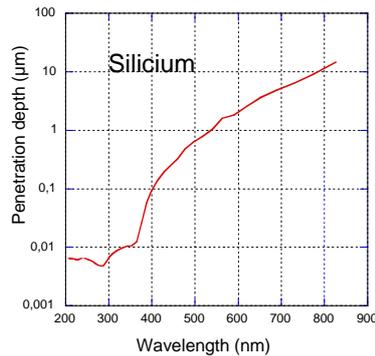


FIG. 2.6: Profondeur de pénétration d_p du silicium en fonction de la longueur d'onde λ .

La profondeur de pénétration diminue lorsque la longueur d'onde diminue. Par conséquent, le volume diffusant est beaucoup plus petit dans l'UV que dans le visible, et la résolution axiale est nettement améliorée.

2.1.3 Applications

Pour augmenter les performances en résolution spectrale et spatiale, plusieurs techniques, développées pour l'imagerie en particulier, sont apparues[79]. Une description de ces techniques est proposée.

Les techniques d'imagerie

Le principe général des différentes techniques d'imagerie (figure 2.7) est le suivant :

La cartographie (et la profilométrie) permet d'effectuer une image point par point en déplaçant la platine porte-échantillon par incréments réguliers. Optiquement, il n'y a aucune différence avec l'acquisition d'un spectre simple. Le laser est focalisé en un point, et la partie utile du CCD est réduite entre 20 et 50 lignes, centrée sur le signal, de manière à réduire le bruit dans la mesure. À partir du spectre obtenu, il suffit d'effectuer un *fit* sur la ou les raies pour générer des cartographies en fréquence, en intensité ou en largeur. Ce principe est représenté à la figure 2.7a.

L'imagerie-ligne est une technique permettant d'optimiser l'utilisation du CCD : le principe est de focaliser la lumière sur une ligne plutôt que sur un point. Un jeu de lentilles sphériques permet d'obtenir une ligne assez bien définie (figure 2.7b). La lumière collectée est ensuite dispersée par un prisme sur le CCD ; 60 lignes du CCD sont utilisées pour détecter l'image de cette ligne, tandis que les colonnes enregistrent les spectres correspondants. Une image de l'échantillon est obtenue en déplaçant la

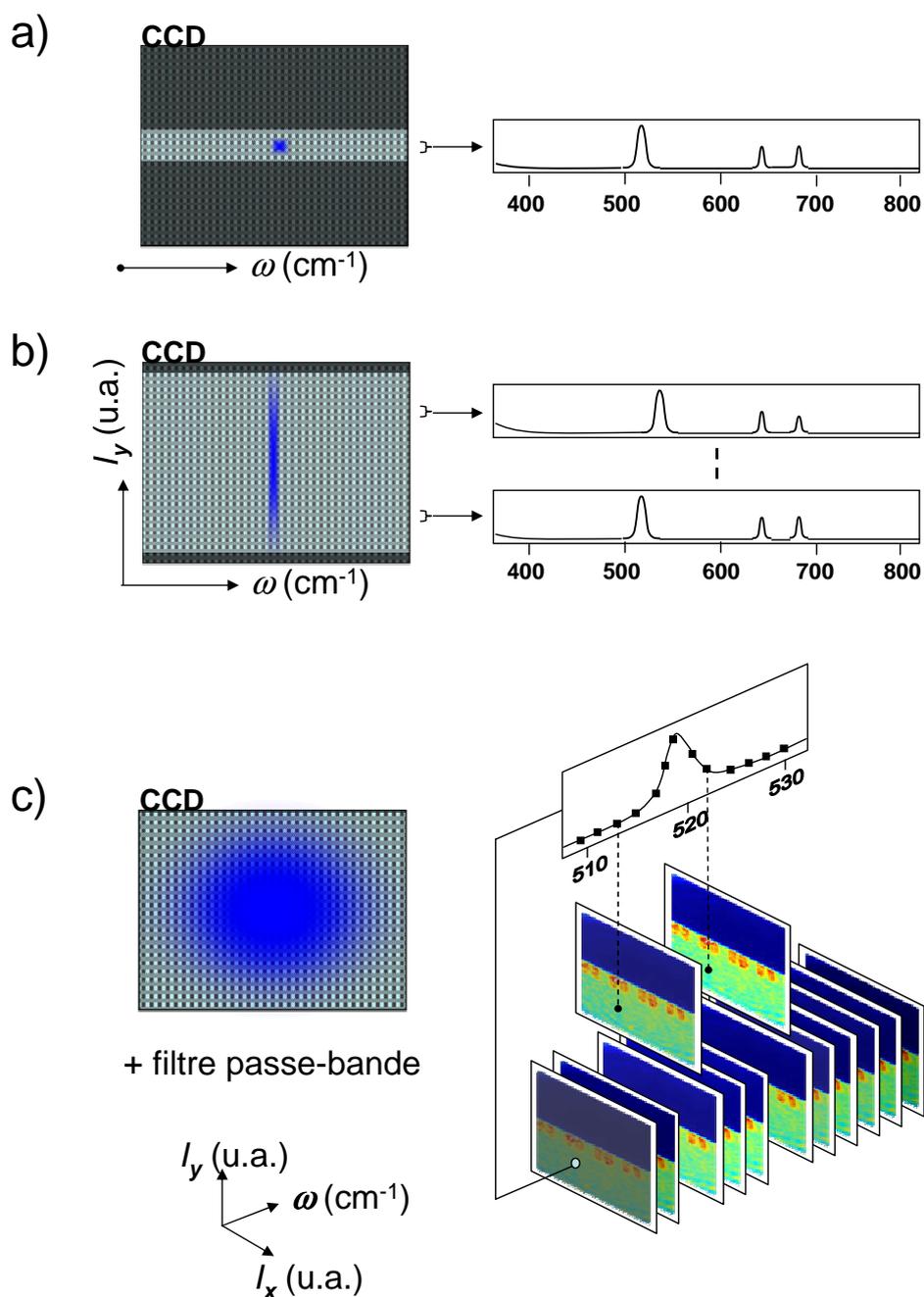


FIG. 2.7: Illustration des différents principes d'imagerie : a) Cartographie ou profilométrie, b) imagerie-ligne, c) imagerie globale. L'image du laser à travers l'objectif (en bleu) et la partie utile du CCD sont superposées.

platine porte-échantillon selon l'axe perpendiculaire à la ligne de lumière. Les images en fréquence, en intensité et en largeur sont également obtenues par *fit* sur les spectres enregistrés. Cette technique d'imagerie est réalisée sur le spectromètre Renishaw In Via.

L'imagerie globale est une autre technique d'imagerie visant à diminuer le temps d'acquisition. Le principe (figure 2.7c) consiste à projeter l'image de l'échantillon sur le CCD, sans disperser la lumière. Le CCD enregistre donc des valeurs d'intensité lumineuse en chaque point de l'image. L'information en fréquence est obtenue en filtrant la lumière collectée par un filtre passe-bande. En effectuant plusieurs images en déplaçant le filtre en fréquence, le spectre de la lumière collectée est reconstruit en chaque point de l'image : cela peut être vu comme un « hypercube spectral » (x, y, I et ω). Cette technique est bien adaptée à l'analyse en composition chimique, puisqu'elle permet de sélectionner des raies particulières *via* le filtre. Les développements et les résultats concernant l'application de cette technique à la mesure de contrainte sont détaillés dans la suite.

L'ensemble des techniques d'imagerie est en effet évalué dans le cadre des mesures de contraintes à la section 2.3.

La tomographie

Il est parfois nécessaire d'obtenir des informations en profondeur dans les structures.

Technique destructive basée sur le micro-usinage FIB (*Focused Ion Beam*)

Un moyen destructif de sonder les matériaux en profondeur consiste à effectuer un micro-usinage FIB dans les structures à différentes profondeurs : l'analyse peut ensuite être effectuée par spectroscopie Raman. Le FIB est une technique de préparation des échantillons qui utilise un faisceau d'ions Ga accélérés. Cette technique est largement utilisée dans la préparation d'échantillons pour le TEM. Les tensions d'accélération courantes sont comprises entre 50 et 5 kV. Cette préparation génère une amorphisation superficielle de l'échantillon (solution solide Si/Ga) pouvant atteindre 10 à 15 nm, ou plus selon les conditions de préparation[80].

Technique non destructive La spectroscopie Raman permet cependant de faire ces mesures de manière non destructive. Un moyen de sonder les matériaux en profondeur consiste à défocaliser le laser par incréments réguliers. Le Raman confocal n'est cependant pas applicable aux matériaux fortement absorbants tels que le silicium.

Nous utilisons par conséquent une autre technique, dont le principe est de moduler la profondeur de pénétration d_p dans le silicium en faisant varier la longueur d'onde λ

de l'onde incidente. Nous avons vu en effet que la profondeur de pénétration d_p dépend de la longueur d'onde λ (paragraphe 2.1.2).

Il s'agit donc d'utiliser les principales raies excitatrices dans le visible et dans l'UV des lasers Ar⁺/Kr⁺ SPECTRA PHYSICS et Ar⁺ COHERENT pour modifier d_p . Le tableau 2.2 regroupe ces principales raies ainsi que les profondeurs de pénétration correspondantes.

$\lambda(\text{nm})$	$d_p (\mu\text{m})$
647,1 (Kr)	3,27
514,531 (Ar)	0,77
487,986 (Ar)	0,57
454,505 (Ar)	0,32
363,8 (Ar)	0,01

TAB. 2.2: λ et d_p pour les raies les plus intenses des lasers Ar⁺/Kr⁺.

La profondeur de pénétration minimale est obtenue par l'intermédiaire de la raie UV (363 nm) du laser Ar⁺ COHERENT. Malgré la diminution importante du volume diffusant, la perte de signal qui en résulte est compensée par le bénéfice que l'on tire du phénomène de résonance (cf chapitre 1, paragraphe 1.1.6) : ceci est valable pour le silicium dont le gap direct se situe à 3,5 eV, ce qui correspond à des énergies excitatrices de longueur d'onde voisines de 350 nm.

En pratique (c'est à dire à travers les optiques et les réseaux UV), nous obtenons une raie 2 fois moins intense que celle issue de l'excitatrice $\lambda = 488$ nm.

Vers le nano-Raman

Depuis quelques années, le dépassement de la limite de résolution optique (imposée par la diffraction) s'est développé au travers des techniques de champ proche[81, 82, 83].

Pour la spectroscopie Raman en particulier[84, 85], le couplage AFM-Raman semble être actuellement le plus performant[86, 87]. Le principe est le suivant :

Il faut effectuer deux mesures, l'une en champ proche + champ lointain (pointe avancée), et l'autre en champ lointain (pointe rétractée) pour soustraire cette contribution au signal de la première mesure. Le champ proche est cependant très minoritaire dans ce genre de mesures, et il faut utiliser au mieux la polarisation pour couper le champ lointain. Les artefacts[88] et les réflexions parasites occasionnées par la pointe peuvent cependant modifier les polarisations incidentes et diffusées, et il est très difficile de « démêler » ces deux champs.

De plus, comme le volume diffusant est considérablement réduit, la perte de signal est très importante. De manière à réduire le temps d'acquisition pour un spectre, l'exaltation du signal est obtenue à travers les effets SERS (*Surface Enhanced Ra-*

man Spectroscopy) [89] et TERS (*Tip Enhanced Raman Spectroscopy*). Les facteurs d'intensification peuvent atteindre 10^6 .

Le développement de cette technique au sein de l'Alliance Crolles2 est dévolu au projet « PolaRaman » [90].

2.2 Expérimentation

Cette section s'attache à la description du protocole expérimental. Celui-ci dépend en partie des échantillons étudiés et des systèmes de mesure utilisés.

2.2.1 Échantillons et préparation des échantillons

Les échantillons étudiés comprennent des structures microélectroniques formées à partir de :

- silicium monocristallin (substrat)
- silicium polycristallin : il est utilisé ici pour le remplissage des tranchées profondes d'isolation (DTI). Le silicium polycristallin est utilisé dans la conception des grilles des transistors MOS en particulier.
- dioxyde de silicium amorphe (SiO_2) : il est utilisé comme isolant électrique et comme matériau de remplissage à faible expansion thermique. Il se caractérise également par une faible absorption dans le visible et dans l'UV.
- alliages SiGe : ils sont utilisés pour contraindre intensionnellement le silicium (pseudo-substrats, épitaxie après gravure sélective...)

Des étapes de gravures, d'oxydation, de dépôts, de recuits et de polissage se succèdent dans l'élaboration de ces structures. Celles-ci sont détaillées individuellement pour chaque échantillon dans les parties concernées des chapitres de résultats. Une description sommaire des échantillons permet de mieux cerner le protocole expérimental.

Quatre types d'échantillons de complexité croissante sont étudiés : (i) des dépôts pleine plaque, (ii) des tranchées superficielles STI (*Shallow Trench Insulator*), (iii) des tranchées profondes DTI (*Deep Trench Insulator*) et (iv) des tranchées hétérogènes SiGe/SiO₂. Les dimensions de ces structures sont de l'ordre de quelques centaines de nm, et leur étude nécessite une technique de caractérisation bien résolue spatialement. La figure 2.8 schématise l'ensemble de ces structures.

La préparation des échantillons se résume à une préparation FIB ou un clivage pour l'observation de coupes transverses. Les vues de dessus sont observées après polissage mécano-chimique (CMP), qui est une étape d'élaboration des structures réelles (pas de préparation supplémentaire). Les effets de la préparation sont illustrés et discutés dans les paragraphes et chapitres suivants.

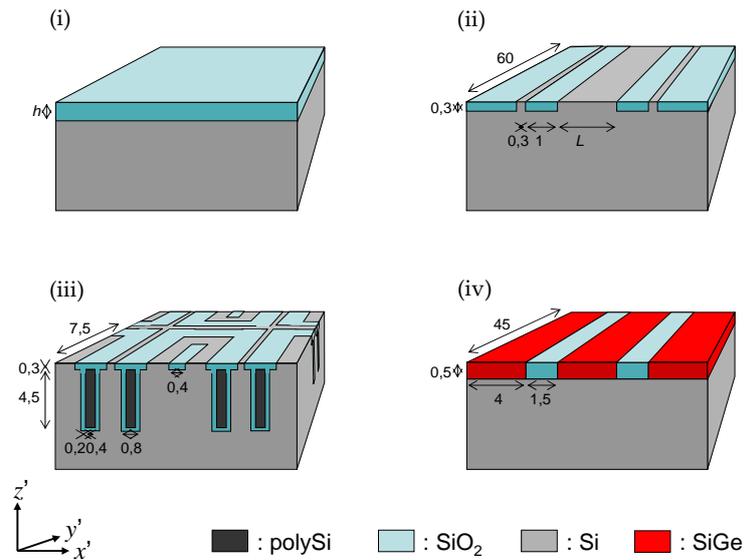


FIG. 2.8: Schémas des principaux types de structures étudiées : (i) dépôts pleine plaque, (ii) STI (Shallow Trench Insulator), (iii) DTI (Deep Trench Insulator) et (iv) tranchées hétérogènes SiGe/SiO_2 .

2.2.2 Exemple de cartographie Raman

Pour illustrer la plupart des expériences qui sont menées au cours de ces travaux, nous proposons un exemple de cartographie Raman réalisée sur un échantillon de type DTI, préparé par FIB (figure 2.9). L'échantillon est observé en coupe transverse. La particularité de cet échantillon est que les tranchées sont semi-infinies selon $[\bar{1}10]$. Cette structure est donc moins complexe que les structures DTI classiques.



FIG. 2.9: Échantillon de type DTI préparé par FIB. Le cadre de la cartographie est matérialisé.

La longueur d'onde de la lumière excitatrice est $\lambda = 488$ nm. Les conditions de rétrodiffusion sont $\mathbf{y}'(\mathbf{z} \mathbf{x}')\bar{\mathbf{y}}'$ (la lumière incidente est polarisée rectilignement selon \mathbf{z} , et lumière diffusée est analysée selon \mathbf{x}'). La collection se fait par un objectif de grandissement $\times 100$ et d'ouverture numérique ON 0,9. Des cartographies sont effectuées : le pas mécanique de déplacement de la platine porte-échantillon est $0,2 \mu\text{m} \times 0,2 \mu\text{m}$. Dans cet exemple, les cartographies en fréquence ω , en intensité I et en largeur Γ ne seront pas détaillées : nous examinerons les cartographies S obtenues en intégrant le signal sur une bande de fréquence ω . La figure 2.10 montre 3 cartographies issues de bandes de fréquence centrées respectivement sur la raie Raman du silicium, sur une raie plasma du laser et sur les raies larges du spectre.

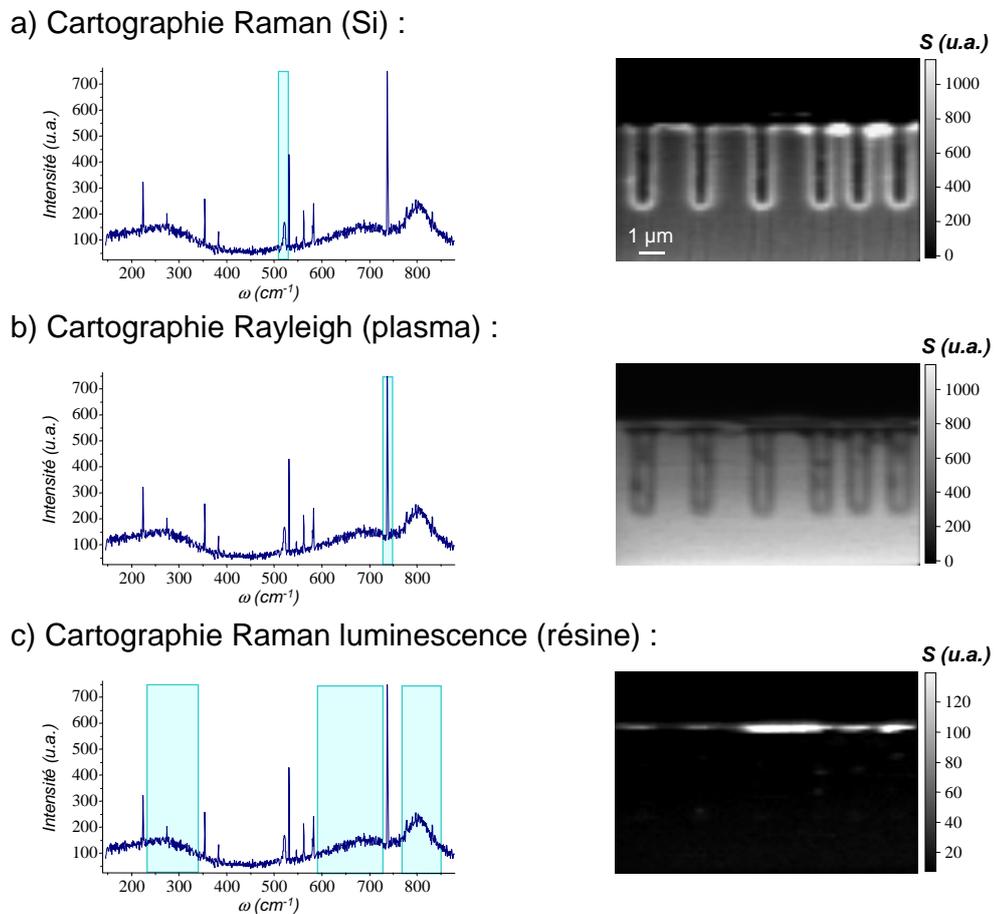


FIG. 2.10: Exemple de cartographies Raman sur un échantillon de type DTI.

La cartographie issue de la raie Raman du silicium (figure 2.10a) inclut le signal du substrat et le signal du silicium polycristallin provenant des tranchées. Un léger contraste dû aux grains de ce dernier est visible sur cette cartographie S et permet de repérer précisément les zones de polycristal. On observe également une surbrillance de

cette raie correspondant aux zones de silice dans les tranchées. La silice est cependant transparente à la lumière visible et proche UV : son signal Raman est par conséquent très faible. La silice reste donc invisible, mais permet à la lumière de pénétrer plus profondément : celle-ci agit donc comme un guide d'onde pour la lumière. Aux interfaces, le silicium diffuse ; le volume de silicium sondé augmente, provoquant une surbrillance de la raie de diffusion du silicium.

Le silicium est donc vu à *travers* la silice dans un volume diffusant plus important.

Des traînées sombres, discrètes, sont perceptibles au bas des tranchées : la préparation FIB produit effectivement de tels résidus provenant des différences de vitesses d'abrasion pour les différents matériaux. Un effet d'écrantage provoque alors ces lignes d'excès de matière dans la direction du bombardement ionique.

La cartographie issue de la raie plasma réfléchi (figure 2.10b) met également en évidence les différents matériaux par leur différence de réflectance optique. Le flou aux interfaces Si/SiO₂ est réduit par rapport à la cartographie de diffusion Raman. Cette cartographie permet donc de déterminer la résolution latérale de l'expérience.

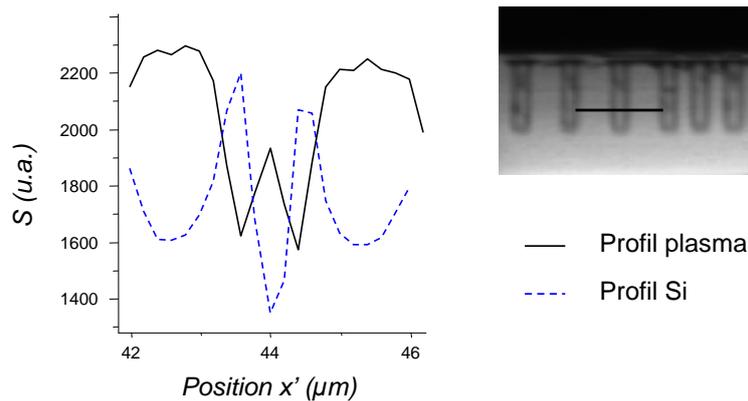


FIG. 2.11: *Profils issus des cartographies plasma et Raman du silicium. La position du profil est matérialisée sur la cartographie plasma.*

La figure 2.11 montre deux profils issus des cartographies plasma et Raman du silicium. Le silicium polycristallin dans les tranchées, de largeur $0,4 \mu\text{m}$, est résolu selon le critère de Rayleigh ($b_{th} = 0,33 \mu\text{m}$). À partir de la demi-largeur à mi-hauteur à l'interface Si/SiO₂ sur le profil plasma, nous obtenons $b_{exp} = 0,37 \mu\text{m}$. La même estimation faite à partir du profil Raman donne $b'_{exp} = 0,59 \mu\text{m}$, : cet élargissement est dû au fait que le silicium est vu à travers la silice. La résolution latérale déterminée à partir du profil plasma est proche de la résolution théorique (10% d'écart).

Enfin, la troisième cartographie (figure 2.10c) est issue de raies de diffusion peu définies, présentes en certains endroits de la cartographie, qui correspondent vraisemblablement

à une résine polymère utilisée dans la préparation de l'échantillon. Avant la préparation FIB, une encapsulation superficielle est effectuée pour limiter les effets de bord d'attaque. Cette couche est visible sur la cartographie de diffusion des raies larges. L'analyse approfondie de ces raies n'est cependant pas développée ici.

2.2.3 Problèmes spécifiques

Stabilité : correction par les fréquences plasma

Les raies plasma peuvent renseigner de différentes manières sur les expériences qui sont menées. Les variations de l'ensemble du spectromètre (bâti + miroirs + réseaux soumis aux variations de l'environnement : température, pression, ...) dans le temps provoquent les mêmes variations de fréquence sur la raie diffusée et sur les raies plasma. Par conséquent, les fréquences des raies plasma sont un bon moyen de contrôler ces variations que l'on peut soustraire aux décalages en fréquence de la raie diffusée du silicium, de manière à nettoyer les résultats. Un exemple de ce traitement appliqué à une cartographie est donné à la figure 2.12.

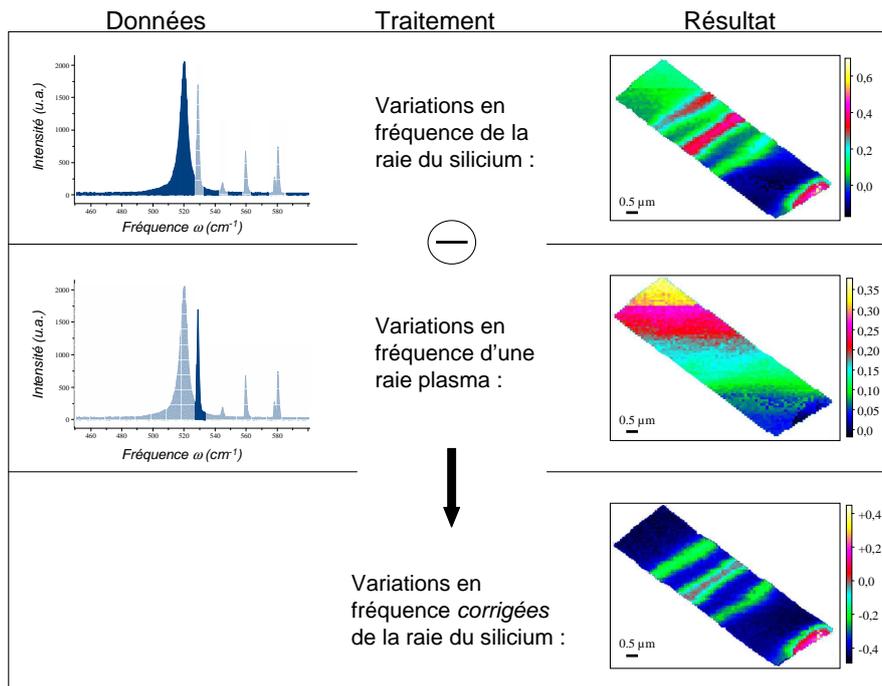


FIG. 2.12: Correction des variations environnementales en soustrayant à l'image en fréquence Raman une image en fréquence plasma.

Effets de la topographie sur les fréquences plasma

Les fréquences des raies plasma sont également sensibles à la topographie de surface de l'échantillon, parce que ce sont des raies réfléchies. L'inclinaison de la surface peut induire un décalage en fréquence de ces raies à travers le système optique. Par conséquent, dans certains cas, il faut éviter d'utiliser ces raies pour corriger les variations expérimentales sous peine d'introduire un bruit supplémentaire dans les mesures. Deux exemples sont également présentés à la figure 2.13 pour des cartographies. Les

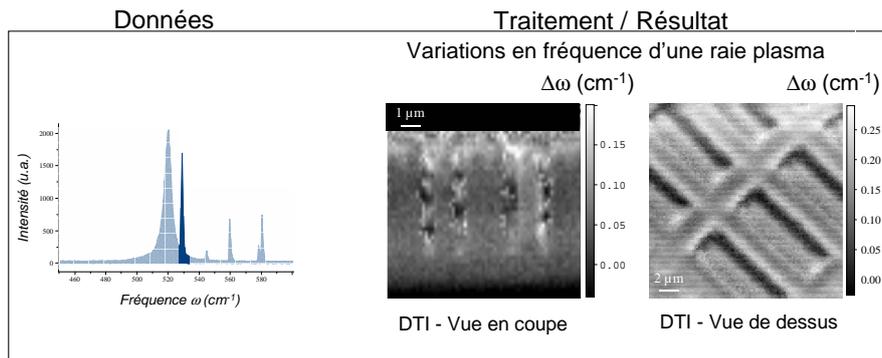


FIG. 2.13: *Effets de la topographie (coupe transverse après clivage et vue de dessus après CMP) sur les fréquences plasma.*

structures sont clairement mises en évidence sur les images en fréquence, ce qui indique que la surface de l'échantillon n'est pas plane.

Pour des mesures sur différentes plaques, la manipulation de ces plaques et le remplacement de celles-ci sur la platine peut modifier très légèrement leur inclinaison par rapport à l'axe du spectromètre, ce qui empêche d'utiliser de manière fiable les raies plasma en tant que référence.

Il faut donc être très précautionneux dans l'utilisation de ces raies ; un lissage peut être souhaitable pour éviter d'introduire un bruit correspondant à la topographie de surface.

Échauffement induit par le laser

Le laser peut produire un échauffement dans le silicium. Cet échauffement provoque une dilatation de la maille cristalline, qui peut se traduire par une diminution de la fréquence Raman et par une augmentation de la largeur de raie du silicium[49, 52]. L'échauffement dépend évidemment de la puissance appliquée à l'échantillon, mais il dépend également de la nature de l'échantillon. Pour des structures composites Si/SiO₂ par exemple, la dissipation de la chaleur est freinée par l'oxyde (conduction thermique faible : $K = 1.4 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$). Par conséquent, l'échauffement devient plus

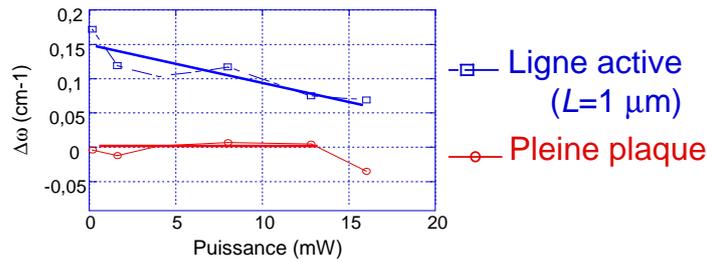


FIG. 2.14: Décalages en fréquence observés pour deux échantillons (ligne active et pleine plaque) en fonction de la puissance appliquée.

important que celui occasionné sur une pleine plaque, et ceci est d'autant plus vrai que les dimensions des dispositifs silicium diminuent. Un tel phénomène est mis en évidence à la figure 2.14.

Écart à la rétrodiffusion idéale : fuites de polarisation

Pour des objectifs ayant une ouverture numérique ON importante, la rétrodiffusion n'est plus idéale (cf Chapitre 1). On peut évaluer expérimentalement les « fuites de polarisation » à partir de deux mesures : d'après les règles de sélection, l'intensité I du signal Raman du silicium (001) est maximale en polarisations croisées ($\mathbf{z}(\mathbf{x}\mathbf{y})\bar{\mathbf{z}}$ par exemple), tandis que $I = 0$ en polarisations parallèles ($\mathbf{z}(\mathbf{x}\mathbf{x})\bar{\mathbf{z}}$). Les mesures effectuées avec analyseur pour 4 objectifs d'ouverture numérique ON comprises entre 0,2 et 0,9 montrent que cette condition d'extinction n'est plus vérifiée pour $ON > 0,8$. Ces fuites de polarisation sont faibles et constituent environ 5% du signal.

Dans certains cas cependant, l'écart à la rétrodiffusion idéale peut devenir important : pour des structures composites Si/SiO₂, ou plus généralement lorsque les propriétés optiques des différents matériaux sont significativement différentes, la géo-

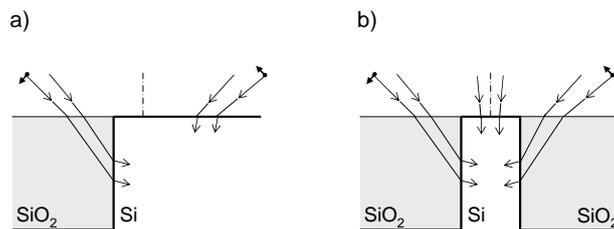


FIG. 2.15: Fuites de polarisation dues aux différences de propriétés optiques entre les matériaux : a) cas d'une seule interface b) cas de deux interfaces représentatif des structures de petites dimensions.

métrie des structures (interfaces) peut modifier les conditions de rétrodiffusion de la mesure. Cette situation est schématisée à la figure 2.15a. Ce phénomène est d'autant plus important que les dimensions des structures sont petites (figure 2.15b). Dans ce dernier cas, les fuites de polarisations peuvent modifier sensiblement le résultat attendu. Ce phénomène est mis en évidence au chapitre 3.

2.3 Techniques d'imagerie

Les différentes techniques d'imagerie présentées au paragraphe 2.1.3 ont été évaluées et comparées sur un échantillon de type DTI. Les commentaires se limitent ici à la qualité (résolutions spatiale et spectrale) des images obtenues. Dans le cadre des mesures de contraintes, le principal intérêt réside dans les images en fréquence : celles-ci sont présentées à la figure 2.16.

L'étude complète des échantillons DTI est présentée au chapitre 4.

2.3.1 Cartographie

La cartographie est une technique bien maîtrisée sur laquelle se base ce comparatif. Le spectromètre T 64000 permet d'effectuer des cartographies en utilisant 1, 2 ou 3 étages dispersifs (correspondant aux modes simple, soustractif et additif respectivement). Une étude préliminaire nous a permis de constater que la résolution spectrale après *fit* était comparable pour chaque mode : nous utiliserons donc le mode simple, plus lumineux, de manière à réduire le temps d'acquisition au maximum[91]. Les avantages de cette technique sont :

- Un système optique éprouvé et maîtrisé.
- Une information complète en chaque point de la cartographie, à partir du spectre enregistré.

Les inconvénients sont :

- Un temps d'acquisition considérable (8–10 heures) qui peut engendrer plusieurs artefacts :
 - La stabilité générale du système (laser + spectromètre) exposé aux variations de l'environnement (température) peut évoluer dans le temps.
 - La stabilité mécanique du système peut notamment être affectée, ce qui se traduit par des dérives d'images ou des défocalisations.

Les variations de fréquences mises en évidence par cette technique sont de l'ordre de $0,1 \text{ cm}^{-1}$. La résolution de l'image est fixée par la taille du spot laser (fonction de la longueur d'onde et de l'ouverture numérique) et par le pas mécanique de la platine porte-échantillon (paragraphe 2.1.2).

2.3.2 L'imagerie-ligne

L'image est obtenue en effectuant un profil perpendiculairement à la ligne, par pas de $0,1 \mu\text{m}$. Une distortion plus ou moins prononcée de l'image apparaît dans les zones correspondant aux extrémités de la ligne de focalisation. La résolution latérale

est voisine de $0,5 \mu\text{m}$, ce qui est comparable à celle de la cartographie. Ce type de technique est un compromis extrêmement intéressant du point de vue industriel : les images obtenues nécessitent un temps d'acquisition d'environ 20 min, très inférieur au temps d'acquisition d'une cartographie complète ($\sim 8 \text{ h}$).

Les avantages de cette technique sont :

- Un gain de temps considérable par rapport à la cartographie.
- Un spectre en chaque ligne du CCD, pour la « ligne » image de l'échantillon.

Les inconvénients sont :

- Les lentilles sphériques utilisées pour focaliser la lumière sur une ligne peuvent introduire des aberrations optiques (sphéricité, astigmatisme).

L'image en fréquence permet d'observer des variations de l'ordre de $0,1 \text{ cm}^{-1}$. La résolution de l'image est fixée par le grandissement ($\sim 0,5 \mu\text{m}/\text{pixel}$ selon un axe de l'image, objectif $\times 100$), et par la largeur de la ligne-image combinée au pas mécanique de la platine (selon l'autre axe de l'image).

2.3.3 L'imagerie globale

L'utilisation d'un filtre passe-bande pour l'imagerie globale ne permet pas de mesurer directement les variations en fréquence de la raie du silicium. Il est donc nécessaire de réaliser plusieurs images décalées en fréquence de manière à reconstruire la raie du silicium. À partir de cette reconstruction, nous obtenons l'image en fréquence par *fit*, c'est à dire de la même façon que les autres techniques. Nous avons développé pour l'étape de reconstruction un traitement numérique adapté sous Igor Pro 5.01. Ces travaux de recherche montrent que la résolution en fréquence des filtres est très insuffisante pour réaliser des images exploitables : le décalage en fréquence de la position du filtre est réalisé par la désorientation progressive du filtre diélectrique. La raie Raman du silicium est donc convoluée par la fonction instrumentale du filtre passe-bande. Cette fonction est supposée être une fonction créneau. La conception du spectromètre ne permet cependant pas de vérifier directement la forme exacte du filtre¹, puisque le chemin optique de la lumière filtrée n'emprunte pas d'étage de dispersion (prisme ou réseau) : seul le spectre enregistré à l'intérieur de la bande passante est accessible. On peut néanmoins estimer la forme du filtre en effectuant une transformée de Fourier inverse du spectre reconstruit. Cette méthode indirecte n'est pas totalement satisfaisante : la manière de faire glisser le filtre « à travers » la raie Raman (désorientation) modifie progressivement la forme de celui-ci (asymétrie). Une incertitude quant à la forme exacte du filtre demeure. La largeur estimée de la bande passante est de l'ordre de 18 cm^{-1} .

