

19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

11) N° de publication : **2 932 108**  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

21) N° d'enregistrement national : **08 53826**

51) Int Cl<sup>8</sup> : **B 24 B 1/00** (2006.01), **B 24 B 29/02**

12)

## DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22) Date de dépôt : 10.06.08.

30) Priorité :

43) Date de mise à la disposition du public de la demande : 11.12.09 Bulletin 09/50.

56) Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du présent fascicule*

60) Références à d'autres documents nationaux apparentés :

71) Demandeur(s) : **S.O.I.TEC SILICON ON INSULATOR TECHNOLOGIES** Société anonyme — FR.

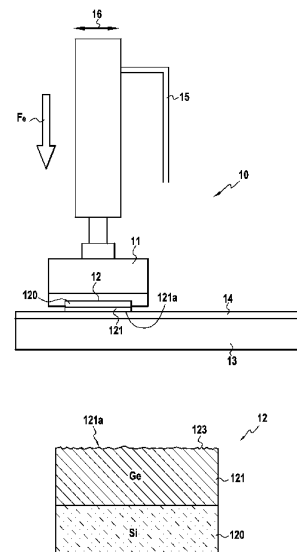
72) Inventeur(s) : MARTINEZ MURIEL et BEY PIERRE.

73) Titulaire(s) : **S.O.I.TEC SILICON ON INSULATOR TECHNOLOGIES** Société anonyme.

74) Mandataire(s) : CABINET BEAU DE LOMENIE.

54) **POLISSAGE DE COUCHES DE GERMANIUM.**

57) Afin de polir une couche de germanium (121), une première étape de polissage mécano-chimique de la surface (121a) de la couche de germanium (121) est réalisée avec une première solution de polissage présentant un pH acide. La première étape de polissage est suivie d'une deuxième étape de polissage mécano-chimique de la surface de la couche de germanium (121) réalisée avec une deuxième solution de polissage présentant un pH basique.



FR 2 932 108 - A1



Domaine technique et art antérieur

5           La présente invention concerne le polissage de couches de germanium. Le germanium est un matériau relativement difficile à polir qu'il soit sous forme massive ("Ge Bulk") ou obtenu par hétéroépitaxie sur un substrat par exemple en silicium.

10           Dans ce dernier cas, lors de la réalisation par hétéroépitaxie de la couche de germanium, le désaccord de réseau cristallin, encore appelé différence de paramètre de maille, entre le substrat de silicium et la couche de germanium épitaxié conduit à la formation d'une zone disloquée ("misfit dislocations") à l'interface entre le substrat de silicium et la couche de germanium qui se traduit par l'apparition de défauts en  
15           surface de la couche de germanium comme par exemple un réseau de contrainte appelé "cross-hatch". Ces défauts augmentent la rugosité de surface de la couche de germanium épitaxié.

20           La surface de la couche de germanium doit alors être polie afin d'éliminer les défauts potentiels résultant de la croissance épitaxiale (par exemple le cross-hatch) et de réduire la rugosité de surface notamment en vue d'un collage par adhésion moléculaire de la couche de germanium, par exemple dans le cas de la fabrication d'une structure GeOI (germanium sur isolant). La technique la plus couramment utilisée pour polir ou planariser des couches épitaxiées est le polissage mécano-  
25           chimique (CMP), technique de polissage bien connue qui met en œuvre un tissu associé à une solution de polissage contenant à la fois un agent (ex.  $\text{NH}_4\text{OH}$ ) apte à attaquer chimiquement la surface de la couche et des particules abrasives (ex. particules de silice) aptes à attaquer mécaniquement ladite surface.

30           Cependant, le polissage de surface du germanium est relativement difficile en particulier lorsque l'on cherche à obtenir un état de surface compatible avec un collage par adhésion moléculaire. Le document "Strained Si, SiGe, and Ge on-insulator: review of wafer bonding fabrication techniques" de Gianni Taraschi et al., Solid-State

Electronics, Vol. 48, Issue 8, Pages 1297-1305, propose, par exemple, de déposer une couche d'oxyde sur une couche contenant du germanium car la couche d'oxyde est plus facile à polir en vue d'un collage par adhésion moléculaire.

5 Les documents US 6 988 936 et JP 11 197583 décrivent des procédés de finition ou de recyclage par polissage mécano-chimique d'une couche de silicium d'une structure SOI (silicium sur isolant) obtenue par la technologie Smart Cut™. Toutefois, ces procédés ne sont pas adaptés aux structures hétérogènes comprenant une couche superficielle de  
10 germanium. En effet, la vitesse ou taux d'enlèvement de matière obtenue avec ces procédés sur le silicium diminue d'au moins d'un facteur 5 lorsqu'il s'agit de germanium.

Le document US 3 429 080 décrit un procédé de polissage mécano-chimique dans lequel on ajoute un oxydant dans la solution de  
15 polissage afin d'augmenter la vitesse d'enlèvement. Toujours dans le but d'augmenter la vitesse d'enlèvement, le document US 3 922 393 propose d'utiliser une solution de polissage ayant un pH compris entre 11 et 12,5 et contenant des particules de silice recouvertes d'atomes d'aluminium.

Cependant, les vitesses d'enlèvement obtenues avec les solutions  
20 divulguées dans ces documents restent relativement lentes et ne conviennent pas pour enlever les défauts de surface issus de la croissance épitaxiale.

En outre, bien que les procédés de polissage décrits dans ces documents permettent de réduire la microrugosité de surface, ils ne  
25 garantissent pas pour autant un niveau de macrorugosité de surface suffisant pour répondre aux exigences de qualité requises notamment pour réaliser un collage par adhésion moléculaire.

En effet, la déposante a observé que le niveau de la macrorugosité de surface déterminé par la mesure du "haze" de surface  
30 (signal basse fréquence spatiale issu de la lumière diffusée par les défauts de surface lorsque la plaque ou hétérostructure est illuminée par exemple dans un appareil de mesure de type SP1) est un paramètre tout aussi important que le niveau de microrugosité de surface pour qualifier l'état de surface d'une structure. Les exigences en matière de rugosité de

surface sur les couches hétéroépitaxiales de germanium après polissage mécano-chimique étant de plus en plus strictes, la caractérisation de la surface de ces structures doit tenir compte aussi de la mesure de macrorugosité. Des caractérisations de couches hétéroépitaxiales de germanium réalisées à basse fréquence spatiale, c'est-à-dire par mesure du haze de surface qui est représentatif de la rugosité de surface à grande échelle (pleine plaque), ont permis de démontrer qu'il existe une corrélation directe entre la macrorugosité de surface (niveau de haze mesurée au SP1) et la qualité finale du produit. La technique utilisée pour la mesure du niveau de haze sur des plaques ("wafers") est notamment décrite dans le document "Monitoring and Qualification Using Comprehensive Surface Haze Information" de Holsteyns F. et al, Semiconductor Manufacturing, 2003 IEEE International Symposium, p. 378-381.

Il existe, par conséquent, un besoin d'améliorer la vitesse d'enlèvement ainsi que le niveau de rugosité de surface lors du polissage des couches de germanium (hétéroépitaxiales ou massives).

## Résumé de l'invention

L'invention a pour but de remédier aux inconvénients précités et de proposer une solution pour le polissage des couches de germanium ayant une vitesse d'enlèvement accrue tout en permettant de réduire encore le niveau de rugosité présent à la surface de couches de germanium.

