(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) **N° de publication :** **2 857 751**

(à n'utiliser que pour les commandes de reproduction)

(21) **N° d'enregistrement national :** **03 08782**

(51) Int Cl[7] : **G 01 N 23/00**

(12) DEMANDE DE BREVET D'INVENTION A1

(22) **Date de dépôt :** 18.07.03.

(30) **Priorité :**

(43) **Date de mise à la disposition du public de la demande :** 21.01.05 Bulletin 05/03.

(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) :** *COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE Etablissement de caractère scientifique technique et industriel* — FR.

(72) **Inventeur(s) :** ROUVIERE JEAN LUC, CLEMENT LAURENT et PANTEL ROLAND.

(73) **Titulaire(s) :**

(74) **Mandataire(s) :** CABINET ORES.

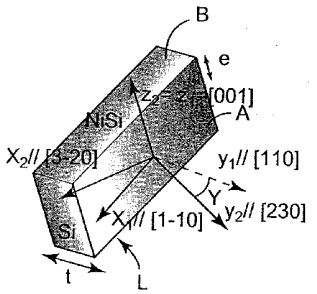
(54) PROCEDE DE MESURE DE PARAMETRES PHYSIQUES D'AU MOINS UNE COUCHE D'UN MATERIAU AUX DIMENSIONS MICROMETRIQUES.

(57) L'invention concerne un procédé de détermination d'au moins une caractéristique mécanique d'au moins une couche disposée à la surface d'un substrat caractérisé en ce qu'il comporte:

d) la réalisation d'une lame (L) d'épaisseur t ayant deux faces sensiblement parallèles et disposées sensiblement perpendiculairement à ladite surface de substrat (A);

e) la mesure sur ladite lame (2) d'au moins un paramètre de déformation du substrat à différentes profondeurs par rapport à la surface;

f) la détermination à partir au moins dudit paramètre de déformation, d'au moins une caractéristique mécanique de ladite couche.



FR 2 857 751 - A1

PROCEDE DE MESURE DE PARAMETRES PHYSIQUES D'AU MOINS UNE COUCHE D'UN MATERIAU AUX DIMENSIONS MICROMETRIQUES

La présente invention a pour objet un procédé de détermination d'au moins une caractéristique mécanique d'au moins une couche disposée à la surface d'un substrat, notamment cristallin.

La connaissance des propriétés mécaniques d'un système ou dispositif physique permet d'en optimiser le fonctionnement. Tout matériau quel qu'il soit est soumis à des contraintes externes et il faut pouvoir connaître sa résistance à de telles contraintes. Il est donc important de connaître au mieux les propriétés élastiques d'un système et en particulier celles d'une ou plusieurs couches disposées à la surface d'un substrat. Les propriétés de cette couche (ou de ces couches considérées comme un sous-système) diffèrent en effet notablement des propriétés des couches prises individuellement.

Les propriétés élastiques des matériaux interviennent dans de nombreux domaines d'applications : revêtement de pièces mécaniques, déformation de structure, ... Elles jouent un rôle de plus en plus important dans la réalisation de circuits électroniques : la taille des dispositifs diminuant, les contraintes générées à l'interface des différentes parties du dispositif sont d'autant plus importantes.

Les méthodes déjà développées pour mesurer les constantes d'élasticité et les coefficients de dilatation sont généralement réalisées à une échelle macroscopique.

Les méthodes traditionnelles sont :

A) déflexion, déformation d'éprouvettes macroscopiques ou de taille plus réduite : voir par exemple : Measurement of elastic modulus, Poisson ratio, and coefficient of thermal expansion of on-wafer submicron films. Zhao, Jie-Hua; Ryan, Todd; Ho, Paul S.; McKerrow, Andrew J.; Shih, Wei-Yan. PRC/MER2.206, Journal of Applied Physics (1999), 85(9), 6421-6424,

- ou bien: Elastic modulus measurements by three methods on a 2-D laminated continuous fiber-reinforced ceramic matrix composite. Gonczy, S. T.; Jenkins, M. G Ceramic Transactions (2000), 103(Advances in Ceramic-Matrix Composites V), 541-547,
- ou bien encore: Analysis of residual stress in cubic boron nitride thin films using micromachined cantilever beams. Cardinale, G. F.; Howitt, D. G.; McCarty, K. F.; Medlin, D. L.; Mirkarimi, P. B.; Moody, N. R. Diamond and Related Materials (1996), 5(11), 1295-1302

B) Ondes électroacoustiques : par exemple Hardness and Young's modulus of high-quality cubic boron nitride films grown by chemical vapor deposition. Jiang, X.; Philip, J.; Zhang, W. J.; Hess, P.; Matsumoto, S Journal of Applied Physics (2003), 93(3), 1515-1519, ou bien Thin-film elastic-property measurements with laser-ultrasonic SAW spectrometry, Hurley, D. C. ; Tewary, V. K.; Richards, A. J Thin Solid Films (2001), 398-399 326-330

C) nanoindentation par exemple : Determination of mechanical film properties of a bilayer system due to elastic indentation measurements with a spherical indenter.

