

UNIVERSITÉ DE SHERBROOKE

Faculté de génie

Département de génie électrique

**POLISSAGE MÉCANO-CHIMIQUE POUR LA
FABRICATION DE FILMS MINCES DE SILICIUM
POLY-CRISTALLIN DOPÉ IN-SITU EN BORE ET
LEUR ASSEMBLAGE PAR COLLAGE DIRECT**

Thèse de doctorat

Spécialité : Génie électrique

Romain STRICHER

Sherbrooke (QC), Canada

Décembre 2021

MEMBRES DU JURY

Dominique DROUIN

Directeur

Serge ECOFFEY

Codirecteur

Viorel BALAN

Évaluateur

Paul GOND-CHARTON

Évaluateur

Luc FRÉCHETTE

Rapporteur

RÉSUMÉ

L'industrie de la microélectronique met en œuvre des procédés de fabrication toujours plus innovants afin d'assurer l'amélioration des performances et l'augmentation de la durée de vie des technologies à base de matériaux semi-conducteurs. En proposant de nouveaux procédés de fabrication il est ainsi possible d'améliorer la qualité des produits mais également d'en concevoir de nouveaux. C'est dans cette optique que l'étude du polissage mécano-chimique sur des surfaces d'ISDP a été réalisée afin de rendre possible le collage direct ISDP/ISDP et d'améliorer le collage direct ISDP/SiO₂. Ce type d'assemblage permet de lier des tranches de silicium afin de réaliser des connexions entre différentes technologies ou de fermer des cavités notamment pour les applications de type MEMS.

Tout d'abord la partie CMP a été largement investiguée dans le but de concevoir un procédé de polissage capable de donner des surfaces d'ISDP dont la rugosité est assez faible pour permettre le collage direct. Pour ce faire, la solution de polissage a été modifiée chimiquement par dilution, par l'ajout d'un inhibiteur de corrosion et par l'ajout d'acide pour en contrôler le pH. Les paramètres machine ont été ajustés notamment à travers la vitesse de rotation du tissu de polissage, la pression appliquée et le débit de solution de polissage. L'optimisation des paramètres chimiques et mécaniques a permis de mettre au point un procédé donnant des surfaces d'ISDP avec une rugosité de surface inférieure à 0,2nm RMS post-CMP, mesurée par AFM. Il est donc théoriquement possible d'assembler ces surfaces par collage direct.

Par la suite, les collages directs entre deux surfaces d'ISDP et avec une surface de SiO₂ ont été réalisés. Les assemblages ont pu être caractérisés optiquement par infra-rouge mais également par mesure acoustique afin d'observer la qualité de l'interface de collage. Les mesures d'énergie d'adhésion par insertion de lame ont permis de quantifier la force qui lie les surfaces collées. Nous avons ainsi pu montrer l'influence du mécanisme de collage hydrophile ou hydrophobe, l'impact de la rugosité de surface ou l'effet de la température de recuit sur l'énergie d'adhésion. Des collages dont l'énergie de surface dépasse l'énergie de fracture du silicium (2250mJ.m⁻²) ont été mesurés. Enfin, la fabrication de collages avec structures pour la réalisation de connexions électriques verticales ou pour la fermeture de cavités sous vide a montré le potentiel de ce procédé dans la conception de produits MEMS. Grâce à une mesure de taux de fuite inférieur à 10-11 Pa.m³s⁻¹ après 18 semaines de mesure, notre procédé de collage montre sa compétitivité vis à vis des standards dans ce domaine.

Mots clés : CMP, ISDP, Collage direct, MEMS, Couches minces, Rugosité de surface

REMERCIEMENTS

Projet à la fois personnel mais loin de pouvoir être réalisé en solitaire, le doctorat est un parcours de vie fait d'expériences, de rencontres et de partage. Laissez-moi ici exprimer ma gratitude envers toutes les personnes sans qui ce projet n'aurait pu être mené à bien.

Merci à Dominique, directeur de thèse, pour m'avoir permis de réaliser ce projet. Tes conseils très avisés, ton côté pragmatique et ta vision globale des choses m'ont beaucoup aidé. Quand on a la tête dans le guidon, prendre du recul fait toujours du bien !

Merci à Serge, co-directeur, dieu de la CMP, mon mentor tout au long de ce projet. Toujours disponible pour commenter, débattre, discuter, proposer... Merci pour ton temps, ta patience et ton soutien sans faille.

Merci à Paul, partenaire industriel chez TDSI, pour avoir partagé tout ce qui était nécessaire au démarrage de ma thèse et de m'avoir suivi tout au long du projet. Un grand merci pour toutes les expériences réalisées au C2MI grâce à toi.

Merci à Amrid pour les conseils et discussions sur toute la partie collage. Merci pour ton aide en salle blanche et ta participation aux expériences.

Merci à l'ensemble du groupe Nano pour l'ambiance de travail, les échanges lors des rencontres de groupe et le soutien au labo. Une longue journée en salle blanche, c'est toujours plus sympa quand les copains ne sont pas loin.

Merci à Charles et Paco, les deux étudiants que j'ai eu la chance de suivre durant leur stage et qui ont été d'une aide précieuse.

Merci au personnel des salles blanches du 3IT, notamment Étienne Paradis, Marie-Josée, Étienne Grondin, Félix et René. Merci pour votre travail, souvent dans l'ombre mais indispensable, ce fut un plaisir de collaborer avec vous au quotidien.

Je tiens à remercier Julien, Gwen, JF, Quentin, Boris, Michel et Adham, mes acolytes et amis rencontrés durant ce projet. Merci pour les moments partagés avec vous, les discussions, les fous rires et les ragots échangés. Le côté professionnel est prépondérant à la réalisation d'un doctorat, mais le côté personnel est indispensable, grâce à vous je n'ai manqué de rien, merci.

Merci à Sarah, ma colocataire, mon amie, soutien de la première heure dès mon arrivée à Sherbrooke mais aussi jusqu'aux dernières heures de la nuit. Merci de m'avoir si bien accueilli et de m'avoir fait découvrir ton univers.

Merci à mon frère, mes parents et grands-parents qui m'ont aidé et soutenu bien avant que ce projet de thèse existe mais sans qui je n'en serais pas là aujourd'hui. Merci pour vos visites au Québec comme pour les heures passées sur Skype et au téléphone.

À Cécile, à notre histoire si originale, à nos aventures, à nos souvenirs passés et futurs, qui l'eût cru ? Merci pour ta patience, merci pour ton soutien, merci pour ton naturel, merci pour tes paroles qui font toujours avancer. Merci.

TABLE DES MATIERES

CHAPITRE 1. INTRODUCTION	1
1.1 Mise en contexte	1
1.2 Problématique.....	4
1.3 Question de recherche.....	5
1.4 Hypothèse	5
1.5 Objectifs	6
1.6 Plan du document.....	7
CHAPITRE 2. ÉTAT DE L'ART	9
2.1 Propriétés du silicium poly-cristallin dopé in-situ en bore	9
2.1.1 Technique de dépôt.....	9
2.1.2 Structure poly-cristalline	10
2.1.3 Effets du dopage.....	11
2.1.4 Effets des recuits	12
2.2 Polissage mécano-chimique.....	14
2.2.1 Principe de fonctionnement.....	14
a) Technique et équipement	14
b) Régimes et mécanismes	16
2.2.2 Polissage de l'ISDP	20
a) Effets chimiques	20
b) Effets mécaniques	21
c) Effets du dopage.....	23
d) Exemples de procédés et résultats.....	23
e) Nettoyage post-polissage.....	25
2.3 Assemblage par collage direct.....	26
2.3.1 Principe et mécanismes mis en jeu	26
a) Définition du collage direct	26
b) Création de collages hydrophiles et hydrophobes	28
c) Énergie de liaison	29
2.3.2 Activation plasma	31
2.3.3 Méthodes de caractérisation des collages directs	32
a) Évaluation de la surface de collage par microscopie acoustique	33
b) Mesure de l'énergie de collage par insertion de lame	34
c) Observation de l'interface de collage via microscopie électronique	35
2.4 Conclusion	36
CHAPITRE 3. POLISSAGE MÉCANO-CHIMIQUE DE FILMS MINCES D'ISDP	37
3.1 Contrôle de la rugosité de surface via les effets mécaniques.....	38
3.1.1 Influence de la taille des particules abrasives	38
3.1.2 Formation d'agglomérats dans la solution de polissage	41
3.1.3 Modifications des paramètres machine	46

a)	Pression de la tête de polissage	47
b)	Vitesse de rotation	49
c)	Pression face arrière	51
d)	Débit de slurry	53
3.2	Effets chimiques de gravure sur la rugosité de surface	56
3.2.1	Contrôle des effets chimiques par le pH	56
3.2.2	Phénomène de pitting et inhibiteur de corrosion	59
3.2.3	Impact de l'étape de rinçage	64
3.3	Influence de la quantité de matière enlevée	66
3.4	Désoxydation pré-CMP	69
3.5	Conditionnement et stabilité du procédé de polissage	70
3.6	Nettoyages post-CMP	73
3.7	Procédé de polissage complet	77
3.8	Défis liés au transfert de procédé	79
CHAPITRE 4.	<i>COLLAGE DIRECT DE SURFACES D'ISDP</i>	85
4.1	Collages hydrophobes ISDP/ISDP	85
4.1.1	Conditions de collage et méthodes de contrôle	85
a)	Courbure des tranches	87
b)	Hydrophobicité des surfaces	88
4.1.2	Caractérisation optique	90
4.1.3	Caractérisation acoustique	93
4.1.4	Caractérisation mécanique	94
4.1.5	Collages pour connexions verticales et caractérisations électriques	95
4.2	Collages hydrophiles	102
4.2.1	Caractérisations mécaniques de collages pleine plaque	102
4.2.2	Caractérisations optiques	104
4.2.3	Caractérisations acoustiques	105
4.2.4	Caractérisations par microscopie électronique	106
4.2.3	Collage pour fermeture de cavités et mesures d'herméticité	108
CHAPITRE 5.	<i>CONCLUSIONS</i>	115
5.1	Conclusions générales	115
5.2	Contributions originales	118
5.3	Perspectives	119

LISTE DES FIGURES

Figure 1.1 Vue en coupe d'un dispositif associant intégration 3D et encapsulation grâce à deux collages successifs.....	2
Figure 2.1 Observation des différences de rugosité de surface entre un échantillon faiblement dopé (à gauche) et fortement dopé (à droite) [5].....	12
Figure 2.2 Schéma de fonctionnement d'un équipement de CMP [9].....	15
Figure 2.3 Images SEM montrant la différence de rugosité de surface entre un échantillon de silicium poly-cristallin non poli (à gauche) et poli (à droite) [31].....	16
Figure 2.4 Photo de l'équipement de CMP utilisé [1]	16
Figure 2.5 Évolution du régime de polissage mis en lien avec le coefficient de friction et l'épaisseur de film de slurry en fonction du nombre de Hersey.....	18
Figure 2.6 Graphique montrant l'évolution du coefficient de friction en fonction de la vitesse de rotation (a) et en fonction du débit de slurry (b) [12]	22
Figure 2.7 Comparaison du nombre de particules de SiO ₂ résiduelles provenant du slurry après différents nettoyages [28]	26
Figure 2.8 Graphique montrant l'évolution de la force de collage en fonction du temps d'immersion dans une solution BOE [19]	28
Figure 2.9 Évolution de l'énergie de liaison en fonction de la température de recuit pour deux types de collage direct [20].....	31
Figure 2.10 Énergie de surface en fonction de la température de recuit pour différents traitement plasma d'activation [27]	32
Figure 2.11 Microscopie acoustique d'un échantillon présentant un collage Au/Au	34
Figure 2.12 Principe de l'insertion de lame à l'interface d'un collage	34
Figure 2.13 Observation MET d'un collage direct entre surfaces de silicium montrant une couche d'oxyde de silicium à l'interface	35
Figure 2.14 Observation METHR montrant l'organisation de la matière au niveau de l'interface de collage entre deux surfaces de silicium	36
Figure 3.1 Évolution du pH en fonction de la dilution à l'eau DI pour le slurry Ultra-Sol 558	39
Figure 3.2 Caractérisation de la rugosité de surface par AFM et valeur du MRR pour ISDP avant CMP (a), ISDP après CMP avec slurry Ultra-Sol DD140 (b) et ISDP après CMP avec slurry Ultra-Sol 558 (c)	40
Figure 3.3 Schéma de la répartition des charges à la surface d'une particule permettant de localiser le potentiel Zeta	42
Figure 3.4 Variation du potentiel Zeta en fonction du pH par mesure ELS.....	43
Figure 3.5 Schéma de graphiques pouvant être obtenus par analyse DLS	44
Figure 3.6 Corrélogrammes obtenus par analyse DLS pour le slurry DD140 à pH 10,2 (a) et à pH 3 (b)	45
Figure 3.7 Photos d'échantillons d'ISDP après CMP à pH 3 montrant la présence de rayures en surface(a) et après CMP à pH 10,2 sans rayures (b)	46
Figure 3.8 Vitesse de polissage en fonction de la pression de la tête de polissage	48

Figure 3.9 Passage d'un régime hydrodynamique(a) à lubrification limite (b) par changement de la pression de la tête de polissage.....	49
Figure 3.10 Évolution de la vitesse de polissage avec la vitesse de rotation de la tête de polissage pour deux valeurs de pH du slurry.....	49
Figure 3.11 Évolution de la rugosité en fonction de la vitesse de rotation de la tête de polissage pour deux dimensions de fenêtre d'analyse AFM	51
Figure 3.12 Photos permettant de constater l'uniformité du film d'ISDP avant CMP (a) et après CMP sans PFA (b), PFA 50 (c) et PFA 200 (d).....	53
Figure 3.13 Photos montrant l'uniformité du polissage sur des échantillons de 100mm de diamètre avant CMP (a) et après CMP pour un débit de slurry de 75mL/min (b), 100mL/min (c) et 125mL/min (c)	54
Figure 3.14 Photos montrant l'uniformité du polissage sur des échantillons de 100mm de diamètre avant CMP (a) et après CMP avec ajustement des paramètres machines (b)	55
Figure 3.15 Évolution de la vitesse de polissage en fonction du pH du slurry	57
Figure 3.16 Évolution de la rugosité mesurée sur une fenêtre de $1\mu\text{m}^2$ en fonction du pH du slurry pour la même épaisseur retirée	58
Figure 3.17 Analyse AFM d'un film d'ISDP post-CMP montrant l'apparition de pitting pour une fenêtre d'analyse de $1\mu\text{m}^2$ (a) et de $100\mu\text{m}^2$ (b)	60
Figure 3.18 Analyses AFM montrant l'évolution de la densité de pitting pour un même dépôt d'ISDP après CMP à pH=3 (a), pH=4 (b) et pH=7 (c)	61
Figure 3.19 Analyses AFM montrant la présence de pitting après CMP à pH=3 pour un dépôt poly-cristallin dopé à 10^{20} at/cm ³ (a) et un dépôt semi-cristallin dopé à 10^{18} at/cm ³ (b)	61
Figure 3.20 Évolution de la rugosité RMS de l'ISDP après CMP en fonction de la concentration d'inhibiteur de corrosion TAZ à pH=6	63
Figure 3.21 Analyses AFM étendues après CMP à pH=6 sans ajout de TAZ (a), avec 5mM de TAZ (b), 10mM de TAZ (c), 15mM de TAZ (d) et 20mM de TAZ (e)	63
Figure 3.22 Analyses AFM étendues après CMP à pH=3 sans ajout de TAZ (a) et avec 50mM de TAZ (b)	64
Figure 3.23 Analyses AFM montrant l'évolution de la rugosité pour différentes durées de CMP : (a) 20s ; (b) 40s ; (c) 60s ; (d) 80s.....	67
Figure 3.24 Évolution de la rugosité RMS en fonction de l'épaisseur d'ISDP retirée par CMP	68
Figure 3.25 Évolution de la vitesse de polissage en fonction de l'épaisseur retirée pour différents pH, avec et sans traitement HF.....	70
Figure 3.26 Microscopie à ions d'hélium d'un pad Suba 600, tissu de polissage à fibres...	72
Figure 3.27 Microscopie à ions d'hélium d'une fibre rugueuse et recouverte de particules abrasives d'un pad usé	73
Figure 3.28 Microscopie à ions d'hélium d'une fibre propre et lisse d'un pad neuf	73
Figure 3.29 Système de nettoyage sur table avec axe de brosse et support d'échantillons sur mesures	74
Figure 3.30 Système de nettoyage modifié et équipé d'une brosse PVA et d'un support d'échantillons multi dimensions.....	76
Figure 3.31 Scans AFM montrant l'évolution de l'état de surface et de la rugosité au cours du procédé de nettoyage	77

Figure 3.32 Analyses AFM post-CMP pour l'ISDP Waterloo sur une fenêtre de $1\mu\text{m}^2$ (a) et de $100\mu\text{m}^2$ (b)	79
Figure 3.33 Résultats classés par ordre chronologique des tests obtenus après CMP	81
Figure 3.34 Résultats concernant la vitesse de polissage obtenus après CMP au C2MI sur 4 dépôts d'ISDP avec 4 dilutions de slurry	82
Figure 3.35 Résultats concernant la rugosité obtenus après CMP au C2MI sur 4 dépôts d'ISDP avec 4 dilutions de slurry	83
Figure 3.36 Résultats obtenus concernant la rugosité après CMP sur le matériau semi-cristallin d'épaisseur 330nm comparable avec les résultats obtenus au 3IT	83
Figure 4.1 Analyses AFM de la rugosité de surface de l'échantillon 1 après CMP (a) et après nettoyage (b) ainsi que l'échantillon 2 après CMP (c) et après nettoyage (d)	87
Figure 4.2 Comparaison des méthodes de mesure de l'angle de contact d'une goutte d'eau à la surface d'une tranche	88
Figure 4.3 Montage permettant la caractérisation IR des collages	91
Figure 4.4 Images des tranches avant collage (a)(b) et observations IR des collages avant et après recuit	92
Figure 4.5 Observation IR de collages ISDP/ISDP montrant des défauts en bord de tranche et des défauts localisés	93
Figure 4.6 Comparaison des caractérisations IR (a)(b) et acoustiques(c)(d) montrant les défauts à l'interface de collages ISDP/ISDP	94
Figure 4.7 Comparaison de l'énergie de surface pour les collages réalisés en mode hydrophile et en mode hydrophobe avant recuit	95
Figure 4.8 Schéma du procédé de fabrication des tranches A et B nécessaires à l'assemblage de connexions verticales	96
Figure 4.9 Schéma de l'assemblage après collage (a) et après gravure de Si et SiO_2 pour atteindre les contacts sur la couche d'ISDP (b)	97
Figure 4.10 Schéma des structures de type lignes présents sur les tranches A et B	98
Figure 4.11 Schéma des structures de type chaînes présents sur les tranches A et B	99
Figure 4.12 Observation IR d'un collage direct ISDP/ISDP montrant les structures réalisées pour les mesures de connexions électriques verticales	100
Figure 4.13 Observation IR d'une marque d'alignement correctement positionnée	101
Figure 4.14 Observation IR d'une marque d'alignement décalée	101
Figure 4.15 Comparaison de l'énergie d'adhérence pour différents collages à différentes températures de recuit	104
Figure 4.16 Caractérisations acoustiques de collages après recuit à 1100°C pendant 1h sur des assemblages de tranches de 200 mm de diamètre. Les flèches les défauts de collage apparus après les tests d'insertion de lame	106
Figure 4.17 Observations MEB en coupe de l'interface de collage pour un assemblage ISDP/ SiO_2 recuit à 1100°C (a), ISDP/ISDP recuit à 400°C (b) et ISDP/ISDP recuit à 1100°C (c)	107
Figure 4.18 Schéma d'une cavité hermétique réalisé par assemblage d'une tranche cavité et d'une tranche couvercle. La déflexion de la membrane de la tranche cavité permet l'évaluation de l'herméticité	109
Figure 4.19 Procédé de fabrication des cavités hermétiques par collage direct ISDP-Si .	110

Figure 4.20 Design d'une cavité permettant la mesure d'herméticité. Le détail du joint d'étanchéité montre la présence des murs de soutiens ouverts autour du joint.....	111
Figure 4.21 Comparaison de la déflexion de membrane mesurée à la valeur théorique pour 3 puces distinctes	112
Figure 4.22 Évolution de la déflexion de la membrane en fonction du temps pour 3 puces distinctes	113

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2.1 Différence de taille de grains avant et après recuits pour différentes températures de dépôt.....	13
Tableau 2.2 Comparaison de différents procédés de CMP sur silicium poly-cristallin.....	24
Tableau 3.1 Résumé des propriétés de deux slurries commerciaux utilisés pour le développement du procédé de CMP	38
Tableau 3.2 Propriétés des deux slurries testés après dilution.....	39
Tableau 3.3 Résultats obtenus par analyse DLS pour différents pH	45
Tableau 3.4 Suivi de la vitesse de polissage, de l'écart-type sur l'épaisseur résiduelle, la non-uniformité et la rugosité en fonction de la pression face arrière appliquée	52
Tableau 3.5 Suivi de la vitesse de polissage, de l'écart-type sur l'épaisseur résiduelle, la non-uniformité et la rugosité en fonction du débit de slurry et de la pression face arrière appliquée	54
Tableau 3.6 Suivi de la vitesse de gravure et de la rugosité en fonction du pH lors d'une gravure statique.....	59
Tableau 3.7 Suivi de la vitesse de polissage et de la rugosité avec et sans particules abrasives	59
Tableau 3.8 Évolution de la vitesse de polissage et de la rugosité en fonction des paramètres de nettoyage.....	65
Tableau 3.9 Rugosité RMS pour différentes valeurs de pH du slurry et pour une épaisseur d'ISDP retirée équivalente	69
Tableau 3.10 Comparaison du procédé optimisé développé au 3IT avec les procédés disponibles dans la littérature	78
Tableau 4.1 Protocole avant collage et méthodes de contrôle.....	86
Tableau 4.2 Mesure de la flèche de courbure de tranches de silicium réalisées sur un profilomètre mécanique	88
Tableau 4.3 Mesures d'angle de contact sur ISDP, Si et SiO ₂ dans différentes conditions	90
Tableau 4.4 Évolution de l'angle de contact après HF sur ISDP en fonction du temps.....	90

LISTE DES ÉQUATIONS

Équation 2.1	13
Équation 2.2	18
Équation 2.3	18
Équation 2.4	21
Équation 2.5	21
Équation 2.6	28
Équation 2.7	29
Équation 2.8	30
Équation 3.1	44
Équation 3.2	47
Équation 4.1	108
Équation 4.2	108
Équation 4.3	108

CHAPITRE 1. INTRODUCTION

1.1 Mise en contexte

Avec la constante course à la miniaturisation des dispositifs électroniques ainsi que la recherche permanente d'amélioration des performances vient l'intégration 3D. Cette méthode d'assemblage utilisée dans l'industrie microélectronique consiste à empiler les dispositifs verticalement plutôt que de les connecter de façon planaire. Si cette nouvelle vision présente de nombreux avantages technologiques, comme une réduction de la consommation électrique ou un gain de place, elle représente également un grand nombre de défis de fabrication. En ce qui concerne la fabrication de microsystèmes électromécaniques (MEMS), l'intégration 3D se retrouve à l'échelle de la tranche notamment grâce au collage de plaques. En effet, c'est en assemblant plusieurs tranches supportant différentes parties du MEMS que ce dernier peut être réalisé. Le projet de recherche décrit dans ce document est réalisé dans le cadre d'une collaboration entre Teledyne DALSA Semiconductor Inc. (TDSI) et l'Université de Sherbrooke. Teledyne DALSA est une compagnie canadienne dont les domaines d'activités sont le design et la manufacture de composants électroniques pour différentes techniques d'imagerie ainsi que la fabrication de composants à base de matériaux semi-conducteurs pour la réalisation de MEMS. Lors de la conception d'un de leurs produits, cette entreprise a été confrontée à un problème technologique liée à l'intégration 3D. Le but de ce projet de doctorat est donc de résoudre ce problème technologique et d'y apporter une solution technique. Le développement du procédé étudié au cours de cette thèse associant préparation de surface par polissage et collage direct de wafers offre des opportunités conduisant à la réalisation de nouvelles applications ou nouveaux produits.

Dans le cas des accéléromètres conçus par Teledyne DALSA, une étape de collage est nécessaire à l'assemblage de deux wafers de silicium lors du processus de fabrication. Ce collage sert à réaliser une cavité hermétique dans laquelle le MEMS est placé. L'avantage de cette encapsulation est d'assurer des performances élevées sans avoir besoin de refroidir les composants. L'herméticité de la cavité est un paramètre critique ayant une influence sur la

qualité du dispositif ainsi que sur sa durée de vie. Nous comprenons donc qu'il est crucial d'assurer une herméticité maximale en réalisant un collage de la meilleure qualité possible. Un second collage peut être envisagé dans le but de connecter électriquement le MEMS à un dispositif CMOS réalisé sur un wafer distinct. Il s'agit ici d'un collage ISDP/ISDP (*In-Situ Doped Polysilicon*) pour lequel la conduction électrique devra être assurée (Figure 1.1). Dans les deux cas, la technique de collage utilisée étant un collage direct, sa qualité dépend fortement de l'état des surfaces mises en contact. De plus, à l'échelle du wafer, le procédé de collage permet de fabriquer un grand nombre de dispositifs tout en mettant en évidence le challenge que représente l'obtention d'un collage de qualité sur une grande surface.

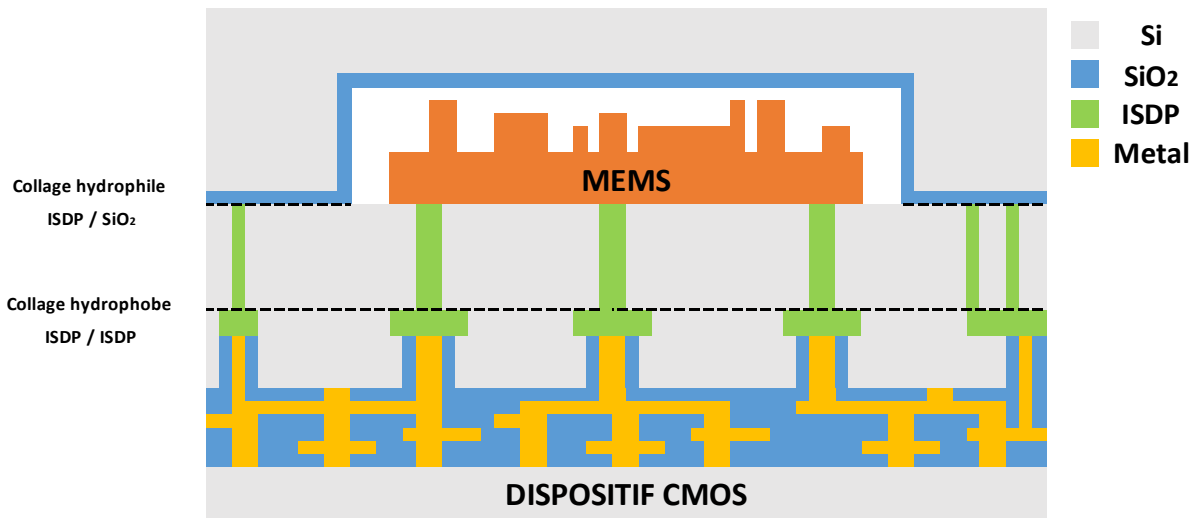


Figure 1.1 Vue en coupe d'un dispositif associant intégration 3D et encapsulation grâce à deux collages successifs

Plusieurs voies peuvent être empruntées dans le but de préparer la surface des wafers de poly-silicium pour réaliser les collages. La première consiste à modifier les paramètres de dépôt de l'ISDP afin d'obtenir un matériau favorisant le collage dès sa formation. La seconde est une technique de recuit à haute température qui fait apparaître un phénomène d'autodiffusion du silicium et permettant d'obtenir une surface lisse. La troisième est la technique de polissage mécano-chimique (CMP). C'est cette voie qui a été retenue notamment pour sa facilité de mise en œuvre ainsi que pour sa capacité à utiliser des dépôts d'ISDP maîtrisés et déjà couramment utilisés dans différents procédés. Cette technique de polissage utilise une solution liquide contenant des particules abrasives afin de réduire les rugosités de

surface. La diminution de la rugosité de surface entraîne une augmentation de la surface totale de contact et donc les forces d'adhésion. La technique de CMP est un procédé de fabrication déjà largement utilisé dans le domaine de la microélectronique. Elle peut être utilisée afin de polir la surface de différents matériaux mais aussi pour retirer une épaisseur de matière et révéler des motifs, comme dans le cas du procédé damascène. Dans le cas de ce procédé, des tranchées sont remplies de métal grâce à un dépôt sur l'ensemble de la surface de l'échantillon. La couche excédentaire déposée est alors retirée par CMP afin de laisser le métal uniquement dans les tranchées gravées auparavant. C'est une technique que nous utilisons actuellement dans le groupe de recherche dirigé par le Professeur Dominique Drouin.

Le collage utilisé est un moyen d'assembler deux wafers dont les deux principales utilisations sont l'intégration 3D en microélectronique et l'encapsulation de MEMS. En ce qui concerne le collage direct, les deux surfaces à réunir sont mises en contact sans ajout de matière à l'interface. Nous comprenons donc l'intérêt des préparations de surface précédant le collage. En effet, afin que les surfaces adhèrent l'une à l'autre, la rugosité doit être minimisée dans le but de maximiser les interactions entre les parties à assembler.

L'étude réalisée à travers ce projet de recherche servira à proposer un bloc technologique composé de procédés de CMP, de préparation de surface et de collage de matériaux ISDP pour le développement de produits innovants et toujours plus performants. Pour ce faire, je participerai au développement technologique de la CMP utilisée comme préparation de surface avant collage des wafers. Ensuite, cette étude permettra également de développer les connaissances scientifiques dans le domaine des sciences des matériaux. En effet, les expériences réalisées permettront d'élargir la compréhension du comportement du polysilicium dopé in-situ (ISDP) pendant son polissage. De plus, cette étude servira la réalisation de collages directs de qualité supérieure mais aussi à des collages directs entre deux tranches avec des surfaces d'ISDP n'ayant jamais été assemblées.

1.2 Problématique

La problématique de ce projet de recherche réside dans le fait de tirer avantage de la technique de planarisation par CMP, dans le but de réaliser et/ou d'améliorer la qualité des collages directs ISDP/ISDP et ISDP/SiO₂. Concrètement, il s'agit de diminuer la rugosité de surface de façon significative pour que cela ait une influence sur la qualité des collages directs et leur herméticité. Le but est donc de trouver les paramètres à utiliser durant le polissage. Ces paramètres correspondent à la vitesse de rotation du plateau et de la tête de polissage, le temps de polissage, la pression appliquée sur l'échantillon, le débit de la solution de polissage ainsi que ses propriétés chimiques ou encore la nature des particules abrasives qu'elle contient. L'ensemble de ces paramètres va avoir un impact direct sur le polissage des échantillons, et notamment sur la rugosité de surface mesurée après CMP.

La seconde partie de cette problématique consiste à utiliser les échantillons polis pour réaliser des collages directs. D'autres préparations de surface pourraient être requises pour leur réalisation. Il sera donc nécessaire de travailler sur l'optimisation de la technique de collage et utiliser des moyens de préparation comme l'activation plasma ou les traitements chimiques.

La dernière partie concerne les modifications pouvant être faites lors du dépôt de la couche d'ISDP. Nous savons que plusieurs paramètres peuvent influencer la rugosité du poly-silicium tels que la température de dépôt, le niveau de dopage ou encore les recuits après dépôt. Ces paramètres sont des leviers dont nous pouvons tirer avantage. En effet, ces moyens mis à notre disposition pourraient être utilisés afin de modifier la rugosité avant même de polir les échantillons. En ce qui concerne l'aspect industriel, ces leviers peuvent être bloqués pour ne pas changer le procédé de fabrication. En revanche, d'un point de vue recherche il pourra être intéressant de modifier les conditions de dépôt et d'en mesurer l'effet sur la rugosité.

1.3 Question de recherche

La question de recherche qui découle naturellement de ces réflexions et de la problématique est la suivante : Comment optimiser les techniques de préparation de surfaces afin de permettre le collage direct de plaques ISDP/ISDP et ISDP/SiO₂ mais aussi de contrôler et améliorer la qualité des collages direct entre plaques ?

1.4 Hypothèse

Dans cette partie, nous exposons des réponses anticipées à la question de recherche. Comme ce projet vise à faire l'investigation d'une ou plusieurs approches afin de résoudre la problématique, nous allons tenter de détailler ces approches et les justifier.

Nous savons que les liaisons chimiques qui se forment entre les surfaces à coller utilisent les terminaisons de type hydrophiles / hydrophobes pour former des liaisons faibles telles que les liaisons de Van der Waals. Nous ne pouvons pas jouer sur la force de ses liaisons. En revanche, nous pouvons en augmenter le nombre localement, afin de rendre l'adhésion plus forte globalement. Pour cela, nous devons augmenter la surface de contact entre les plaques d'où la nécessité de polir les surfaces avant collage ou d'aider chimiquement les liaisons à se créer.

La première hypothèse sur laquelle travailler pour répondre à la question de recherche consiste à étudier les paramètres de CMP et notamment la pression de travail et la vitesse de rotation du plateau et de la tête de travail. Ces paramètres ont une influence importante sur la vitesse de polissage ainsi que sur la rugosité de surface. Le tissu de polissage utilisé ainsi que son conditionnement sont également des paramètres à prendre en compte lors du développement du procédé de CMP. En contrôlant ces paramètres nous pouvons contrôler la rugosité et donc la qualité des collages.

La seconde hypothèse concerne la solution de polissage (slurry) et notamment sa nature chimique ainsi que la taille des particules. En effet, la nature chimique de la solution va avoir

un impact sur la façon dont la surface va être affaiblie chimiquement et donc sur la vitesse avec laquelle elle sera polie. Nous savons également que certains modèles permettent de prédire l'état de surface après polissage en fonction de la taille des particules abrasives. L'utilisation d'adjuvants, d'oxydants ou de réducteurs, de stabilisateurs ou de solutions modifiant le pH de slurries commerciaux peut également servir de levier pour modifier la rugosité. L'hypothèse selon laquelle nous pouvons améliorer les collages en fonction de la solution de polissage utilisée en CMP est donc à vérifier.

Une troisième hypothèse se distingue en s'intéressant aux autres préparations de surface avant collage. Nous allons donc chercher à vérifier si l'activation plasma peut être complémentaire au polissage dans le but d'améliorer les collages directs entre wafers. Cette technique pourrait avoir plusieurs effets entraînant l'augmentation des forces d'adhésion.

1.5 Objectifs

Pour répondre à la question de recherche, nous pouvons formuler un objectif général. Celui-ci est composé de plusieurs objectifs spécifiques. Lorsque l'ensemble des objectifs spécifiques sera atteint, l'objectif général le sera également. L'objectif général peut être résumé sous la forme : Rendre possible le collage direct entre surfaces d'ISDP et améliorer la qualité des collages directs ISDP/SiO₂.

Les objectifs spécifiques nécessaires à la réalisation de l'objectif général peuvent être divisés en plusieurs groupes. Tout d'abord, les objectifs concernant le polissage et qui permettront d'obtenir une rugosité de surface RMS la plus faible possible sont les suivants :

- Maîtriser la technique de CMP et comprendre les principes théoriques
- Trouver la solution de polissage appropriée, notamment la taille des particules abrasives ainsi que la nature chimique de la solution
- Déterminer la durée de polissage nécessaire au polissage tout en limitant l'épaisseur de matière consommée afin que le procédé se fasse en un temps raisonnable pour un éventuel transfert en production

- Choisir la pression de polissage idéale pour une diminution de rugosité efficace tout en ayant un contrôle sur la vitesse de polissage
- Mesurer la rugosité de surface post-polissage par AFM
- Analyser chimiquement les surfaces après polissage pour connaître les liaisons chimiques pouvant se former lors du collage
- Assurer le nettoyage efficace des produits de polissage

Ensuite, nous nous intéressons aux objectifs spécifiques liés à l'amélioration des collages :

- Être capable de réaliser des collages ISDP/ISDP et améliorer les collages ISDP/SiO₂
- Mesurer les forces d'adhésion du collage
- Évaluer l'herméticité de cavités créées à l'interface du collage ISDP/SiO₂
- Démontrer la conduction électrique à travers un collage ISDP/ISDP
- Corréler la qualité des collages et l'état des surfaces après CMP

1.6 Plan du document

Ce manuscrit se divise en trois chapitres complémentaires à celui-ci. Le chapitre 2 permet d'établir l'état de l'art et de donner les bases nécessaires à la compréhension des recherches effectuées. Les propriétés du silicium poly-cristallin dopé in-situ et les conditions de dépôt ayant une influence sur la rugosité sont discutés. Ensuite, les mécanismes de polissage mécano-chimiques et de collage direct sont présentés.

Le chapitre 3 concerne le polissage par CMP de l'ISDP. Une revue des paramètres testés au niveau mécanique aussi bien que chimique est réalisée. Ces paramètres sont mis en relation avec la rugosité mesurée post-CMP afin de montrer leur impact sur l'état de surface. Ce chapitre se conclut par l'établissement d'un procédé de CMP permettant d'obtenir une rugosité de surface minimale pour des films minces d'ISDP.

Le chapitre 4 s'intéresse à l'assemblage par collage direct des films minces d'ISDP précédemment polis. Il permet de démontrer la faisabilité des collages hydrophobes ISDP/ISDP

ainsi que des collages hydrophiles ISDP/SiO₂. Des échantillons tests permettent de mettre en avant l'herméticité du collage ainsi que la conduction électrique dans l'ISDP à travers l'assemblage de wafers.

CHAPITRE 2. ÉTAT DE L'ART

2.1 Propriétés du silicium poly-cristallin dopé in-situ en bore

2.1.1 Technique de dépôt

Le poly-silicium dopé in-situ (ISDP) en bore est un matériau poly-cristallin et semi-conducteur. Même si plusieurs techniques peuvent être utilisées afin de déposer de fines couches de ce matériau, celle retenue et présentée ici est la méthode LPCVD (*Low Pressure Chemical Vapor Deposition*). Comme son nom l'indique cette technique utilise le même principe que le dépôt chimique en phase vapeur. Les espèces à déposer sont transportées sous forme gazeuse, puis elles réagissent chimiquement pour être adsorbées par la surface de l'échantillon, enfin les sous-produits de la réaction sont évacués. En LPCVD, la chambre de dépôt se trouve sous une faible pression afin de respecter la condition *Low Pressure* [1]. Par faible pression, nous entendons une pression comprise entre 10 Pa et 1000 Pa alors qu'un procédé de CVD classique peut avoir lieu à pression atmosphérique soit environ 100000 Pa. L'avantage de ce procédé à basse pression est l'obtention d'une couche de silicium plus homogène en épaisseur et uniforme. Ce résultat est lié au transport de matière qui est plus lent à basse pression et qui lui laisse plus de temps pour s'organiser à la surface de l'échantillon [2].

Dans le cas d'un dépôt de silicium non dopé, du silane SiH_4 est utilisé comme gaz de travail. Un dopage par implantation peut éventuellement être réalisé par la suite. Ce qui nous intéresse est le dopage in-situ en bore, c'est à dire que l'introduction du dopant se fait en même temps que le dépôt de la couche de silicium. Pour ce faire, d'autres gaz vont être introduits en même temps que le silane. Pour un dopage en bore, cette source gazeuse peut être du diborane B_2H_6 [3] ou du chlorure de bore BCl_3 [4]. Ce gaz est introduit en faible quantité grâce à un gaz porteur, souvent du diazote N_2 . Le niveau de dopage dans la couche de silicium est contrôlé par le ratio entre la quantité de gaz contenant le silicium et celle de gaz contenant le dopant. Ce ratio est également intéressant car il a une influence sur la vitesse de dépôt du

silicium. En effet, plus la part de dopant introduit est importante, plus la cristallisation est favorisée et plus la vitesse de dépôt augmente [5].

La température est un paramètre important à prendre en compte lors des dépôts d'ISDP. Une augmentation de la température dans la chambre aura pour effet d'accélérer le dépôt en rendant la surface des échantillons et les gaz plus réactifs les uns par rapport aux autres. En dehors de cet aspect, la température a également la capacité de contrôler la microstructure du silicium déposé. Comme le montrent Maritan et al. [3], en fonction de la température le silicium obtenu peut être amorphe ou poly-cristallin. Une mesure de résistivité permet de vérifier dans quel état est le matériau déposé. Il peut être intéressant de déposer un matériau amorphe et de le faire cristalliser par la suite grâce à des traitements thermiques, notamment pour contrôler la microstructure ou encore limiter le budget thermique lors du dépôt [6]. Ici, nous nous intéressons au dépôt de silicium poly-cristallin.

2.1.2 Structure poly-cristalline

Par définition un matériau poly-cristallin présente une microstructure composée de grains d'orientations différentes et séparés par des joints de grains. Lors du dépôt d'ISDP par LPCVD deux phénomènes sont en compétition : la nucléation ou création de cristaux et la croissance de ces cristaux. Une nucléation faible donnera lieu à une structure avec peu de grains de grande dimension alors qu'une croissance faible laissera apparaître une structure avec un nombre important de grains de petite taille. Nous avons vu précédemment que la température peut contrôler l'état microstructural lors du dépôt. En effet, la nucléation est un phénomène qui nécessite une certaine énergie pour apparaître et cette énergie est apportée grâce à la chaleur dans la chambre de dépôt. Une température trop faible n'apportera pas l'énergie nécessaire au système pour former les premiers cristaux de silicium. Dans le cas du dépôt d'ISPD nous estimons la température minimale pour obtenir un matériau poly-cristallin à 590°C [7].

La présence de cette structure poly-cristalline est essentielle à l'utilisation de ce matériau en microélectronique car elle permet de lui donner ses propriétés de matériau semi-conducteur. En effet, le silicium à l'état amorphe est un isolant électrique. La structure poly-cristalline est nécessaire, cependant il faut la contrôler. Premièrement, les joints de grains agissent comme des zones de ségrégation du dopant ce qui implique un effet sur les propriétés électriques du matériau. La taille et le nombre de grains pouvant varier, la longueur totale de joints de grains peut varier et donc influencer sur le comportement électrique. Deuxièmement, la rugosité de surface qui est liée à la croissance des grains et à leur taille a une influence sur la qualité des dépôts suivants. En effet, la rugosité de la couche n peut se retrouver sur la couche $n+1$ déposée ensuite. C'est pour ces raisons que des dépôts avec une faible rugosité de surface sont souvent recherchés. Dans le cas de ce projet, la rugosité liée à la structure poly-cristalline du silicium est encore plus importante car elle influence grandement la qualité des collages que nous aurons à réaliser.