La figure 2.16 montre une image en fréquence reconstruite à partir de 30 images filtrées ; le pas de déplacement du centre du filtre passe-bande est 1 cm^{-1} . On observe notamment un bruit important généré par la désorientation du filtre sous forme de deux pôles de fréquence en bord d'image qui réduisent le contraste de manière prohibitive. Pour se convaincre des difficultés engendrées par cette désorientation, deux spectres reconstruits sont extraits des zones à fort contraste (pôles) : ceux-ci montrent une

¹en éclairant en lumière blanche par exemple

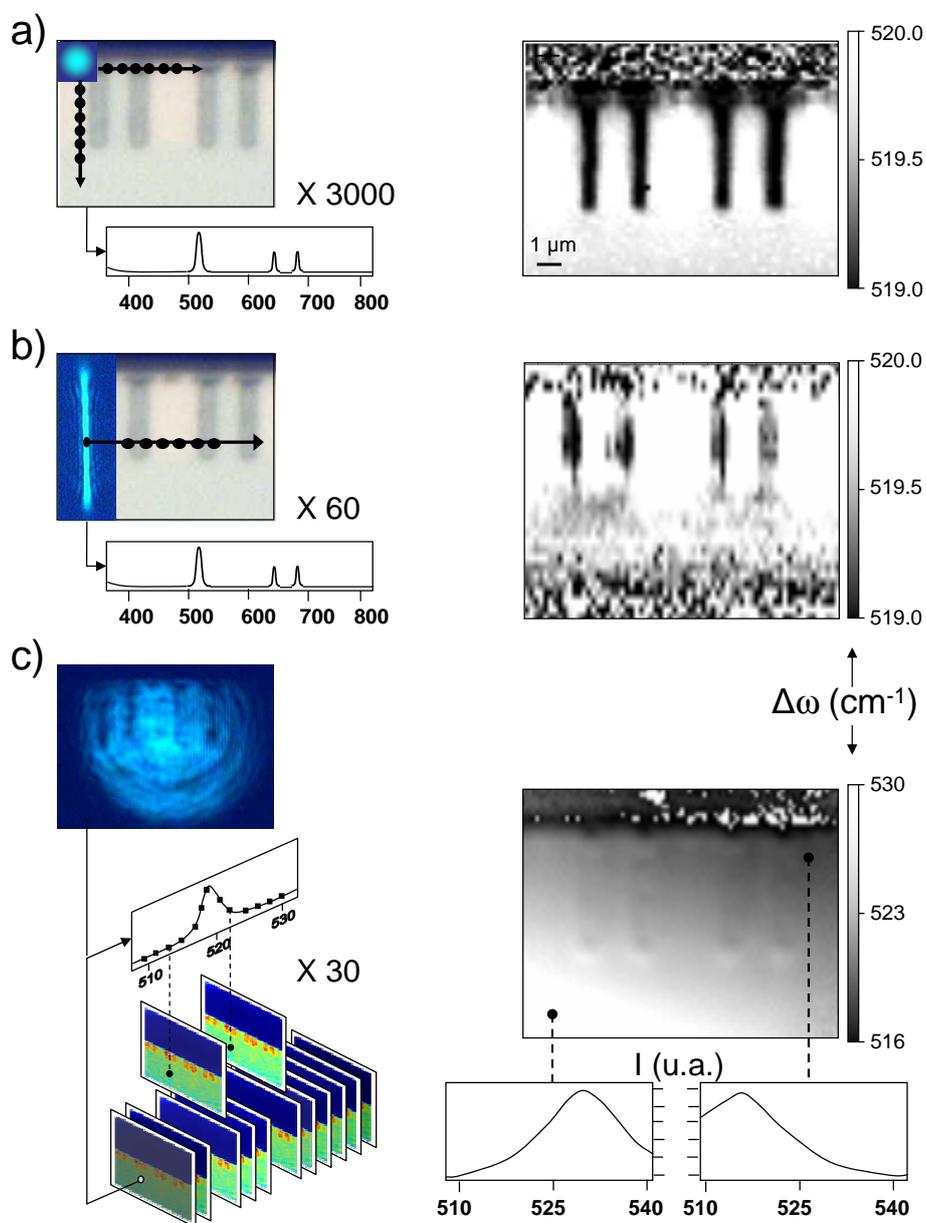


FIG. 2.16: Résultats pour les différents systèmes d'imagerie sur des structures DTI : a) cartographie, b) imagerie-ligne, c) imagerie globale

asymétrie prononcée qui empêche actuellement d'utiliser l'imagerie globale en tant que technique de caractérisation des contraintes. Des développements instrumentaux supplémentaires sont donc nécessaires pour corriger cette asymétrie.

Les avantages de cette technique sont :

- Un gain de temps considérable par rapport à la cartographie.

Les inconvénients sont :

- Une image « gaussienne » de l'échantillon qui provient de la distribution en intensité du laser. Ceci peut être corrigé par l'acquisition d'une image de référence de manière à normaliser les mesures.
- La nécessité d'effectuer plusieurs images décalées en fréquence pour obtenir l'information en fréquence. Cela engendre d'autres problèmes :
 - La convolution de la raie Raman (Lorentzienne) par la fonction instrumentale du filtre passe-bande (créneau). La bande passante du filtre est trop large (environ 18 cm^{-1}).
 - L'image formée par le laser défocalisé n'est pas toujours stable, et n'est pas exactement superposable d'une acquisition à l'autre, ce qui génère un bruit supplémentaire dans l'image reconstruite en fréquence.

La résolution de l'image est fixée par le grandissement et la taille des pixels du CCD. Pour un objectif de grandissement $\times 100$, la résolution est de $0,18 \mu\text{m}/\text{pixel}$.

En nous basant sur les résultats issus des cartographies, nous montrons que l'imagerie-ligne offre des performances similaires en terme de résolution pour un temps d'acquisition très inférieur. L'imagerie globale en revanche, pour laquelle nous avons développé un traitement numérique adapté, ne permet pas d'obtenir des performances comparables. Cette limitation provient de l'utilisation du filtre passe-bande.

2.4 Méthodologie

2.4.1 Méthode directe

La résolution de l'équation séculaire $|\Delta k - \lambda \mathbf{I}| = 0$ fournit au plus 3 équations indépendantes qui déterminent les nouvelles fréquences Raman du silicium en présence de déformations. En mesurant ces fréquences, il est donc possible de déterminer ces déformations si le nombre de composantes indépendantes du tenseur de déformation est inférieur ou égal à 3. Cette méthode est applicable à des systèmes « simples » pour lesquels on connaît la forme du tenseur de déformation : une poutre en flexion 4 points par exemple est soumise à une contrainte uniaxiale ; une plaque sur laquelle est déposée une couche uniforme est soumise (sous certaines conditions) à une contrainte biaxiale. Dans ce cas, une ou plusieurs expériences Raman permettent de mesurer « directement » les valeurs de ces contraintes. La première partie du chapitre 3 est consacrée à l'étude d'un de ces cas « simples ». Dans le cas général cependant, cette méthode se limite à des hypothèses fortes qui ne sont pas nécessairement vérifiées.

2.4.2 Méthode inverse — Principe général

En partant du constat que la ou les seule(s) expérience(s) Raman ne permettent pas de résoudre entièrement le tenseur de déformation, la démarche est inversée : plutôt que

d'obtenir les composantes de déformation à partir des fréquences Raman expérimentales, nous calculons numériquement les fréquences Raman à partir des composantes de déformation issues de modélisations mécaniques, et nous comparons le résultat avec les fréquences expérimentales. Les paramètres du modèle sont ajustés pour que le meilleur accord soit obtenu entre simulation et expérience. Ces paramètres sont ensuite confrontés aux paramètres réels que sont les températures de dépôt par exemple. Cette méthode de couplage est de plus en plus utilisée[72, 92, 93, 94]. Le principe est schématisé à la figure 2.17.

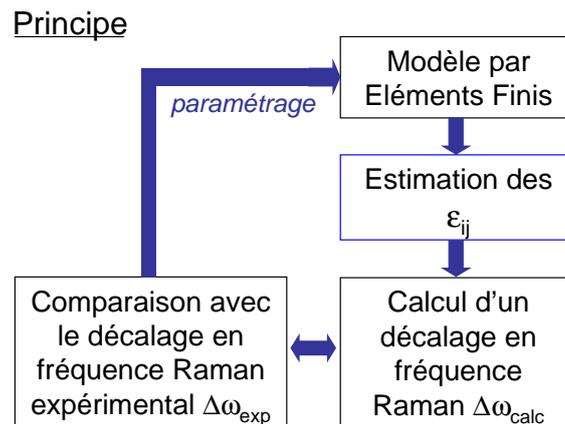


FIG. 2.17: Principe des mesures de contraintes dans le cadre de la méthode inverse.

La modélisation comprend deux étapes :

- (i) Les simulations mécaniques sont effectuées sous ANSYS Multiphysics v7.0.
- (ii) Le calcul numérique de la fonction $\underline{\Delta\omega}(\bar{\epsilon})$ (en tenant compte des effets de moyennage et de convolution) est effectué sous SciLab 3.0.

Un exemple de ce traitement est donné en annexe B.

Simulations mécaniques

L'estimation du tenseur des déformations peut se faire à partir de modèles analytiques existants[95, 96], ou de modèles numériques de type éléments finis.

Modèles analytiques Les modèles analytiques sont restreints à un certain nombre de cas et d'hypothèses. Nous illustrerons le calcul des contraintes par un modèle analytique dans le cas d'une inclusion parallélépipédique soumise à une variation de température ΔT [95]. Nous utiliserons ensuite essentiellement la méthode des éléments finis.

Méthode des éléments finis Le principe de cette méthode est exposé en détail à la référence [15, p. 329].

La résolution du problème 1.33 (chapitre 1) passe par l'introduction de fonctions test (formulation faible). La structure initiale est ensuite subdivisée en « éléments » de forme géométrique simple, interconnectés en certains points que l'on appelle « nœuds » (maillage et discrétisation). Le problème du milieu continu est donc transformé en un ensemble de problèmes discrets avec un nombre fini de paramètres inconnus : les déplacements. La solution pour la structure étudiée est approchée en chacun de ses éléments par l'introduction de fonctions de forme connues. Les champs de déplacement \mathbf{u} obéissent à des conditions aux limites définies en certains nœuds, et sont reliés aux charges appliquées ou sollicitations \mathbf{F} (charge thermique par exemple) par la matrice de rigidité \mathbf{K} du système. Le problème consiste donc à calculer cette matrice de rigidité globale du système à partir des matrices de rigidité de chaque élément (assemblage) :

$$\mathbf{K} \cdot \mathbf{u} = \mathbf{F} \quad (2.5)$$

Un exemple de maillage d'une structure DTI est montré à la figure 2.18.

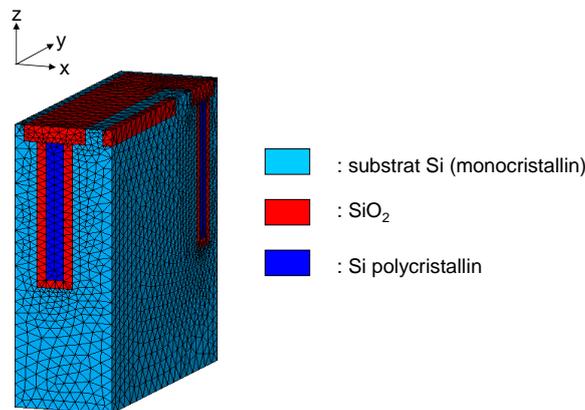


FIG. 2.18: *Exemple de maillage d'une structure DTI. Le maillage utilisé est en réalité beaucoup plus dense aux interfaces.*

Simulation du décalage en fréquence $\Delta\omega(\bar{\epsilon})$

Calcul numérique, moyennage et convolution À partir des composantes de déformation, il suffit de calculer numériquement les valeurs propres et les vecteurs propres de l'équation séculaire. Ce traitement est accompli sous SciLab, en utilisant par ailleurs des routines de calcul dans le cas d'expériences regroupant un grand nombre de points de mesure (profils, cartographies). Le calcul des nouveaux tenseurs Raman et le moyennage par les intensités relatives de chacun des modes est effectué point par point.

La fonction $\underline{\Delta\omega}(\bar{\epsilon})$ ainsi construite a pu être testée (chapitre 1), et il ressort que les polarisations incidentes et diffusées conditionnent de manière importante l'observation des déformations. Le cisaillement en particulier n'est pas toujours visible en fréquence,

et son observation dépend fortement des conditions générales de rétrodiffusion (orientation cristalline et polarisations).

Les expériences sont menées en adoptant les polarisations les plus favorables à l'observation des déformations, dans la mesure des contraintes instrumentales imposées par le système (polarisation rectiligne du laser et transmission des réseaux en particulier).

Enfin, les résultats sont convolués par une fonction gaussienne que l'on ajuste de manière à estimer la résolution latérale de la sonde.

Avantages et limitations

Les avantages que l'on peut tirer de ce couplage sont les suivants : La spectroscopie Raman fournit les données expérimentales indispensables à la paramétrisation du modèle mécanique. Une fois le modèle établi et validé pour des structures de « grande » dimension (plusieurs microns), celui-ci peut être utilisé pour la prédiction du comportement mécanique des structures de « petite » dimension (quelques dizaines de nanomètres) sans recourir à l'expérience. Du point de vue théorique, il n'y a pas de restrictions quant au dimensionnement des structures (les équations des milieux continus restent valables pour des volumes élémentaires de quelques dizaines de nanomètres). La seule hypothèse est donc faite sur la modélisation du procédé d'élaboration, en supposant que celui-ci est reproductible pour les structures de petites dimensions (sur une même plaque). Si des boucles de recirculation par exemple, modifient le remplissage des tranchées de dimensions nanométriques, les contraintes induites par ces tranchées vont être à leur tour modifiées. Dans ce cas, le modèle tel qu'il est établi ne sera plus prédictif.

Le couplage de la spectroscopie Raman avec la simulation mécanique permet donc de dépasser les limitations propres à chaque technique.

2.5 Conclusion

Après avoir présenté le spectromètre et les différentes techniques de spectroscopie Raman, nous avons abordé les notions de résolution spectrale et spatiale qui déterminent de manière importante la qualité des expériences réalisées. Ces notions ont été illustrées par un exemple d'étude Raman de dispositif microélectronique. En ce qui concerne le protocole expérimental, il a été mis en évidence que les conditions d'expérimentation dépendent de l'objet à étudier. Pour des hétérostructures Si/SiO₂ par exemple, il faut premièrement estimer le chemin que parcourt la lumière dans la structure, c'est à dire évaluer les changements d'incidence et de polarisations à travers les interfaces pour la lumière incidente et collectée, et deuxièmement, il faut tenir compte de la puissance dissipée et de l'échauffement induit localement dans ces structures. Nous avons également évalué les performances des différentes techniques d'imagerie et il ressort que seule l'imagerie ligne est en mesure d'égaliser les performances actuelles de la cartographie. Il semblerait que ce soit le meilleur compromis pour des applications industrielles.

La stratégie qui est adoptée pour les mesures de contraintes repose essentiellement sur une méthode inverse : la caractérisation par spectroscopie Raman du tenseur de déformation n'étant pas directe dans le cas général, il est nécessaire d'effectuer un certain nombre d'hypothèses. En recourant à la modélisation par la méthode des éléments finis, ces hypothèses concernent la formulation du problème, en terme de contribution des différentes sources de contrainte au modèle par exemple, ou de conditions aux limites. Les études de structures microélectroniques réelles (STI et DTI) par cette méthode sont présentées aux chapitres suivants.

Chapitre 3

Détermination des contraintes dans des systèmes simples

Sommaire

3.1	Identification de l'origine et de la nature des contraintes dans les composants	66
3.1.1	Contraintes induites par la gravure	66
3.1.2	Contraintes induites par l'oxydation thermique du silicium .	66
3.1.3	Contraintes induites par le dépôt CVD d'oxyde	68
3.1.4	Contraintes induites par les recuits de densification	68
3.1.5	Contraintes induites par la planarisation (polissage mécano-chimique)	68
3.2	Caractérisations des bicouches SiO₂/substrat Si	69
3.2.1	Introduction et définition du problème	69
3.2.2	Mesures par spectroscopie Raman	70
3.2.3	Traitement dans le cadre du modèle de Stoney — mesures de courbure	74
3.3	Caractérisations des échantillons STI (<i>Shallow Trench Insulator</i>)	77
3.3.1	Introduction et définition du problème	77
3.3.2	Expériences de profilométrie Raman	79
3.3.3	Résultats et interprétations	81
3.4	Conclusion	96

CE CHAPITRE est consacré à la détermination des contraintes par spectroscopie Raman dans différentes structures microélectroniques modèles. Ces structures forment un ensemble approprié à l'évaluation de la technique micro-Raman pour la mesure de contrainte dans le domaine de la microélectronique : il est montré comment la modélisation est un outil complémentaire de la spectroscopie micro-Raman, pour caractériser précisément les états de contrainte.

3.1 Identification de l'origine et de la nature des contraintes dans les composants

Les différentes étapes d'élaboration d'une structure sont toutes susceptibles d'introduire ou de modifier des états de contraintes dans les matériaux de cette structure. Un exemple de modélisation intégrale de la contribution de différentes étapes d'élaboration peut être trouvé à la référence [41]. Ces contraintes « élémentaires » ne sont pas toutes de même nature, et n'ont pas la même importance dans l'état de contrainte final que l'on étudie. Par conséquent, il est utile d'avoir une idée assez précise des différentes sources et natures de contraintes qui sont présentes dans les structures. Afin d'évaluer l'impact de ces différentes étapes en terme de contrainte, chaque étape est décrite et modélisée dans la mesure du possible.

3.1.1 Contraintes induites par la gravure

La gravure du substrat (Reactive Ion Etching) modifie premièrement l'énergie de surface du substrat de silicium. En faisant apparaître des surfaces libres, la gravure peut également induire une relaxation des éventuels états de contrainte $\sigma_0 \neq 0$ présents dans le substrat. Cette relaxation peut devenir très problématique pour des structures nanométriques. Inversement, les états de contraintes du substrat modifient les conditions de gravure et peuvent avoir une influence sur la gravure elle-même[97].

D'une manière plus générale, la relaxation élastique lors de la préparation d'échantillons peut devenir problématique pour la mesure des états de contraintes initiaux. La préparation d'échantillons en lame mince pour l'étude des contraintes par CBED par exemple pose ce problème[31].

On peut calculer les champs de déplacement associés à la relaxation élastique par la méthode des fonctions de Green[98, 99] par exemple. La modification des champs de déformation et de contrainte d'un solide possédant une (ou plusieurs) surface(s) libre(s) implique en particulier des perturbations morphologiques de cette surface.

3.1.2 Contraintes induites par l'oxydation thermique du silicium

L'oxydation thermique du silicium peut se faire sous flux d'oxygène pur (oxydation sèche) ou sous flux d'oxygène chargé de vapeur d'eau (oxydation humide) à des températures généralement comprises entre 900 et 1200 K. L'épaisseur d'oxyde formé dépend

en particulier du type d'oxydation, de la température et de la durée de l'oxydation. Dans les dispositifs que nous étudions par la suite, cette épaisseur est de l'ordre de 5 nm.

La contrainte dans l'oxyde thermique σ_{ox} résulte de la contrainte intrinsèque σ^{int} apparaissant lors de la croissance de l'oxyde à la température d'oxydation T_{ox} , et de la contrainte thermique σ^{th} provenant du retour à température ambiante.

$$\sigma_{\text{ox}} = \sigma^{\text{int}} + \sigma^{\text{th}} \quad (3.1)$$

La contrainte intrinsèque σ^{int} provient de la différence de densité entre l'oxyde et le silicium. L'insertion des atomes d'oxygène entre les atomes de silicium provoque une expansion du volume molaire de 2,25. Le film d'oxyde ainsi formé est en compression dans le plan, puisque le substrat de silicium épais bloque l'expansion latérale de l'oxyde.

À $t = 0$, le changement de volume molaire induit une contrainte initiale $\sigma_0^{\text{int}} = -31 \text{ GPa}[100]$. Cette contrainte très importante se relaxe par écoulement visqueux de l'oxyde. Le modèle du fluide de Maxwell pour décrire l'écoulement visqueux permet d'exprimer simplement la relaxation de contrainte selon :

$$\sigma^{\text{int}} = \sigma_0^{\text{int}} \exp \frac{-Gt}{\eta} \quad (3.2)$$

où $G = \frac{E}{2(1+\nu)}$ est le module de rigidité de l'oxyde et η sa viscosité. Le temps caractéristique $\frac{\eta}{G}$ de relaxation est de l'ordre de 200 min (figure 3.1a).

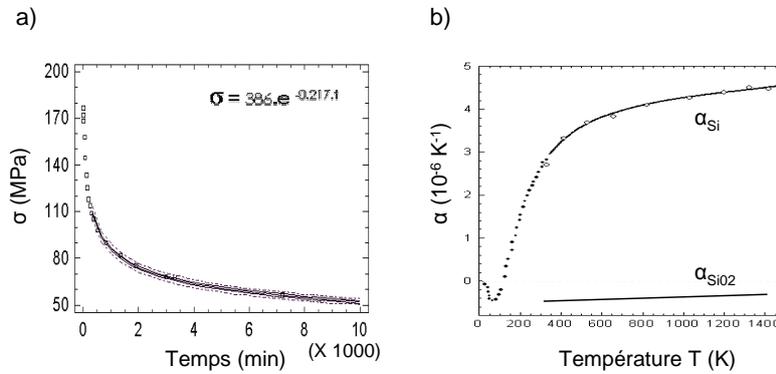


FIG. 3.1: a) Relaxation de la contrainte dans l'oxyde thermique. b) Variations des coefficients de dilatation thermique α_{Si} et α_{ox} en fonction de la température.

La contrainte thermique σ^{th} provenant de la différence des coefficients de dilatation thermique du silicium et de l'oxyde s'exprime simplement par :

$$\sigma^{\text{th}} = \frac{E_{\text{ox}}}{1 - \nu_{\text{ox}}} \int_{T_{\text{ox}}}^{T_{\text{amb}}} (\alpha_{\text{Si}}(T) - \alpha_{\text{ox}}(T)) dT \quad (3.3)$$

où E_{ox} et ν_{ox} sont respectivement le module d'Young et le coefficient de Poisson de l'oxyde, $\alpha_{\text{Si}}(T)$ et $\alpha_{\text{ox}}(T)$ les coefficients de dilatation thermique du silicium et de

l'oxyde. Les variations de ces coefficients avec la température sont présentées à la figure 3.1b.

L'oxydation thermique peut engendrer des contraintes significatives dans le processus global d'élaboration[101, 62, 102]. Il est toutefois raisonnable de négliger cette source de contrainte, dans la mesure où l'oxyde thermique n'excède pas 5 nm d'épaisseur[95].

3.1.3 Contraintes induites par le dépôt CVD d'oxyde

Le dépôt d'oxyde peut se faire par CVD (précurseur tétraéthoxysilane (TEOS)) ou par CVD assistée par plasma (HDP) ou encore par CVD basse pression (SACVD) à des températures $T_{\text{dépôt}}$ comprises entre 900 et 1000 K. La contrainte résultant de ce dépôt peut être assimilée à la contrainte thermique σ_{th} (provenant de la différence des coefficients d'expansion thermique), qui met la couche en compression et le substrat sous-jacent en tension.

$$\sigma_{\text{th}} = \frac{E_{\text{ox}}}{1 - \nu_{\text{ox}}} \int_{T_{\text{dépôt}}}^{T_{\text{amb}}} (\alpha_{\text{Si}}(T) - \alpha_{\text{ox}}(T)) dT \quad (3.4)$$

Nous modéliserons donc par une seule et même étape les étapes d'oxydation et de dépôt, en ajustant le paramètre T pour la contrainte thermique. Il apparaît, après examen des résultats obtenus dans ce chapitre, que la contrainte totale est majoritairement d'origine thermique.

3.1.4 Contraintes induites par les recuits de densification

Cette étape permet d'obtenir un oxyde dont les caractéristiques sont proches de celles de l'oxyde thermique. Les contraintes causées par les recuits de densification résultent de deux effets contradictoires :

- la rétraction de l'oxyde de remplissage résultant de sa densification provoque une mise en tension du silicium.
- la ré-oxydation du silicium due à la présence d'oxygène mobile dans l'oxyde de remplissage (cet effet est d'autant plus important que l'atmosphère du recuit est humide) provoque une mise en compression du silicium.

Là encore, il est difficile de modéliser convenablement cette étape de densification¹, et nous supposons que les contraintes sont assimilables à une contrainte thermique.

3.1.5 Contraintes induites par la planarisation (polissage mécano-chimique)

Le polissage modifie les états de contraintes de plusieurs manières :

- L'introduction d'une surface libre plus ou moins contrôlée (cuvettes provenant des différences de vitesse d'abrasion, rayures) permet de relaxer une partie des contraintes.

¹Une solution consiste à assimiler ces contraintes aux contraintes induites par un « coin de bûcheron » que l'on peut modéliser sans avoir recours à un simulateur de procédés[15, p. 145].

- Les forces de friction et la pression externe peuvent induire de nouveaux états de contraintes.

Le traitement du polissage nécessite donc de recourir à la mécanique des fluides et à la résistance des matériaux. Nous ferons l'hypothèse que cette étape ne modifie pas essentiellement les contraintes d'origine thermique que nous modélisons.

3.2 Caractérisations des bicouches SiO₂/substrat Si

La tomographie Raman est utilisée de manière à sonder en profondeur les états de contrainte dans le substrat. Certains effets d'optique dus à l'oxyde sont également abordés. Une comparaison est effectuée avec des mesures de courbures dans le cadre du modèle de Stoney.

3.2.1 Introduction et définition du problème

Cette première étude est consacrée aux cas de couches minces d'oxyde SiO₂ sur substrat Si « pleine plaque¹ ». Les champs de déformation et de contrainte peuvent être considérés comme homogènes à l'échelle de la mesure. Les phénomènes de courbures des plaques associés aux contraintes sont largement connus. Ce premier lot d'échantillons est destiné à évaluer la mesure de contraintes par tomographie Raman : l'objectif de cette étude est d'obtenir un profil de contraintes en profondeur dans le substrat (sous la couche d'oxyde). Différentes couches sont élaborées de manière à modifier les états de contrainte dans le substrat.

Les traitements pleine plaque effectués sur les échantillons sont les suivants :

- *Plaque n° 1* : Substrat Si monocristallin (*référence*)
- *Plaque n° 2* : Substrat + oxydation thermique (50 Å)
- *Plaque n° 3* : Substrat + oxydation thermique (50 Å) + dépôt CVD d'oxyde TEOS (500 Å)
- *Plaque n° 4* : Substrat + oxydation thermique (50 Å) + dépôt CVD d'oxyde TEOS (1500 Å)
- *Plaque n° 5* : Substrat + oxydation thermique (50 Å) + dépôt CVD d'oxyde TEOS (2000 Å)
- *Plaque n° 6* : Substrat + oxydation thermique (60 Å) + dépôt SACVD d'oxyde TEOS (4000 Å)
- *Plaque n° 7* : Substrat + oxydation thermique (60 Å) + dépôt SACVD d'oxyde TEOS (8000 Å)
- *Plaque n° 8* : Substrat + dépôt CVD d'oxyde TEOS (2000 Å)
- *Plaque n° 9* : Substrat + dépôt SACVD d'oxyde TEOS (4000 Å)
- *Plaque n° 10* : Substrat + dépôt SACVD d'oxyde TEOS (8000 Å)

¹Les couches minces couvrent uniformément toute la surface des plaques de silicium.

Un des objectifs est d'isoler les contributions des différentes étapes d'élaboration (oxydation thermique du silicium, dépôt CVD et SACVD d'oxyde).

3.2.2 Mesures par spectroscopie Raman

Expériences

Les plaques sont posées sur la platine porte-échantillon sur trois points d'appui de manière à minimiser les effets de la pesanteur et de la tenue mécanique des échantillons ; les mesures se font en conditions de rétrodiffusion (001) et de polarisations croisées $\mathbf{z}(\mathbf{x}\mathbf{y})\bar{\mathbf{z}}$. Le laser est focalisé sur la surface de l'échantillon par un objectif de grandissement $\times 100$ et d'ouverture numérique $ON = 0,9$. Cinq longueurs d'onde excitatrices sont utilisées de manière à sonder en profondeur le substrat ($\lambda = 363, 488, 514, 568, 647$ nm). Quelles que soient la longueur d'onde utilisée et l'épaisseur de la couche d'oxyde, la lumière traverse cette couche sans être sensiblement absorbée. Seule la raie Raman du substrat Si est donc mesurée. Dans le cas où les raies plasma ne perturbent pas cette mesure, celles-ci sont conservées (non filtrées) comme référence en fréquence.

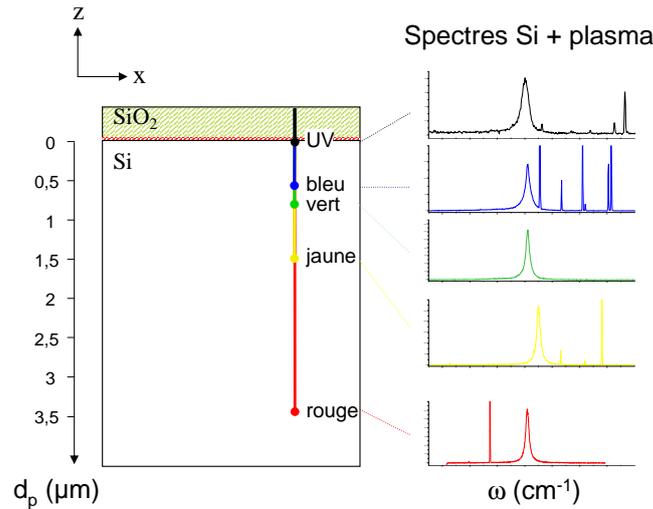


FIG. 3.2: Principe des mesures de spectroscopie (tomographie) Raman effectuées sur les échantillons pleine plaque SiO_2/Si .

La figure 3.2 illustre le principe des mesures. En polarisations croisées $\mathbf{z}(\mathbf{x}\mathbf{y})\bar{\mathbf{z}}$, seul le mode de fréquence ω_3 est visible (rétrodiffusion idéale). Par conséquent, $\underline{\Delta\omega} = \Delta\omega_3$. La plaque n° 1 est utilisée comme référence de contrainte σ_0 et sa fréquence Raman est soustraite aux fréquences mesurées sur les autres plaques (à λ donnée).

Résultats et interprétations (méthode directe)

Résultats en fréquence Les variations en fréquence $\underline{\Delta\omega}$ mesurées sont des valeurs moyennes dans le volume sondé. Il faut en effet tenir compte de l'absorption A pour le faisceau incident et rétrodiffusé. Par conséquent, cette moyenne est pondérée selon la profondeur de pénétration d_p par des coefficients β dont la décroissance est exponentielle. Ces coefficients dépendent également de la longueur d'onde utilisée. Les mesures sont donc décorréliées comme suit :

$$\begin{aligned} \Delta\omega_1 &= \Delta\omega_{1\text{mes}} \\ \Delta\omega_j &= \Delta\omega_{j\text{mes}} - \sum_{i=1}^{j-1} \beta_{ij} \cdot \Delta\omega_i, \quad 2 \leq j \leq 9 \end{aligned} \quad (3.5)$$

avec $\beta_{ij} = e^{-2A_j d_{p_i}}$.

Les variations en fréquence ainsi calculées sont tracées en fonction de la profondeur de pénétration de la lumière dans le substrat à la figure 3.3.

Les plaques sont soumises à une contrainte biaxiale dans le plan. Dans ce cas, il est possible d'interpréter *directement* les variations en fréquence en terme de contrainte. Une solution analytique simple peut être calculée à partir de l'équation séculaire $|\Delta k - \lambda \mathbf{I}| = 0$: les seules composantes de déformations non nulles sont les compo-

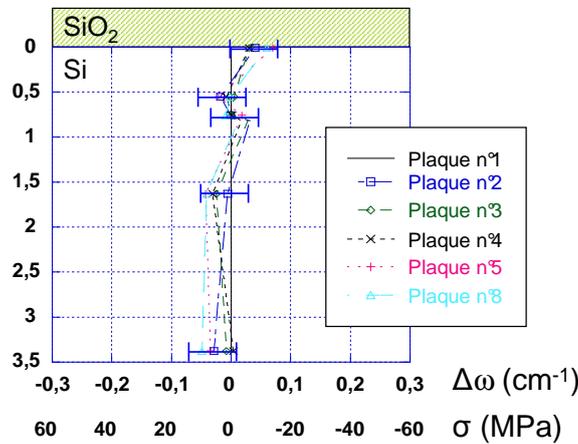


FIG. 3.3: Décalages en fréquence Raman selon la profondeur pour 6 plaques SiO₂/Si. Les valeurs de contraintes biaxiales correspondantes sont également données.

santes diagonales $\epsilon_{xx} = \epsilon_{yy}$ et $\epsilon_{zz} = -\frac{2C_{12}}{C_{11}}\epsilon_{xx}$. Les valeurs propres sont donc évidentes :

$$\begin{aligned}\lambda_1 &= (p + q)\epsilon_{xx} + q\epsilon_{zz} \\ \lambda_2 &= \lambda_1 \\ \lambda_3 &= p\epsilon_{zz} + 2q\epsilon_{xx}\end{aligned}\quad (3.6)$$

Les vecteurs propres restent inchangés : $\mathbf{v}_1 = [100]$, $\mathbf{v}_2 = [010]$ et $\mathbf{v}_3 = [001]$, c'est à dire que les directions de vibration dans le cristal ne changent pas.

On peut donc calculer la contrainte biaxiale σ à partir de la seule mesure de $\underline{\Delta\omega} = \Delta\omega_3$:

$$\sigma \text{ (MPa)} = -217 \underline{\Delta\omega} \text{ (cm}^{-1}\text{)} \quad (3.7)$$

Les valeurs de contraintes calculées de cette manière sont également données en double abscisse à la figure 3.3.

Il apparaît que les décalages en fréquence sont très faibles ($\underline{\Delta\omega} \leq 0,05 \text{ cm}^{-1}$), et sont essentiellement contenus dans les barres d'erreur expérimentales. Ces barres d'erreur correspondent à des contraintes de l'ordre de 20 MPa : il semble donc difficile de dégager des conclusions pour les mesures de contraintes et les nuances relatives aux différents traitements effectués sur les plaques.

Résultats en intensité L'observation expérimentale de variations d'intensités en fonction de l'épaisseur de la couche d'oxyde traversée et de la longueur d'onde (figure 3.4) suggère que des phénomènes d'interférences ont lieu. Les variations les plus importantes sont observées pour $\lambda = 363 \text{ nm}$.

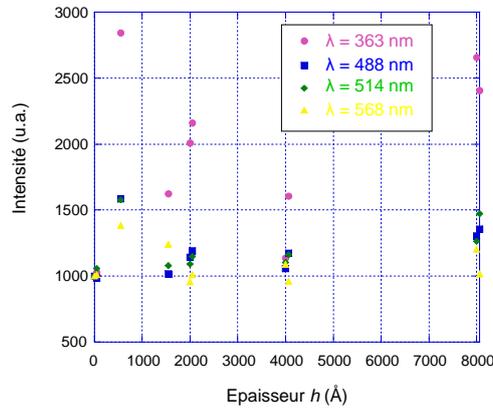


FIG. 3.4: Variations expérimentales des intensités diffusées par le substrat en fonction de la longueur d'onde incidente et de l'épaisseur d'oxyde traversée.

Ramsteiner et al.[103] ont dérivé des expressions analytiques pour le calcul de l'intensité Raman diffusée au travers de couches minces sous l'effet des interférences.

Pour une couche d'épaisseur h_c , l'intensité I se calcule selon :

$$I = C \frac{Re(n)}{Re(n')} \int_0^{h_c} |\mathbf{E}_i(z)|^2 |\mathbf{E}_d(z)|^2 dz \quad (3.8)$$

où C est une constante, n et n' sont les indices de réfraction à λ_i (longueur d'onde incidente) et λ_d (longueur d'onde Raman diffusée), et \mathbf{E}_i et \mathbf{E}_d sont les champs électriques incidents et diffusés.

Le calcul de l'intensité Raman émise par le substrat à travers la couche, normalisée à l'intensité émise par le substrat nu, donne :

$$I = \frac{t_{01}t'_{10}t_{12}t'_{21}}{t_{02}t'_{20} |1 - r_{12}r_{10} \exp(2ikh_c)|^2 \cdot |1 - r'_{12}r'_{10} \exp(2ik'h_c)|^2} \quad (3.9)$$

où $t_{ij} = \frac{2n_i}{n_i+n_j}$ et $r_{ij} = \frac{n_i-n_j}{n_i+n_j}$ sont les coefficients de transmission et de réflexion entre les milieux i et j . Les quantités non accentuées et accentuées sont évaluées à λ_i et λ_d respectivement.

Il apparaît que l'intensité émise par le substrat est toujours supérieure à 1 pour $n_1 < n_2$. Elle est en outre maximale quand l'épaisseur h_c de la couche est un multiple impair de $\lambda/4$. C'est le principe de base de l'effet IERS (*Interference Enhanced Raman Scattering*) et des revêtements monocouche antiréflexion.

Les courbes $I(h_c, \lambda)$ sont calculées pour une couche *non* absorbante (figure 3.5). Seules les variations expérimentales d'intensité les plus significatives sont superposées à la courbe calculée ($\lambda = 363$ nm). L'augmentation d'intensité est bien reproduite (+250% pour $h_c \simeq 90$ nm). La période d'interférence est correctement reproduite, même si le nombre de points expérimentaux est insuffisant pour conclure. La figure

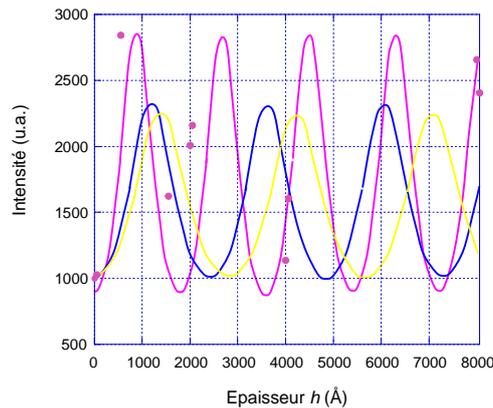


FIG. 3.5: Calcul de l'intensité Raman émise par le substrat pour $\lambda = 363$ nm (violet), $\lambda = 488$ nm (bleu) et $\lambda = 568$ nm (jaune). Les points expérimentaux ($\lambda = 363$ nm) sont également reproduits.

3.5 montre que l'effet d'exaltation du signal Raman est plus important dans le proche UV, et diminue progressivement avec l'augmentation de la longueur d'onde excitatrice. Cette observation constitue un résultat secondaire de nos travaux, et n'intervient pas dans la mesure des fréquences pour l'évaluation des contraintes. Ces phénomènes d'interférences sont plutôt avantageux pour les expériences UV que nous menons sur des échantillons Si/SiO₂.

3.2.3 Traitement dans le cadre du modèle de Stoney — mesures de courbure

Stoney[104] a établi en 1909 une relation entre la contrainte σ_c dans la couche et le rayon de courbure R du substrat (figure 3.6). Cette relation a ensuite été étendue au cas d'une contrainte biaxiale isotrope [105, 106]. Celle-ci est appelée « formule de Stoney » :

$$\kappa_{Stoney} = \frac{1 - \nu_s}{E_s} \frac{6 \sigma_c h_c}{h_s^2} \quad (3.10)$$

où $\kappa = \frac{1}{R}$ est la courbure du substrat, h_c et h_s sont les épaisseurs de la couche et du substrat, E_s et ν_s sont le module d'Young et le coefficient de Poisson du substrat.