Chudoba, T.; Schwarzer, N.; Richter, F.; Beck, U. Thin Solid Films (2000), 377-378 366-372, ou bien, Hardness and elastic modulus measurements of AlN and TiN sub-micron thin films using the continuous stiffness measurement technique with FEM analysis. Rawdanowicz, T. A.; Sankar, J.; Narayan, J.; Godbole, V. Materials Research Society Symposium Proceedings (2000), 594(Thin Films--Stresses and Mechanical Properties VIII), 507-512.

Il existe également des méthodes plus récentes pour mesurer les propriétés mécaniques de petits objets , par exemple la microscopie à force atomique ('AFM') décrite par exemple dans :

Measurements of elastic properties of ultra-thin diamond-like carbon coatings using atomic force acoustic microscopy. Amelio, S.; Goldade, A. V.; Rabe, U.; Scherer, V.; Bhushan, B.; Arnold, W Thin Solid Films (2001), 392(1), 75-84.

L'invention a pour but de mesurer un ou plusieurs paramètres mécaniques, notamment les constantes élastiques et les coefficients de dilatation thermique d'un matériau et les contraintes que ce matériau génère lorsqu'il est associé à d'autres. Sa spécificité est de pouvoir mesurer de telles constantes dans des conditions proches de leur condition d'applications : couches minces ou épaisses, couches inhomogènes, 'couches' discontinues ou précipités/inclusions, boîtes (terme plus spécifiques aux matériaux semi-conducteurs où les charges sont localisées dans ces boîtes constituées d'un second matériau différent du substrat). Les connaissances actuelles ne permettent pas d'affirmer que les constantes mesurées macroscopiquement peuvent être utilisées dans des structures de petites dimensions, c'est à dire micrométriques et nanométriques.

L'idée de base de l'invention consiste à utiliser un phénomène bien connu, mais qui est généralement considéré comme un inconvénient que l'on cherche à éviter ou à négliger : dans une lame mince, du fait de la proximité de la surface libre,

les contraintes accumulées dans le dispositif initial sont relaxées (voir les documents précités de Perovic, D., Weatherly G. and D. Houghton Phil. Mag. 64 (1991)).

Le dispositif à étudier doit comporter deux parties (figures 1a à 1d) :

-a) un substrat A de référence à propriétés mécaniques bien connues (par exemple du silicium, du germanium, du saphir, un système métallique ...)

-b) une ou plusieurs parties B à la surface de ce substrat de référence.

La présente invention consiste à :

(i) prélever une lame mince à géométrie contrôlée dans le système étudié. L'épaisseur de cette lame mince doit en particulier être suffisamment faible pour que les contraintes au soin de cette lame soient effectivement relâchées.

(ii) mesurer les déformations de cette lame. Différentes températures doivent être utilisées si l'on veut déterminer précisément les coefficients de dilation thermique.

(iii) éventuellement réamincir la lame pour répéter les actions (i) et (ii) avec une lame d'épaisseur différente.

(iv) utiliser les valeurs mesurées des déformations de ces lames de différentes épaisseurs pour déterminer en particulier les constantes élastiques et les coefficients de dilation des différents matériaux de la partie B, notamment en utilisant une technique de modélisation.

Selon l'invention, il n'est pas nécessaire de faire des mesures directes sur le matériau à caractériser (partie B) pour déterminer les constantes de ce matériau. Il reste bien sur possible de réaliser des mesures également sur la partie B et cela apporte un complément d'information. Ce sont les déformations/rotations du substrat (partie A), mesurées quantitativement qui permettent de remonter aux caractéristiques des parties B. Ainsi, on détermine les propriétés de la partie B en analysant la façon dont la partie A se déforme dans une lame amincie ou dans des lames de différentes épaisseurs.

Dans le système le plus simple, la partie B est composée d'une seule couche mince ou épaisse déposée sur le substrat. Des systèmes plus complexes (plusieurs matériaux, gravures, petites particules) peuvent également être analysés, mais ils nécessitent un plus grand nombre de paramètres à minimiser.

L'invention concerne ainsi un procédé de détermination d'au moins une caractéristique mécanique d'au moins une couche disposée à la surface d'un substrat caractérisé en ce qu'il comporte :

a) la réalisation d'une lame L d'épaisseur t suffisamment faible et ayant deux faces sensiblement parallèles et disposées sensiblement perpendiculairement à ladite surface de substrat ;

b) la mesure sur ladite lame d'au moins un paramètre de déformation du substrat à différentes profondeurs par rapport à la surface ; par paramètre de déformation, on entend également paramètre de rotation du substrat ;

c) la détermination à partir au moins dudit paramètre de déformation/rotation d'au moins une caractéristique mécanique de ladite couche.

Le procédé peut comporter la réalisation de plusieurs lames d'épaisseurs différentes ainsi que la mise en œuvre de l'étape b sur chacune desdites lames. Pour au moins une dite lame, l'étape b peut être répétée à au moins deux températures différentes.