2.1.3 Effets du dopage

Comme dit précédemment, la présence de dopant a une influence lors du dépôt, notamment en favorisant la nucléation ou cristallisation du silicium. Ainsi, pour obtenir une structure poly-cristalline en présence de dopant, la température minimum pour obtenir des cristaux sera inférieure à celle d'un dépôt sans dopant. Cet effet est proportionnel à la quantité de dopant introduit et au niveau de dopage désiré. Nous devrions donc nous attendre à ce que la cristallisation soit plus importante lorsque le niveau de dopage augmente. Cowher et Sedgwick [8] ont observé qu'en augmentant le niveau de dopage en bore de 10^{14} at/cm³ à 10^{19} at/cm³ la taille des grains passait de 250-350 Å à 2000-3000 Å, comme le montre la *Figure 2.1*. Le dopage a donc un effet sur la nucléation mais également sur la croissance des grains en accélérant leur développement. De plus, ils ont également observé que les grains obtenus avec le dopage le plus faible étaient des grains aléatoirement orientés alors que ceux obtenus pour le dopage le plus fort avaient une orientation préférentielle dans la direction $\langle 110 \rangle$. La combinaison de ces deux phénomènes a donc pour effet d'augmenter la rugosité de surface

du silicium. Ce phénomène pourrait nous intéresser dans le but de réduire la rugosité de surface après dépôt.

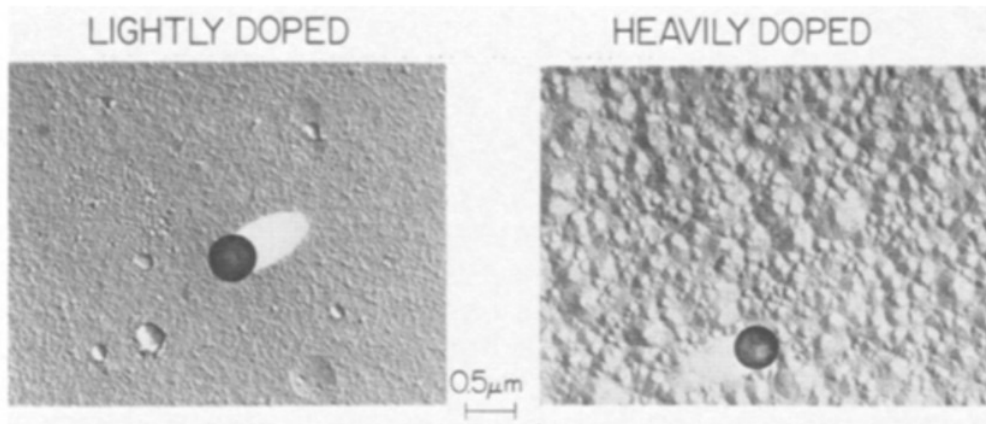


Figure 2.1 Observation des différences de rugosité de surface entre un échantillon faiblement dopé (à gauche) et fortement dopé (à droite) [5]

2.1.4 Effets des recuits

Dans certains procédés de fabrication le dépôt d'ISDP par LPCVD est suivi d'un recuit où l'échantillon est soumis à une certaine température pendant plusieurs heures. Dans le cas où le silicium est déposé à l'état amorphe, le recuit aura pour effet de le faire cristalliser en lui apportant l'énergie d'activation nécessaire. Cependant, il a été constaté que ce processus de cristallisation faisait apparaître des grains plus gros que dans le cas d'une cristallisation directement durant le dépôt [3]. Ce constat est lié au fait que la cristallisation se fait grâce à de très petits cristaux noyés dans une matrice de matière amorphe. Lors du recuit les cristaux se développent lentement à partir de ces derniers et il en résulte la formation de grains plus gros orientés aléatoirement. L'augmentation de la taille des grains a pour effet de réduire la résistivité de la couche de silicium, à nouveau liée à la réduction du nombre de joints de grains.

Si l'on s'intéresse à la rugosité de surface, nous pouvons nous référer aux résultats obtenus par Harbeke et al. [9]. Cette étude permet de comparer la rugosité *Root Mean Square* (RMS) ou moyenne quadratique, définie par l'Équation 2.1, entre des échantillons de silicium poly-cristallin avec et sans recuit.

$$Rq = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n z_i^2}$$

Équation 2.1

Selon cette étude, lors des recuits, la rugosité de surface ne varierait que très légèrement et resterait proche de celle avant recuit. Les échantillons montrant une faible rugosité développeraient leurs grains pendant le recuit mais sans sortir de la surface, ce qui limite l'augmentation de rugosité. En ce qui concerne les échantillons présentant une rugosité de surface plus élevée dès le dépôt, les grains qui sortent déjà de la surface vont continuer à se développer librement sans contrainte. Cependant, ce qui change beaucoup est la taille des grains que l'on peut comparer dans le *Tableau 2.1*. On remarque alors une augmentation des dimensions selon chaque direction des grains. Il est également intéressant de remarquer que les échantillons amorphes avant recuit donnent les grains de plus grande taille, ce qui avait déjà été démontré auparavant dans ce manuscrit, mais tout en préservant la faible rugosité donnée par l'état amorphe.

T_d (°C)	D_{111} (Å)	D_{220} (Å)	D_{311} (Å)	Texture
As-grown				
560	X-ray amorphous			—
570	X-ray amorphous			—
580	770	290	240	Weak <311>
600	110	340	180	<311>
620	140	770	180	<110>
Annealed at 1000°C				
560	870	530	390	<111>
570	890	640	510	<111>
580	910	570	530	<111>
600	180	490	310	<311>
620	190	750	380	<110>

Tableau 2.1 Différence de taille de grains avant et après recuits pour différentes températures de dépôt

Nous voyons donc que plusieurs paramètres peuvent influencer la rugosité du silicium poly-cristallin et cela directement lors de son dépôt ou des recuits. La rugosité peut donc être modifiée avant l'utilisation de la CMP. Dans le cas de l'étude réalisée pour Teledyne Dalsa, sur un procédé de fabrication déjà existant, nous ne pourrions pas modifier les conditions de dépôt

de l'ISDP. La rugosité sera donc modifiée uniquement par le polissage. Cependant, pour l'étude scientifique, il semble intéressant de déposer de l'ISDP en jouant sur les conditions de dépôt et de recuit afin d'en mesurer les effets sur la rugosité de surface. Le polissage interviendra ensuite pour réduire la rugosité. Nous pourrions alors observer si une rugosité inférieure peut être obtenue après polissage pour l'ISDP dont les conditions de dépôt ont été modifiées.

2.2 Polissage mécano-chimique

2.2.1 Principe de fonctionnement

a) Technique et équipement

Le polissage mécano-chimique ou CMP est un procédé utilisé en microélectronique afin de polir, de diminuer la rugosité ou d'aplanir des surfaces [10]. Comme son nom l'indique, cette technique consiste à faire réagir à la fois chimiquement et mécaniquement la surface d'un échantillon afin de la modifier. Pour ce faire, une solution contenant des abrasifs, également appelée slurry, sera utilisée. Cette solution aura pour effet premier de modifier la surface en réagissant chimiquement avec l'échantillon. Par la suite, les particules abrasives contenues dans le slurry pourront arracher la matière en surface grâce à leur action mécanique. L'effet mécanique est possible par la mise en mouvement relative de l'échantillon par rapport aux particules. Pour cela, l'échantillon est maintenu sur une tête de travail en rotation sur elle-même. Les particules sont dispersées sur un plateau recouvert d'un tissu de polissage (pad), également en rotation, lors de l'ajout de slurry. Pour que l'aplanissement ait lieu, la tête de travail et le pad de polissage sont mis en contact avec une certaine force et durant un temps donné. Le procédé prend fin lorsque l'échantillon n'est plus en contact avec le pad. La *Figure 2.2* montre de façon schématique l'équipement de CMP.

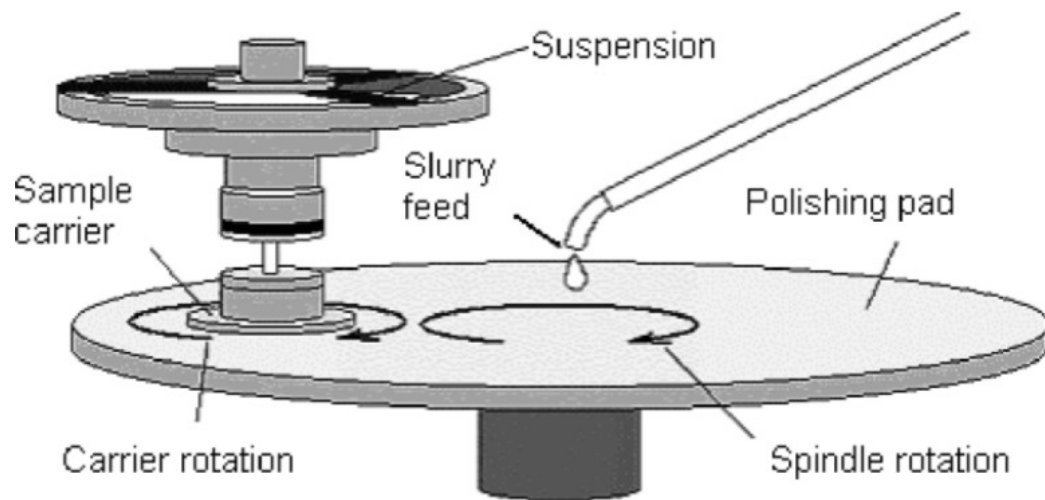


Figure 2.2 Schéma de fonctionnement d'un équipement de CMP [9]

Nous pouvons d'ores et déjà, identifier les paramètres clés qu'il est nécessaire de contrôler pour une planarisation efficace [11] :

- Force de travail de la tête sur le pad
- Vitesse de rotation de la tête et du plateau
- Flux de slurry ainsi que ses propriétés (nature chimique, nature et taille des particules, etc.)
- Caractéristiques du tissu de polissage (dureté, conditionnement)

Un choix efficace de ces paramètres devrait permettre de diminuer significativement la rugosité de surface tout en retirant un minimum de matière. Contrairement au procédé damascène qui vise à retirer une épaisseur donnée de matière pour révéler des motifs sous-jacents [11], nous cherchons à retirer une épaisseur très faible de matière pour atteindre le niveau de rugosité désiré le plus rapidement possible. Nous pouvons voir sur la *Figure 2.3* qu'il est possible d'obtenir un tel résultat par CMP. En effet, la rugosité de surface a été fortement diminuée sans pour autant consommer la matière constituant les structures.

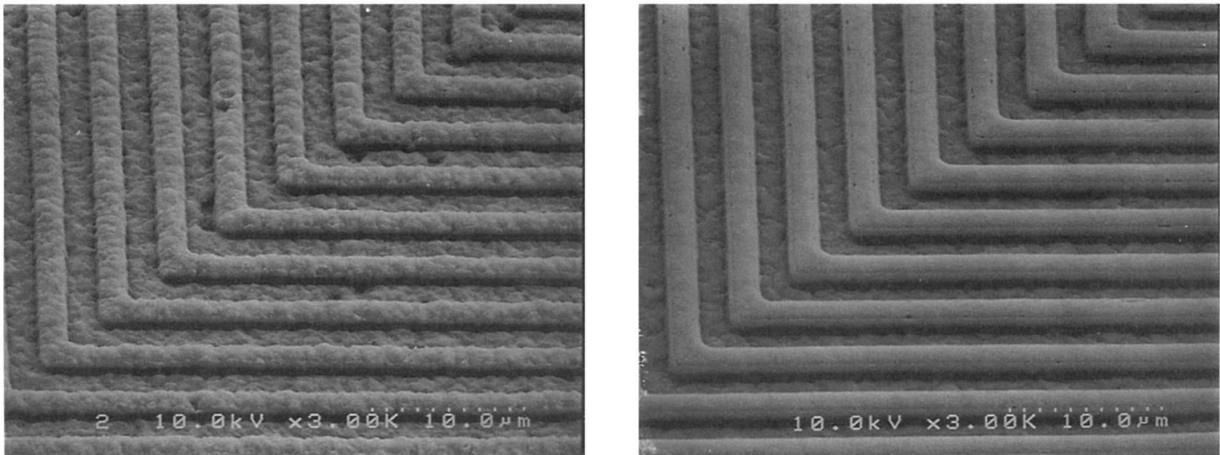


Figure 2.3 Images SEM montrant la différence de rugosité de surface entre un échantillon de silicium poly-cristallin non poli (à gauche) et poli (à droite) [31]

Ces paramètres pourront être testés et fixés sur la machine de CMP dont nous disposons au 3IT. Cet équipement est développé par Alpsitec, une entreprise spécialisée dans le développement et la commercialisation de machines de polissage. Le modèle E460 (Figure 2.4) possède un seul plateau de polissage et peut traiter des échantillons de différentes tailles, jusqu'à 8" de diamètre, qui sont chargés manuellement [12]. Enfin, le procédé développé sur cet équipement sera transféré vers Teledyne Dalsa.



Figure 2.4 Photo de l'équipement de CMP utilisé [1]

b) Régimes et mécanismes

Lors du déroulement d'un procédé de CMP il existe plusieurs régimes et mécanismes mis en jeu. Comme nous l'avons déjà évoqué, des mécanismes chimiques et mécaniques apparaissent lors du polissage notamment par l'ajout de slurry. Les effets chimiques sont liés à la nature chimique de la solution et les effets mécaniques sont liés aux particules dispersées dans le liquide. En fonction des paramètres machines choisis (pression, vitesse de rotation, débit de slurry), nous allons nous placer dans différents régimes de polissage qui auront des

effets variés sur l'échantillon. Les différents régimes présentés ci-dessous sont détaillés par Pirayesh et Cadien [13].

La *Figure 2.5* présente les différents régimes de polissage. Chacun d'eux est associé à un coefficient de friction et une épaisseur de film de slurry donnés en fonction de nombre de Hersey (*Équation 2.2*). Nous pouvons donc considérer que pour les conditions du test précédent, pour des vitesses de rotation faibles, l'épaisseur du film de slurry est faible et le polissage se rapproche du régime de lubrification limite. En revanche, pour les mêmes conditions associées à une vitesse de rotation rapide, l'épaisseur du film de slurry augmente et le mécanisme de polissage tend vers la lubrification mixte. Nous assistons donc à une transition du régime de polissage avec la vitesse qui est mise en évidence par la diminution de la rugosité, associée à l'affaiblissement du coefficient de friction.

En augmentant la vitesse de rotation de la tête de polissage, la vitesse augmente entraînant la croissance du nombre de Hersey. La courbe de Stribeck présente sur la *Figure 2.5* montre l'évolution du coefficient de friction en fonction du nombre de Hersey. Cette courbe est couramment utilisée dans le domaine de la tribologie afin de prédire les régimes de lubrification. Dans notre cas, les régimes de lubrification correspondent à des régimes de polissage, caractérisés par des interactions mécaniques et chimiques. Le nombre de Hersey permettant également de suivre l'évolution du film de slurry entre l'échantillon et le tissu de polissage, nous pouvons déterminer quel type d'interaction prévaut sur l'autre. En lubrification limite, le polissage est majoritairement mécanique alors qu'en lubrification hydrodynamique il est essentiellement chimique du fait de l'importante épaisseur du film. En nous plaçant dans le régime de lubrification mixte, une combinaison d'interactions mécaniques et chimiques permet le polissage. Le nombre de Hersey est donné en fonction de la vitesse V , de la viscosité μ et de la pression P .

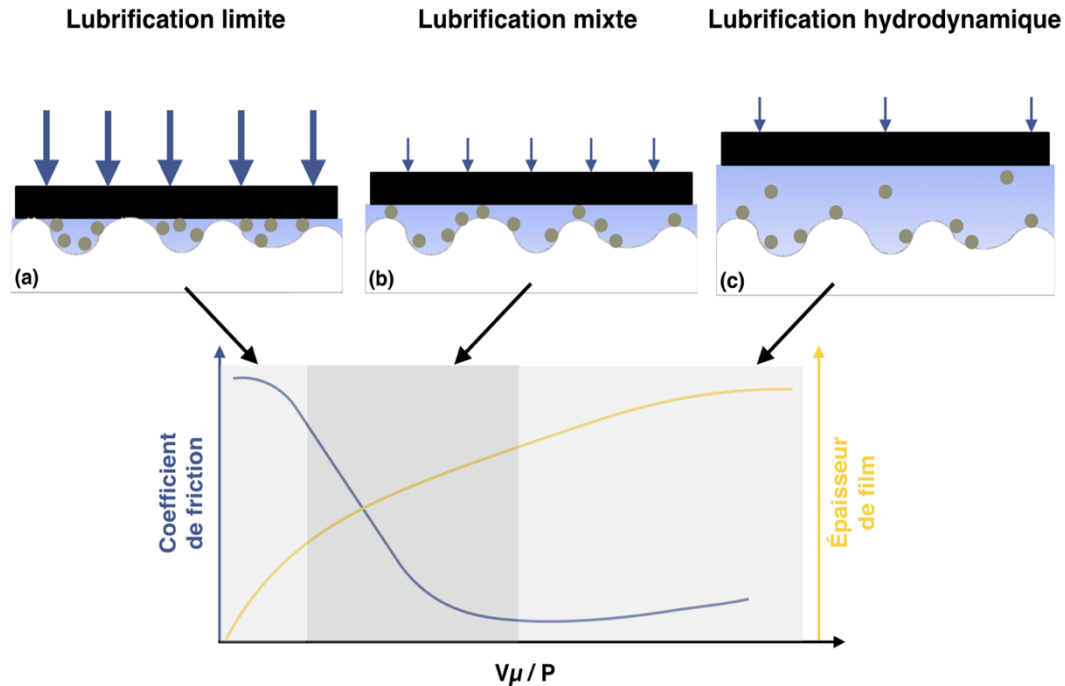


Figure 2.5 Évolution du régime de polissage mis en lien avec le coefficient de friction et l'épaisseur de film de slurry en fonction du nombre de Hersey

$$Hs = \frac{V\mu}{P}$$

Équation 2.2

Sommerfeld a, quant à lui, intégré l'épaisseur de film de slurry directement dans l'expression de son nombre sans dimension (Équation 2.3). Il est ainsi possible de tracer la courbe de Stribeck équivalente en prenant en compte l'épaisseur de film de slurry. Les régimes de lubrification évoluent de la même manière qu'avec le nombre de Hersey en tendant vers le régime hydrodynamique quand le nombre de Sommerfeld augmente. Le nombre de Sommerfeld est donné en fonction de la vitesse V , de la viscosité μ , de la pression P et de l'épaisseur de film δ .

$$So = \frac{V\mu}{P\delta}$$

Équation 2.3

Tout d'abord, nous trouvons le régime de lubrification limite ou de frottements secs. Dans ce régime, les forces de friction sont très importantes à cause du manque de lubrification. Dans ce mode de fonctionnement, nous pouvons considérer que l'échantillon à polir est directement en contact avec le pad de polissage. Le polissage se fait alors majoritairement par la voie mécanique dû au faible volume de solution introduit.

En augmentant le débit de slurry, nous nous trouvons dans le régime de lubrification mixte. Une fine couche de slurry est présente entre l'échantillon et le pad, mais l'épaisseur de cette couche est inférieure à la hauteur des aspérités du pad. De fait, l'échantillon est en contact à la fois avec le pad et le slurry. Nous observons une combinaison d'effets chimiques et mécaniques entraînant un polissage efficace de la surface.

Enfin, en élevant à nouveau le débit de slurry, nous atteignons le régime de lubrification hydrodynamique. Ici, le film de slurry entre le pad et l'échantillon est plus épais et l'on peut considérer que les deux ne sont pas en contact. Dans ce régime, la vitesse de polissage est plus faible car les effets physiques, normalement responsables de l'arrachement de matière, sont très faibles.

Cependant, les résultats de Pirayesh et Cadien [13] ne mettent pas en évidence une quelconque influence du régime utilisé sur la rugosité de surface après polissage. En effet, ils montrent dans leur étude que les différents régimes conduisent à des vitesses de polissage différentes mais la rugosité mesurée après CMP ne varie pas et reste inférieure au nanomètre. Cette conclusion serait liée à la dureté élevée du silicium poly-cristallin ainsi qu'à la nature et la taille des particules abrasives utilisées.

Des modèles théoriques ont été établis pour prévoir la vitesse de polissage ainsi que pour savoir quels paramètres auront le plus d'influence sur celle-ci. Le modèle générique développé par Luo et Dornfeld [14] se base sur la théorie des contacts solide-solide entre le pad et les particules ainsi qu'entre l'échantillon et les particules. Dans ce modèle, on considère que ce

type de contact entraîne des déformations plastiques, donc non réversibles. Il en résulte un modèle donnant le taux de polissage en fonction de la densité de l'échantillon, du nombre de particules actives et du volume de matière arraché par une particule. Ces composantes sont elles-mêmes liées aux paramètres expérimentaux choisis pour le polissage, mais nous remarquons également l'influence directe des propriétés physiques du film à polir sur la vitesse de polissage. Un autre modèle, développé par Zhao et Chang [15], permet de déterminer la vitesse de polissage en se basant à nouveau sur des contacts solide-solide mais entraînant des déformations plastiques et élastiques, notamment sur le pad. Les résultats donnés par ce modèle indiquent que la vitesse de polissage est influencée par le nombre de particules abrasives, mais qu'elle est plutôt liée à la force appliquée et la vitesse de rotation. Néanmoins, les paramètres prépondérants restent la dureté de l'échantillon et la taille de particules. Nous voyons donc que des théories basées sur différents principes peuvent tendre aux mêmes conclusions sur les paramètres influençant la vitesse de polissage. Le choix se fera alors selon l'application visée.

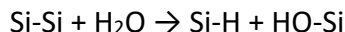
2.2.2 Polissage de l'ISDP

Nous allons maintenant nous intéresser au cas particulier du polissage de l'ISDP et distinguer les effets chimiques des effets mécaniques afin de comprendre les mécanismes responsables de ces effets. Dans cette partie, nous considérons l'utilisation d'un slurry classique utilisé pour le polissage du silicium, composé de particules de silice en suspension dans une solution basique.

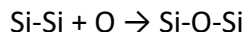
a) Effets chimiques

Tout d'abord, nous allons considérer les effets chimiques liés aux réactions entre le slurry et le silicium en surface. Les anions hydroxydes HO^- , en concentration importante dans le slurry à pH basique, jouent un grand rôle dans ces réactions et dans l'affaiblissement chimique de la surface du silicium, participant au polissage [16]. Cependant, les réactions chimiques peuvent varier en fonction du pH de la solution, ce qui aura un effet sur la vitesse de polissage. Dans le cas du silicium, le polissage le plus rapide se fait à pH = 11. Pour cette valeur de pH les

mécanismes chimiques sont particuliers et sont différents de ceux ayant lieu pour d'autres valeurs de pH. C'est ce qui est expliqué par Pietsch et al. [16]. En premier lieu, les liaisons Si-Si sont polarisées sous l'effet des anions hydroxydes, ce qui les affaiblit. Ensuite deux réactions peuvent avoir lieu, l'une avec H₂O et l'autre avec O₂ selon les mécanismes suivants :



Équation 2.4



Équation 2.5

Il existe une compétition entre ces deux réactions qui aura un effet sur la taille des particules de matière arrachées lors du polissage. En effet, seule la réaction avec H₂O permet de séparer le silicium de l'échantillon alors que la réaction avec O₂ formera des ponts d'atomes de silicium et d'oxygène. Nous pouvons en déduire que plus la réaction avec O₂ est favorable, plus les molécules arrachées seront longues. Dans notre cas, il serait intéressant que les molécules arrachées soient les plus petites possibles, dans le but de réduire la rugosité. Il est également intéressant de noter que la surface obtenue après CMP à pH = 11 est une surface très hydrophobe, ce qui est intéressant pour les collages que nous souhaitons réaliser. C'est pour cette valeur de pH que les liaisons hydrophobes sont les plus nombreuses. En revanche, un polissage effectué à un pH différent (inférieur ou supérieur à 11) conduira à la formation d'une plus grande part de groupements silanols SiOH en surface, responsables de l'obtention d'une surface plutôt hydrophile. Si les mécanismes cités précédemment restent les mêmes, en revanche les atomes d'hydrogène en bout de molécules seront immédiatement remplacés par des groupements HO⁻. Une fois que ces réactions chimiques se sont déroulées, les effets mécaniques vont entrer en jeu. Il est à noter que le nettoyage réalisé après CMP peut modifier le caractère hydrophobe des surfaces.

b) Effets mécaniques

Les effets mécaniques dont nous parlons lors d'un procédé de CMP sont les effets d'abrasions présents entre l'échantillon et le pad de polissage sous l'action des particules contenues dans le slurry. Dû aux mouvements de rotation de la tête et du pad l'un sur l'autre,

les forces créées sont des forces de cisaillement. Nous avons vu précédemment que l'importance de ces forces varie en fonction du régime de lubrification dans lequel le polissage se fait. Les modèles théoriques nous indiquent également que les effets mécaniques sont directement liés à la force appliquée ainsi qu'à la vitesse de rotation. Dans la publication de Pirayesh et Cadien [13], le coefficient de friction (COF), lié aux effets mécaniques, est étudié, notamment en fonction de la vitesse de rotation. Nous pouvons observer l'évolution du coefficient de friction sur la *Figure 2.6*.

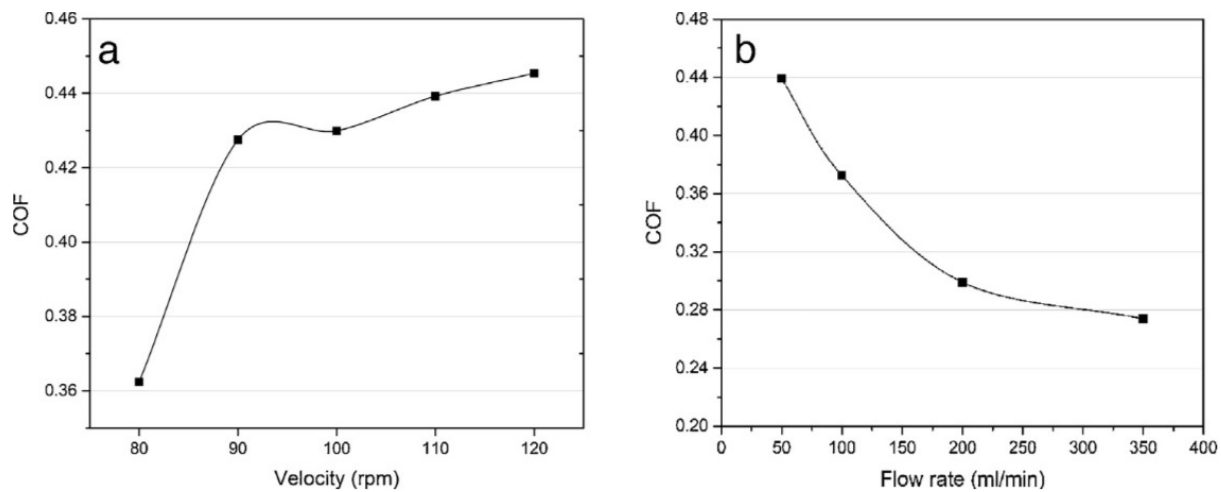


Figure 2.6 Graphique montrant l'évolution du coefficient de friction en fonction de la vitesse de rotation (a) et en fonction du débit de slurry (b) [12]

Tout d'abord, nous remarquons que la variation du coefficient de friction en fonction de la vitesse de rotation montre deux régimes (*Figure 2.6.a*). La première partie de la courbe montre une augmentation importante du COF avec la vitesse, puis cette augmentation du COF se fait plus lentement sur la seconde partie. Nous y voyons là un changement de régime de lubrification. Selon les auteurs, en augmentant la vitesse de rotation sans modifier le débit de slurry, le liquide va être expulsé par la force centrifuge et son rôle de lubrification sera de moins en moins efficace. D'autre part, diminuer le débit de slurry sans modifier la vitesse tendra vers le régime de lubrification sèche (*Figure 2.6.b*), où les effets physiques ainsi que le coefficient de friction augmentent fortement [13]. Lorsque le COF augmente, la température augmente également ce qui a pour effet de rendre plus réactif chimiquement le slurry. Cet effet favorise aussi une augmentation de la vitesse de polissage. Cependant, cela peut avoir

un effet négatif sur la rugosité car un arrachement de matière trop rapide peut être lié à un arrachement de grosses particules ce qui ne permettra pas d'obtenir le niveau de rugosité le plus faible. Il y a donc un compromis à trouver entre vitesse de polissage et rugosité pour que le polissage soit rapide mais de bonne qualité.

c) Effets du dopage

Des études ont été réalisées dans le but de montrer l'effet du dopage au cours du polissage. Ces études montrent qu'un dopage en bore ralentit la vitesse de polissage par rapport à un échantillon non dopé. Il est également montré que plus le dopage est élevé, plus la vitesse de polissage diminue [17]. Ce sont les effets chimiques qui sont responsables de cette variation. En effet, le bore a un effet d'attraction sur les électrons qui sont liés aux effets chimiques en surface. En étant attirés par le bore, ces électrons ne sont plus disponibles pour les réactions chimiques ayant lieu avec le slurry. Les réactions chimiques se font plus difficilement et la vitesse de polissage diminue [18]. Cependant ces études ne montrent pas l'impact sur la rugosité minimale pouvant être obtenue après CMP.

d) Exemples de procédés et résultats

Plusieurs publications permettent de voir comment obtenir une rugosité proche de nos objectifs en donnant les paramètres de CMP utilisés ou encore les propriétés du slurry. Le *Tableau 2.2* permet de comparer les procédés relevés dans différents articles. Nous pouvons alors remarquer qu'ils existent des moyens très différents pour obtenir une rugosité RMS comprise entre 0,35nm et 0,26nm.

Tout d'abord, nous pouvons voir que les solutions de polissage utilisées sont toutes différentes et produites par différentes compagnies. En revanche, un point commun est le pH de ces solutions qui se situe aux environs de 11, en dehors de l'eau déionisée. Le débit de slurry quant à lui est le même. Nous pouvons donc en déduire que ce débit permet de se trouver dans le régime de lubrification le plus adapté.

En ce qui concerne les vitesses de rotation de la tête et du pad, nous observons des valeurs très différentes en fonction des publications. La vitesse de rotation peut être choisie en fonction des effets chimiques afin de garder un contrôle sur la vitesse de polissage. Il faut préciser que les vitesses de polissage sont différentes dans les cas cités dans le *Tableau 2.2*. Cependant, même si la vitesse de polissage varie, les niveaux de rugosité obtenus restent proches les uns des autres. C'est notamment le cas dans la publication de Joshi et al. [19], où le même niveau de rugosité peut être atteint avec un slurry ou avec de l'eau. Néanmoins, la vitesse de polissage est bien inférieure en utilisant de l'eau déionisée.

Référence	Joshi [15]	Joshi [15]	Pirayesh [23]	Yasseen [31]
Matériau poli	p-Si non dopé	p-Si non dopé	p-Si dopé	p-Si dopé
Rugosité av. CMP (nm)	2.3	2.3	12.2	7
Rugosité ap. CMP (nm)	0.34	0.35	0.26	1,7
Slurry	P1000	DI water	Fujimi PL6103	SC1 Cabot
pH du slurry	/	7	11.4	10.2
Particules	Silice	/	Silice	Silice
Débit slurry (mL/min)	50	50	50	/
Rotation pad (rpm)	25	25	110	150
Rotation tête (rpm)	30	30	110	150
Pression de travail (psi)	0.25	0.25	6	0.5
MRR (nm/min)	70	1	300	90
Pad	Epic D100	Epic D100	Nexplanar E7070-30S	Rodel Suba IV

Tableau 2.2 Comparaison de différents procédés de CMP sur silicium poly-cristallin

Nous pouvons également comparer la pression de travail utilisée pour maintenir la tête de polissage contre le pad. Encore une fois, ces valeurs varient grandement en fonction des cas. Nous pouvons remarquer que le procédé développé par Pirayesh et al. [13] semble être le plus agressif mécaniquement. Nous pouvons imaginer que le slurry utilisé dans ce procédé donne des effets chimiques moins importants et que les effets mécaniques sont prépondérants. Cette

supposition est confirmée par le fait que ce procédé se fait dans le régime de lubrification sèche.

Enfin, les pads de polissage utilisés sont différents, ce qui implique que leur dureté est différente. Or la dureté du pad est un paramètre ayant une influence importante sur le polissage.

Nous voyons donc que des paramètres différents peuvent conduire au même résultat en termes de rugosité. Le point à retenir ici est que c'est la bonne combinaison de ces paramètres qui permet de contrôler et d'atteindre le niveau de rugosité désiré. Pour nous aider à démarrer nos expériences nous pourrions essayer de reproduire un de ces procédés et observer les similitudes ou différences sur les résultats. Pour commencer, nous choisissons de travailler avec un type de slurry fréquemment utilisé pour la CMP du silicium, soit un slurry à pH basique contenant des particules de silice assez petites pour effectuer un polissage fin (diamètre moyen des particules $\approx 100\text{nm}$).

e) Nettoyage post-polissage

A la suite du polissage, un nettoyage des échantillons est nécessaire afin d'évacuer les particules de silicium arrachées ainsi que les particules abrasives restantes. Dans certains cas, ce nettoyage peut être fait simplement grâce à un rinçage à l'eau déionisée. Cependant, le niveau de propreté requis pour la réalisation des collages nécessite un nettoyage plus strict. En effet, tous les efforts mis en œuvre pour polir les échantillons ne doivent pas être dissipés par de grosses particules résiduelles sur la surface qui pourraient nuire au collage [20]. Pour ce faire différentes techniques peuvent être utilisées telles que des nettoyages chimiques, l'utilisation de bains à ultrasons ou de nettoyeurs mécaniques (scrubbers).

Nous allons nous intéresser plus particulièrement aux nettoyeurs mécaniques car ils présentent l'avantage de ne pas modifier la nature chimique de la surface des échantillons. En effet, un nettoyage chimique pourrait modifier le caractère hydrophile ou hydrophobe de la

surface ou encore modifier la rugosité obtenue post-CMP. Les scrubbers utilisent des brosses rotatives, le plus souvent en polyvinyle d'acétate (PVA), qui sont mises en contact avec la surface pour en retirer les débris et particules restantes [21]. La *Figure 2.7* permet de comparer l'efficacité de différentes techniques de nettoyage concernant les particules de slurry de SiO_2 . Nous voyons donc que l'utilisation du scrubber uniquement permet d'obtenir un nombre de particules résiduelles équivalent à ceux obtenus pour des techniques de nettoyages chimiques avec ou sans scrubber [22]. C'est donc un équipement au principe simple et dont les résultats sont très intéressants pour le nettoyage d'échantillons après CMP.

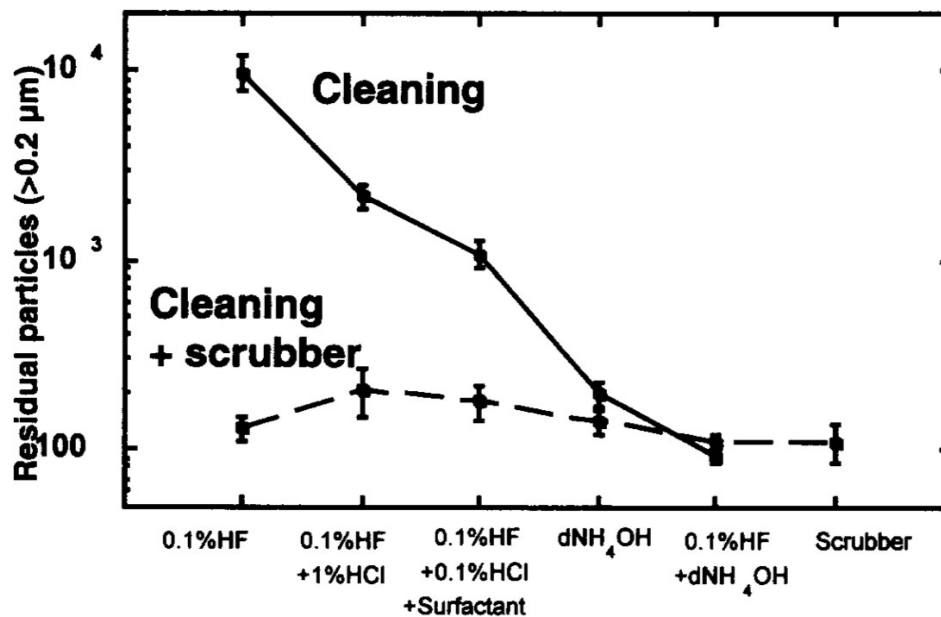


Figure 2.7 Comparaison du nombre de particules de SiO_2 résiduelles provenant du slurry après différents nettoyages [28]

2.3 Assemblage par collage direct

2.3.1 Principe et mécanismes mis en jeu

a) Définition du collage direct

Le collage direct est une technique de collage particulière utilisée dans certains procédés de fabrication en microélectronique et en MEMS. Cette technique trouve des applications dans la fabrication de silicium sur isolant (SOI) ou dans la réalisation de cavités hermétiques, comme c'est le cas dans ce projet. Son principe est de mettre en contact deux surfaces planes et de

créer entre elles des liaisons atomiques fortes et en nombre suffisant pour obtenir une bonne tenue mécanique entre les surfaces. Si le caractère hermétique n'est pas toujours recherché, la tenue mécanique est quant à elle indispensable. Les forces d'adhésion sont liées à la création de liaisons de Van der Waals, des liaisons hydrogènes ainsi que des forces de capillarité. L'intérêt de cette technique est qu'elle ne nécessite pas l'ajout d'une couche adhésive ou d'une couche de matériau au niveau de l'interface de collage. C'est ce qui la différencie des techniques de collage par ajout de matière. Néanmoins, des étapes de préparation de surface très strictes sont nécessaires pour obtenir des collages d'une force suffisante. C'est le rôle de la préparation de surface par CMP détaillée dans la partie précédente.

La planéité des échantillons à coller aura une grande influence sur la qualité des collages et cela à plusieurs échelles. A l'échelle de la tranche, la flèche, c'est à dire la différence de niveau entre le point le plus haut et le plus bas de l'échantillon, doit être la plus faible possible. Ensuite la planéité, qui est la topologie observée sur une distance de quelques millimètres, doit être contrôlée [23]. Enfin, la rugosité à l'échelle nanométrique, que nous pourrions modifier grâce à la préparation de surface par CMP, doit être analysée. Ce dernier paramètre est déterminant dans la réalisation de collages hermétiques, c'est pourquoi nous devons la réduire au maximum.

Nous pouvons mettre en relation la rugosité de surface et l'énergie des collages. C'est ce qui a été fait dans l'étude de Miki et Spearing [24]. Des échantillons ont été immergés dans une solution de BOE gravant l'oxyde de silicium, permettant de dégrader leur surface et ainsi augmenter leur rugosité. En variant le temps d'immersion, des échantillons présentant des rugosités différentes sont obtenus. Des tests de collage direct sont réalisés et une corrélation est établie entre rugosité et énergie de collage. Il apparaît alors que plus les échantillons sont immergés longtemps, plus leur rugosité augmente et plus l'énergie de collage diminue, c'est ce que nous pouvons voir sur la *Figure 2.8*. Nous voyons donc l'intérêt d'obtenir des surfaces dont la rugosité est faible afin d'augmenter la force des collages. De plus, toujours selon Miki et Spearing [24], les forces de Van der Waals et les liaisons hydrogènes s'établissent sur une

longueur d'environ 1nm. Il est donc nécessaire que la distance entre les surfaces à coller soit inférieure à cette longueur pour que ces liaisons chimiques apparaissent.

b) Création de collages hydrophiles et hydrophobes

Nous pouvons différencier les collages directs en deux catégories, les collages de surfaces hydrophiles et les collages de surfaces hydrophobes. Tout d'abord, les collages de type hydrophile se font entre des surfaces présentant des liaisons Si-OH. Typiquement, ce sont des surfaces d'oxyde de silicium ou des surfaces de silicium avec une fine couche d'oxyde natif. C'est donc le type de liaisons que l'on retrouve dans les collages Si/SiO₂ ou ISDP/SiO₂. Lorsque

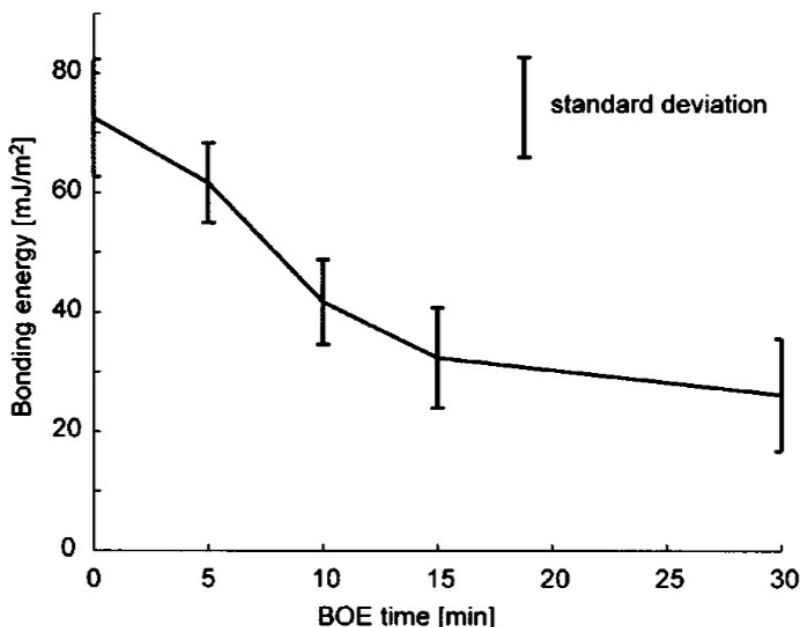
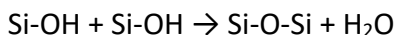


Figure 2.8 Graphique montrant l'évolution de la force de collage en fonction du temps d'immersion dans une solution BOE [19]

l'on met en contact deux surfaces hydrophiles la réaction suivante se produit [25]:

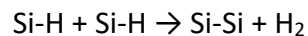


Équation 2.6

Après cette mise en contact, une étape de recuit est nécessaire afin de faire diffuser les molécules d'eau emprisonnées à l'interface. Les surfaces vont réagir avec l'eau en mouvement ce qui peut les modifier chimiquement, par exemple en accroissant l'épaisseur de l'oxyde natif [26]. Si cette réaction présente un intérêt pour la tenue mécanique, elle peut également

représenter un désavantage au niveau électrique en créant une couche isolante à l'interface du collage. Cependant, le mécanisme hydrophile avec la dissolution de l'oxyde à l'interface et la création de contact ohmique est à prendre en compte. Ce phénomène n'est pas rapporté dans la littérature mais a été confirmé par une source interne de TDSI.