Le domaine de validité de la formule de Stoney est restreint aux conditions suivantes :

- L'épaisseur de la couche h_c est beaucoup plus faible que celle du substrat h_s ($\frac{h_c}{h_s} \sim 10^{-2}$). la courbure est alors indépendante des propriétés mécaniques de la couche.
- La couche est parfaitement adhérente au substrat.
- Le substrat se comporte élastiquement.
- Les propriétés élastiques du substrat sont isotropes *dans le plan*. Cette condition est vérifiée pour un substrat Si(001).
- La flèche du substrat est faible par rapport à son épaisseur.

Pour une plaque en flexion, la contrainte varie linéairement selon la profondeur z :

$$\frac{1 - \nu}{E} \sigma = \kappa z \quad (3.11)$$

On peut donc montrer¹ que la contrainte σ_s dans le substrat s'écrit :

$$\begin{aligned} \sigma_s &= -\frac{h_c}{h_s} \sigma_c + \frac{1 - \nu_s}{E_s} \frac{z}{R} \\ &= -\frac{h_c}{h_s} \sigma_c \left(1 - \frac{6z}{h_s} \right) \end{aligned} \quad (3.12)$$

$$\sigma_s^{max} = -3 \frac{h_c}{h_s} \sigma_c \quad (3.13)$$

¹Somme des forces nulle ($\int \sigma_c dz + \int \sigma_s dz = 0$) et somme des moments nulle ($\int \sigma_c(z - R) dz + \int \sigma_s(z - R) dz + M = 0$).

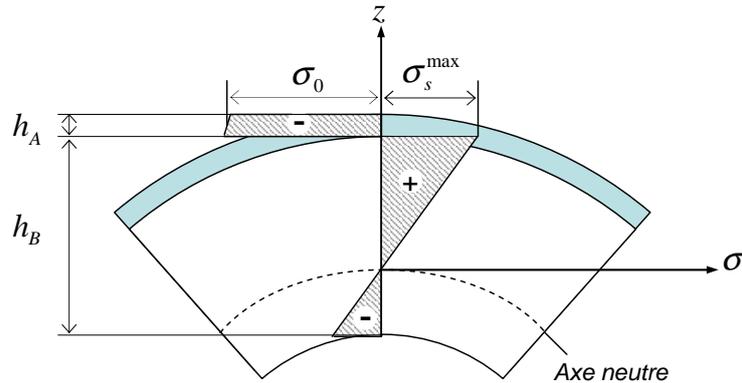


FIG. 3.6: Courbure biaxiale d'une plaque composite en flexion faible (déformation exagérée sur le schéma).

L'origine ($z = 0$) correspond à l'axe neutre (ou le plan neutre) situé aux $\frac{2}{3}$ de la hauteur du substrat. Le maximum σ_s^{max} est atteint à l'interface. La distribution de contrainte est pratiquement constante dans le film (au premier ordre) et linéaire dans le substrat. Les valeurs de contraintes sont très faibles pour des rapports $\frac{h_c}{h_s} \ll 1$, ce qui est le cas des plaques n° 2–10.

Il est donc possible de mesurer des contraintes biaxiales à partir des mesures de courbure de la plaque, connaissant h_c , h_s , E_s et ν_s . Les sources d'erreur sur la mesure sont essentiellement :

- La connaissance précise de l'épaisseur du substrat h_s .
- L'existence d'une courbure initiale du substrat κ_0 . Dans ce cas, il faut corriger la courbure mesurée de la courbure initiale :

$$\kappa - \kappa_0 = \frac{1 - \nu_s}{E_s} \frac{6 \sigma_c h_c}{h_s^2} \quad (3.14)$$

Dans le cas de multi-couches (couche d'oxyde thermique + couche d'oxyde déposé), on peut considérer que la contrainte totale est la somme des contraintes individuelles. Cela suppose que la contrainte dans la couche n n'est pas modifiée par la croissance ou le dépôt de la couche $n + 1$. On obtient alors[106] :

$$\langle \kappa \rangle = \sum_i \kappa_i = \frac{1 - \nu_s}{E_s} \frac{6 \langle \sigma \rangle \sum_i h_{c,i}}{h_s^2} \quad (3.15)$$

Cela signifie que l'on peut déterminer la contrainte d'une couche n en mesurant la variation de courbure avant et après l'étape de dépôt de cette couche.

Expériences

La technique de déflexion d'un faisceau laser à balayage a été employée pour mesurer les courbures de plaques. Le principe de cette technique est schématisé à la figure 3.7.

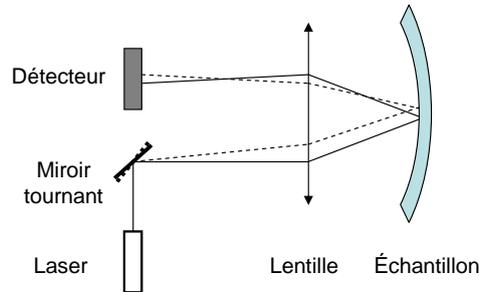


FIG. 3.7: Schéma d'un appareil de déflexion d'un faisceau laser à miroir tournant.

Cette méthode a l'avantage d'être rapide et précise (~ 1 MPa).

Pour des raisons techniques, seules les courbures des plaques n° 6, 7, 9 et 10 ont pu être mesurées avant et après traitement.

Résultats et interprétations

Les résultats des mesures de courbure et d'épaisseurs sont consignés dans le tableau 3.1 :

Plaques	κ_0	κ	h_c (μm)	h_s (μm)	σ_c (MPa)	σ_s^{max} (MPa)
n° 6	-	-296	0,400	776	-133	+0,20
n° 7	-	-369	0,800	777	-83	+0,25
n° 9	-261	-605	0,391	700	-129	+0,21
n° 10	-285	-641	0,810	700	-64	+0,22

TAB. 3.1: Mesures de courbures et d'épaisseur pour les plaques n° 6, 7, 9 et 10.

Les valeurs de contrainte pour les plaques n° 9, 10 et 6, 7 sont respectivement calculées à partir des formules de Stoney 3.10 et 3.15. Parmi les artefacts expérimentaux possibles, l'effet de la gravité et la tenue de l'échantillon sont les plus critiques. Ces effets peuvent être du même ordre de grandeur que la contrainte à mesurer (pour des plaques 300 mm amincies par exemple). L'incertitude sur les valeurs de contrainte peut donc éventuellement dépasser 10% .

Il apparaît que les contraintes dans la couche sont faibles (quelques dizaines de MPa), et l'on peut certainement étendre cette conclusion à l'ensemble des plaques étudiées.

Les contraintes σ_c issues des mesures de courbure sont à comparer aux contraintes thermiques suivantes :

$$\sigma_c^{\text{th}} = \frac{E_c}{1 - \nu_c} \Delta\alpha \Delta T \quad (3.16)$$

Cela nécessite toutefois de connaître précisément les propriétés élastiques de la couche. En prenant $\nu_c = 0,17$, $E_c = 80$ GPa, $\alpha_c = 0,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ et $\Delta T = 600$ K, on obtient des valeurs de l'ordre de -100 MPa, ce qui est en accord avec les valeurs issues des mesures de courbure. Les contraintes d'origine viscoélastique peuvent être négligées (la comparaison des résultats obtenus pour les plaques n° 6 et 9 montre une contribution de l'oxyde thermique de l'ordre de 3% à la contrainte totale. Ce n'est toutefois pas le cas des plaques n° 7 et 10 (20%)).

Les contraintes dans le substrat sont très faibles, et il n'est donc pas possible de les mesurer en spectroscopie (tomographie) Raman ($\sigma = 0,2$ MPa $\Leftrightarrow \underline{\Delta\omega} = -0,001 \text{ cm}^{-1}$).

3.3 Caractérisations des échantillons STI (*Shallow Trench Insulator*)

3.3.1 Introduction et définition du problème

Les structures STI se sont imposées comme structures d'isolation au détriment des procédés LOCOS (*LOCAl Oxidation of Silicon*). Les étapes d'élaboration de ces structures sont les suivantes : les tranchées sont d'abord gravées par un procédé de gravure anisotrope RIE (*Reactive Ion Etching*). Un oxyde fin (50 \AA) est formé par oxydation thermique. Les tranchées sont ensuite remplies par un oxyde déposé par CVD, avant d'être soumises à des recuits de densification. Un polissage mécano-chimique (CMP) des échantillons est finalement réalisé. La figure 3.8 illustre les différentes étapes d'élaboration des STI et les températures qui leur sont associées.

Les tranchées sont gravées autour de lignes actives de silicium, de largeur L (suivant \mathbf{x}') et de longueur W (suivant \mathbf{y}'). Ces structures sont présentées schématiquement à la Fig.3.9. Les dimensions sont indiquées en microns.

Les contraintes induites par les STI sont la première source de contraintes mécaniques dans les canaux des transistors. Les STI peuvent donc être utilisés pour contraindre intentionnellement le silicium, de manière à augmenter les performances des prochaines générations de transistors (45 nm). Le procédé standard de dépôt et de densification HDP (*High Densification Plasma*) induit une compression dans le canal favorable aux transistors pMOS. À l'inverse, cette contrainte compressive dégrade les performances

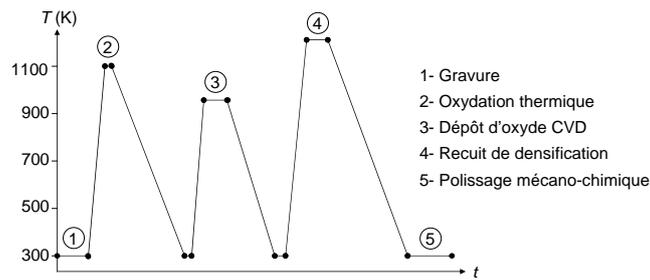


FIG. 3.8: Les principales étapes d'élaboration des STI.

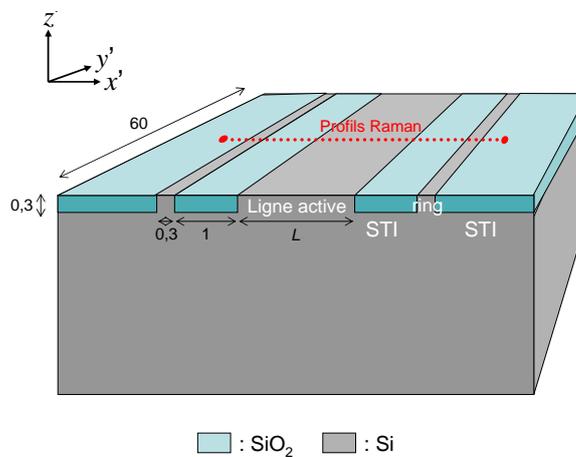


FIG. 3.9: Schéma des tranchées superficielles STI. Les dimensions sont indiquées en μm . Les profils Raman sont effectués au milieu de ces lignes (profils pointillés).

des transistors $n\text{MOS}$ [107]. La modification du procédé peut contrebalancer la perte de performances des transistors $n\text{MOS}$ en réduisant la compression dans le canal[108, 109].

Nous étudions donc l'impact d'un nouveau procédé SACVD (*Sub Atmospheric Chemical Vapor Deposition*) pour la réduction de la compression dans les lignes actives, comparativement au procédé standard HDP. Le procédé SACVD est en effet compatible avec la chaîne de procédés actuelle, et représente une solution à faible coût pour l'introduction maîtrisée de contraintes dans les transistors $n\text{MOS}$.

L'influence de la largeur L des lignes actives sur la contrainte est également analysée. Nous disposons de 4 lignes dont la largeur vaut respectivement : 10; 1; 0,5 et 0,3 μm pour une longueur $W = 60 \mu\text{m}$. On peut donc considérer que $W \gg L$. La profondeur des tranchées est 0,3 μm .

La méthode inverse, basée sur un *fit* entre modélisation et expérience, est développée pour cette étude de manière à obtenir des valeurs de contraintes précises.

3.3.2 Expériences de profilométrie Raman

Des profils Raman point par point sont effectués au milieu des lignes actives (en pointillés sur la figure 3.9), selon \mathbf{x}' , en rétrodiffusion (001). Aucune étape supplémentaire de préparation des échantillons n'est effectuée après le polissage mécano-chimique.

Comme la polarisation des lasers et la transmission des réseaux sont connues (*cf.* paragraphe 3.15), les profils Raman respectent approximativement les conditions de rétrodiffusion $\mathbf{z}(\mathbf{x}\mathbf{y})\bar{\mathbf{z}}$. Le pas mécanique utilisé pour le déplacement de la platine est minimal ($0.1\ \mu\text{m}$). L'objectif UV possède un grandissement $\times 40$ et une ouverture numérique $ON = 0,5$. Un spectre Raman est enregistré en chaque point d'un profil. La fréquence ω , l'intensité I et la largeur Γ de la raie Raman du silicium sont déterminées par *fit*. Le mode simple du spectromètre est utilisé de manière à réduire le temps d'acquisition au maximum.

Le décalage en fréquence $\underline{\Delta\omega}$ est mesuré par rapport à un échantillon de référence non contraint (fréquence ω_0). Des profils $\underline{\Delta\omega}$ sont ainsi présentés dans la suite. Pour tenir compte des petites dérives en fréquence dues aux conditions expérimentales, un profil de base correspondant aux variations en fréquence d'une raie plasma du laser est soustrait aux profils Raman $\underline{\Delta\omega}$. Ce profil de base est amorti, conformément aux conclusions du paragraphe 2.2.3 au chapitre 2.

Étude préliminaire

Dans cette étude, la plupart des mesures a été réalisée avec la longueur d'onde excitatrice UV à 363 nm, qui correspond à une profondeur de pénétration d'environ 10 nm dans le silicium[110]. Une comparaison préliminaire (fig. 3.10) entre les mesures de $\underline{\Delta\omega}$ utilisant respectivement les longueurs d'onde excitatrices 514 nm, 488 nm et 363 nm a montré que les mesures les plus pertinentes proviennent de cette dernière longueur d'onde (363 nm)[111, 61].

Les plus grandes variations de contrainte ont en effet lieu dans les premières dizaines de nm à partir de la surface, et les valeurs de contrainte issues des mesures effectuées dans le visible sont moyennées sur un volume trop important : ces mesures ne sont donc pas suffisamment précises[62, 112].

La puissance du laser ne doit pas excéder quelques milliwatts, pour ne pas provoquer d'échauffement parasite des échantillons. On a vu que cet effet est particulièrement prononcé pour des lignes étroites pour lesquelles la dissipation de chaleur est bloquée par l'oxyde avoisinant. Par conséquent, une très basse puissance, de l'ordre de 4 mW, est appliquée aux échantillons.

Reproductibilité

Les mesures qui sont effectuées dans la suite présentent une excellente reproductibilité. À titre d'exemple, deux profils issus de deux plaques distinctes ayant reçu le

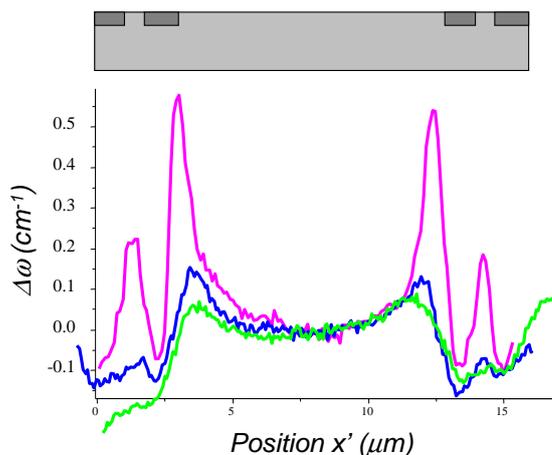


FIG. 3.10: Profils $\Delta\omega$ effectués sur une ligne active ($L = 10 \mu\text{m}$) entourée de STI (procédé standard HDP), pour différentes longueurs d'onde : 363 nm (UV, représenté en violet), 488 nm (bleu) et 514 nm (vert).

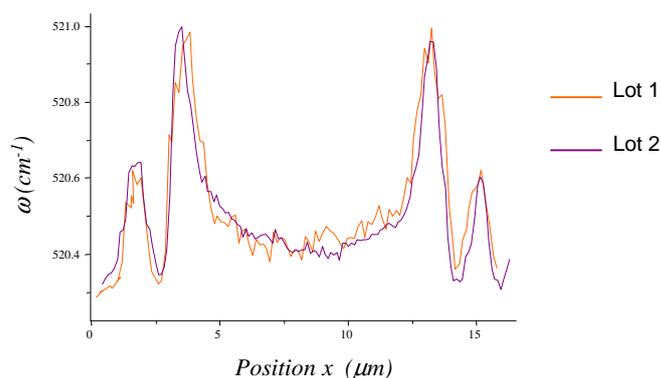


FIG. 3.11: Profils ω effectués sur une ligne active ($L = 10 \mu\text{m}$) entourée de STI issue de deux lots différents (même traitement).

même traitement sont présentés (figure 3.11). Les profils sont conformes à l'erreur de mesure près ($0,05 \text{ cm}^{-1}$). La spectroscopie Raman peut donc également s'envisager comme un outil de métrologie.

3.3.3 Résultats et interprétations

Résultats expérimentaux

Le fit sur les spectres expérimentaux permet de tracer des profils en intensité I , en fréquence $\Delta\omega$ et en largeur Γ . Ces profils expérimentaux obtenus pour chaque procédé et pour les 4 lignes actives sont rassemblés aux figures 3.17 et 3.18. Les profils en fréquence et en largeur sont tracés en échelle commune de manière à effectuer directement des comparaisons.

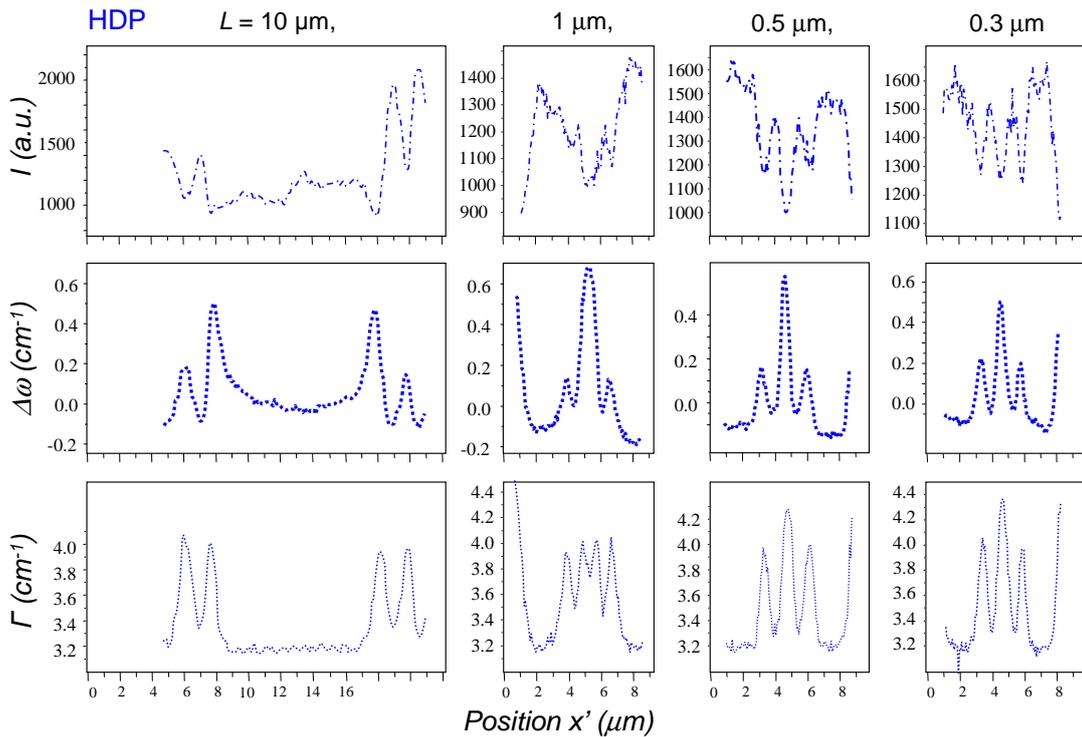


FIG. 3.12: Profils expérimentaux en intensité I , en fréquence $\Delta\omega$ et en largeur Γ pour le procédé HDP.

Profils en intensité Les profils en intensité montrent globalement que le signal Raman est amplifié lorsque le laser traverse les STI (cf paragraphe 3.2.2). Les variations d'intensité ne sont pas suffisamment régulières (en particulier elles ne sont pas symétriques par rapport au centre des lignes actives) pour interpréter quantitativement ces résultats. Les profils en intensité ne seront donc pas commentés dans la suite.

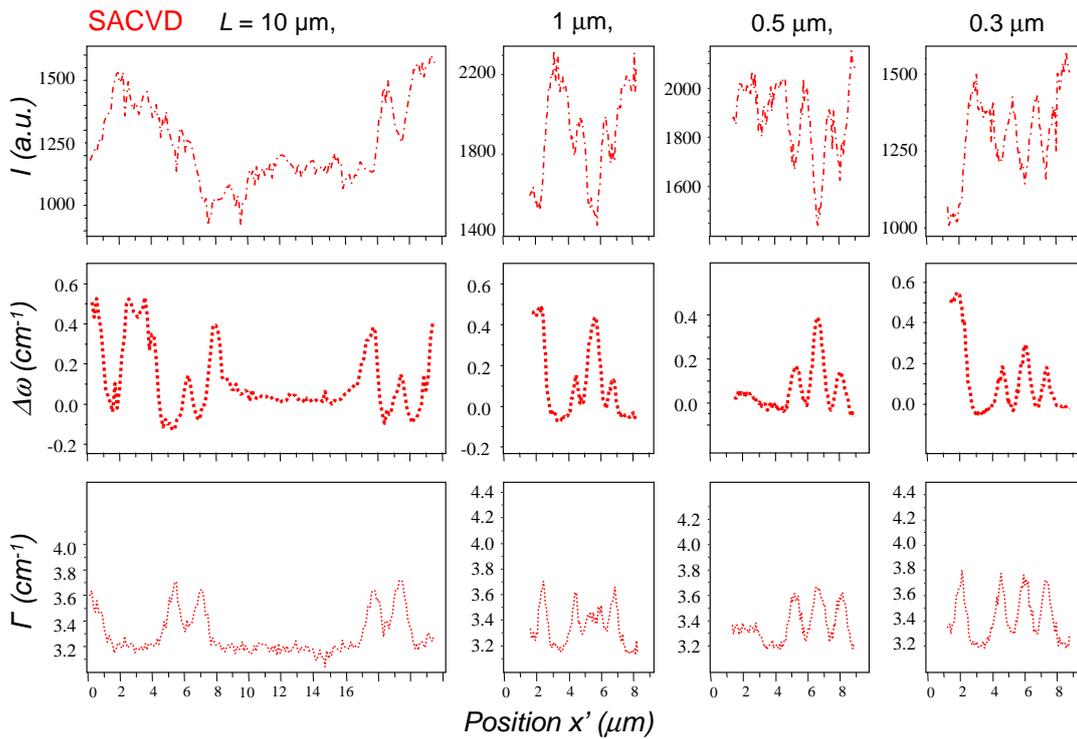


FIG. 3.13: *Profils expérimentaux en intensité I , en fréquence $\underline{\Delta\omega}$ et en largeur Γ pour le procédé SACVD.*

Profils en fréquence Les décalages en fréquence $\underline{\Delta\omega}$ (cm^{-1}) sont tracés selon \mathbf{x}' (μm).

Les profils expérimentaux montrent des décalages en fréquence $\underline{\Delta\omega}$ positifs dans les lignes actives, ce qui correspond à un état de compression. Pour les lignes les plus larges, on observe des états non contraints au centre des lignes ($\underline{\Delta\omega} \simeq 0$) que l'on attribue à la relaxation dans le silicium. La distance critique de relaxation est environ $2 \mu\text{m}$. Les décalages en fréquence deviennent légèrement négatifs lorsque l'on sonde à travers les STI, ce qui indique que le silicium sous-jacent est légèrement tendu. Ces caractéristiques générales ont déjà été observées et discutées[95, 113].

Les profils sont comparables pour les deux procédés. Pour une largeur de ligne L donnée, $\underline{\Delta\omega}$ est plus important pour le procédé HDP, ce qui indique que les niveaux de contraintes générés par le procédé standard sont supérieurs à ceux dus au procédé SACVD. La baisse d'amplitude en $\underline{\Delta\omega}$ occasionnée par le procédé SACVD est approximativement de 50%. Une interprétation quantitative de ces résultats nécessite de recourir à la modélisation (méthode inverse).

Profils en largeur Les variations de largeur se produisent essentiellement aux interfaces Si/SiO₂ : l'effet prépondérant provient de la variation brusque de fréquence¹ intégrée sur le volume sondé[113] : la résolution latérale étant plus grande que l'étendue spatiale de cette variation de fréquence, on observe un élargissement du spectre expérimental. Cet élargissement donne une estimation indirecte de la résolution latérale : on observe par exemple les 2 interfaces de la ligne active de largeur $L = 1 \mu\text{m}$, ce qui n'est plus le cas pour $L \leq 0,5 \mu\text{m}$. La résolution spatiale b atteinte dans cette configuration UV (objectif $\times 40$, $ON = 0,5$) est comprise entre : $0,5 < b < 1 \mu\text{m}$.

Simulations mécaniques

Les modélisations mécaniques de tranchées d'isolation, qu'elles soient analytiques[95, 96] ou numériques[102, 41], reposent sur des hypothèses plus ou moins fortes. Une première comparaison est effectuée entre les solutions analytiques et numériques à ce problème, de manière à valider la formulation du problème par éléments finis. Nous montrons ensuite que les hypothèses faites pour la résolution analytique du problème sont trop fortes, et que l'utilisation d'un modèle numérique est plus appropriée à l'analyse quantitative des contraintes générées par les STI.

De manière générale, les modélisations mécaniques sont effectuées dans \mathcal{R}' , pour des raisons de symétries. Les déformations induites par les STI doivent être purement élastiques pour éviter de créer des défauts structuraux dans les dispositifs. On se place donc dans le cadre de l'élasticité linéaire introduite au premier chapitre. Le but de cette étude est d'obtenir des valeurs de contraintes précises à partir de fits entre modélisation et expérience. Un certain nombre de paramètres peuvent être ajustés : nous ferons l'hypothèse que les déformations thermiques sont prépondérantes parmi les différentes contributions des étapes d'élaboration à la déformation finale (*i* les déformations résiduelles (viscoélastiques) dues à l'oxydation thermique, *ii* les déformations thermiques dues aux différences de coefficient d'expansion thermique entre le silicium et l'oxyde SiO₂ durant les cycles de température, et *iii* les déformations intrinsèques liées aux dépôts d'oxyde CVD).

Par conséquent, la déformation finale est calculée à partir du seul terme thermo-élastique (*ii*) :

$$\epsilon' = \int_{T_i}^{T_f} \Delta\alpha(T) dT \quad (3.17)$$

L'étude se compose comme suit :

Premièrement, un modèle analytique concernant une inclusion parallélépipédique soumise à une variation de température dans un substrat est présenté. Cette solution est ensuite comparée à une solution numérique obtenue par la méthode des éléments finis. Des améliorations dans la description des propriétés des matériaux pour le modèle « éléments finis » sont également réalisées et les résultats sont à leur tour comparés aux précédents.

¹due majoritairement à la variation de contrainte, mais en partie aussi au changement de polarisation à l'interface

Modèle analytique d'une inclusion parallélépipédique soumise à une variation de température ΔT Hu[96] a fourni des solutions analytiques dans le cas d'une inclusion parallélépipédique dans un espace semi-infini ($z \leq 0$). Ceci s'applique à une large variété de problèmes thermo-mécaniques connus sous le nom d'inclusions thermiques. Une inclusion thermique est une région qui possède des propriétés thermiques différentes de celles du substrat environnant. Il existe en particulier une différence de coefficients d'expansion thermique $\Delta\alpha$ entre l'inclusion et le substrat. Le système est ensuite soumis à une variation de température ΔT depuis un état initial non contraint. Pour analyser les champs de contrainte autour de l'inclusion thermique rectangulaire, Hu a calculé les composantes de contrainte sous certaines hypothèses : les coefficients d'expansion thermique sont indépendants de la température ; les propriétés élastiques de l'inclusion et du substrat environnant sont les mêmes, et ces propriétés sont isotropes.

Les solutions 2D qui vérifient la condition de déformation plane ($\epsilon'_{yy} = 0$) conviennent aux structures formées par des lignes actives longues ($W = 60 \mu\text{m}$) entourées de STI. On peut en effet considérer que le plan de symétrie ($z'x'$) perpendiculaire aux lignes satisfait cette condition. Les bords de l'inclusion sont situés en x'_1, x'_2 et z'_1, z'_2 . Les composantes de contrainte sont de la forme :

$$\sigma'_{xx} = 4BG \sum_i \sum_k (-1)^{i+k} \left(\tan^{-1} \left(\frac{\bar{z}'_k}{\bar{x}'_i} \right) - 3 \tan^{-1} \left(\frac{\hat{z}'_k}{\bar{x}'_i} \right) - 2\bar{x}'_i z (\hat{z}'_k{}^2 + \bar{x}'_i{}^2)^{-1} \right) \quad (3.18)$$

$$\sigma'_{zz} = 4BG \sum_i \sum_k (-1)^{i+k} \left(\tan^{-1} \left(\frac{\bar{x}'_i}{\bar{z}'_k} \right) + \tan^{-1} \left(\frac{\bar{x}'_i}{\hat{z}'_k} \right) + 2\bar{x}'_i z (\hat{z}'_k{}^2 + \bar{x}'_i{}^2)^{-1} \right) \quad (3.19)$$

$$\sigma'_{zx} = 2BG \sum_i \sum_k (-1)^{i+k} \left(\ln(\bar{z}'_k{}^2 + \bar{x}'_i{}^2) - \ln(\hat{z}'_k{}^2 + \bar{x}'_i{}^2) - 4\hat{z}'_k z (\hat{z}'_k{}^2 + \bar{x}'_i{}^2)^{-1} \right) \quad (3.20)$$

$$\sigma'_{yy} = \nu(\sigma'_{zz} + \sigma'_{xx}) = 16BG\nu \sum_i \sum_k (-1)^{i+k} \tan^{-1} \left(\frac{\bar{x}'_i}{\hat{z}'_k} \right) \quad (3.21)$$

où $B = \Delta\alpha\Delta T \frac{1+\nu}{4\pi(1-\nu)}$ et $G = \frac{E}{2(1+\nu)}$ est le module de rigidité. Les coordonnées réduites sont définies par :

$$\bar{x}'_i = x' - x'_i, \quad i = 1, 2$$

$$\bar{z}'_k = -z' - z'_k, \quad k = 1, 2$$

$$\hat{z}'_k = -z' + z'_k, \quad k = 1, 2$$

Dans la théorie linéaire de l'élasticité, les champs de contrainte (induits par différentes tranchées par exemple) s'additionnent composante par composante. En considérant les symétries des structures que l'on étudie, nous avons donc calculé les champs de contrainte issus de trois tranchées pour $\Delta\alpha = \alpha_{\text{SiO}_2} - \alpha_{\text{Si}} = 0,5 \cdot 10^{-6} - 2,5 \cdot 10^{-6} = -2 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, $\Delta T = 700 \text{ K}$ et $E_{\text{Si}} = E_{\text{SiO}_2} = 135 \text{ GPa}$, $\nu_{\text{Si}} = \nu_{\text{SiO}_2} = 0,28$. Ces résultats, ainsi que ceux provenant des simulations numériques, sont montrés et comparés à la figure 3.14.

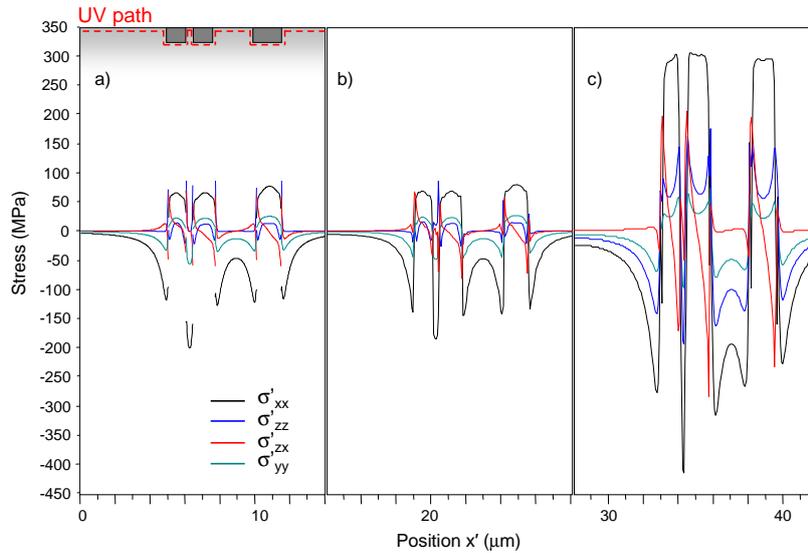


FIG. 3.14: Composantes de contrainte issues de 3 modèles : a) Modèle analytique de Hu et b) Modèle par éléments finis utilisant $E_{Si} = E_{SiO_2} = 135$ GPa, $\nu_{Si} = \nu_{SiO_2} = 0,28$ et $\Delta\alpha = -2 \cdot 10^{-6} K^{-1}$. c) Modèle par éléments finis utilisant une description améliorée (Si anisotrope et $\Delta\alpha = f(T)$, $E_{SiO_2} = 80$ GPa et $\nu_{SiO_2} = 0,17$).

Modélisation par la méthode des éléments finis La modélisation par la méthode des éléments finis est effectuée sur le logiciel ANSYS MultiPhysics. Un maillage 2D du plan de symétrie ($z'x'$) perpendiculaire aux lignes est réalisé. Les limites sont situées en $0, X_m$ selon \mathbf{x}' et $0, Z_m$ selon \mathbf{z}' . Les éléments utilisés¹ possèdent 4 nœuds à 2 degrés de liberté (déplacements dans le plan ($x'z'$)). Les interfaces sont maillées avec des éléments plus petits. Les conditions aux limites sont les suivantes : $\mathbf{u}(x' = 0) = 0$, $\mathbf{u}(z' = Z_m) = 0$ et $\frac{\partial \mathbf{u}}{\partial x'} \Big|_{x'=X_m} = 0$ (conditions mixtes de NEUMANN-DIRICHLET). Des simulations isotropes et anisotropes du tenseur de déformation $\bar{\epsilon}'$ en condition de déformation plane sont réalisées. Sur la figure 3.14, les résultats sont extraits le long d'un chemin préférentiel, dénommé « UV path », qui correspond approximativement à la profondeur de pénétration de la lumière UV dans le silicium. Ce choix est discuté et justifié dans la suite (paragraphe 3.3.3).

Solutions isotropes En tout premier lieu, les calculs ont été effectués en utilisant les mêmes paramètres que ceux utilisés dans le modèle analytique ($E_{Si} = E_{SiO_2} = 135$ GPa, $\nu_{Si} = \nu_{SiO_2} = 0.28$ et $\Delta T = 700$ K), de manière à comparer les deux solutions (figure 3.14 a) et b)).

¹PLANE182 (élasticité isotrope) et PLANE183 (élasticité anisotrope).

Les composantes de contrainte issues des deux modèles présentent qualitativement et quantitativement la même évolution suivant « UV path ». Malgré des conditions aux limites (CL) pour les deux modèles qui ne sont pas identiques, les résultats diffèrent de 8% seulement. Cette différence existe en particulier pour la composante σ'_{xx} .

Il est donc démontré que le modèle numérique est parfaitement valide si l'on prend soin d'utiliser la différence de coefficients de dilatation thermique $\Delta\alpha$ relativement au substrat de silicium ($\alpha_{\text{Si}} = 0 \text{ K}^{-1}$ et $\alpha_{\text{SiO}_2} = -2 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) plutôt que les valeurs absolues de ces coefficients. Ceci est dû à la formulation du problème.

Il est néanmoins nécessaire de modifier le paramétrage de ces deux modèles, puisqu'il est évident que :

- 1) les propriétés élastiques du silicium et de la silice ne sont pas identiques,
- 2) les propriétés élastiques du silicium ne sont pas isotropes.

Nous utiliserons donc la méthode des éléments finis pour élaborer un modèle plus représentatif des structures réelles.

Solutions anisotropes Les matériaux sont maintenant décrits comme suit :

Les constantes d'élasticité S'_{ij} du silicium sont utilisées. Celles-ci sont exprimées dans \mathcal{R}' à partir des valeurs mesurées dans \mathcal{R} :

$$\begin{aligned} S'_{11} = S'_{22} &= \frac{1}{4}(2 S_{11} + 2 S_{12} + S_{44}) = 5,945 \cdot 10^{-6} \text{ MPa}^{-1} \\ S'_{33} = S_{11} &= 7,68 \cdot 10^{-6} \text{ MPa}^{-1} \\ S'_{44} &= 2(S_{11} - S_{12}) = 19,64 \cdot 10^{-6} \text{ MPa}^{-1} \\ S'_{55} = S'_{66} = S_{44} &= 12,7 \cdot 10^{-6} \text{ MPa}^{-1} \\ S'_{13} = S'_{23} = S_{12} &= -2,14 \cdot 10^{-6} \text{ MPa}^{-1} \\ S'_{12} &= \frac{1}{4}(2 S_{11} + 2 S_{12} - S_{44}) = -0,405 \cdot 10^{-6} \text{ MPa}^{-1}. \end{aligned}$$

Les autres composantes sont nulles et le tenseur est symétrique. La dépendance en température de ces constantes est faible[67, 68] et n'est donc pas prise en compte.

La dépendance en température du coefficient d'expansion thermique du silicium est également prise en compte. Les valeurs mesurées par Okada[114] sont soustraites à $\alpha_{\text{SiO}_2} = 0,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, de sorte que $\alpha_{\text{Si}} = 0 \text{ K}^{-1}$ comme il a été montré précédemment, ce qui se traduit par : $\Delta\alpha = f(T)$

Les valeurs du module d'Young et du coefficient de Poisson de la silice sont maintenant $E_{\text{SiO}_2} = 80 \text{ GPa}$ et $\nu_{\text{SiO}_2} = 0,17$.