Ce but est atteint avec procédé de polissage d'une structure comprenant au moins une couche superficielle de germanium, procédé dans lequel, une première étape de polissage mécano-chimique de la surface de la couche de germanium est réalisée avec une première solution de polissage présentant un pH acide, cette première étape étant suivie d'une deuxième étape de polissage mécano-chimique de la surface de la couche de germanium réalisée avec une deuxième solution de polissage présentant un pH basique.

En utilisant une solution de polissage ayant un pH acide lors d'une première étape de polissage mécano-chimique, on obtient une vitesse d'enlèvement du germanium bien plus élevée qu'avec une solution de polissage habituellement utilisée pour ce type de matériau, à savoir  
5 une solution ayant un pH basique. Dans le cas d'une couche de germanium formée par hétéroépitaxie, cette première étape de polissage permet, dans un premier temps, d'enlever suffisamment de germanium pour éliminer les défauts de surface issus de la croissance épitaxiale de la couche de germanium et réduire en partie la rugosité de surface. La  
10 deuxième étape de polissage permet de réduire significativement la microrugosité et la macrorugosité de surface de la couche de germanium, en particulier le haze. Après cette deuxième étape de polissage, la couche de germanium présente un niveau de rugosité de surface compatible avec un collage par adhésion moléculaire.

15 Selon un aspect de l'invention, la première étape de polissage mécano-chimique est réalisée avec un tissu de polissage ayant un premier taux de compressibilité tandis que la deuxième étape de polissage mécano-chimique est réalisée avec un tissu de polissage ayant un second taux de compressibilité supérieur audit premier taux de compressibilité.

20 Lors de la première étape de polissage, on utilise de préférence un tissu de polissage "dur", par exemple ayant un taux de compressibilité compris entre 2% et 4%, et notamment de 2%. Bien qu'un tissu d'une telle dureté (2%) résulte dans une microrugosité (AFM 40\*40  $\mu\text{m}^2$ ) supérieure à celle obtenue avec un tissu ayant un taux de compressibilité  
25 "intermédiaire", par exemple de 6% comme préconisé dans le document WO2005/120775, l'ensemble des deux étapes du procédé selon l'invention permet d'éliminer de façon plus efficace à la fois le réseau de contraintes appelé "cross-hatch" ainsi que la microrugosité et la macrorugosité de surface dite "haze".

30 Plus précisément, les défauts constituant le cross-hatch sont alignés avec le réseau cristallin et sont de ce fait particulièrement stables et difficiles à planariser, tandis que des composantes aléatoirement disposées de la microrugosité sont plus faciles à éliminer. Lorsque la première étape de polissage est effectuée avec un tissu très dur, il s'avère

que le cross-hatch disparaît réellement, bien que la microrugosité reste globalement importante, notamment vis-à-vis de ses composantes aléatoirement disposées qui correspondent par exemple à des zones écrouies dues au polissage. En effet, on observe des formes d'ondulations de surface aléatoirement disposées, tandis que le cross-hatch présente clairement une corrélation avec les axes cristallins. La microrugosité aléatoire est ensuite éliminée lors de la seconde étape de polissage, qui comporte, de préférence, l'utilisation d'un tissu de polissage intermédiaire, ayant par exemple un taux de compressibilité compris entre 5% et 9%, et notamment de 6%.

En outre, grâce à l'élimination du cross-hatch lors de la première étape de polissage, la seconde étape de polissage permet de réduire la microrugosité globale à un niveau plus faible que dans le cas d'un procédé visant à minimiser la microrugosité directement en une seule étape, ce qui ne permet pas d'éliminer le cross-hatch complètement.

Selon un aspect de l'invention, lors de la première étape de polissage, la première solution de polissage comprend des particules de silice ayant un diamètre compris dans une première plage de valeurs alors que, lors de la deuxième étape de polissage, la deuxième solution de polissage comprend des particules de silice ayant un diamètre compris dans une seconde plage de valeurs au moins en partie inférieures aux valeurs de la première plage de valeurs. Lors de la première étape de polissage, les particules de silice de la solution de polissage peuvent avoir un diamètre compris entre 40 nm et 60 nm alors que, lors de la deuxième étape de polissage, les particules de silice de la solution de polissage peuvent avoir un diamètre compris entre 30 nm et 40 nm.

Selon un autre aspect de l'invention, les première et deuxième solutions de polissage ont respectivement une concentration de particules de silice comprise entre 30% et 28%.

La structure à polir selon le procédé de l'invention peut comprendre une couche de germanium massif ("Bulk Ge") ou une couche de germanium hétéroépitaxiale sur un substrat d'un matériau différent de celui de ladite couche hétéroépitaxiale.

Dans le cas d'une couche de germanium obtenue par hétéroépitaxie, la couche hétéroépitaxiale de germanium présente, après la deuxième étape de polissage mécano-chimique, une microrugosité de surface inférieure à 0,1 nm RMS pour une mesure de rugosité réalisée au microscope à force atomique sur des surfaces de balayage de 2\*2  $\mu\text{m}^2$  et 10\*10  $\mu\text{m}^2$ .

En outre, la couche hétéroépitaxiale de germanium présente, après la deuxième étape de polissage mécano-chimique, une macrorugosité de surface correspondant à un niveau de haze de surface inférieur à 0,5 ppm.

Le procédé de polissage de l'invention décrit précédemment peut être avantageusement utilisé lors de la fabrication d'une structure GeOI, selon la technologie bien connue Smart Cut™, cette fabrication comprenant notamment le collage par adhésion moléculaire de la surface exposée de la couche de germanium sur un substrat receveur, collage rendu possible par un polissage préalable de la face exposée de la couche de germanium réalisé conformément au procédé de polissage de la présente invention. Le procédé de polissage de l'invention permet en outre d'obtenir des plaques GeOI de très bonne qualité et de réduire, par conséquent, le nombre de plaques déclassées.

Selon un aspect de l'invention, le substrat receveur comporte une couche d'oxyde thermique au niveau de sa face destinée à être collée avec la couche de silicium contraint. La couche d'oxyde est habituellement réalisée sur le substrat donneur, avant collage, par l'intermédiaire d'une étape d'oxydation de type TEOS dont la mise en œuvre est complexe. Inversement, la couche d'oxyde peut être réalisée sur le substrat receveur, avant collage, par l'intermédiaire d'une étape d'oxydation thermique du substrat receveur de silicium massif. Cependant, cela nécessite un très bon état de surface de la couche de germanium. Grâce au procédé selon l'invention, on atteint une qualité de surface de la couche de germanium, notamment en ce qui concerne les phénomènes de cross-hatch et de haze, qui permet de réaliser directement le collage du germanium sur un substrat receveur comportant la couche d'oxyde thermique.

La présente invention concerne également une hétérostructure comprenant au moins une couche hétéroépitaxiale de germanium sur un substrat de silicium, la couche hétéroépitaxiale présentant une microrugosité de surface inférieure à 0,1 nm RMS pour une mesure de rugosité réalisée au microscope à force atomique sur des surfaces de balayage de  $2*2 \mu\text{m}^2$  et  $10*10 \mu\text{m}^2$ .

La couche hétéroépitaxiale présente en outre une macrorugosité de surface correspondant à un niveau de haze de surface inférieur à 0,5 ppm.