Ladite mesure est avantageusement réalisée en générant, pour des points du substrat situés à différentes profondeurs, des diagrammes de diffraction d'un faisceau électronique convergent d'axe Z_0 désorienté par rapport à la normale à ladite lame, lesdits diagrammes comportant des lignes ou bandes de Holz. La détermination c peut alors comporter le relevé de la largeur des lignes de Holz d'au moins certains desdits diagrammes, pour au moins un plan cristallographique du substrat. A partir de la largeur de ces lignes de Holz, on peut calculer pour chaque diagramme une rotation maximale $Beta_{max}$ le long de l'axe du faisceau d'électrons. Cette rotation est induite par la couche (ou les couches) disposée sur le substrat et elle en caractérise les propriétés.

On peut ensuite tracer au moins une courbe représentant ladite rotation $Beta_{max}$ en fonction de la profondeur à laquelle ont été obtenus lesdits diagrammes.On peut ensuite tracer par simulation au moins une courbe représentant cette rotation en fonction de la profondeur pour des valeurs possibles des coefficients à extraire par exemple le module d'Young et/ou le coefficient de Poisson de la couche à analyser dans le cas d'une approximation isotrope et minimiser l'écart entre au moins une courbe simulée et une courbe expérimentale correspondante, pour déterminer ces coefficients. Une technique similaire pourra être utilisée dans le cas d'une modélisation anisotrope avec les coefficients connus de l'Homme du Métier. On prendra pour valeur les paramètres ayant conduit à la courbe simulée la plus proche de la courbe expérimentale.

L'invention sera mieux comprise à la lecture de la description ci-après, en liaison avec les dessins dans lesquels :

- les figures 1a à 1d illustrent différentes configurations du dispositif à étudier : couche simple pour la figure 1a, bandes de métallisations ou îlots pour la figure 1b, couche avec zone incluse dans le substrat pour la figure 1c, et transistor pour la figure 1d.

- La figure 2a et 2b représentent une vue en coupe d'un transistor ayant un substrat en silicium Si, surmonté d'une couche de N_iS_i d'épaisseur e = 20 nm et d'une couche de Si_3N_4. Un contact en tungstène constitue le contact D de drain. La zone analysée (figure 2b) est pointée par la flèche F. La lame mince représentée à la figure 2b présente une épaisseur t (que l'on peut faire varier). Le faisceau incident moyen des électrons pour les clichés "CBED" (direction z_0) est pris selon l'axe y_2 qui fait un angle γ avec l'axe y_1 normal à la lame. Les directions et les axes cristallographiques correspondant sont illustrés à la figure 2b.

- La figure 3a est un montage de photos illustrant cinq des digrammes de diffractions "CBED" choisis parmi une cinquantaine d'images réalisées effectivement, selon une droite perpendiculaire à la surface (direction - z_2), à une distance de 155 nm du contact D de drain. Pour chaque diagramme, on indique la distance - z_2 (en nanomètres) par rapport à la surface du substrat (interface avec la couche mince) et l'angle $\Delta\theta$ mesuré, la courbe de la figure 3b représentant l'évolution de l'angle $\Delta\theta$ calculé en fonction de $-z_2$.

- La figure 4a montre un cliché de diffraction « CBED » pris suivant un axe de zone [230]dans le silicium non contraint, à une profondeur importante z_2 = 300 nm (x_2 // [3, -2, 0], y_2, // [2, 3, 0], z_2 //[001].

- La figure 4b est le cliché 4a sur lequel on a ajusté des lignes de Holz positionnées par le logiciel "jems". La position de ces lignes permet de déterminer avec précision l'angle de demi-convergence du faisceau incident et la tension d'accélération (la méthode est ici similaire à celle utilisée dans le projet "STREAM").

- La figure 5a est un cliché CBED en axe de zone [230] dans le silicium déformé (diagramme « CBED » de type c pris à la profondeur z_2 = 140 nm).

- Sur la figure 5b, on a superposé à ce cliché des lignes issues de 3 simulations avec le logiciel " jems " :

  - le premier système de lignes représente la simulation du cliché de diffraction d'un cristal de silicium parfait désorienté de $+\theta_{max}$ par rapport à l'axe x_2// [3-20] ;

- le deuxième système de lignes représente la simulation du cliché de diffraction d'un cristal de silicium parfait désorienté de $-\theta_{max}$ par rapport à l'axe x_2// [3-20] ;
- le troisième système de lignes (en pointillées) représente la simulation du cliché de diffraction du cristal parfait non désorienté. On note par $\Delta\theta$, l'angle $2\theta_{max.}$.

- Les figures 6a à 6d illustrent la faisabilité de minimiser les coefficients d'élasticité du matériau. 3 paramètres ont été minimisés manuellement par essais/erreurs : la température de cohérence T_0 (température fictive où les deux matériaux seraient cohérents), le module d'Young E et les coefficients de Poisson ν.