Il apparaît que les contraintes issues de ce modèle anisotrope (figure 3.14 c)) sont différentes des précédentes à la fois par leur distribution et leurs valeurs (absolues) très supérieures : on observe notamment une variation caractéristique de la contrainte aux interfaces qui n'existait pas dans les premiers modèles. En outre, σ'_{yy} et σ'_{zz} sont relativement différents du cas isotrope.

Nous utiliserons ce modèle anisotrope, plus proche des échantillons réels, pour prédire les valeurs de contrainte. Il faut ensuite calculer les décalages en fréquence Raman $\underline{\Delta\omega}(\bar{\epsilon})$ correspondants.

Calcul du décalage en fréquence $\Delta\omega_{\text{calc}}$

Nous utilisons le logiciel de traitement mathématique SciLab pour calculer les valeurs propres et les vecteurs propres à partir des composantes de déformation issues du modèle anisotrope précédent. Le traitement inclut le calcul des intensités relatives pour obtenir $\underline{\Delta\omega}_{\text{calc}}$, et le profil est convolué par une gaussienne $\underline{\Delta\omega}_{\text{calc}} = \underline{\Delta\omega} \exp\left(\frac{-2(x'-x'_0)^2}{b^2}\right)$ qui représente la taille latérale b de la sonde. La profondeur de pénétration est plus difficile à estimer. En effet, si l'intensité décroît exponentiellement avec la profondeur dans le silicium, les phénomènes optiques qui se produisent aux interfaces avec les STI sont plus compliqués à calculer. L'oxyde est pratiquement transparent et son indice de réfraction est très différent de celui du silicium. Les rayons lumineux focalisés par un objectif relativement ouvert n'ont donc plus la même direction d'incidence dans le silicium. Des réflexions parasites peuvent également se produire. La figure 3.15 schématise ces phénomènes.

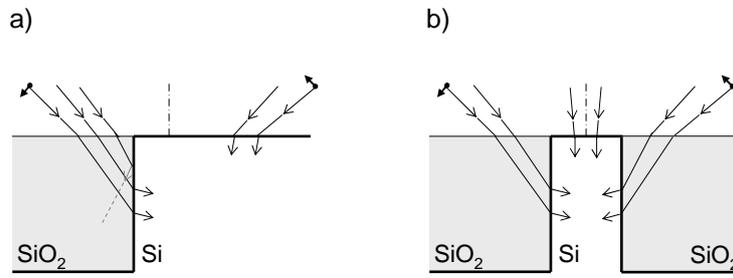


FIG. 3.15: *Changement d'incidence de la lumière et réflexions parasites à l'interface SiO_2/Si (STI/ligne active) pour un objectif de grande ouverture : a) cas d'une seule interface b) cas de deux interfaces représentatif des structures de petites dimensions.*

Cette situation de rétrodiffusion non idéale peut avoir des conséquences importantes notamment en ce qui concerne les polarisations incidentes et diffusées aux interfaces. En particulier, \mathbf{e}_i et \mathbf{e}_d ne sont plus polarisés selon $[100]$ et $[010]$, et ceci est d'autant plus important pour des lignes de petites dimensions. La proportion de lumière changeant d'incidence devient en effet prépondérante pour des lignes de largeur $L \leq \frac{b}{2} \simeq 0,4 \mu\text{m}$. Ceci peut introduire des variations significatives dans les fréquences mesurées, et nous faisons par conséquent des considérations qualitatives en ce qui concerne les polarisations et la profondeur de pénétration. Nous utilisons dans un premier temps un chemin moyen, noté « UV path » (représentant une profondeur de pénétration moyenne) selon lequel nous extrayons les valeurs de déformations utilisées pour le calcul de $\underline{\Delta\omega}_{\text{calc}}$. Nous qualifions de rétrodiffusion idéale et non idéale les situations qui peuvent affecter les polarisations. La figure 3.16 montre les profils d'intensités relatives, de valeurs propres et de décalage en fréquence correspondant à un profil de déformations extrait selon UV path ($L = 10 \mu\text{m}$).

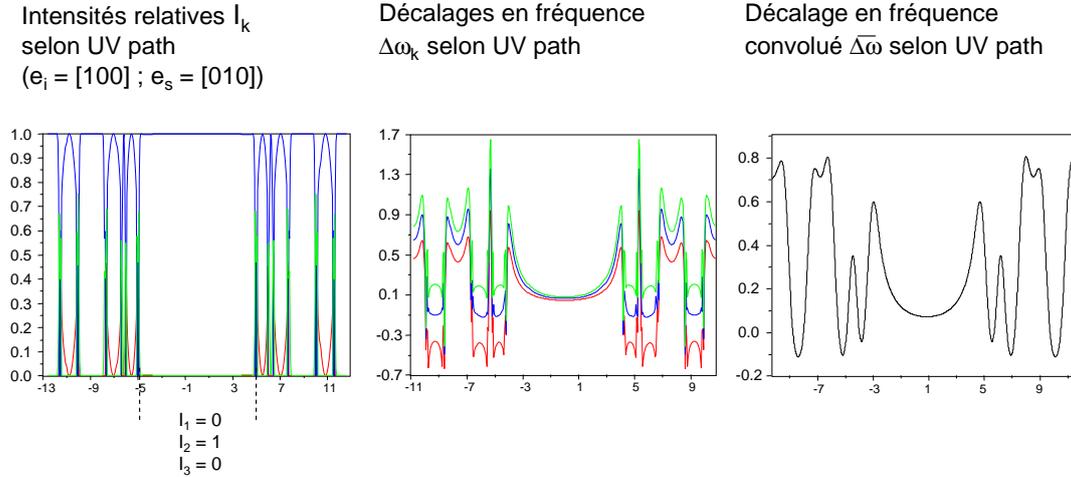


FIG. 3.16: Intensités relatives, $\Delta\omega_k$ (\equiv valeurs propres), et décalage Raman $\underline{\Delta\omega}$ calculés à partir d'un profil de déformations extrait selon UV path $L = 10 \mu\text{m}$.

Les profils simulés de cette façon sont présentés et comparés aux profils expérimentaux dans la suite.

Résultats simulés et comparaison (méthode inverse)

Les profils simulés (traits pleins) obtenus pour chaque procédé et pour les 4 lignes actives sont rassemblés aux figures 3.17 et 3.18. Les profils expérimentaux (traits pleins) correspondants sont superposés aux profils simulés.

La charge thermique ΔT du modèle mécanique est utilisée pour ajuster le décalage Raman calculé sur le décalage Raman expérimental. Cet ajustement est d'abord réalisé sur la ligne active de plus grande largeur ($L = 10 \mu\text{m}$), puisque c'est la structure qui se prête le mieux, en terme de résolution latérale, aux expériences Raman. C'est par ailleurs l'expérience qui offre le plus grand nombre de points de mesure pour valider le modèle mécanique.

Un simple dimensionnement géométrique de ce modèle est ensuite effectué pour les lignes de petites largeurs, en conservant le paramètre ΔT . En comparant les profils issus de ce modèle réadapté aux petites dimensions, et les profils Raman expérimentaux, il apparaît qu'un excellent accord est conservé. Le modèle phénoménologique que l'on a établi montre donc des capacités prédictives pour le comportement mécanique des lignes de petites dimensions.

En outre, ΔT ne diffère que de 8% de la rampe thermique réellement imposée dans le procédé HDP de référence, ce qui est un bon argument en faveur de la prédominance

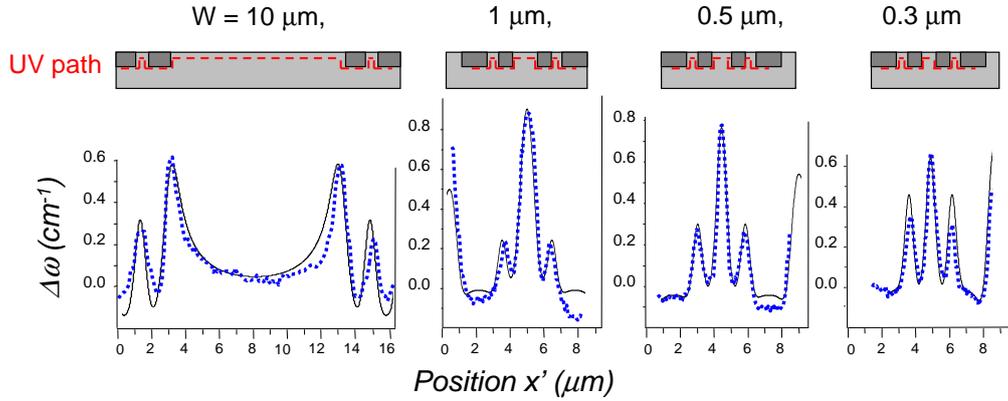


FIG. 3.17: Profils simulés (traits pleins) et expérimentaux (traits pointillés) $\Delta\omega$ pour le procédé HDP. Les profils Raman simulés sont issus des simulations mécaniques à $T = 600$ K en tenant compte des paramètres instrumentaux ($\mathbf{e}_i = [001]$, excepté pour la ligne de largeur $L = 0,3 \mu\text{m}$: $\mathbf{e}_i = \frac{1}{\sqrt{2}}[101]$).

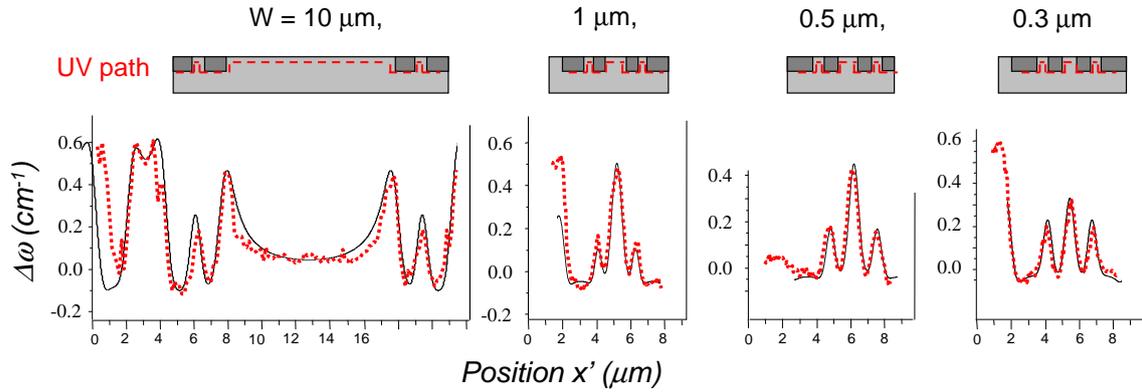


FIG. 3.18: Profils simulés (traits pleins) et expérimentaux (traits pointillés) $\Delta\omega$ pour le procédé SACVD. Les profils Raman simulés sont issus des simulations mécaniques à $T = 350$ K en tenant compte des paramètres instrumentaux ($\mathbf{e}_i = [001]$, excepté pour la ligne de largeur $L = 0,3 \mu\text{m}$: $\mathbf{e}_i = \frac{1}{\sqrt{2}}[101]$).

de la contrainte thermique dans la contrainte totale. L'hypothèse faite au paragraphe 3.3.3 est donc vérifiée.

Afin d'obtenir ces profils simulés, 2 cas ont été étudiés : le cas de rétrodiffusion idéale dans les lignes actives, et le cas de rétrodiffusion non idéale à proximité des STI.

Rétrodiffusion idéale Comme nous l'avons vu au premier chapitre (paragraphe 1.1.5), les intensités relatives dépendent des polarisations de la lumière incidente et diffusée (règles de sélection). À partir des conditions expérimentales, les polarisations attendues sont : $\mathbf{e}_i = [100]$ et $\mathbf{e}_d = [010]$. Dans ce cas, le calcul montre que I_1 et I_2 sont pratiquement nulles dans la ligne active, tandis que $I_3 \sim 1$, correspondant aux vecteurs propres $\mathbf{v}_1^{(\epsilon)} = \frac{1}{\sqrt{2}}[1\bar{1}0]$, $\mathbf{v}_2^{(\epsilon)} = \frac{1}{\sqrt{2}}[110]$ et $\mathbf{v}_3^{(\epsilon)} = [00\bar{1}]$.

Ceci n'est plus vrai sous les STI en particulier, (cf figure 3.16). Les vecteurs propres et les intensités relatives varient fortement dans ces régions essentiellement à cause du cisaillement (les courbes de contraintes correspondantes sont présentées au paragraphe 3.3.3). Ceci explique en partie les variations de fréquence qui sont visibles aux interfaces.

Cependant, des désaccords aux interfaces entre profils en fréquence Raman mesurés et simulés demeurent lorsque l'on utilise $\mathbf{e}_i^{\text{idéal}} = [100]$, indépendamment du cisaillement. Cette situation est décrite par la rétrodiffusion non idéale.

Rétrodiffusion non idéale Ces désaccords peuvent être expliqués comme suit : La géométrie des échantillons combinée aux différences d'indices de réfraction change la polarisation incidente aux interfaces avec les STI $\mathbf{e}_i \neq [100]$ essentiellement pour les rayons marginaux du faisceau focalisé. La lumière incidente entre par les interfaces des lignes actives, selon une direction qui n'est plus $[001]$, mais approximativement $[100]$. Par conséquent, des variations significatives de la fréquence peuvent se produire. La lumière diffusée est analysée selon $\mathbf{e}_{d,\text{analyse}} = [010]$ après collection. Il n'y a donc pas lieu de corriger la polarisation de cette lumière.

Aux interfaces, la polarisation de la lumière incidente est proche de $\mathbf{e}_i^{\text{non idéal}} \simeq [001]$ (ou $[00\bar{1}]$) à cause de l'indice de réfraction élevé du silicium. Les intensités relatives correspondantes sont maintenant $I_1 \approx I_2 \approx 0,5$ and $I_3 \approx 0$. Une combinaison de polarisations de la lumière incidente doit donc être utilisée pour simuler les profils Raman en fréquence¹. Comme nous l'avons souligné, la part de lumière incidente pour laquelle $\mathbf{e}_i^{\text{non idéal}} \simeq [001]$ devient plus importante pour des lignes de petites dimensions ($L = 0,3 \mu\text{m}$), ce qui se traduit par des désaccords dans le profil Raman simulé même au centre de la ligne. La proportion des intensités relatives peut devenir dans ce cas-là : $I_1 \approx I_2 \approx 0,25$ et $I_3 \approx 0,5$.

Inversément, il est possible d'utiliser une polarisation artificielle « moyenne » qui correspond à cette proportion : on utilisera par exemple $\mathbf{e}_i = \frac{1}{\sqrt{2}}[101] = \frac{\mathbf{e}_i^{\text{idéal}} + \mathbf{e}_i^{\text{non idéal}}}{\|\mathbf{e}_i^{\text{idéal}} + \mathbf{e}_i^{\text{non idéal}}\|}$ pour simuler le profil Raman en fréquence au centre des lignes de petites dimensions.

En résumé, les meilleurs *fit* sont obtenus en utilisant les paramètres instrumentaux suivants : $b = 0,8 \pm 0,1 \mu\text{m}$, ce qui diffère de la valeur théorique : $b_{th} = \frac{1,22 \lambda}{2ON} \simeq 0,44 \mu\text{m}$. $\mathbf{e}_d = [010]$, et, comme il a été discuté, $\mathbf{e}_i^{\text{idéal}} = [100]$ avec $\mathbf{e}_i^{\text{non idéal}} = [001]$ aux

¹Il faut en toute rigueur intégrer sur l'angle solide de collection : le calcul[59] montre que l'on peut se contenter d'effectuer certaines approximations

interfaces, excepté pour les très petites lignes ($L = 0,3 \mu\text{m}$) pour lesquelles on utilise $\mathbf{e}_i = \frac{1}{\sqrt{2}}[101]$.

Résolution latérale

La résolution latérale b peut être améliorée en utilisant un objectif à plus grande ouverture numérique ON . Un objectif UV de grandissement $\times 100$ et d'ouverture numérique $ON = 0,9$ a pu être utilisé¹ pour refaire ces profils. Le gain en résolution latérale est mis en évidence pour les lignes de largeur $L \leq 0,5 \mu\text{m}$. La figure 3.19 présente les profils expérimentaux en fréquence et en largeur comparés pour les 2 objectifs, ainsi que les profils en fréquence simulés correspondants.

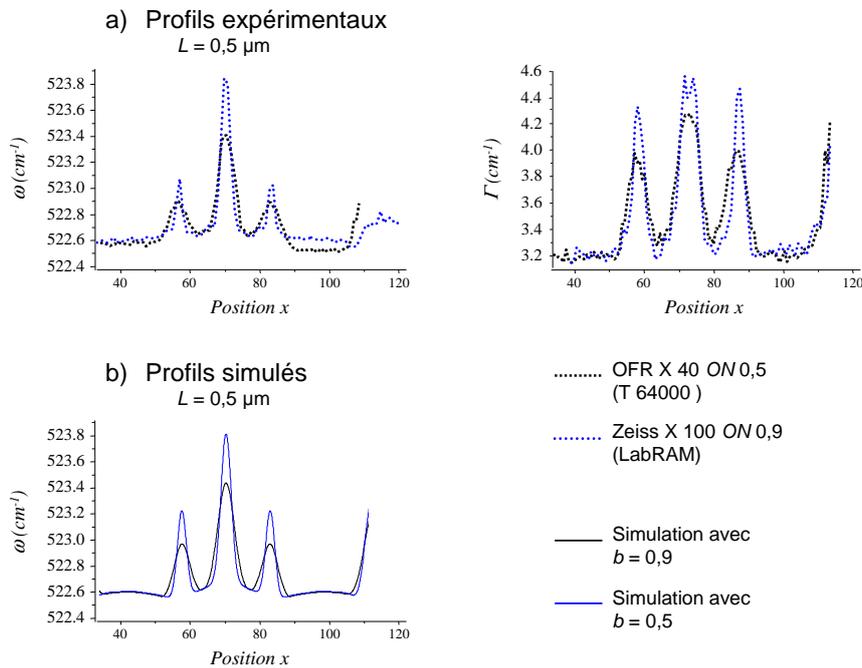


FIG. 3.19: a) Profils en fréquence et en largeur expérimentaux réalisés pour deux objectifs de grandissement et d'ouverture numérique différents. b) Profils en fréquence simulés correspondants.

Les profils en largeur montrent que l'objectif Zeiss résout quasiment les deux interfaces de la ligne $L = 0,5 \mu\text{m}$, contrairement à l'objectif OFR utilisé précédemment.

La résolution latérale est inversement proportionnelle à l'ouverture numérique : cette évolution est parfaitement reproduite puisque les valeurs de b utilisées pour simuler les profils en fréquence sont respectivement $b_{\text{Zeiss}} = 0,5$ et $b_{\text{OFR}} = 0,9$, ce qui

$$\text{donne : } \frac{b_{\text{Zeiss}}}{b_{\text{OFR}}} = \frac{ON_{\text{OFR}}}{ON_{\text{Zeiss}}}.$$

¹Zeiss Ultrafluor, gracieusement prêté par la société Jobin-Yvon, n'est plus disponible commercialement.

L'accord est un peu moins bon au niveau du cerclage (*ring*), de part et d'autre de la ligne active, parce que les dimensions du cerclage sont plus petites ($L_c = 0,3 \mu\text{m}$) et que, par conséquent, une proportion plus importante de lumière entre par les côtés des lignes de cerclage. Cet écart à l'idéalité peut être simulé en utilisant des polarisations incidentes différentes au niveau du cerclage (cf paragraphe 3.3.3).

Il apparaît que la résolution latérale n'est pas meilleure dans l'UV que dans le visible (cf paragraphe 2.2.2) : la qualité des objectifs UV reste inférieure à celle des objectifs visible. Par conséquent, le seul gain important apporté par l'UV concerne la profondeur de pénétration.

Profils de contrainte issus des simulations

Les courbes de contraintes issues des simulations selon UVpath sont présentées, pour chaque procédé, aux figures 3.20 et 3.21. Les valeurs des composantes σ'_{xx} , σ'_{yy} , σ'_{zz} et σ'_{xy} sont estimées en chaque nœud du maillage, c'est à dire dans le plan ($x'z'$) : ces cartographies ne sont pas présentées dans un souci de clarté.

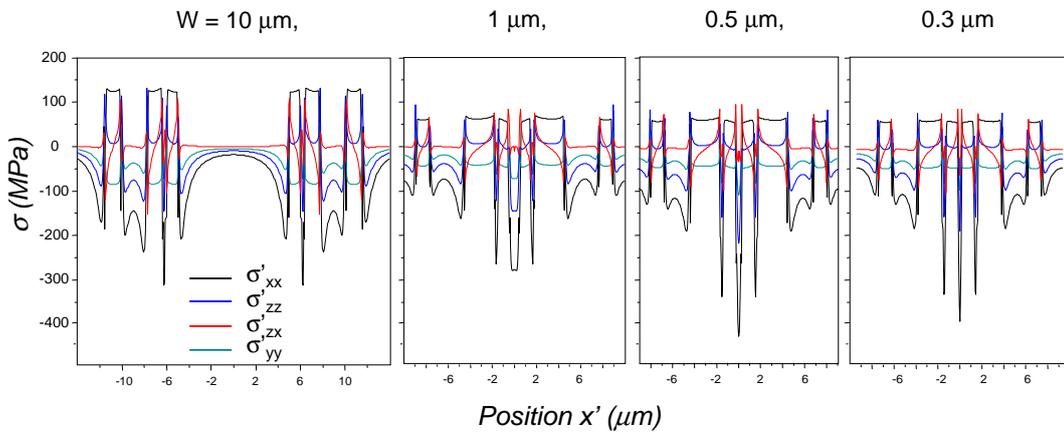


FIG. 3.20: Composantes de contrainte dans R' selon « UV path » pour le procédé HDP.

Interprétations Pour l'industrie microélectronique, la valeur de contrainte la plus pertinente est σ'_{xx} en particulier au milieu de la ligne active. Si l'on fait l'hypothèse habituelle de contrainte uniaxiale selon x' , il est facile de calculer σ'_{xx} analytiquement :

$$\sigma'_{xx} = -434.3 \underline{\Delta\omega} \quad (3.22a)$$

$$\sigma'_{xx} = -497.9 \underline{\Delta\omega} \quad (3.22b)$$

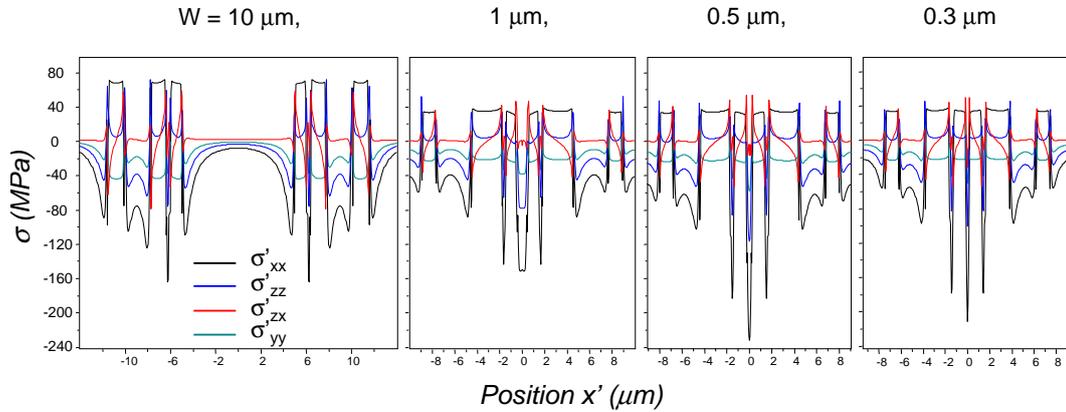


FIG. 3.21: Composantes de contrainte dans R' selon « UV path » pour le procédé SACVD.

en utilisant $\mathbf{e}_d = [010]$, et respectivement $\mathbf{e}_i = [100]$ (eq. 3.22a) et $\mathbf{e}_i = \frac{1}{\sqrt{2}}[101]$ (eq. 3.22b).

Les valeurs de contrainte issues des simulations et celles issues de l'hypothèse de contrainte uniaxiale (entre parenthèses) sont : pour le procédé HDP et pour $L = 10, 1, 0, 5$ et $0, 3 \mu\text{m}$ respectivement : $\sigma'_{xx} = -20 (-20), -280 (-370), -430 (-580)$ et $-390 (-525)$ MPa; pour le procédé SACVD et pour $L = 10, 1, 0, 5$ et $0, 3 \mu\text{m}$ respectivement : $\sigma'_{xx} = -10 (-15), -150 (-220), -230 (-330)$ et $-210 (-305)$ MPa. La précision de ces mesures est de l'ordre de ± 30 MPa. Cette précision est estimée en partie d'après les tests de reproductibilité des expériences Raman, et en partie d'après l'erreur commise sur les paramètres des modélisations. Les valeurs de contrainte issues de l'hypothèse de contrainte uniaxiale ont également été corrigées de l'expansion latérale du faisceau laser focalisé. Ces valeurs sont 40% supérieures (en absolu) aux valeurs de contrainte issues des simulations, ce qui est une approximation correcte mais insuffisante pour prédire le gain apporté aux propriétés électroniques du transistor.

Il est également démontré que le procédé SACVD réduit de 50% la compression dans la ligne active par rapport au procédé standard HDP. Par ailleurs, on peut montrer que les variations de contrainte ne sont pas monotones en L . En effet, à partir du travail expérimental et des simulations, un maximum pour $|\sigma'_{xx}|$ est observé pour $L \simeq 0,5 \mu\text{m}$, quel que soit le procédé. Des simulations mécaniques complémentaires, pour différentes largeurs L , ont permis de confirmer cette observation (figure 3.22).

Les distributions de contrainte pour σ'_{xx} dans le plan ($x'z'$) sont également présentées à la figure 3.22 pour $L = 1, 0, 5$ et $0, 1 \mu\text{m}$. Une zone de tension est observée[95, 102] près du coin supérieur de la ligne active pour σ'_{xx} . Par conséquent, l'état de compression au milieu de la ligne disparaît progressivement pour $L < 0,5 \mu\text{m}$.

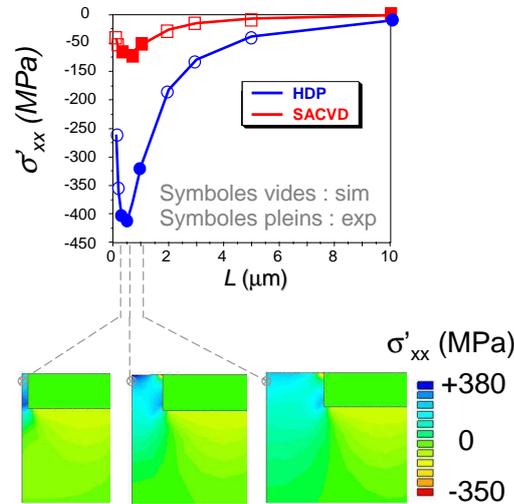


FIG. 3.22: Composante σ'_{xx} aux centres des lignes en fonction de la largeur L des lignes. Les cartographies σ'_{xx} sont également présentées pour une demi-ligne : a) $L = 0, 1 \mu\text{m}$, b) $L = 0,5 \mu\text{m}$ et c) $L = 1 \mu\text{m}$.

Transfert et application industriels À partir de ces travaux, différentes nuances de dépôt SACVD ont été analysées en terme de contrainte, sous forme de plan d'expérience. Les mesures ont été effectuées chez l'équipementier Jobin-Yvon. 25 profils ont été réalisés au total, pour évaluer l'impact de certains paramètres sur la contrainte générée. L'influence de la température de recuit et de la hauteur de marche après CMP ont été étudiés en particulier. La figure 3.23 présente de manière synthétique ces résultats.

Le dépouillement des résultats est encore discuté. Il apparaît que la hauteur de marche¹ est un paramètre très influent sur les états de contrainte dans le substrat. Celle-ci peut en effet inverser le signe de la contrainte. Pour des transistors $n\text{MOS}$, le cas favorable induit par le procédé correspond à la hauteur de marche h_2 (ligne active en tension). La température de recuit est également un paramètre important pour la contrainte. Il apparaît qu'une température plus élevée permet, par densification de l'oxyde, d'induire une tension plus forte dans le silicium environnant. Ceci se traduit soit par une diminution de la compression, soit par une augmentation de la tension (par rapport au recuit de plus basse température), selon la hauteur de marche considérée. D'autres paramètres, tels que l'orientation du substrat² ou les procédés de gravure, interviennent également.

¹différence de hauteur entre le substrat et le STI après CMP

²Les technologues utilisent aujourd'hui des substrats « tournés », sur lesquels les dispositifs sont orientés selon les axes du cristal [100] et [010], pour augmenter la mobilité des porteurs.

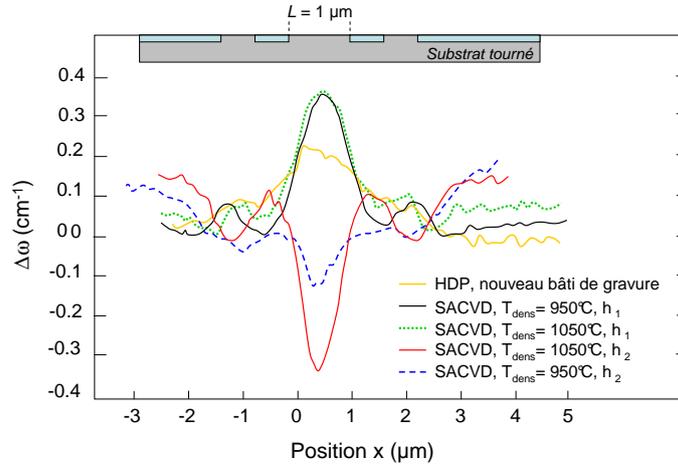


FIG. 3.23: Résultats obtenus sur des lignes de largeur $L = 1 \mu\text{m}$ pour différents paramètres du procédé SACVD et HDP.

Il s'avère que le nombre de paramètres qui ont varié d'une expérience à l'autre est trop important pour dégager des conclusions définitives. Des mesures complémentaires sur d'autres lots d'échantillons sont en cours. Une étude plus approfondie, modélisant les effets de la hauteur de marche en particulier, peut être nécessaire pour valider l'ensemble des paramètres liés au procédé.

Comparaison qualitative avec les résultats électriques

Enfin, le lien a été fait qualitativement avec les mesures électriques effectuées sur ces mêmes échantillons[109]. Le meilleur courant source-drain I_d pour le $n\text{MOS}$ est obtenu pour le procédé SACVD, ce qui est en bon accord avec la baisse de compression observée dans le canal (ligne active). Nos mesures de contraintes peuvent être utilisées pour calculer la mobilité relative[115] :

$$\delta\mu_{ij} = \mu_0 \sum_{kl} \pi_{ijkl} \sigma_{kl} \quad (3.23)$$

où $\frac{\delta\mu}{\mu_0}$ est le changement de mobilité relative induit par les contraintes, et π est le tenseur de piézorésistance. Seules 3 composantes sont non nulles pour les cristaux cubiques. Les valeurs des coefficients de piézorésistance sont difficiles à mesurer. On peut néanmoins utiliser, pour des dispositifs $n\text{MOS}$ faiblement dopés[115] : $\Pi_{11} = 1020 \cdot 10^{-6} (\text{MPa})^{-1}$ $\Pi_{12} = -534 \cdot 10^{-6} (\text{MPa})^{-1}$ $\Pi_{44} = 136 \cdot 10^{-6} (\text{MPa})^{-1}$

I_{on} se calcule ensuite selon :

$$\Delta V_g = -\Delta V_t + \frac{I_d}{Gm} \cdot \frac{\delta\mu}{\mu_0} \quad (3.24)$$

où Gm est la transconductance, ΔV_g et ΔV_t les variations de potentiel de grille et de seuil respectivement. On peut tracer ΔV_g en fonction de $\frac{I_d}{Gm}$ pour extraire $\frac{\delta\mu}{\mu_0}$ et la comparer à la variation de mobilité relative calculée à l'équation 3.23.

Cette caractéristique électrique n'a malheureusement pas été tracée à la référence[109], et l'on ne peut que conclure qualitativement.

3.4 Conclusion

Après avoir identifié l'origine et la nature des contraintes dans les dispositifs micro-électroniques que nous étudions, nous avons commencé par une étude sur les bicouches SiO₂/Si pour mettre en place notre méthode de mesure de contrainte par spectroscopie Raman. Il a été montré que ces échantillons étaient trop faiblement contraints pour effectuer des mesures significatives par spectroscopie (tomographie) Raman.

Les contraintes générées dans les lignes par les structures d'isolation STI ont ensuite été étudiées en combinant les mesures par spectroscopie Raman et les simulations mécaniques (méthode inverse). Les phénomènes optiques dus à la configuration expérimentale ont été évalués et pris en compte. L'ajustement des profils simulés aux profils expérimentaux a permis d'obtenir des valeurs de contrainte précises. Il a été confirmé que les contraintes sont essentiellement d'origine thermique. Le modèle phénoménologique a permis de simuler l'ensemble des profils expérimentaux par simple dimensionnement géométrique. Une extrapolation de ce modèle aux dimensions plus petites ($L \leq 0,3 \mu\text{m}$) montre que la contrainte (au centre des lignes actives) passe par un extremum pour $L \simeq 0,5 \mu\text{m}$. Dans le cadre d'une application industrielle, une étude systématique a débuté. L'accord qualitatif entre nos mesures de contrainte et les mesures électriques réalisées sur ce même lot est excellent.

Le couplage des techniques de spectroscopie Raman et de simulation mécanique est donc une solution satisfaisante pour la mesure de contrainte dans des dispositifs microélectroniques submicroniques.

Chapitre 4

Extension à 3D : cartographie et tomographie Raman — Étude de SiGe

Sommaire

4.1	Caractérisations des échantillons DTI (<i>Deep Trench Insulator</i>)	98
4.1.1	Introduction et définition du problème	98
4.1.2	Expériences de cartographie et tomographie Raman	99
4.1.3	Résultats Raman en rétrodiffusion ($\bar{1}10$)	100
4.1.4	Résultats Raman en rétrodiffusion (001)	111
4.2	Application Si / SiGe	113
4.2.1	Description de l'alliage $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$	113
4.2.2	Diffusion Raman dans les alliages $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$	116
4.2.3	Effet des déformations sur les fréquences Raman des modes Si-Si, Si-Ge et Ge-Ge.	118
4.2.4	Première étude : couches Si épitaxiées sur SiGe.	119
4.2.5	Seconde étude : hétérostructures STI/SiGe.	125
4.3	Conclusion	129

LE développement de nouvelles structures est un enjeu important de la microélectronique aujourd'hui. Il faut donc envisager de caractériser dans les 3 dimensions, de manière non destructive dans la mesure du possible, les dispositifs. Dans une première partie, ce chapitre étend le champ de mesure de la spectroscopie Raman à la cartographie et à la tomographie. Une structure DTI utilisée dans la conception de transistors BiCMOS est étudiée. Les résultats sont interprétés par l'intermédiaire de la méthode inverse développée au chapitre 3.

Une seconde partie est consacrée au cas des alliages SiGe. Dans le cadre de la mesure de contraintes dans ces alliages, des caractérisations par spectroscopie Raman de pseudo-substrat et d'hétérostructures sont présentées et discutées.

4.1 Caractérisations des échantillons DTI (*Deep Trench Insulator*)

4.1.1 Introduction et définition du problème

Les structures DTI (Deep Trench Insulator)[116] sont principalement utilisées dans les technologies du bipolaire (BiCMOS), pour isoler les transistors les uns par rapport aux autres. Ce sont des tranchées « profondes » comme l'indique l'acronyme anglais qui requièrent des étapes de fabrication supplémentaires par rapport aux structures STI étudiées précédemment. Les premières étapes, c'est à dire la gravure, l'oxydation thermique et le dépôt CVD d'oxyde, sont semblables aux précédentes. D'autres étapes de dépôt et de gravure interviennent. Un noyau de silicium polycristallin est formé par dépôt CVD, puis des structures de type STI sont gravées par dessus. La figure 4.1 décrit schématiquement ces différentes étapes de fabrication.

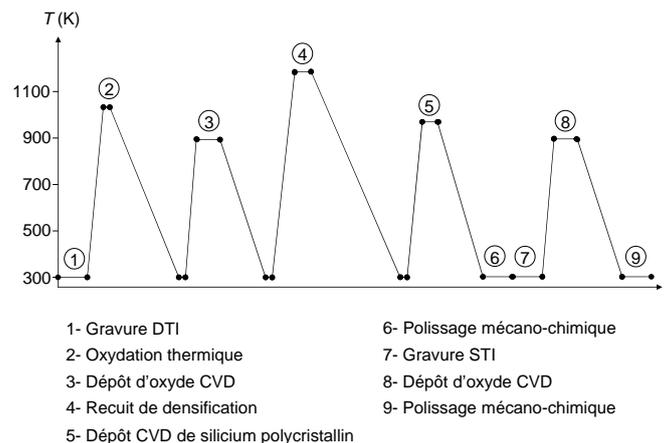


FIG. 4.1: Les principales étapes d'élaboration des DTI.

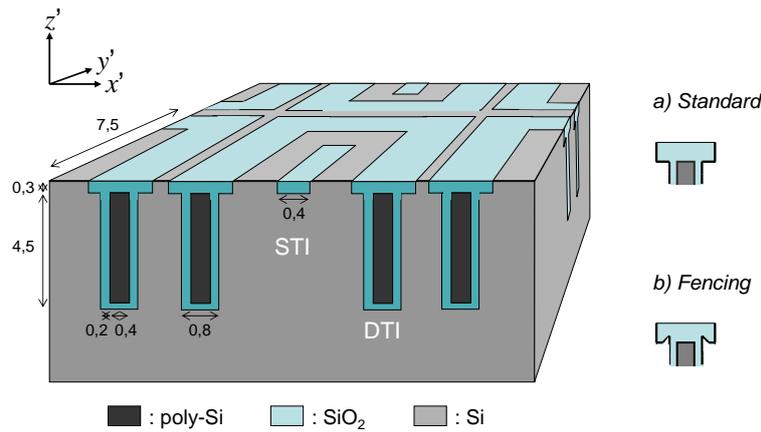


FIG. 4.2: Schéma des tranchées profondes DTI : a) Procédé standard, b) procédé « fencing ». Les dimensions sont indiquées en μm .