Ensuite, nous nous intéressons aux collages de surfaces hydrophobes qui se font entre surfaces recouvertes de liaisons Si-H. Comme nous l'avons montré précédemment c'est le cas des surfaces de silicium après CMP à pH=11. Ainsi, si nous souhaitons réaliser des collages ISDP/ISDP cela devra se faire selon un mécanisme de collage hydrophobe. Lors de la mise en contact des surfaces, des liaisons de type Van der Waals et des liaisons hydrogènes vont se former afin d'initier le collage. Ensuite, au cours du recuit ces liaisons vont évoluer selon le mécanisme suivant [25] :



Équation 2.7

L'énergie de collage va alors fortement augmenter. Néanmoins, du dihydrogène va se retrouver emprisonné à l'interface du collage et devra être évacué par diffusion [27], [28].

Les collages hydrophiles sont des collages moins exigeants en termes de rugosité de surface que les collages hydrophobes. Les molécules d'eau présentes à l'interface permettent de lier les surfaces sur une distance plus élevée que dans le cas des surfaces hydrophobes. Il en résulte que les surfaces hydrophiles peuvent être un peu plus rugueuses que les surfaces hydrophobes pour rendre le collage possible [29].

c) Énergie de liaison

Nous savons que la rugosité des surfaces à coller a un impact sur la surface totale de contact entre les échantillons, ce qui a une influence sur la force maintenant les deux surfaces collées. Cette force est appelée énergie de liaison et permet de caractériser la qualité des collages réalisés. Plus l'énergie de liaison est élevée, plus les surfaces seront fortement liées et meilleur sera le collage. Cependant, l'énergie de collage dépend également du type de liaisons

chimiques présentes entre les surfaces. Ces liaisons chimiques peuvent être modifiées suite à l'application d'un traitement thermique qui aura pour but de transformer des liaisons faibles en liaisons covalentes, dont l'énergie est plus élevée.

Dans le cas des collages hydrophobes, les liaisons responsables de l'adhésion sont les liaisons de Van der Waals. L'énergie de ces liaisons peut être estimée par la formule suivante [27] :

$$W = \frac{H}{12\pi d^2}$$

Équation 2.8

Dans cette formule, H correspond à la constante d'Hamaker qui dépend de la nature des matériaux mis en contact ainsi que de la nature du milieu entre les deux et d correspond à la distance entre les surfaces. L'énergie de liaison est donc inversement proportionnelle à d que nous pouvons relier à la rugosité de surface. En effet, une rugosité élevée ou une différence pic/vallée élevée est synonyme d'une distance entre les surfaces élevée. Nous voyons donc un lien direct entre l'énergie du collage et la qualité de la surface obtenue après CMP. D'après Rauer [28], l'énergie de ces liaisons vaut quelques dizaines de mJ/m^2 . Après recuit, les liaisons de Van der Waals vont être remplacées par des liaisons covalentes Si-Si dont l'énergie est environ 100 fois plus importante, ce qui entrainera un renforcement du collage.

En ce qui concerne les collages hydrophiles, des liaisons hydrogènes, plus énergétiques que les liaisons de Van der Waals, interviennent [26]. C'est pourquoi l'énergie de ce type de collage est plus importante, environ $0.1\text{-}0.2 \text{ J/m}^2$ [28]. Après recuit, ces liaisons se transformeront également en liaisons covalentes mais de type siloxane Si-O-Si.

L'étude de Moriceau et al. [30], nous permet de comparer les énergies de liaison après des recuits réalisés à différentes températures et ce pour des collages hydrophiles et hydrophobes. Les mesures sont réalisées en atmosphère de salle blanche à 45% d'humidité. Nous pouvons voir sur la *Figure 2.9* que les deux types de collages étudiés ont un comportement différent lors de l'augmentation de température du recuit. Cependant, pour un recuit réalisé à 1000°C

l'énergie mesurée est la même. Il est donc possible d'obtenir des collages dont l'énergie de liaison est aussi élevée que ça soit par la voie hydrophobe ou hydrophile. Néanmoins, le plateau correspondant au niveau d'énergie maximum est atteint bien plus tôt, à une température de 800°C, pour les collages hydrophobes. Il existe à l'heure actuelle très peu d'informations sur le collage d'ISDP/ISDP, les résultats que nous obtiendrons pourront alors être comparés à ceux-ci.

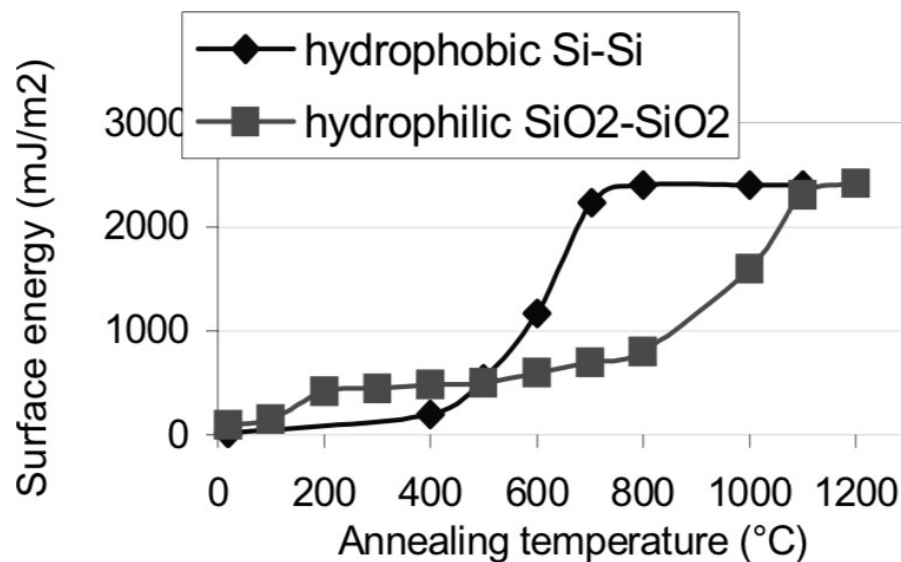


Figure 2.9 Évolution de l'énergie de liaison en fonction de la température de recuit pour deux types de collage direct [20]

2.3.2 Activation plasma

L'activation plasma est un traitement de surface complémentaire à la CMP qui est utilisé dans certains cas afin d'augmenter les forces d'adhésion entre les plaques lors des collages directs. Dans le cas des collages hydrophiles, les surfaces peuvent être mises en contact avec des plasmas de différents éléments comme de l'oxygène ou de l'argon. L'exposition aux plasmas peut créer des défauts qui vont rendre les surfaces plus réactives [25]. Il semblerait également que les surfaces confrontées aux plasmas montrent un effet de chargement ce qui augmenterait leur vitesse d'oxydation [31]. Cependant, d'autres théories tendent à dire que les plasmas créeraient des surfaces poreuses favorisant l'évacuation de l'eau, ce qui améliorerait les collages [32].

L'étude réalisée par Suni et al. [33] nous permet de comparer différents traitements par plasma et de montrer leur impact sur l'énergie de surface et les forces d'adhésion pour un collage hydrophile Si/SiO₂. Comme nous pouvons le voir sur la *Figure 2.10* le traitement le plus efficace est l'activation plasma sous azote, couplée à un recuit à 300°C. L'énergie de surface est alors fortement augmentée. Elle est d'environ 500 mJ/m² sans activation, contre environ 2800 mJ/m² avec activation N₂. Dans cette étude, Suni et al. [33] arrivent à la conclusion que ce sont les modifications structurales en surface qui sont responsables de cette augmentation d'énergie notamment en augmentant la vitesse d'évacuation de l'eau à l'interface.

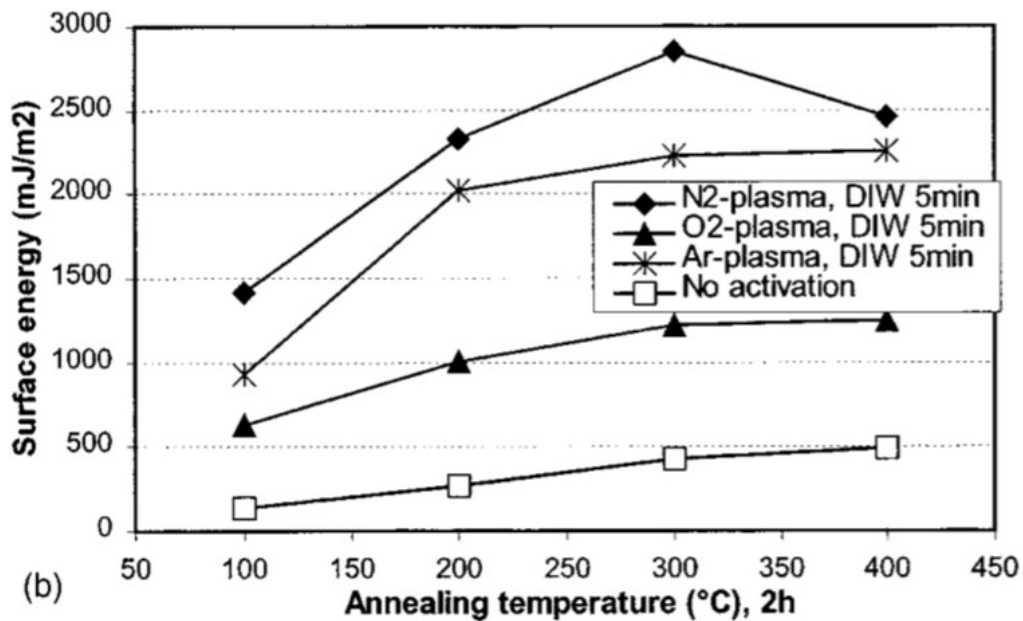


Figure 2.10 Énergie de surface en fonction de la température de recuit pour différents traitement plasma d'activation [27]

2.3.3 Méthodes de caractérisation des collages directs

Dans cette partie nous nous intéressons aux différentes techniques qui peuvent être employées afin de caractériser les collages, notamment en termes de propriétés mécaniques.

a) Évaluation de la surface de collage par microscopie acoustique

La microscopie acoustique à balayage, également appelée SAM pour *Scanning Acoustic Microscopy*, est une méthode de caractérisation qualitative des collages directs de wafers. Elle présente l'avantage d'être non destructive, rapide et offrant une résolution acceptable compte tenue de la taille des dispositifs à l'interface. Cette technique permet de révéler des défauts à l'interface de collage tels que des vides entre surfaces non collées, des bulles produites par dégagement gazeux lors du recuit ou encore la présence de particules de slurry résiduelles. Un matériau donné possède une impédance propre qui dépend de sa densité ainsi que de la vitesse de propagation de l'onde acoustique qui le traverse. Une onde acoustique est émise vers l'échantillon, si un défaut est détecté, le passage d'un matériau à un autre entrainera une interférence ou l'émission d'un écho au niveau de la frontière silicium/défaut. En revanche, si aucun défaut n'est présent, le passage d'un wafer à l'autre se fera sans émission d'écho, l'onde acoustique traversant le collage sans changement de matériaux. En réalisant un balayage, une cartographie de l'assemblage est réalisée et permet de localiser les défauts. Cela permet également d'évaluer la surface effective de collage par rapport à la surface totale des échantillons collés [34], [35].

La *Figure 2.11* met en évidence les défauts à l'interface d'un collage Au/Au [36]. Nous voyons donc que l'analyse SAM est tout à fait appropriée afin d'observer la qualité de collages de matériaux opaques à la lumière. Dans notre cas, les collages se font entre surfaces de silicium, transparent à la lumière infrarouge, mais des couches métalliques sous-jacentes pourraient empêcher une observation IR en masquant l'interface de collage. De plus, la méthode acoustique offre une résolution bien meilleure que l'observation optique. En effet, elle permet de mettre en évidence un décollement jusqu'à 30nm contre 500nm pour une analyse IR.

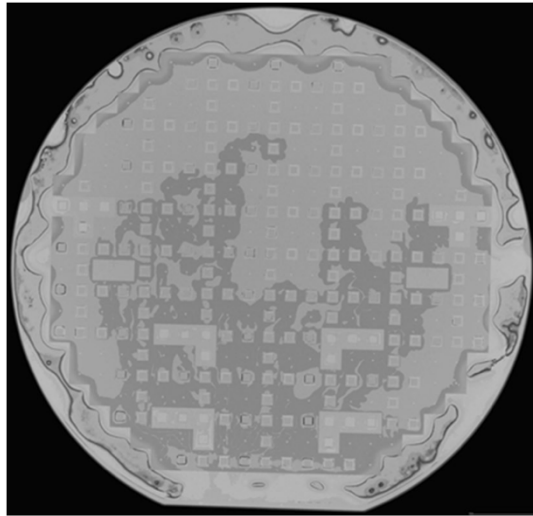


Figure 2.11 Microscopie acoustique d'un échantillon présentant un collage Au/Au

b) Mesure de l'énergie de collage par insertion de lame

La seconde méthode de caractérisation des collages décrite dans cette partie permet d'obtenir une donnée quantitative concernant l'énergie de collage. Alors que l'assemblage de wafers est observé sous lumière infrarouge, une lame est insérée au niveau de l'interface de collage entraînant un décollement des échantillons comme on peut le voir sur la Figure 2.12. La zone décollée peut être observée et mesurée grâce au dispositif IR [37]. L'énergie de collage peut ensuite être calculée grâce à différents modèles qui se différencient par leurs hypothèses et corrections [38]. Les paramètres à prendre en compte sont l'épaisseur de la lame et des wafers ainsi que la longueur de décollement. Il est à noter que ces modèles considèrent souvent des collages d'échantillons en forme de poutre. Les modèles devront donc être adaptés pour des échantillons en forme de disque ou les assemblages découpés sous forme rectangulaire.

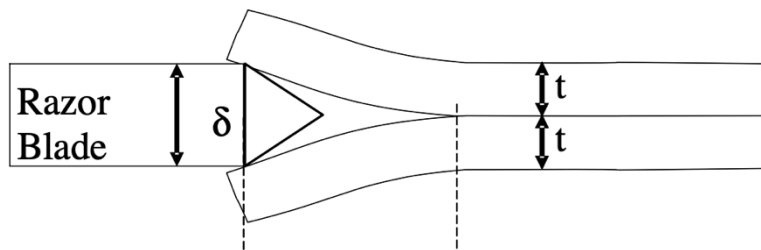


Figure 2.12 Principe de l'insertion de lame à l'interface d'un collage

c) Observation de l'interface de collage via microscopie électronique

La microscopie électronique notamment par transmission (TEM) est un moyen de caractérisation qui peut être mise en place afin d'observer les collages directs entre surfaces de silicium. Plusieurs études montrent les images obtenues par TEM de l'interface de différents collages directs [39]. Cette technique permet notamment de mettre en évidence la présence d'une couche d'oxyde de silicium ou non à l'interface du collage. Il est alors possible d'étudier les traitements plasmas ou chimiques conduisant à la formation d'une couche d'oxyde à l'interface et d'en mesurer l'épaisseur [40].

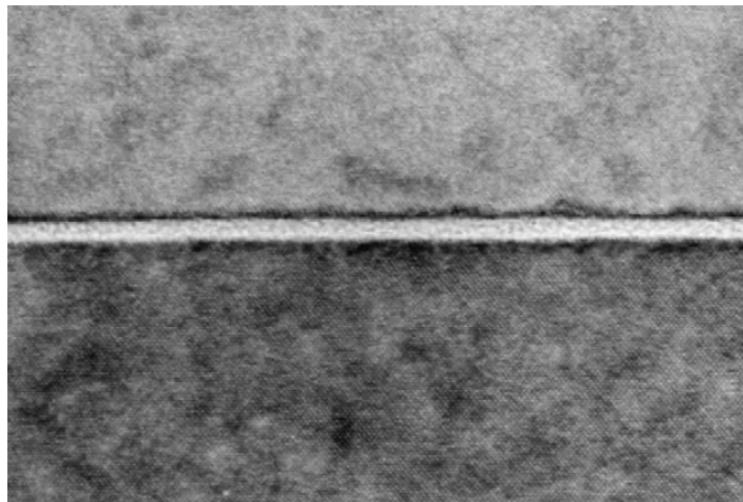


Figure 2.13 Observation MET d'un collage direct entre surfaces de silicium montrant une couche d'oxyde de silicium à l'interface

Dans le cas d'un collage idéal entre surfaces de silicium sans formation d'oxyde à l'interface, la microscopie électronique en transmission à haute résolution (HRTEM) permet de montrer l'organisation atomique du silicium. Nous pouvons donc observer la réorganisation de la matière permettant de fermer le collage et de lier atomiquement chacune des surfaces [41].

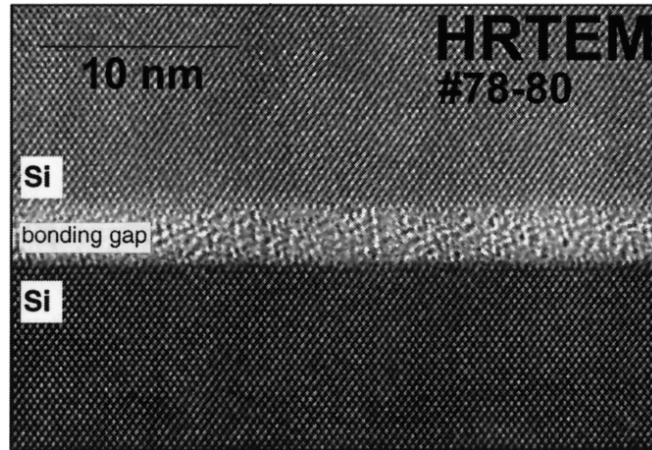


Figure 2.14 Observation METHR montrant l'organisation de la matière au niveau de l'interface de collage entre deux surfaces de silicium

2.4 Conclusion

Cette revue de la bibliographie permet de montrer l'intérêt que représente l'utilisation de la CMP comme préparation de surface pour les collages directs. Nous comprenons les défis à relever pour obtenir une surface d'ISDP dont le niveau de rugosité rend possible le collage direct. Même si la preuve de collages hydrophiles ISDP/SiO₂ a déjà été donnée, nous pouvons en améliorer la qualité grâce à une rugosité plus faible avant collage. En revanche, les collages hydrophobes ISDP/ISDP n'ont à ce jour pas été démontrés. Nous comprenons donc les avancées technologiques que peuvent apporter ces recherches.

Dans le chapitre suivant, nous commençons par étudier la technique de préparation de surface par CMP et l'ensemble des paramètres permettant l'obtention d'une surface d'ISDP à faible rugosité.

CHAPITRE 3. POLISSAGE MÉCANO-CHIMIQUE DE FILMS

MINCES D'ISDP

Le chapitre 3 s'intéresse à l'utilisation du procédé de polissage mécano-chimique afin de réduire la rugosité de surface de l'ISDP. Les différents paramètres liés à la CMP sont étudiés tout en montrant leur influence sur la rugosité du matériau. L'ensemble de ces tests ont été réalisés sur la machine Alpsitec E460 dont nous sommes équipés au Local de Nanofabrication et Nanocaractérisation (LNN) au 3IT. Cet équipement est conçu pour le polissage et la planarisation de substrats dont le diamètre est compris entre 10mm et 100mm ainsi son principal atout est sa flexibilité, ce qui le rend très pertinent pour une utilisation en recherche et développement ou pour de petites productions. Un portoir peut facilement être usiné pour s'adapter à la taille, mais aussi à la forme des échantillons. Les résultats présentés dans les parties suivantes ont été obtenus sur des petits échantillons carrés de 10x10mm², mais aussi sur des substrats classiques de 100mm de diamètre. Les portoirs, plateaux de polissage et têtes de conditionnement peuvent être changés en quelques secondes afin de travailler sur différents matériaux et procédés tout en limitant les risques de contamination. Son contrôle entièrement informatisé et son interface tactile permettent de modifier très facilement chaque étape composant la recette de polissage. Le système de pompage permet également une purge et un changement rapide de la solution de polissage. En revanche, le chargement manuel des échantillons rend cette machine incompatible avec une production à grande échelle. Le portoir pour substrats classiques permet d'appliquer une pression en face arrière des échantillons, cependant cette pression ne peut pas être monitorée sur différentes zones afin de corriger d'éventuels défauts d'uniformité de polissage.

La section 3.8 « Défis liés au transfert de procédé » montre comment le procédé développé à l'Université de Sherbrooke a pu être adapté au C2MI sur les équipements utilisés par Teledyne Dalsa, notamment le système Strasbaugh STB P300 6EH. Par comparaison avec l'équipement Alpsitec, le système Strasbaugh est dédié à la production à grande échelle grâce à son chargement automatique des substrats, sa gestion automatisée des tranches ou encore

son système de nettoyage et séchage *in-situ*. Nous verrons par la suite quels sont les défis à relever pour assurer un transfert de la technologie et l'ajustement du procédé de CMP d'un équipement à l'autre.

3.1 Contrôle de la rugosité de surface via les effets mécaniques

Dans cette première partie, nous évaluons les différents paramètres ayant une influence sur la rugosité à travers l'action mécanique, notamment entre les particules abrasives et la surface à polir.

3.1.1 Influence de la taille des particules abrasives

Deux slurries commerciaux ont été examinés afin d'évaluer leur capacité à réduire efficacement la rugosité de surface des films d'ISDP. Les échantillons utilisés disposent d'une couche d'ISDP de 330nm d'épaisseur avec une rugosité de surface avant CMP de 3,5nm RMS. Les propriétés de ces solutions de polissage sont résumées dans le *Tableau 3.1*. Dans les deux cas étudiés ici, le slurry est composé d'une solution aqueuse contenant des particules de silice colloïdale en suspension, un matériau couramment utilisé dans les procédés de CMP du silicium [19], [42], [43]. En revanche, ces slurries se différencient par la taille des particules ainsi que leur concentration. Le pH de la solution est un autre point de comparaison de ces deux produits.

Nom commercial	Nature des particules	Taille des particules (nm)	Particules (% massique)	pH de la solution
Ultra-Sol DD140	Silice colloïdale	130	16,3	10,5
Ultra-Sol 558	Silice colloïdale	90	28	11,9

Tableau 3.1 Résumé des propriétés de deux slurries commerciaux utilisés pour le développement du procédé de CMP

Afin d'étudier l'influence de la taille des particules abrasives sur la rugosité mesurée post-CMP, différentes dilutions sont réalisées. Nous nous affranchissons des autres points de comparaison en obtenant des caractéristiques semblables pour les deux slurries, en dehors de la taille des particules. Les propriétés des solutions de polissage après dilution sont résumées dans le *Tableau 3.2*.

Slurry	Taille des particules (nm)	Dilution à l'eau DI	Particules (% massique)	pH de la solution
Ultra-Sol DD140	130	1:20	0,8	10,2
Ultra-Sol 558	90	1:30	0,9	10,6

Tableau 3.2 Propriétés des deux slurries testés après dilution

La dilution du slurry Ultra-Sol DD140 est choisie comme référence alors que celle du slurry Ultra-Sol 558 est choisie de façon à obtenir deux slurries équivalents. Ainsi, le pH et la concentration en particules sont similaires alors que la taille des particules varie de manière non négligeable. La présence de NaOH dans les deux différentes solutions est responsable de leur pH basique. Lors de la préparation des solutions, la variation importante du pH en fonction de la dilution fut constatée dès les premières dilutions pour le slurry Ultra-Sol 558, alors que le pH varie peu pour le second slurry (Figure 3.1). Cette différence de comportement lors de la dilution peut s'expliquer par une stabilisation chimique différente pour les deux solutions étudiées. Cependant, nous ne disposons pas d'assez d'informations sur la composition des slurries pour confirmer cette hypothèse. La dilution 1:30 permet d'obtenir à la fois une teneur en particules et un pH équivalent pour les deux solutions.

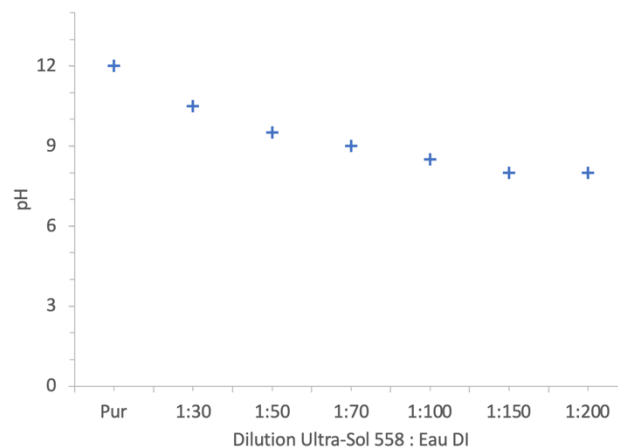


Figure 3.1 Évolution du pH en fonction de la dilution à l'eau DI pour le slurry Ultra-Sol 558

Les deux dilutions préparées sont utilisées pour polir des échantillons présentant un film mince d'ISDP de 330nm d'épaisseur avant polissage. La même recette de CMP est utilisée pour chaque dilution et les épaisseurs d'ISDP sont mesurées après polissage par ellipsométrie grâce à un modèle ayant été confirmé par mesure SEM en coupe. Enfin nous pouvons calculer le MRR (*Material Removal Rate*) ou vitesse de polissage pour chaque test réalisé grâce à la

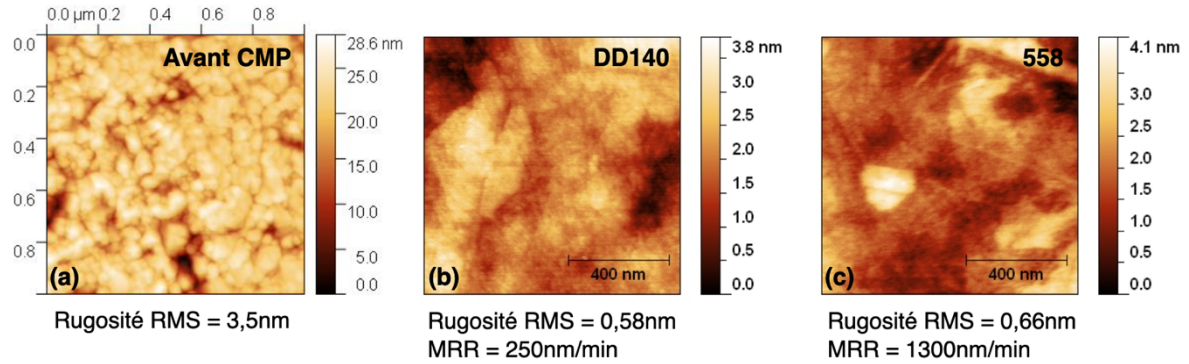


Figure 3.2 Caractérisation de la rugosité de surface par AFM et valeur du MRR pour ISDP avant CMP (a), ISDP après CMP avec slurry Ultra-Sol DD140 (b) et ISDP après CMP avec slurry Ultra-Sol 558 (c)

différence d'épaisseur avant et après CMP. Les résultats montrent une forte influence de la taille des particules sur le MRR, des particules plus petites donnent une vitesse d'enlèvement plus grande (Figure 3.2). L'échantillon poli avec Ultra-Sol DD140 affiche un MRR de 250nm/mn contre un MRR de 1300nm/min avec Ultra-Sol 558. Ce constat est en accord avec la théorie [14] qui nous explique qu'une distribution de taille des particules plus petite donne un nombre de particules actives simultanément plus important. Il en résulte un effet mécanique d'arrachement plus important, d'où l'augmentation du MRR. La vitesse de polissage doit être adaptée à l'épaisseur de matière à polir afin d'étudier sa validité pour un procédé stable. En effet, un MRR élevé pour une épaisseur de matière faible résulte en un procédé très court, difficilement contrôlable. C'est pourquoi l'utilisation du slurry Ultra-Sol 558 présente un désavantage conséquent dans l'élaboration de notre procédé.

En ce qui concerne la rugosité de surface, nous ne voyons pas d'intérêt à l'utilisation de particules plus petites. Les analyses AFM montrent une rugosité équivalente pour les dilutions comparées (Figure 3.2). Si l'on pouvait espérer une rugosité plus faible avec l'utilisation de particules plus petites, cet effet n'est pas observé dans notre cas. Le slurry Ultra-Sol 558 ne permettant pas d'obtenir une rugosité plus faible en sus de son MRR très élevé, il ne présente donc aucun avantage pour l'obtention contrôlée d'une surface d'ISDP à faible rugosité. Il est nécessaire de mentionner ici que l'épaisseur finale d'ISDP n'était pas la même entre les échantillons polis avec les slurries DD140 et 558, du fait de la vitesse de polissage très élevée du slurry 558. Une étude plus poussée concernant l'effet de la taille des particules pourrait

être menée, cependant compte tenu du MRR très élevé obtenu avec Ultra-Sol 558 et de l'épaisseur d'ISDP à polir, c'est le slurry Ultra-Sol DD140 qui a été retenu pour la suite des recherches.

3.1.2 Formation d'agglomérats dans la solution de polissage

Nous venons de montrer que la taille des particules abrasives contenues dans le slurry influençait fortement le MRR. Nous avons également vu que la taille des particules initialement présentes avait peu d'effet sur la rugosité mesurée. Cependant, la taille des particules effectives pourrait changer pour une solution donnée, notamment par la formation d'agglomérats. En effet, une solution de polissage présente une certaine stabilité permettant aux particules de rester en suspension sans sédimentation et sans agglomération. Des particules nanométriques peuvent alors conduire à la formation d'agglomérats de dimensions de l'ordre du micromètre [44]. Nous pouvons donc imaginer que des composés abrasifs de cette dimension auraient un effet non négligeable sur la rugosité post-CMP. De plus, ils pourraient conduire à l'apparition de défauts de polissage tels que des rayures visibles à l'échelle de l'échantillon.

L'apparition d'agglomérats est fonction du potentiel Zeta de chaque particule [44]. Cette charge électrostatique correspond à une différence de potentiel entre les ions présents dans la solution et les charges liées à la couche externe de la particule. Le potentiel Zeta est donc localisé sur une surface de glissement à l'extérieur de la particule. L'interface existante entre les ions liés à la particule et ceux libres de se déplacer avec le milieu liquide est appelée surface de cisaillement hydrodynamique. C'est précisément sur cette interface que le potentiel Zeta est présent (voir *Figure 3.3*). La charge électrostatique liée à ce potentiel est mesurable grâce à la méthode de caractérisation ELS (Electrophoretic Light Scattering). Ainsi le potentiel Zeta des particules en suspension dans une solution donnée peut être quantifié.

Dans notre cas, nous nous intéressons au lien entre le potentiel Zeta et la formation d'agglomérats. Nous savons que plus le potentiel Zeta est élevé, plus la charge des particules

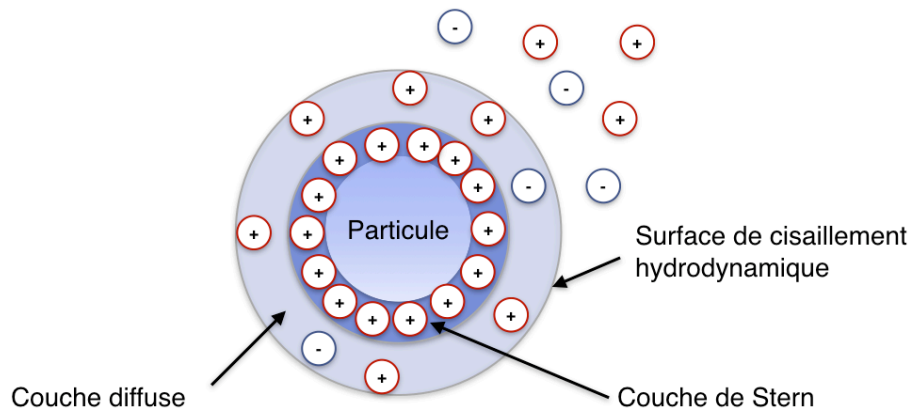


Figure 3.3 Schéma de la répartition des charges à la surface d'une particule permettant de localiser le potentiel Zeta

est importante, ainsi plus elles se repoussent entre elles. Enfin, si les particules se repoussent, la probabilité d'agglomération est réduite. Au contraire, si le potentiel Zeta diminue, les particules se repoussent moins fortement et l'on peut voir apparaître des agglomérats ou encore une sédimentation des particules dans la solution. Comme le potentiel Zeta dépend des ions dans l'environnement de la particule, il est fortement lié au pH de la solution. Or, nous avons montré dans la partie précédente que la dilution du slurry pouvait modifier son pH en réduisant son caractère basique. Une diminution du pH étant associée à une réduction de la concentration en ions OH^- , nous pouvons nous questionner sur les variations du potentiel Zeta associé.

Le slurry Ultra-Sol DD140 porté à la dilution 1:20 a été utilisé pour ce test. Le pH de la solution est ajusté par ajout d'acide chlorhydrique HCl. Ce slurry étant très réactif à cet acide, un très faible volume est nécessaire à la variation du pH ce qui permet de ne pas changer la dilution du slurry lors des ajouts successifs de HCl. Il est alors possible de suivre la variation du potentiel Zeta en fonction du pH de la solution de polissage (Figure 3.4). Les résultats obtenus mettent en évidence l'influence du pH sur le potentiel Zeta et sont en accord avec la théorie [44]. Il existe une zone de stabilité à l'intérieur de laquelle le potentiel Zeta ne varie pas de façon conséquente. Dans notre cas, cette zone se situe en milieu neutre et basique pour $6 < \text{pH} < 10,2$. Une fois le milieu acide atteint, la charge des particules diminue fortement et se rapproche du point isoélectrique, pour lequel le potentiel Zeta est nul.

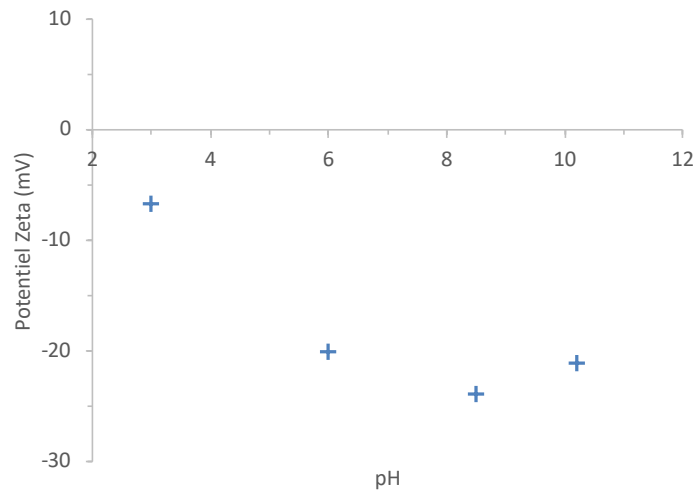


Figure 3.4 Variation du potentiel Zeta en fonction du pH par mesure ELS

Pour compléter les analyses ELS et démontrer que la variation du potentiel Zeta est associée à une déstabilisation de la solution de polissage, une caractérisation par Dynamic Light Scattering (DLS) a été réalisée. Cette analyse permet notamment de connaître la taille des particules en suspension, leur indice de polydispersité (PDI) et de montrer la formation d'agglomérats. Une onde lumineuse est émise et induit un dipôle oscillant dans le nuage électronique. L'oscillation de ce dipôle entraîne une émission d'énergie radiante appelée lumière diffusée (Scattered Light). L'intensité de la lumière diffusée est enregistrée en fonction du temps d'où l'analyse de type dynamique. Ici, l'onde incidente provient d'un laser et interagit avec les nanoparticules en suspension. Les particules étant soumises au mouvement Brownien, elles se déplacent dans le milieu liquide et modifient à tout instant l'intensité de la lumière diffusée. La méthode DLS utilise cette variation d'intensité en fonction du temps afin de déterminer le coefficient de diffusion des particules à partir de la fonction d'autocorrélation. Enfin le diamètre des particules peut être extrait grâce à l'équation de Stokes-Einstein (Équation 3.1). L'équation de Stokes-Einstein donne le diamètre hydrodynamique avec k la constante de Boltzmann, T la température, η la viscosité et D le coefficient de diffusion.

$$D_H = \frac{kT}{3\pi\eta D}$$

Équation 3.1

Il apparaît alors que plus les particules sont petites, plus elles se déplacent rapidement et plus la variation d'intensité de la lumière diffusée est instantanée. De même, le coefficient de corrélation chute plus rapidement. La *Figure 3.5* montre le type de variation d'intensité de la lumière diffusée obtenu pour des particules de petite taille ainsi que le corrélogramme associé.

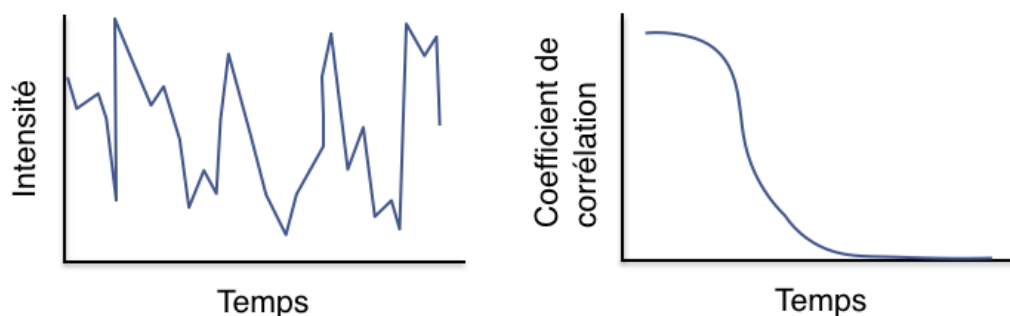


Figure 3.5 Schéma de graphiques pouvant être obtenus par analyse DLS

Cette méthode fut appliquée pour le slurry Ultra-Sol DD140 pour différentes valeurs de pH afin d'associer le changement de potentiel Zeta à la formation d'agglomérats. Le *Tableau 3.3* résume les résultats obtenus. Nous pouvons constater que la taille moyenne des particules ne varie pas avec le pH malgré la variation du potentiel Zeta. Ce constat peut être lié au fait que chaque particule est toujours détectée indépendamment des autres, bien que des amas de particules apparaissent. Néanmoins, l'augmentation du PDI avec la diminution du pH montre bien une évolution du comportement des particules. En effet, même si la taille moyenne reste constante, le changement de PDI indique qu'un plus grand nombre de particules ont une taille qui s'éloigne de la valeur moyenne. Les corrélogrammes obtenus indiquent également la présence de plus grosses particules à travers le temps de corrélation qui est plus long à pH 3 lorsque le potentiel Zeta est le plus faible. Les variations et la légère pente au niveau de la ligne de base du corrélogramme sont des preuves de la présence de grosses particules.

pH	Potentiel Zeta (mV)	Taille moyenne (nm)	PDI
10,2	-21	67	0,082
6	-20	68	0,083
3	-6,6	66	0,121

Tableau 3.3 Résultats obtenus par analyse DLS pour différents pH

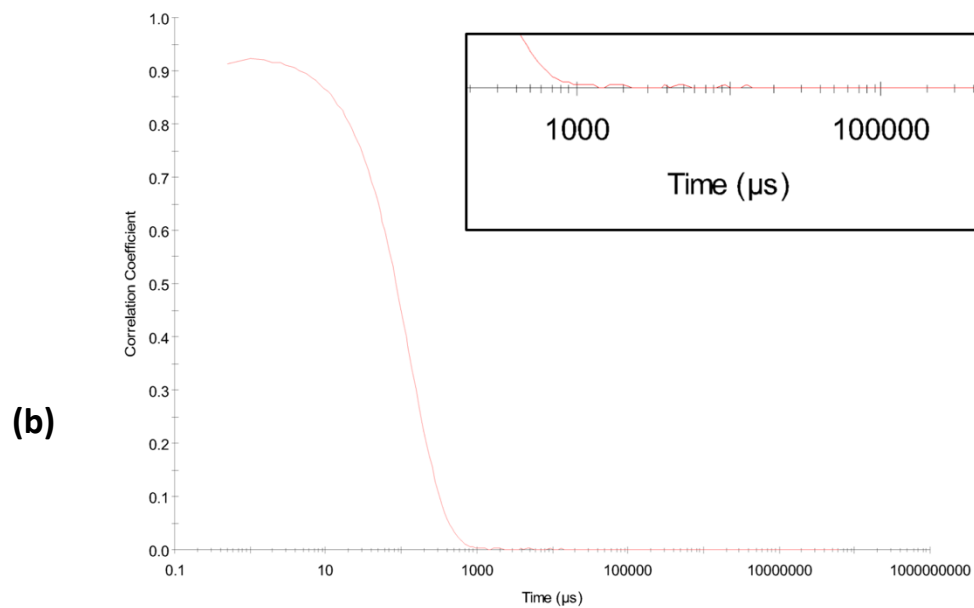
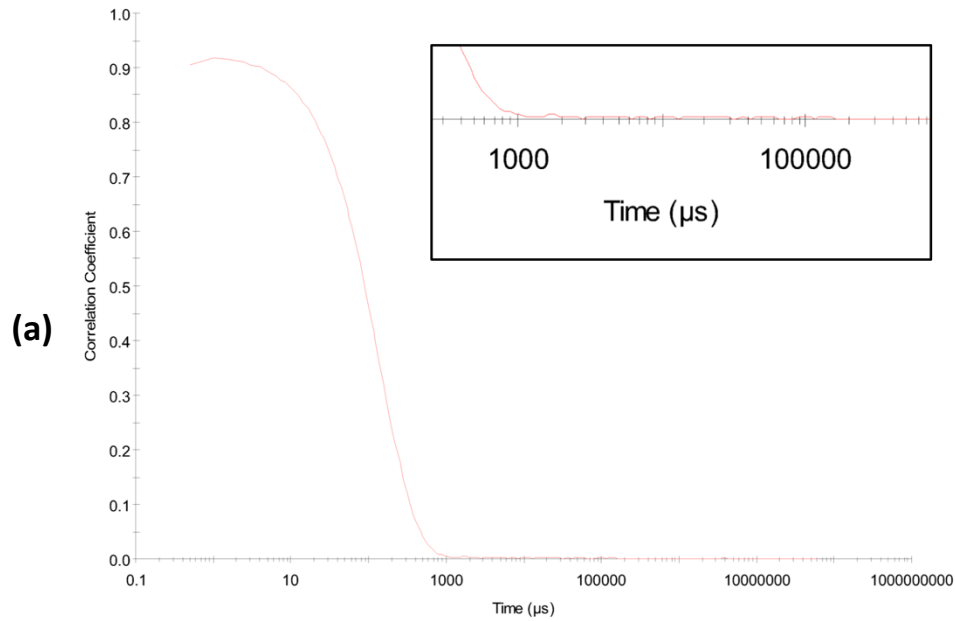


Figure 3.6 Corrélogrammes obtenus par analyse DLS pour le slurry DD140 à pH 10,2 (a) et à pH 3 (b)

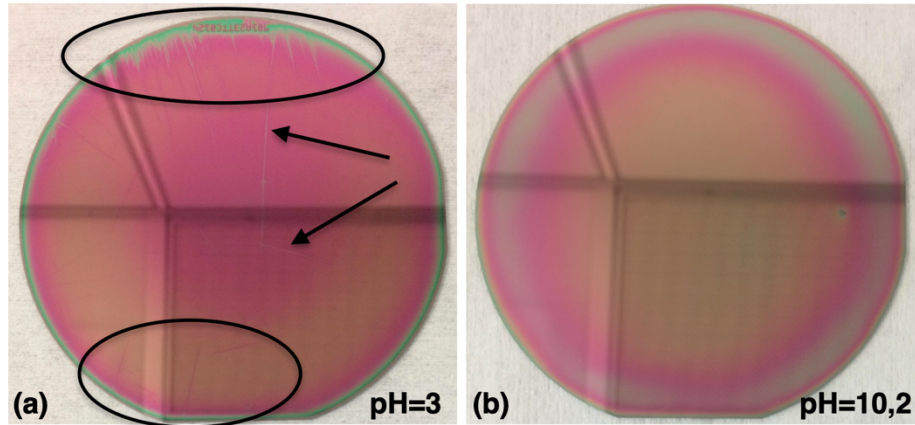


Figure 3.7 Photos d'échantillons d'ISDP après CMP à pH 3 montrant la présence de rayures en surface (a) et après CMP à pH 10,2 sans rayures (b)

Les différentes dilutions peuvent être utilisées pour polir des surfaces d'ISDP et montrer l'évolution de la rugosité et l'apparition d'agglomérats en fonction du pH. Cependant, il est délicat d'interpréter les résultats obtenus compte tenu des effets chimiques qui varient eux aussi avec le pH lors du polissage. Les effets chimiques et leur contrôle par le pH seront discutés dans la partie 3.2 de ce manuscrit. Nous verrons alors un lien direct entre le pH et la rugosité obtenue après CMP. Nous nous intéressons dans ce paragraphe aux effets mécaniques et l'apparition de défauts de polissage sous forme de rayures à la surface de l'échantillon en est un. Effectivement, la formation d'amas de particules peut entraîner l'apparition de rayures due aux effets abrasifs très importants qu'ils entraînent. La Figure 3.7 montre la surface obtenue après CMP réalisée pour le slurry à pH 3 et 10,2. La présence de rayures en surface de l'échantillon poli avec un pH de 3 (Figure 3.7(a)) confirme l'apparition d'agglomérats dans la solution de polissage et n'a pas été observée à pH 10,2 et pH 6.