Les carrés représentent les mesures expérimentales de l'angle $\Delta\theta$. Les courbes avec de nombreux points sont obtenues à partir des simulations par éléments finis et représentent l'angle $0{,}98\Delta\beta$ où $\Delta\theta = 2\ Beta_{max}$. Le critère de minimisation χ évalue la distance entre les angles $\Delta\theta$ mesurés et $0{,}98\Delta\beta$ calculés, à différentes profondeurs z_2 sous le siliciure et à différentes épaisseurs t de lame.

- La figure 6a : épaisseur de la lame t = 300 nm,

valeurs initiales des paramètres pris dans la littérature : T = 410°C, E = 150 GPa, n = 0,1

- La figure 6b : épaisseur de la lame t = 300 nm,

valeurs initiales des paramètres pris dans la littérature : T_0 = 410°C, E = 150 GPa, n = 0,1.

- La figure 6c : épaisseur de la lame t = 320 nm,

valeurs finales après une minimisation manuelle partielle : T_0 = 430°C, E = 115 GPa, n = 0,288.

- La figure 6d : épaisseur de la lame t = 320 nm,

valeurs finales après une minimisation manuelle partielle : T_0 = 430°C, E = 115 GPa, n = 0,288.

- La figure 7a est un diagramme de diffraction CBED obtenu pour une lame d'épaisseur t = 320 nm à la distance $-z_2$ = 84 nm de la surface.
- La figure 7b est un profil qui a été réalisé sur la bande de Holz (5,-3,7) de la figure 7a. L'écart angulaire $\Delta\theta_g$ est marqué par 2 traits verticaux et représente la largeur de la bande de Holz.
- La figure 7c est une simulation du profil de la figure 7b qui montre qu'il est possible de reproduire l'élargissement des lignes de Holz et les variations d'intensité $1 - A_g^2(\theta)$ dans les bandes de Holz. Cette simulation a utilisé les résultats du calcul par éléments finis qui est une illustration du point iv (constantes

élastiques optimisés et déplacement $R(y_1,z_1)$). $\Delta\theta_g$ est égal à 0,11°, ce qui correspond à une rotation d'axe x_2 d'angle $\Delta\theta = 0,14°$. Dans les calculs préliminaires, on n'a pris en compte que les largeurs $\Delta\theta_g$ d'axe x_2//[320]. Un algorithme de minimisation plus perfectionné chercherait à reproduire les courbes similaires à 7b dans leur ensemble, avec leur oscillation et non pas à reproduire seulement leur largeur $\Delta\theta_g$ à travers l'angle $\Delta\theta$.

- Les figures 8 à 8d illustrent un deuxième exemple expérimental, dans lequel le substrat A de silicium est surmonté d'une couche de $Si_{(1-x)}$ Ge_x, puis d'une couche de Si en surface. La figure 8a montre la lame fine d'épaisseur t. Les figures 8b à 8d sont des diagrammes de diffraction " CBED " respectivement dans la direction [230] à l'intérieur de la couche $Si_{(1-x)}$ Ge_x, dans le substrat Si loin de la zone déformée, et dans le substrat Si près de la zone déformée.

On présentera ci-après les quatre points précités de l'invention.

point (i) : La lame mince à géométrie contrôlée est extraite ou amincie dans le dispositif. Une lame à face parallèle est préférable mais pas indispensable. Un léger angle peut être présent. On a utilisé un faisceau d'ions focalisé 'FIB', mais des procédés alternatifs, classiques en préparation d'échantillons pour la microscopie électronique peuvent être utilisés (amincissement mécanique, clivage,...) mais la technique 'FIB' a l'avantage d'être rapide et de ne pas perturber mécaniquement le système ou dispositif et de contrôler entièrement les opérations.

point (ii) : Pour mesurer les déformations, on utilise par exemple un faisceau d'électrons convergent (CBED) en mode balayage. Un faisceau électronique de taille nanométrique est focalisé en différents points de l'échantillon de façon à cartographier les déformations complètes de la lame mince (figure 3). En chaque point un diagramme de diffraction 'CBED' est donc obtenu. Ce diagramme comporte de nombreuses lignes de Holz (plus de 10 lignes) qui correspondent chacune à un plan cristallographique indexé par un vecteur g du réseau réciproque. Il est préférable d'acquérir les diagrammes 'CBED' dans le substrat (partie a), car la partie b est généralement trop fine ou trop défectueuse pour que l'on puisse acquérir de bons clichés de diffraction dans cette zone b. Mais pour certains systèmes bien cristallisés, des clichés peuvent être obtenus dans la zone a et b. Ceci serait par exemple le cas si la couche a est du silicium et la couche b est composée de deux couches fines, une couche de $Si_{1-x}Ge_x$ (composition x faible en Ge, par exemple 10%) et une couche de S_i.