Les contraintes induites par les DTI peuvent générer des dislocations dans le silicium[1] (cf introduction générale). Le procédé standard est actuellement bien maîtrisé, et les structures que nous étudions sont dépourvues de défauts.

L'objectif principal de cette étude est de révéler la distribution de contraintes induites par les tranchées profondes dans le silicium. La cartographie Raman polarisée est employée à cet effet[92]. La tomographie est également mise en œuvre, en tant que méthode alternative à la préparation FIB.

Un certain nombre de modifications géométriques peuvent réduire les contraintes induites par les DTI[117] : dans ce cadre, nous étudions l'impact d'un procédé, dénommé *fencing*, pour la réduction des contraintes autour de la partie supérieure des DTI.

Les structures DTI standard et *fencing* sont schématisées à la figure 4.2.

4.1.2 Expériences de cartographie et tomographie Raman

Des cartographies Raman, comprenant environ 3000 points de mesure, sont réalisées premièrement en rétrodiffusion ($\bar{1}10$) sur des échantillons clivés ($\mathbf{y}'(\mathbf{x}'\mathbf{z}')\bar{\mathbf{y}}'$ et $\mathbf{y}'(\mathbf{z}'\mathbf{z}')\bar{\mathbf{y}}'$: extinction), puis en rétrodiffusion (001) ($\mathbf{z}(\mathbf{x}\mathbf{y})\bar{\mathbf{z}}$). Une lame demi-onde est utilisée de manière à imposer les conditions de rétrodiffusion souhaitées. Le pas mécanique utilisé est $0,2 \times 0,2 \mu\text{m}$.

Le même protocole que précédemment est utilisé : un spectre Raman est enregistré en chaque point d'une cartographie, puis *fitté* pour déterminer la fréquence ω , l'intensité I et la largeur Γ de la raie Raman du silicium. Le mode simple du spectromètre est utilisé de manière à réduire le temps d'acquisition au maximum[91]. Le décalage en fréquence $\underline{\Delta\omega}$ est mesuré par rapport à un échantillon de référence non contraint (fréquence ω_0). Une image de base correspondant aux variations en fréquence d'une raie plasma du laser est également soustraite aux $\underline{\Delta\omega}$, lorsque cela est approprié (cf

paragraphe 2.2.3). Dans cette étude, les mesures sont réalisées en tomographie pour cinq longueurs d'onde excitatrice : 363 nm, 454 nm, 488 nm, 514 nm et 647 nm.

La puissance du laser est de l'ordre de 5 à 10 mW, de manière à minimiser l'échauffement des échantillons.

4.1.3 Résultats Raman en rétrodiffusion ($\bar{1}10$)

Les cartographies Raman en intensité, en fréquence et en largeur obtenues en rétrodiffusion ($\bar{1}10$) (bord clivé) sont présentées aux figures 4.3 ($\mathbf{y}'(\mathbf{x}'\mathbf{z}')\bar{\mathbf{y}}'$, 4 longueurs d'onde excitatrices) et 4.4 ($\mathbf{y}'(\mathbf{z}'\mathbf{z}')\bar{\mathbf{y}}'$, 3 longueurs d'onde excitatrices).

Spectro-tomographie Raman

a) Résultats en intensité I Examinons premièrement les cartographies en intensité I en polarisations croisées¹ (figure 4.3). Les structures apparaissent clairement sur ces cartographies : l'oxyde est artificiellement révélé parce qu'il constitue un excellent guide d'onde pour la lumière ; le silicium adjacent est sondé à travers l'oxyde sur une grande profondeur (selon \mathbf{y}'), ce qui provoque l'observation de maxima en intensité dans les zones d'oxyde. Le coefficient d'absorption macroscopique du silicium polycristallin est différent de celui du monocristal, ce qui permet également de distinguer ces deux matériaux. Le commentaire le plus important que l'on peut faire concerne la cartographie effectuée dans le rouge à 647 nm. On a vu que la profondeur de pénétration dans le silicium variait considérablement en fonction de la longueur d'onde, et que celle-ci pouvait atteindre plusieurs microns pour les plus grandes longueurs d'onde : nous démontrons expérimentalement que ce phénomène permet de sonder des structures tridimensionnelles, par l'observation du fond des boîtes d'isolation dans le rouge (647 nm). La tomographie de la structure est réalisée de manière non destructive par la spectroscopie Raman.

D'autres contrastes en intensité sont visibles sur les cartographies, les uns ponctuels (repérés par des flèches en dessous des tranchées, correspondant vraisemblablement à des poussières, éventuellement à des défauts), les autres étendus (régions de faibles intensités entre les tranchées, en particulier pour les cartographies à 454 et 488 nm). Ces derniers disparaissent progressivement en augmentant la longueur d'onde : ce résultat suggère que ces contrastes sont dus aux effets du clivage (apparition de contraintes de cisaillement par exemple).

L'aspect déformé des tranchées sur la cartographie à 454 nm provient d'une dérive mécanique lors de l'expérience.

L'examen à la figure 4.4 des cartographies en intensité I en polarisations parallèles (configuration d'extinction en rétrodiffusion idéale pour le cristal non déformé) montre que le signal provenant du substrat est considérablement diminué ($\sim 80\%$ d'extinction). L'extinction n'est cependant pas totale parce que le cristal est déformé et parce que la rétrodiffusion n'est pas idéale (objectif d'ouverture numérique $ON = 0,9$).

¹Cette configuration d'observation correspond à la sélection du phonon $k = 3$ en rétrodiffusion idéale dans le cristal non déformé.

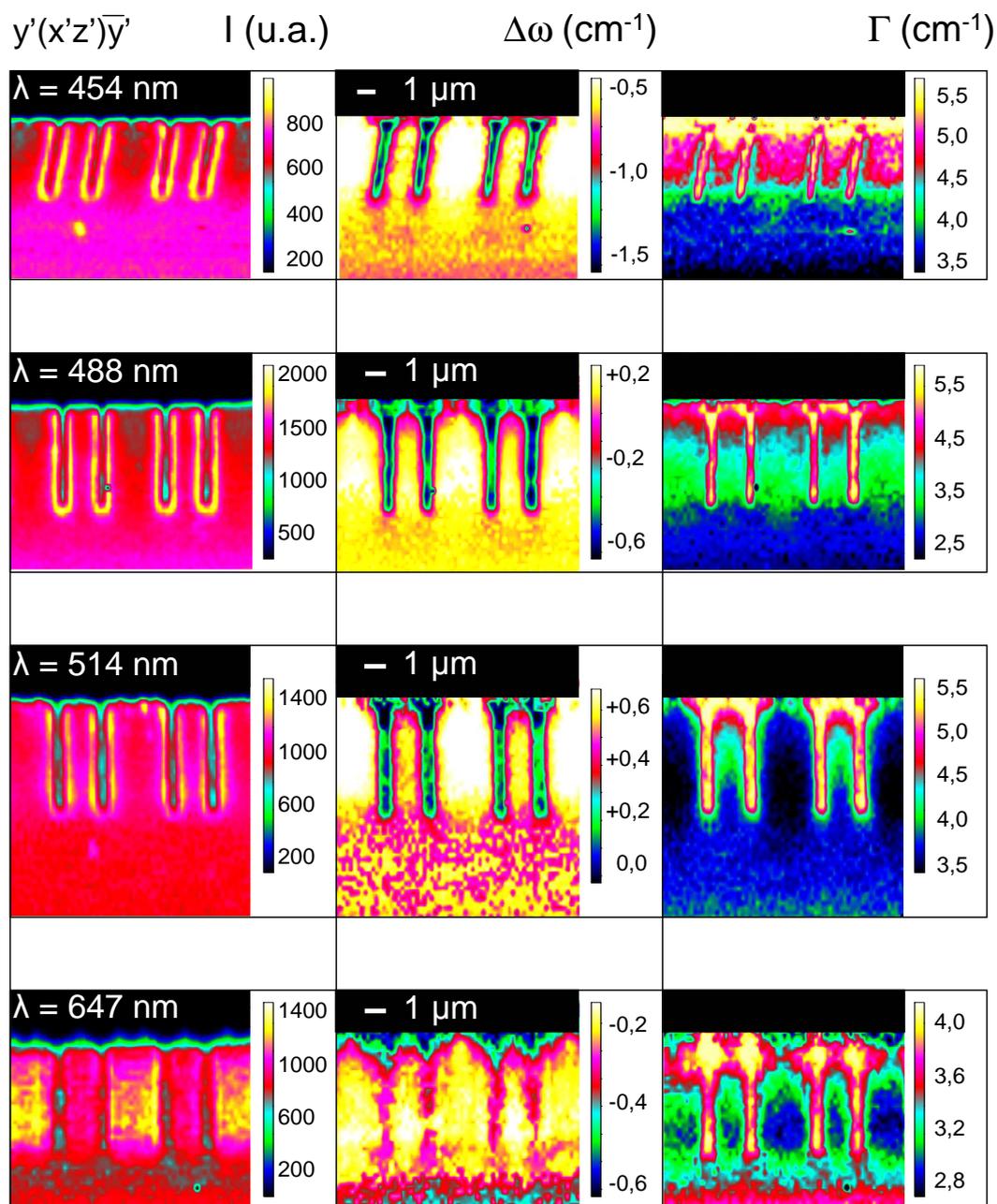


FIG. 4.3: Cartographies Raman en intensité I , en fréquence $\Delta\omega$ et en largeur Γ pour une configuration $y'(x'z')\bar{y}'$ (allumage). Quatre longueurs d'onde excitatrices sont utilisées.

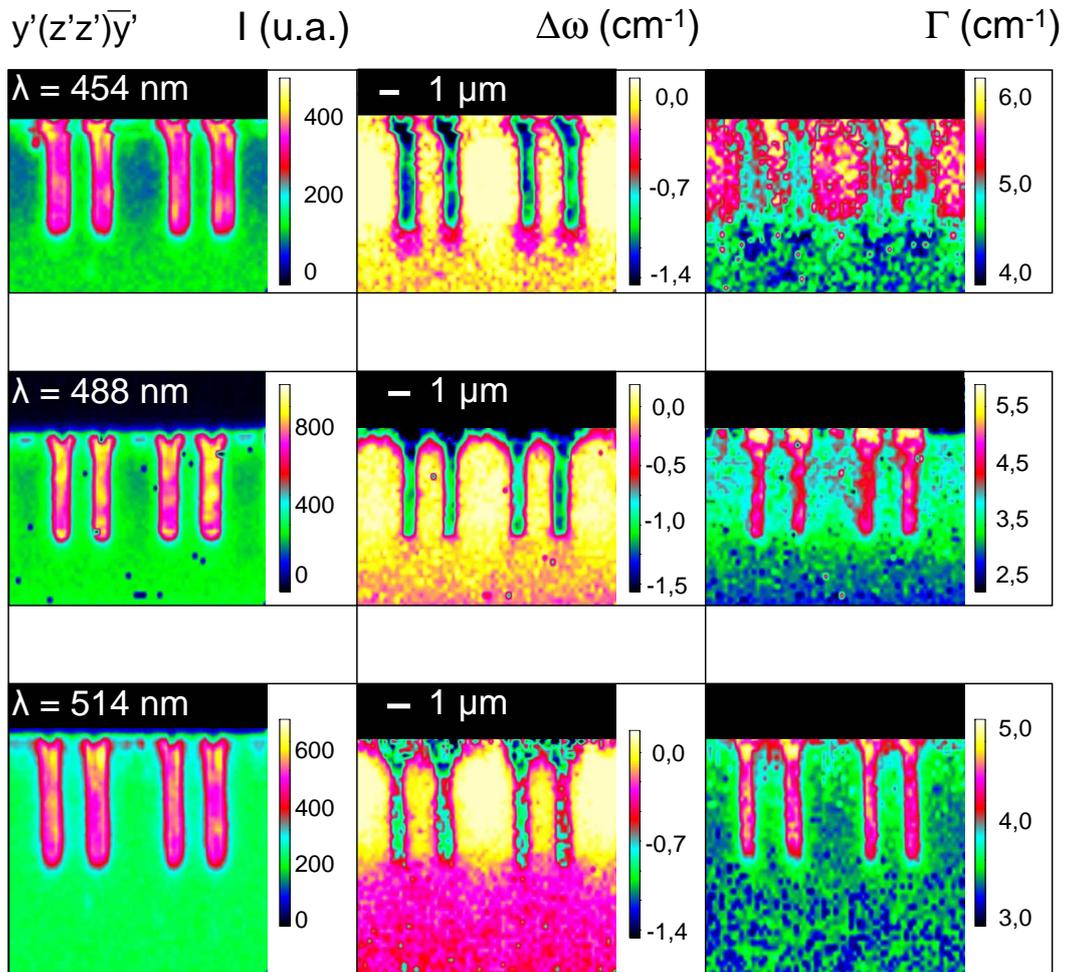


FIG. 4.4: Cartographies Raman en intensité I , en fréquence $\Delta\omega$ et en largeur Γ pour une configuration $y'(z'z')\bar{y}'$ (extinction). Trois longueurs d'onde excitatrices sont utilisées.

Là encore, des régions de faibles intensités sont visibles entre les tranchées. Celles-ci disparaissent également en augmentant la longueur d'onde.

Les points noirs visibles sur la cartographie à 488 nm correspondent à des coupures intempestives lors de l'acquisition.

b) Résultats en fréquence $\Delta\omega$ Les cartographies $\mathbf{y}'(\mathbf{x}' \mathbf{z}')\bar{\mathbf{y}}'$ (figure 4.3) montrent des variations de fréquence particulières en plusieurs endroits : entre les tranchées, un décalage en fréquence positif indique que cette zone est en compression. En dessous des tranchées, une distribution caractéristique ($\Delta\omega < 0$) en forme de « pont » est visible entre deux tranchées successives : cette zone est en tension. Cette observation est à rapprocher de l'exemple présenté dans l'introduction générale concernant les tranchées profondes (figure 1a). Les dislocations révélées sur ces premiers échantillons DTI sont distribuées de manière remarquablement similaire aux variations de fréquence mesurées ici (sur des échantillons dépourvus de défauts) : les champs de contraintes susceptibles de générer ces dislocations sont donc observés ici.

Les variations de fréquence diminuent à mesure que l'on augmente la longueur d'onde : cet effet est attribué au moyennage dans le volume diffusant. La cartographie à 647 nm est par conséquent moins « propre » que celles réalisées aux plus petites longueurs d'onde : le moyennage des champs de contrainte est très important dans le volume diffusant ; une déconvolution par tranches aux plus petites longueurs d'onde est impérative pour interpréter ces résultats. Le cadrage latéral (effectué manuellement) des images n'est cependant pas suffisamment précis pour traiter proprement cette cartographie. Les résultats en fréquence sont donc à comparer aux cartographies en fréquence simulées à partir des contraintes mécaniques moyennées sur la profondeur de pénétration (section 4.1.3 suivante).

Les cartographies $\mathbf{y}'(\mathbf{z}' \mathbf{z}')\bar{\mathbf{y}}'$ (figure 4.4) n'apportent pas d'informations supplémentaires. Elles confirment l'existence de distributions de contrainte particulières dans le substrat autour des tranchées DTI.

c) Résultats en largeur Γ Les cartographies en largeur révèlent en particulier le silicium polycristallin, dont la raie Raman est élargie par rapport au silicium monocristallin. Ces cartographies sont également sensibles aux champs de contraintes de plusieurs manières (cf paragraphe 3.3.3) :

- la levée de dégénérescence induite par un champ de contraintes non hydrostatique provoque un élargissement de la raie triplement dégénérée du silicium. Cet effet est toutefois relativement faible (de l'ordre de quelques centièmes de cm^{-1}).
- Les variations de contraintes locales convoluées par la taille de sonde élargissent macroscopiquement la raie¹. Cet élargissement est proportionnel au gradient de contraintes, et peut être important (de quelques dixièmes à quelques cm^{-1}).

L'examen de ces cartographies montre que les contrastes en largeur correspondent aux variations de fréquences observées sur les cartographies $\Delta\omega$. Dans le cadre des mesures de contraintes, ces élargissements sont cependant plus difficiles à interpréter, en particulier parce qu'ils perdent l'information sur le signe des contraintes.

Nous commenterons donc essentiellement les cartographies en fréquence.

¹C'est en réalité une multitude de raies « microscopiques » décalées en fréquence

Micro-usinage FIB

Par comparaison avec la technique de spectro-tomographie Raman, nous présentons des résultats obtenus sur les mêmes structures préparées par micro usinage FIB. Des

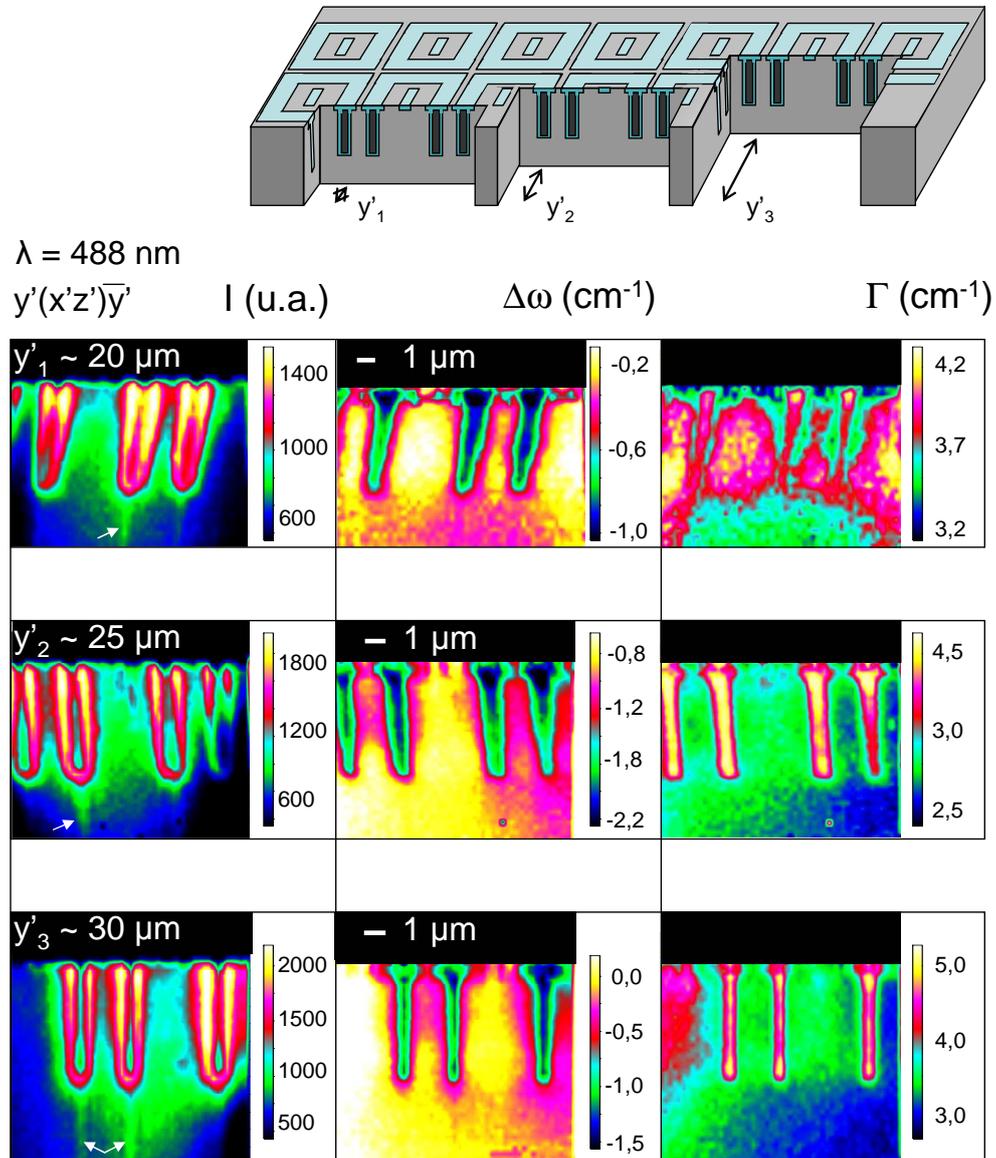


FIG. 4.5: Cartographies Raman en intensité I , en fréquence $\Delta\omega$ et en largeur Γ effectuées à 488 nm pour trois profondeurs différentes (usinage FIB).

ouvertures à différentes profondeurs selon \mathbf{y}' sont pratiquées dans les échantillons. L'objectif de ce protocole était de minimiser les effets du clivage en contrôlant la formation de la surface libre par abrasion.

Ces zones sont ensuite analysées par spectroscopie Raman. Les cartographies en intensité, en fréquence et en largeur sont présentées à la figure 4.5.

Les cartographies en intensité montrent des traînées résiduelles (flèches) occasionnées par l'usinage FIB (différences d'abrasion entre les matériaux). Nous observons que l'intensité du signal Raman diminue (par rapport aux cartographies réalisées sur bords clivés) : cette dégradation du signal est attribuée à l'amorphisation de surface générée par la préparation des échantillons. Des effets d'ombrage sur les côtés des cartographies sont également observés : ceci est simplement dû à la proximité des bords d'usinage.

Les cartographies en fréquence révèlent approximativement les mêmes distributions que les cartographies en fréquence réalisées sur bord clivé.

La qualité globale des cartographies réalisées sur coupes FIB est cependant moins bonne. La modification de l'état de surface est finalement non négligeable dans l'interprétation des résultats : la tomographie par micro-usinage FIB est donc provisoirement abandonnée au profit de la spectro-tomographie.

Simulations par la méthode des éléments finis et interprétations

Les simulations mécaniques sont réalisées sous ANSYS.

Comparaison qualitative Un premier modèle simple à 2 dimensions a été effectué de manière à comparer qualitativement les distributions de fréquences Raman aux distributions de contrainte.

Ce modèle satisfait l'hypothèse de contrainte plane, et les conditions aux limites sont de type NEUMANN-DIRICHLET : $\mathbf{u}(x' = 0) = 0$, $\mathbf{u}(z' = Z_m) = 0$ et $\frac{\partial \mathbf{u}}{\partial x'} \Big|_{x'=X_m} = 0$. Les sollicitations thermomécaniques sont représentées par une charge thermique correspondant au retour à température ambiante depuis une température de dépôt : $\Delta T = T_{\text{amb}} - T_{\text{dépôt}} = -700$ K, en supposant que la part de contrainte thermique contribuant à la contrainte finale est majoritaire. En ce qui concerne les propriétés des matériaux, le silicium et l'oxyde sont traités comme précédemment (paragraphe 3.3.3), et le silicium polycristallin est supposé isotrope et décrit par son module d'Young $E_{\text{poly-Si}} = 130$ GPa, et son coefficient de Poisson $\nu_{\text{poly-Si}} = 0,21$. Son coefficient de dilatation thermique, proche de celui du monocristal est assimilé comme tel : $\alpha_{\text{poly-Si}} \approx \alpha_{\text{Si}}$.

Les distributions de contraintes normales calculées par ce modèle montrent une forte similitude avec les distributions de fréquence Raman : la contribution la plus importante, σ'_{xx} est donnée à la figure 4.6 avec la cartographie en fréquence à $\lambda = 488$ nm. Les zones en tension (compression) correspondent parfaitement aux zones de décalage en fréquence négatif (positif). Les ordres de grandeur de contraintes obtenus par la relation σ (MPa) = $-435 \underline{\Delta\omega}$ (cm^{-1}) (cas de la contrainte uniaxiale) sont comparables

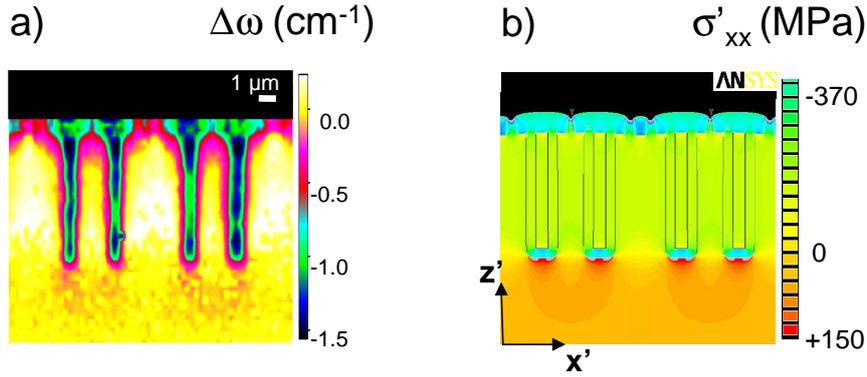


FIG. 4.6: a) Cartographie Raman en fréquence mesurée à $\lambda = 488 \text{ nm}$, et b) composantes de contrainte σ'_{xx} simulées.

à ceux obtenus par la simulation. Il faut néanmoins inclure les effets de la préparation des échantillons (clivage) dans une géométrie tridimensionnelle pour quantifier les états de contraintes mesurés par spectroscopie Raman[118].

Géométrie tridimensionnelle et effet du clivage des échantillons L'utilisation d'une géométrie tridimensionnelle se justifie de la manière suivante : les dimensions finies des structures DTI ne vérifient plus l'hypothèse de déformation plane. L'introduction d'une surface libre (correspondant au clivage) nécessite également ce type de géométrie. Les éléments¹ utilisés pour le maillage de la structure possèdent 4 nœuds et 3 degrés de liberté (déplacements selon \mathbf{x}' , \mathbf{y}' et \mathbf{z}') ; ils sont adaptés aux propriétés élastiques anisotropes.

Dans le cadre des résultats en tomographie, les résultats sont moyennés dans différents volumes représentant approximativement la profondeur de pénétration dans le silicium à la longueur d'onde de travail.

Les phénomènes optiques liés à la nature composite des structures sont difficiles à modéliser. Nous avons montré (chapitre 2) que les parois d'oxyde forment un guide d'onde pour la lumière : cet effet n'est pas pris en compte dans les modélisations.

Pour voir l'influence de la préparation de l'échantillon sur les états de contraintes, nous comparons les résultats des simulations mécaniques pour deux jeux de conditions aux limites différents, représentant respectivement le comportement mécanique des structures DTI avant clivage (*bulk*) et après clivage (introduction d'une surface libre). Ces conditions aux limites mixtes (NEUMANN-DIRICHLET) sont : $\mathbf{u}(x' = 0) = 0$, $\mathbf{u}(y' = Y_m) = 0$, $\mathbf{u}(z' = Z_m) = 0$ et $\frac{\partial \mathbf{u}}{\partial x'} \Big|_{x'=X_m} = 0$. La condition $\frac{\partial \mathbf{u}}{\partial y'} \Big|_{y'=0} = 0$ est ajoutée dans le cas des structures *bulk* (matériau « massif ») avant clivage. La charge

¹SOLID64

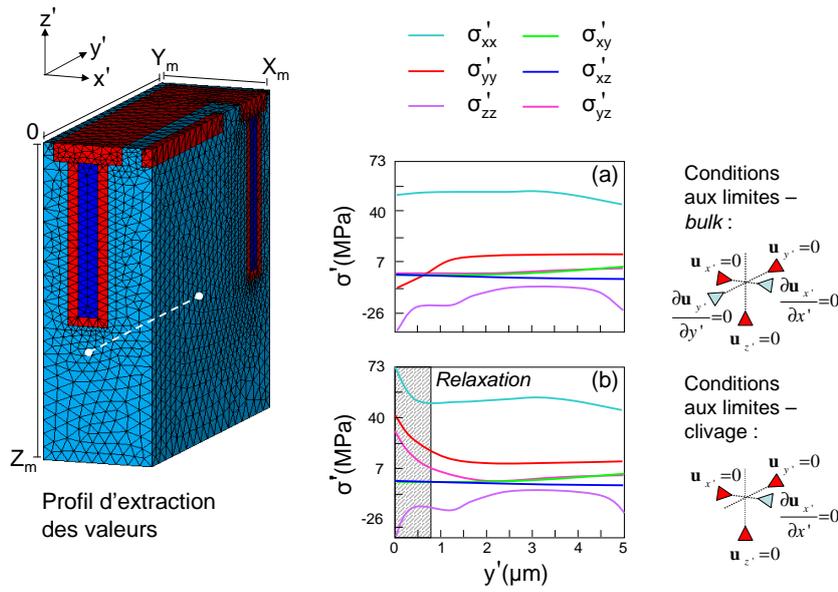


FIG. 4.7: Composantes de contrainte σ' extraites selon le profil matérialisé sur la structure maillée a) avant clivage et b) après clivage.

thermique est $\Delta T = -700$ K, ce qui correspond approximativement aux étapes de dépôt de l'oxyde et du silicium polycristallin).

Pour plus de lisibilité, les composantes de contraintes σ' sont extraites selon un chemin particulier suivant y' sous la tranchée (figure 4.7). Les profils correspondants montrent que les effets du clivage (relaxation) ont lieu pour une profondeur d_{cliv} de l'ordre de $1 \mu\text{m}$.

Un examen plus détaillé des cartographies 3D (non représentées) montre que les *distributions* de contrainte varient relativement peu avant et après clivage. Les principales variations sont les suivantes :

La contrainte σ'_{zz} initialement présente dans la partie supérieure des tranchées (oxyde) se relâche, et est en partie « transférée » à la nouvelle surface libre de la tranchée.

Dans le substrat, la contrainte normale à la surface libre σ'_{yy} augmente sensiblement (en tension) à proximité des interfaces tranchée/substrat après clivage, tandis qu'apparaissent aux mêmes endroits des termes de cisaillement σ'_{xy} et σ'_{yz} .

Résultats simulés et comparaison (méthode inverse)

Cartographies en fréquence simulées Les décalages Raman sont calculés à partir des déformations issues du modèle mécanique tridimensionnel : la charge thermique ΔT est à nouveau utilisée pour ajuster le décalage Raman calculé sur le décalage Raman expérimental (résultats $y'(\mathbf{x}' \mathbf{z}')\bar{y}'$). Les composantes de déformation sont moyennées sur le volume sondé (moyenne arithmétique dans un cylindre de « profondeur » d_p et de

rayon b en première approximation). Les décalages Raman expérimentaux et simulés sont comparés à la figure 4.8. Le code couleur a été modifié pour cette comparaison, et

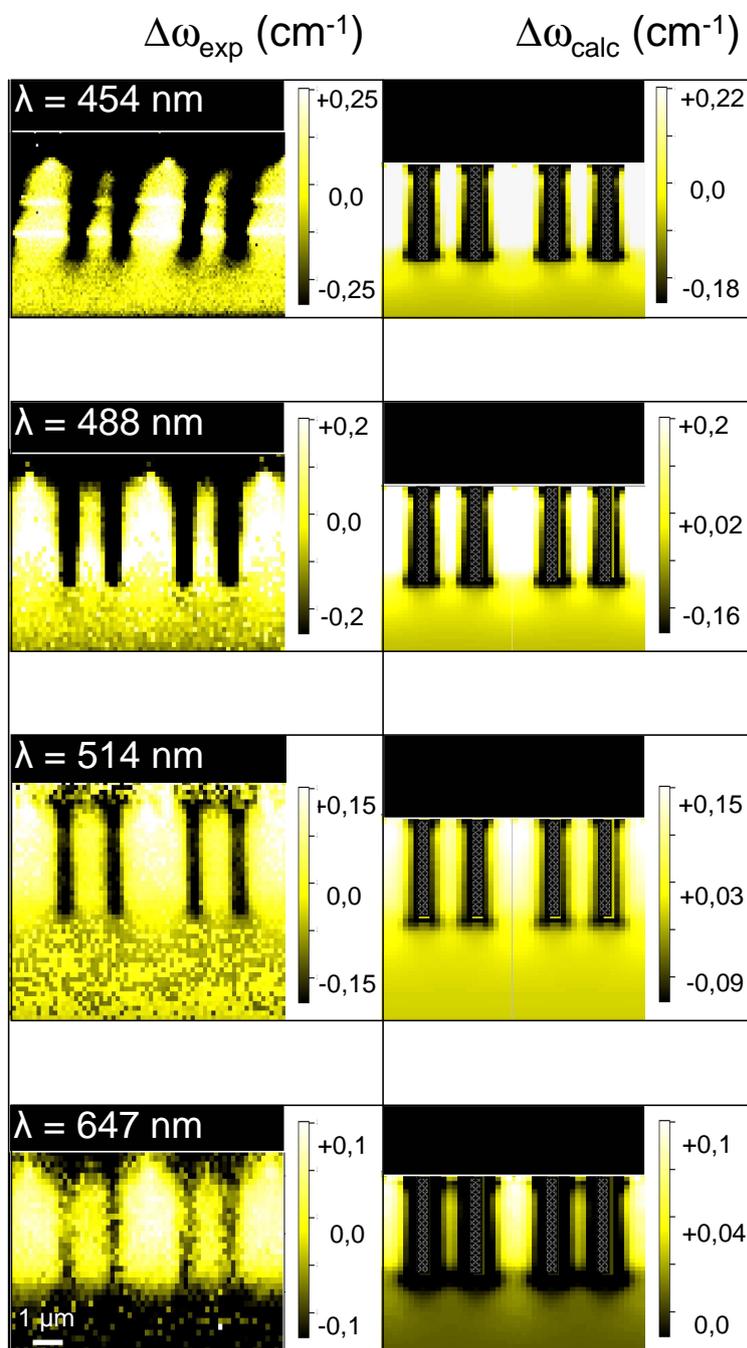


FIG. 4.8: Cartographies expérimentales et calculées à partir des simulations mécaniques.

l'échelle a été réduite de manière à observer les variations de fréquence du substrat uniquement. Il apparaît que les distributions en fréquence sur les cartographies sont très bien reproduites. On retrouve également le fait que les variations de fréquence diminuent à mesure que l'on augmente la longueur d'onde, et par conséquent, la profondeur de pénétration.

Le bon ordre de grandeur des décalages en fréquence calculés est obtenu pour une charge thermique $\Delta T \sim -1000$ K, ce qui est supérieur à la charge thermique réelle pour les dépôts. L'écart reste cependant faible ($< 20\%$), ce qui confirme la prépondérance des contraintes thermiques dans ces structures. Les contraintes sont déduites du modèle mécanique après cette étape de *fit*.

Cartographies de contrainte issues de la simulation mécanique Les résultats des simulations mécaniques après fit sont présentés à la figure 4.9.

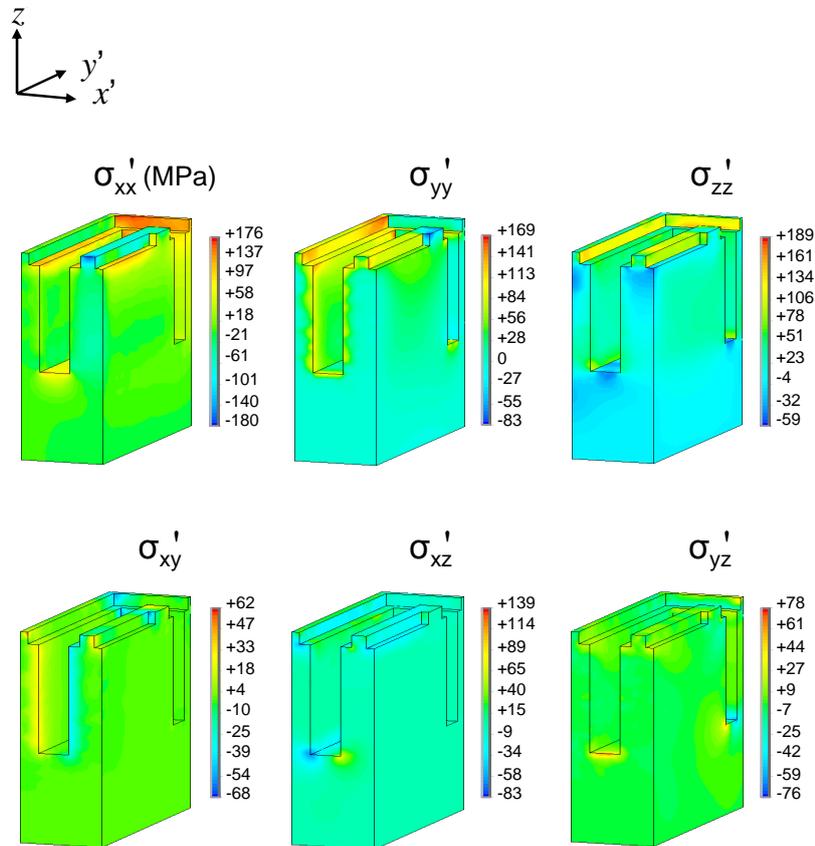


FIG. 4.9: *Cartographies 3D des contraintes issues des simulations mécaniques après fit. Les tranchées ont été retirées pour plus de clarté.*

Les contraintes normales σ'_{xx} , σ'_{yy} et σ'_{zz} sont prépondérantes dans la combinaison linéaire liant les décalages en fréquence Raman et les contraintes. On observe effectivement des similitudes entre les distributions de contraintes normales et les décalages en fréquence.

Les contraintes de cisaillement apparaissent aux coins et aux interfaces : le terme le plus important est σ'_{xz} .