3.1.3 Modifications des paramètres machine

Après avoir montré comment influencer les effets mécaniques à travers la solution de polissage, nous nous préoccupons maintenant des paramètres machines sur lesquels nous pouvons jouer dans l'intention de faire varier les interactions mécaniques au niveau de la surface à polir. Encore une fois, nous montrons l'impact sur la rugosité post-CMP.

a) Pression de la tête de polissage

Le premier paramètre à étudier concerne la tête de polissage qui maintient l'échantillon à polir et notamment la force verticale qu'elle applique au substrat en direction du tissu de polissage. Nous pouvons facilement imaginer que plus cette pression est importante, plus les interactions mécaniques entre la surface à polir et les particules abrasives sont conséquentes. La loi de Preston nous permet de quantifier cette dépendance en mettant en lien la pression de la tête de polissage et la vitesse de polissage (MRR). Cette équation prend également en compte la vitesse, un autre paramètre mécanique, qui dépend des vitesses de rotation de la tête et du tissu de polissage. Par ailleurs, le coefficient de Preston K permet d'inclure les effets chimiques du slurry, les propriétés du tissu de polissage ou encore les paramètres intrinsèques à l'équipement [10]. La loi de Preston donne la vitesse de polissage en fonction du coefficient de Preston K , la pression P et la vitesse V

$$MRR = KPV$$

Équation 3.2

Le polissage d'ISDP réalisé dans cette étude montre un comportement classique du procédé de CMP, en accord avec la loi de Preston (*Figure 3.8*). Une dépendance linéaire entre la pression et le MRR est observée. L'ordonnée à l'origine non nulle sous-entend une vitesse de polissage positive pour une pression nulle. Ce résultat met en évidence les effets chimiques qui peuvent avoir lieu par simple immersion de l'échantillon dans le slurry et qui sont équivalents à une gravure humide statique. L'apparition de gravure statique sera discutée dans la partie 3.2 concernant les effets chimiques. Aucune modification significative de la rugosité n'a été relevée pour les différentes pressions testées et pour des épaisseurs retirées équivalentes.

La pression appliquée par la tête de polissage sur l'échantillon modifie la vitesse de polissage en augmentant les interactions mécaniques entre les particules abrasives et la surface, mais peut également changer le type d'interaction avec ces particules (*Figure 3.9*). En effet, augmenter la pression, augmente les effets mécaniques en réduisant l'épaisseur de film

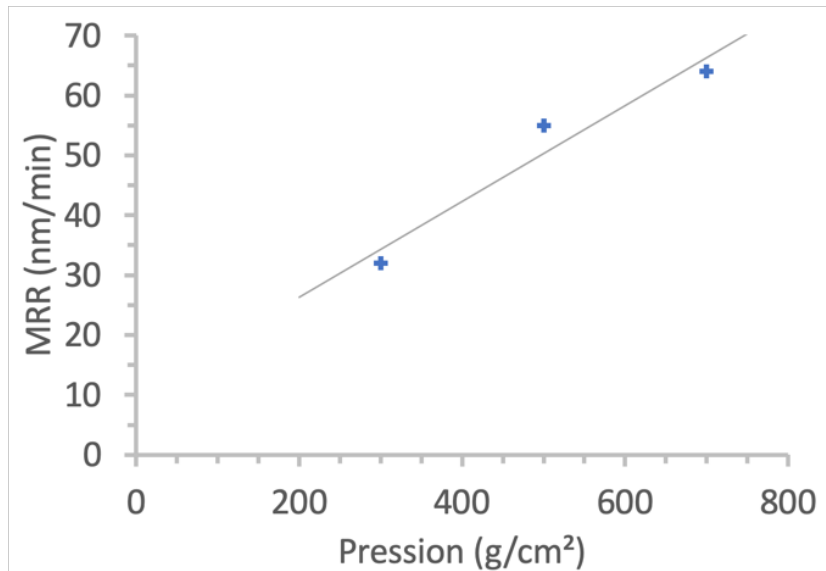


Figure 3.8 Vitesse de polissage en fonction de la pression de la tête de polissage

liquide entre l'échantillon et le pad et en élevant le nombre de particules actives. Le procédé de CMP peut alors passer d'un régime hydrodynamique à un régime de lubrification sèche, où les interactions solide-solide sont majoritaires [14]. Augmenter les effets mécaniques peut permettre d'obtenir des films d'ISDP à faible rugosité, cependant un régime de lubrification sèche implique plusieurs désavantages [13]. Effectivement, plus le mode de polissage est mécanique, plus la probabilité d'apparition de défauts sous forme de rayures est importante. Cette probabilité est encore plus élevée quand le slurry présente de grosses particules ou des agglomérats. La faible uniformité de l'épaisseur du film post-CMP est également un désavantage important. Augmenter la pression de la tête de polissage a pour effet d'empêcher une bonne distribution du slurry sous l'échantillon.

D'après ces constats, nous faisons le choix de préférer une faible pression sur la tête de polissage. Une vitesse de polissage réduite pour contrôler efficacement l'épaisseur de matière retirée, une faible probabilité de rayures ainsi qu'une bonne uniformité sont des conditions nécessaires à l'obtention d'un film d'ISDP de faible rugosité. C'est pourquoi une pression de 300g/cm² sera conservée pour la suite des expériences ainsi que pour le procédé final.

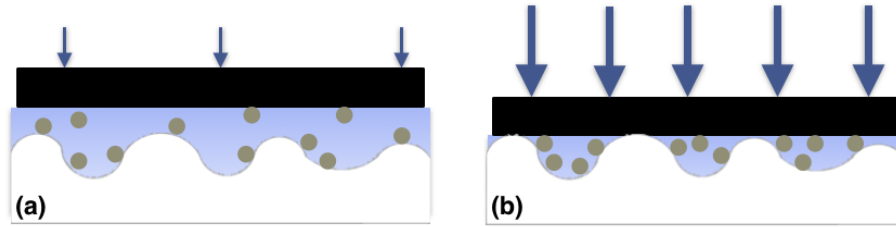


Figure 3.9 Passage d'un régime hydrodynamique (a) à lubrification limite (b) par changement de la pression de la tête de polissage

b) Vitesse de rotation

La vitesse de rotation est le second paramètre machine étudié ici. Il peut concerner la vitesse de rotation de la tête du polissage ou du plateau supportant le tissu de polissage. Dans les deux cas, la grandeur physique impactée est la vitesse que l'on retrouve dans la formule de Preston. Nous nous attendons donc à voir la vitesse de polissage augmenter avec la vitesse de rotation. Pour ces recherches c'est la vitesse de rotation de la tête de polissage qui a été étudiée (Figure 3.10).

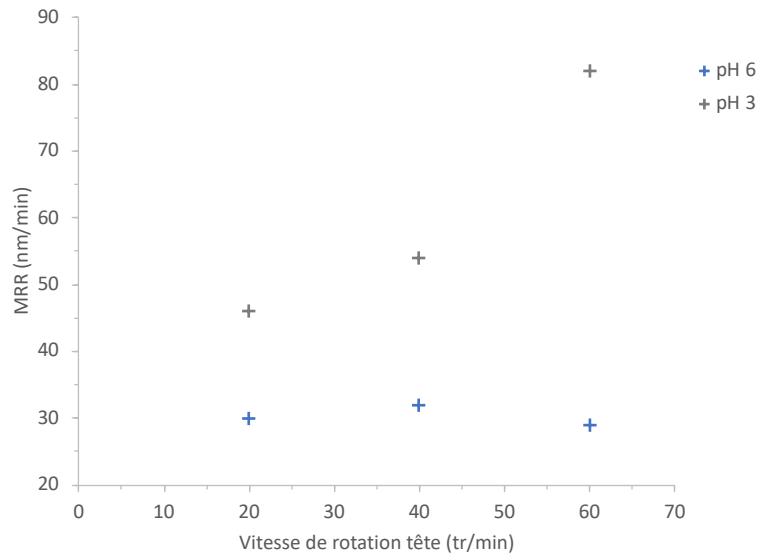


Figure 3.10 Évolution de la vitesse de polissage avec la vitesse de rotation de la tête de polissage pour deux valeurs de pH du slurry

Les résultats obtenus pour un slurry à pH 3 montrent un comportement classique, en accord avec la loi de Preston, où la vitesse de polissage augmente avec la vitesse de rotation de la tête. La vitesse de polissage est d'autant plus dépendante de la vitesse de rotation que

la taille des particules du slurry est grande, du fait des effets d'abrasion. Ici, nous observons que l'augmentation de la vitesse de polissage n'est pas linéaire. Cette observation pourrait être liée à la formation d'agglomérats au sein du slurry à pH 3, entraînant une augmentation plus rapide du MRR.

En contradiction, le slurry utilisé à pH 6 ne fait pas état du même comportement. En effet, nous observons que la vitesse de polissage ne varie pas malgré l'augmentation de la vitesse de rotation. Il a déjà été démontré que sous certaines conditions, le modèle de Preston devait être révisé afin d'inclure dans la prédiction du MRR une fonction permettant de prendre en compte les propriétés du matériau à polir ainsi que celles du slurry utilisé [45]. Il existe donc certains cas où la relation linéaire entre pression ou vitesse et vitesse de polissage n'est pas vérifiée, ce qui est le cas ici. Ici, ce comportement pourrait s'expliquer par une modification de l'écoulement du slurry sur le tissu de polissage avec la vitesse de rotation. Cette modification serait alors contrebalancée par l'augmentation de l'effet mécanique dû à l'augmentation de la vitesse de rotation et pourrait conduire à une vitesse de polissage constante. Toutefois, un MRR constant n'est pas synonyme de rugosité constante comme nous pouvons le voir sur la *Figure 3.11*. Nous notons que plus la vitesse de rotation de la tête augmente, plus la rugosité diminue malgré la constance de la vitesse de polissage. L'explication de ce phénomène peut être trouvée en s'intéressant au régime de polissage et au rôle de la vitesse dans celui-ci. Les mesures de rugosité ont été réalisées à 3 endroits différents sur chaque échantillon. Les résultats affichés correspondent à la moyenne des différentes mesures. Un écart dans les mesures inférieur à 10% a pu être constaté.

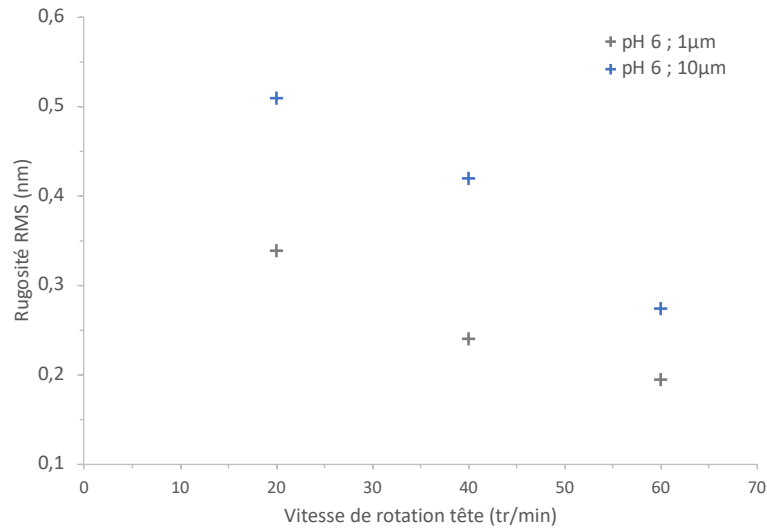


Figure 3.11 Évolution de la rugosité en fonction de la vitesse de rotation de la tête de polissage pour deux dimensions de fenêtre d'analyse AFM

En mettant en relation vitesse, régime de polissage et mesure de rugosité, nous pouvons en conclure qu'un régime de lubrification mixte est favorable à l'obtention de surfaces d'ISDP à faible rugosité. Également, nous savons que le régime hydrodynamique n'a pas été atteint compte tenu de l'augmentation de la vitesse de polissage avec la vitesse pour le slurry à pH 3. À pH 6, les effets chimiques étant très faibles, nous devrions observer une chute du MRR en cas de lubrification hydrodynamique, malgré le MRR constant avec les variations de vitesse de rotation. En effet, les effets chimiques faibles à pH 6 combinés aux effets mécaniques faibles lors de lubrification hydrodynamique devraient conduire à la chute du MRR si ce régime est atteint. L'étude de ce paramètre machine nous permet de conclure sur le fait qu'une vitesse plus élevée permet de réduire la rugosité (Figure 3.11). C'est un paramètre qui sera pris en compte afin de déterminer le procédé final.

c) Pression face arrière

Le troisième paramètre machine dont nous faisons l'étude est la pression face arrière (PFA) appliquée à l'échantillon. Ce paramètre se différencie de la pression appliquée directement par la tête de polissage, car elle s'effectue de manière ponctuelle. Il est alors possible d'exercer

une pression non uniforme sur l'ensemble de l'échantillon, notamment le long du rayon. La pression à la face arrière est appliquée par l'envoi d'un gaz à travers de petits orifices situés sous la tête de polissage, au contact de l'échantillon. Ce dispositif est essentiellement utilisé afin de corriger des défauts de non-uniformité du polissage. En effet, la vitesse d'un point situé à l'extrémité du rayon d'un échantillon est plus élevée que celle d'un point se trouvant au centre. Il en découle une vitesse de polissage plus élevée à l'extérieur de l'échantillon qu'en son centre. Grâce à la pression de la face arrière localisée, il est possible d'augmenter la pression appliquée au centre de l'échantillon et ainsi améliorer l'uniformité de polissage sur l'ensemble de la surface.

Dans notre cas, nous cherchons à uniformiser le polissage afin de nous assurer que le niveau de rugosité sera équivalent sur l'ensemble de l'échantillon. Pour cela, les paramètres de pression face arrière sont modifiés puis l'épaisseur d'ISDP résiduelle ainsi que la rugosité sont mesurées. L'épaisseur d'ISDP est mesurée par ellipsométrie sur un ensemble de 10 points distincts, ce qui permet de déterminer l'épaisseur moyenne du film ainsi que la vitesse de polissage par comparaison avec les valeurs avant CMP. L'écart-type est calculé grâce à la différence d'épaisseur relevée entre les différents points. Enfin, la non-uniformité correspond au rapport entre l'écart-type et l'épaisseur moyenne retirée. La rugosité est quant à elle mesurée par AFM sur 3 points indépendants. Les résultats obtenus sont condensés dans le *Tableau 3.4*.

PFA (g/cm²)	MRR (nm/min)	Écart-Type Épaisseur (nm)	Non-Uniformité (%)	Rugosité RMS (nm)
Avant CMP		5	2,1	7
0	305	7	4,3	0,34
50	359	24,5	12,3	0,34
200	424	24,1	14,5	0,33

Tableau 3.4 Suivi de la vitesse de polissage, de l'écart-type sur l'épaisseur résiduelle, la non-uniformité et la rugosité en fonction de la pression face arrière appliquée

Nous remarquons tout d'abord une augmentation logique de la vitesse de polissage avec l'augmentation de la pression face arrière. En effet, même si la PFA est appliquée localement,

elle augmente la pression globale appliquée sur l'échantillon, d'où l'évolution du MRR. Nous observons ensuite une augmentation de l'écart-type et de la non-uniformité quand la PFA augmente. Le paramètre machine supposé améliorer l'uniformité montre alors un effet négatif sur celle-ci (*Figure 3.12*). Ce résultat peut s'expliquer par la façon dont est appliquée la PFA sur notre équipement de CMP. Les points de pression sont disposés selon deux cercles concentriques de rayon différent, mais la zone centrale où la vitesse angulaire est la plus faible ne bénéficie pas de l'application de la PFA. Il en résulte une différence encore plus importante entre le centre et le bord de l'échantillon. Finalement, nous constatons que la PFA n'a pas d'effet sur la rugosité post-CMP. Ce constat peut être mis en relation avec les résultats concernant la pression appliquée par la tête de polissage : augmentation de la vitesse de polissage avec la pression, sans impact sur la rugosité. Nous décidons donc de ne pas appliquer de pression à la face arrière pour le polissage des films d'ISDP afin de conserver une non-uniformité inférieure à 5%, qui est une valeur couramment utilisée comme référence en CMP.

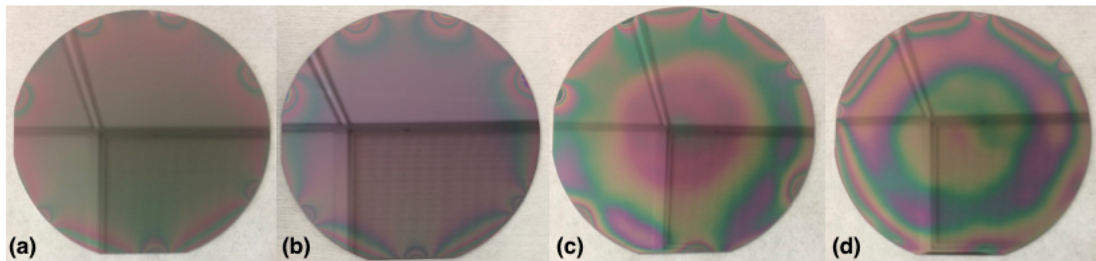


Figure 3.12 Photos permettant de constater l'uniformité du film d'ISDP avant CMP (a) et après CMP sans PFA (b), PFA 50 (c) et PFA 200 (d)

d) Débit de slurry

Le paramètre étudié dans cette partie concerne le débit de slurry qui est envoyé sur le tissu de polissage au cours du procédé. Ce paramètre influence directement le régime de polissage en contrôlant les quantités de liquide et de particules qui seront disponibles pour polir l'échantillon. Nos analyses pour ce paramètre se focaliseront sur l'uniformité ainsi que sur la rugosité.

Débit slurry (mL/min)	PFA (g/cm ²)	MRR (nm/min)	Écart-Type Épaisseur (nm)	Non-Uniformité (%)	Rugosité RMS (nm)
Avant CMP			1,1	2,1	3,4
75	50	186,3	12,8	9,2	0,6
100	50	193,2	9	9,3	0,57
125	50	218,4	13,8	12,7	0,59
125	0	201,3	1	2,7	0,6

Tableau 3.5 Suivi de la vitesse de polissage, de l'écart-type sur l'épaisseur résiduelle, la non-uniformité et la rugosité en fonction du débit de slurry et de la pression face arrière appliquée

Les résultats obtenus concernant la variation du débit de slurry ne semblent pas montrer d'évolution intéressante que ce soit en termes d'uniformité ou de rugosité post-CMP

Tableau 3.5). La rugosité obtenue est équivalente pour les différents débits testés et des variations sont observées concernant l'uniformité. La vitesse de polissage évolue logiquement avec le débit de slurry. En effet, plus le débit est important, plus la quantité de chimie et de particules présentes sur le tissu de polissage est importante, d'où l'augmentation du MRR. En revanche, à la vue des échantillons, capturés après CMP nous observons une modification de la surface de polissage (Figure 3.13). Pour le débit de slurry le plus important, il est maintenant possible d'atteindre le centre de l'échantillon alors que le polissage laissait apparaître un disque central nettement moins poli pour les débits les plus faibles, d'où les variations sur l'uniformité.

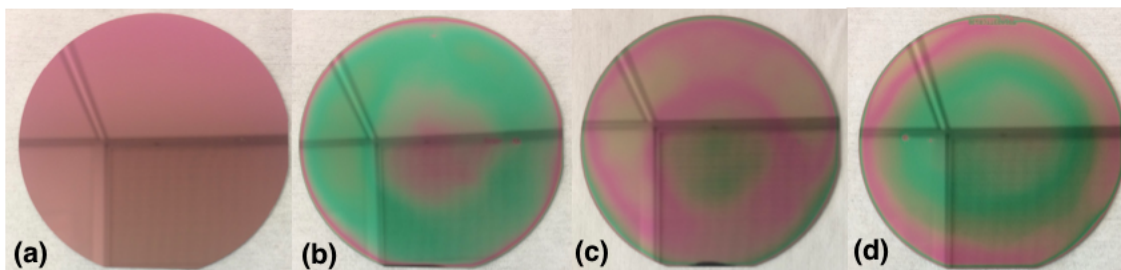


Figure 3.13 Photos montrant l'uniformité du polissage sur des échantillons de 100mm de diamètre avant CMP (a) et après CMP pour un débit de slurry de 75mL/min (b), 100mL/min (c) et 125mL/min (d)

Un autre paramètre ayant évolué avec le débit de slurry est l'apparition de vibrations associées à une émission acoustique au cours du polissage. L'étude de ces émissions est décrite à travers plusieurs publications montrant un lien avec le régime de polissage ou l'apparition

de défauts [46]–[49]. Les émissions acoustiques constatées lors de nos tests n’ont pas pu être enregistrées et analysées. Toutefois, elles ont fortement diminué pour le débit le plus élevé, ce qui a été perçu comme l’atteinte du débit minimal pour une répartition adéquate du slurry et l’amélioration de l’uniformité. En cas de débit de slurry faible, nous tendons vers le régime de lubrification limite ce qui implique d’importants effets d’abrasions pouvant mener à l’apparition des vibrations. Sous certaines conditions, l’apport de slurry est tellement faible que le liquide n’atteint pas le centre de l’échantillon ce qui entraîne de mauvais résultats d’uniformité. Cependant, un débit encore plus élevé n’a pas été investigué afin de ne pas tendre vers le régime de lubrification hydrodynamique. Il était également nécessaire de contrôler le débit de slurry car son volume était limité par l’équipement.

Finalement, en associant la pression en face arrière pertinente et le débit de slurry approprié il est possible d’obtenir des couches d’ISDP poli très uniformes. Les résultats présentés en dernière ligne du *Tableau 3.5* ainsi que sur la *Figure 3.14* émanent de la combinaison des paramètres étudiés précédemment. À ce stade, nous sommes donc capables d’obtenir des films minces d’ISDP d’une non-uniformité inférieure à 3% avec une rugosité RMS de 0,6nm. Cet aboutissement provient de l’ajustement d’un ensemble de paramètres affectant les interactions mécaniques. Nous allons donc maintenant nous tourner vers les interactions chimiques qui permettent également de contrôler la rugosité.

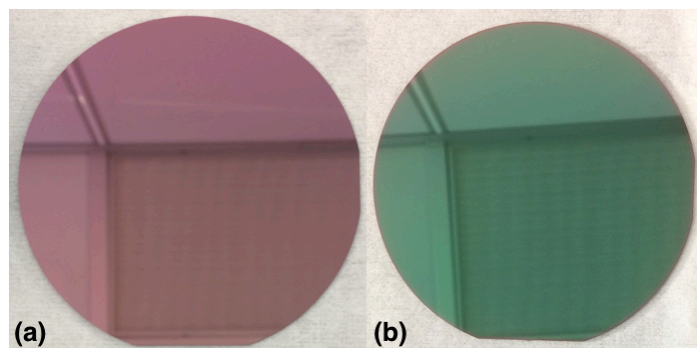


Figure 3.14 Photos montrant l’uniformité du polissage sur des échantillons de 100mm de diamètre avant CMP (a) et après CMP avec ajustement des paramètres machines (b)

3.2 Effets chimiques de gravure sur la rugosité de surface

Après avoir étudié les effets mécaniques ayant une influence sur la rugosité des couches d'ISDP, nous nous attaquons maintenant à montrer comment la rugosité peut être chimiquement modifiée. Les interactions chimiques ainsi que leur puissance sont notamment contrôlées par le pH de la solution de polissage. C'est pourquoi nous portons notre attention sur le contrôle de la rugosité via le pH, mais aussi sur les effets négatifs que cela peut entraîner. Nous allons ici détailler les effets de gravure chimique qui interviennent entre la solution de polissage et la surface à polir. Il existe également d'autres effets chimiques tels que les interactions chimiques entre les particules abrasives et la surface. Ces phénomènes n'ont pas été étudiés lors de ce projet mais pourrait être le sujet de futures études.

3.2.1 Contrôle des effets chimiques par le pH

D'après les recherches bibliographiques présentées dans le Chapitre 2, nous savons que la présence d'ions OH^- est nécessaire aux interactions chimiques, lors du procédé de polissage. Changer le pH de la solution de polissage permet de modifier la concentration en ions hydroxydes et ainsi influencer les effets chimiques. Les ions OH^- étant responsables de la polarisation des liaisons Si-Si, si leur concentration diminue, les liaisons entre atomes de silicium seront moins fragilisées et moins attaquées par les molécules d'eau ou d'oxygène. De ce fait, le procédé de polissage devient moins chimique et les interactions mécaniques joueront un rôle plus important dans l'enlèvement de matière.

Une étude antérieure révèle l'influence du pH sur la vitesse de polissage et met en évidence une différence de vitesse de polissage en fonction de l'orientation cristalline de l'échantillon [16]. Lorsque les effets chimiques sont aux plus forts, à pH = 11, le MRR change en fonction de l'orientation cristalline du silicium. Ce phénomène s'explique par une différence de densité atomique en surface. Dans le cas du polissage d'ISDP, la couche à polir présente une multitude d'orientations cristallines, en lien avec le caractère poly-cristallin du dépôt. Il en résulte une différence de vitesse de polissage grain à grain ainsi qu'une augmentation de la rugosité. Nous commençons par évaluer la vitesse de polissage de l'ISDP en fonction du pH de la solution de polissage (*Figure 3.15*).

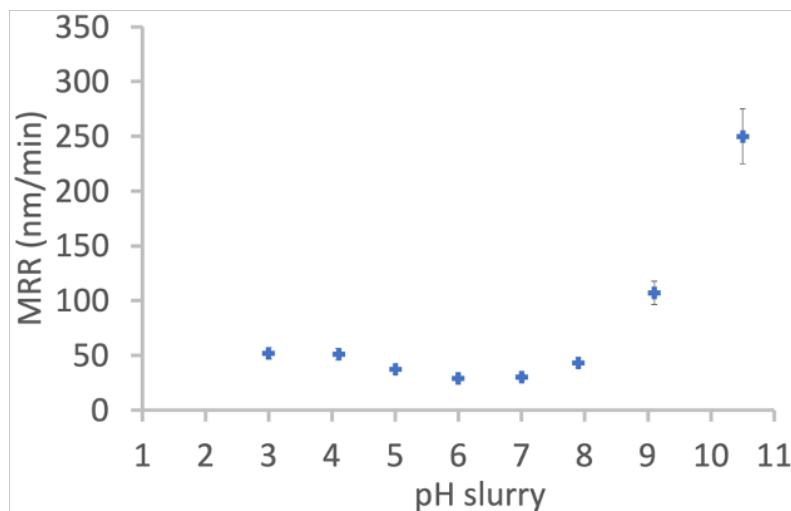


Figure 3.15 Évolution de la vitesse de polissage en fonction du pH du slurry

Comme constaté dans la bibliographie, nous observons une forte dépendance de la vitesse de polissage au pH du slurry. En réduisant le pH, la concentration en ions OH^- diminue, ce qui a pour effet de faire chuter le MRR. Une valeur minimale du MRR est relevée pour un pH compris entre 6 et 7. La légère augmentation du MRR pour les pH inférieurs à 6 a également été notée dans l'étude de Pietsch et al. [16]. Elle a été expliquée par l'apparition d'agglomérats dans la solution de polissage. Encore une fois, nous pouvons nous rapprocher de cette conclusion grâce à l'analyse DLS effectuée sur la solution de polissage en pH acide (voir section 3.1.2). En revanche, ce que l'état de l'art ne révèle pas est le lien existant entre rugosité et pH. C'est ce point qui est mis en lumière à travers la *Figure 3.16*. En pH basique, la rugosité diminue

quand le pH diminue, car les différences de MRR de grain à grain se font de moins en moins ressentir. En milieu acide, la rugosité augmente quand le pH diminue, car l'apparition d'agglomérats est néfaste au polissage. Nous observons une rugosité minimale pour un slurry à pH 6. C'est pour cette valeur de pH que nous atteignons un mécanisme optimum, combinant faibles interactions chimiques et action mécanique sans agglomérats. La courbe obtenue n'est pas sans rappeler la tendance observée sur la vitesse de polissage. Afin de s'affranchir des effets liés à la quantité de matière retirée, la rugosité a été mesurée sur des échantillons dont l'épaisseur d'ISDP après polissage est la même.

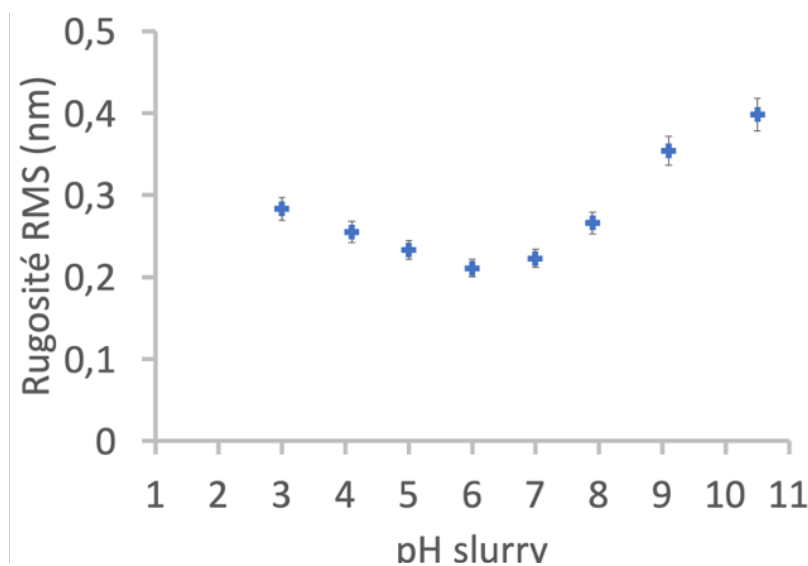


Figure 3.16 Évolution de la rugosité mesurée sur une fenêtre de $1\mu\text{m}^2$ en fonction du pH du slurry pour la même épaisseur retirée

Un test de gravure statique a été réalisé dans le but de montrer l'évolution des interactions chimiques en fonction du pH (Tableau 3.6). Des échantillons d'ISDP ont alors été immergés dans différentes solutions durant 2h. Seul l'échantillon plongé dans la solution à pH = 10,5 montre une mince différence d'épaisseur après immersion, ce qui est signe d'une très légère gravure chimique. En revanche, l'épaisseur d'ISDP ainsi que la rugosité des échantillons laissés en milieu acide n'ont pas varié. Nous pouvons en conclure que les effets chimiques s'amenuisent avec la chute du pH. En revanche, ces tests n'ont montré aucune différence significative sur la rugosité des échantillons immergés.

Solution	pH	Vitesse de gravure (nm/h)	Rugosité avant gravure (nm)	Rugosité après gravure (nm)
Slurry	3	0	0,59	0,58
	10,5	2,5	0,61	0,76
Eau DI	5,7	0	0,62	0,61

Tableau 3.6 Suivi de la vitesse de gravure et de la rugosité en fonction du pH lors d'une gravure statique

Finalement, des tests de polissage ont été réalisés en utilisant une solution sans particules, ici de l'eau déionisée amenée à différents pH (Tableau 3.7). Nous nous rendons compte que la présence de particules abrasives est indispensable au polissage. En l'absence de particules, un MRR nul est mesuré et s'accompagne même d'une légère augmentation de la rugosité. À l'inverse, lorsque la solution de polissage contient des particules de SiO₂, une réduction de la rugosité est enregistrée. Ce constat est en accord avec les résultats précédents et démontre à nouveau l'importance de la partie mécanique de ce procédé. La clé d'un polissage efficace est donc la limitation des effets chimiques en réduisant le pH du slurry, tout en évitant l'agglomération des particules. Dans notre cas, ces effets sont obtenus pour une solution de polissage à pH = 6.

Particules	pH	MRR (nm/min)	Rugosité avant CMP (nm)	Rugosité après CMP (nm)
Sans	5,7	0	2,71	3,01
			0,47	0,67
	12	0	2,91	2,79
SiO ₂	6	30	2,84	0,21
	10,5	280	2,93	0,41

Tableau 3.7 Suivi de la vitesse de polissage et de la rugosité avec et sans particules abrasives

3.2.2 Phénomène de pitting et inhibiteur de corrosion

Le changement de pH de la solution de polissage a permis d'obtenir des films d'ISDP de faible rugosité. Cependant, cette modification des effets chimiques a entraîné l'apparition de défauts, connus sous le nom de « pitting ». Ces derniers sont visibles sur les images AFM obtenues post-CMP sous forme de trous dans le film d'ISDP (Figure 3.17). Peu visible sur une fenêtre d'analyse réduite (1µm²), le pitting apparaît clairement sur une fenêtre étendue de

$100\mu\text{m}^2$. La rugosité mesurée augmente de façon conséquente avec les dimensions de la fenêtre d'analyse. L'analyse sur fenêtre réduite reste indispensable à la caractérisation de la rugosité et à la détermination du procédé le plus efficace, en faisant abstraction des défauts de polissage. En revanche, une fenêtre étendue nous permet de prendre en compte le pitting. Notre stratégie est donc de réduire la rugosité mesurée sur fenêtre réduite puis d'adresser le problème de pitting observé sur une fenêtre étendue.

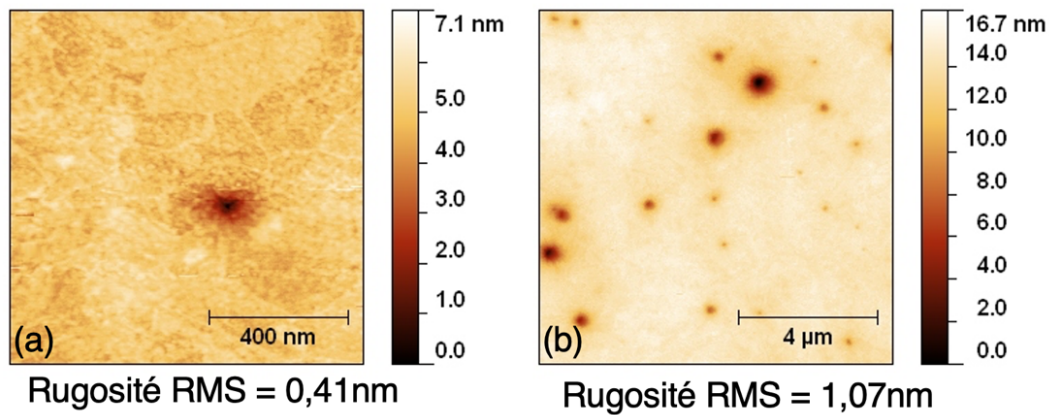


Figure 3.17 Analyse AFM d'un film d'ISDP post-CMP montrant l'apparition de pitting pour une fenêtre d'analyse de $1\mu\text{m}^2$ (a) et de $100\mu\text{m}^2$ (b)

Deux origines différentes sont rapportées concernant l'apparition du pitting dans les couches minces de silicium. La première est mécanique et s'explique par la relaxation de contraintes internes entraînant la création de vides au niveau des joints de grains [50], [51]. La seconde est une explication chimique, associée à un phénomène de corrosion [52]. Étant donné que le pitting apparaît lors du changement de pH dans notre cas, et cela, peu importe l'épaisseur d'ISDP retirée, nous nous rapprochons de la théorie chimique. Par ailleurs, nous observons que plus le slurry est acide, plus la densité de trous est importante, ce qui témoigne à nouveau du caractère chimique du phénomène (Figure 3.18). Pour être plus précis, il s'agit d'un phénomène électrochimique, prenant en compte la résistivité du matériau. Ainsi, le niveau de dopage de l'ISDP a une influence sur l'apparition de corrosion sous forme de pitting. L'article de McHugo et Sawyer [52] montre que plus la résistivité est faible, plus la densité de trous augmente. De ce fait, plus le dopage en bore est élevé, plus le silicium est sujet au pitting. Dans le cas de l'ISDP, la ségrégation de dopant au niveau des joints de grains pourrait créer

des zones de faible résistivité, favorables au pitting. De même, les dislocations dans les grains d'ISDP pourraient favoriser l'attaque chimique localement.

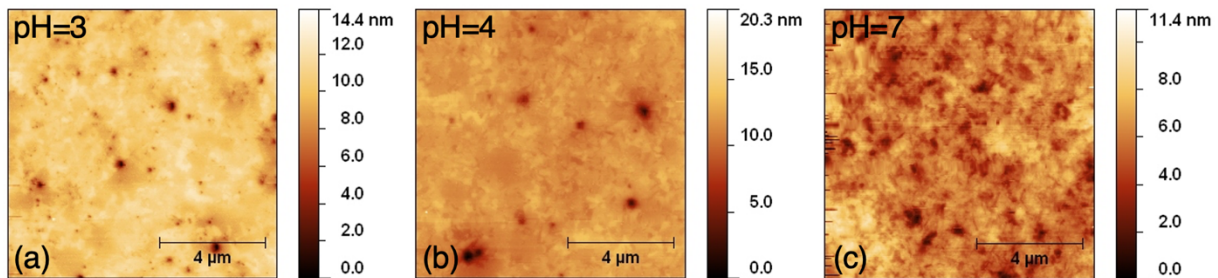


Figure 3.18 Analyses AFM montrant l'évolution de la densité de pitting pour un même dépôt d'ISDP après CMP à pH=3 (a), pH=4 (b) et pH=7 (c)

Deux paramètres doivent alors être pris en compte pour expliquer les différences de densité de trous : le niveau de dopage et la cristallinité de l'ISDP. Un dépôt poly-cristallin présente une longueur totale de joints de grains plus importante qu'un matériau semi-cristallin, mêlant phases amorphes et cristallines. Il en résulte une plus grande probabilité de ségrégations aux joints de grains, donc de corrosion par pitting. C'est effectivement le résultat que nous avons obtenu. Pour une valeur de pH donnée, le dépôt d'ISDP poly-cristallin et plus fortement dopé (10^{20} at/cm³) montre une densité de trous plus élevée qu'un dépôt semi-cristallin et moins dopé (10^{18} at/cm³). La Figure 3.19 montre les résultats obtenus après CMP pour une solution de polissage à pH = 3.

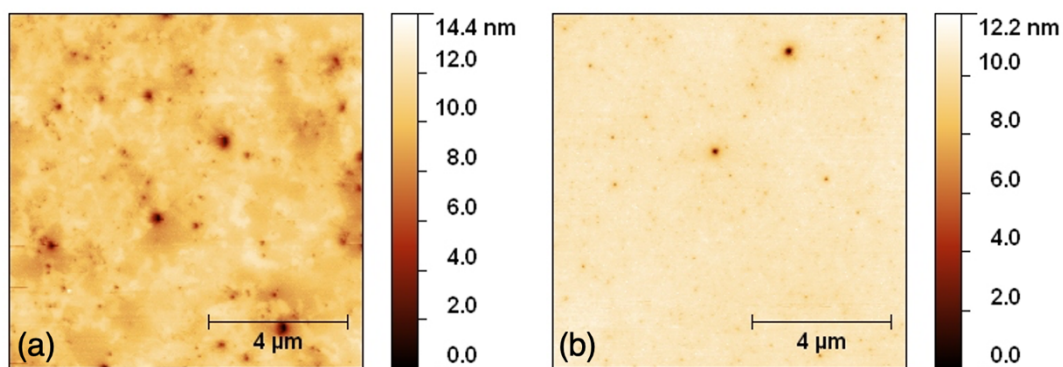


Figure 3.19 Analyses AFM montrant la présence de pitting après CMP à pH=3 pour un dépôt poly-cristallin dopé à 10^{20} at/cm³ (a) et un dépôt semi-cristallin dopé à 10^{18} at/cm³ (b)

L'utilisation d'un slurry à pH acide étant nécessaire à la diminution de la rugosité de l'ISDP, mais étant associé à l'apparition de pitting, nous nous tournons vers l'utilisation d'un inhibiteur

de corrosion. Ainsi, la solution de polissage peut être amenée à la valeur de pH désirée, tout en contrant les effets négatifs que représente le pitting. Un inhibiteur de corrosion est une poudre contenant des molécules qui seront très mobiles une fois dissoutes dans la solution de polissage. Ces molécules seront adsorbées très rapidement sur la surface d'ISDP, avant que la corrosion puisse avoir lieu. Elles permettront de créer une fine couche de passivation à la surface de l'échantillon et ainsi de le protéger. Nous choisissons d'utiliser la molécule 1,2,4-Triazole (TAZ) comme inhibiteur de corrosion. C'est une espèce chimique qui a déjà fait ses preuves dans la protection du cobalt pour un procédé de CMP en milieu acide [53]. Une attention particulière doit être portée à la concentration en inhibiteur dans le slurry. En effet, une concentration insuffisante ne permet pas la protection complète de la surface. À l'inverse, il a été démontré qu'une concentration excessive entraîne une réaction de complexation entre le TAZ et les ions provenant de la surface à polir. Cette réaction rend indisponible une majeure partie des molécules inhibitrices, rendant leur action inefficace contre la corrosion. Même si ce phénomène n'a pas été démontré dans le cas du polissage d'ISDP nous veillerons à ne pas dépasser la concentration nécessaire à la protection de la surface, afin de prévenir l'apparition d'effets non désirés.