10

#### Brève description des figures

- la figure 1 est une représentation schématique d'un outil de polissage qui peut être utilisé pour mettre en œuvre le procédé de polissage conformément à un mode de réalisation de l'invention,

- la figure 2 est une vue schématique en coupe d'une hétérostructure comprenant une couche de germanium formée par hétéroépitaxie sur un substrat de silicium;

- la figure 3 est un diagramme montrant des niveaux de rugosité obtenus après des polissages réalisés soit une seule étape, soit en deux étapes conformément à l'invention,

- la figure 4 est un histogramme montrant des niveaux de haze obtenus après des polissages réalisés soit une seule étape, soit en deux étapes conformément à l'invention,

- la figure 5 est un histogramme montrant des niveaux d'enlèvement de germanium des polissages réalisés soit une seule étape, soit en deux étapes conformément à l'invention.

30

#### Exposé détaillé de modes de réalisation de l'invention

Le procédé de polissage d'une couche de germanium de la présente invention comprend deux étapes de polissage mécano-chimique,



encore appelé polissage CMP, qui sont réalisées consécutivement mais dans des conditions opératoires différentes. En particulier, la première étape de polissage est réalisée avec une première solution de polissage présentant un pH acide tandis que la deuxième étape de polissage est  
5 réalisée avec une deuxième solution de polissage présentant un pH basique.

Plus particulièrement, les première et deuxième solutions de polissage contiennent au moins des particules de silice colloïdale et un composé pour mettre en suspension ces particules. Pour la première  
10 solution de polissage, on choisit un composé ayant un pH acide tandis que, pour la deuxième solution de polissage, on choisit un composé ayant un pH basique. A titre d'exemple, on peut utiliser, pour la première solution de polissage, la solution abrasive 30H50 de la société des Etats-  
15 Unis d'Amérique "Rhom and Haas Company" et, pour la deuxième solution de polissage, la solution abrasive Klebosol 1508-35 de la société "Rhom and Haas Company".

La première solution de polissage utilisée lors de la première étape de polissage est de préférence constituée d'une suspension colloïdale de silice amorphe stabilisée en milieu acide ayant un pH compris  
20 entre 2 et 3, par exemple de l'acide chlorhydrique HCl ou de l'acide phosphorique H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>.

La deuxième solution de polissage utilisée lors de la première étape de polissage est de préférence constituée d'une suspension colloïdale de silice amorphe stabilisée en milieu alcalin ayant un pH  
25 compris entre 10 et 11, par exemple de l'hydroxyde de potassium KOH ou de l'ammoniaque NH<sub>4</sub>OH.

En outre, la première étape de polissage est réalisée avec un tissu de polissage relativement "dur", c'est-à-dire ayant un faible taux de compressibilité. On entend par un faible taux de compressibilité, un taux  
30 faible par rapport aux tissus qui conviennent au polissage d'un matériau prédéterminé. En tout état de cause, le premier taux de compressibilité est faible par rapport au second taux de compressibilité, qui est qualifié d'"intermédiaire" pour le tissu utilisé lors de la deuxième étape de polissage. Pour une couche hétéroépitaxiale en germanium, par exemple,

un tissu d'une compressibilité comprise entre 2% et 4% est considéré comme dur, tandis qu'une compressibilité comprise entre 5% et 9%, et notamment 6%, est définie comme intermédiaire.

Lors de la première étape de polissage, les particules de silice de la solution de polissage ont un diamètre compris dans une première plage de valeurs variant majoritairement ou en moyenne entre 40 nm et 60 nm environ alors que, lors de la deuxième étape de polissage, les particules de silice de la deuxième solution de polissage ont un diamètre compris dans un deuxième plage de valeurs variant majoritairement ou en moyenne entre 30 nm et 40 nm environ. Un recouvrement partiel des plages n'est pas exclu car les particules d'une solution particulière ne sont jamais toutes du même diamètre et il est fréquent que les distributions des diamètres de différentes solutions se chevauchent.

Par ailleurs, dans les deux étapes de polissage, les deux solutions de polissage ont une concentration de particules de silice comprise entre 28% et 30% environ.

La figure 1 illustre un outil de polissage 10 qui peut être utilisé pour mettre en œuvre le procédé de polissage conformément à un mode de réalisation de l'invention. L'outil 10 comprend, d'une part, une tête de polissage 11 dans laquelle une hétérostructure 12 présentant une rugosité de surface à polir est insérée et, d'autre part, un plateau 13 recouvert d'un tissu de polissage 14. La tête de polissage 11 et le plateau 13 sont respectivement entraînés en rotation afin de polir la surface 121a de l'hétérostructure 12 en contact avec le tissu de polissage 14. Une pression de polissage  $F_p$  ainsi qu'un mouvement de translation représenté par une flèche 16 sont en outre appliqués à la tête 11 lors du polissage. Lors du polissage, une solution de polissage, correspondant à la première ou à la deuxième solution de polissage conformément à l'invention, est en outre injectée dans la tête de polissage 11 par un conduit 15 et dispensée par cette dernière sur le tissu de polissage 14. Le polissage de la surface 121a de l'hétérostructure 12 est, par conséquent, réalisé avec le tissu de polissage 14 imprégné de la solution de polissage.

Comme illustrée sur la figure 2, l'hétérostructure 12 est constituée au moins d'une couche hétéroépitaxiale de germanium 121

formée sur un substrat 120 en un matériau différent, ici un substrat de silicium, la couche hétéroépitaxiale présentant à sa surface 121a une rugosité de surface 123 qu'il convient de réduire notamment à un niveau permettant un collage par adhésion moléculaire. En effet, le désaccord de  
5 réseau cristallin entre le substrat de silicium 120 et la couche de germanium 121 formée par hétéroépitaxie sur ce dernier entraîne, lors du relâchement des contraintes, la formation d'une rugosité de relaxation 123 (cross-hatch) à la surface de la couche de germanium 121 correspondant à la surface 121a de l'hétérostructure 12. Après réduction de la rugosité  
10 de surface et élimination des défauts potentiels dus à l'épitaxie selon le procédé de polissage de l'invention décrit plus loin, l'hétérostructure 12 peut être utilisée comme substrat donneur pour transférer une partie de la couche de germanium sur un substrat receveur en utilisant par exemple la technologie bien connue Smart Cut™.

15 Comme indiquée précédemment, la première étape de polissage mécano-chimique est réalisée avec une première solution de polissage qui consiste en une suspension colloïdale de silice amorphe stabilisée en milieu acide et ayant un pH compris de préférence entre 2 et 3. Ce type de solution correspond aux solutions de polissage habituellement utilisées  
20 pour le polissage des métaux, tels que le tungstène, car il permet de provoquer des réactions d'oxydoréduction des métaux, favorisant ainsi l'enlèvement de matière.

Dans la présente invention, l'utilisation d'une telle solution pour le polissage du germanium permet de multiplier d'un facteur 6 la vitesse  
25 d'enlèvement par rapport à un polissage réalisé avec les solutions de polissage habituellement utilisées pour le polissage de matériau tels que l'oxyde de silicium et qui présentent un pH basique.

Dans la première solution de polissage, la concentration de particules de silice est comprise entre 28% et 30% et les particules de  
30 silice ont un diamètre compris entre 40 nm et 60 nm.

Dans la première étape de polissage, la surface de l'hétérostructure 12 subit un polissage mécano-chimique réalisé avec la première solution de polissage décrite précédemment et avec un tissu de

polissage dit "dur", c'est-à-dire un tissu présentant un taux de compressibilité compris entre 2% et 4%, de préférence 2%.

La vitesse d'enlèvement lors de la première étape de polissage est d'environ 15 Å/sec et la durée de la première étape est d'environ 2  
5 minutes.