Cartographies en bande passante

Une autre manière de traiter les résultats consiste à intégrer le spectre du silicium sur une bande passante relativement étroite ($4,3 \text{ cm}^{-1}$). Cette opération de découpage,

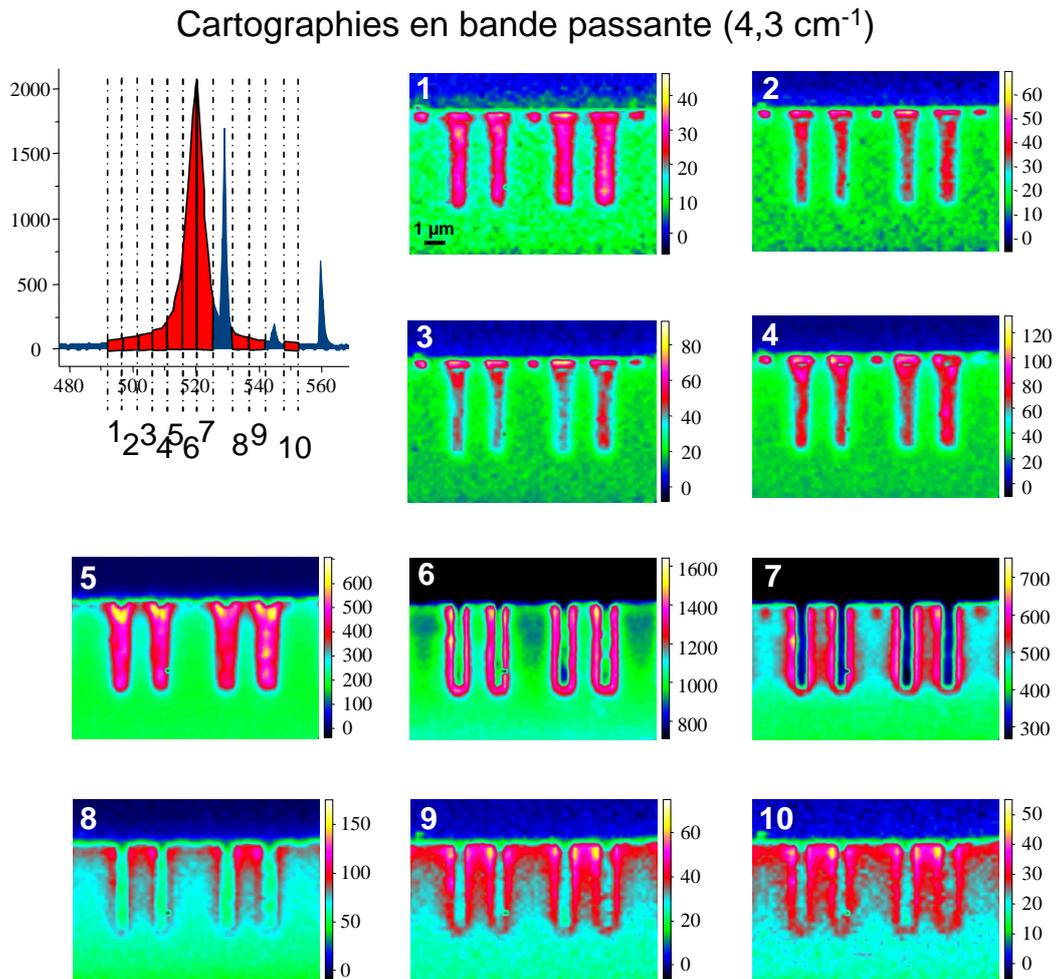


FIG. 4.10: Cartographies Raman en bande passante issues des données acquises à 488 nm en configuration $\mathbf{y}'(\mathbf{x}'\mathbf{z}')\bar{\mathbf{y}}'$. La largeur de bande est $4,3 \text{ cm}^{-1}$.

qui correspond au principe d'une imagerie globale extrêmement bien résolue, permet d'accéder en particulier aux contributions « basses » fréquences et « hautes » fréquences de la cartographie en exploitant le pied de raie des spectres (figure 4.10).

Les cartographies « basses » fréquences (1–5) permettent de distinguer les zones en tension : les STI en particulier mettent le silicium en tension et sont par conséquent bien visibles. Par ailleurs, l'oxyde SiO_2 contribue au spectre jusque environ 500 cm^{-1} , ce qui renforce l'observation de ces STI. Le silicium polycristallin possède également une contribution « basse » fréquence. Une extinction de l'oxyde au profit du silicium polycristallin semble se produire pour la cartographie 3. Le silicium polycristallin disparaît progressivement lorsque l'on se déplace vers les « hautes » fréquences (à partir de la cartographie 6), produisant un contraste au cœur des tranchées. Les STI disparaissent également (cartographies 4 (1 seul plot), 5 et 6). Ces derniers réapparaissent ponctuellement sur la cartographie 7. Cette dernière met en évidence un élargissement caractéristique des tranchées, attribué aux contraintes d'interface σ'_{yy} en compression. Par ailleurs, un contraste se forme entre les régions *entre* les tranchées et *sous* les tranchées, correspondant aux états de compression entre les tranchées. Les cartographies 8–10 montrent des zones de forte compression en haut des tranchées, dues aux nombreux coins de la structure dans cette zone.

4.1.4 Résultats Raman en rétrodiffusion (001)

L'objectif de cette étude est d'évaluer les effets induits par un procédé (*fencing*) sur les contraintes autour de la partie supérieure des DTI (\rightarrow STI), comparative-ment au procédé standard. Des modifications géométriques peuvent en effet réduire les contraintes induites par les DTI[117]. Le procédé *fencing* modifie légèrement la géométrie des STI de haut de tranchées par un phénomène de sous-gravure (cf figure 4.2). Compte tenu des dimensions, il est relativement difficile d'observer ces zones en coupe transverse. Par conséquent, l'analyse est effectuée en rétrodiffusion (001).

Des cartographies $\mathbf{z}'(\mathbf{x} \mathbf{y})\bar{\mathbf{z}}'$ ont été effectuées, dans le bleu (488 nm) et dans l'UV (363 nm). Les résultats en *aire S*, en fréquence $\Delta\omega$ et en largeur Γ sont présentés à la figure 4.11. *S* correspond à l'aire intégrée sous la raie du silicium.

Sur la cartographie en aire réalisée à 363 nm pour le procédé standard, des rayures fines sont mises en évidence à l'intérieur des boîtes DTI. Ces rayures superficielles (visibles dans l'UV uniquement) sont parallèles entre elles dans une direction quelconque par rapport aux boîtes DTI et au balayage laser. Elles sont donc attribuées au procédé, vraisemblablement à l'étape de polissage mécano-chimique.

En examinant les cartographies en fréquence réalisées à 488 et 363 nm, il apparaît que les distributions en fréquence sont très différentes : on observe sur les cartographies UV une distribution anisotrope de fréquence entre les boîtes d'isolation. Cette distribution correspond à des états de compression ($\Delta\omega > 0$) que l'on peut relier à une densité de « coins » de boîte plus importante selon \mathbf{x}' . Cette anisotropie superficielle n'est plus observée sur les cartographies effectuées dans le bleu. Les résultats des simulations mécaniques précédentes (figure 4.9) montrent que les contraintes normales

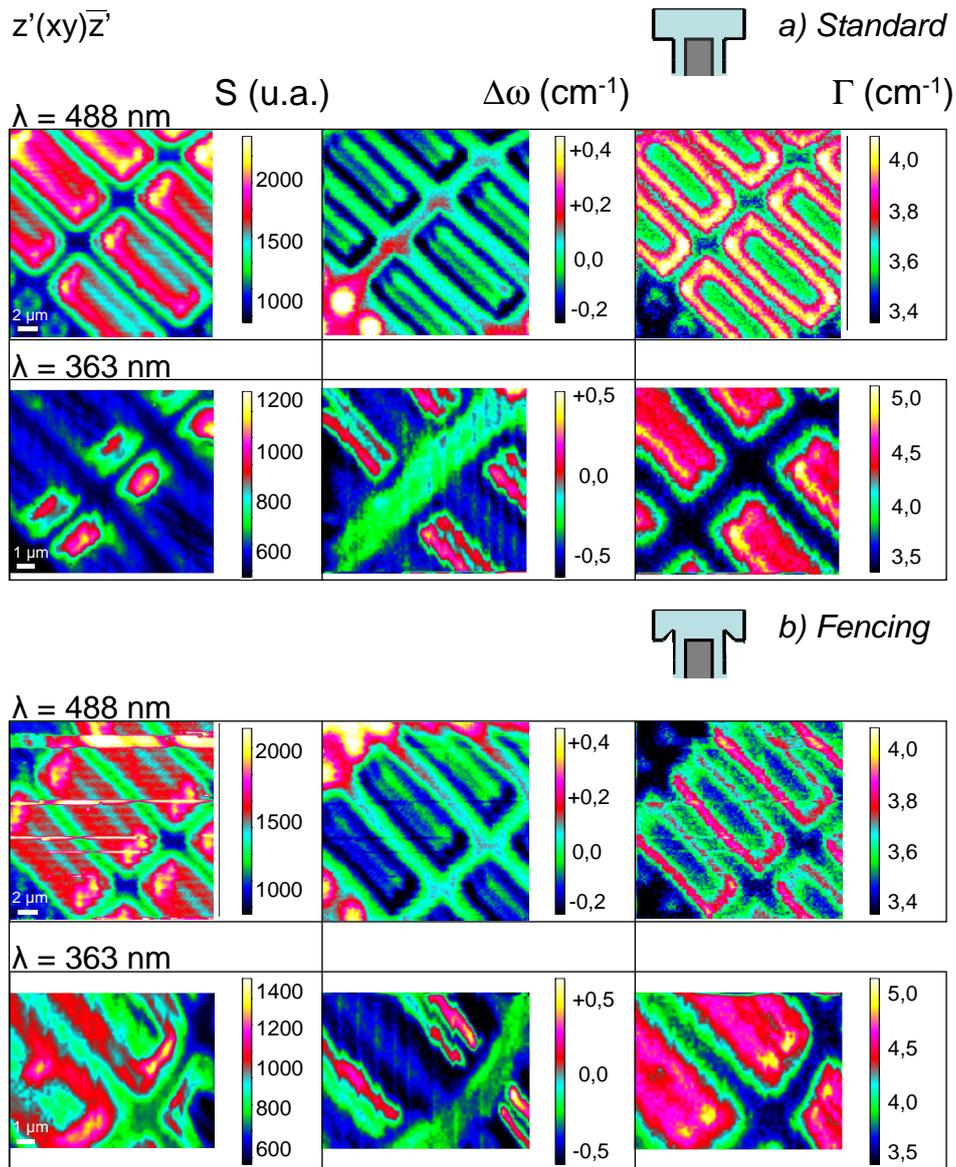


FIG. 4.11: Cartographies Raman en aire S , en fréquence $\Delta\omega$ et en largeur Γ pour les procédés standard et fencing (configuration $z'(\mathbf{xy})\bar{z}'$). Deux longueurs d'onde excitatrices sont utilisées.

correspondent qualitativement à ce qui est observé ici. Les cartographies en fréquence correspondant à la rétrodiffusion (001) sont en cours de simulation.

L'influence du procédé *fencing* n'est pas visible sur les cartographies en fréquence. En revanche, les cartographies en largeur mettent en évidence un effet lié au procédé.

Si les cartographies UV en largeur sont comparables (profondeur de pénétration trop faible pour être sensible au *fencing*), les cartographies dans le bleu montrent un élargissement significatif ($+0,1 \text{ cm}^{-1}$) pour le procédé standard. Cet élargissement est dû soit à une variation importante de fréquence dans le volume sondé (variation qui peut ne pas être visible sur la cartographie en fréquence si elle est moyennée dans le volume sondé : cette variation est nécessairement très locale), soit à une levée de dégénérescence rendue visible par des conditions de polarisation modifiées par les STI. Dans les deux cas, les contraintes sont à l'origine de ces observations. On peut donc conclure que le procédé *fencing* réduit localement, autour de la partie STI, les contraintes induites par le procédé standard. Des simulations mécaniques complémentaires intégrant les effets de la géométrie mériteraient d'être effectuées.

Une étude approfondie des états de contrainte autour de structures DTI a été menée par spectroscopie Raman. La possibilité de sonder en profondeur (spectrotomographie) les échantillons a été démontrée. Le recours aux simulations mécaniques (méthode inverse) permet d'interpréter quantitativement les mesures Raman en terme de contrainte. En utilisant un modèle « simple », les résultats (distributions en fréquence) issus des simulations sont remarquablement proches des résultats expérimentaux.

Une étude comparative a par ailleurs permis de mettre en évidence qualitativement une réduction des contraintes autour de la partie STI des structures par le procédé *fencing*.

4.2 Application Si / SiGe

Une partie des techniques d'ingénierie de contrainte utilisent l'alliage SiGe. Celui-ci peut être employé comme pseudo-substrat pour contraindre le silicium épitaxié (technologies sSi, sSOI ou sGOI). Il peut également être utilisé localement pour induire des contraintes dans les composants (dotFET par exemple). Enfin son utilisation directe, en lieu et place du silicium, est envisageable. Cette partie est donc consacrée à l'étude et à la caractérisation de cet alliage par spectroscopie Raman. La description du SiGe permet dans un premier temps de détailler le spectre Raman observé. Les influences de la composition x et de la déformation ϵ sur ce spectre sont ensuite abordées. La mesure de contraintes par spectroscopie Raman dans ces alliages est illustrée par deux exemples : un exemple courant d'utilisation de SiGe en tant que pseudo-substrat est d'abord traité. Des mesures réalisées sur des hétérostructures originales à base de SiGe sont ensuite présentées et discutées.

4.2.1 Description de l'alliage $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$

L'alliage $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ est un alliage de substitution. Le silicium ($x = 0$) et le germanium ($x = 1$) cristallisent tous deux selon la structure diamant. Pour $x = 0,5$, cette structure devient la structure zinc blende (ZB) dans le cas d'un cristal parfaitement

ordonné. Pour x quelconque, les atomes s'arrangent *a priori* de manière aléatoire en formant des liaisons Si–Si, Si–Ge et Ge–Ge. Les notions d'ordre et de désordre dans ces alliages dépendent en partie des conditions d'élaboration[119, 120].

La différence entre les paramètres de maille du silicium ($a_{\text{Si}}^0 = 5,431 \text{ \AA}$) et du germanium ($a_{\text{Ge}}^0 = 5,657 \text{ \AA}$) atteint 4%. Pour l'alliage SiGe, on mesure expérimentalement un paramètre de maille a_{SiGe} sur toute la gamme de composition[121] : on peut donc considérer l'alliage SiGe comme un cristal virtuel. L'évolution du paramètre de maille a_{SiGe} selon la composition x est quasi-linéaire et peut être approchée par une loi de Vegard :

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

Dans l'approximation du cristal virtuel, on peut définir une longueur de liaison moyenne r_{SiGe} directement proportionnelle au paramètre de maille : $r_{\text{SiGe}} = \frac{\sqrt{3}}{4} a_{\text{SiGe}}$ (structure diamant).

Cette approximation n'est cependant pas représentative des longueurs r des liaisons Si–Si, Si–Ge et Ge–Ge observées expérimentalement de manière distincte[122]. Le modèle de la solution solide (arrangement aléatoire des atomes de Si et de Ge) permet de concilier les observations expérimentales[123, 122].

Pour une composition x quelconque, ces liaisons subissent à la fois des elongations et des distortions de manière à relaxer élastiquement la structure diamant (ou ZB) initiale. Les simulations correspondantes[124] montrent que les longueurs de liaisons r varient également linéairement avec la composition (figure 4.12).

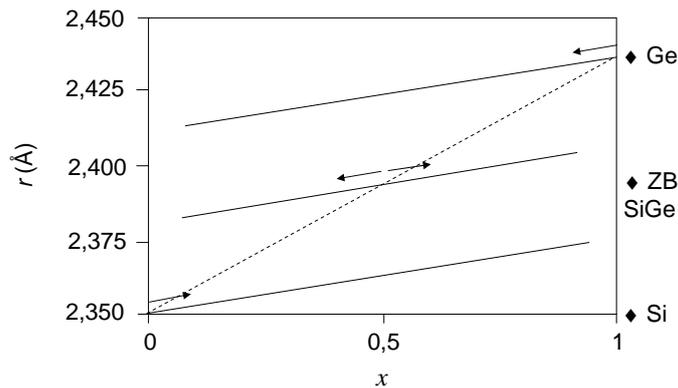


FIG. 4.12: Longueurs des liaisons Si–Si, Si–Ge et Ge–Ge en fonction de la composition, d'après Weidmann[124]. La droite en pointillés représente une longueur de liaison moyenne dans l'approximation du cristal virtuel.

La probabilité de former une liaison Si-Si, Si-Ge ou Ge-Ge est respectivement $p_{\text{Si-Si}} = (1-x)^2$, $p_{\text{Si-Ge}} = 2x(1-x)$ et $p_{\text{Ge-Ge}} = x^2$. Pour $x = 0,5$, $p_{\text{Si-Si}} = p_{\text{Ge-Ge}} = \frac{1}{4}$: l'arrangement des atomes selon la structure ZB est donc peu probable.

Le modèle de la solution solide *régulière*¹ permet de rendre compte de l'écart à la loi de Vegard pour le paramètre de maille[125]. On utilisera la relation empirique suivante pour corriger cet écart à la linéarité :

$$a_{\text{SiGe}}(x) = 5,431 + 0,2x + 0,026x^2 \text{ (\AA)}$$

Propriétés thermiques La conductivité thermique du SiGe est faible par rapport aux constituants purs. Sa variation en fonction de la composition est représentée à la figure 4.13. La variation du coefficient de dilatation thermique du SiGe est également reproduite à la figure 4.13.

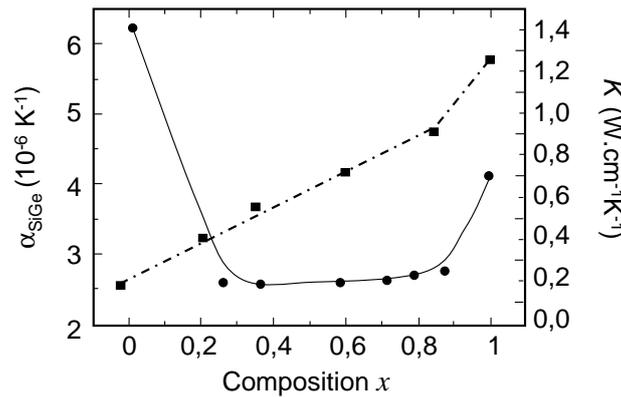


FIG. 4.13: Coefficients de conductivité thermique K (ronds) et de dilatation thermique α_{SiGe} (carrés) de l'alliage SiGe à 300 K, d'après [126, 44].

Propriétés mécaniques Les propriétés mécaniques des alliages SiGe se déduisent d'une approximation linéaire sur les propriétés mécaniques des corps purs :

$$C_{ij}^{\text{SiGe}}(x) = (1-x)C_{ij}^{\text{Si}}(x) + xC_{ij}^{\text{Ge}} \quad (4.1a)$$

$$S_{ij}^{\text{SiGe}}(x) = (1-x)S_{ij}^{\text{Si}}(x) + xS_{ij}^{\text{Ge}} \quad (4.1b)$$

¹comportant un terme d'excès de mélange $Ax(1-x)$; A dépend de la grandeur considérée (enthalpie, volume, ...).

4.2.2 Diffusion Raman dans les alliages $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$

Les 3 raies principales observées dans les spectres Raman des solutions solides SiGe correspondent aux vibrations des paires d'atomes Si-Si, Si-Ge et Ge-Ge (comportement à trois modes[127]). Ce comportement est illustré à la figure 4.14 (modes de vibration optiques).

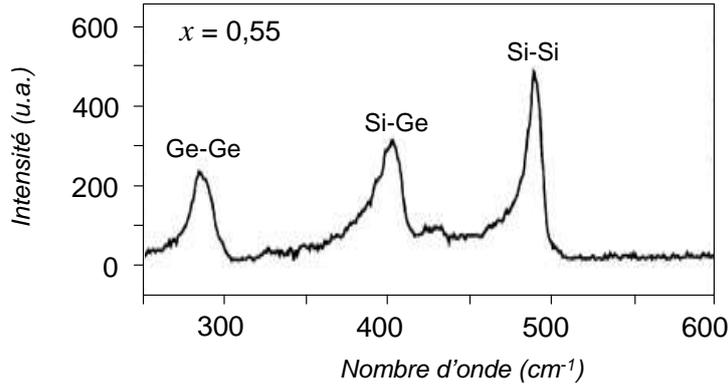


FIG. 4.14: Spectre Raman d'un alliage $\text{Si}_{0,55}\text{Ge}_{0,45}$, d'après [128].

Les intensités de ces modes principaux sont environ proportionnelles aux probabilités $p_{\text{Si-Si}}$, $p_{\text{Si-Ge}}$ et $p_{\text{Ge-Ge}}$ [129, 130].

L'évolution selon la composition x des fréquences et des largeurs de raie des modes Si-Si, Si-Ge et Ge-Ge est représentée à la figure 4.15.

Il apparaît que les fréquences $\omega_{\text{Ge-Ge}}$ et $\omega_{\text{Si-Si}}$ varient quasi linéairement selon x , respectivement[131, 133] :

$$\omega_{\text{SiSi}}(x) = \omega_{\text{SiSi}}^0 - 62x \quad (\omega_{\text{SiSi}}^0 = 521\text{cm}^{-1}) \quad (4.2)$$

$$\omega_{\text{GeGe}}(x) = \omega_{\text{GeGe}}^0 - 16(1-x) \quad (\omega_{\text{GeGe}}^0 = 300\text{cm}^{-1}) \quad (4.3)$$

Les fréquences de chacun de ces modes diminuent par rapport aux fréquences propres de chacun des constituants purs. Ce comportement est essentiellement dû à la superposition de deux effets : la variation des longueurs de liaisons à partir des constituants purs (indiquée par des flèches à la figure 4.12) et le désordre de masse. Le premier effet tend à diminuer $\omega_{\text{Si-Si}}$ et à augmenter $\omega_{\text{Ge-Ge}}$. Le second effet se traduit par une diminution des deux fréquences[134]. Les effets s'ajoutent donc pour $\omega_{\text{Si-Si}}$ et se compensent pour $\omega_{\text{Ge-Ge}}$, ce qui explique les variations observées. De manière similaire à l'évolution du paramètre de maille $a_{\text{SiGe}}(x)$, de faibles écarts à la linéarité sont observés.

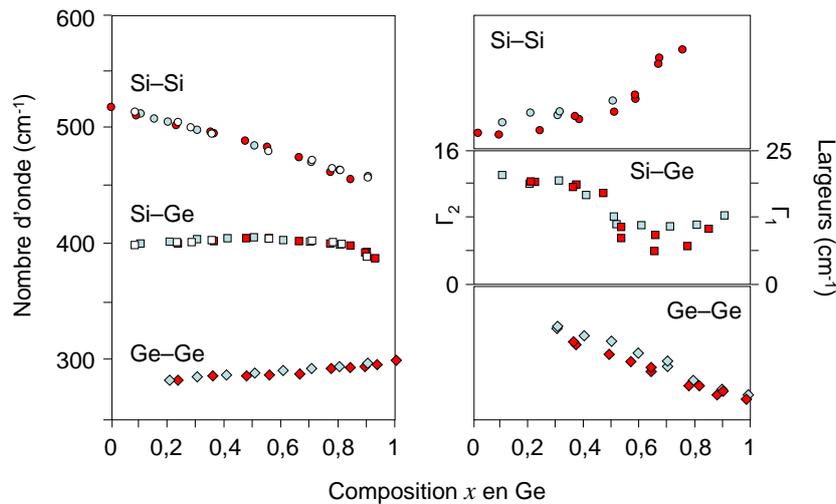


FIG. 4.15: Fréquences et largeurs des modes Si-Si, Si-Ge et Ge-Ge, d'après [129] (symboles rouges, Γ_1), [131] (symboles bleus, Γ_2) et [132] (symboles blancs).

Les élargissements et la disymétrie des raies sont dus aux effets de confinement de phonons induit par le désordre croissant (par rapport au constituant pur).

La fréquence $\omega_{\text{Si-Ge}}$ du mode Si-Ge semble, d'après les observations expérimentales (figure 4.15), satisfaire les propositions suivantes :

$$\frac{\partial \omega_{\text{Si-Ge}}}{\partial x} \Big|_{x \rightarrow 0} = \frac{\partial \omega_{\text{Ge-Ge}}}{\partial x} \Big|_{x=1} \quad (4.4)$$

$$\frac{\partial \omega_{\text{Si-Ge}}}{\partial x} \Big|_{x \rightarrow 1} = \frac{\partial \omega_{\text{Si-Si}}}{\partial x} \Big|_{x=0} \quad (4.5)$$

$$\frac{\partial \omega_{\text{Si-Ge}}}{\partial x} \Big|_{x=\frac{1}{2}} = 0 \quad (4.6)$$

$$\omega_{\text{Si-Ge}}^0 \left(x = \frac{1}{2} \right) = \frac{\omega_{\text{Si-Si}}^0 + \omega_{\text{Ge-Ge}}^0}{2} \quad (4.7)$$

Là encore, la fréquence diminue si l'on se réfère au constituant « pur » $\text{Si}_{0,5}\text{Ge}_{0,5}$. Les mêmes effets que précédemment permettent d'expliquer, par addition et compensation, les variations observées en remarquant que les pentes sont semblables deux à deux selon les équations 4.5 et 4.6 : pour $x < 0,5$, les longueurs de liaison Si-Ge diminuent (figure 4.12) et la fréquence $\omega_{\text{Si-Ge}}$ augmente, ce qui est compensé par le désordre de masse (cas comparable à l'évolution de la fréquence du mode Ge-Ge, cf concordance des pentes), tandis que pour $x > 0,5$, les longueurs de liaison Si-Ge augmentent et la fréquence $\omega_{\text{Si-Ge}}$ diminue, ce qui est accentué par le désordre de masse (cas comparable à l'évolution de la fréquence du mode Si-Si, cf concordance des pentes). Le comportement du mode Si-Ge s'apparente donc à un comportement hybride (ou mixte).

Un point d'inflexion sur l'évolution de la largeur de raie en $x = 0,5$ (figure 4.15) tend à confirmer l'existence de ce changement de régime. Ce point particulier est attribué à un état résonant dans un continuum de phonons[129]. Les effets d'ordre et de désordre, qui ont une influence significative sur les fréquences $\omega_{\text{Si-Si}}$ et $\omega_{\text{Ge-Ge}}$ de l'alliage $\text{Si}_{0,5}\text{Ge}_{0,5}$, n'ont en revanche aucune influence sur la fréquence $\omega_{\text{Si-Ge}}^0$ [134]. Le comportement du mode Si-Ge doit donc être effectivement décrit à partir du point $x = 0,5$.

En première approximation, nous proposons les deux relations suivantes sur les deux sous-domaines de composition considérés (excès de Ge et excès de Si) :

$$\omega_{\text{SiGe}}(x) = \omega_{\text{SiGe}}^0 + 16 \left(x - \frac{1}{2}\right) \quad 0 < x < 0,5 \quad (4.8a)$$

$$\omega_{\text{SiGe}}(x) = \omega_{\text{SiGe}}^0 - 62 \left(x - \frac{1}{2}\right) \quad 0,5 < x < 1 \quad (4.8b)$$

Les propositions 4.5, 4.6 et 4.7 sont vérifiées pour ces relations. Il semblerait, bien que cela n'ait pas été vérifié, que l'écart à l'idéalité puisse être décrit dans le cadre de la solution solide régulière.

Mathématiquement, un polynôme de degré 3 permettant de décrire l'évolution de la fréquence ω_{SiGe} selon la composition peut être facilement déterminé¹ à partir des conditions 4.5, 4.6, 4.7 et 4.7.

D'autres modes, de faible intensité, sont également observés entre 420 et 470 cm^{-1} . Ces modes sont des modes Si-Si « locaux », soumis à des environnements spécifiques : leurs fréquences sont abaissées par la présence d'atomes voisins de Ge de plus grande masse.

Plusieurs modèles, basés sur une approche atomistique[132, 128, 135, 136], permettent de reproduire correctement l'évolution du spectre de SiGe selon la composition. Des mesures complémentaires[137, 138] ont également permis d'analyser les modes locaux.

4.2.3 Effet des déformations sur les fréquences Raman des modes Si-Si, Si-Ge et Ge-Ge.

Pour les petites déformations, on peut écrire dans le cas général :

$$\omega_{\text{SiSi}}(x, \bar{\epsilon}) = \omega_{\text{SiSi}}(x) + \underline{\Delta\omega}_{\text{SiSi}}(\bar{\epsilon}) \quad (4.9a)$$

$$\omega_{\text{SiGe}}(x, \bar{\epsilon}) = \omega_{\text{SiGe}}(x) + \underline{\Delta\omega}_{\text{SiGe}}(\bar{\epsilon}) \quad (4.9b)$$

$$\omega_{\text{GeGe}}(x, \bar{\epsilon}) = \omega_{\text{GeGe}}(x) + \underline{\Delta\omega}_{\text{GeGe}}(\bar{\epsilon}) \quad (4.9c)$$

¹ $-30,66x^3 + 7x^2 + 16x + 401,68$: cet artifice de calcul n'a pas réellement de sens physique, mais permet de modéliser correctement $\omega_{\text{SiGe}}(x)$.

où $\underline{\Delta\omega}_{AB}(\bar{\epsilon})$, (A,B = Si ou Ge) se calcule pour chacun des modes en résolvant l'équation séculaire explicitée au premier chapitre (paragraphe 1.40) pour les PDP correspondants (p_{AB} , q_{AB} et r_{AB}). Ces potentiels diffèrent de ceux des corps purs et varient en fonction de la composition[128].

Dans le cas particulier de contrainte biaxiale ($\epsilon_{xx} = \epsilon_{yy} = \epsilon$ et $\epsilon_{zz} = -\frac{2C_{12}}{C_{11}}\epsilon_{xx}$) et pour un domaine restreint de compositions ($0 < x < 0,4$), on peut écrire les relations semi-empiriques bilinéaires suivantes[133, 139, 140] :

$$\omega_{\text{SiSi}}(x, \epsilon) = 521 - 62x - 815\epsilon \quad (4.10a)$$

$$\omega_{\text{SiGe}}(x, \epsilon) = 402,5 + 16x - 575\epsilon \quad (4.10b)$$

$$\omega_{\text{GeGe}}(x, \epsilon) = 284 + 16x - 385\epsilon \quad (4.10c)$$

Ces relations permettent en particulier d'étudier le cas des couches Si/SiGe.

4.2.4 Première étude : couches Si épitaxiées sur SiGe.

Introduction et problématique : le « cross-hatch »

L'épitaxie de Si sur un substrat SiGe génère une contrainte biaxiale dans la couche. Cette contrainte permet de modifier de façon avantageuse la structure de bande du Si. Un grand nombre d'études a donc porté sur l'utilisation de SiGe en tant que pseudo-substrat pour les nouvelles générations de transistors.

Lors de la croissance de couches de silicium épitaxiées sur pseudo-substrat SiGe, pour des faibles désaccords de maille (<2%), un phénomène connu sous le nom de « cross-hatch » est mis en évidence[141, 142, 143]. Le « cross-hatch » désigne l'apparition de lignes ou d'ondulations plus ou moins régulièrement espacées, selon deux directions perpendiculaires [110] et $[\bar{1}10]$ à la surface du silicium épitaxié.

Origine et nature du phénomène

Le cross-hatch résulte souvent à la fois d'une relaxation plastique et élastique.

Les dislocations générées par la relaxation plastique lors de la croissance de couches épaisses SiGe/Si sont orientées selon [110] et $[\bar{1}10]$. En surface, l'émergence de ces dislocations forme des marches que l'on peut assimiler au cross-hatch lors de ce premier stade de croissance.

Il est néanmoins possible d'« enterrer » ces dislocations par croissances et polissages successifs de couches SiGe de manière à obtenir un pseudo-substrat SiGe exempt de défauts structuraux et relaxé. Une couche mince (Si) peut ensuite être épitaxiée sans création de défauts : le cross-hatch est toujours observé. Son origine est alors liée à la relaxation élastique de la couche Si qui se traduit par la formation d'un champ de déformation cohérent en deçà d'une certaine épaisseur critique.

Dans le cas de désaccords paramétriques faibles, on peut calculer l'ordre de grandeur de cette épaisseur critique selon l'approche à l'équilibre de MATTHEWS et BLACKESLEE[144], ou selon l'approche continuum de dilations de FREUND[145]. Dans le

premier cas, le modèle consiste à comparer l'énergie élastique de la couche contrainte et l'énergie de la couche relaxée (plastiquement) : l'épaisseur critique résulte de l'égalisation de ces deux termes.

L'énergie élastique emmagasinée pour une couche d'épaisseur h_c s'écrit :

$$U_e = \frac{1}{2} h_c \sum_{ij} \sigma_{ij} \epsilon_{ij} \quad (4.11)$$

soit, dans le cas de la contrainte biaxiale :

$$U_e = \frac{E}{1-\nu} h_c \epsilon^2 \quad (4.12)$$

E et ν sont les module d'Young et coefficient de Poisson du substrat¹.

La couche relaxée possède un réseau de dislocations. On peut calculer, d'après la mécanique des matériaux, l'énergie d'un réseau de dislocations coin² à l'interface couche/substrat (C/S) :

$$U_{\text{disloc}} = \frac{1}{2} D b \left(\ln \frac{r}{b} + 1 \right) \quad \text{avec} \quad D = \frac{G^C G^S}{2\pi(G^C + G^S)(1-\nu)} \quad (4.13)$$

où $G = \frac{E}{2(1+\nu)}$ est le module de cisaillement, b est la norme du vecteur de Burgers d'une dislocation et r est le rayon extérieur d'influence élastique de la dislocation³.

Dans le régime pseudomorphe, la déformation de la couche est égale au désaccord paramétrique⁴ f . Dans le régime relaxé, le désaccord paramétrique est réparti entre les dislocations et la déformation : $f = \delta + \epsilon$. Soit p la distance entre dislocations, le vecteur de Burgers (déplacement total) s'écrit, s'il est contenu dans l'interface : $b = p\delta$. À deux dimensions, l'énergie totale s'écrit :

$$U_{\text{tot}} = U_e + 2\delta U_{\text{disloc}} \quad (4.14)$$

En minimisant cette énergie (selon ϵ), on obtient la déformation élastique *entre* les dislocations :

$$\epsilon^* = \frac{D b (1-\nu)}{2E h_c} \left(\ln \frac{r}{b} + 1 \right) \quad (4.15)$$

L'épaisseur critique h^* correspondant à l'apparition des dislocations est obtenue pour $\epsilon^* = f$. Si $h_c < h^*$, le champ de contrainte doit s'annuler à la surface et il vient : $r = h_c$. On obtient finalement :

$$\frac{h^*}{b} = \frac{D(1-\nu)}{2E f} \left(\ln \frac{h^*}{b} + 1 \right) \quad (4.16)$$

¹Les propriétés élastiques du substrat sont isotropes dans le plan. Par ailleurs, pour de faibles désaccords paramétriques, les propriétés élastiques de la couche sont supposées peu différentes de celles du substrat.

²à condition qu'elles ne soient pas trop proches les unes des autres, ce qui est vérifié pour des désaccords paramétriques faibles.

³défini comme la distance pour laquelle le champ de contrainte s'annule autour de la dislocation.

⁴défini dans l'approche *déformation de Lagrange* par : $f = \frac{a_{\text{SiGe}} - a_{\text{Si}}}{a_{\text{Si}}} = \frac{-m}{1+m}$, m étant le désaccord paramétrique défini dans l'approche *déformation matériau*.

La résolution de cette équation permet d'obtenir le bon ordre de grandeur de l'épaisseur critique dans le cas d'hétéroépitaxie des semiconducteurs à faible désaccord paramétrique ($f \simeq 2\%$, $b = 0,2\text{nm}$) : $h^* \approx 26\text{ nm}$. Il s'avère néanmoins que les valeurs ainsi calculées sont systématiquement plus faibles que celles observées.

Relaxation morphologique de la surface libre — instabilités ATG Soient une surface plane caractérisée par $h(x) = 0$ et une surface ondulée caractérisée par $h(x) = \Delta \sin kx$. On peut montrer que *toute ondulation de surface diminue l'énergie élastique du système* ($\delta U_e < 0$). Ce résultat fondamental[146, 147] spécifie la force motrice de l'instabilité dite « ATG¹ ».

Considérons l'énergie élastique U_e d'un film présentant une surface ondulée de période λ :

$$U_e = \frac{1}{2\lambda} \int_0^\lambda dx \int_{-\infty}^{h(x)} \sigma_{ij} \epsilon_{ij} dz \quad (4.17)$$

La variation d'énergie élastique (par unité de surface) entre l'état plan et l'état ondulé est, au deuxième ordre :

$$\delta U_e = -\frac{1}{2} \frac{(1+\nu)E}{1-\nu} \frac{1}{k} \epsilon^2 (k\Delta)^2 \quad (< 0) \quad (4.18)$$

La variation totale d'énergie inclut l'excès d'énergie de surface lié à l'augmentation de l'aire effective, soit :

$$\delta U_{\text{tot}} = \left(\frac{\gamma}{4} - \frac{1}{2} \frac{(1+\nu)E}{1-\nu} \frac{1}{k} \epsilon^2 \right) (k\Delta)^2 \quad (4.19)$$

où γ est l'énergie libre de surface.

Il existe donc une longueur d'onde critique $\lambda_c = \frac{2\pi}{k_c}$ telle que la surface plane du solide soit instable vis-à-vis de toute ondulation de longueur d'onde supérieure à λ_c . Dans le cas d'une couche hétéroépitaxiée soumise à une contrainte biaxiale, λ_c vaut :

$$\lambda_c = \pi \frac{1-\nu}{(1+\nu)E} \frac{\gamma}{\epsilon^2} \quad (4.20)$$

Une ondulation est d'autant plus facile à créer que la déformation ϵ est importante. Les valeurs typiques de λ_c pour des couches Si/SiGe sont de l'ordre de quelques centaines de nanomètres : la relaxation est donc pratiquement toujours observée, sous forme de « cross-hatch ». Ce mode de relaxation particulier n'induit pas de défauts dans la couche (la déformation reste élastique).

¹du nom des auteurs

Observation du « cross-hatch » et mesure des contraintes biaxiales par spectroscopie Raman

Le phénomène de cross-hatch est étudié pour une couche d'épaisseur $h_c = 30$ nm de silicium épitaxiée sur un pseudo-substrat ($h_s = 1,2$ μm) de composition $\text{Si}_{0,6}\text{Ge}_{0,4}$ *a priori* relaxé. Ce pseudo-substrat est lui-même obtenu par l'intermédiaire d'un alliage SiGe épais à gradient de composition[148] (figure 4.16). Cette couche sacrificielle permet d'« enterrer » les dislocations avant de faire croître une seconde couche tampon à la composition d'alliage voulue. Les marches créées en surface par le champ de déformation associé aux dislocations sont ensuite polies de manière à obtenir en troisième couche le pseudo-substrat exempt de défauts structuraux et relaxé.