Dans le but d'obtenir la rugosité la plus faible, nous avons investigué l'ajout de TAZ pour une solution de polissage à pH = 6. Différentes quantités de TAZ sont dissoutes dans la solution de polissage puis le pH est ajusté par ajout d'acide chlorhydrique. La *Figure 3.21* montre l'évolution de la rugosité en fonction de la concentration en inhibiteur de corrosion. Le pitting étant faiblement visible sur une fenêtre réduite de $1\mu\text{m}^2$, l'effet du TAZ est peu apparent pour cette analyse. Ces mesures permettent cependant de vérifier qu'il n'a pas eu d'effet négatif sur la rugosité mesurée à cette échelle. Pour une fenêtre élargie à $100\mu\text{m}^2$, la tendance observée montre que la rugosité diminue avec l'augmentation de la concentration. Nous devons toutefois vérifier que le niveau de concentration de TAZ n'a pas excédé la limite d'efficacité. C'est pourquoi nous analysons directement les images AFM pour observer la densité de trous formés par le pitting (*Figure 3.20*). Nous observons qu'une concentration en TAZ de 15mM permet d'obtenir une surface d'ISDP sans présence de trous. C'est également la

concentration donnant la rugosité la plus faible. L'ajout d'inhibiteur de corrosion permet ainsi que passer d'une rugosité RMS de 0,37nm sans TAZ à une valeur de 0,26nm pour 15mM de TAZ. La rugosité mesurée sur fenêtre réduite a quant à elle donné une valeur de rugosité RMS de 0,19nm pour cette même concentration. Pour une concentration plus élevée, nous observons effectivement la réapparition de trous, que nous associons au dépassement de la concentration limite d'efficacité. Le contrôle des effets chimiques en portant le slurry à pH = 6, associé à l'absence de pitting par l'ajout d'inhibiteur de corrosion permet ainsi d'obtenir une rugosité minimale post-CMP pour les films minces d'ISDP.

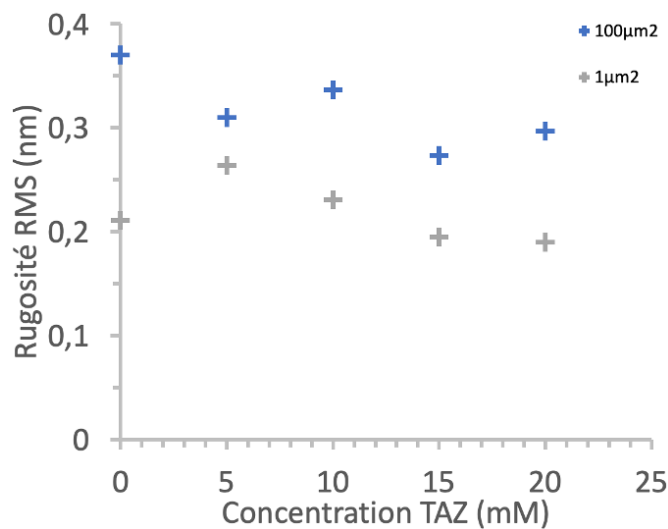


Figure 3.21 Évolution de la rugosité RMS de l'ISDP après CMP en fonction de la concentration d'inhibiteur de corrosion TAZ à pH=6

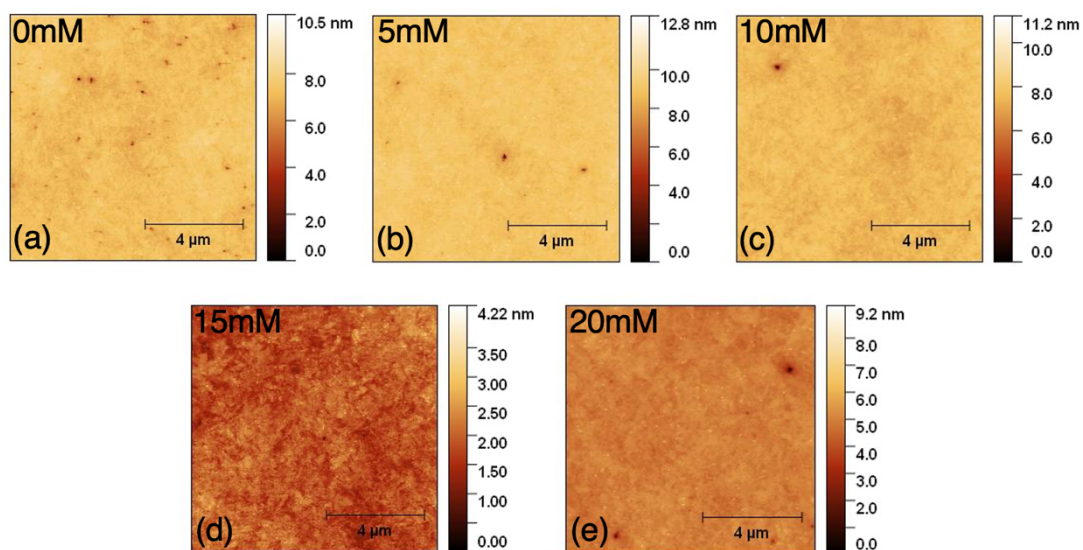


Figure 3.20 Analyses AFM étendues après CMP à pH=6 sans ajout de TAZ (a), avec 5mM de TAZ (b), 10mM de TAZ (c), 15mM de TAZ (d) et 20mM de TAZ (e)

L'effet de l'inhibiteur de corrosion est encore plus flagrant pour une solution de polissage à pH = 3. Plus le slurry est acide, plus le phénomène de pitting est important, ce qui entraîne une augmentation de la rugosité. Il en résulte une plus grande différence de rugosité entre les mesures sans et avec TAZ. La concentration en inhibiteur doit être ajustée, car un pH plus faible implique un pouvoir de corrosion plus fort. À pH = 3, la concentration optimale a été évaluée pour 50mM de TAZ (Figure 3.22). La rugosité RMS mesurée sur une zone de $100\mu\text{m}^2$ passe alors de 1,24nm à 0,3nm, tout en conservant une rugosité sur une zone réduite comprise entre 0,3nm et 0,25nm.

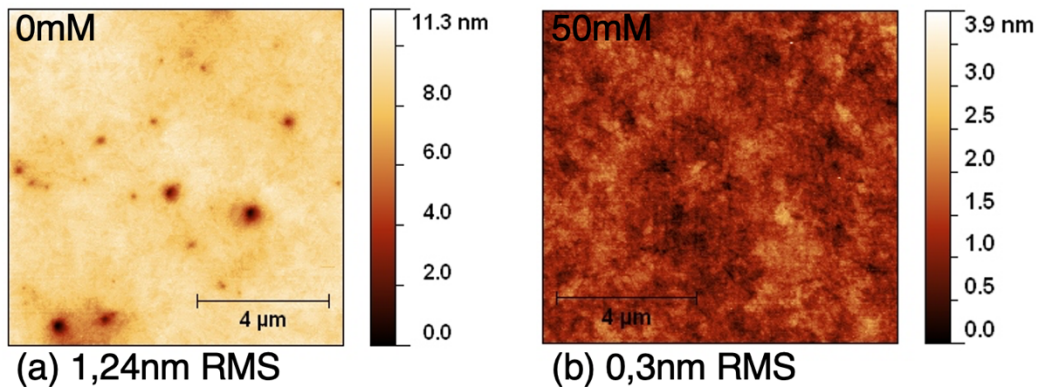


Figure 3.22 Analyses AFM étendues après CMP à pH=3 sans ajout de TAZ (a) et avec 50mM de TAZ (b)

3.2.3 Impact de l'étape de rinçage

Un procédé de CMP se compose généralement d'une étape de mouillage, d'une étape de polissage puis d'une étape de rinçage. Le mouillage est une étape préliminaire pendant laquelle le substrat à polir n'est pas nécessairement en contact avec le tissu de polissage, mais un volume important de slurry est introduit afin que la totalité de la surface disponible en soit recouverte. L'étape de polissage représente l'étape clé du procédé. C'est pendant cette étape que l'échantillon est poli selon la durée, la pression et les vitesses de rotation prédéfinies. Vient enfin l'étape de rinçage au cours de laquelle de l'eau ou une solution de nettoyage sera introduite à la place du slurry afin d'évacuer les particules contenues dans le tissu de polissage ainsi que sur l'échantillon. Cette étape peut également être réalisée sur un plateau dédié au nettoyage des échantillons dans le cas d'une machine multi-plateaux. Alors que cette dernière

étape pourrait être perçue comme une étape auxiliaire, elle s'est avérée être très influente sur les résultats donnés par notre procédé.

Le fait d'introduire de l'eau à la place du slurry au cours de l'étape de rinçage n'est pas synonyme de l'arrêt immédiat du processus de polissage. En effet, des particules abrasives se trouvent toujours dans le tissu de polissage et peuvent encore offrir une action mécanique lors de leur passage contre la surface de l'échantillon. Dans notre cas, le polissage ayant lieu lors de l'étape de rinçage pose problème, car il se fait selon des conditions chimiques non maîtrisées. Effectivement, durant l'étape de rinçage, l'échantillon continue d'être poli à un pH équivalent à celui-ci de l'eau déionisée introduite, mais également sans apport d'inhibiteur de corrosion. Afin d'évaluer l'impact de l'étape de rinçage sur la rugosité mesurée post-CMP, nous étudions différents procédés de CMP pour lesquels les étapes de mouillage et de polissage sont identiques, mais en variant l'étape de rinçage. La vitesse de polissage (MRR) est calculée par rapport à la durée de l'étape de polissage et la rugosité est mesurée par AFM après CMP (Tableau 3.8). Premièrement, nous remarquons que le MRR diminue après réduction de la vitesse de rotation du plateau. L'étape de rinçage a donc un réel impact sur le polissage et montre le même fonctionnement qu'une étape de polissage. La rugosité n'a pas varié de façon suffisante pour considérer que la vitesse de rotation l'ait impactée. Deuxièmement, nous remarquons qu'en supprimant l'étape de rinçage, le MRR diminue à nouveau, c'est encore une fois le signe d'un retrait de matière important durant l'étape de rinçage. De plus, un effet non négligeable est observé sur la rugosité, permettant de démontrer l'effet néfaste de l'étape de rinçage en lien avec les conditions chimiques non contrôlées durant cette étape.

Temps de nettoyage (s)	Vitesse de rotation (tr/min)	MRR (nm/min)	Rugosité RMS (nm)	
			1 μm^2	100 μm^2
30	70	192	0,26	0,43
30	30	152	0,27	0,46
0	0	82	0,19	0,36

Tableau 3.8 Évolution de la vitesse de polissage et de la rugosité en fonction des paramètres de nettoyage

Nous faisons donc le choix de supprimer l'étape de rinçage de notre procédé de CMP, qui prend fin directement à la suite de l'étape de polissage. Cette modification permet d'obtenir

la rugosité minimale, cependant elle implique la mise en place de procédés de nettoyages en dehors de l'équipement de CMP afin de retirer les particules abrasives demeurant à la surface de l'échantillon. Nous pourrions également envisager l'utilisation d'une solution de rinçage dont le pH serait contrôlé. Cependant, il faudrait s'assurer que la transition entre la solution de polissage et la solution de rinçage se fait sans modification des effets chimiques et qu'aucun effet non désiré n'apparaît. Une attention particulière sera également portée au conditionnement du tissu de polissage afin d'en extraire les résidus de slurry et de le régénérer. Ces deux derniers points seront discutés dans les parties suivantes de ce chapitre.

3.3 Influence de la quantité de matière enlevée

Après l'analyse de l'ensemble des actions chimiques et mécaniques mises en jeu lors du procédé de polissage de surfaces d'ISDP, nous nous tournons vers l'étude d'autres paramètres pouvant impacter la rugosité, toujours en lien avec le développement du procédé de CMP donnant la rugosité la plus faible. Le premier de ces paramètres est la durée de polissage imposée à l'échantillon. Pour des applications de planarisation, la durée du procédé de CMP est donnée par la vitesse d'enlèvement ainsi que par l'épaisseur de matière à retirer avant d'atteindre une éventuelle couche d'arrêt. Dans le cas d'un polissage, la durée dépend de la vitesse d'enlèvement et de l'épaisseur du film à polir, mais également de l'évolution de la rugosité au cours du procédé. Il s'avère alors essentiel de comprendre le mécanisme de polissage et d'évaluer l'état de la surface au cours du temps.

L'utilisation d'une solution de polissage très diluée (1 :100) permet de polir des surfaces d'ISDP avec une vitesse de polissage proche de quelques nanomètres par minute. Cette vitesse de polissage faible rend possible l'observation du mécanisme de polissage. Comme montré sur la *Figure 3.23*, nous pouvons observer l'état de surface après différentes durées de polissage. Nous constatons alors que la rugosité évolue très peu après 20s de polissage par rapport à l'échantillon brut (3,5nm RMS). Après 40s de polissage, la rugosité atteint son maximum et nous observons de profondes vallées sur la surface de l'échantillon. À 60s, ces vallées sont moins larges et moins profondes, cependant la différence entre le point le plus haut et le plus

bas de la fenêtre d'analyse est maintenu autour de 40nm. Enfin, après 80s de polissage les pics et vallées sont ramenés au même niveau. La différence entre les points extrêmes chute alors brutalement et la rugosité atteint son minimum. Compte tenu des dimensions surfaciques des pics et vallées, nous pouvons émettre l'hypothèse qu'ils correspondent à des grains d'ISDP plutôt que des joints de grains. Il semblerait alors que certains grains s'arrachent ou soient polis plus rapidement que leurs voisins au début du procédé. Ce constat peut être lié à la différence d'orientation des grains, entraînant une vitesse de polissage différente grain à grain ou à une mauvaise tenue mécanique de certains grains engendrant leur arrachement. Par la suite, un mécanisme stable de polissage se met en place, les pics sont polis afin de retrouver le niveau des vallées. Enfin, les grains peuvent être polis uniformément et donner le niveau de rugosité le plus faible. L'analyse de ce mécanisme de polissage permet de comprendre comment la surface évolue ainsi que de déterminer l'épaisseur minimale d'ISDP à retirer pour obtenir la rugosité la plus faible.

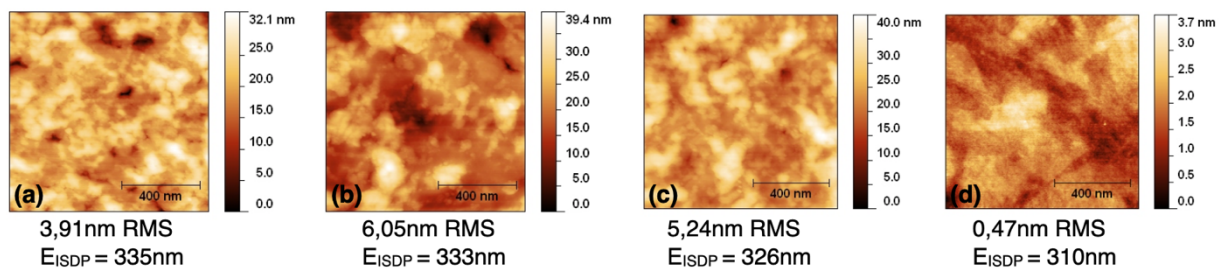


Figure 3.23 Analyses AFM montrant l'évolution de la rugosité pour différentes durées de CMP : (a) 20s ; (b) 40s ; (c) 60s ; (d) 80s

Si l'analyse de la rugosité en fonction du temps nous permet tout d'abord d'observer le mécanisme de polissage, il convient d'étudier ce mécanisme en fonction de l'épaisseur d'ISDP retirée par CMP. En effet, l'analyse en fonction de l'épaisseur d'ISDP résiduelle est indépendante de la vitesse de polissage. Lorsque l'épaisseur retirée est inférieure à 10nm, nous retrouvons sur la *Figure 3.24* l'augmentation de rugosité liée à la formation de larges vallées et montagnes, puis la chute rapide de la rugosité jusqu'à atteindre un minimum pour une épaisseur retirée aux alentours de 35nm. Enfin, nous remarquons qu'en augmentant l'épaisseur d'ISDP retirée la rugosité augmente selon une pente faible. Cette augmentation de rugosité est associée à l'apparition de défauts (rayures, trous) dont la probabilité d'apparition augmente avec l'épaisseur retirée. Nous sommes alors en mesure de déterminer l'épaisseur optimale d'ISDP à retirer pour atteindre la rugosité minimale. La durée de polissage sera alors adaptée en fonction de la vitesse de polissage afin d'atteindre l'épaisseur retirée optimale.

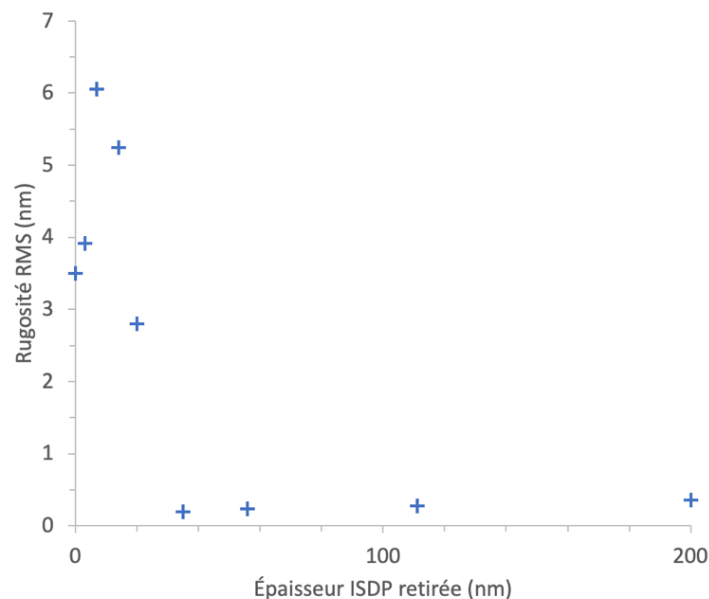


Figure 3.24 Évolution de la rugosité RMS en fonction de l'épaisseur d'ISDP retirée par CMP

Comme démontré précédemment, le pH de la solution de polissage influence grandement la vitesse de polissage. Afin d'ôter le doute qui pourrait subsister quant à l'effet du pH sur la rugosité, nous avons mesuré cette rugosité pour une épaisseur d'ISDP retirée équivalente et pour différentes valeurs de pH. Les résultats présentés dans le *Tableau 3.9*, permettent de

prouver à nouveau l'influence du pH de la solution de polissage sur la rugosité et cela indépendamment de l'épaisseur retirée. Nous identifions à nouveau le pH=6 comme étant le slurry donnant la rugosité la plus faible. D'après l'ensemble des résultats obtenus dans les parties précédentes, nous sommes alors en mesure d'établir une recette de polissage combinant l'ensemble des paramètres donnant les meilleurs résultats en termes de rugosité.

pH slurry	Épaisseur ISDP retirée (nm)	Rugosité RMS (nm)
3	35	0,27
6	38	0,19
10,5	42	0,45

Tableau 3.9 Rugosité RMS pour différentes valeurs de pH du slurry et pour une épaisseur d'ISDP retirée équivalente

3.4 Désoxydation pré-CMP

Les tests menés sur les paramètres mécaniques et chimiques du procédé de CMP ont permis de mettre en évidence un phénomène d'activation du mécanisme de polissage ainsi qu'une variation de la vitesse de polissage en fonction de l'épaisseur de matière retirée. Ce phénomène est dû à la présence d'une fine couche de SiO₂ présente naturellement à la surface de l'échantillon. Cette couche d'oxyde se forme au contact de l'air ambiant, et de l'humidité qu'il contient, lors de la sortie du four de dépôt de l'ISDP. Le film de SiO₂ ainsi formé a pour effet de modifier le procédé de polissage de l'ISDP, car l'oxyde de silicium se polit selon un mécanisme différent et moins rapidement que le silicium. Pour un slurry à pH=10,5 nous observons alors que la vitesse de polissage augmente avec l'épaisseur retirée avant d'atteindre un plateau où un MRR stable est atteint (*Figure 3.25*). En revanche, pour le même slurry à pH=6, le polissage devient impossible. L'effet chimique étant considérablement réduit à cette valeur de pH, l'effet mécanique n'est pas assez puissant pour permettre de retirer la couche d'oxyde natif. La vitesse de polissage est alors nulle.

Afin de contrer ce phénomène, les échantillons ont subi une gravure humide dans l'acide fluorhydrique (HF) pour retirer la couche d'oxyde natif en surface. Ils sont plongés dans une solution HF : H₂O ; 1 : 50 pendant 1 minute. Après un court rinçage, le procédé de CMP est directement effectué pour ne pas laisser le temps à l'oxyde natif de se reformer. À pH=10,5 le phénomène d'activation du procédé de CMP est réduit et le plateau de stabilité du MRR est atteint plus rapidement. À pH=6 le polissage devient possible après traitement HF. On observe ici une stabilité de la vitesse de polissage dès les premiers nanomètres retirés. Le développement de ce procédé de gravure humide avant CMP a rendu possible le polissage à pH=6 tout en stabilisant le MRR pour d'autres valeurs de pH.

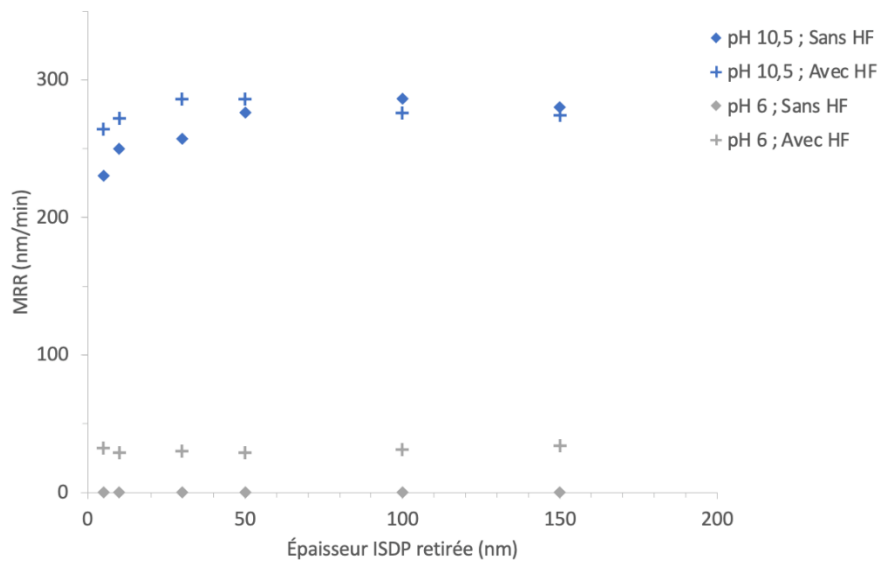


Figure 3.25 Évolution de la vitesse de polissage en fonction de l'épaisseur retirée pour différents pH, avec et sans traitement HF

3.5 Conditionnement et stabilité du procédé de polissage

En CMP, le conditionnement caractérise la façon dont le tissu de polissage est nettoyé et préparé grâce à la tête de conditionnement. Le conditionnement est dit *ex-situ* lorsqu'il se fait avant de commencer une série de polissage ou entre chaque échantillon. Par opposition, il est dit *in-situ* lorsque la tête de conditionnement est mise en action de façon simultanée avec le polissage de l'échantillon.

Le conditionnement *ex-situ* est nécessaire afin d'évacuer les particules abrasives laissées sur le pad et de régénérer le tissu de polissage pour lui redonner son état d'origine. Cette étape permet donc d'assurer la reproductibilité du procédé. Les paramètres modifiables concernent la durée de conditionnement, la pression appliquée par la tête de polissage ainsi que la vitesse et le sens de rotation de l'outil et du plateau. Si ces paramètres sont mal choisis, deux problèmes peuvent apparaître. Tout d'abord, un conditionnement trop violent permet de retirer efficacement les particules abrasives, mais dégradera prématurément les fibres constituant le tissu de polissage et en réduira la durée de vie. À l'inverse, un conditionnement trop doux ne permettra pas d'évacuer en assez grande quantité les particules du slurry. Ce défaut de conditionnement entraîne un chargement du tissu qui se verra recouvert d'une couche de particules de plus en plus importante au cours d'une série de polissage. Cet effet de chargement, également connu sous le nom de *glazing*, entraîne une diminution de la vitesse de polissage au cours du temps ainsi qu'une augmentation de la rugosité après CMP. Ce phénomène fut observé, et nous a conduit à modifier les paramètres de conditionnement. L'augmentation de la pression et la durée d'action du conditionneur ont permis une régénération plus efficace du tissu de polissage et de conserver un MRR stable. Le tissu de polissage utilisé étant un pad à fibres (*Figure 3.26*), une organisation de ces dernières a lieu au cours du polissage. C'est pourquoi le sens de rotation du plateau a été inversé durant le conditionnement afin de relever les fibres et de les désorganiser. L'étape de conditionnement a une importance majeure, car l'état du pad définira l'écoulement du slurry, la disposition des particules abrasives et donc influera la rugosité de l'échantillon post-CMP.

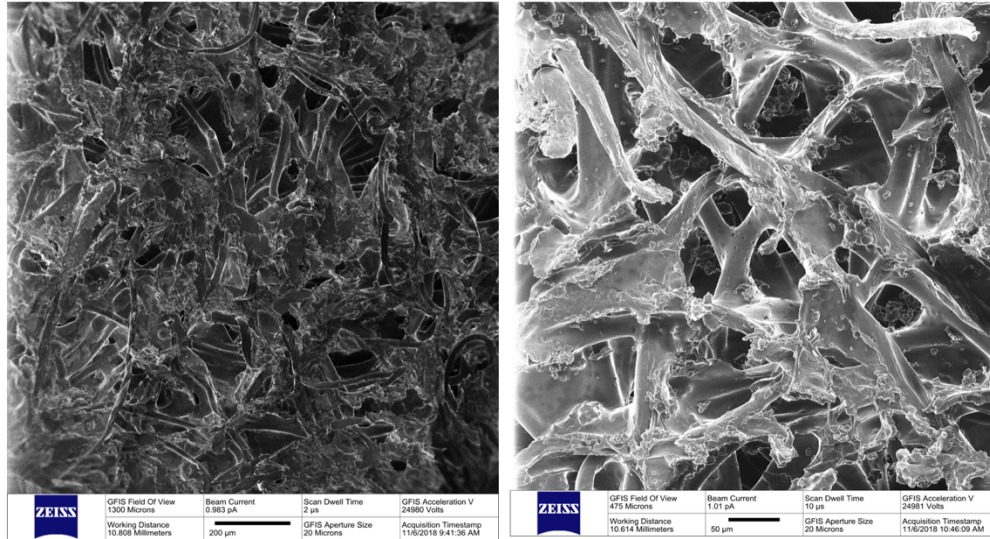


Figure 3.26 Microscopie à ions d'hélium d'un pad Suba 600, tissu de polissage à fibres

Le conditionnement *in-situ* permet quant à lui de régénérer le pad au moment même où l'échantillon est en cours de polissage. Il permet ainsi à l'échantillon d'être en contact avec un tissu propre recouvert de slurry frais tout au long du procédé et de maintenir la vitesse de polissage constante. D'autre part, il permet d'évacuer les débris provenant de l'échantillon ainsi que les agglomérats de particules qui pourraient s'accumuler sur le tissu de polissage. Cela est fait dans le but d'éviter l'apparition de défauts de polissages sous forme de rayures à la surface de l'échantillon. Cependant, il ne permet pas de redresser les fibres étant donné que le conditionnement *in-situ* ne peut se faire que dans le même sens de rotation que le polissage.

Les conditionnements *ex-situ* et *in-situ* sont des étapes primordiales du procédé qui assurent un état sain du tissu de polissage ainsi qu'un procédé de polissage optimal. Ce sont ces étapes qui permettent d'obtenir les niveaux de rugosité précédemment montrés, mais aussi de pouvoir répéter ces résultats. La *Figure 3.27* et la *Figure 3.28* permettent de voir l'évolution de l'état des fibres du tissu de polissage à l'état neuf puis après plusieurs cycles de polissage et conditionnement. Même si des particules résiduelles sont présentes sur les fibres, le conditionnement mis en place permet de maintenir ce niveau d'usure acceptable sans conduire à une dégradation trop rapide du pad. Les paramètres de conditionnement sont donc correctement adaptés.

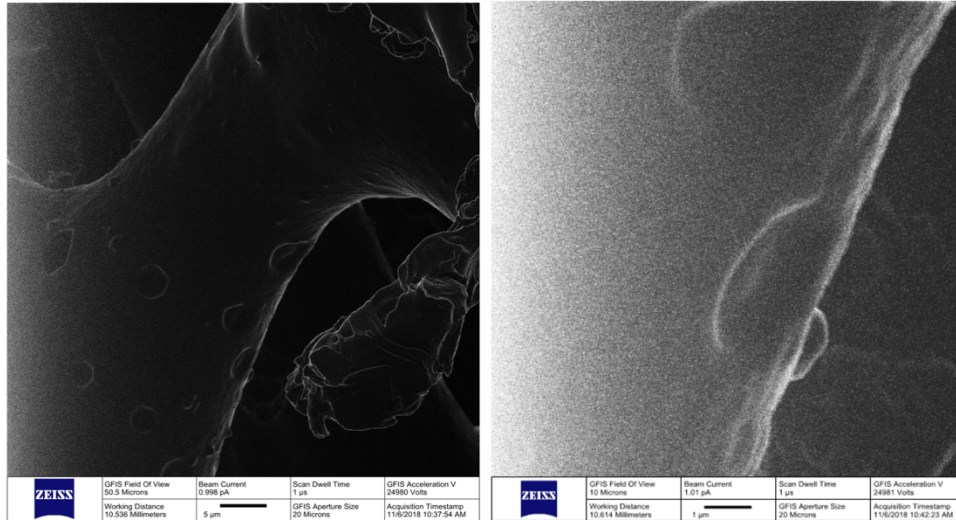


Figure 3.28 Microscopie à ions d'hélium d'une fibre propre et lisse d'un pad neuf

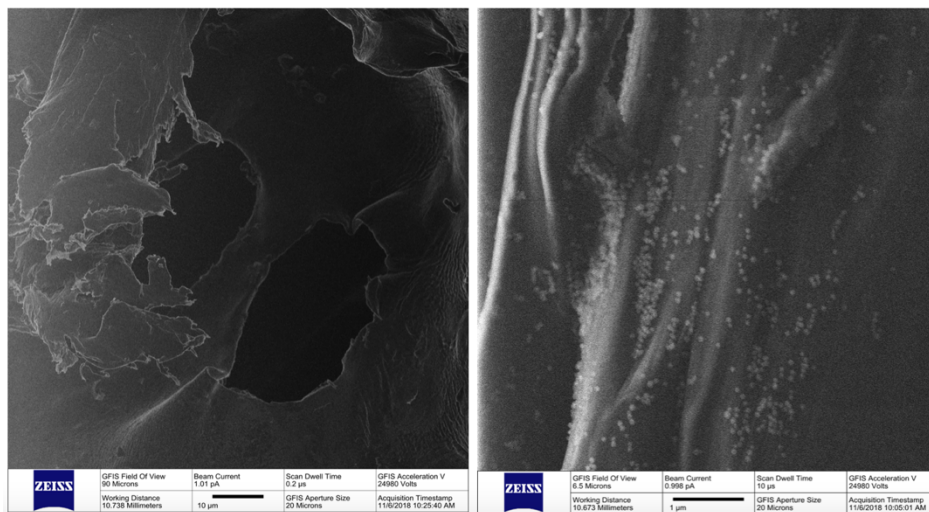


Figure 3.27 Microscopie à ions d'hélium d'une fibre rugueuse et recouverte de particules abrasives d'un pad usé

3.6 Nettoyages post-CMP

Comme sur le tissu de polissage, des particules résiduelles vont s'accrocher à la surface de l'échantillon poli. Un procédé de nettoyage doit alors être mis en place afin d'évacuer ces particules et de conserver l'état de surface et la rugosité post-CMP. Une des méthodes les plus communes consiste à faire passer l'échantillon à nettoyer entre deux brosses souples en PVA tout en dispersant une solution de nettoyage. L'action mécanique des brosses en rotation

combinée à l'action chimique de la solution permet de retirer les particules résiduelles. Les équipements industriels de CMP intègrent bien souvent un système de nettoyage à l'intérieur même de la machine. Dans notre cas, nous nous sommes tournés vers l'utilisation d'un système de nettoyage sur table Ultron UH117 qui a été modifié. Initialement doté d'une brosse à poils souples, nous avons équipé notre système d'un nouvel axe permettant de recevoir une brosse en PVA. Un support adaptable aux différentes tailles d'échantillons utilisés a également été usiné (*Figure 3.29*).



Figure 3.29 Système de nettoyage sur table avec axe de brosse et support d'échantillons sur mesures

Le système ainsi modifié se rapproche d'un système de nettoyage appelé scrubber (*Figure 3.30*). Il est également équipé d'un dispositif d'arrosage à l'eau déionisée ainsi que d'un système de séchage à chaud ou à froid par flux d'azote. Le cycle de nettoyage des échantillons se décompose en plusieurs étapes : mouillage à l'eau, nettoyage à l'eau avec action de la brosse, rinçage puis séchage. Le cycle de nettoyage est entièrement paramétrable afin d'ajouter ou de retirer des étapes et d'en choisir la durée. Durant l'étape de nettoyage, la brosse est en rotation autour de son axe et se déplace de gauche à droite afin de parcourir

toute la surface de l'échantillon. Durant l'ensemble du procédé, l'échantillon tourne sur lui-même par quarts de tour. Cela représente d'ailleurs une limitation de cet équipement, car une rotation complète de l'échantillon permettrait d'évacuer plus facilement l'eau et de le sécher plus rapidement. Le fait de ne pas pouvoir disperser de solution de nettoyage est une seconde limitation. En effet, le procédé se fait uniquement à l'eau alors que l'utilisation d'une solution comme le Standard Clean 1 (SC1) aurait amélioré le nettoyage en ajoutant un effet chimique permettant de repousser les particules de la surface de l'échantillon. Pour nous adapter à cette limitation, les échantillons sont plongés dans une solution de type SC1 pendant 5 minutes directement après polissage, afin d'obtenir cet effet de répulsion des particules, puis nous passons au procédé de nettoyage. La succession de ces étapes se fait en un temps réduit pour ne pas laisser le temps aux particules résiduelles de sécher et d'adhérer fortement avec la surface de l'échantillon.

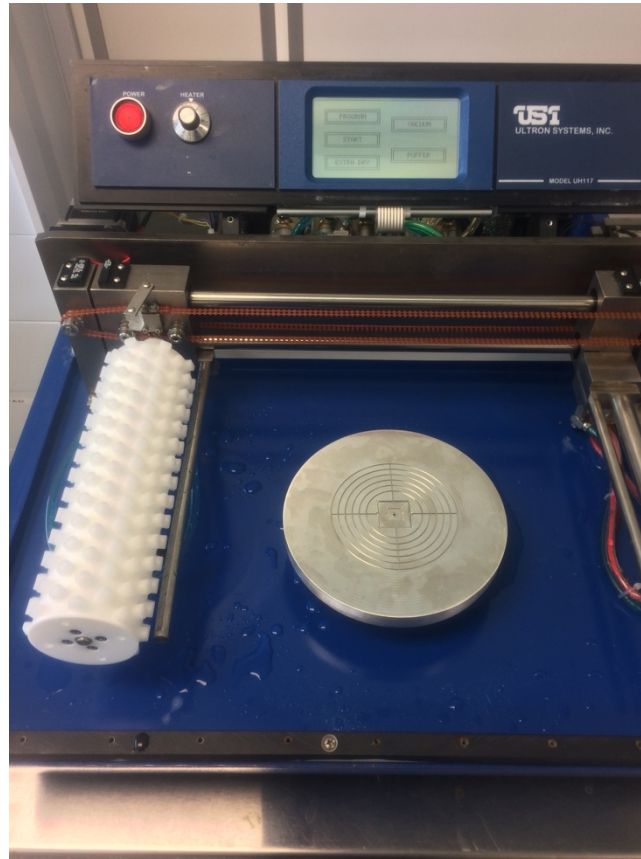


Figure 3.30 Système de nettoyage modifié et équipé d'une brosse PVA et d'un support d'échantillons multi dimensions

Pour terminer le processus de nettoyage, les échantillons peuvent être plongés dans une solution acide HF : H₂O ; 1 : 50 pendant 1 minute afin d'attaquer chimiquement les dernières particules abrasives à la surface de l'échantillon. Ces particules de SiO₂ seront alors décollées de la surface ou dissoutes sous l'effet de l'acide tout en préservant l'état de surface de l'ISDP poli. La Figure 3.31 permet de suivre l'évolution de l'état de surface au cours du procédé de nettoyage. Nous pouvons alors constater que de nombreuses particules sont présentes en surface après polissage sans étape de nettoyage. En évaluant la taille de ces particules, il pourrait s'agir des plus fines particules de SiO₂ issues de la distribution de particules du slurry ou de particules provenant de l'inhibiteur de corrosion. Le nombre de ces particules est grandement réduit après nettoyage dans la solution SC1 puis passage de la brosse du scrubber. Enfin, le nettoyage HF permet de dissoudre les dernières particules pour laisser une surface propre et peu rugueuse. Les mesures AFM permettent de montrer que les étapes de nettoyages n'affectent pas la rugosité obtenue par CMP, en revanche elles permettent bien de

nettoyer la surface et de retirer les particules qui pourraient venir polluer l'interface et créer des défauts lors du collage.

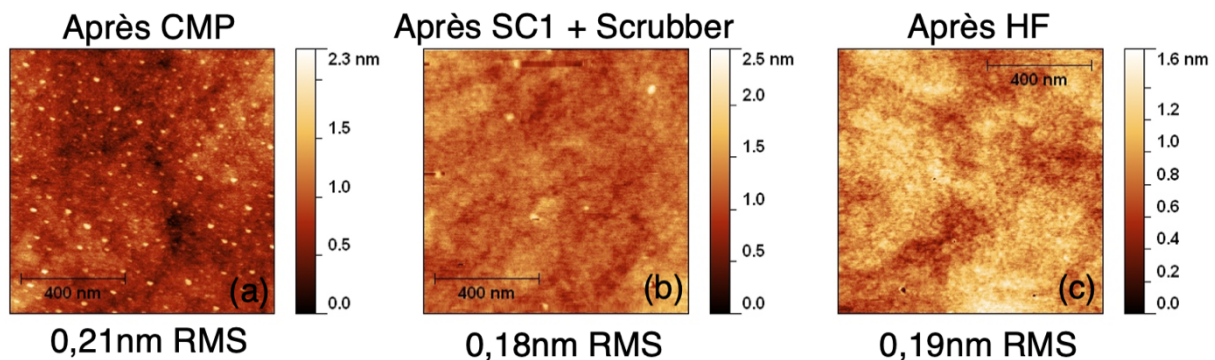


Figure 3.31 Scans AFM montrant l'évolution de l'état de surface et de la rugosité au cours du procédé de nettoyage

3.7 Procédé de polissage complet

L'ensemble des résultats apportés par l'analyse des paramètres de polissage et leur impact sur la rugosité de l'ISDP permettent de déterminer un procédé optimisé afin d'obtenir la rugosité la plus faible. Il permet notamment d'atteindre l'objectif de rugosité de l'ISDP autour de 0,2nm RMS, qui rend possible le collage direct. Les paramètres machine du procédé optimisé sont les suivants :

- Pression 300g/cm²
- Vitesse de rotation de la tête de polissage 60rpm
- Vitesse de rotation du plateau de polissage 70rpm
- Débit de slurry 125mL/min
- Suppression de la pression face arrière

Nous avons vu que l'influence du pH de la solution sur la rugosité est un paramètre clé de ce procédé. En ce qui concerne les modifications des paramètres chimiques et notamment les modifications apportées à la solution de polissage, les paramètres retenus sont les suivants :

- Solution de polissage à pH=6
- Concentration en inhibiteur de corrosion TAZ 15mM
- Suppression de l'étape de rinçage sur le tissu de polissage

Il est également important de noter les paramètres retenus concernant le conditionnement du tissu de polissage. En effet, un conditionnement efficace est primordial à la stabilité du procédé et à la réduction de la rugosité. Il est donc important de s'assurer de l'efficacité du conditionnement ex-situ mais aussi de réaliser un conditionnement in-situ.

Le *Tableau 3.10* résume les paramètres retenus pour le procédé développé au 3IT et permet de comparer ces paramètres avec d'autres procédés donnés dans la littérature.

Référence	Joshi [15]	Joshi [15]	Pirayesh [23]	Yasseen [31]	Procédé 3IT
Matériau poli	p-Si non dopé	p-Si non dopé	p-Si dopé	p-Si dopé	ISDP
Rugosité av. CMP (nm)	2.3	2.3	12.2	7	3.4
Rugosité ap. CMP (nm)	0.34	0.35	0.26	1,7	0.2
Slurry	P1000	DI water	Fujimi PL6103	SC1 Cabot	DD140
pH du slurry	/	7	11.4	10.2	6
Particules	Silice	/	Silice	Silice	SiO₂
Débit slurry (mL/min)	50	50	50	/	125
Rotation pad (rpm)	25	25	110	150	70
Rotation tête (rpm)	30	30	110	150	60
Pression de travail (psi)	0.25	0.25	6	0.5	4.3
MRR (nm/min)	70	1	300	90	30
Pad	Epic D100	Epic D100	Nexplanar E7070-30S	Rodel Suba IV	Suba 600

Tableau 3.10 Comparaison du procédé optimisé développé au 3IT avec les procédés disponibles dans la littérature

Les travaux réalisés au cours de ce projet ont été effectués majoritairement sur l'ISDP fourni par TDSI. Cependant, il a été possible de travailler sur d'autres matériaux similaires et notamment un film d'ISDP déposé à l'Université de Waterloo. Ce matériau est un silicium polycristallin dopé in-situ en bore mais il se distingue de l'ISDP TDSI par sa plus faible concentration en dopant ($10^{18}\text{at}/\text{cm}^3$ contre $10^{20}\text{at}/\text{cm}^3$). Nous savons que la concentration en dopant a une influence sur la microstructure de l'ISDP et notamment sur la taille des grains. Ce matériau présente donc une rugosité de surface après dépôt plus faible que l'ISDP TDSI (2,5nm RMS contre 3,4nm RMS) et donne une rugosité post-CMP plus faible quels que soient les paramètres testés. La Figure 3.32 montre les analyses AFM réalisées sur un film d'ISDP Waterloo après CMP dans les conditions du procédé optimisé. Ici, une rugosité de 0,13nm RMS a été mesurée. Ce résultat montre l'influence du matériau de départ sur la rugosité obtenue après CMP.