Cette première étape de polissage mécano-chimique permet d'éliminer principalement le cross-hatch et de réduire la microrugosité de surface.

Cependant, après cette première étape de polissage, l'hétérostructure 12 présente à sa surface 121a un niveau de macrorugosité compris entre 7 ppm et 25 ppm environ qui correspond au niveau de "haze" de surface mesuré (signal basse fréquence spatiale issu de la lumière diffusée par les défauts de surface lorsque la plaque ou hétérostructure est illuminée par exemple dans un appareil de mesure de  
10 type SP1 (KLA-Tencor®)).

Conformément à l'invention, une deuxième étape de polissage mécano-chimique est réalisée afin de réduire le niveau de macrorugosité (haze) présent à la surface de l'hétérostructure ainsi que le niveau de microrugosité.

La deuxième étape de polissage mécano-chimique est réalisée avec une deuxième solution de polissage qui consiste en une suspension colloïdale de silice amorphe stabilisée en milieu alcalin et ayant un pH compris de préférence entre 10 et 11. Ce type de solution correspond aux solutions de polissage habituellement utilisées pour le polissage d'oxyde de silicium. Cette deuxième solution de polissage est plus "douce" que celle utilisée dans la première étape en ce qu'elle contient également une concentration en particules de silice comprise entre 28% et 30% mais qui ont un diamètre compris entre 30 nm et 40 nm.  
20

Cette deuxième étape de polissage de la surface 121a de l'hétérostructure 12 est en outre effectuée avec un tissu de polissage dit "intermédiaire", c'est-à-dire un tissu présentant un taux de compressibilité compris entre 5 % et 9 %, de préférence 6%. Dans cette deuxième étape, le tissu de polissage correspond de préférence au tissu employé pour le polissage de finition du silicium dans la fabrication de structures SOI  
30

(Silicium Sur Isolant). Un exemple connu d'un tel tissu de polissage est le tissu SPM 3100 fourni par la société Rohm & Haas.

La vitesse d'enlèvement lors de la seconde étape de polissage est de préférence de 5 Å/sec et la durée de la deuxième étape est d'environ 2  
5 minutes.

Même si la vitesse d'enlèvement lors de cette deuxième étape de polissage est bien moins élevée que lors de la première étape, cette deuxième étape de "finition" permet d'obtenir à la surface 121a de l'hétérostructure 12 un niveau de macrorugosité de surface de l'ordre de  
10 0,5 ppm correspondant au niveau de haze de surface mesuré avec un appareil de mesure de type SP1. Cette deuxième étape permet également de réduire la microrugosité de surface à une valeur inférieure à 0,1 nm RMS, valeur de rugosité mesurée au microscope à force atomique (AFM) pour des balayages de 2\*2 µm<sup>2</sup>.

La figure 3 montre les valeurs RMS de rugosité de surface obtenues après polissage d'une couche de germanium formée par croissance épitaxiale sur un substrat de silicium comme dans l'hétérostructure 12 décrite précédemment, le polissage étant réalisé respectivement:

- 20 - en une seule étape avec un tissu et une solution de polissage correspondant à ceux utilisés dans la première étape de polissage décrite précédemment (tissu dur (tissu 1) et suspension colloïdale de silice amorphe stabilisée en milieu acide (solution 1)) (courbe A),
- 25 - en une seule étape avec un tissu correspondant à celui utilisé dans la première étape de polissage décrite précédemment (tissu dur (tissu 1)) et une solution de polissage correspondant à celle utilisée lors de la deuxième étape de polissage (suspension colloïdale de silice amorphe stabilisée en milieu alcalin (solution 2)) (courbe B), et
- 30 - en deux étapes conformément à l'invention (première étape avec tissu dur (tissu 1) et suspension colloïdale de silice amorphe stabilisée en milieu acide (solution 1) suivie d'une deuxième étape avec tissu intermédiaire (tissu 2) et suspension

colloïdale de silice amorphe stabilisée en milieu alcalin (solution 2)) (courbe C).

Les valeurs de rugosité de surface présentées ont été mesurées au microscope à force atomique (AFM) pour différentes fréquences spatiales, c'est-à-dire pour des surfaces de balayage (scans de mesure) plus ou moins grandes. Les mesures réalisées sur des petites surfaces de balayage sont appelées mesures "haute fréquence" tandis que les mesures réalisées sur des grandes surfaces de balayage sont appelées mesures "basse fréquence".

La courbe A de la figure 3 montre que le polissage réalisé en une seule étape correspondant à la première étape du procédé de l'invention (tissu dur et suspension colloïdale de silice amorphe stabilisée en milieu acide) corrige très bien la rugosité pour les mesures basse fréquence (rugosité RMS proche de 2 Å) tandis que la rugosité relevée pour les mesures haute fréquence reste importante (rugosité RMS de l'ordre de 4 à 5 Å pour des mesures au microscope à force atomique (AFM) sur des surfaces de balayage de  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$  et de  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ ).

La courbe B montre que l'on obtient l'effet inverse lorsque le polissage est réalisé toujours en une seule étape mais avec une solution de polissage correspondant à celle utilisée lors de la deuxième étape de polissage de l'invention (suspension colloïdale de silice amorphe stabilisée en milieu alcalin). En effet, ce polissage corrige très bien la rugosité pour les mesures haute fréquence (rugosité RMS proche de 2 Å) tandis que la rugosité relevée pour les mesures basse fréquence reste importante (rugosité RMS de l'ordre de 4 à 5 Å pour des mesures au microscope à force atomique (AFM) sur des surfaces de balayage de  $500 \times 500 \mu\text{m}^2$ ).

Enfin, la courbe C montre que le polissage en deux étapes conformément à l'invention (première étape avec tissu dur et suspension colloïdale de silice amorphe stabilisée en milieu acide suivie d'une deuxième étape avec tissu intermédiaire et suspension colloïdale de silice amorphe stabilisée en milieu alcalin) permet d'obtenir un bon niveau de rugosité à la fois pour les mesures basse fréquence et haute fréquence. Plus précisément, on obtient, après le polissage en deux étapes de l'invention, une microrugosité et une macrorugosité de surface qui sont de

l'ordre de 1 à 2 Å RMS, et ce quelle que soit la longueur d'onde spatiale. Ces valeurs de microrugosité et macrorugosité permettent d'avoir un état de surface de la couche de germanium qui est compatible avec un collage par adhésion moléculaire.

- 5 Les figures 4 et 5 représentent respectivement le niveau de haze et l'enlèvement obtenus après polissage d'une couche de germanium formée sur un substrat de silicium comme dans l'hétérostructure 12 décrite précédemment, le polissage mécano-chimique étant réalisé respectivement:
- 10 - en une seule étape avec un tissu et une solution de polissage correspondant à ceux utilisés dans la deuxième étape de polissage décrite précédemment (tissu intermédiaire et suspension colloïdale de silice amorphe stabilisée en milieu alcalin (Etape 2)) (colonne A pour la figure 4 et colonnes A et B
- 15 pour la figure 5)),
- en une seule étape avec un tissu et une solution de polissage correspondant à ceux utilisés dans la première étape de polissage décrite précédemment (tissu dur et suspension colloïdale de silice amorphe stabilisée en milieu acide (Etape 1))
- 20 et pour des durées de polissages de 30, 150, 180 et 120 secondes (colonnes B, C, D, E pour la figure 4 et colonnes C, D, E, E pour la figure 5), et
- en deux étapes conformément à l'invention (première étape avec tissu dur et suspension colloïdale de silice amorphe stabilisée en milieu acide suivie d'une deuxième étape avec tissu
- 25 intermédiaire et suspension colloïdale de silice amorphe stabilisée en milieu alcalin (Etape 1+Etape 2)) (colonne E pour la figure 4 et colonne G pour la figure 5).