Pour une épaisseur de lame donnée et une température d'observation donnée tout un ensemble de clichés CBED est réalisé de façon à déterminer les rotations et paramètres cristallins du substrat.

point (iii) : En faisant varier l'épaisseur de lame (la technique 'FIB' permet de réaliser cela facilement) et la température d'observation dans le microscope, on obtient tout un ensemble de données expérimentales qui permettront (point iv) de calculer les constantes d'élasticité, le coefficient de dilatation de la partie B ainsi que les contraintes dans le dispositif initial non aminci. Dans le cas où la partie b est composée d'une couche homogène d'un matériau donné, il n'est pas nécessaire que les mesures soient réalisées sur une même lame successivement amincie à différentes épaisseurs. Travailler sur une lame unique augmente toutefois la précision et est indispensable dans le cas où le système est constitué d'un nanosystème (transistor par exemple) unique. Une seule épaisseur de lame ne permet pas de calculer correctement toutes les constantes du matériau. Une seule épaisseur de lame ne donne des informations que sur les contraintes du matériau (c'est le cas de l'étude de la courbure des tranches semiconductrices ou 'wafers' via la formule de Stoney). Les contraintes sont en partie relâchées par une courbure du substrat (voir par exemple : Measurement of elastic modulus, Poisson ratio, and coefficient of thermal expansion of on-wafer submicron films. Zhao, Jie-Hua; Ryan, Todd; Ho, Paul S.; McKerrow, Andrew J.; Shih, Wei-Yan. Journal of Applied Physics (1999), 85(9), 6421-6424)

point (iv) : Des simulations utilisant la théorie élastique sont ensuite effectuées pour reproduire les résultats expérimentaux. Dans des systèmes complexes seuls des calculs par éléments finis peuvent être réalisés. Dans des systèmes plus simples (partie B = couche mince) une formule analytique peut être implémentée. Les simulations reproduisent les phénomènes suivants :

- Dans le dispositif initial, les différentes parties sont contraintes ou partiellement contraintes – Le fait d'extraire une lame mince du dispositif initial relâche les contraintes sous la forme de rotation/changement de paramètres cristallins et c'est l'observation et la simulation de cette relaxation des contraintes qui nous permet de déterminer les caractéristiques de la partie B.

L'invention trouvera de nombreuses applications dans le traitement de surface de pièces mécaniques, d'optimisation de circuits électroniques (contact métallique, couche d'oxyde ...) ou dispositifs où la présence de deux matériaux différents crée nécessairement des contraintes mécaniques.

Le procédé selon l'invention est original bien qu'il fasse appel à des techniques ou des effets physiques bien connus :

- la technique du faisceau d'ions focalisé ou 'FIB' (Focus Ion Beam) pour la préparation d'échantillon.
- le faisceau convergent (CBED : Convergent Beam Electron Diffraction), une technique particulière à la microscopie électronique. Le projet STREAM (voir par exemple la publication 'Software for automation of TEM/CBED Methodology for strain determination' IST-19999-10341 STREAM Consortium - Deliverable D23) utilise une technique proche ('FIB', faisceau convergent, simulation), mais la technique mesure essentiellement des variations de paramètres cristallins alors que le procédé selon l'invention s'intéresse principalement aux rotations locales du réseau cristallin. De plus le projet STREAM ne cherche pas à mesurer des constantes élastiques, mais à mesurer des déformations contraintes dans des circuits intégrés.

Le projet STREAM ne mesurait que des variations de paramètres cristallins loin des deux parties A et B du dispositif et négligeait la relaxation des contraintes dans la lame mince. La détection de rotation du réseau cristallin selon l'invention permet d'être plus rapide, plus précis et de se rapprocher de l'interface entre les parties A et B.

La puissance du procédé selon l'invention a été montrée en analysant les déformations introduites par une couche de NiSi dans un circuit intégré (échantillon n°1, figure 2a). Ce système est relativement complexe, car il y a plusieurs contacts électriques, plusieurs matériaux présents. Pour être traité rigoureusement (ce qui est tout à fait possible), il faudrait tenir compte de toutes les composantes du système.

Dans une première analyse, on a supposé que la partie B pouvait être considérée comme une couche mince de taille latérale infinie surmontée par l'atmosphère (les couches situées au dessus de la couche NiSi étaient expérimentalement décollées, l'épaisseur de la couche mince a été mesurée égale à e=20nm (voir figure 2b).

On décrira ci-après de façon précise la réalisation des quatre points de la partie 3.

Pour cela, il faut définir différents repères géométriques.

$R_0 = (x_0, y_0, z_0)$ désigne le repère géométrique lié au microscope. L'axe z_0 est parallèle à l'axe optique du microscope, défini comme étant la direction moyenne selon laquelle les électrons se propagent avant l'échantillon. Les images ou les clichés de diffraction sont enregistrés dans le plan (x_0, y_0).