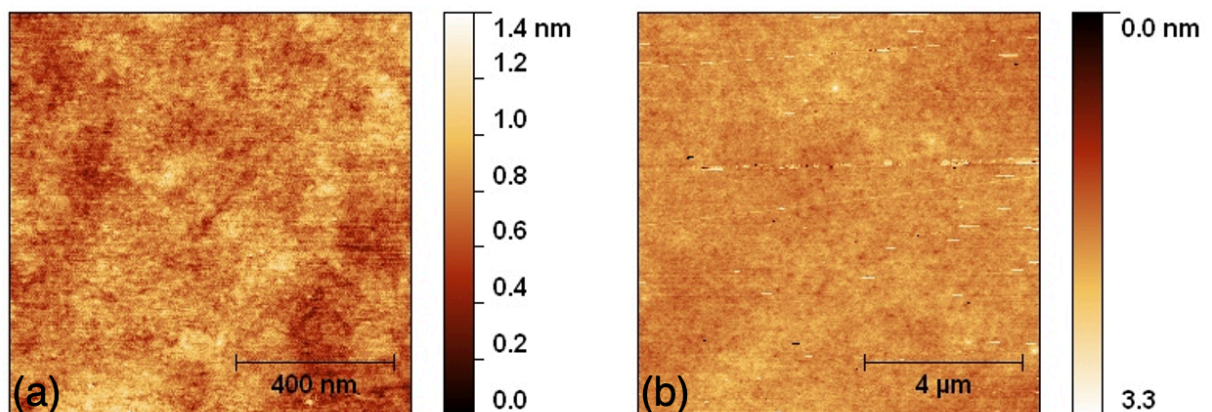


Figure 3.32 Analyses AFM post-CMP pour l'ISDP Waterloo sur une fenêtre de $1\mu\text{m}^2$ (a) et de $100\mu\text{m}^2$ (b)

3.8 Défis liés au transfert de procédé

Dans le but de transférer le procédé de CMP développé au 3IT des tests ont été réalisés au C2MI sur l'équipement utilisé par TDSI. Il s'agit de la machine Strasbaugh STB P300 6EH, un équipement industriel de CMP multi-plateaux permettant de travailler de façon automatisée sur des échantillons de 200mm de diamètre. Nous nous sommes alors confrontés à de nombreux défis. Tout d'abord d'un point de vue logistique, la mise en œuvre d'une machine

de production nécessite des volumes de slurry beaucoup plus importants que sur un équipement de recherche. Une organisation particulière est donc requise afin de préparer le slurry notamment pour effectuer les dilutions et modifications chimiques présentées plus tôt dans ce chapitre. Ensuite, la taille des échantillons change passant de 100mm à 200mm de diamètre, ce qui implique des différences au niveau des vitesses de rotation, d'écoulement du slurry ou encore d'uniformité du polissage. Enfin, la géométrie des deux équipements étant différente, un grand nombre de paramètres se verront modifiés au cours du procédé de polissage résultant en un mécanisme de polissage différent. Malgré ces différences nous avons adapté les paramètres utilisés au 3IT pour tenter de transférer le procédé.

Tout d'abord un phénomène intéressant peut être mis en avant en classant les résultats obtenus par ordre chronologique des tests réalisés (*Figure 3.33*). Nous observons alors une diminution régulière de la vitesse de polissage indépendamment du matériau poli ou de la solution de polissage utilisée. Ce comportement est caractéristique d'un effet de chargement du tissu de polissage à la suite du passage des échantillons. Nous pouvons donc avancer que des améliorations du procédé devraient être réalisées en modifiant les étapes de conditionnement du pad. De plus, le pad utilisé pour ces tests était un pad préalablement usé. L'utilisation d'un pad neuf ainsi qu'un conditionnement permettant d'obtenir une condition de pad similaire au tissu de polissage utilisé au 3IT pourrait conduire au rapprochement des résultats obtenus entre les deux équipements. En effet, nous savons que l'état du tissu de polissage est un paramètre qui influence la rugosité obtenue après CMP, car il régit le mécanisme de polissage. De plus, l'analyse des images AFM réalisées après CMP au C2MI a montré un état de surface différent avec des grains et joints de grains beaucoup plus définis. Nous pouvons donc en déduire qu'un mécanisme de polissage avec un effet chimique prépondérant a eu lieu, contrairement au procédé mis en œuvre eu 3IT qui montre un mécanisme à majorité mécanique.

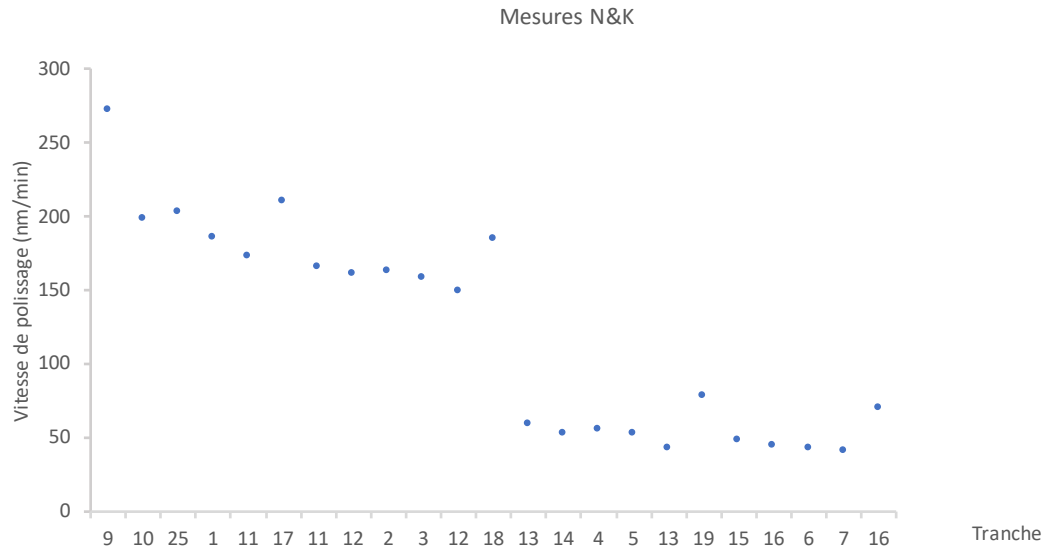


Figure 3.33 Résultats classés par ordre chronologique des tests obtenus après CMP

Malgré le problème de chargement du tissu de polissage observé précédemment nous nous sommes intéressés aux résultats obtenus dans différentes conditions. Les tests ont été menés sur 4 dépôts d'ISDP ainsi qu'avec 4 dilutions de slurry différentes : un dépôt semi-cristallin sur 2 épaisseurs différentes, un dépôt poly-cristallin également sur 2 épaisseurs différentes et des solutions de polissage à pH=6 et pH=3 avec et sans inhibiteur de corrosion. Ces dilutions ont été choisies, car elles correspondent aux solutions ayant donné les meilleurs résultats au 3IT. La concentration d'inhibiteur de corrosion a également été choisie d'après les résultats obtenus au 3IT. Les données présentées sur la *Figure 3.34* montrent une grande disparité sur la vitesse de polissage d'une tranche à l'autre en fonction de la solution de polissage utilisée, pour un même matériau. On pourrait alors y voir les signes d'un procédé non stabilisé qui ne permettrait pas de dégager des tendances claires sur le polissage des échantillons dans les différentes conditions testées. On se rapproche alors de l'hypothèse de chargement du tissu de polissage et d'un mauvais conditionnement. Il en va de même pour les niveaux de rugosité présentés sur la *Figure 3.35*. On pourrait alors y voir l'influence du pH et de la solution utilisée sur la vitesse de polissage ainsi que sur la rugosité. Cependant, en analysant la *Figure 3.36* qui s'intéresse uniquement à l'ISDP semi-cristallin d'épaisseur 330nm (matériau utilisé pour tous les tests réalisés au 3IT), nous constatons que les différentes solutions testées n'ont que peu d'influence sur la rugosité. De plus, la solution à pH=3 avec

inhibiteur de corrosion donne ici les meilleurs résultats alors que c'était le slurry à pH=6 avec inhibiteur de corrosion qui avait été identifié comme meilleur au 3IT. Enfin, les niveaux de rugosité obtenus avec les différentes solutions sont bien supérieurs à ceux obtenus sur l'équipement de recherche. Nous constatons donc que malgré l'utilisation de la même solution de polissage et du même matériau ainsi que l'adaptation des paramètres machines pour obtenir un procédé équivalent, nous obtenons des résultats bien différents. Il existe donc des différences au niveau du mécanisme de polissage qui n'ont pas pu être corrigées à travers ces tests afin d'obtenir des rugosités du même ordre grâce aux deux équipements de CMP. À ce stade, aucune tendance ou mécanisme n'a pu être extrait des tests réalisés au C2MI afin d'être comparés aux résultats obtenus au 3IT. Un paramètre différent de ceux ayant été testés jusqu'à maintenant et ayant une influence importante sur le polissage doit être identifié et modifié afin de se rapprocher du procédé développé au 3IT. Le premier point à travailler serait la stabilité du procédé, notamment en améliorant l'étape de conditionnement entre le passage de chaque échantillon et lors des changements de slurry.

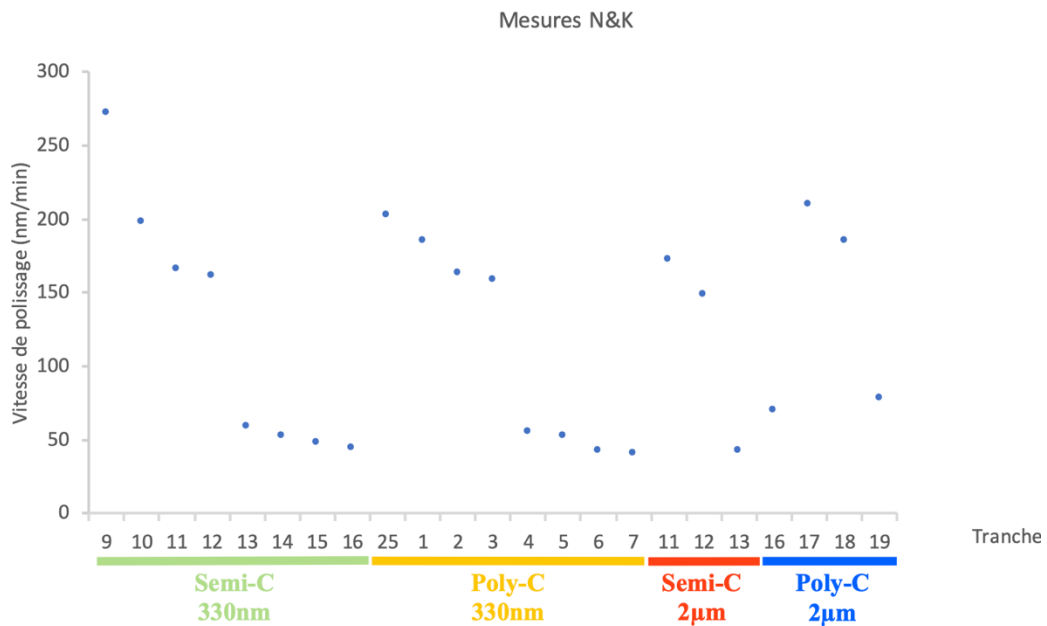


Figure 3.34 Résultats concernant la vitesse de polissage obtenus après CMP au C2MI sur 4 dépôts d'ISDP avec 4 dilutions de slurry

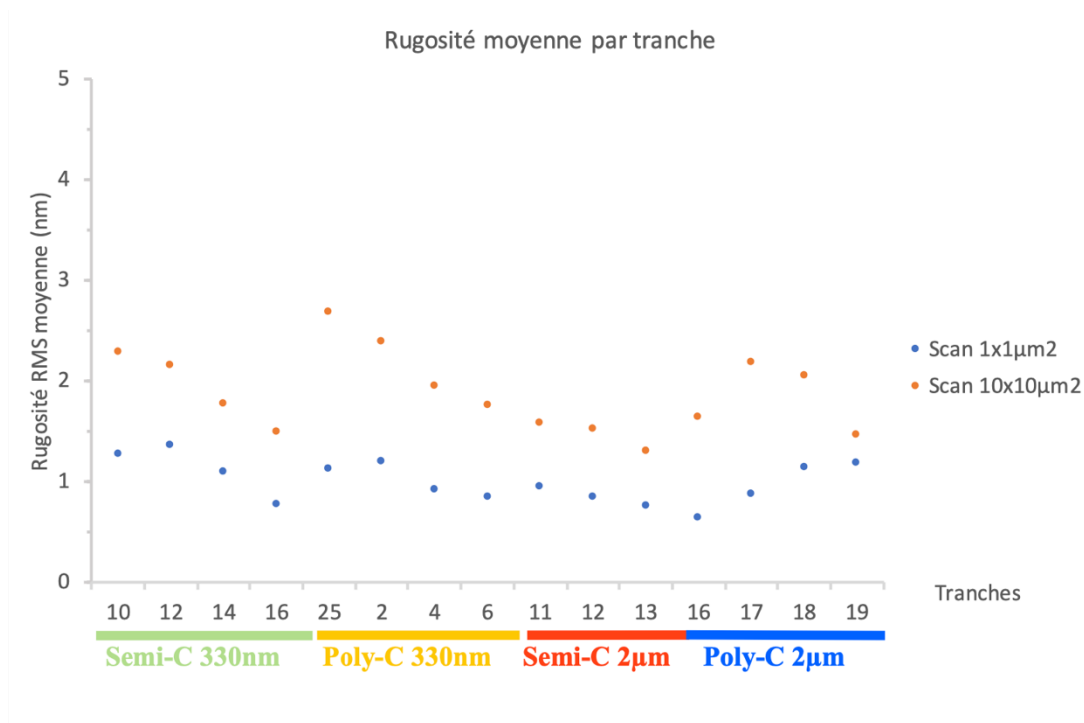


Figure 3.35 Résultats concernant la rugosité obtenus après CMP au C2MI sur 4 dépôts d'ISDP avec 4 dilutions de slurry

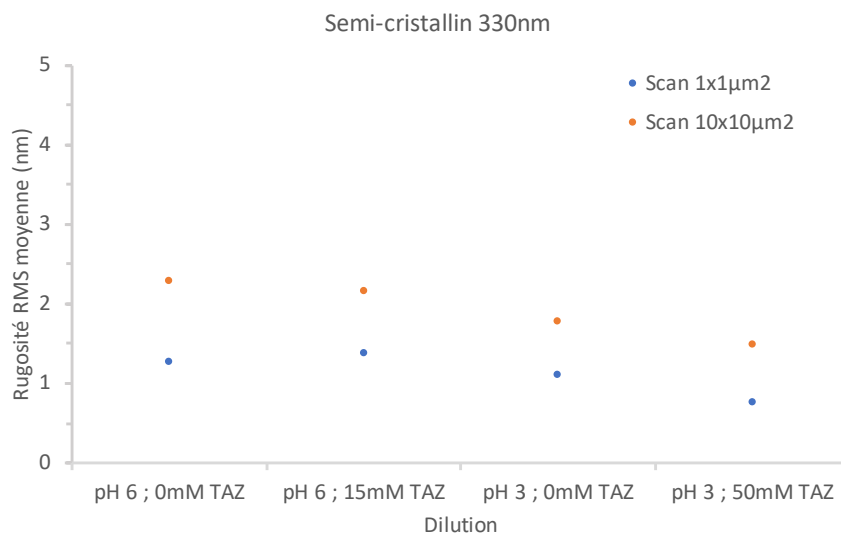


Figure 3.36 Résultats obtenus concernant la rugosité après CMP sur le matériau semi-cristallin d'épaisseur 330nm comparable avec les résultats obtenus au 3IT

Nous pouvons donc conclure à travers ces tests que les conditions réunies n'ont pas été suffisantes pour obtenir des résultats équivalents entre les deux procédés. L'analyse des résultats obtenus au C2MI permet de mettre en évidence un phénomène de chargement du pad. L'état du pad avant la réalisation des tests ainsi que son conditionnement sont des paramètres qui devraient être modifiés pour de futures expériences. Les essais mis en place afin de reproduire le procédé d'un laboratoire à l'autre et d'un équipement à l'autre ont permis de mettre en évidence les défis que représentent le transfert d'un tel procédé. Même si l'ensemble des conditions nécessaires pour obtenir des résultats équivalents n'ont pas pu être réunies, des avancées significatives ont été réalisées. Le slurry utilisé au 3IT a pu être introduit au C2MI. Les produits nécessaires à la modification du slurry ont également été introduits et un protocole a pu être mis en place pour obtenir le pH et la concentration en inhibiteur de corrosion désirés. Enfin, des recettes de CMP ont été développées pour se rapprocher du procédé de polissage existant au 3IT. Les futurs essais devront permettre d'obtenir des conditions au niveau du tissu de polissage permettant de se rapprocher de celles utilisées au 3IT. Une fois le procédé stabilisé, les tendances liées aux changements de slurry ou de paramètres machines pourront être mises clairement en évidence. Il sera alors plus simple de choisir ces paramètres afin d'en tirer de meilleurs résultats vis à vis de la rugosité des échantillons d'ISDP.

CHAPITRE 4. COLLAGE DIRECT DE SURFACES D'ISDP

4.1 Collages hydrophobes ISDP/ISDP

4.1.1 Conditions de collage et méthodes de contrôle

Si la rugosité est un critère primordial à la réussite d'un collage direct entre surfaces d'ISDP, d'autres conditions mécaniques et chimiques sont nécessaires à la réalisation d'un tel assemblage. Du point de vue mécanique, la rugosité, l'uniformité du polissage, la courbure des tranches et la contamination particulaire sont les paramètres à contrôler. Le niveau de rugosité est déterminé par le procédé de CMP et assure la formation de liaisons entre les surfaces d'ISDP en nombre suffisant pour réaliser le collage. La rugosité est mesurée par AFM après polissage. L'uniformité du polissage dépend également de l'étape de CMP et peut être mesurée en réalisant des mesures AFM ainsi que des mesures d'épaisseur d'ISDP par ellipsométrie à différents endroits de l'échantillon. Une rugosité uniforme permet un collage homogène sur l'ensemble de l'échantillon. La courbure des tranches est contrôlée par profilomètre mécanique également dans le but d'assurer la planéité des surfaces à coller. Le contrôle de ce paramètre permet de vérifier que les échantillons ne seront pas sous contrainte lors de leur mise en contact. Enfin, la contamination particulaire dépend d'un protocole de nettoyage strict notamment après l'utilisation de particules abrasives lors du polissage. Ces particules ont tendance à adhérer à la surface d'ISDP et doivent être évacuées afin de ne pas engendrer de défauts de collage. La contamination particulaire peut être évaluée par comptage de particules grâce à des observations au MEB ou analyses AFM.

En ce qui concerne les paramètres chimiques, le caractère hydrophobe de la surface d'ISDP et la présence de liaisons de surface Si-H sont les deux points à vérifier pour assurer un collage hydrophobe. Ils sont contrôlés par le type de nettoyage chimique effectué entre le polissage et le collage. Le caractère hydrophobe est observé par la mesure d'angle de goutte ou angle de contact. Lorsque l'ensemble de ces conditions sont réunies sur les deux surfaces à assembler, un collage direct hydrophobe est rendu possible. Un protocole de nettoyage et de contrôle a donc été mis en place afin de vérifier ces conditions entre les étapes de polissage et

de collage. L'ensemble de ce protocole, les conditions mises en jeu ainsi que les techniques de mesure associées sont résumées dans le *Tableau 4.1*.

Étape	Action	Paramètre de collage impacté	Technique de mesure
1	CMP	Rugosité Uniformité	AFM Ellipsométrie
2	Scrubber	Contamination particulaires	AFM / MEB
3	Mesure de courbure	Courbure	Profilométrie
4	SC1 ; 10:1:1 ; 15min	Contamination particulaires	MEB
5	Désoxydation HF ; 50:1 ; 15s	Contamination particulaires	MEB
6	SC2 ; 10:1:1 ; 15min	Contamination particulaires	MEB
7	Désoxydation HF ; 50:1 ; 1min	Hydrophobicité	Angle de contact

Tableau 4.1 Protocole avant collage et méthodes de contrôle

Afin de mesurer l'impact de ce protocole sur la rugosité de surface, des mesures AFM sont réalisées à la fin du processus de préparation sur plusieurs échantillons d'ISDP (*Figure 4.1*). Nous observons alors une faible augmentation de la rugosité inférieure à 0,1nm RMS. Même si les valeurs de rugosités relevées n'empêchent pas le collage direct, elles démontrent l'impact de ce protocole sur la surface. L'utilisation d'un tel protocole est nécessaire au nettoyage et à la préparation des échantillons, mais il doit être maîtrisé afin d'en limiter l'impact sur la rugosité de surface. D'après les analyses AFM nous pouvons également observer la disparition de certaines particules en surface ainsi qu'une apparition plus nette des grains d'ISDP (*Figure 4.1(b)*). Cette dernière observation est liée à une gravure préférentielle des joints de grains plus rapide que la gravure des grains eux-mêmes. Il en résulte une mise en lumière de la structure poly-cristalline de l'ISDP.

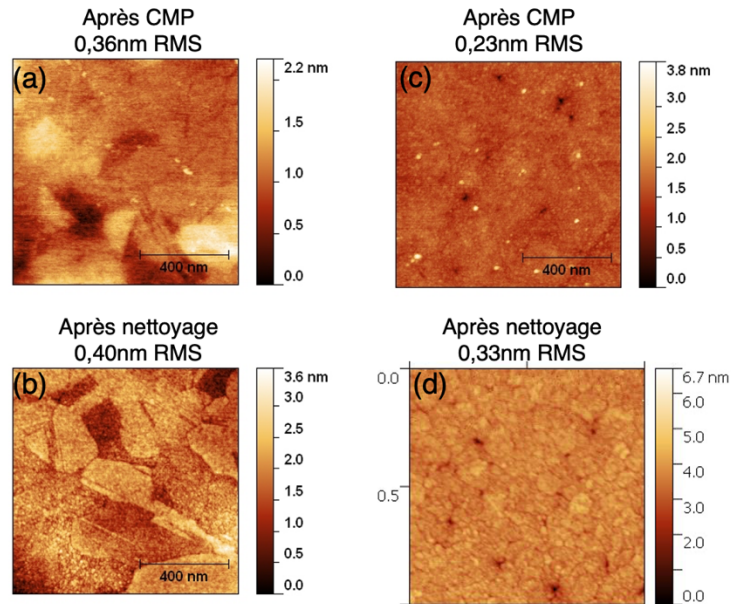


Figure 4.1 Analyses AFM de la rugosité de surface de l'échantillon 1 après CMP (a) et après nettoyage (b) ainsi que l'échantillon 2 après CMP (c) et après nettoyage (d)

a) Courbure des tranches

La mesure de courbure par profilomètre mécanique peut être utilisée afin de réaliser une mesure à travers un échantillon de 100mm. Les mesures sont réalisées sur deux échantillons polis par CMP, afin de constater le niveau de courbure avant collage. Nous constatons alors une courbure sur la face avant dont la flèche est inférieure à 300nm, alors que sur la face arrière la flèche peut atteindre jusqu'à 1000nm. La différence entre les faces avant et arrière peut s'expliquer par les défauts d'uniformité du dépôt ou de l'uniformité du polissage. Ces valeurs sont à comparer avec une tranche vierge dont la flèche peut atteindre quelques micromètres dépendamment de la qualité de la tranche (*Tableau 4.2*). Nous pouvons en conclure que cette courbure ne gênera pas le collage direct. De plus, la force appliquée lors du collage sera suffisante pour déformer les échantillons afin de les mettre en contact sur l'ensemble de leur surface [23]. La condition de collage direct concernant la courbure des échantillons est donc vérifiée.

Échantillon	Mesure de la flèche (nm)	
	Face avant	Face arrière
Tranche 100mm découpée par laser	246	-1000
Tranche 100mm vierge	6500	-6600

Tableau 4.2 Mesure de la flèche de courbure de tranches de silicium réalisées sur un profilomètre mécanique

b) Hydrophobicité des surfaces

L'hydrophobicité de surface peut être mesurée grâce à la mesure d'angle de contact. L'échantillon à analyser étant horizontal, une goutte d'eau est déposée sur sa surface. Un système de caméra permet d'observer l'angle formé entre le bord de la goutte et la surface de l'échantillon. Une fois l'image enregistrée, un logiciel de traitement permet de mesurer l'angle de goutte. La mesure Drop-Snake (*Figure 4.2(a)*) est basée sur le placement de points le long de la périphérie de la goutte. La mesure LBADSA (Low-Bond Axisymmetric Drop Shape Analysis) se fait par l'ajustement des paramètres de formes du modèle permettant de le faire correspondre au mieux avec la forme de la goutte (*Figure 4.2(b)*). La mesure Drop-Snake semble moins précise du fait de l'erreur possible lors du placement de chaque point. De plus, l'ajustement avec le modèle peut conduire à des écarts entre le modèle et la goutte observée. La mesure LBADSA a permis de réaliser des mesures plus précises. Cependant, cette méthode conduit à des valeurs d'angle de contact plus élevées dans la majorité des cas que nous avons étudiés. Les résultats des deux méthodes seront alors analysés et comparés.

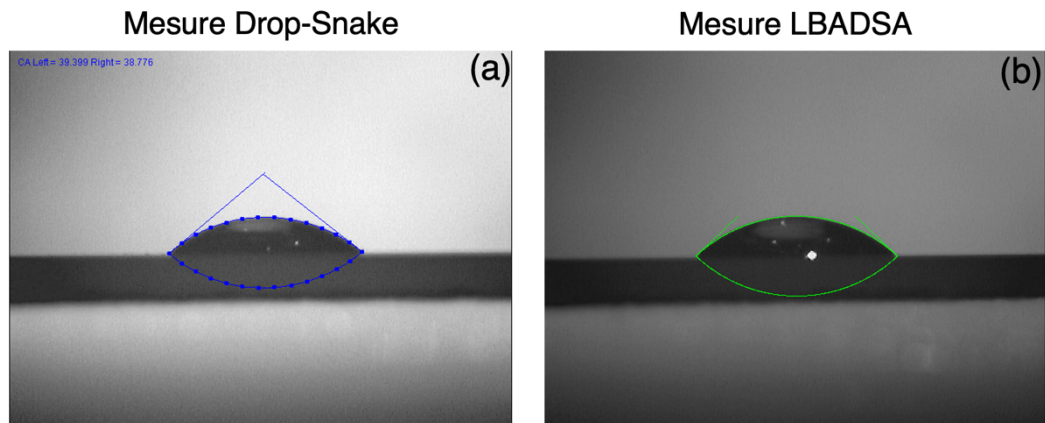


Figure 4.2 Comparaison des méthodes de mesure de l'angle de contact d'une goutte d'eau à la surface d'une tranche

Plus la valeur de l'angle est élevée, plus la surface est hydrophobe. En effet, une surface hydrophobe aura tendance à repousser la goutte d'eau et faire augmenter la valeur de l'angle de contact. En revanche, une surface hydrophile laissera la goutte d'eau se répandre librement. L'angle de contact sera alors plus faible. Le comportement hydrophobe d'une surface est lié à la présence de liaisons pendantes Si-H qui n'auront pas tendance à se lier avec les molécules d'eau. À l'inverse une surface hydrophile présente une majorité de liaisons Si-OH qui pourront se lier aux molécules d'eau via les liaisons hydrogène.

Les différentes conditions étudiées dans le *Tableau 4.3* permettent de comparer le caractère hydrophobe de l'ISDP après différents traitements chimiques. Un échantillon d'ISDP non préparé présente un oxyde natif en surface, c'est pourquoi il donne l'angle de contact le plus faible. Après CMP, la surface d'ISDP devient plus hydrophobe et l'angle de contact augmente. L'angle de contact mesuré après un nettoyage RCA (SC1 puis SC2) est sensiblement le même qu'après CMP. Le nettoyage SC1, HF, SC2 permet donc d'évacuer les particules résiduelles, mais n'a pas d'influence sur l'hydrophobicité. Enfin, la désoxydation HF est le traitement qui permet d'obtenir l'angle de contact le plus élevé. Ce résultat confirme qu'un traitement HF juste avant le collage permet d'assurer le caractère hydrophobe le plus marqué ainsi que la présence de liaisons Si-H. Les résultats obtenus sur ISDP peuvent être comparés avec le silicium monocristallin. Nous observons que l'angle de contact est plus élevé sur Si que sur ISDP après le même traitement HF. Ce résultat peut s'expliquer par la présence de dopants dans l'ISDP ainsi que par la différence de microstructure entre les deux matériaux. Enfin, une mesure effectuée sur une couche de SiO₂ permet d'évaluer la différence entre oxyde natif et oxyde thermique. L'oxyde thermique très épais, comparé à l'oxyde natif, montre un caractère hydrophile très fort avec un étalement de goutte très important, d'où un angle de contact très faible.

Matériau	Conditions	Angle de contact (°)	
		Drop-Snake	LBADSA
ISDP	Oxyde natif	43,3	41,6
	Après CMP	50	55
	Après RCA	52,2	54,2
	Après HF	55	60
Si	Après HF	71,2	73,3
SiO ₂	/	12,6	14

Tableau 4.3 Mesures d'angle de contact sur ISDP, Si et SiO₂ dans différentes conditions

Il est également important de suivre l'évolution de l'angle de contact en fonction du temps après traitement HF. En effet, si l'acide fluorhydrique a pour effet de désoxyder la surface, l'oxyde natif se reformera naturellement au contact de l'atmosphère. Nous observons effectivement une diminution de l'angle de contact avec le temps, jusqu'à atteindre la valeur initiale de l'ISDP avec oxyde natif (Tableau 4.4). Afin de s'assurer du mode hydrophobe du collage, nous nous assurons de laisser un délai maximum de 15 min entre le traitement HF et la mise en contact des échantillons.

Matériau	Conditions	Angle de contact (°)	
		Drop-Snake	LBADSA
ISDP	Après HF	55	60
	Après HF + 15min	56	58,2
	Après HF + 30min	44,2	45
	Après HF + 60min	42,6	43,1

Tableau 4.4 Évolution de l'angle de contact après HF sur ISDP en fonction du temps

4.1.2 Caractérisation optique

Une fois les échantillons collés, plusieurs méthodes de caractérisation peuvent être utilisées afin d'observer la surface de collage et la présence de défauts à l'interface. Une des techniques les plus simples à mettre en œuvre est la caractérisation optique par infrarouge (IR). N'ayant pas accès à un microscope infrarouge ou un montage spécifique à cette caractérisation, nous avons utilisé un montage composé d'une lampe IR, d'une caméra IR et d'un écran permettant d'analyser la surface de collage (Figure 4.3). L'utilisation d'une tranche de Si vierge permet de filtrer les longueurs d'onde émises par la lampe afin de ne conserver que les IR. Il permet également une meilleure homogénéité des IR atteignant les tranches collées.

Une couleur uniforme indique que les échantillons sont en contact direct et collés alors que l'apparition de franges dont le contraste varie est le signe de défauts au niveau de l'interface de collage. Ces défauts peuvent être des poches de gaz emprisonné à l'interface ou des particules résiduelles n'ayant pas été éliminées lors du nettoyage.

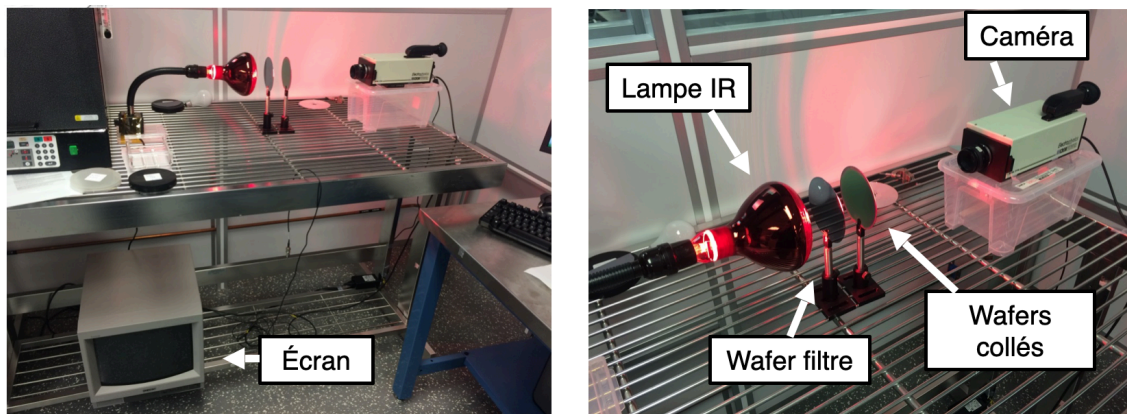


Figure 4.3 Montage permettant la caractérisation IR des collages

Les collages directs hydrophobes ISDP/ISDP assemblés au 3IT sont réalisés avec des échantillons 100mm dont la rugosité est de 0,2nm RMS. Les images IR obtenues (*Figure 4.4*) montrent une bonne surface de collage au centre de l'échantillon puis des franges en s'approchant du bord de tranche. Des défauts locaux peuvent également être observés. La comparaison des images avant et après recuit des échantillons à 1100°C pendant 1h permet de montrer l'évolution des défauts. On voit alors certaines taches caractéristiques réduire en surface grâce au recuit. En effet, s'il s'agit de particules résiduelles, sous l'effet du recuit les échantillons seront plus fortement liés, ce qui aura tendance à réduire la zone de décollement autour de la particule. S'il s'agit de gaz à l'interface, le recuit aura pour effet de le faire diffuser jusqu'en bord de tranche pour être évacué ou de le diffuser à l'intérieur du silicium, évacuant ainsi l'interface. Dans notre cas, nous observons une atténuation de certaines taches sombres au centre des échantillons (*Figure 4.4(b) et (c)*), ce qui est le signe d'une diffusion de gaz à l'interface montrant l'atténuation de ces défauts. Un recuit plus long aurait pu permettre d'atténuer davantage ces défauts. En revanche, d'autres défauts n'ont pas évolué après recuit et montrent une alternance de franges sombres et claires (*Figure 4.4(e) et (f)*), qui correspondraient plutôt à la présence de particules à l'interface de collage.

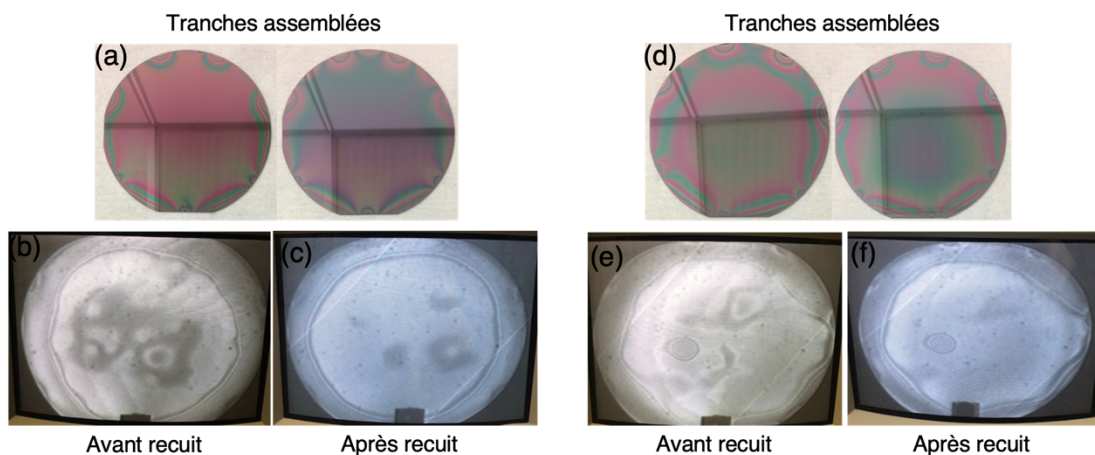


Figure 4.4 Images des tranches avant collage (a)(b) et observations IR des collages avant et après recuit

D'autres collages directs hydrophobes ISDP/ISDP ont pu être réalisés au C2MI sur des échantillons de 200mm de diamètre. Cependant, la rugosité de ces échantillons était de 0,6nm RMS. Ces collages ont pu être caractérisés par infrarouge avec un microscope industriel et donc offrant des images de meilleure qualité, notamment grâce à l'utilisation d'une caméra plus sensible aux rayons IR. Les résultats sur la *Figure 4.5* montrent que le collage direct a bien eu lieu, sur une majeure partie de la surface des échantillons. Malgré le recuit à 1000°C pendant 1h, nous observons à nouveau les deux types de défauts cités précédemment. Nous pouvons voir que le front de collage initié au centre de l'assemblage n'a pas pu se propager jusqu'au bord de l'échantillon à certains endroits. Ce résultat est certainement lié à une rugosité trop importante, ce qui a pu stopper l'avancée de l'onde de collage. Des défauts locaux sont également visibles, sous forme de cercles très bien définis et localisés. Ici, la comparaison avant et après recuit n'a pas été possible compte tenu de la trop faible adhésion entre les échantillons. Le risque de séparation des échantillons dans le four de recuit de la ligne de production étant trop important, il n'a pas été possible d'y introduire ces échantillons.

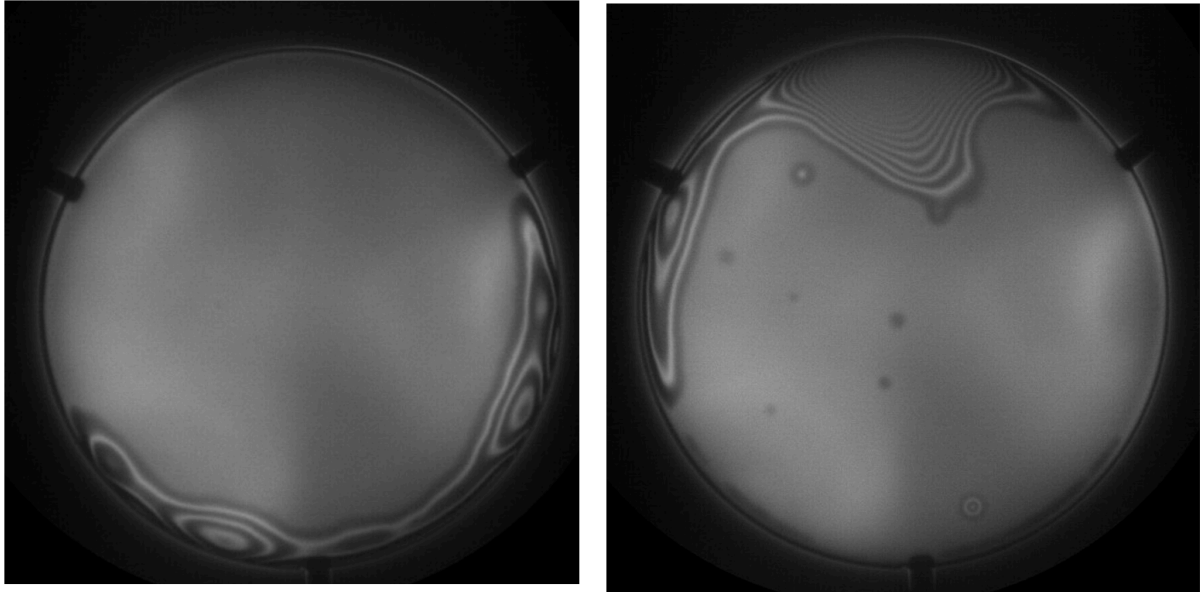


Figure 4.5 Observation IR de collages ISDP/ISDP montrant des défauts en bord de tranche et des défauts localisés

4.1.3 Caractérisation acoustique

La méthode de caractérisation acoustique également appelée SAM (Scanning Acoustic Microscopy) permet de mettre en évidence des défauts de collage à l'interface grâce au passage d'une onde acoustique à travers l'assemblage. Si la surface est parfaitement collée, l'onde traversera l'échantillon sans produire de perturbation à l'interface. En revanche, un collage présentant des défauts engendrera des interférences et l'apparition d'un signal retour au niveau de ces défauts. Cette technique de caractérisation présente l'avantage d'être plus précise pour l'observation de délamination que la caractérisation optique car elle est très précise selon l'axe Z. Elle permet ainsi de pouvoir situer les défauts à un niveau précis de l'assemblage. Par exemple, dans un assemblage constitué de 3 échantillons, il est possible de différencier les défauts présents sur chaque interface de collage. Une des contraintes de cette technique est la nécessité de plonger les échantillons dans l'eau afin de transmettre l'onde acoustique depuis sa source d'émission jusqu'à l'échantillon. Cependant, Dekko Technologies [54] a développé un système où seules la source et la zone analysée sont en contact d'eau, grâce à une cellule remplie d'eau se déplaçant sur l'échantillon. Ainsi, il est possible de comparer les analyses IR et acoustiques des collages d'ISDP comme sur la Figure 4.6. Alors que

les zones colorées en violet sont signes collage sans détection de l'interface, les zones jaunes montrent un espace non collé entre les échantillons. Cette comparaison a permis de confirmer l'interprétation des caractérisations optiques. L'analyse acoustique présentée ici se fait par analyse locale dont les dimensions dépendent de l'objectif choisi, puis par reconstruction d'image pour l'ensemble de la zone étudiée.