Les valeurs de haze indiquées sur la figure 4 ont été mesurées

30 avec un appareil de type SP1 de la société KLA-Tencor® en réglant le seuil de détection à 0,8 microns, c'est-à-dire la taille minimale de particules détectables.

Cette figure montre clairement le gain obtenu sur le niveau de haze lorsque le polissage mécano-chimique est réalisé en deux étapes

conformément à l'invention. Ainsi, le niveau de haze, après polissage CMP en deux étapes selon l'invention, est de 0,43 ppm. Le niveau de haze est réduit d'un facteur 17 par rapport au niveau de haze obtenu avec un polissage en une seule étape réalisé avec un tissu et une solution de polissage correspondant à ceux utilisés dans la première étape de polissage décrite précédemment (tissu dur et suspension colloïdale de silice amorphe stabilisée en milieu acide) (colonne E). Le niveau de haze est réduit d'un facteur 3 par rapport au niveau de haze obtenu avec un polissage en une seule étape réalisé avec un tissu et une solution de polissage correspondant à ceux utilisés dans la deuxième étape de polissage décrite précédemment (tissu intermédiaire et suspension colloïdale de silice amorphe stabilisée en milieu alcalin) (colonne A).

La figure 5 montre les différents taux d'enlèvement de germanium obtenus selon qu'on utilise une solution de polissage basique, acide ou les deux (une marge d'erreur de  $\pm 500 \text{ \AA}$  est à prendre en compte pour les valeurs d'enlèvement indiquées sur la figure 5). Les colonnes A et B montrent qu'avec une solution de polissage contenant une suspension colloïdale de silice amorphe stabilisée en milieu alcalin la vitesse d'enlèvement de germanium est entre 1,66  $\text{\AA}/\text{sec}$  et 5,1  $\text{\AA}/\text{sec}$  environ alors que la colonne D montre qu'elle est d'environ 15,8  $\text{\AA}/\text{sec}$  lorsqu'on utilise une solution de polissage contenant une suspension colloïdale de silice amorphe stabilisée en milieu acide. La vitesse d'enlèvement de germanium avec une solution de polissage acide est plus importante qu'avec une solution de polissage basique.

Les couches hétéroépitaxiales de SiGe dont les résultats sont présentés dans les figures 3 à 5 ont été polies avec un appareil de polissage Mirra de la société Applied Materials avec les vitesses de rotation  $V_t$  de la tête de polissage et  $V_p$  du plateau de polissage suivantes:

- première étape de polissage:  $V_t$  comprise entre 75 et 95 tours/mn, préférentiellement 87 tours/mn, avec une pression appliquée à la tête de polissage comprise entre 3 et 6 psi, de préférence 4 psi;  $V_p$  comprise entre 85 et 100 tours/mn, préférentiellement 93 tours/mn;



- deuxième étape de polissage:  $V_t$  comprise entre 30 et 45 tours/mn, préférentiellement 36 tours/mn avec une pression appliquée à la tête de polissage comprise entre 3 et 6 psi, de préférence 4 psi;  $V_p$  comprise entre 25 et 40 tours/mn, préférentiellement 30 tours/mn;

5 Le procédé de polissage de la présente invention en mettant en œuvre deux étapes de polissage dans les conditions définies précédemment permet de réduire considérablement les défauts issus de l'hétéroépitaxie, la macrorugosité (mesure de haze) et la microrugosité de surface (mesurée au microscope à force atomique (AFM)). Cette  
10 amélioration sur l'état de surface des plaques permet notamment d'assurer un bon collage par adhésion moléculaire de la couche hétéroépitaxiale de germanium.

Le procédé de polissage de l'invention peut notamment être  
15 avantageusement utilisé pour la fabrication de structures GeOI (germanium sur isolant) selon la technologie Smart Cut® qui comprend la formation d'une couche hétéroépitaxiale de germanium sur une couche de silicium appartenant à un substrat donneur, le collage de la face exposée de la couche de germanium avec une face d'un substrat receveur, le  
20 retrait d'au moins la couche de silicium appartenant au substrat donneur par polissage, gravure et/ou fracture le long d'un plan de fragilisation formé dans la couche de germanium lors d'une implantation atomique préalable. Avant le collage de la couche de germanium avec le substrat receveur, la face exposée de la couche de germanium est polie  
25 conformément au procédé de polissage de l'invention pour permettre le collage par adhésion moléculaire.

Toutefois, le procédé de polissage de l'invention n'est pas limité au polissage des couches de germanium formées par hétéroépitaxie et peut être également utilisé pour polir des couches de germanium massif  
30 ("Bulk Ge"), par exemple lors de la fabrication d'une structure GeOI comme décrit précédemment. Dans ce cas, la couche de germanium reportée sur le substrat receveur est une couche germanium massif dont la surface peut être polie avant son collage sur le substrat receveur.

Le procédé de l'invention peut être en outre utilisé sur des couches de germanium, hétéroépitaxiales ou massives, afin de les amincir et/ou d'en réduire la rugosité après fracture le long d'un plan de fragilisation formé par une implantation atomique préalable.

- 5 Le procédé de polissage de l'invention permet d'éliminer suffisamment de germanium pour rattraper les défauts liés à l'épitaxie, d'assurer un bon collage par adhésion moléculaire, et d'obtenir une meilleure qualité de plaque lors de la fabrication de structures GeOI.

## REVENDICATIONS

1. Procédé de polissage d'une structure (12) comprenant au moins  
5 une couche superficielle de germanium (121),  
caractérisé en ce qu'il comprend une première étape de polissage  
mécano-chimique de la surface (121a) de la couche de germanium (121)  
réalisée avec une première solution de polissage présentant un pH acide  
et une deuxième étape de polissage mécano-chimique de la surface de la  
10 couche de germanium (121) réalisée avec une deuxième solution de  
polissage présentant un pH basique.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la  
première étape de polissage mécano-chimique est réalisée avec un tissu  
15 de polissage ayant un premier taux de compressibilité et en ce que la  
deuxième étape de polissage mécano-chimique est réalisée avec un tissu  
de polissage ayant un second taux de compressibilité supérieur audit  
premier taux de compressibilité.
- 20 3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que, lors de  
la première étape de polissage, le tissu de polissage a un premier taux de  
compressibilité compris entre 2% et 4%.
4. Procédé selon la revendication 2 ou 3, caractérisé en ce que,  
25 lors de la deuxième étape de polissage, le tissu de polissage a un  
deuxième taux de compressibilité compris entre 5% et 9%.
5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4,  
caractérisé en ce que la première solution de polissage comprend des  
30 particules de silice ayant un diamètre compris dans une première plage de  
valeurs et en ce que la deuxième solution de polissage comprend des  
particules de silice ayant un diamètre compris dans une seconde plage de  
valeurs au moins en partie inférieures aux valeurs de la première plage de  
valeurs.

6. Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que les première et deuxième solutions de polissage ont respectivement une concentration de particules de silice comprise entre 28% et 30%.

5

7. Procédé selon la revendication 5 ou 6, caractérisé en ce que, dans la première solution de polissage, les particules de silice de la solution de polissage ont un diamètre compris entre 40 nm et 60 nm.