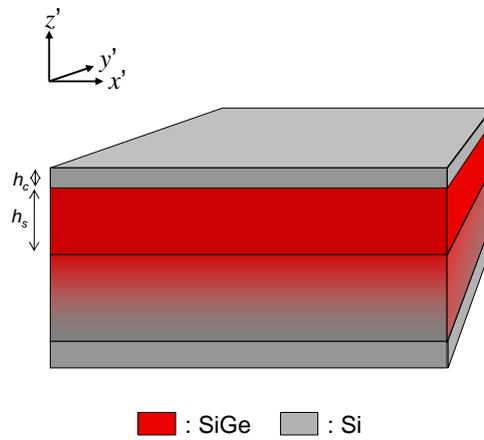


FIG. 4.16: Schéma de la structure Si/SiGe.

Le silicium va se déformer pour adopter le paramètre de maille du SiGe, c'est à dire $\epsilon = \frac{a_{\text{SiGe}}(x) - a_{\text{Si}}}{a_{\text{Si}}} = 1,55 \cdot 10^{-2}$ pour $x = 0,4$, ce qui correspond à une contrainte élastique biaxiale $\sigma = 2,79$ GPa (tension). Le pseudo-substrat initialement relaxé va se déformer à son tour par réaction : le rapport des épaisseurs étant important, la contrainte en compression attendue dans le pseudo-substrat est très faible.

La cartographie Raman en fréquence (figure 4.17) a été réalisée à 514 nm (vert), de manière à ce que l'on voie à la fois la couche épitaxiée (mode T_{2g} , figure 4.17a) et le pseudo-substrat (mode Si-Si, figure 4.17b).

Pour une configuration de mesure classique $\mathbf{z}(\mathbf{x}\mathbf{y})\bar{\mathbf{z}}$, la variation de fréquence observée est de la forme :

$$\omega - \omega_0 = \frac{1}{2\omega_0} \left(2q - p \frac{2C_{12}}{C_{11}} \right) \epsilon \quad (4.21)$$

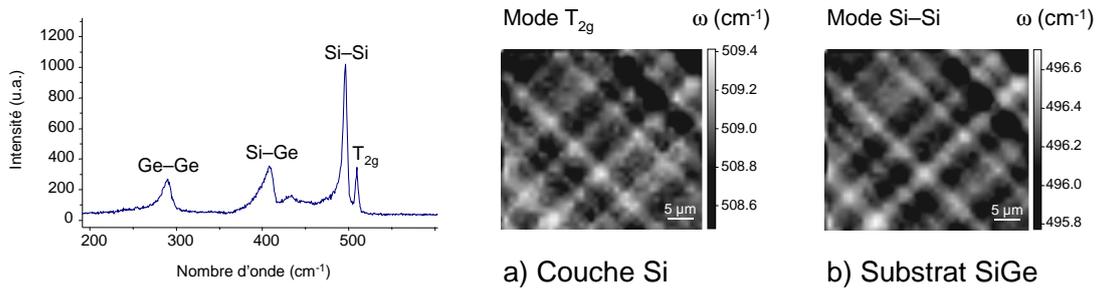


FIG. 4.17: Mise en évidence du « cross-hatch » dans une couche de silicium ($h_c = 30$ nm) épitaxiée sur substrat $Si_{0,6}Ge_{0,4}$.

La variation de fréquence dans la couche peut donc directement s'interpréter en terme de contraintes : σ (MPa) = $-217\Delta\omega$ (cm^{-1}). La cartographie de contraintes correspondant à la cartographie 4.17a est donnée à la figure 4.18a.

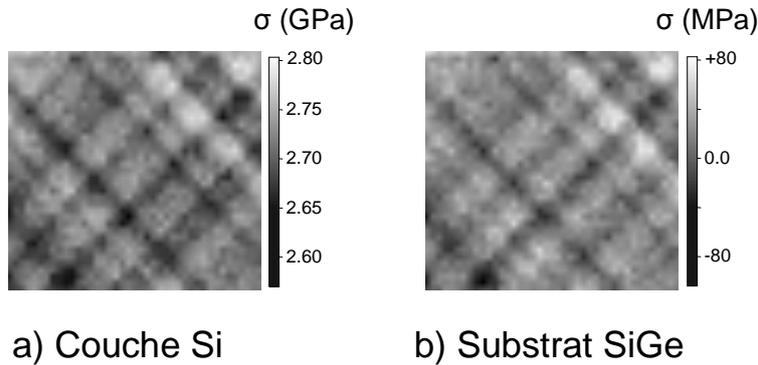


FIG. 4.18: Cartographies interprétées à partir des résultats en fréquence : a) contraintes dans la couche de silicium, b) contraintes dans le substrat.

Les valeurs de contraintes sont comprises entre 2,61 et 2,79 GPa (tension) : ces valeurs correspondent approximativement à la valeur de la contrainte attendue (2,79 GPa). Bien que ces valeurs soient très au dessus de la limite d'élasticité du silicium, les mesures montrent que la déformation reste élastique (les écarts observés, de l'ordre de 150 MPa, sont trop faibles pour qu'une relaxation plastique sous forme de dislocations ait lieu), conformément au mode de relaxation présenté précédemment ($h_c \approx h^*$).

Dans le pseudo-substrat, les fréquences correspondant à l'état initial non contraint sont (d'après les relations 4.2, 4.3 et 4.8a) : $\omega_{\text{SiSi}}(x = 0,4) = 496,2 \text{ cm}^{-1}$, $\omega_{\text{GeGe}}(x = 0,4) = 290,4 \text{ cm}^{-1}$ et $\omega_{\text{SiGe}}(x = 0,4) = 408,9 \text{ cm}^{-1}$.

La cartographie 4.17b montre des variations en fréquence autour de $496,2 \text{ cm}^{-1}$: ces variations peuvent être interprétées en terme de contraintes à partir de la relation 4.10a dérivée de l'équation 4.21 et explicitée au paragraphe 4.2.3. La cartographie de contraintes correspondante est donnée à la figure 4.18b.

Les valeurs de contraintes ainsi calculées sont faibles et varient entre des états de tension et de compression, contrairement à ce qui était attendu (compression). Il apparaît donc que la(es) relation(s) 4.10a (4.10b, 4.10c) n'est (ne sont) pas suffisamment précise(s) pour déterminer des états de contraintes de quelques dizaines de MPa. Les incertitudes sur les coefficients (pentes en fonction de x et PDP) de ces relations restent trop importantes[133, 139]. Il faut également connaître précisément la composition x : une erreur de 1% dans la relation 4.10a correspond à une erreur de 125 MPa dans l'estimation de la contrainte.

Les intensités des modes Si–Si, Si–Ge et Ge–Ge dépendent de la composition. Le rapport d'intensités $\frac{I_{\text{GeGe}}}{I_{\text{SiSi}}} \propto \frac{x^2}{1-x^2}$ est représenté à la figure 4.19.

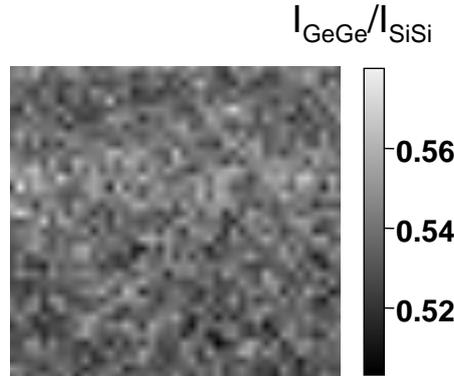


FIG. 4.19: Rapport d'intensités $\frac{I_{\text{GeGe}}}{I_{\text{SiSi}}}$ dans le pseudo-substrat.

Cette cartographie est uniforme et environ constante : $\frac{I_{\text{GeGe}}}{I_{\text{SiSi}}} = 0,54 \pm 0,03$. La variation de composition dx dépend de la variation de ce rapport d'intensité :

$$dx = \frac{x(1-x)}{2} \frac{dI}{I} \quad (4.22)$$

Nous observons que x est constant à moins de 1% près (ce qui correspond à l'erreur sur la mesure).

Nous avons donc mis en évidence le phénomène de cross-hatch et déterminé la contrainte dans la couche de silicium. Il s'avère cependant que les faibles contraintes engendrées dans le pseudo-substrat ne peuvent pas être déterminées avec précision.

4.2.5 Seconde étude : hétérostructures STI/SiGe.

Introduction et problématique

Dans le but de contraindre les canaux MOS, des structures associant des STI (oxyde) et des lignes SiGe sont fabriquées[149]. Un dépôt d'oxyde est d'abord effectué. Une photo-gravure inverse des lignes est ensuite réalisée, suivie d'une épitaxie SiGe puis d'un polissage (CMP). La structure finale est présentée à la figure 4.20.

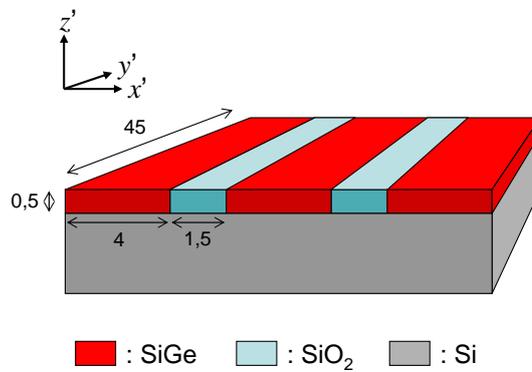


FIG. 4.20: Schéma de la structure Si/SiO₂/SiGe. Les dimensions sont données en µm.

Expériences de profilométrie Raman

Six échantillons de compositions différentes sont étudiés. Afin de déterminer la contrainte présente dans les lignes SiGe, des profils Raman $\mathbf{z}(\mathbf{x}, \mathbf{y})\bar{\mathbf{z}}$ sont réalisés perpendiculairement aux lignes. L'excitatrice UV (363 nm) n'est pas adaptée à l'étude de SiGe puisque l'on perd le bénéfice du phénomène de résonance. Nous utilisons par conséquent $\lambda = 514$ nm avec un objectif $\times 50$ ($ON = 0,55$). Cette configuration permet également de sonder le substrat Si sous-jacent.

Résultats et interprétations

On peut représenter les spectres acquis le long de ces profils selon 3 axes : fréquence, intensité et position le long du profil : un exemple pour l'échantillon $x = 17\%$ est donné à la figure 4.21.

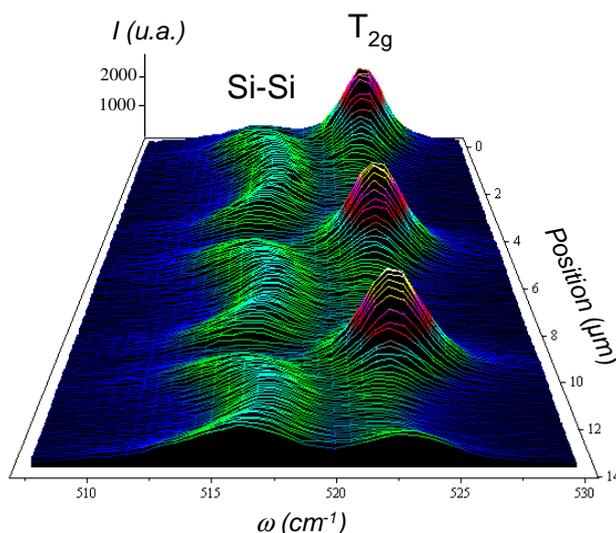


FIG. 4.21: Spectres Raman le long du profil effectué sur l'échantillon de composition $x = 17\%$.

Cette représentation nous apporte une information sur la résolution spatiale de la sonde : on voit en particulier que les raies du mode Si-Si de l'alliage et T_{2g} du substrat Si ne sont jamais totalement éteintes. Cet effet est en partie lié à l'ouverture numérique de l'objectif, et l'on peut supposer qu'un certain nombre de réflexions parasites a lieu aux interfaces SiO₂/Si et SiO₂/SiGe. On peut donc évaluer la taille de spot effective à environ 1,5 μm.

D'autre part, on « voit » directement la déformation dans les lignes SiGe (décalages en fréquence du mode Si-Si) sur cette représentation. Pour l'ensemble des échantillons, les profils en fréquence correspondants sont montrés à la figure 4.22.

Les variations de fréquence dans le silicium sont données par rapport à un échantillon de silicium non contraint ($\Delta\omega = 0$). Il apparaît que le silicium est globalement en tension ($\Delta\omega < 0$) sous les lignes actives SiGe, ce qui est en accord avec la déformation imposée par la différence de paramètres de maille.

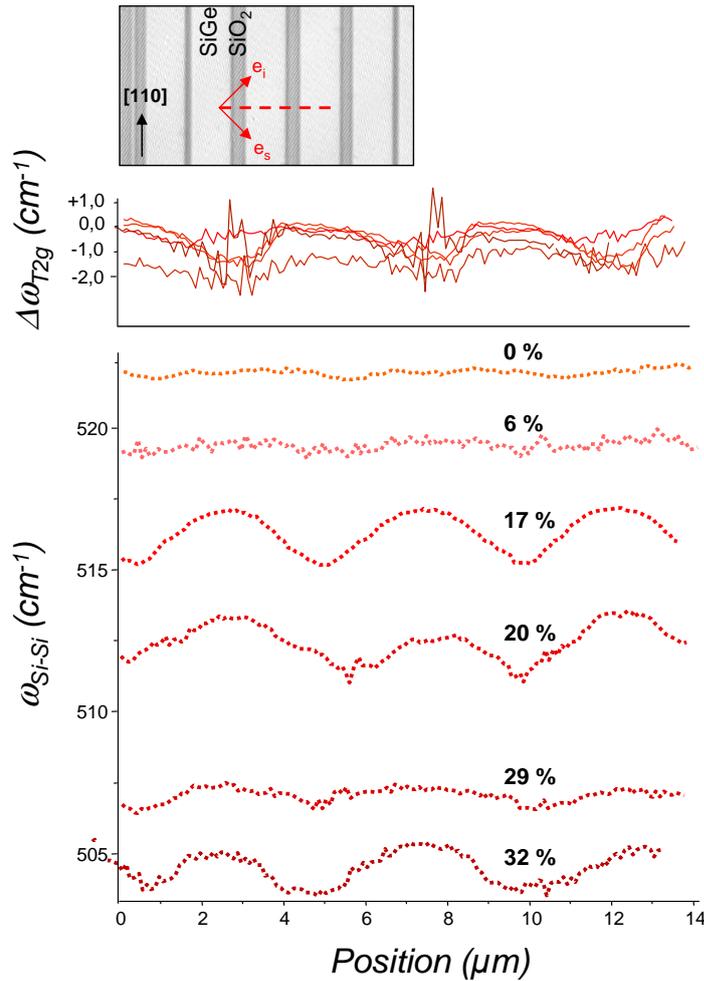


FIG. 4.22: Profils Raman en fréquence des raies Si-Si et T_{2g} pour 6 échantillons de composition x variable. La structure est affichée en insert avec la zone où sont effectués les profils (en pointillés).

En ce qui concerne le mode Si-Si, un premier examen des mesures de fréquence effectuées sur l'échantillon de référence ($x = 0\%$) montre que les contraintes sont nulles en moyenne dans le volume sondé : la contrainte thermique due à la différence de paramètres de dilatation thermique n'est pas observée. Cet échantillon est relativement similaire aux échantillons STI étudiés au chapitre 3 : les distributions de contraintes attendues sont donc approximativement celles déterminées à partir des simulations du chapitre 3. Le choix d'une longueur d'onde visible imposée par l'étude de l'alliage ne permet pas de conclure dans ce cas. Des mesures UV complémentaires sont donc prévues.

Nous pouvons évaluer d'après les mesures la contrainte biaxiale moyenne dans les lignes d'alliage à partir de l'équation 4.10a (épitaxie seule), les propriétés élastiques de l'alliage étant extrapolées linéairement à partir des propriétés des corps purs ($C_{ij}^{\text{SiGe}} = (1-x)C_{ij}^{\text{Si}} + xC_{ij}^{\text{Ge}}$) : nous obtenons au centre des lignes $\sigma = -50$ MPa pour $x = 0,06$, $\sigma = -1070$ MPa pour $x = 0,17$, $\sigma = -530$ MPa pour $x = 0,2$, $\sigma = -490$ MPa pour $x = 0,29$ et $\sigma = -500$ MPa pour $x = 0,32$.

Ces valeurs expérimentales sont à comparer aux valeurs $\sigma_{\text{épi}}$ attendues dans le cas de l'épitaxie : pour $x = 0,06$ $\sigma = 12\% \sigma_{\text{épi}}$, pour $x = 0,17$ $\sigma = 97\% \sigma_{\text{épi}}$, pour $x = 0,2$ $\sigma = 41\% \sigma_{\text{épi}}$, pour $x = 0,29$ $\sigma = 26\% \sigma_{\text{épi}}$ et pour $x = 0,32$ $\sigma = 24\% \sigma_{\text{épi}}$.

La contrainte maximale correspond à l'échantillon $x = 0,17$. Le profil est très symétrique et régulier, ce qui suggère que l'élaboration de cet échantillon a été bien maîtrisée.

Afin d'utiliser un modèle plus réaliste, une première simulation intégrant la contrainte due à l'oxyde est effectuée sous ANSYS, en déformation plane, pour $x = 0,17$. À partir des composantes de déformations issues de cette simulation, le calcul des valeurs propres et des vecteurs propres, ainsi que la modélisation des paramètres instrumentaux (résolution latérale, profondeur de pénétration, polarisations incidentes et moyennage) sont réalisés comme précédemment (chapitre 3). Le profil simulé est superposé au profil expérimental à la figure 4.23.

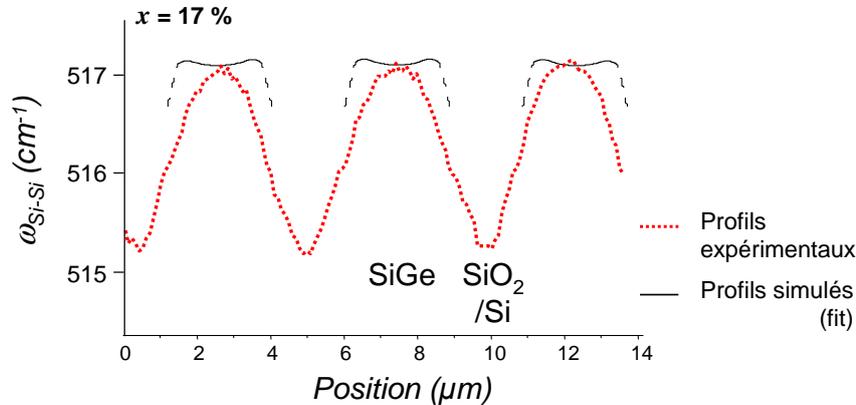


FIG. 4.23: *Profils Raman en fréquence simulé et expérimental pour $x = 0,17$.*

Des désaccords apparaissent aux bords des lignes actives SiGe : alors que le modèle prédit des états de compression plus importants aux bords se traduisant par une augmentation de la fréquence, le profil expérimental montre une diminution de fréquence dans ces zones. Cette observation est vraisemblablement liée à l'élaboration : plusieurs effets peuvent modifier la fréquence du mode Si-Si. Ce sont soit une modification de la

contrainte (induite par le polissage par exemple), soit une modification de la composition. Cette dernière hypothèse peut être vérifiée en examinant le rapport des intensités des modes Si–Si et Ge–Ge dans la ligne active SiGe. Ce rapport d’intensité est tracé sous forme de profil à la figure 4.24.

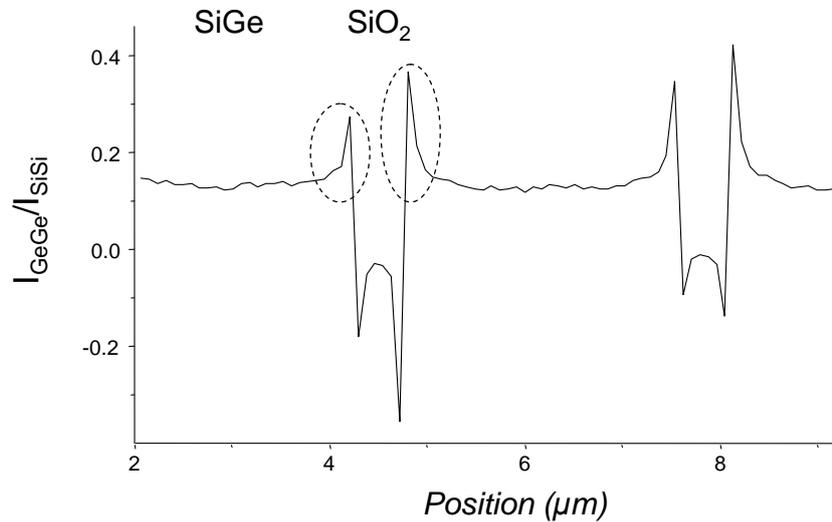


FIG. 4.24: Rapport d’intensité I_{GeGe}/I_{SiSi} le long du profil expérimental.

Une variation de ce rapport d’intensité est observée aux bords des lignes, ce qui signifie que la composition varie effectivement. Cette variation de composition est évaluée d’après la relation 4.22 à 2% environ. La variation de fréquence correspondante est de l’ordre de 1 cm^{-1} , c’est à dire environ les désaccords observés à la figure 4.23 en bords de ligne.

Nous avons mis en évidence des variations de composition dans les lignes actives SiGe qui ne permettent pas de conclure sur les états de contraintes aux bords des lignes en particulier. Des caractérisations supplémentaires sont donc requises, de manière à compléter les conclusions de l’étude par spectroscopie Raman que nous avons menée.

4.3 Conclusion

Nous avons étendu dans ce chapitre la mesure de contrainte par spectroscopie Raman à des structures plus complexes que celles étudiées au chapitre précédent. L’étude de structures DTI tridimensionnelles par spectro-tomographie Raman et micro-usinage FIB a permis d’évaluer une application non destructive de la spectroscopie Raman pour la mesure de contrainte localement et en volume. Des cartographies dans un nombre

suffisant de configurations d'observation ont été réalisées. Dans le cadre de la méthode inverse, les résultats que nous avons obtenus sont très convaincants.

Après avoir décrit la diffusion Raman dans les alliages SiGe, nous avons étudié deux cas de contraintes induites dans ces alliages. Nous avons montré premièrement que les effets du cross-hatch, phénomène lié à la relaxation élastique des contraintes dans les couches minces, sont parfaitement visibles en spectroscopie Raman. Nous avons ensuite étudié une structure originale combinant des lignes SiGe et des STI. Les contraintes résiduelles dans ces structures ont été mesurées par spectroscopie Raman et discutées.

Conclusion générale

DANS LE CADRE de la mesure de contrainte par spectroscopie Raman dans des dispositifs pour la microélectronique, nous avons choisi de travailler sur l'instrumentation et l'analyse quantitative. Compte tenu des dimensions nanométriques des dispositifs, le premier aspect concerne en particulier l'amélioration de la résolution spatiale. Les mesures quantitatives de contraintes dans le silicium, basées sur les variations de fréquence des raies de diffusion Raman, nécessite également de posséder une haute résolution spectrale. Le second aspect part du constat que le mode optique de vibration triplement dégénéré du silicium ne permet pas de connaître entièrement le tenseur de déformation : le recours à la modélisation devient obligatoire. Nos travaux ont donc porté essentiellement sur ces deux aspects.

L'augmentation de la résolution spatiale a nécessité la mise en place d'un laser émettant dans le proche UV : un gain important en profondeur de pénétration est obtenu en conservant approximativement l'intensité de diffusion Raman observée dans le visible, par le bénéfice d'un phénomène de résonance pour le silicium. L'utilisation d'objectifs à grandes ouvertures numériques permet d'atteindre des tailles de sonde de l'ordre de $0,5 \mu\text{m}$. L'intérêt de bénéficier de plusieurs longueurs d'onde excitatrices a été mis en évidence dans le cadre de la tomographie. En imagerie Raman, la technique de cartographie est performante mais nécessite des temps d'acquisition relativement longs. D'autres techniques d'imagerie proposées par les constructeurs ont par conséquent été examinées et évaluées pour la mesure de contraintes : l'imagerie-ligne est une alternative intéressante qui permet de réduire sensiblement le temps d'acquisition en conservant la résolution spectrale, la résolution spatiale diminuant légèrement. L'imagerie globale permet de réaliser une image spectrale en une seule acquisition par l'intermédiaire d'un filtre diélectrique. La mesure des fréquences nécessite cependant un traitement particulier à partir de plusieurs images que nous avons développé : cette solution n'est pas utilisable actuellement pour la mesure de contraintes par le fait de certaines limitations instrumentales que nous avons déterminées.

L'analyse du problème de la mesure quantitative de contraintes par spectroscopie Raman montre que la *forme* du tenseur de déformation $\bar{\epsilon}$ est prérequis. Des cas simples de contrainte biaxiale (dépôts pleine plaque SiO_2/Si et Si/SiGe) ont été étudiés par spectroscopie Raman et les résultats ont été comparés aux valeurs attendues : il ressort

que les valeurs de contraintes dans le substrat sont généralement trop faibles pour être déterminées. La sensibilité aux contraintes est de l'ordre de 20 MPa dans le silicium, et ~ 100 MPa dans le SiGe.

Pour des structures réelles, $\bar{\epsilon}$ n'est pas connu *a priori* : un travail de modélisation est par conséquent nécessaire. L'utilisation de modèles analytiques est limitée par des hypothèses relativement fortes ; les cas réels sont donc modélisés pour la plupart par la méthode des éléments finis. En s'inspirant des travaux précédents, nous développons une méthode *inverse* de mesure dont le principe repose sur le couplage entre simulations et expériences. Un premier exemple de structures d'isolation (STI) simples a été traité sur une base de thermoélasticité pure dans l'hypothèse de déformation plane. Les spécificités de cette étude concernent la prise en compte des changements de polarisation aux interfaces. Les paramètres du modèle utilisés pour reproduire les mesures de profilométrie Raman UV sont très proches des paramètres réels. Une capacité prédictive pour le comportement élastique des structures de petites dimensions est observée.

Cette méthode de couplage entre simulations et expérience a été reconduite dans le cadre de l'étude de structures d'isolation plus complexes (DTI). La cartographie et la tomographie Raman ont été mises en œuvre pour analyser ces structures. Les simulations tridimensionnelles permettent d'interpréter très exactement les résultats expérimentaux. Cette seconde étude valide la méthode inverse mise en place pour la mesure de contraintes par spectroscopie Raman.

Deux exemples d'application de la mesure de contraintes aux alliages SiGe sont également présentés. Il ressort que les effets de composition peuvent perturber significativement les mesures.

Ces travaux ouvrent plusieurs perspectives.

Du point de vue industriel, l'intégration d'un spectromètre Raman est envisagée. L'application sous forme de plans d'expériences de la méthode inverse pour la mesure de contraintes est en cours.

L'utilisation des alliages SiGe dans le développement des nouvelles technologies devenant importante, il est nécessaire de poursuivre l'étude de ces alliages par spectroscopie Raman.

Enfin, l'augmentation de résolution spatiale reste un aspect primordial dans le développement de cette technique : la convolution par la taille de sonde est trop importante pour des structures de dimensions inférieures à quelques centaines de nanomètres. Des techniques de champ proche, utilisant par exemple des pointes métalliques de quelques dizaines de nanomètres, sont en cours de développement. Même si la faisabilité a été démontrée, des difficultés considérables demeurent et devront être résolues pour adapter la spectroscopie Raman aux évolutions de l'industrie microélectronique.

Annexe A

Moyennes de VOIGT-REUSS-HILL

La procédure de VOIGT-REUSS-HILL est illustrée dans le cadre du calcul des constantes élastiques C_{ij}^* et S_{ij}^* d'un polycristal :

À partir des C_{ij} et S_{ij} du monocristal, VOIGT[150] a calculé des C_{ij}^V par des moyennes dans l'espace en supposant la *déformation* locale constante. En supposant la *contrainte* locale constante, REUSS[151] a fait de même pour calculer les S_{ij}^R .

Les S_{ij}^V et C_{ij}^R sont ensuite obtenus à partir de l'équation 1.21. Les C_{ij}^V et C_{ij}^R (respectivement les S_{ij}^V et S_{ij}^R) ne sont pas égaux, et constituent les limites inférieures et supérieures des valeurs correspondantes pour le polycristal.

En première approximation, les C_{ij}^* et S_{ij}^* du polycristal se calculent en effet par les moyennes arithmétiques :

$$C_{ij}^* = \frac{C_{ij}^V + C_{ij}^R}{2} \quad (\text{A.1a})$$

$$S_{ij}^* = \frac{S_{ij}^V + S_{ij}^R}{2} \quad (\text{A.1b})$$

Le calcul des C_{ij}^V à partir de ceux du monocristal est basé sur les invariants rotationnels I_1 et I_2 d'un tenseur d'ordre 4 :

$$\begin{aligned} I_1 &= (C_{11} + C_{22} + C_{33}) + (C_{12} + C_{21}) + (C_{23} + C_{32}) + (C_{13} + C_{31}) \\ &= (C_{11} + C_{22} + C_{33}) + 2(C_{12} + C_{23} + C_{13}) \\ &= 3(C_{11}^V + 2C_{12}^V) \end{aligned} \quad (\text{A.2a})$$

$$\begin{aligned} I_2 &= (C_{11} + C_{22} + C_{33}) + 2(C_{44} + C_{55} + C_{66}) \\ &= (C_{11} + C_{22} + C_{33}) + 6C_{44} \\ &= 3(C_{11}^V + 2C_{44}^V) \end{aligned} \quad (\text{A.2b})$$

En combinant les expressions de ces invariants avec la condition d'isotropie $C_{44}^V = \frac{1}{2}(C_{11}^V - C_{12}^V)$, on obtient :

$$C_{11}^V = C_{11} - \frac{2}{5}(C_{11} - C_{12} - 2C_{44}) \quad (\text{A.3a})$$

$$C_{12}^V = C_{12} + \frac{1}{5}(C_{11} - C_{12} - 2C_{44}) \quad (\text{A.3b})$$

$$C_{44}^V = C_{44} + \frac{1}{5}(C_{11} - C_{12} - 2C_{44}) \quad (\text{A.3c})$$

Le calcul des S_{ij}^R est exactement le même que le précédent, en prenant soin de multiplier par un facteur 4 lorsque $i = j = 4$, par conséquent :

$$S_{11}^R = S_{11} - \frac{2}{5}(S_{11} - S_{12} - 2S_{44}) \quad (\text{A.4a})$$

$$S_{12}^R = S_{12} + \frac{1}{5}(S_{11} - S_{12} - 2S_{44}) \quad (\text{A.4b})$$

$$S_{44}^R = S_{44} + \frac{4}{5}(S_{11} - S_{12} - 2S_{44}) \quad (\text{A.4c})$$

Les différences entre C_{ij}^V et C_{ij}^R d'une part, et S_{ij}^V et S_{ij}^R d'autre part, n'excèdent toutefois pas 5-7%.

Annexe B

Modélisation

Nous donnons un exemple de scripts ANSYS et SciLab utilisés pour la modélisation.

B.1 Script ANSYS

```
/CLEAR,START
!/COM,ANSYS RELEASE 7.0 UP20021010 15:19:36 05/27/2005
!/input,start70,ans,'C:\Program Files\Ansys Inc\v70\ANSYS\apdl\',,,,1

/batch
/filename, STI

/PREP7

DEMIWIDTH=5
STI1=1
RING=0.4
STI2=1.3
DUMMY=3.4
STI3=1.4
DUMMY2=1.7
bord=DEMIWIDTH+STI1+RING+STI2+DUMMY+STI3+DUMMY2

! -----keypoints

K,1,0,0,0,
K,2,DEMIWIDTH,0,0,
K,3,DEMIWIDTH+STI1,0,0, !ring
K,4,DEMIWIDTH+STI1+RING,0,0, !ring
K,5,DEMIWIDTH+STI1+RING+STI2,0,0, !dummies
K,6,DEMIWIDTH+STI1+RING+STI2+DUMMY,0,0, !dummies
K,7,DEMIWIDTH+STI1+RING+STI2+DUMMY+STI3,0,0, !dummies
```

```

K,8,DEMIWIDTH+STI1+RING+STI2+DUMMY+STI3+DUMMY2,0,0,

K,9,0,-8,0,
K,10,DEMIWIDTH,-0.3,0,
K,11,DEMIWIDTH+STI1,-0.3,0,   !ring
K,12,DEMIWIDTH+STI1+RING,-0.3,0,   !ring
K,13,DEMIWIDTH+STI1+RING+STI2,-0.3,0,   !dummies
K,14,DEMIWIDTH+STI1+RING+STI2+DUMMY,-0.3,0, !dummies
K,15,DEMIWIDTH+STI1+RING+STI2+DUMMY+STI3,-0.3,0, !dummies
K,16,DEMIWIDTH+STI1+RING+STI2+DUMMY+STI3+DUMMY2,-8,0,

! -----facteur de conversion en m (échelle)

KPSCALE,ALL, , ,1e-6,1e-6,1e-6, ,1,0

! ----- lines

L,      9,      1  !L1
L,      1,      2  !L2
L,      2,     10  !L3
L,     10,     11  !L4
L,     11,      3  !L5
L,      3,      4  !L6
L,      4,     12  !L7
L,     12,     13  !L8
L,     13,      5  !L9
L,      5,      6  !L10
L,      6,     14  !L11
L,     14,     15  !L12
L,     15,      7  !L13
L,      7,      8  !L14
L,      8,     16  !L15
L,     16,      9  !L16
L,      2,      3  !L17
L,      4,      5  !L18
L,      6,      7  !L19

! ----- Aire Si

A, 1, 2, 10, 11, 3, 4, 12, 13, 5, 6, 14, 15, 7, 8, 16, 9      !A1

! ----- Aires Si02

```



```
MPDATA,ALPX,1,,0
```

```
! ----- matériau 2 : oxyde
```

```
MPTEMP,,,,,,,,
```

```
MPTEMP,1,298
```

```
MPDATA,EX,2,,0.80E+05
```

```
MPDATA,PRXY,2,,0.17
```

```
MPTEMP,,,,,,,,
```

```
MPTEMP,1,336
```

```
MPTEMP,2,433
```

```
MPTEMP,3,546
```

```
MPTEMP,4,674
```

```
MPTEMP,5,853
```

```
MPTEMP,6,1059
```

```
MPTEMP,7,1237
```

```
MPTEMP,8,1364
```

```
MPTEMP,9,1465
```

```
UIMP,2,REFT,,
```

```
MPDATA,ALPX,2,,-2.19e-6
```

```
MPDATA,ALPX,2,,-2.89e-6
```

```
MPDATA,ALPX,2,,-3.24e-6
```

```
MPDATA,ALPX,2,,-3.48e-6
```

```
MPDATA,ALPX,2,,-3.62e-6
```

```
MPDATA,ALPX,2,,-3.77e-6
```

```
MPDATA,ALPX,2,,-3.93e-6
```

```
MPDATA,ALPX,2,,-3.94e-6
```

```
MPDATA,ALPX,2,,-4.26e-6
```

```
! -----attribution des matériaux (propriétés) aux aires
```

```
!
```

```
! -----aire n°1 (Si)
```

```
ASEL, , , , 1
```

```
AATT, 1, , 1, 0,
```

```
! -----aires n°2, 3, 4 (SiO2)
```

```
ASEL,S,AREA,,2,4
```

```
AATT, 2, , 1, 0,
```

```
! -----maillage
```

```
ESIZE,0.18,0,
MSHKEY,0
ASEL, ALL
AMESH, ALL

!----- affinage sur les interfaces

LSEL,S,LINE,,2,14
LREFINE,ALL, , ,1,1,1,1
allsel
! -----conditions aux limites

!-----bord gauche
LSEL,S,LINE,,1,1
DL,ALL, ,UX,0
allsel
!-----bord bas
LSEL,S,LINE,,16,16
DL,ALL, ,UY,0

!-----bord droit
NSEL,S,LOC,X,bord
CP,12,UX,ALL
allsel
! -----charges
TREF,900,
TUNIF,298,
FINISH
! -----solveur
/SOL
/STATUS,SOLU

SOLVE
FINISH
/POST1
/EFACE,1
AVPRIN,0, ,

PLNSOL,EPTO,X,0,1
/DSCALE,1,1.0
/REPLOTT

PATH,UVpath,14,30,20,
PPATH,1,0,0,-0.05,0,0,
```

```

PPATH,2,0,DEMIWIDTH-0.05,-0.05,0,0,
PPATH,3,0,DEMIWIDTH-0.05,-0.35,0,0,
PPATH,4,0,DEMIWIDTH+STI1+0.05,-0.35,0,0,
PPATH,5,0,DEMIWIDTH+STI1+0.05,-0.05,0,0,
PPATH,6,0,DEMIWIDTH+STI1+RING-0.05,-0.05,0,0,
PPATH,7,0,DEMIWIDTH+STI1+RING-0.05,-0.35,0,0,
PPATH,8,0,DEMIWIDTH+STI1+RING+STI2+0.05,-0.35,0,0,
PPATH,9,0,DEMIWIDTH+STI1+RING+STI2+0.05,-0.05,0,0,
PPATH,10,0,DEMIWIDTH+STI1+RING+STI2+DUMMY-0.05,-0.05,0,0,
PPATH,11,0,DEMIWIDTH+STI1+RING+STI2+DUMMY-0.05,-0.35,0,0,
PPATH,12,0,DEMIWIDTH+STI1+RING+STI2+DUMMY+STI3+0.05,-0.35,0,0,
PPATH,13,0,DEMIWIDTH+STI1+RING+STI2+DUMMY+STI3+0.05,-0.05,0,0,
PPATH,14,0,bord,-0.05,0,0,
/PBC,PATH,1

```

```

PDEF, ,EPEL,X,AVG
PDEF, ,EPEL,Y,AVG
PDEF, ,EPEL,Z,AVG
PDEF, ,EPEL,XY,AVG

```

```
PLPATH,EPELX,EPELY,EPELZ,EPELXY
```

```
PASAVE,UVpath,ResultsSTI,txt,
```