On définit également différents repères $R_c=(x_c,y_c,z_c)$, $R_1=(x_1,y_1,z_1)$, $R_2=(x_2,y_2,z_2)$, liés à la structure cristalline du substrat de silicium (partie A) :

$$x_c=[100],\ y_c=[010],\ z_c=[001]$$
$$\mathbf{x}_1=1/\sqrt{2}[1\bar{1}0],\quad \mathbf{y}_1=1/\sqrt{2}[110],\quad z_1=[001]$$
$$\mathbf{x}_2=1/\sqrt{13}[3\bar{2}0],\quad \mathbf{y}_2=1/\sqrt{13}[230],\quad z_2=[001]$$

Le repère R_2 se déduit du repère R_1 par une rotation d'axe [001], d'angle $\gamma=11.31°$. (voir schéma 2b). Les relations entre le repère du microscope et les repères cristallins dépendent de l'orientation de l'échantillon dans le microscope.

Point (i) : La lame mince à faces pratiquement parallèles à été réalisée avec un 'FIB' (voir remarques 1 et 2). La normale aux faces a été choisie très proche de la direction y_1, (figure 2b) (mais ici aussi une géométrie différente pourrait être choisie : par exemple y_2). Dans la première série d'expérience, l'épaisseur t de la lame a été de t=320nm. Cette épaisseur a été mesurée par une technique relativement classique de faisceau convergent - voir le livre 'Electron MicroDiffraction' de J.CH. Spence et J.M Zuo (Plenum Publishing Corporation).

Remarques : 1) L'écart de parallélisme a été mesuré par faisceau convergent et perte d'énergie. Ces techniques sont relativement classiques (cf. le livre précité 'Electron MicroDiffraction' de J.CH. Spence et J.M Zuo pour le faisceau convergent et le livre 'Energy-Filtering Transmisssion Electron Microscopy' de Reimer publié chez Springer Verlag pour les pertes d'énergie). On a donc mesuré l'épaisseur de la lame à différentes distances de la couche supérieure. On a trouvé que la lame supérieure fait un angle de 1.15° par rapport à la lame inférieure. Dans notre démonstration de faisabilité, cet angle a été négligé et on a considéré que la lame avait des faces parallèles. Mais il aurait été possible d'introduire cet angle dans les calculs d'éléments finis.

2) Le FIB est également capable de produire des lames avec un meilleur parallélisme.

Point (ii) : Les diagrammes 'CBED' ont été pris dans (ou très proche de) la direction d'orientation $y_2=[230]$, c'est à dire que y_2 est parallèle à z_0. C'est la direction utilisée dans le projet STREAM, (mais d'autres directions d'observation sont également possibles. L'obtention de diagrammes CBED dans différentes directions viendrait augmenter le nombre de données expérimentales). Typiquement, la taille du faisceau électronique a été prise égale à 0,4 nm, l'angle d'ouverture du faisceau est voisine de 15mrad. Lors d'un balayage, de 50 à 100 diagrammes CBED sont pris tous

les 4 nm dans une direction perpendiculaire à la surface (direction z_2), en partant de la surface, mais seulement une dizaine est retenue dans les calculs. La figure 3 indique la position selon l'axe z_2 où 5 de ces clichés expérimentaux ont été obtenus.

Plusieurs types de diagrammes CBED peuvent être définis :

a) Loin de l'interface entre les parties A et B, le substrat de silicium est, avec la précision de mesure, considéré comme non déformé (par exemple le diagramme $-z_2$=300nm de la figure 3a). Il peut servir de référence pour déterminer les paramètres expérimentaux comme cela est fait dans le projet STREAM.

b) En se rapprochant de l'interface, les lignes de Holz restent fines mais commencent à se déplacer légèrement : les paramètres cristallins du substrat subissent de très légères modifications. C'est l'effet mesuré et quantifié dans le projet STREAM.

c) Plus près de l'interface, les lignes de Holz s'élargissent (par exemple le diagramme $-z_2$=139nm de la figure 3a). Nous les appèlerons bandes de Holz. C'est l'effet qui est mesuré et quantifié ci-après.

d) Encore plus proche de l'interface, les lignes de Holz deviennent trop larges et trop faibles : les diagrammes 'CBED' ne contiennent plus assez de détails pour être quantifiés (par exemple le diagramme $-z_2$=70nm de la figure 3a).

Point (iii) :

Une fois cette série de mesures réalisée à l'épaisseur t=320nm, la lame a été amincie une nouvelle fois jusqu'à une épaisseur de t=300nm. Une deuxième série de mesures a alors été réalisée.

On a choisi 14 diagrammes pour la première épaisseur et 10 diagrammes pour la deuxième (voir figure 5). Ce nombre est suffisant pour reproduire les variations de la rotation.

Point (iv) :

On a utilisé le logiciel "jems" (P. Stadelmann, CIME-EPFL CH1015-LAUSANNE) pour reproduire la position des lignes de Holz des clichés CBED loin de l'interface (clichés CBED de type a), mais d'autres logiciels ou la théorie présentée dans le livre précité de Spence et Zuo pourraient être utilisés. Si l'on reporte ces lignes de Holz du substrat de silicium – le cristal de référence - sur les clichés CBED de type c, ces lignes se situent au milieu des bandes de Holz (la lame est homogène et symétrique). Les positions d'une des extrémités de ces bandes de Holz sont simulées dans le logiciel "jems" en désorientant le cristal de référence par une rotation d'angle $-\theta_{max}$, d'axe x_2 // [320] (lignes de la figure 5b). Les positions de la deuxième extrémité sont simulées dans le logiciel "jems" en désorientant le cristal de

référence par une rotation d'angle θ_{max}, d'axe x_2 // [3$\underline{2}$0] (lignes de la figure 5b). Une rotation d'angle $\Delta\theta = 2\theta_{max}$ permet donc de reproduire avec une bonne approximation, les largeurs $\Delta\theta_g$ variables des bandes de Holz.