10

8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 5 à 7, caractérisé en ce que, dans la deuxième solution de polissage, les particules de silice de la solution de polissage ont un diamètre compris entre 30 nm et 40 nm.

15

9. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce que la structure est une hétérostructure (12) comprenant au moins une couche superficielle hétéroépitaxiale de germanium (121) sur un substrat (120) d'un matériau différent de celui de ladite couche hétéroépitaxiale.

20

10. Procédé selon la revendication 9, caractérisé en ce que la couche hétéroépitaxiale de germanium (121) présente, après la deuxième étape de polissage mécano-chimique, une microrugosité de surface inférieure à 0,1 nm RMS pour une mesure de rugosité réalisée au microscope à force atomique sur des surfaces de balayage de  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$  et  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ .

25

11. Procédé selon la revendication 10, caractérisé en ce que la couche hétéroépitaxiale de germanium (121) présente, après la deuxième étape de polissage mécano-chimique, une macrorugosité de surface correspondant à un niveau de haze de surface inférieur à 0,5 ppm.

30

12. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 11, caractérisé en ce que les première et deuxième étapes de polissage mécano-chimique sont réalisées dans un outil de polissage (10) comprenant une

tête de polissage (11) dans laquelle la structure (12) est disposée et un plateau recouvert (13) d'un tissu de polissage (14) en contact avec la surface de la couche de germanium à polir, la solution de polissage étant dispensée à partir de la tête de polissage.

5

13. Procédé de fabrication d'une structure GeOI comprenant la formation d'une couche hétéroépitaxiale de germanium sur une couche de silicium appartenant à un substrat donneur, le collage de la face exposée de la couche de germanium avec une face d'un substrat receveur, le retrait d'au moins la couche de silicium appartenant au substrat donneur, caractérisé en ce que, avant le collage de la couche de germanium avec le substrat receveur, la face exposée de ladite couche de germanium est polie conformément au procédé de polissage selon l'une quelconque des revendications 1 à 12.

15

14. Hétérostructure (12) comprenant au moins une couche hétéroépitaxiale de germanium (121) sur un substrat de silicium (120), caractérisée en ce que la couche hétéroépitaxiale de germanium (121) est polie conformément au procédé de polissage selon l'une quelconque des revendications 1 à 12 et en ce que ladite couche hétéroépitaxiale de germanium présente une microrugosité de surface inférieure à 0,1 nm RMS pour une mesure de rugosité réalisée au microscope à force atomique sur des surfaces de balayage de  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$  et  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ .

25

15. Hétérostructure (12) selon la revendication 14, caractérisée en ce que la couche hétéroépitaxiale de germanium (121) présente une macrorugosité de surface correspondant à un niveau de haze de surface inférieur à 0,5 ppm.