B.2 Script SCILAB

```
function [result]=deltaomega(epsilon_xx,epsilon_yy,epsilon_zz,...
epsilon_xy,epsilon_xz,epsilon_yz)
```

```

p=-502165.85;
q=-627029.71;
r=-192723.11;

```

```
omega_0=520;
```

```
// données exprimées dans le réf cristal
```

```

D=[epsilon_xx,epsilon_xy,epsilon_xz;epsilon_xy,epsilon_yy,epsilon_yz;...
epsilon_xz,epsilon_yz,epsilon_zz];
T1=[1,0,0;0,0,-1;0,1,0];
T2=[sqrt(2)/2,sqrt(2)/2,0;sqrt(2)/2,-sqrt(2)/2,0;0,0,1];
Dcrist=T2*T1*D*inv(T1)*inv(T2);

```

```
eps_xx=Dcrist(1,1);
eps_yy=Dcrist(2,2);
eps_zz=Dcrist(3,3);
eps_xy=Dcrist(1,2);
eps_xz=Dcrist(1,3);
eps_yz=Dcrist(2,3);

// tenseurs Raman réf cristal

R_1=[0,0,0;0,0,1;0,1,0];
R_2=[0,0,1;0,0,0;1,0,0];
R_3=[0,1,0;1,0,0;0,0,0];

// polarisations croisées

ei=[1,0,0]
//ei=1/sqrt(2)*[1,0,1]
//ei=[0,0,1]

ed=[0,1,0]

// matrice séculaire réf cristal

ES=[p*eps_xx+q*eps_yy+q*eps_zz,2*r*eps_xy,2*r*eps_xz;...
2*r*eps_xy,q*eps_xx+p*eps_yy+q*eps_zz,2*r*eps_yz;...
2*r*eps_xz,2*r*eps_yz,p*eps_zz+q*(eps_yy+eps_xx)]

// traitement

[vect,lambda]=spec(ES);

delta_o=lambda/(2*omega_0);

R1_def=R_1*vect(1,1)+R_2*vect(2,1)+R_3*vect(3,1);
R2_def=R_1*vect(1,2)+R_2*vect(2,2)+R_3*vect(3,2);
R3_def=R_1*vect(1,3)+R_2*vect(2,3)+R_3*vect(3,3);

I1=(ei*R1_def*ed')^2;
I2=(ei*R2_def*ed')^2;
I3=(ei*R3_def*ed')^2;

result=I1*delta_o(1,1)+I2*delta_o(2,2)+I3*delta_o(3,3)

endfunction
```

```
//lecture données simulations mécaniques

data=read('ResultsSTI.txt',-1,5);

m=size(data);
n=m(1);
for i=1:n
delta(i) = deltaomega(data(i,3),data(i,2),data(i,4),data(i,5),0,0);
end

deff('f=fun(x,b)', 'f=exp(-2*x^2/b^2)');
b=0.7;
a=-1:0.013:1;
gaus=fun(a,b);
gauss=gaus';

v=-n/10:0.01:n/10;
for i=1:n
mat(1,i)=-data(n-i+1,1);
mat(2,i)=delta(n-i+1);
end
for i=n+1:2*n-1
mat(1,i)=data(i-n,1);
mat(2,i)=delta(i-n);
end
g=interpln(mat,v);

yo=convol(gauss,g); // convolution gaussienne

y=yo/norm(yo)*norm(g);
p=size(y);
x=0:0.01:(p(2)-1)/100;

plot2d(x,y,2) // résultat profil simulé
```

```
//lecture données simulations mécaniques

data=read('ResultsSTI.txt',-1,5);

m=size(data);
n=m(1);
for i=1:n
delta(i) = deltaomega(data(i,3),data(i,2),data(i,4),data(i,5),0,0);
end

deff('f=fun(x,b)', 'f=exp(-2*x^2/b^2)');
b=0.7;
a=-1:0.013:1;
gaus=fun(a,b);
gauss=gaus';

v=-n/10:0.01:n/10;
for i=1:n
mat(1,i)=-data(n-i+1,1);
mat(2,i)=delta(n-i+1);
end
for i=n+1:2*n-1
mat(1,i)=data(i-n,1);
mat(2,i)=delta(i-n);
end
g=interpln(mat,v);

yo=convol(gauss,g); // convolution gaussienne

y=yo/norm(yo)*norm(g);
p=size(y);
x=0:0.01:(p(2)-1)/100;

plot2d(x,y,2) // résultat profil simulé
```

Bibliographie

- [1] P. M. FAHEY, S. R. MADER, S. R. STIFFLER, R. L. MOHLER, J. D. MIS, and J. A. SLINKMAN. Stress-induced dislocations in silicon integrated circuits. *IBM J. of Res. Devel.*, 36(2) :158–182, 1992.
- [2] C. GALLON. *Impact des contraintes mécaniques sur les composants CMOS avancés*. PhD thesis, D.R.T. INPG, 2003.
- [3] H.W. VAN ZEIJL and L.K. NANVER. Self-aligned metallization of high-frequency BJT with low-stress silicon-nitride spacers. In *ESSDERC proc.*, pages 248–251, 1997.
- [4] F. JUN, S. MIJALKOVIC, W.J. EYSENGA, H.W. VAN ZEIJL, and W. CRANS. The influence of mechanical stresses on the characteristics of bipolar transistors. In *Proc. 3rd Workshop on Semiconductor Advances for Future Electronics*, pages 79–85, 2000.
- [5] N. IKARASHI, M. UEKI, and M. HIROI. Spatially resolved electron energy-loss spectroscopy of an interfacial structure at a Ti thin film Cu interconnect. *Appl. Phys. Lett.*, 83(4) :686–688, 2003.
- [6] M. GREGOIRE, S. KORDIC, M. IGNAT, X. FEDERSPIEL, P. VANNIER, and S. COURTAS. New Stress Voiding Observations in Cu Interconnects. In *IEEE*, pages 36–38, 2005.
- [7] Y. HAYASHI. . In *Short Course VLSI Symp.*, page 40, 2005.
- [8] E. T. WANG, J. W. MCPHERSON, J. A. ROSAL, K. J. DICKERSON, T.-C. CHIU, L. Y. TSUNG, M. K. JAIN, T. D. BONIFIELD, J. C. ONDRUSEK, and W. R. MCKEE. Stress-Induced Voiding Under Vias Connected To Wide Cu Metal Leads. In *IEEE 40th Annual International Reliability Physics Symposium*, pages 312–321, 2002.
- [9] R. C. J. WANG, L.D. CHEN, P.C. YEN, S.R. LIN, C.C. CHIU, K. WU, and K.S. CHANG-LIAO. Interfacial Stress Characterization for Stress-induced Voiding in Cu/Low-k Interconnects. In *IEEE Proceedings of 12th IPFA*, pages 96–99, 2005.
- [10] N. CHÉRAULT, J. BESSON, C. GOLDBERG, . CASANOVA, and M. H. BERGER. Finite element simulation of thermomechanical stress evolution in Cu/low-K interconnects during manufacturing and subsequent cycling. In *ESSDERC proc.*, 2005.
- [11] T. TANAKA, M. MORIGAMI, and N. ATODA. Mechanism of Resist Pattern Collapse. *J. Electrochem. Soc.*, 140(7) :L115–L116, 1993.

- [12] K. YOSHIMOTO, H. B. STOYKOVICH, J. J. CAO, J. J. DE PABLO, P. F. NEALEYB, and W.J. DRUGAN. A two-dimensional model of the deformation of photoresist structures using elastoplastic polymer properties. *J. Appl. Phys.*, 96(4) :1857–1865, 2004.
- [13] T. VOLGELSANG and H.R. HOFMANN. Electron Transport in Strained Silicon Layers on $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ Substrates. *Appl. Phys. Lett.*, 63 :186, 1993.
- [14] K. RIM, R. ANDERSON, D. BOYD, F. CARDONE, K. CHAN, H. CHEN, and S. CHRISTANSEN. Strained Si CMOS (SSCMOS) technology : opportunities and challenges. *Solid-State Electronics*, 47 :1133–1139, 2003.
- [15] M. MOUIS. *Contraintes mécaniques en micro, nano et optoélectronique*. Lavoisier, 2006.
- [16] C. ORTOLLAND, S. ORAIN, J. ROSA, P. MORIN, F. ARNAUD, M. WOO, A. PONCET, and P. STOLK. Electrical characterization of mechanical modeling of process induced strain in 65 nm CMOS technology. In *ESSDERC Proc.*, pages 137–140, 2004.
- [17] F. BOEUF, F. ARNAUD, B. TAVEL, B. DURIEZ, M. BIDAUD, P. GOURAUD, C. CHATON, P. MORIN, J. TODESCHINI, M. JURDIT, L. PAIN, V. DE-JONGHE, M.T. BASSO, D. SOTTA, F. WACQUANT, J. ROSA, R. EL-FARHANE, S. JULLIAN, N. BICAIS-LEPINAY, H. BERNARD, J. BUSTOS, S. MANAKLI, M. GAILLARDIN, J. GRANT, and T. SKOTNICKI. A conventional 45nm CMOS node low-cost platform for general purpose and low power applications. In *International Electron Devices Meeting*, pages 425–8, 2004.
- [18] THOMAS, O. and ROUCAU, C. and RENAULT, P.-O. Contraintes mécaniques locales. In *10^e Journées de la Matière Condensée*, pages 90–114, 2006.
- [19] N. TAMURA. High spatial resolution grain orientation and strain mapping in thin films using polychromatic submicron x-ray diffraction. *Appl. Phys. Lett.*, 80(20) :3724–3726, 2002.
- [20] P. GERGAUD, P. GOUDEAU, O. SICARDY, N. TAMURA, and O. THOMAS. Residual stress analysis in micro- and nano-structured materials by X-ray diffraction. *Int. J. of Mat. and Prod. Tech.*, 26(3) :354–371, 2006.
- [21] T. BAUMBACH, D. LÜBBERT, and M. GAILHANOU. Strain and shape analysis of multilayer surface gratings by coplanar and by grazing-incidence x-ray diffraction. *J. Appl. Phys.*, 87(8) :3744–3758, 2000.
- [22] A. LOUBENS, C. RIVERO, Ph. BOIVIN, B. CHARLET, R. FORTUNIER, and O. THOMAS. . In *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.*, volume 875, 2003.
- [23] A. LOUBENS. *Champ de contrainte local dans un réseau périodique : diffraction de rayons X à haute résolution et simulations par éléments finis*. PhD thesis, École Doctorale de Saint Étienne, 2006.
- [24] A. LOUBENS, R.Y. FILLIT, R. FORTUNIER, and O. THOMAS. Simulation et détermination par rayons X des contraintes mécaniques dans des micro-composants modèles. *J. Phys. IV*, 118 :109–115, 2004.

- [25] M. EBERLEIN, S. ESCOUBAS, M. GAILHANOU, O. THOMAS, P. RHOR, and R. COPPARD. Détermination de contraintes locales par diffraction X haute résolution sur des structures STI périodiques. In *10^e Journées de la Matière Condensée*, page 105, 2006.
- [26] P. GERGAUD, O. THOMAS, and B. CHENEVIER. Stresses arising from a solid state reaction between palladium films and Si(001) investigated by *in situ* combined x-ray diffraction and curvature measurements. *J. Appl. Phys.*, 94(3) :1584–1591, 2003.
- [27] V. CHAMARD, S. LABAT, O. THOMAS, M. DOLLÉ, G. BALDINOZZI, F. LIVET, and T.H. METZGER. Déformations et densité locales dans un nanocristal unique révélées par la diffraction X cohérente. In *10^e Journées de la Matière Condensée*, page 94, 2006.
- [28] STREss minimisation and Application to Memories, 2000-2002. <http://stream.bo.cnr.it>, Contract no. ist-1999-10341.
- [29] F. HOUELIER, C. ROUCAU, L. CLÉMENT, J.L. ROUVIÈRE, and M. J. CASANOVE. Quantitative analysis of HOLZ line splitting in CBED patterns of epitaxially strained layers. *Ultramicroscopy*, 106 :951–959, 2006.
- [30] L. CLÉMENT. *Mesure des Déformations et des Contraintes par Diffraction Électronique en Faisceau Convergent (CBED)*. PhD thesis, U.J.F., 2006.
- [31] L. CLÉMENT, R. PANTEL, L.F.Tz. KWAKMAN, and J.L. ROUVIÈRE. Strain measurements by convergent-beam electron diffraction : The importance of stress relaxation in lamella preparations. *Appl. Phys. Letters*, 85(4) :651–3, 2004.
- [32] A. ARMIGLIATO, R. BALBONI, and S. FRABBONI. Strain mapping in deep sub-micron Si devices by convergent beam electron diffraction in the STEM. *Eur. Phys. J. Appl. Phys.*, 27 :49–54, 2004.
- [33] A.J. WILKINSON, G. MEADEN, and D.J. DINGLEY. High-resolution elastic strain measurement from electron backscatter diffraction pattern : New levels of sensitivity. *Ultramicroscopy*, 106 :307–313, 2006.
- [34] S. VILLERT. *Elastic strain analysis in Cu interconnects using the EBSD technique*. PhD thesis, École des Mines de Saint Étienne, *en cours*.
- [35] R. FORTUNIER, C. MAURICE, S. VILLERT, and C. WYON. Utilisation de la technique de l'EBSA pour déterminer des déformations élastiques locales. In *10^e Journées de la Matière Condensée*, page 98, 2006.
- [36] S. GANESAN, A. A. MARADUDIN, and J. OITMAA. A Lattice Theory of Morphic Effects in Crystals of the Diamond Structure. *Annals of Physics*, 56 :556–594, 1970.
- [37] E. ANASTASSAKIS, A. PINCZUK, E. BURSTEIN, F. H. POLLAK, and M. CARDONA. Effect of static uniaxial stress on the Raman spectrum of silicon. *Solid State Commun.*, 8 :133–8, 1970.
- [38] I. DE WOLF. Micro-Raman spectroscopy to study local mechanical stress in silicon integrated circuits. *Semicond. Sci. Technol.*, 11 :139–154, 1996.

- [39] I. DE WOLF. Stress Measurements in Si Microelectronics Devices using Raman Spectroscopy. *J. Raman. Spectrosc.*, 30 :877–83, 1999.
- [40] J. BRECHBÜHL, J. BAUCH, and H.-J. ULLRICH. Measurements of Residual Stresses in Micron Regions by Using Synchrotron Excited Kossel Diffraction. *Cryst. Res. Technol.*, 34(1) :59–70, 1999.
- [41] V. SENEZ, T. HOFFMANN, E. ROBILLIART, G. BOUCHE, H. JAOUEN, M. LUNENBORG, and G. CARNEVALE. Investigations of stress sensitivity of 0.12 μm CMOS technology using process modeling. In *International Electron Devices Meeting*, pages 831–4, 2001.
- [42] C. KITTEL. *Introduction à la physique de l'état solide*. Dunod, 1972.
- [43] M. R. GELLER. Local phonon density of states in an elastic substrate. *Phys. Rev. B*, 70(205421), 2004.
- [44] S. ADACHI. *Properties of group-IV, III-V and II-VI semiconductors*. John Wiley & sons, 2005.
- [45] G. DOLLING. Inelastic Scattering of Neutrons in Solids and Liquids. Technical report, 1963.
- [46] A. SMEKAL. The quantum theory of dispersion. *Naturwissenschaften*, 11 :873–875, 1923.
- [47] C.V. RAMAN and K.S. KRISHNAN. A new type of secondary radiation. *Nature*, 121 :501–502, 1928.
- [48] F.A. COTTON. *Chemical applications of group theory*. Wiley, 1963. Édition française : Dunod, 1968.
- [49] R. A. COWLEY. Raman scattering from crystals of the diamond structure. *Journal de Physique (Paris)*, 26(11) :659–67, 1965.
- [50] G. LUCAZEAU. Effect of pressure and temperature on Raman spectra of solids : anharmonicity. *J. Raman Spectrosc.*, 34 :478–496, 2003.
- [51] R. A. COWLEY. Anharmonic crystals. *Rep. Prog. Phys.*, 31 :123–166, 1968.
- [52] J. MENÉNDEZ and M. CARDONA. Temperature dependence of the first-order Raman scattering by phonons in Si, Ge, and $\alpha\text{-Sn}$: Anharmonic effects. *Phys. Rev. B*, 29(4) :2051–2059, Feb 1984.
- [53] R. B. LAUGHLIN and J. D. JOANNOPOULOS. Phonons in amorphous silica. *Phys. Rev. B*, 16(6) :2942–2952, Sep 1977.
- [54] R. LOUDON. The raman effect in crystals. *Advances in Physics*, 13 :423–82, 1964.
- [55] S. P. S. PORTO, J.A. GIORDMAINE, and T. C. DAMEN. Depolarization of Raman scattering in Calcite. *Phys. Rev.*, 147(2) :608–611, 1966.
- [56] G.H. LOECHELT, N.G. CAVE, and J. MENÉNDEZ. Polarized off-axis Raman spectroscopy : A technique for measuring stress tensors in semiconductors. *J. Appl. Phys.*, 86(11) :6164–6180, 1999.

- [57] H.R. PHILIPP and E.A. TAFT. Optical Constants of Silicon in the Region 1 to 10 ev. *Phys. Rev.*, 120(1) :37–38, 1960.
- [58] E. ANASTASSAKIS and Y. S. RAPTIS. Angular dispersion of backward raman scattering : Weakly absorbing cubic materials (Si). *J. Appl. Phys.*, 57(3) :920–8, 1985.
- [59] E. BONERA, M. FANCIULLI, and D. N. BATCHELDER. Combining high resolution and tensorial analysis in Raman stress measurements of silicon. *J. Appl. Phys.*, 94(4) :2729–2740, 2003.
- [60] J. B. RENUCCI, R. N. TYTE, and M. CARDONA. Resonant Raman scattering in silicon. *Phys. Rev. B*, 11(10) :3885–3895, 1975.
- [61] B. DIETRICH and K. F. DOMBROWSKI. Experimental Challenges of Stress Measurements with Resonant Micro-Raman Spectroscopy. *J. Raman Spectrosc.*, 30 :893–897, 1999.
- [62] K.F. DOMBROWSKI, A. FISCHER, B. DIETRICH, I. DE WOLF, H. BENDER, S. POCHE, V. SIMONS, R. ROOYACKERS, G. BADENES, C. STUER, and J. VAN LANDUYT. Determination of stress in shallow trench isolation for deep submicron MOS devices by UV raman spectroscopy. In *International Electron Devices Meeting*, pages 357–60, 1999.
- [63] D.A. LONG. *The Raman effect*.
- [64] R.J.H. CLARK and R.E. HESTER. *Advances in Non-Linear Raman Spectroscopy*, volume 15. J. Wiley & Sons.
- [65] J. F. NYE. *Physical Properties of Crystals*. O.U.P London, 1957.
- [66] E. ANASTASSAKIS and E. LIAROKAPIS. Polycrystalline Si under strain : Elastic and lattice-dynamical considerations. *J. Appl. Phys.*, 62(8) :3346–3352, 1987.
- [67] H. J. MCSKIMIN. Measurement of elastic constants at low temperatures by means of ultrasonic waves — Data for silicon and germanium single crystals, and for fused silica. *J. Appl. Phys.*, 24(8) :988–997, 1953.
- [68] S. P. NIKANOROV, Y. A. BURENKOV, and A. V. STEPANOV. *Sov. Phys. Solid State*, 13(10) :2516–2519, 1971.
- [69] E. ANASTASSAKIS and E. BURSTEIN. Morphic effects II-Effects of external forces on the frequencies of the $q \approx 0$ optical phonons. *J. Phys. Chem. Solids*, 32 :563–570, 1971.
- [70] 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*, 5(2) :580–93, 1972.
- [71] E. ANASTASSAKIS, A. CANTARERO, and M. CARDONA. Piezo-Raman measurements and anharmonic parameters in silicon and diamond. *Phys. Rev. B*, 41 :7529–35, 1990.
- [72] I. DE WOLF, H. E. MAES, and K. S. JONES. Stress measurements in silicon devices through Raman spectroscopy : Bridging the gap between theory and experiment. *J. Appl. Phys.*, 79(9) :7148–56, 1996.

- [73] K. MIZOGUCHI and S. NAKASHIMA. Determination of crystallographic orientations in silicon films by Raman-microprobe polarization measurements. *J. Appl. Phys.*, 65(7) :2583–2590, 1989.
- [74] B. V. KAMENEV, H. GREBEL, L. TSYBESKOV, T. I. KAMINS, R. STANLEY WILLIAMS, J. M. BARIBEAU, and D. J. LOCKWOOD. Polarized Raman scattering and localized embedded strain in self-organized Si/Ge nanostructures. *Appl. Phys. Lett.*, 83(24) :5035–5037, 2003.
- [75] E. ANASTASSAKIS. Angular dispersion of optical phonon frequencies in strained cubic crystals. *J. Appl. Phys.*, 81(7) :3046–3056, 1997.
- [76] E. ANASTASSAKIS. Selection rules of Raman scattering by optical phonons in strained cubic crystals. *J. Appl. Phys.*, 82(4) :1582–1591, 1997.
- [77] S. NARAYANAN, S.R. KALIDINDI, and L.S. SCHADLER. Determination of unknown stress states in silicon wafers using microlaser Raman spectroscopy. *J. Appl. Phys.*, 82(5) :2595–2602, 1997.
- [78] C. D. POWELEIT, A. GUNTHER, S. GOODNICK, and J. MENÉNDEZ. Raman imaging of patterned silicon using a solid immersion lens. *Appl. Phys. Lett.*, 73(16) :2275–2277, 1998.
- [79] G.D. PITT, D.N. BATCHELDER, R. BENNETT, R.W. BORMETT, I.P. HAYWARD, B.J.E. SMITH, K.P.J. WILLIAMS, Y.Y. YANG, K.J. BALDWIN, and S. WEBSTER. Engineering aspects and applications of the new Raman instrumentation. *IEE Proc.-Sci. Meas. Technol.*, 152(6) :241–318, 2005.
- [80] D. DELILLE. Communication personnelle.
- [81] Near field optics. In M. Paesler & N. van Hulst, editor, *Nos. 1–4 of Ultramicroscopy*, volume 61, pages 90–114. Elsevier, Amsterdam, 1995.
- [82] E. J. AYARS, C. L. JAHNCKE, M. A. PAESLER, and H. D. HALLEN. Fundamental differences between micro- and nano-Raman spectroscopy. *Journal of Microscopy*, 202 :142–147, 2001.
- [83] S. WEBSTER, D. N. BATCHELDER, and D. A. SMITH. Submicron resolution measurement of stress in silicon by near-field Raman spectroscopy. *Appl. Phys. Lett.*, 72(12) :1478–1480, 1998.
- [84] N. ANDERSON, P. ANGER, A. HARTSCHUH, and L. NOVOTNY. Subsurface Raman Imaging with Nanoscale Resolution. *Nano Letters*, 6(4) :744–749, 2006.
- [85] A. HARTSCHUH, E. J. SÁNCHEZ, X. S. XIE, and L. NOVOTNY. High-Resolution Near-Field Raman Microscopy of Single-Walled Carbon Nanotubes. *Phys. Rev. Lett.*, 90(9) :95503, 2003.
- [86] A. HARTSCHUH, N. ANDERSON, and L. NOVOTNY. Near-field Raman spectroscopy using a sharp metal tip. *Journal of Microscopy*, 210 :234–240, 2003.
- [87] L. NOVOTNY and S.J. STRANICK. Near-Field Optical Microscopy and Spectroscopy with Pointed Probes. *Annu. Rev. Phys. Chem.*, 57 :303–31, 2006.
- [88] B. HECHT, H. BIELEFELDT, Y. INOUE, D. W. POHLIC, and L. NOVOTNY. Facts and artifacts in near-field optical microscopy. *J. Appl. Phys.*, 81(6) :2492–2498, 1997.

- [89] E. J. AYARS and H. D. HALLEN. Surface enhancement in near-field Raman spectroscopy. *Appl. Phys. Lett.*, 76(26) :3911–3913, 2000.
- [90] R. OSSIKOWSKI. Projet PolaRaman. Technical report, Alliance Crolles2, LPICM, Jobin-Yvon, 2006.
- [91] E. BONERA, M. FANCIULLI, and D. N. BATCHELDER. Stress mapping in silicon : advantages of using a Raman spectrometer with a single dispersive stage. *Applied Spectroscopy*, 56(5) :560–563, 2002.
- [92] M. YOSHIKAWA, M. MAEGAWA, G. KATAGIRI, and H. LSHIDA. Characterization of anisotropic stress around Si trenches by polarized Raman spectroscopy. *J. Appl. Phys.*, 78(2) :941–944, 1995.
- [93] J. CHEN and I. DE WOLF. Theoretical and experimental Raman spectroscopy study of mechanical stress induced by electronic packaging. In *IEEE Transactions on Components and Packaging Technologies*, volume 28, pages 484–92, 2005.
- [94] A. ATKINSON and S. C. JAIN. Spatially Resolved Stress Analysis Using Raman Spectroscopy. *J. Raman Spectrosc.*, 30(10) :885–891, 1999.
- [95] S. M. HU. Stress from isolation trenches in silicon substrates. *J. Appl. Phys.*, 67 :1092, 1990.
- [96] S. M. HU. Stress from a parallelepipedic thermal inclusion in a semispace. *J. Appl. Phys.*, 66 :2741, 1989.
- [97] J. CHANG. Notch formation by stress enhanced spontaneous etching of polysilicon. *J. Vac. Sci. Technol. B*, 19(5) :1870, 2001.
- [98] T. MURA. *Micromechanics of defects in solids*. Kluwer, 1991.
- [99] J. PAN. Three-Dimensional Green’s Functions in an Anisotropic Half-Space With General Boundary Conditions. *J. Appl. Mech.*, 70 :101, 2003.
- [100] S. M. HU. Stress-related problems in silicon technology. *J. Appl. Phys.*, 70(6) :R53–R80, 1991.
- [101] E.P. EERNISSE. Stress in thermal SiO₂ during growth. *Appl. Phys. Lett.*, 35(1) :8–10, 1979.
- [102] D. CHIDAMBARRAO, J. P. PENG, and G. R. SRINIVASAN. Stresses in silicon substrates near isolation trenches. *J. Appl. Phys.*, 70(9) :4816–22, 1991.
- [103] M. RAMSTEINER, C. WILD, and J. WAGNER. Interference effects in the Raman scattering intensity from thin films. *Applied Optics*, 28(18) :4017–4023, 1989.
- [104] G. G. STONEY. The tension of metallic films deposited by electrolysis. In *Proc. R. Soc. London*, number 82 in A, page 172, 1909.
- [105] P. A. FLINN, D. S. GARDNER, and W. D. NIX. Measurement and Interpretation of stress in aluminum-based metallization as a function of thermal history. *IEEE Trans. Elec. Dev.*, ED-34 :689, 1987.
- [106] P. H. TOWNSEND, D. M. BARNETT, and T. A. BRUNNER. Elastic relationships in layered composite media with approximation for the case of thin films on a thick substrate. *J. Appl. Phys.*, 62(11) :4438, 1987.

- [107] G. SCOTT, J. LUTZE, M. RUBIN, F. NOURI, and M. MANLEY. NMOS drive current reduction caused by transistor layout and trench isolation induced stress. In *International Electron Devices Meeting*, pages 827–30, 1999.
- [108] W.G. EN, D.H. JU, D. CHAN, S. CHAN, and O. KARISSON. Reduction of STI/active stress on 0.18 μm SOI devices through modification of STI process. In *IEEE International SOI Conference*, pages 85–6, 2001.
- [109] C. LE CAM, F. GUYADER, C. DE BUTTET, P. GUYADER, G. RIBES, M. SARDO, S. VANBERGUE, F. BOEUF, F. ARNAUD, E. JOSSE, and M. HAOND. A Low Cost Drive Current Enhancement Technique using Shallow Trench Isolation induced Stress for 45-nm node. In *VLSI*, 2006. in press.
- [110] R. LIU and M. CANONICO. Applications of UV-Raman spectroscopy and high-resolution X-ray diffraction to microelectronic materials and devices. *Microelectronic Engineering*, 75 :243–251, 2004.
- [111] M. HOLZ, W. M. DUNCAN, S. ZOLLNER, and R. LIU. Visible and ultraviolet Raman scattering studies of $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ alloys. *J. Appl. Phys.*, 88(5) :2523–2528, 2000.
- [112] K. F. DOMBROWSKI, I. DE WOLF, and B. DIETRICH. Stress measurements using ultraviolet micro-Raman spectroscopy. *Appl. Phys. Lett.*, 75(16) :2450–2451, 1999.
- [113] K. BRUNNER, G. ABSTREITER, B.O. KOLBESEN, and H.W. MEUL. Determination of unknown stress states in silicon wafers using microlaser Raman spectroscopy. *Applied Surface Science*, 39 :116–126, 1989.
- [114] Y. OKADA and Y. TOKUMARU. Precise determination of lattice parameter and thermal expansion coefficient of silicon between 300 and 1500 K. *J. Appl. Phys.*, 56(2) :314–320, 1984.
- [115] A.T. BRADLEY, R.C. JAEGER, J.C. SUHLING, and K.J. O’CONNOR. Piezo-resistive characteristics of short-channel MOSFETs on (100) silicon. In *IEEE Transactions on Electron Devices*, volume 48, pages 2009–15, 2001.
- [116] W. QINGPING, Z. ZHENGFAN, L. KAICHENG, G. LIN, X. WU, and W. ZIHANG. A Deep Trench Isolation for Silicon. In *IEEE*, pages 172–175, 1998.
- [117] S. R. STIFFLER and A. O. CIFUENTES. The Effect of Trench Corner Shapes on Local Stress Fields : A Three-Dimensional Finite-Element Modeling Study. *IEEE Transactions on Electron Devices*, 40(3) :557–563, 1993.
- [118] A. YAGISHITA, T. SAITO, S. MATSUDA, and Y. USHIKU. Effects of Cleavage on Local Cross-Sectional Stress Distribution in Trench Isolation Structure. *Jpn. J. of Appl. Phys.*, 36(3b) :1335–1340, 1997.
- [119] D. J. LOCKWOOD, K. RAJAN, E. W. FENTON, J. M. BARIBEAU, and M. W. DENHOFF. Ordering in $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ crystals. *Solid State Communications*, 61 :465, 1987.
- [120] J. BEVK, A. OURMAZD, L. C. FELDMAN, T. P. PEARSAL, J. M. BONAR, B. A. DAVIDSON, and J. P. MANNAERTS. Structure and optical properties of Ge-Si ordered superlattices. *Appl. Phys. Lett.*, 50(12) :760–762, 1987.

- [121] J. P. DISMUKES, L. EKSTROM, and R. J. PAFF. Lattice Parameter and Density in Germanium-Silicon Alloys. *J. Phys. Chem.*, 68(10) :3021–3027, 1964.
- [122] A. ZUNGER and J. E. JAFFE. Bond lengths around isovalent impurities and in semiconductor solid solutions. *Phys. Rev. Lett.*, 51(8) :662–665, 1983.
- [123] J. L. MARTINS and A. ZUNGER. Bond lengths around isovalent impurities and in semiconductor solid solutions. *Phys. Rev. B*, 30(10) :6217–6220, 1984.
- [124] M. R. WEIDMANN and K. E. NEWMAN. Simulation of elastic-network relaxation : The $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ random alloy. *Phys. Rev. B*, 45(15) :8388–8396, 1992.
- [125] S. DE GIRONCOLI, P. GIANOZZI, and S. BARONI. Structure and Thermodynamics of $\text{Si}_x\text{Ge}_{1-x}$ Alloys from *Ab initio* Monte Carlo Simulations. *Phys. Rev. Lett.*, 66(16) :2116–2119, 1991.
- [126] F. SCHAFFLER. *Properties of Advanced Semiconductor Materials GaN, AlN, InN, BN, SiC, SiGe*. 2001.
- [127] D. W. FELDMAN, M. ASHKIN, and J. H. , Jr. PARKER. Raman scattering by local modes in germanium-rich silicon-germanium alloys. *Phys. Rev. Lett.*, 17(24) :1209–1212, 1966.
- [128] Z. SUI, H. H. BURKE, and I. P. HERMAN. Raman scattering in germanium-silicon alloys under hydrostatic pressure. *Phys. Rev. B*, 48(4) :2162–2168, 1993.
- [129] M. A. RENUCCI, J. B. RENUCCI, and M. CARDONA. Raman scattering in Ge–Si alloys. In M. Balkanski, editor, *Proc. of the Conf. on Light Scattering in Solids*, pages 326–329. Flammarion, Paris, 1971.
- [130] P. M. MOONEY, F. H. DACOL, J. C. TSANG, and J. O. CHU. Raman scattering analysis of relaxed $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}$ alloy layers. *Appl. Phys. Lett.*, 62(17) :2069–2071, 1993.
- [131] W. J. BRYA. Raman scattering in Ge–Si alloys. *Solid State Communications*, 12 :253–257, 1973.
- [132] M. I. ALONSO and K. WINER. Raman spectra of *c*- $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ alloys. *Phys. Rev. B*, 39(14) :056–062, 1989.
- [133] J. C. TSANG, P. M. MOONEY, F. DACOL, and J. O. CHU. Measurements of alloy composition and strain in thin $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}$ layers. *J. Appl. Phys.*, 75(12) :8098–8108, 1994.
- [134] J. MENÉNDEZ, A. PINCZUK, J. BEVK, and J. P. MANNAERTS. Raman study of order and disorder in sige ultrathin superlattices. *J. Vac. Sci. Technol. B*, 6(4) :1306–1309, 1988.
- [135] C. H. GREIN and M. CARDONA. Local vibrational modes of Ge-rich *c*- $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ alloys. *Phys. Rev. B*, 45(15) :8328–8333, 1992.
- [136] S. DE GIRONCOLI. Phonons in Si-Ge systems : An *ab initio* interatomic-force-constant approach. *Phys. Rev. B*, 46(4) :2412, 1992.
- [137] M. FRANZ, K. F. DOMBROWSKI, H. RÜCKER, B. DIETRICH, K. PRESSEL, A. BARZ, U. KERAT, P. DOLD, and K. W. BENZ. Phonons in $\text{Ge}_{1-x}\text{Si}_x$ bulk crystals. *Phys. Rev. B*, 59(16) :10614–10621, 1999.

- [138] S. RATH, M. L. HSIEH, P. ETCHEGOIN, and R. A. STRADLING. Alloy effects on the Raman spectra of $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ and calibration protocols for alloy compositions based on polarization measurements. *Semicond. Sci. Technol.*, 18 :566–575, 2003.
- [139] 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.*, 71(26) :3856–3858, 1997.
- [140] 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.*, 91(10) :6772–6774, 2002.
- [141] M. A. LUTZ, R. M. FEENSTRA, and J. O. CHU. Atomic force microscopy studies of SiGe films and Si/SiGe heterostructures. *IBM J. of Res. Devel.*, 39(6) :629–637, 1995.
- [142] H. CHEN, Y. K. LI, C. S. PENG, H. F. LIU, Y. L. LIU, Q. HUANG, J. M. ZHOU, and Qi-Kun XUE. Crosshatching on a SiGe film grown on a Si(001) substrate studied by Raman mapping and atomic force microscopy. *Phys. Rev. B*, 65(23) :233303, May 2002.
- [143] K. SAWANO, S. KOH, Y. SHIRAKI, N. USAMI, and K. NAKAGAWA. In-plane strain fluctuation in strained-Si/SiGe heterostructures. *Appl. Phys. Lett.*, 83(21) :4339–4341, 2003.
- [144] J. W. MATTHEWS and A. E. BLACKESLEE. Defects in Epitaxial Multilayers 1. Misfit dislocations. *J. Cryst. Growth*, 27 :118, 1974.
- [145] L. B. FREUND. The stability of a dislocation threading a strained layer on a substrate. *J. Appl. Mech.*, 54 :553–557, 1987.
- [146] R. ASARO and W. TILLER. Interface morphology development during stress corrosion cracking : Part I. Via surface diffusion. *Met. Trans.*, 3 :1789–1796, 1972.
- [147] M. A. GRINFEL'D. Instability of the separation boundary between a non-hydrostatically stressed elastic body and a melt. *Sov. Phys. Dokl.*, 31 :831–834, 1986.
- [148] D. ROUCHON. *Mesures de déformations sur dispositifs à contraintes intentionnelles par spectroscopie Raman*. PhD thesis, INPG, en cours.
- [149] N. LOUBET. *Épitaxie et Gravure du Si et des alliages $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ pour dispositifs CMOS avancés*. PhD thesis, INSA, Toulouse, 2006.
- [150] W. VOIGT. *Math. Kl.*, 34(1) :47, 1887.
- [151] A.Z. REUSS. *Ang. Math. Mech.*, 9 :49, 1929.

Résumé / Abstract

La spectroscopie Raman est utilisée dans le cadre de la caractérisation locale des contraintes mécaniques en microélectronique. Les effets des déformations sur le spectre Raman du silicium sont étudiés de manière à établir un protocole expérimental. Les notions importantes de résolution et d'observation sont abordées. Plusieurs techniques originales dérivées de la rétrodiffusion Raman sont mises en œuvre. L'utilisation de l'ultraviolet proche permet d'améliorer considérablement la résolution spatiale des mesures Raman. Une méthode de mesure des contraintes basée sur le couplage entre simulations et expériences est développée. Différents dispositifs microélectroniques sont étudiés par cette méthode. Les résultats obtenus permettent de valider et d'étendre le champ d'application de la méthode. Des expériences de spectro-tomographie Raman sont réalisées sur des structures d'isolation. Enfin, une étude est menée sur des alliages silicium germanium.

Stress measurements by Raman spectroscopy have been performed on microelectronic devices. Strain-induced effects on the Raman spectrum of silicon have been studied in order to set up the experimental work. Selection rules and instrumental parameters have been considered for backscattering experiments. Prior to the study of different microelectronic devices, the comparison of several Raman imaging techniques has been made. Shallow UV excitative wavelength has been found to be of extrem interest for spatial resolution improvement. A method based on simulations along with Raman experiments has been developed in order to measure stress in silicon. Accurate stress measurements have been performed using this method, including 3D Raman measurements on deep trench insulator. Silicon germanium alloys have also been studied by Raman spectroscopy, within the application field of the previous method.