Avant l'amincissement par la technique 'FIB', le substrat de silicium est contraint, mais généralement peu déformé. Après amincissement, les contraintes engendrées par l'interface entre les parties a et b sont relâchées. En chaque point de coordonnée (y_1, z_1), les éléments finis donnent donc un déplacement $R(y_1, z_1)$ de composantes u et v sur les axes y_1 et z_1. Ce déplacement peut être décomposé en une translation locale, une déformation $\varepsilon(y_1, z_1)$ et une rotation locale d'axe x_1 et d'angle $\beta(y_1, z_1)$:

$$\beta(y_1, z_1) = \frac{1}{2}\left(\frac{\partial v}{\partial y_1} - \frac{\partial u}{\partial z_1}\right)$$

Les simulations dans le logiciel jems indiquent que ce sont ces rotations locales $\beta(y_1, z_1)$ le long du faisceau d'électrons (direction z_0) qui sont la cause principale de l'élargissement des lignes de Holz en bandes de Holz. Une rotation d'axe x_1 et d'angle $\beta(y_1, z_1)$ peut être décomposée en 3 rotations d'axe x_2, d'angle $\theta(y_1, z_1)$, d'axe y_2, d'angle $\theta'(y_1, z_1)$ et z_2, d'angle $\theta''(y_1, z_1)$. Au premier ordre, seule la première de ces 3 rotations est importante et l'on a l'égalité :

$$\theta(y_1, z_1) = 0{,}98\ \beta(y_1, z_1)$$

En particulier, on a également montré que l'angle θ_{max} est au premier ordre égal à $0{,}98\beta_{max}$, où β_{max} est la valeur maximale de l'angle $\beta(y_1, z_1)$ le long du faisceau d'électrons, c'est à dire le long de y_2, ou ce qui revient au même à la valeur maximale de l'angle $\beta(y_1, z_1)$ le long de la direction de y_1 puisque notre lame est périodique en x_1 :

$$\theta_{max}(z_1) = 0.98\beta_{max}(z_1) = 0.98 \underset{y_1}{Max}(\beta(y_1, z_1))$$

Dans cette démonstration de faisabilité, on utilise cette propriété approchée pour optimiser les constantes du matériau. Chaque diagramme CBED pris à une profondeur z_2 est donc caractérisé par un seul paramètre $\Delta\theta(z_2) = 2\theta_{max}(z_2)$ (figure 3b).

Les courbes de la figure 6 tracent les valeurs $\Delta\theta$ mesurées expérimentalement et les valeurs $0{,}98*\Delta\beta$, (avec $\Delta\beta = 2*\beta_{max}$) déterminées à partir des calculs par éléments finis.

Les courbes calculées de la figure 6a et 6b utilisent des paramètres du matériau N_iS_i pris dans la littérature. Pour reproduire au mieux les courbes expérimentales, on a fait varier les paramètres du matériau N_iS_i dans le calcul des courbes calculées des figures 6c et 6d. Par essais/erreurs, on obtient les constantes de la couche NiSi (module de Young E et coefficient de Poisson ν (en se plaçant dans l'approximation isotrope).

On donnera maintenant quelques précisions sur l'utilisation des éléments finis. On a utilisé un logiciel du commerce. On s'est placé dans l'approximation des déformations planes.

Trois états particuliers sont importants.

état 1 : On a supposé qu'il existe une température $T_0=T_1+\Delta T$ à laquelle le substrat de Silicium et la couche de NiSi seraient cohérents, sans contrainte (cette température n'est pas forcément accessible, on pourrait la désigner comme 'la température fictive de cohérence').

état 2 : La lame mince d'épaisseur t, cohérente à la température T_0 est refroidie à la température expérimentale $T_1=T_0-\Delta T$. Les contraintes sont en partie relaxées à la surface de la lame mince.