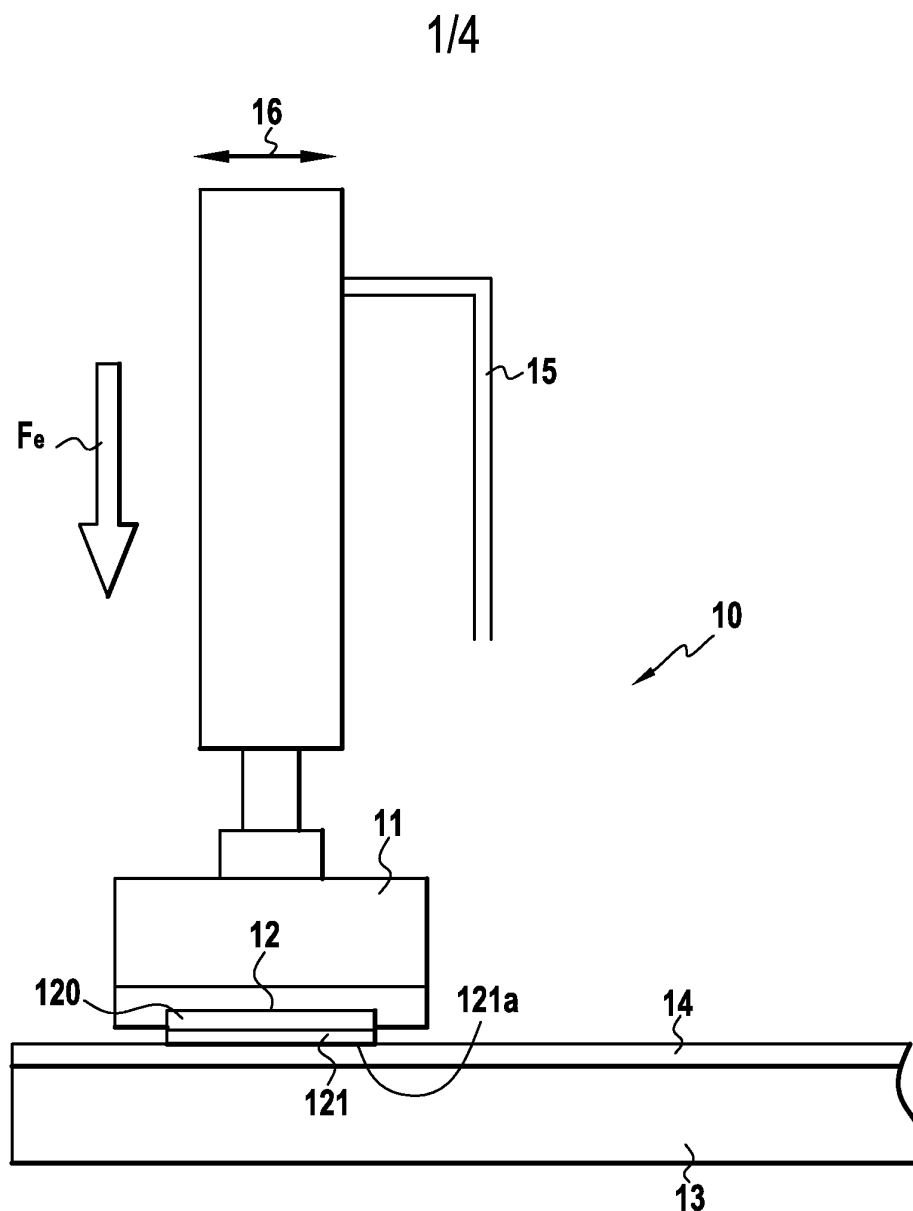


FIG.1

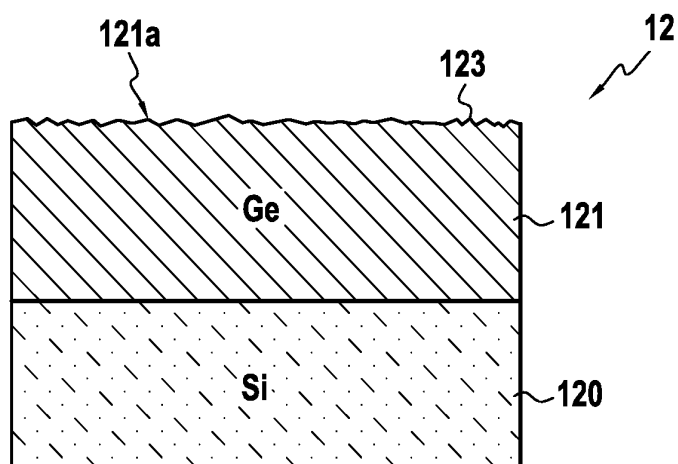


FIG.2

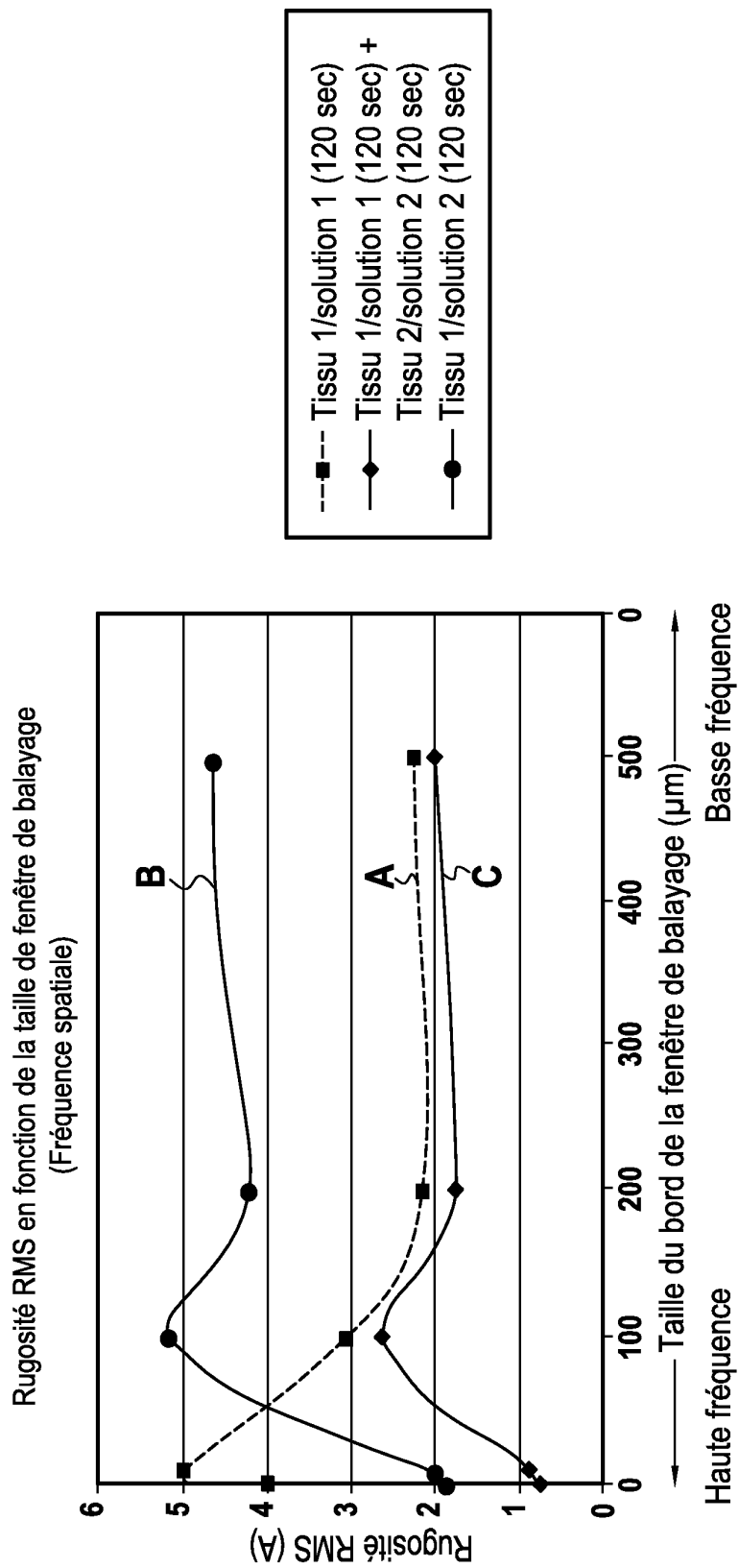


FIG.3

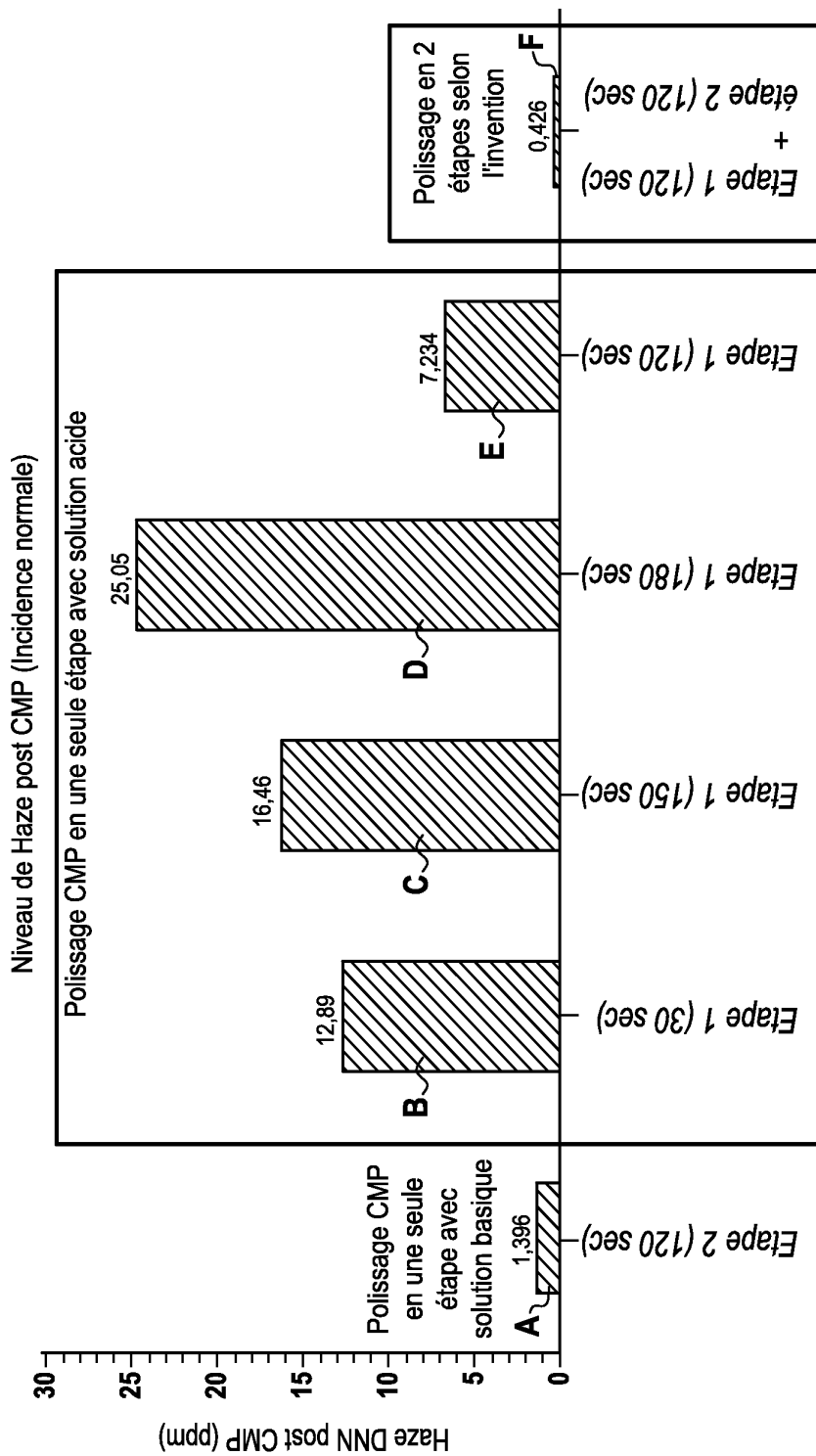


FIG.4



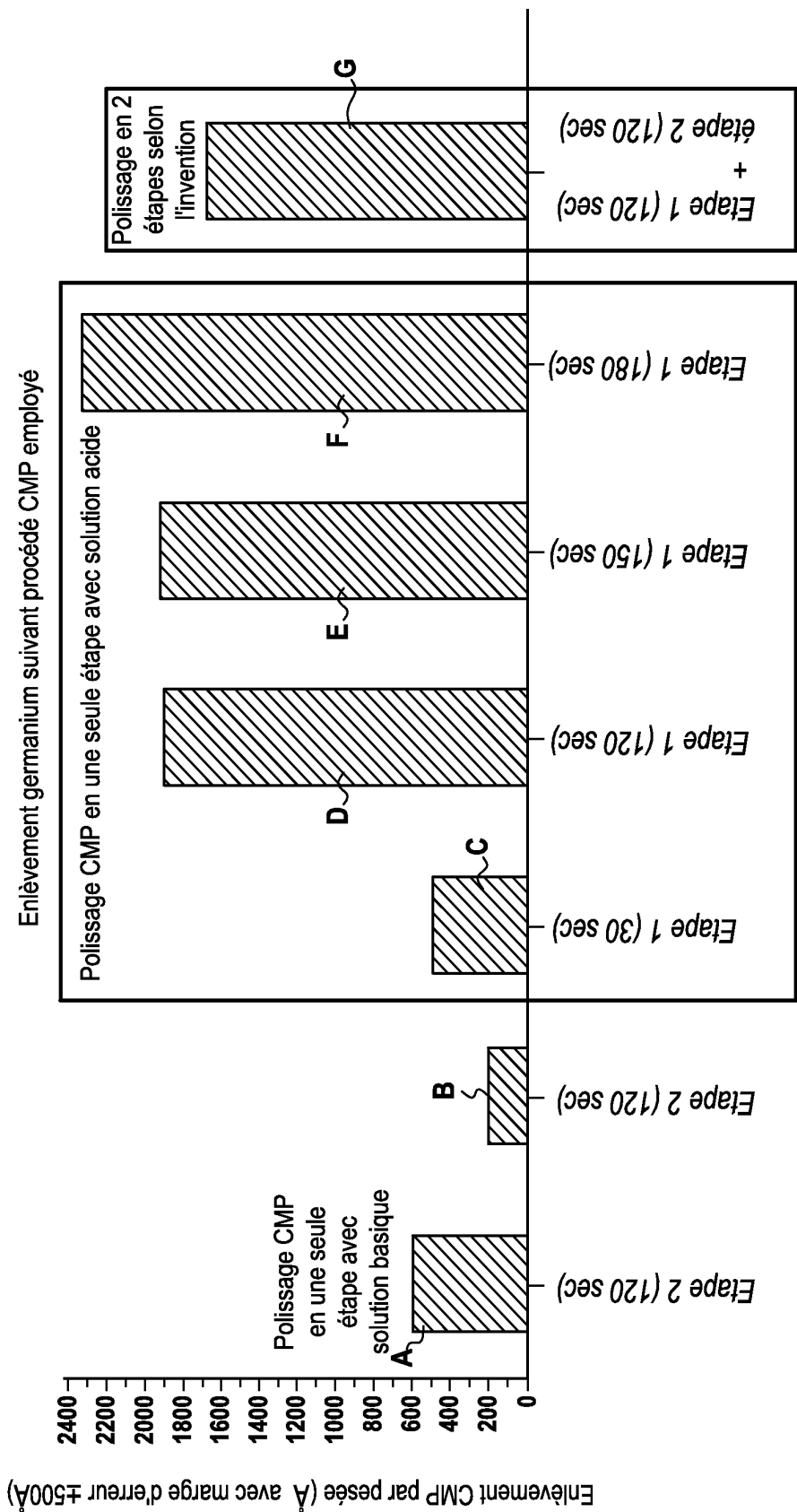


FIG.5

Enlèvement CMP par pesée (A avec marge d'erreur ±500Å)



**RAPPORT DE RECHERCHE  
PRÉLIMINAIRE PARTIEL**  
établi sur la base des dernières revendications  
déposées avant le commencement de la recherche  
voir FEUILLE(S) SUPPLÉMENTAIRE(S)

N° d'enregistrement  
national

FA 711182  
FR 0853826

| DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS  |  | Revendications<br>concernées      | Classement attribué<br>à l'invention par l'INPI |
|--|--|-----------------------------------|---|
| Catégorie  | Citation du document avec indication, en cas de besoin,<br>des parties pertinentes                                     |                                   |   |
| D,A  | US 2007/087570 A1 (MARTINEZ MURIEL [FR] ET<br>AL) 19 avril 2007 (2007-04-19)<br>* alinéas [0002] - [0009] *<br>-----   | 1-13                              | B24B1/00<br>B24B29/02                           |
| A  | US 2002/019202 A1 (THOMAS TERENCE M [US]<br>ET AL) 14 février 2002 (2002-02-14)<br>* alinéas [0011], [0021] *<br>----- | 1-13                              |   |
|  |  |                                   | DOMAINES TECHNIQUES<br>RECHERCHÉS (IPC)         |
|  |  |                                   | B24B<br>H01L                                    |
|  |  | Date d'achèvement de la recherche | Examineur                                       |
|  |  | 12 janvier 2009                   | Eder, Raimund                                   |
| <p>CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul<br/>Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un<br/>autre document de la même catégorie<br/>A : arrière-plan technologique<br/>O : divulgation non-écrite<br/>P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention<br/>E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure<br/>à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date<br/>de dépôt ou qu'à une date postérieure.<br/>D : cité dans la demande<br/>L : cité pour d'autres raisons<br/>.....<br/>&amp; : membre de la même famille, document correspondant</p> |  |                                   |   |