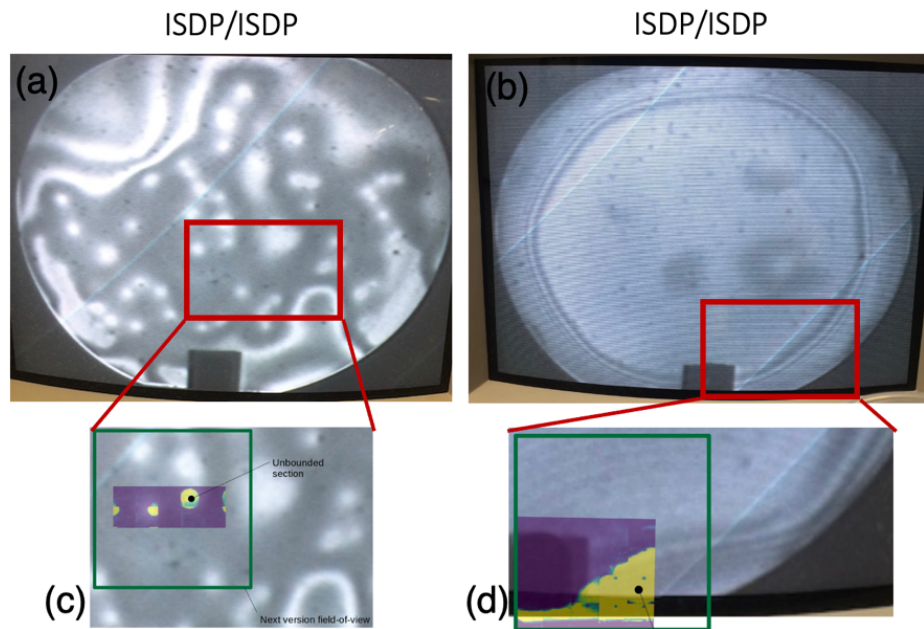


Figure 4.6 Comparaison des caractérisations IR (a)(b) et acoustiques(c)(d) montrant les défauts à l'interface de collages ISDP/ISDP

4.1.4 Caractérisation mécanique

La mesure d'énergie de collage se fait grâce à une caractérisation mécanique qui permet de quantifier l'énergie d'adhésion liant deux surfaces. L'insertion d'une lame au niveau de l'interface de collage entraîne un décollement des échantillons plus ou moins important selon l'énergie qui les lie. En fonction de la longueur d'insertion de la lame et la surface décollée, il est possible de calculer l'énergie d'adhésion des surfaces. Cette technique de mesure est appelée Maszara [37]. Cette caractérisation a pu être réalisée sur les échantillons collés au C2MI. L'énergie d'adhésion des collages hydrophobes a pu être mesurée et comparée aux collages hydrophiles (Figure 4.7) que nous étudierons plus tard dans ce chapitre. Nous observons alors que l'énergie d'adhésion avant recuit se situe autour de 50mJ.m^{-2} pour les

collages hydrophobes ce qui est environ 6 fois plus faible que pour les collages hydrophiles (pour une rugosité de 0,6nm RMS). Ce résultat est lié à la nature des liaisons présentes à l'interface de collage avant recuit. Pour le collage hydrophobe, les surfaces sont liées par les liaisons Van der Waals uniquement, alors que pour le collage hydrophile s'ajoutent les liaisons hydrogènes. C'est cette mesure d'énergie d'adhésion qui nous a conduits à ne pas effectuer de recuit sur les échantillons collés au C2MI par voie hydrophobe, compte tenu de la très faible énergie de collage à ce stade, car une délamination complète des tranches aurait pu avoir lieu dans le four. Néanmoins, nous sommes conscients qu'un recuit aurait pu avoir un effet important sur l'énergie de collage en transformant les liaisons faibles avant recuit en liaisons covalentes Si-Si après recuit. La marge d'erreur a été déterminée de façon à inclure l'erreur sur chaque mesure ainsi que la variation de résultats entre différents échantillons testés.

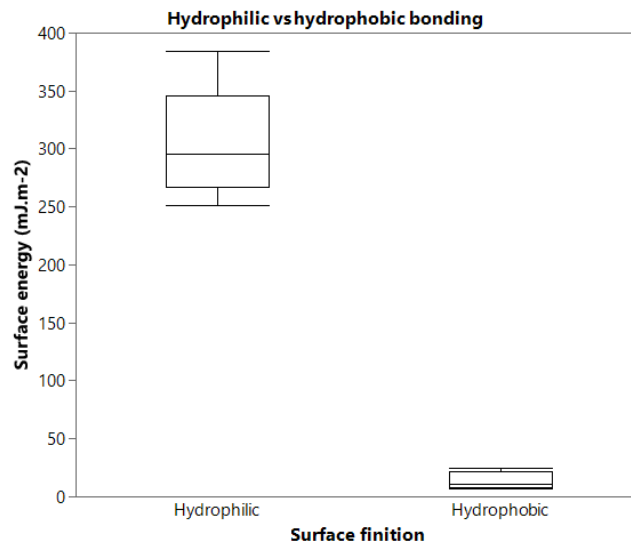


Figure 4.7 Comparaison de l'énergie de surface pour les collages réalisés en mode hydrophile et en mode hydrophobe avant recuit

4.1.5 Collages pour connexions verticales et caractérisations électriques

La démonstration d'une conduction électrique verticale dans l'ISDP à travers l'interface de collage peut être faite en fabriquant des structures d'ISDP sur deux tranches distinctes A et B. En assemblant les tranches A et B, les structures peuvent être connectées. Grâce à des mesures électriques il est ainsi possible de démontrer la conduction électrique dans les couches d'ISDP

sur les tranches A et B et à travers l'interface de collage. Pour réaliser cet assemblage les deux tranches ont d'abord été traitées séparément. La *Figure 4.8* montre le procédé de fabrication détaillé sur chacune des tranches. La première étape est commune aux deux tranches et consiste à retirer la couche d'ISDP en face arrière. Cette étape est réalisée par gravure plasma ASE (*Advanced Silicon Etching*). Sur la tranche A, un procédé de lithographie UV puis une seconde gravure sèche AOE (*Advanced Oxide Etching*) permet de graver des marques d'alignement dans la couche de SiO₂, toujours en face arrière. La couche d'ISDP restante en face avant est polie par CMP afin d'obtenir le niveau de rugosité nécessaire au collage. Enfin, les structures sont réalisées dans l'ISDP par lithographie et gravure plasma à partir de BCl₃. Sur la tranche B, l'ISDP en face avant est poli par le même procédé de CMP et les structures complémentaires sont également réalisées. Enfin, un protocole de nettoyage stricte est appliqué aux tranches A et B afin de retirer les résidus de résine, les sous-produits de gravure et les particules de slurry.

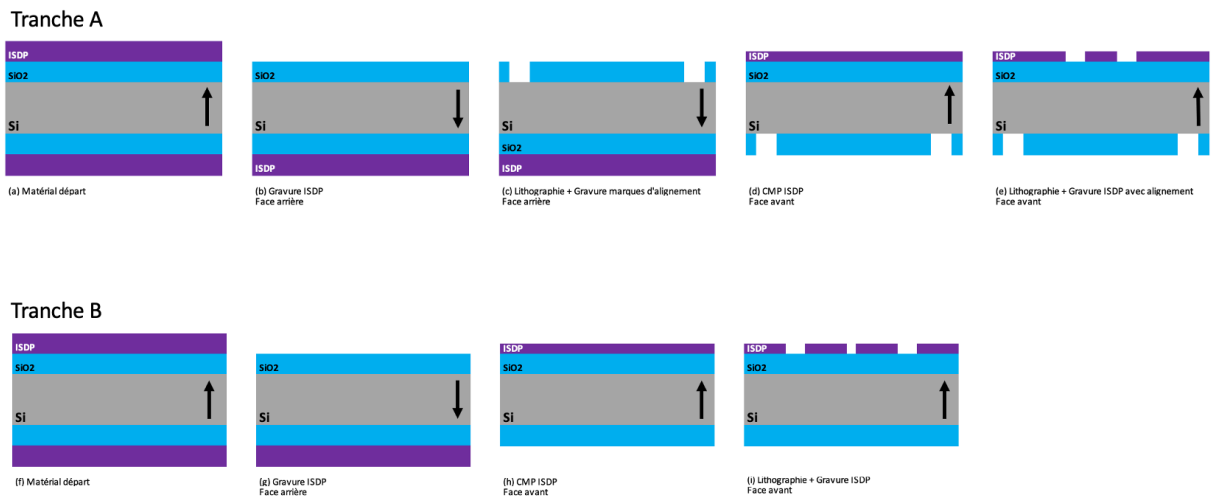


Figure 4.8 Schéma du procédé de fabrication des tranches A et B nécessaires à l'assemblage de connexions verticales

Les tranches A et B peuvent alors être assemblées par collage direct dans une machine de collage de tranches AML (*Figure 4.9 (a)*). Elles sont ensuite recuites dans un four à 1000°C pendant 1h. Enfin, une lithographie et des étapes de gravures successives à travers la tranche A permettent d'atteindre la couche d'ISDP au niveau de l'interface de collage. Les ouvertures

réalisées correspondent aux zones qui pourront être atteintes par les pointes de mesure (Figure 4.9 (b)).

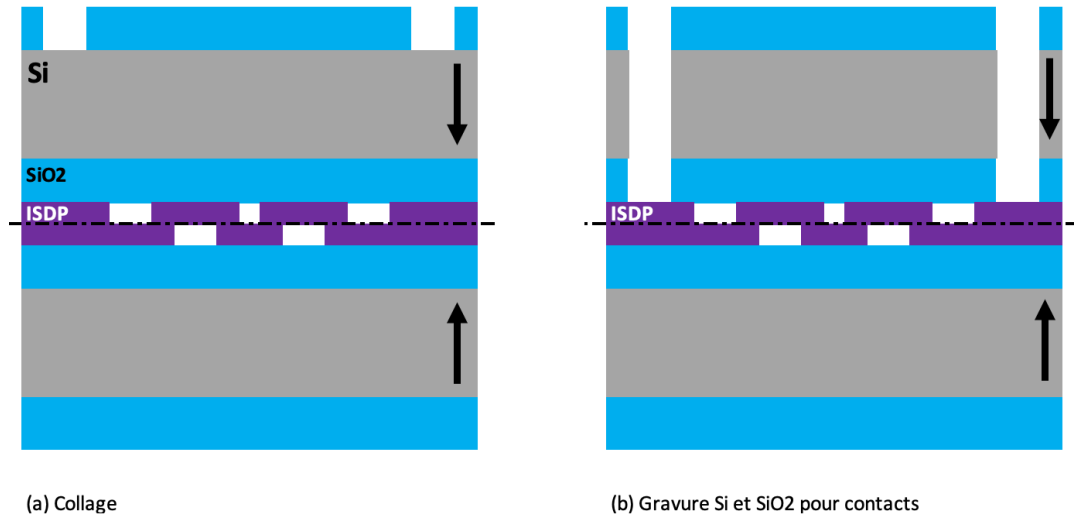


Figure 4.9 Schéma de l'assemblage après collage (a) et après gravure de Si et SiO₂ pour atteindre les contacts sur la couche d'ISDP (b)

Deux types de structures ont pu être fabriqués grâce à ce procédé. Les structures lignes présentes des pads de contacts, des chemins de conduction ainsi qu'une ligne d'ISDP dont la résistance pourra être mesurée (Figure 4.10). La structure réalisée sur la tranche B vient se superposer avec la structure de la tranche A. La résistance de la ligne A peut être mesurée avant collage afin de comparer sa valeur à la résistance de la structure A+B. Le volume de la structure à mesurer varie et nous devrions observer une variation sur la résistance de la structure. Ce modèle est pertinent dans le cas où la résistance de contact entre les deux structures est très faible voire nulle. En effet, si la résistance de contact est trop élevée, la conduction électrique ne se fera qu'à travers la structure A. Différentes structures de ce type permettent de faire varier la longueur et la largeur de la ligne à mesurée. L'épaisseur des structures dépend de la quantité de matière retirée au cours du polissage. L'épaisseur d'ISDP peut être mesurée après CMP par ellipsométrie puis par AFM après gravure des structures.

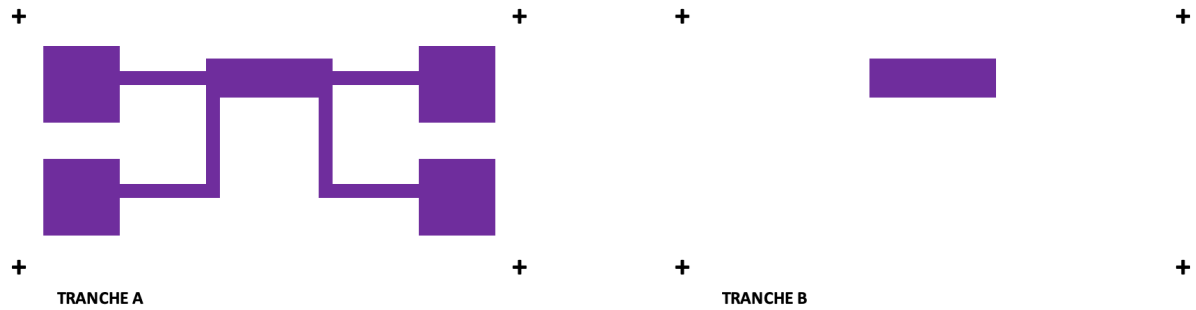


Figure 4.10 Schéma des structures de type lignes présents sur les tranches A et B

Le deuxième type de structure qui a pu être fabriqué est une chaîne dont les maillons se trouvent alternativement sur la tranche A et B (Figure 4.11). La tranche A contient les pads de mesures, les chemins de conduction et une partie des maillons de la chaîne. La tranche B contient l'autre partie des maillons nécessaires à la continuité de la chaîne. Il est ainsi possible de forcer le courant à travers l'interface de collage au niveau des zones de contact des maillons lors de la mesure électrique. La valeur de la résistance de contact entre les deux couches d'ISDP peut alors être extraite. Les différentes chaînes réalisées ont permis de faire varier la longueur et la largeur des maillons mais aussi la surface de contact entre chaque maillon de la tranche A et B. La longueur totale de la chaîne a aussi été modifiée allant d'une dizaine de contacts à plusieurs milliers de contacts. Des pads de mesures sont répartis à différents endroits de la chaîne afin de pouvoir également réaliser des mesures intermédiaires ou en cas de rupture de conduction en milieu de chaîne.

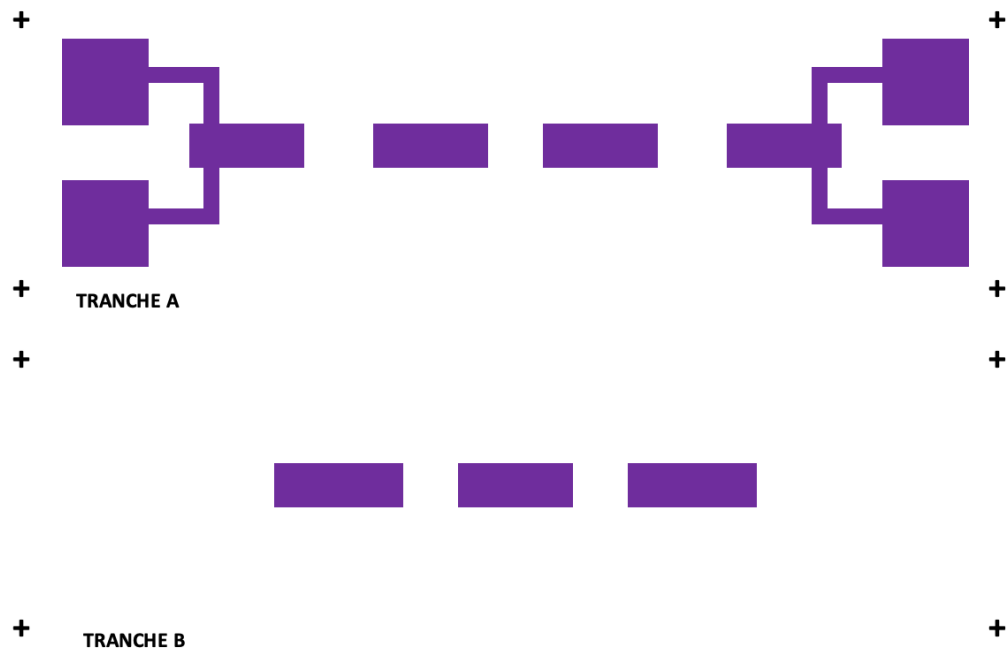


Figure 4.11 Schéma des structures de type chaînes présents sur les tranches A et B

La Figure 4.12 est une observation IR d'un collage direct ISDP/ISDP par mécanisme hydrophobe des tranches A et B. On y voit la répartition des structures lignes et chaînes sur la surface des tranches de 100mm de diamètre. Seulement quelques défauts sont visibles aux bords de l'assemblage sous forme de franges.

Malheureusement, les caractérisations électriques n'ont pu être menées sur cet assemblage dû à l'impossibilité de réaliser la gravure finale permettant d'ouvrir les fenêtres sur les pads de mesures. Un problème de fuite sur le support d'échantillon dans la machine de gravure est apparu à chaque tentative de gravure de l'assemblage. La courbure de l'assemblage a été mesurée afin de s'assurer qu'une courbure trop importante n'était pas à l'origine de la fuite sur le support. L'assemblage a également été placé sur différentes tranches propres de silicium ou de quartz pour palier à un éventuel mauvais état de surface de l'assemblage. Un nouvel équipement de gravure étant en cours de mise en fonction devrait permettre de contrer ce problème et de réaliser la gravure finale de l'assemblage.

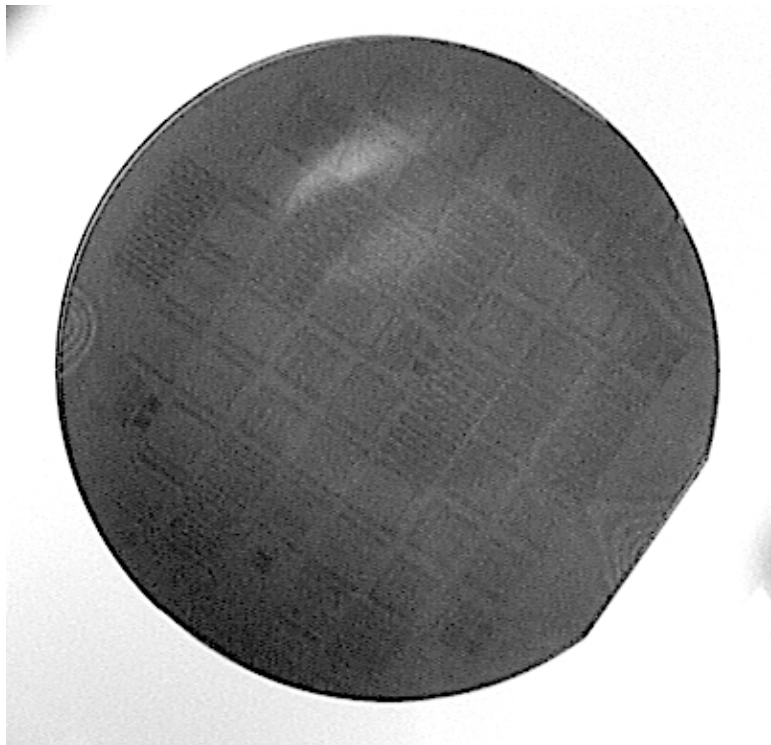


Figure 4.12 Observation IR d'un collage direct ISDP/ISDP montrant les structures réalisées pour les mesures de connexions électriques verticales

Un second inconvénient a pu être identifié lors de la réalisation de ce procédé de fabrication. Il s'agit des substrats en silicium utilisés qui étaient polis sur une seule face. Les dépôts d'ISDP fournis par TSDI ont tous été réalisés sur ces substrats polis simple face et l'identification de ce problème est arrivée trop tard pour la réalisation de nouveaux échantillons. Le résultat du polissage simple face des substrats est une grande difficulté d'observations IR à travers les tranches du fait de la diffusion des infra-rouges au niveau de l'interface non polie. Les différents alignements nécessaires aux lithographies et gravures au cours du procédés ainsi que l'alignement des tranches au moment du collage ont été rendus très difficiles. La *Figure 4.13* montre un alignement des tranches A et B correctement réalisé avec une marque d'alignement placée au centre du repère. En revanche, la *Figure 4.14* montre un décalage de la marque d'alignement de plusieurs microns. De plus, les moyens d'alignement optiques disponibles sur les équipements de lithographie et de collage sont moins puissants que le dispositif utilisé pour réaliser ces observations. Un mauvais alignement entre les tranches A et B entraîne ici un mauvais alignement entre les structures. Il en résulte

des contacts entre structures dont la surface est approximative. A l'extrême, les structures peuvent être éloignées au point de ne pas être en contact et donc de supprimer toute chance de conduction électrique.

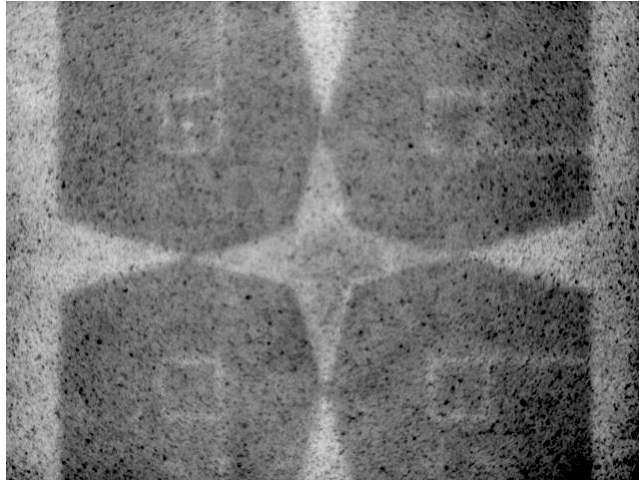


Figure 4.13 Observation IR d'une marque d'alignement correctement positionnée

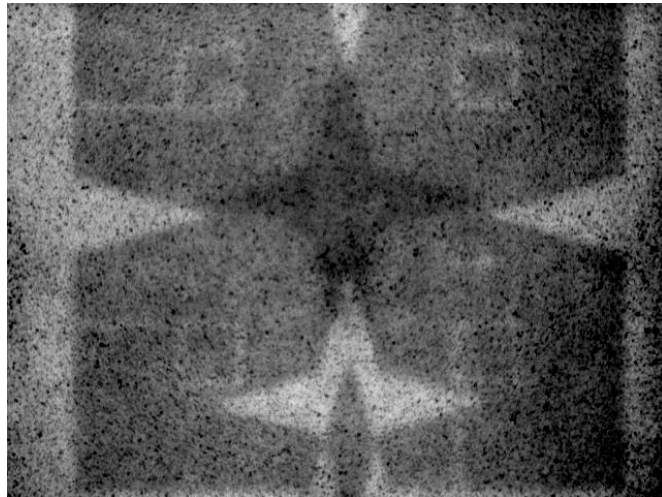


Figure 4.14 Observation IR d'une marque d'alignement décalée

Malgré les problèmes rencontrés lors de la réalisation de ce procédé, nous démontrons ici la possibilité de réaliser un collage direct ISDP/ISDP grâce auquel une connexion verticale d'une tranche à l'autre peut être réalisée. Afin d'améliorer le procédé et de pouvoir réaliser les mesures électriques il est nécessaire d'utiliser des substrats polis double face pour s'affranchir des problèmes d'alignement. L'étape finale de gravure sur le nouvel équipement disponible devra également être développé afin de pouvoir atteindre les pads de mesures à l'interface de

collage. Cette démonstration ouvre la voie à de futures expériences qui permettront de mesurer la résistance de contact à l'interface de collage et ainsi déterminer les futures applications de procédé.

4.2 Collages hydrophiles

4.2.1 Caractérisations mécaniques de collages pleine plaque

Les surfaces d'ISDP obtenues après CMP peuvent être assemblées par collage direct selon le mécanisme hydrophile. L'angle de contact a été mesuré pour s'assurer du comportement hydrophile des surfaces et a donné une valeur d'angle inférieure à 7°. Les échantillons à disposition présentaient une rugosité de surface de 0,6nm et 1,4nm RMS. Les surfaces sont nettoyées par SC1 juste avant la mise en contact à température ambiante. Ici, le protocole de nettoyage a été adapté au mécanisme de collage. Ainsi, un nettoyage SC1 donnant une surface hydrophile permet de nettoyer la surface des particules résiduelles et de préparer la surface en même temps. Le front de collage est initié au niveau de l'encoche (*notch*) des tranches et l'assemblage est recuit sous une atmosphère composée d'oxygène et d'eau. Trois assemblages ont pu être réalisés :

- ISDP/ISDP (0,6nm RMS),
- ISDP (0,6nm RMS)/SiO₂,
- ISDP (1,4nm RMS)/SiO₂

L'insertion d'une lame à l'interface de collage associée à la mesure de longueur de décollement [37] permet d'extraire l'énergie d'adhérence des tranches après collage à température ambiante (RT) et après recuit pendant 1h à 400°C ou 1100°C. L'erreur sur la valeur d'énergie d'adhésion est évaluée d'après l'erreur sur la mesure ainsi que sur la moyenne des trois mesures réalisées sur chaque échantillon.

Pour l'ensemble des collages réalisés, nous observons une augmentation de l'énergie d'adhésion après recuit (*Figure 4.15*). Cette observation est liée à la transformation des liaisons faibles telles que les liaisons hydrogène ou liaisons de Van der Waals en liaisons covalentes à l'interface de collage suivi de la diffusion de l'oxyde de surface. En comparant les assemblages

ISDP/SiO₂ (0,6nm RMS) et ISDP/SiO₂ (1,4nm RMS), nous démontrons l'influence de la rugosité de surface sur l'énergie de collage : plus la rugosité est faible, plus l'énergie de collage est élevée avec ou sans recuit [55]. Ensuite, en comparant les collages ISDP/ISDP (0,6nm RMS) et ISDP/SiO₂ (0,6nm RMS) une énergie de collage similaire est mesurée pour chaque température de recuit. Ce résultat prouve que le mécanisme de collage est similaire pour lier les surfaces d'ISDP et de SiO₂ avec une surface d'ISDP dans le mode hydrophile [25]. Sachant que l'énergie de surface est égale à la moitié de l'énergie d'adhérence, elle peut être comparée à l'énergie de fracture du silicium qui vaut environ 2250mJ.m⁻² [56]. Nous pouvons alors constater que l'énergie de surface est supérieure à l'énergie de fracture du silicium pour les assemblages ISDP/SiO₂ (0,6nm RMS) et ISDP/ISDP (0,6nm RMS) après recuit à 1100 °C. Ce constat est une preuve de la très bonne tenue mécanique des collages. Il est à noter qu'après recuit à 400°C, l'énergie de surface est plus faible que l'énergie de fracture du silicium et que l'interface de décollement correspond à l'interface de collage. Il est à noter qu'une rugosité de surface plus faible aurait permis d'obtenir des collages plus forts même à basse température.

Afin de réaliser des collages directs à basse température, il est donc primordial de travailler à nouveau sur le procédé de CMP adapté au C2MI et obtenir des résultats équivalents à ceux obtenus au 3IT (Rugosité RMS ≤ 0,3nm). Cette avancée permettra de réaliser des collages dont l'énergie d'adhérence sera plus élevée après recuit à basse température et ouvrira ainsi la porte à de nouveaux procédés de fabrication qui seraient incompatibles avec les recuits haute température.

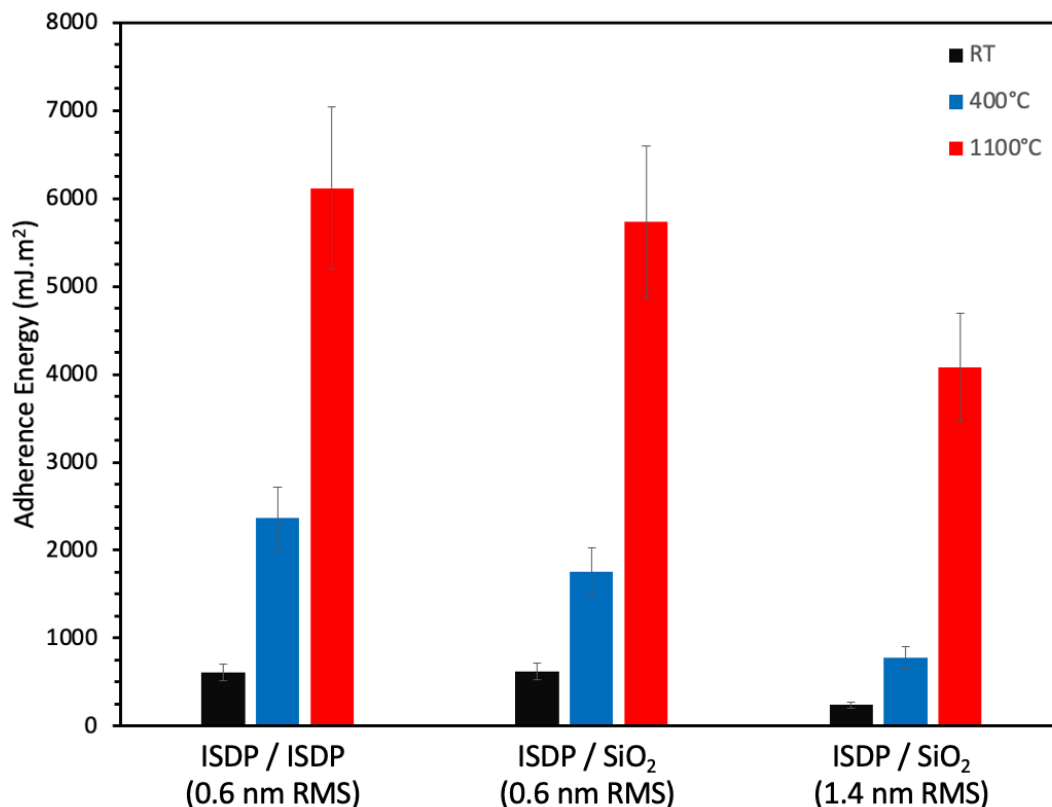


Figure 4.15 Comparaison de l'énergie d'adhérence pour différents collages à différentes températures de recuit

4.2.2 Caractérisations optiques

Les collages ISDP/ISDP et ISDP/SiO₂ assemblés par mécanisme hydrophile ont également été caractérisés par observation infrarouge avant et après recuit (Figure 4.). L'assemblage ISDP/ISDP ne montre aucun défaut de collage que ce soit avant ou après recuit. La flèche sur l'image (c) indique le gaz piégé à l'interface de collage. Du fait de la rugosité RMS de 1,4nm, la propagation du front de collage n'est pas radiale et de tels défauts peuvent apparaître. Après le recuit, l'énergie de liaison augmente, un gaz comme l'hydrogène peut diffuser à travers le substrat et l'interface de liaison se ferme. Plus aucun défaut n'est visible et toute la surface des tranches est en contact et fortement collée.

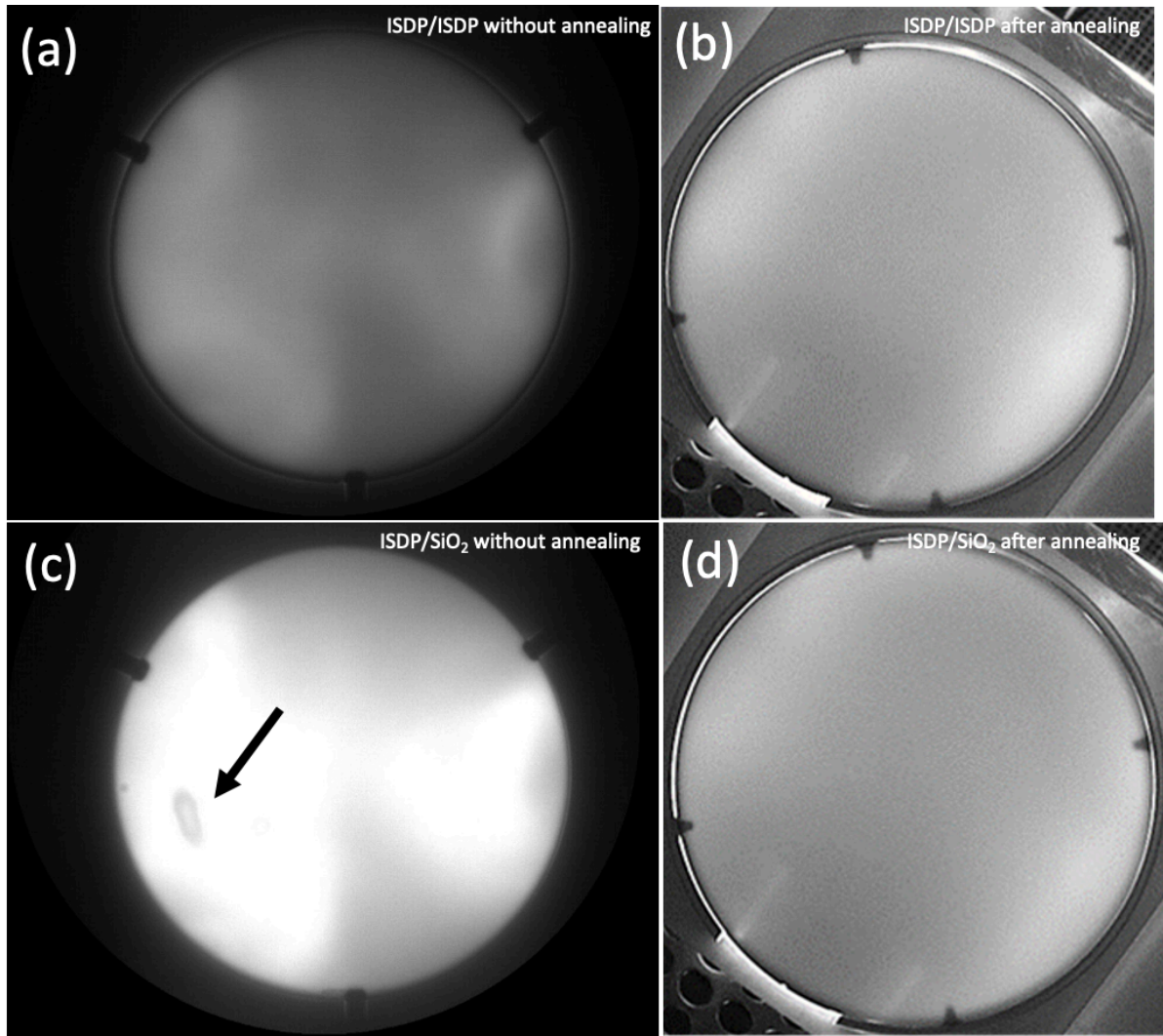


Figure 4.10 Images IR de deux collages de tranches de 200 mm réalisés avant et après recuit. La flèche montre la présence de gaz emprisonné à l'interface de collage qui disparaît après recuit

4.2.3 Caractérisations acoustiques

La microscopie acoustique Sonoscan D-3000 (fréquence de tête acoustique de 300 MHz) a également été utilisée pour évaluer l'interface de collage. Cette méthode offre une résolution en Z de 15 à 20nm lorsque l'imagerie IR est limitée au quart de sa longueur d'onde soit 250 à 300nm [34]. Cette caractérisation a été réalisée uniquement sur les collages recuits à 1100°C pour éviter les infiltrations d'eau entre les tranches. Les résultats présentés sur la *Figure 4.16* montrent des assemblages sans vide ni défaut pour des tranches de 200mm de diamètre. Un léger désalignement entre les tranches collées est responsable de l'absence de bord visible en bas à droite des échantillons. Les défauts sur le bord du collage, indiqués par des flèches,

correspondent à la position où les mesures d'insertions de lames ont été effectuées avant l'imagerie IR et acoustique. Ceci est une autre preuve d'une très forte liaison ISDP/ISDP et ISDP/SiO₂.

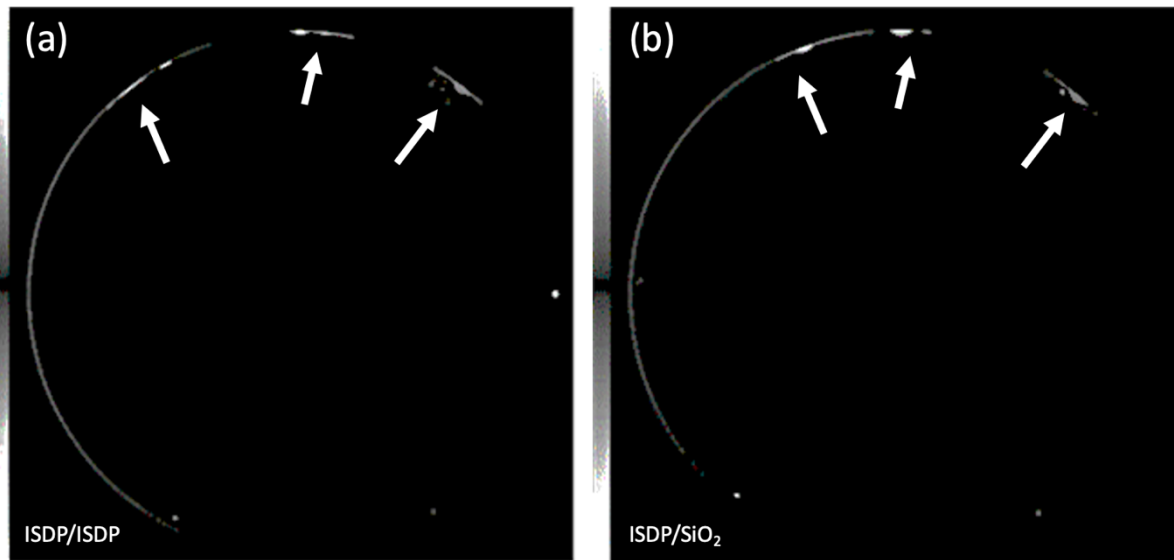


Figure 4.16 Caractérisations acoustiques de collages après recuit à 1100°C pendant 1h sur des assemblages de tranches de 200 mm de diamètre. Les flèches les défauts de collage apparus après les tests d'insertion de lame

4.2.4 Caractérisations par microscopie électronique

En plus des méthodes de caractérisation non destructives, nous avons réalisé des observations en coupe au microscope électronique à balayage (MEB) afin de mieux comprendre les interfaces et les mécanismes de collage. Les échantillons sont préparés par clivage, polissage et métallisation Pt. La Figure 4.17 montre les images MEB en coupe du collage ISDP/SiO₂ après recuit à 1100°C et du collage ISDP/ISDP après recuit à 400°C et 1100°C. La structure granulaire de la surface est due à une très fine couche de métallisation Pt utilisée pour l'observation MEB et n'est pas liée à la structure des grains de l'ISDP. Les lignes pointillées sont situées le long de l'interface de collage d'origine. Les images MEB montrent que l'interface de collage a été reconstruite après recuit à 1100°C, car l'interface de collage n'est plus visible. D'autre part, après recuit à 400°C, une fine frontière est observable entre les films ISDP. Cette ligne sombre pourrait correspondre à de l'oxyde résiduel provenant soit des liaisons hydrophiles en surface après CMP soit de l'oxyde natif. Le recuit à 400°C semble être moins

efficace pour diffuser l'oxygène et supprimer complètement cette frontière. On peut imaginer qu'un mécanisme similaire au collage hydrophile Si/Si, où l'oxyde à l'interface disparaît, se produit après un recuit à haute température. Cela conduira au contact direct, sans interface, des deux tranches à coller.

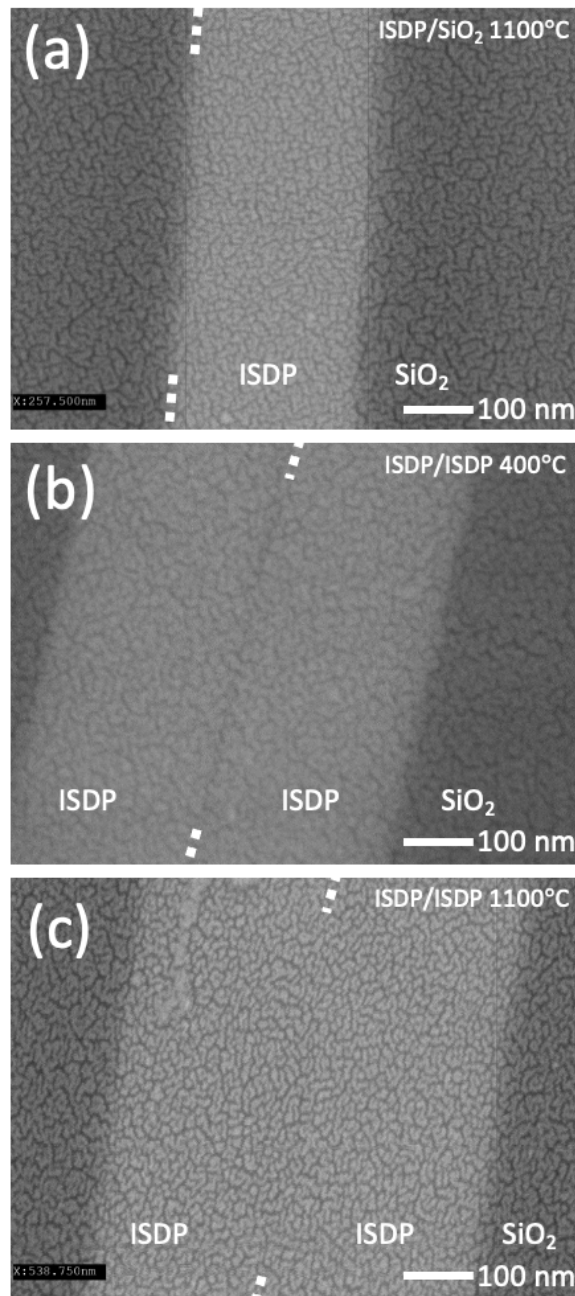


Figure 4.17 Observations MEB en coupe de l'interface de collage pour un assemblage ISDP/SiO₂ recuit à 1100°C (a), ISDP/ISDP recuit à 400°C (b) et ISDP/ISDP recuit à 1100°C (c)

4.2.3 Collage pour fermeture de cavités et mesures d'herméticité

Cette étude a été rendue possible grâce l'aide précieuse de Amrid Amnache. Pour cette partie, des tranches spécifiques avec structures ont été fabriquées dans le but de mesurer la déflexion d'une membrane. La méthode de déflexion de membrane est utilisée pour estimer l'herméticité du collage ISDP/Si hydrophile, comme détaillé sur la *Figure 4.18*. Cette méthode consiste à créer une cavité sous vide dont une des surfaces est une membrane sensible à la pression. En créant une différence de pression entre la cavité scellée sous vide et l'environnement ambiant (ΔP), la déflexion de la membrane se produira suivant l'*Équation 4.1* [57]. α est une constante qui vaut 1/66 pour les membranes carrées, δ et a sont l'épaisseur et la longueur d'un côté de la membrane, E est le module d'Young et ν est le coefficient de Poisson.

$$\omega = \alpha \frac{\Delta P a^4}{\delta^3} \frac{1-\nu^2}{E}$$

Équation 4.1

Le taux de fuite maximum dans le temps est estimé par l'*Équation 4.2* où $P(t_0)$ et $P(t)$ sont les pressions à l'intérieur de la cavité juste après collage et à l'instant t et V est le volume de la cavité. Le taux de fuite maximum est appelé MLR pour *Maximum Leak Rate*.

$$MLR = \frac{(P(t) - P(t_0)) \cdot V}{\Delta t}$$

Équation 4.2

En combinant l'*Équation 4.1* et l'*Équation 4.2*, le MLR peut être estimé en mesurant le changement de déflexion de la membrane ($\Delta\omega$) à deux moments différents (Δt) comme montré par l'*Équation 4.3* où d est la profondeur de la cavité.

$$MLR = \frac{\alpha(1-\nu^2)}{E} \frac{a^2}{\delta^3 d} \frac{\Delta t}{\Delta\omega}$$

Équation 4.3

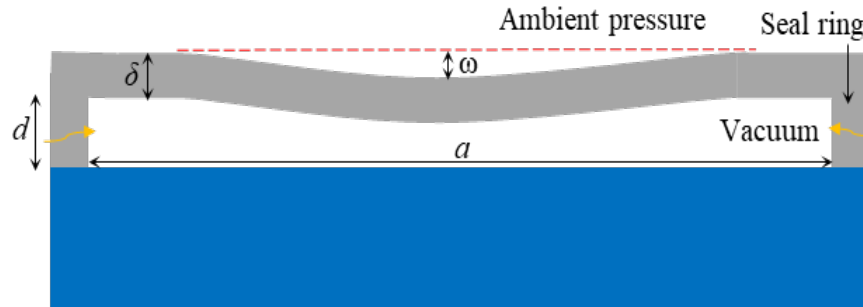


Figure 4.18 Schéma d'une cavité hermétique réalisée par assemblage d'une tranche cavité et d'une tranche couvercle. La déflexion de la membrane de la tranche cavité permet l'évaluation de l'herméticité

La Figure 4.19 résume schématiquement le processus de fabrication d'un assemblage par collage direct avec création d'une cavité sous vide. Une paire de tranches de silicium de 100 mm de diamètre a été utilisée pour réaliser le collage ISDP/Si. Ces tranches de 100 mm sont découpées dans des tranches de 200 mm à l'aide d'une machine de découpe laser (LPKF). Les tranches de support (*handle wafer* ou *carrier*) et de cavité ont une épaisseur respective de 500 μ m et 350 μ m. La tranche permettant de fermer la cavité (*cap wafer*) a d'abord été oxydée thermiquement pour former une couche de 1,1 μ m d'épaisseur de SiO₂. Une couche d'ISDP de 300nm d'épaisseur est déposée des deux côtés de l'échantillon par LPCVD puis un procédé CMP est réalisé afin de polir la surface d'ISDP (Figure 4.19 (a)). Pour cette expérience, l'ISDP avec une rugosité inférieure à 0,2nm RMS a été utilisé.