2

EPO FORM 1503 12.99 (P04C35)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE  
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 0853826 FA 711182**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.

Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du 12-01-2009

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

| Document brevet cité<br>au rapport de recherche | Date de<br>publication | Membre(s) de la<br>famille de brevet(s) | Date de<br>publication |
|---|------------------------|---|------------------------|
| US 2007087570 A1                                | 19-04-2007             | WO 2005120775 A1                        | 22-12-2005             |
| US 2002019202 A1                                | 14-02-2002             | AUCUN                                   |                        |

**RECHERCHE INCOMPLÈTE  
FEUILLE SUPPLÉMENTAIRE C**

Numéro de la demande

FA 711182  
FR 0853826

Certaines revendications n'ont pas fait l'objet d'une recherche parce qu'elles se rapportent à des parties de la demande qui ne remplissent pas suffisamment les conditions prescrites pour qu'une recherche significative puisse être effectuée, en particulier:

Revendications n'ayant pas fait l'objet de recherches:  
14,15

Raison pour la limitation de la recherche:

Certaines revendications n'ont pas fait l'objet d'une recherche parce qu'elles se rapportent à des parties de la demande qui ne remplissent pas suffisamment les conditions prescrites pour qu'une recherche significative puisse être effectuée, en particulier:

Il n'est pas possible de différencier un produit fabriqué conformément à la revendication 14 d'un produit hétéroépitaxial de germanium lisse (rugosité < 0,1 nm) produit selon l'état de la technique.