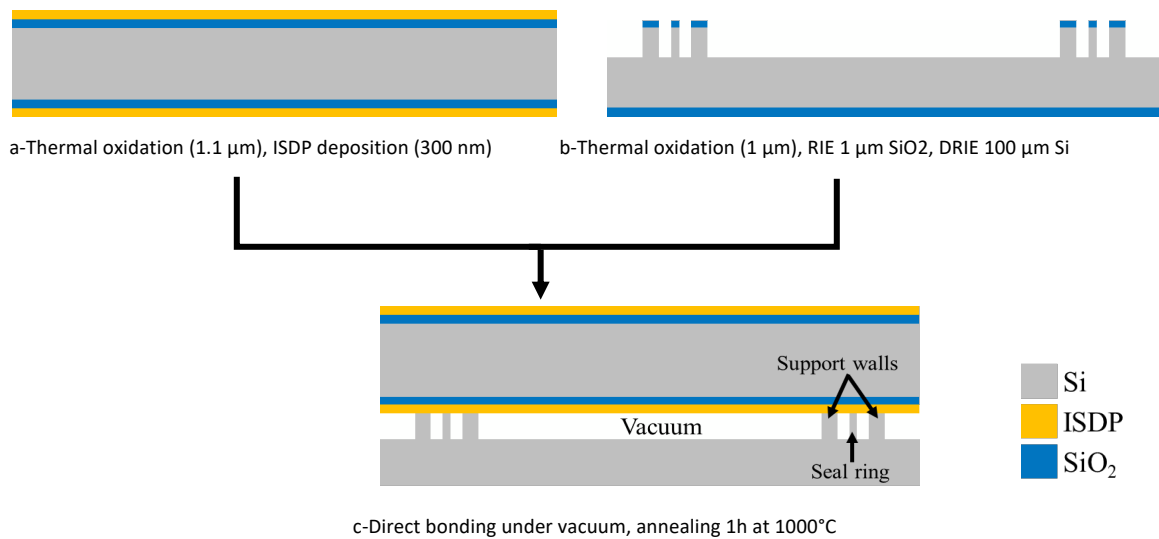


Figure 4.19 Procédé de fabrication des cavités hermétiques par collage direct ISDP-Si

Une couche d'oxyde thermique de $1\mu\text{m}$ d'épaisseur est formée sur la tranche de cavité pour protéger la surface de Si avant le collage. Tout d'abord, la face supérieure de la tranche de cavité a été recouverte de résine photosensible AZ9245 de MicroChemicals, puis exposée afin de définir les dimensions de cavité souhaitées. Une gravure ionique réactive (RIE) est effectuée pour graver la couche de SiO_2 de $1\mu\text{m}$ de profondeur, suivie d'une gravure ionique réactive profonde (DRIE) pour graver $100\mu\text{m}$ de profondeur dans le silicium. Ainsi, des cavités carrées ($10\times 10\text{mm}^2$) et un joint mince sont formés comme le montre la *Figure 4.19 (b)*. Les procédés RIE et le DRIE ont été réalisés grâce à des équipements STS Advanced Oxide Etch ICP et STS Advanced Silicon Etch ICP. L'épaisseur de la membrane formée est de $250\mu\text{m}$. Deux largeurs de joint d'étanchéité différentes ont été utilisées, 40 et $120\mu\text{m}$. Des parois épaisses ont été créées de part et d'autre du joint d'étanchéité afin de supporter la contrainte induite par la déflexion de la membrane comme détaillé à la *Figure 4.20*. Des ouvertures sont conçues dans les parois de support pour garantir l'accès de l'air atmosphérique au joint hermétique. Avant le collage direct, l'oxyde thermique de la tranche de cavité a été gravé à l'aide d'une solution HF (49%). Après avoir retiré la couche de SiO_2 , la rugosité RMS du silicium a été mesurée à $0,15\text{nm}$.

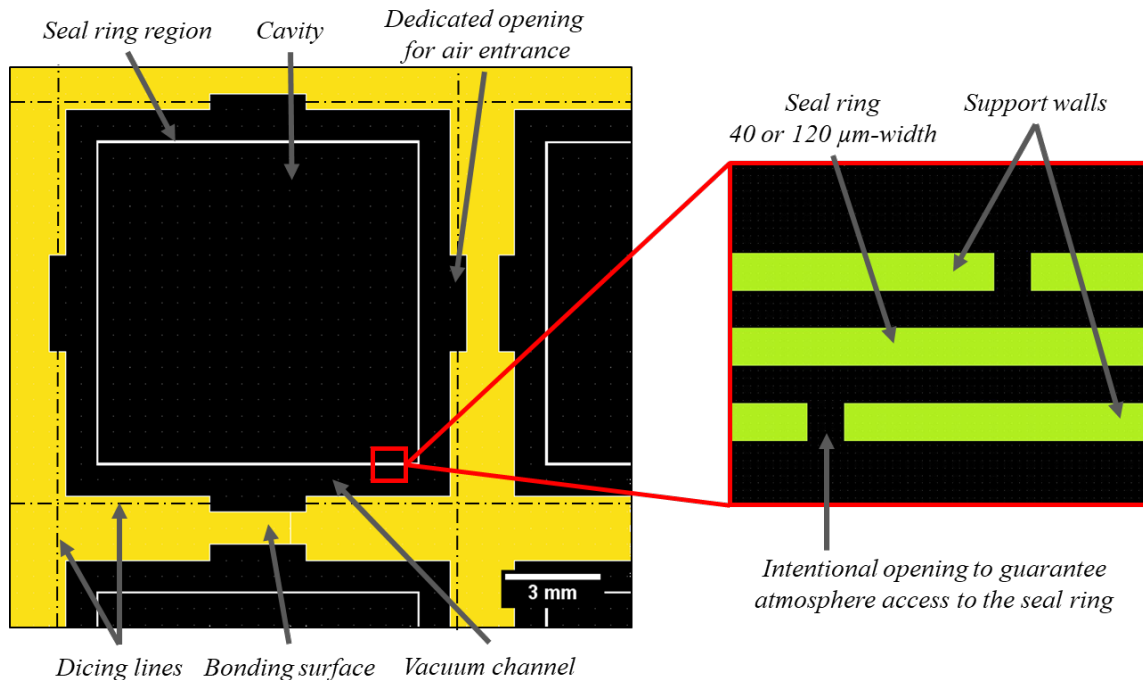


Figure 4.20 Design d'une cavité permettant la mesure d'herméticité. Le détail du joint d'étanchéité montre la présence des murs de soutiens ouverts autour du joint.

Après le traitement individuel, les tranches de cavité et de cap ont été nettoyées avant le collage avec des solutions de nettoyage standard, SC1 pour le nettoyage organique et particulaire et SC2 pour le nettoyage ionique. Les deux tranches ont ensuite été rincées à l'eau et séchées à l'azote. Le collage a été réalisé dans un équipement de collage de tranches AML. La durée entre le nettoyage des tranches et le collage a été volontairement limitée à 30 min maximum. Un traitement au plasma d'oxygène a été effectué pendant 10 min, suivi d'une injection contrôlée de vapeur d'eau pendant 5 min afin d'activer et d'hydrolyser les surfaces de collage. Ces deux traitements ont été réalisés *in situ*. La pression à l'intérieur de la chambre de collage a été fixée à 12mbar. Les deux tranches ont ensuite été pré-collées en appliquant une force de contact uniforme de 4kN pendant 5 min (Figure 4.19 (c)). L'assemblage a ensuite été recuit pendant 1h à 1000°C sous azote. Enfin, l'assemblage a été découpé en puces carrées individuelles (12,5×12,5mm²), sans nuire à la qualité du collage.

La qualité de l'herméticité a été caractérisée par inspection visuelle de la déflexion de la membrane et par mesure mécanique de celle-ci. La déflexion maximale au centre de la membrane a été mesurée après découpage des puces à l'aide d'un profilomètre mécanique. La *Figure 4.21* montre la déflexion de la membrane pour trois puces différentes. Les puces 1 et 2 ont un joint d'étanchéité de 120 μm d'épaisseur, alors que la puce 3 a une épaisseur de joint d'étanchéité de 40 μm . Grâce à la différence de pression entre l'intérieur de la cavité et la pression atmosphérique ambiante, la déflexion maximale théorique de la membrane est calculée en utilisant l'*Équation 4.1* comme étant de 5,6 μm . Le module d'Young et le coefficient de Poisson de la membrane sont respectivement 169GPa et 0,067. On observe sur la *Figure 4.21* que la déflexion mesurée correspond bien à la valeur théorique de 5,6 μm .

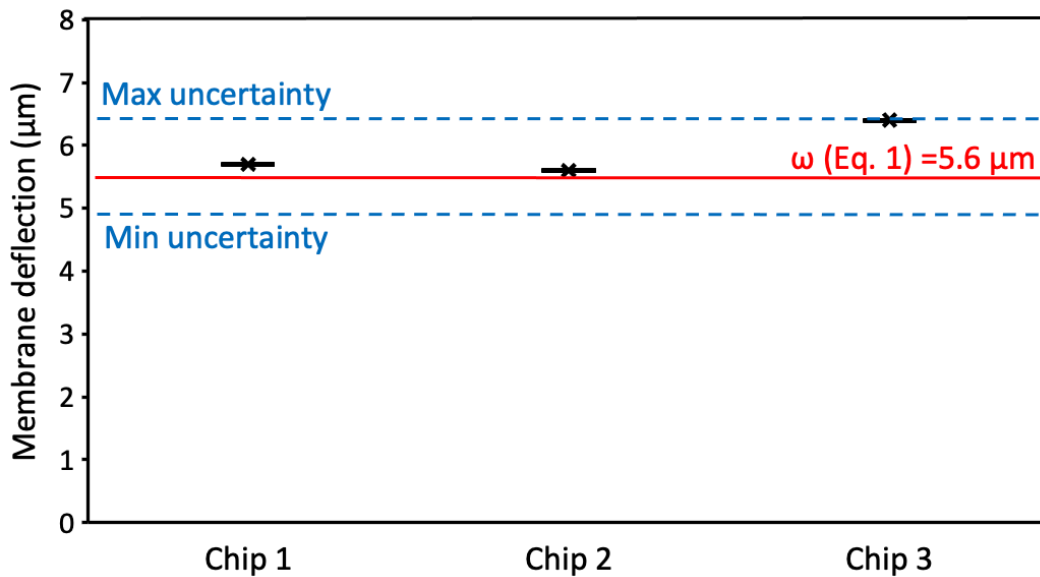


Figure 4.21 Comparaison de la déflexion de membrane mesurée à la valeur théorique pour 3 puces distinctes

Afin d'évaluer l'herméticité du collage ISDP/Si, la variation de déflexion de la membrane de chaque puce est mesurée au cours du temps (*Figure 4.22*). Les puces sont conservées dans un environnement stable en salle blanche sous un taux d'humidité et une température contrôlés. En tenant compte de l'incertitude de mesure, nous pouvons observer que la déflexion de la membrane reste relativement la même pour toutes les puces. Nous ne remarquons pas d'effet évident de la largeur du joint d'étanchéité sur 18 semaines de mesures. Un délai supplémentaire peut être nécessaire pour constater l'impact de la largeur du joint sur

l'herméticité de la cavité. Sur la base de ces résultats, le taux de fuite maximum détectable défini par l'Équation 4.3 est estimé inférieur à 10^{-11} Pa.m³s⁻¹. Ce taux de fuite maximum est 100 fois meilleur que la norme MIL-STD-883E définie comme 5×10^{-9} Pa.m³s⁻¹ pour un volume de 0,01cm³ [58]. Pour mesurer un taux de fuite aussi faible, un temps supplémentaire serait nécessaire. De manière générale, les applications MEMS nécessitent des taux de fuite compris entre 10^{-10} et 10^{-15} Pa.m³s⁻¹ [57] ce qui fait de ce procédé un bon candidat pour la fabrication de produits microélectroniques.

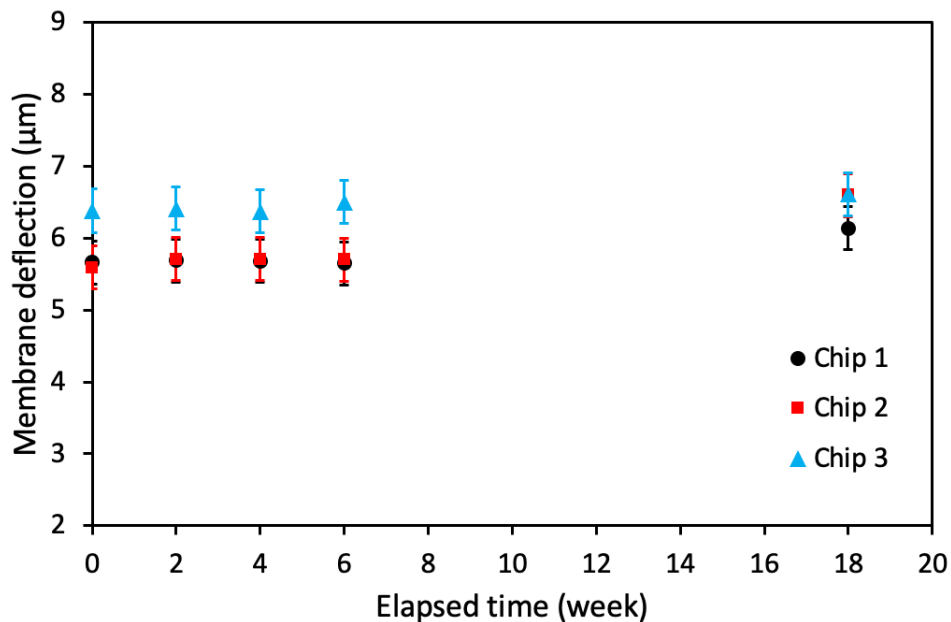


Figure 4.22 Évolution de la déflexion de la membrane en fonction du temps pour 3 puces distinctes

CHAPITRE 5. CONCLUSIONS

5.1 Conclusions générales

L'objectif de ce travail de thèse était l'étude et le développement d'un procédé de polissage mécano-chimique utilisé en tant que préparation de surface pour l'assemblage par collage direct. En pratique, il s'agissait de mettre en place un procédé de CMP permettant d'obtenir des surfaces d'ISDP dont la rugosité de surface est assez faible pour permettre le collage direct entre plaques. Le polissage était alors suivi d'une préparation de surface par voie chimique afin de contrôler le mécanisme de collage hydrophobe ou hydrophile. Concernant le collage direct, il s'agissait de rendre possible et de démontrer la qualité de collages ISDP/ISDP mais également d'améliorer la qualité des collages ISDP/SiO₂. Ce genre d'assemblage est très utile dans la fabrication de MEMS car il permet de coller des surfaces sans ajout de matière, à partir de matériaux couramment utilisés dans le domaine de la microélectronique. Il permet également la réalisation de collages hermétiques et permet d'envisager une conduction électrique entre les couches collées permettant ainsi une connectivité électrique entre les deux tranches.

Afin de rendre ces collages possibles, la technique de polissage mécano-chimique a été retenue dans le but de réduire la rugosité de surface de l'ISDP. Il s'agissait alors de déterminer les paramètres exerçant une influence sur la rugosité de surface post-CMP et d'en optimiser les réglages afin d'obtenir des surfaces dont la rugosité avoisine les 0,2 nm RMS. Cette partie du projet de thèse a été réalisée à l'Université de Sherbrooke au sein du 3IT, sur un équipement de recherche tout à fait adapté aux modifications rapides de procédés. La première partie du travail a permis de déterminer la solution de polissage utilisée ainsi que sa concentration. Dans un second temps, les paramètres de la recette de polissage ont pu être optimisés. La CMP étant un procédé mécano-chimique une attention particulière a été portée sur la dissociation des effets chimiques et mécaniques. Il a ainsi été possible de montrer la grande influence des conditions chimiques sur la rugosité obtenue post-CMP. Toutefois, les paramètres mécaniques ont été étudiés et choisis de manière à obtenir en polissage en régime mixte. Nous avons ainsi obtenu une vitesse de polissage d'environ 30 nm/min pour une valeur de non-uniformité de

3%. Il est ainsi possible de contrôler précisément et uniformément l'épaisseur d'ISDP retirée. Ce point est d'autant plus important que nous avons pu mesurer l'influence de l'épaisseur retirée sur la rugosité finale. Ainsi, le procédé a été paramétré de manière à retirer environ 30 nm d'ISDP.

En partant du constat que la vitesse de polissage n'était pas constante en fonction de l'orientation des grains d'ISDP les expériences se sont tout d'abord portées sur les modifications de la solution de polissage. Afin de réduire le caractère chimique du polissage le pH du slurry a été modifié pour obtenir un procédé à majorité mécanique. Ainsi, le slurry porté à pH = 6 grâce à l'ajout de HCl a permis d'atteindre la rugosité la plus faible. L'inconvénient de cette modification de pH est l'apparition de corrosion sous forme de *pitting*. L'inhibiteur de corrosion TAZ a été ajouté à la solution de polissage. Une concentration en TAZ de 15mM a permis de faire disparaître le phénomène de *pitting* et d'améliorer encore la rugosité de surface de l'ISDP.

À chaque modification d'un paramètre, les caractérisations réalisées ont permis de suivre l'évolution du procédé concernant la rugosité mais aussi la vitesse ou l'uniformité du polissage. En combinant les paramètres physiques et chimiques donnant les meilleurs résultats il a été possible d'obtenir des surfaces d'ISDP dont le polissage est uniforme, à vitesse contrôlée et donnant une rugosité de 0,2 nm RMS mesurée sur une fenêtre de 100 μm^2 . Ce résultat est tout à fait compatible avec l'assemblage par collage direct qui pourra être expérimenté sur les surfaces obtenues.

Une attention particulière a été portée aux étapes de conditionnement et de nettoyage. En effet, si ces étapes peuvent paraître secondaires, elles ont en réalité un impact majeur sur la qualité de polissage ainsi que sur la stabilité et la reproductibilité du procédé. C'est pour ces raisons que le conditionnement du tissu de polissage a été fait dans le sens de rotation inverse du sens de polissage et qu'un conditionnement *in-situ* a été paramétré.

Ce projet étant réalisé en collaboration avec TDSI, une partie du projet concernait également le transfert technologique dans le but de voir le procédé développé au 3IT mis en œuvre dans un environnement industriel. Même si d'importants défis ont été rencontrés, le

travail réalisé a permis de mettre en avant le caractère sensible du procédé. En effet, un nombre important de conditions doivent être respectées afin de pouvoir reproduire le procédé dans un autre environnement et sur un autre équipement. Des hypothèses concernant les points bloquants se portent notamment sur l'état initial du tissu de polissage. Il serait alors pertinent de travailler sur un tissu de polissage neuf ayant subi les mêmes étapes de conditionnements. Également, un tissu de polissage dédié au polissage d'ISDP serait à privilégier afin d'éviter les contaminations. L'état du conditionneur est aussi une condition à vérifier afin d'assurer un conditionnement efficace du tissu de polissage. La durée entre la préparation de la solution de polissage et son utilisation est aussi un paramètre à étudier afin de s'affranchir des modifications chimiques pouvant intervenir dans la solution de polissage au cours du temps.

La seconde partie de ce travail de thèse s'intéressait au collage direct des surfaces d'ISDP obtenues par CMP. Les mesures d'énergie d'adhésion par insertion de lame ont notamment permis de donner des valeurs quantitatives montrant la qualité des collages obtenus. Ces mesures ont été complétées par des observations IR et acoustiques qui permettent d'analyser l'interface de collage. Ainsi, nous avons démontré la possibilité d'obtenir des collages directs dont l'énergie d'adhésion dépasse l'énergie de rupture du silicium. La comparaison des modes de collage hydrophiles et hydrophobes a permis de montrer l'impact du mode de collage sur l'énergie d'adhésion. Nous avons pu confirmer que les collages hydrophiles présentent une énergie d'adhésion plus importante que les collages hydrophobes avant recuit. Nous avons également démontré l'influence de la rugosité de surface sur l'énergie d'adhésion. Nous prouvons encore l'importance d'obtenir les surfaces les moins rugueuses possibles pour améliorer la qualité des collages. La température de recuit des collages est un paramètre ayant une grande influence sur l'énergie d'adhésion. Plus la température est élevée, plus l'énergie d'adhésion augmente. Cependant, une température de recuit réduite (environ 400°C) assure la compatibilité du procédé avec un plus grand panel de matériaux et d'applications. Un collage hydrophobe présentant une forte énergie d'adhésion après recuit à 400°C serait alors le meilleur assemblage à réaliser.

En ce qui concerne la fabrication de prototypes nous avons montré la possibilité d'intégrer le procédé de collage direct avec préparation de surface par CMP dans deux procédés de nanofabrication. Ces deux procédés ont permis de donner un aperçu des potentielles applications liées à cette technique d'assemblage. Nous pouvons donc démontrer que le procédé de collage ISDP/ISDP peut être appliqué à la réalisation de collages fonctionnels via la conduction électrique à travers l'interface de collage. En ce qui concerne les collages ISDP/SiO₂, les cavités fabriquées ont montré un taux de fuite inférieur à 10⁻¹¹ Pa.m³s⁻¹ ce qui rend leur utilisation possible pour les applications MEMS. De plus, les procédés ont pu être réalisés en mode hydrophobe pour l'un et en mode hydrophile pour l'autre, ce qui montre également l'adaptabilité de la technique.

5.2 Contributions originales

L'ensemble des travaux accomplis au cours de ce projet de doctorat permet d'apporter un certain nombre de contributions originales dans le domaine des préparations de surface par CMP ainsi que dans l'assemblage par collage direct. Tout d'abord l'optimisation du procédé de CMP et les modifications chimiques apportées à la solution de polissage permettent d'obtenir une rugosité de l'ISDP plus faible que les publications disponibles à ce jour. De plus, ces travaux permettent une compréhension plus poussée des mécanismes de polissage à travers l'influence du pH sur la rugosité. Les conditions retenues dans le procédé optimisé se détachent de la littérature notamment par l'utilisation d'une solution de polissage légèrement acide alors que le polissage d'ISDP se fait en milieu basique dans les publications actuelles.

En ce qui concerne le collage direct, les résultats démontrent la réalisation de collages direct ISDP/ISDP par mécanisme hydrophile et hydrophobe. C'est une démonstration complètement novatrice dans le domaine. A ce jour, la littérature ne mentionne pas la réalisation de tels assemblages par collage direct. Il a également été démontré qu'une reconstruction de l'interface avait lieu après recuit, ce qui ouvre la voie à la réalisation de collages conducteurs à base d'ISDP.

Dans le cas des collages directs ISDP/SiO₂, les résultats obtenus se démarquent de la bibliographie grâce à l'utilisation d'ISDP avec une rugosité plus faible. Il permet d'obtenir des collages de meilleures qualités dans l'énergie d'adhésion est plus élevée. A travers les mesures de taux de fuite réalisées dans le cadre d'un collage hermétique, nous montrons que ce type d'assemblage est très adapté à la fabrication de composants MEMS dont l'herméticité doit être strictement contrôlée.

5.3 Perspectives

Les travaux réalisés durant cette thèse confirment la pertinence du procédé de CMP dans l'assemblage par collage direct de surfaces d'ISDP et ont permis d'améliorer les collages précédemment réalisés. Les caractérisations réalisées, notamment au C2MI, ont permis de mettre en évidence la qualité des collages et de démontrer leur utilisation dans des procédés de micro et nanofabrication. La rugosité de surface exerçant une grande influence sur la qualité des collages, il est maintenant nécessaire de réaliser ces caractérisations avec des surfaces d'ISDP moins rugueuses que celles utilisées durant ce projet. Pour cela, il est essentiel de poursuivre les travaux sur le transfert du procédé de CMP développé au 3IT vers le C2MI. Certaines hypothèses ont été identifiées afin d'améliorer ce procédé, notamment au niveau du tissu de polissage qui pourrait être conditionné différemment afin d'en changer l'état avant polissage. Ce changement pourrait permettre de stabiliser le procédé développé au C2MI, identifier plus facilement les paramètres ayant une influence sur la rugosité et en changer les réglages. La modification de la microstructure du matériau à polir est également une voie de développement à travailler. Le caractère poly-cristallin de l'ISDP rend plus complexe le polissage. Il serait alors intéressant de travailler sur les conditions de dépôt de l'ISDP afin d'en modifier la microstructure et ainsi faciliter le polissage.

Il serait également intéressant de mettre en place directement sur le site du 3IT, les montages et équipements de caractérisations utilisés au C2MI, notamment concernant les collages et la mesure d'énergie d'adhésion. Un équipement de type SAM pourrait permettre d'observer et de déterminer les dimensions de la zone réellement collée à l'interface. Également, un montage de mesure d'énergie de collage pourrait être intégré au 3IT. Celui-ci

pourrait même permettre de réaliser des mesures dynamiques afin d'enregistrer la propagation de l'onde de collage. La mesure dynamique est réalisable grâce à un système d'enregistrement vidéo et une lame dont la vitesse d'insertion peut être contrôlée.

Les collages réalisés sur des surfaces d'ISDP moins rugueuses devraient permettre d'améliorer la qualité et ceci même à basse température. Nous savons que la température de recuit des collages est un point critique concernant l'intégration de cette technique d'assemblage dans un procédé de fabrication. Des surfaces encore moins rugueuses devraient alors permettre de réduire la température de recuit tout en conservant une énergie d'adhésion suffisante.

Afin d'appuyer la pertinence de ces recherches, il est nécessaire de poursuivre les caractérisations électriques et hermétiques des collages. Il sera ainsi possible de démontrer la réalisation des collages fonctionnels, trouvant des applications directes dans le domaine des MEMS. C'est avec ces arguments que se fera l'intérêt des industriels et le potentiel déblocage de temps sur les équipements et de fonds nécessaires à la poursuite des travaux.

LISTE DES RÉFÉRENCES

- [1] J. M. Jasinski and S. M. Gates, "Silicon chemical vapor deposition one step at a time: fundamental studies of silicon hydride chemistry," *Accounts of chemical research*, vol. 24, no. 1, pp. 9–15, 1991.
- [2] R. Curley, T. McCormack, and M. Phipps, *Low-pressure CVD and Plasma-Enhanced CVD*. 2011.
- [3] C. M. Maritan, L. P. Berndt, N. G. Tarr, J. M. Bullerwell, and G. M. Jenkins, "Low Pressure Chemical Vapor Deposition of In Situ Boron-Doped Polysilicon," *Journal of The Electrochemical Society*, vol. 135, no. 7, pp. 1793–1796, 1988.
- [4] Y. Laghla, E. Scheid, H. Vergnes, and J. P. Couderc, "Electronic properties and microstructure of undoped, and B- or P-doped polysilicon deposited by LPCVD," *Solar Energy Materials and Solar Cells*, no. 48, pp. 303–314, 1997.
- [5] W. Ahmed, E. Ahmed, and M. L. Hitchman, "An overview fo the deposition chemistry and the properties of in situ doped polysilicon prepared by low pressure chemical vapor deposition".
- [6] R. Kakkad, J. Smith, W. S. Lau, S. J. Fonash, and R. Kerns, "Crystallized Si films by low-temperature rapid thermal annealing of amorphous silicon," *Journal of Applied Physics*, vol. 65, no. 5, pp. 2069–2072, Mar. 1989, doi: 10.1063/1.342851.
- [7] E. Ibok and S. Garg, "A Characterization of the Effect of Deposition Temperature on Polysilicon Properties Morphology, Dopability, Etchability, and Polycide Properties," *Journal of The Electrochemical Society*, vol. 140, no. 10, pp. 2927–2937, 1993.
- [8] M. E. Cowher and T. O. Sedgwick, "Chemical vapor deposited polycrystalline silicon," *Journal of The Electrochemical Society*, vol. 119, no. 11, pp. 1565–1570, 1972.
- [9] G. Harbeke, L. Krausbauer, E. F. Steigmeier, A. E. Widmer, H. F. Kappert, and G. Neugebauer, "Growth and physical properties of LPCVD polycrystalline silicon films," *Journal of The Electrochemical Society*, vol. 131, no. 3, pp. 675–682, 1984.
- [10] H. Pirayesh and K. Cadien, "Chemical mechanical polishing of boron-doped polycrystalline silicon," Mar. 2014, p. 89730A. doi: 10.1117/12.2036822.
- [11] P. B. Zantye, A. Kumar, and A. K. Sikder, "Chemical mechanical planarization for microelectronics applications," *Materials Science and Engineering: R: Reports*, vol. 45, no. 3–6, pp. 89–220, Oct. 2004, doi: 10.1016/j.msere.2004.06.002.
- [12] ALPSITEC, "Polisseuse chargement manuel E460 ; <http://alpsitec-cmp.com/e460/>," *Alpsitec CMP*, 2017. <http://alpsitec-cmp.com/e460/>
- [13] H. Pirayesh and K. Cadien, "Chemical mechanical polishing in the dry lubrication regime: Application to conductive polysilicon," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 220, pp. 257–263, Jun. 2015, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2015.01.027.
- [14] J. Luo and D. A. Dornfeld, "Material removal mechanism in chemical mechanical polishing: theory and modeling," *IEEE transactions on Semiconductor Manufacturing*, vol. 14, no. 2, pp. 112–133, 2001.
- [15] Y. Zhao and L. Chang, "A micro-contact and wear model for chemical mechanical polishing of silicon wafers," *Wear*, no. 252, pp. 220–226, 2001.
- [16] G. J. Pietsch, Y. J. Chabal, and G. S. Higashi, "The atomic-scale removal mechanism during chemo-mechanical polishing of Si (100) and Si (111)," *Surface Science*, vol. 331, pp. 395–401, 1995.
- [17] M. Forsberg, N. Keskitalo, and J. Olsson, "Effect of dopants on chemical

mechanical polishing of silicon,” *Microelectronic engineering*, vol. 60, no. 1, pp. 149–155, 2002.

[18] H. Seidel, L. Csepregi, A. Heuberger, and H. Baumgartel, “Anisotropic etching of crystalline silicon in alkaline solutions II. Influence of dopants,” *Journal of the Electrochemical Society*, vol. 137, no. 11, pp. 3626–3632, 1990.

[19] V. Joshi, A. O. Orlov, and G. L. Snider, “Controlled chemical mechanical polishing of polysilicon and silicon dioxide for single-electron device,” *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, vol. 25, no. 4, pp. 1034–1037, Jul. 2007, doi: 10.1116/1.2433986.

[20] H.-J. Lee, A. Kim, J. Jeon, D. Kim, K. Woo, and B. Park, “Influence of Interfacial Particles on Unbonded Area in Semiconductor Wafer Bonding: An Experimental Approach,” *ECS Transactions*, vol. 50, pp. 71–76, Mar. 2013, doi: 10.1149/05007.0071ecst.

[21] G. Banerjee and R. L. Rhoades, “Chemical Mechanical Planarization Historical Review and Future Direction,” 2008, vol. 13, pp. 1–19. doi: 10.1149/1.2912973.

[22] F. Tardif *et al.*, “Cleaning after silicon oxide CMP,” 1997.

[23] K. T. Turner, S. M. Spearing, W. A. Baylies, M. Robinson, and R. Smythe, “Effect of Nanotopography in Direct Wafer Bonding: Modeling and Measurements,” *IEEE Transactions on Semiconductor Manufacturing*, vol. 18, no. 2, pp. 289–296, May 2005, doi: 10.1109/TSM.2005.845009.

[24] N. Miki and S. M. Spearing, “Effect of nanoscale surface roughness on the bonding energy of direct-bonded silicon wafers,” *Journal of Applied Physics*, vol. 94, no. 10, pp. 6800–6806, Nov. 2003, doi: 10.1063/1.1621086.

[25] U. Gosele and Q.-Y. Tong, “Semiconductor wafer bonding,” *Annual Review of Materials Science*, vol. 28, no. 1, pp. 215–241, 1998.

[26] C. Ventosa, F. Rieutord, L. Libralesso, C. Morales, F. Fournel, and H. Moriceau, “Hydrophilic low-temperature direct wafer bonding,” *Journal of Applied Physics*, vol. 104, no. 12, p. 123524, Dec. 2008, doi: 10.1063/1.3040701.

[27] C. Rauer *et al.*, “Hydrophobic direct bonding of silicon reconstructed surfaces,” *Microsystem Technologies*, vol. 19, no. 5, pp. 675–679, May 2013, doi: 10.1007/s00542-013-1735-x.

[28] C. Rauer, “Collage de silicium et d’oxyde de silicium: mecanismes mis en jeu,” Grenoble, 2014.

[29] C. Gui, M. Elwenspoek, J. G. E. Gardeniers, and P. V. Lambeck, “Present and future role of chemical mechanical polishing in wafer bonding,” *Journal of the Electrochemical Society*, vol. 145, no. 6, pp. 2186–2198, 1998.

[30] H. Moriceau *et al.*, “Direct Wafer Bonding for Nanostructure Preparations,” *Solid State Phenomena*, vol. 121–123, pp. 29–32, 2007, doi: 10.4028/www.scientific.net/SSP.121-123.29.

[31] E. Atanassova and A. Paskaleva, “Electrically active defects generated by MERIE and RIE- mode plasmas in thin SiO₂-Si structures,” 1999.

[32] P. Amirfeiz, S. Bengtsson, M. Bergh, E. Zanghellini, and L. Borjesson, “Formation of silicon structures by plasma-activated wafer bonding,” *Journal of the Electrochemical Society*, vol. 147, no. 7, pp. 2693–2698, 2000.

[33] T. Suni, K. Henttinen, I. Suni, and J. Makinen, “Effects of Plasma Activation on Hydrophilic Bonding of Si and SiO₂,” *Journal of The Electrochemical Society*, vol. 149, no. 6, p. G348, 2002, doi: 10.1149/1.1477209.

[34] Z. Yu and S. Boseck, “Scanning acoustic microscopy and its applications to

material characterization,” *Rev. Mod. Phys.*, vol. 67, no. 4, pp. 863–891, Oct. 1995, doi: 10.1103/RevModPhys.67.863.

[35] S. Brand, A. Lapadatu, T. Djuric, P. Czurratis, J. Schischka, and M. Petzold, “Scanning acoustic gigahertz microscopy for metrology applications in three-dimensional integration technologies,” *J. Micro/Nanolith. MEMS MOEMS*, vol. 13, no. 1, p. 011207, Feb. 2014, doi: 10.1117/1.JMM.13.1.011207.

[36] S. Brand, S. Tismer, S. T. Moe, and K. Schjølberg-Henriksen, “Non-destructive wafer-level bond defect identification by scanning acoustic microscopy,” *Microsyst Technol.*, vol. 21, no. 7, pp. 1385–1394, Jul. 2015, doi: 10.1007/s00542-014-2328-z.

[37] W. P. Maszara, G. Goetz, A. Caviglia, and J. B. McKitterick, “Bonding of silicon wafers for silicon-on-insulator,” *Journal of Applied Physics*, vol. 64, no. 10, pp. 4943–4950, Nov. 1988, doi: 10.1063/1.342443.

[38] Ö. Vallin, K. Jonsson, and U. Lindberg, “Adhesion quantification methods for wafer bonding,” *Materials Science and Engineering: R: Reports*, vol. 50, no. 4–5, pp. 109–165, Dec. 2005, doi: 10.1016/j.mser.2005.07.002.

[39] K. N. Vinod, C. A. Zorman, A. A. Yasseen, and M. Mehregany, “Fabrication of low defect density 3C-SiC on SiO₂ structures using wafer bonding techniques,” *Journal of electronic materials*, vol. 27, no. 3, pp. L17–L20, 1998.

[40] A. A. Ayón *et al.*, “Characterization of silicon wafer bonding for Power MEMS applications,” *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 103, no. 1–2, pp. 1–8, Jan. 2003, doi: 10.1016/S0924-4247(02)00329-1.

[41] C. Gui, H. Albers, J. G. Gardeniers, M. Elwenspoek, and P. V. Lambeck, “Fusion bonding of rough surfaces with polishing technique for silicon micromachining,” *Microsystem Technologies*, vol. 3, no. 3, pp. 122–128, 1997.

[42] A. B. Chan *et al.*, “Optimizing polysilicon thin-film transistor performance with chemical-mechanical polishing and hydrogenation,” *IEEE Electron Device Letters*, vol. 17, no. 11, pp. 518–520, 1996.

[43] A. A. Yasseen, N. J. Mourlas, and M. Mehregany, “Chemical-Mechanical Polishing for Polysilicon Surface Micromachining,” *Journal of The Electrochemical Society*, vol. 144, no. 1, pp. 237–242, 1997.

[44] M. Z. Noor Aina, J. Y. Sin, A. Jada, A. F. Dashti, and M. O. Fatehah, “Agglomeration of Silicon Dioxide Nanoscale Colloids in Chemical Mechanical Polishing Wastewater: Influence of pH and Coagulant Concentration,” *Civil and Environmental Engineering Reports*, vol. 29, no. 3, pp. 252–271, Sep. 2019, doi: 10.2478/ceer-2019-0040.

[45] W.-T. Tseng, “Re-examination of Pressure and Speed Dependences of Removal Rate during Chemical-Mechanical Polishing Processes,” *J. Electrochem. Soc.*, vol. 144, no. 2, p. L15, 1997, doi: 10.1149/1.1837417.

[46] S.-J. Park, H.-S. Lee, and H. Jeong, “Signal analysis of CMP process based on AE monitoring system,” *Int. J. of Precis. Eng. and Manuf.-Green Tech.*, vol. 2, no. 1, pp. 15–19, Jan. 2015, doi: 10.1007/s40684-015-0002-2.

[47] J. Tang, D. Dornfeld, S. K. Pangrle, and A. Dangca, “In-process detection of microscratching during CMP using acoustic emission sensing technology,” *Journal of Elec Materi.*, vol. 27, no. 10, pp. 1099–1103, Oct. 1998, doi: 10.1007/s11664-998-0144-x.

[48] R. Ganesan, T. K. Das, A. K. Sikder, and A. Kumar, “Wavelet-based identification of delamination defect in cmp (cu-low k) using nonstationary acoustic emission signal,” *IEEE Transactions on Semiconductor Manufacturing*, vol. 16, no. 4, pp. 677–685, Nov. 2003, doi: 10.1109/TSM.2003.818975.

- [49] R. K. Sampson, "Use of acoustic spectral analysis for monitoring / control of CMP processes," US 6,424,137 B1, 23 2002
- [50] I. Chasiotis and W. G. Knauss, "The mechanical strength of polysilicon films: Part 1. The influence of fabrication governed surface conditions," *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 51, no. 8, pp. 1533–1550, Aug. 2003, doi: 10.1016/S0022-5096(03)00051-6.
- [51] T. Lin, "Twin-White-Ribbon Effect and Pit Formation Mechanism in PBLOCOS," *J. Electrochem. Soc.*, vol. 138, no. 7, p. 2145, 1991, doi: 10.1149/1.2085940.
- [52] S. A. McHugo and W. D. Sawyer, "Impurity decoration of defects in float zone and polycrystalline silicon via chemomechanical polishing," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 62, no. 20, pp. 2519–2521, May 1993, doi: 10.1063/1.109308.
- [53] P. He, B. Wu, S. Shao, T. Teng, P. Wang, and X.-P. Qu, "Characterization of 1, 2, 4-Triazole as Corrosion Inhibitor for Chemical Mechanical Polishing of Cobalt in H₂O₂ Based Acid Slurry," *ECS J. Solid State Sci. Technol.*, vol. 8, no. 5, pp. P3075–P3084, 2019, doi: 10.1149/2.0131905jss.
- [54] "Dekko Technologies." <https://technologiesdekko.com>
- [55] H. Moriceau *et al.*, "Low temperature direct bonding: An attractive technique for heterostructures build-up," *Microelectronics Reliability*, vol. 52, no. 2, pp. 331–341, Feb. 2012, doi: 10.1016/j.microrel.2011.08.004.
- [56] Q.-Y. Tong *et al.*, "Low-temperature hydrophobic silicon wafer bonding," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 83, no. 23, pp. 4767–4769, Dec. 2003, doi: 10.1063/1.1632032.
- [57] N. Malik, H. R. Tofteberg, E. Poppe, T. G. Finstad, and K. Schjølberg-Henriksen, "Environmental Stress Testing of Wafer-Level Au-Au Thermocompression Bonds Realized at Low Temperature: Strength and Hermeticity," *ECS J. Solid State Sci. Technol.*, vol. 4, no. 7, pp. P236–P241, 2015, doi: 10.1149/2.0201507jss.
- [58] "MIL-STD-883E standard." Dec. 03, 2021. [Online]. Available: http://everyspec.com/MIL-STD/MIL-STD-0800-0899/MIL-STD-883E_NOTICE-5_21096/