On a utilisé les lois classiques de la mécanique des solides, pour déterminer les déplacements $R(y_1,z_1)$. En particulier la relation entre contraintes et déformations est donnée par :

$$\begin{pmatrix} \sigma_{y_1y_1} \\ \sigma_{z_1z_1} \\ \sigma_{y_1z_1} \end{pmatrix} = \frac{E}{(1+\nu)(1-2\nu)} \begin{pmatrix} 1-\nu & \nu & 0 \\ \nu & 1-\nu & 0 \\ 0 & 0 & 1-2\nu \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_{y_1y_1} \\ \varepsilon_{z_1z_1} \\ \varepsilon_{y_1z_1} \end{pmatrix} - \frac{E}{(1-2\nu)} \begin{pmatrix} \alpha \\ \alpha \\ 0 \end{pmatrix} \Delta T$$

où $\Delta T = T_0-T_1$. E est le module d'Young, ν le coefficient de Poisson, α le coefficient de dilatation thermique. Ces relations s'appliquent dans le substrat de Si (E_A=156GPa, ν_A=0,277 et α_A=2,6e-6 K^{-1}) et dans la couche mince de NiSi (E_B, ν_B α_B et ΔT ont été optimisés en minimisant la distance χ entre les courbes expérimentales et calculées (voir figure 6)) en utilisant l'hypothèse des déformations planes. Les déformations sont calculées dans le plan défini par la direction des électrons incidents y_1 // z0 et l'axe z_1.

État 3 : Avant extraction de la lame, le système était beaucoup plus contraint car les contraintes ne sont pas relâchées par les surfaces. Une fois les paramètres (par exemple le coefficient d'élasticité et le coefficient de dilatation thermiques) évalués, on peut grâce au présent procédé, évaluer les contraintes dans le

circuit intégré avant amincissement. Les contraintes dans le transistor sont calculées en utilisant les constantes optimisées : ce sont les contraintes prises au milieu d'une lame de très grande épaisseur t_0 ou celles d'une lame périodique d'épaisseur infinie.

Remarques :

R1) Pour le point (iv), dans cette démonstration de faisabilité, on a ajusté manuellement les constantes d'élasticité, mais une optimisation automatique est possible.

R2) *Pour* le point (iv), on avons également utilisé la relation approchée : $\theta_{max} = 0.98\ \beta_{max}$, c'est à dire que l'on n'a pris en compte que la largeur totale $\Delta\theta_g$ des bandes de Holz. Un ajustage plus précis mais plus long consisterait à reproduire les bandes de Holz dans leur ensemble. Chaque diagramme CBED ne serait plus alors caractérisé par une seule valeur $\Delta\theta$ mais par un ensemble de profils identiques à ceux réalisés à la figure 7b.

Ces profils représentent en fait la fonction $1\text{-}A_g^2(s)$ où $A_g(s)$ est l'amplitude de la fonction d'onde diffractée par les plans d'indice g et s mesure l'écart à la loi de Bragg pour ces plans g. Comme expliqué dans le livre précité de Spence et Zuo, s et θ sont reliés par une formule simple et différentes approximations peuvent être réalisées pour calculer $A_g(s)$. On a montré que pour les lignes fines de Holz de diagrammes CBED pris dans la direction y_2//[230], une approximation deux ondes ou une approximation cinématique donnent le même résultat physique. Dans l'approximation cinématique :

$$A_g(s,z_2) = \frac{i\pi}{\xi_g}\int_0^t \exp(-2\pi i\,\mathbf{gR}(y_2,z_2)\exp(-2\pi i\,s\,y_2)\,dy_2$$

Le paramètre à minimiser serait dans ce cas la somme des distances entre des courbes du type de la figure 7b et 7c. L'intérêt de la formule précédente est que non seulement les rotations, mais également les déformations sont prises en compte dans le terme $R(y_2,z_2)$ (même si on a montré que l'effet essentiel dans l'élargissement des bandes de Holz est celui dû aux rotations locales).

R3) Les points (i) et (ii) ont été également réalisés sur l'échantillon n°2 décrit dans la partie 3.

R4) A différentes températures, le principe de la méthode reste similaire et est relativement classique dans la mesure des déformations. Introduire des mesures à différentes températures revient à augmenter le nombre de données

expérimentales et le nombre de paramètres à optimiser : la méthodologie est tout à fait similaire.

REVENDICATIONS

1. Procédé de détermination d'au moins une caractéristique mécanique d'au moins une couche disposée à la surface d'un substrat caractérisé en ce qu'il comporte :

a) la réalisation d'une lame (L) d'épaisseur t, notamment suffisamment faible pour relâcher les contraintes dans ladite lame et ayant deux faces sensiblement parallèles et disposées sensiblement perpendiculairement à ladite surface de substrat ;

b) la mesure sur ladite lame d'au moins un paramètre de déformation du substrat à différentes profondeurs par rapport à la surface ;

c) la détermination à partir au moins dudit paramètre de déformation, d'au moins une caractéristique mécanique de ladite couche.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il comporte la réalisation de plusieurs lames (L_1, L_2 ...) d'épaisseurs différentes ainsi que la mise en œuvre de l'étape b sur chacune desdites lames (L_1, L_2 ...).

3. Procédé selon une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que pour au moins une lame, l'étape b est répétée à au moins deux températures différentes.

4. Procédé selon une des revendications précédentes, caractérisé en ce que ladite mesure est réalisée en générant pour des points du substrat situés à différentes profondeurs des diagrammes de diffraction d'un faisceau électronique convergent comportant des lignes de Holz.

5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que ladite détermination comporte le relevé de la largeur des lignes de Holz d'au moins certains desdits diagrammes pour au moins un plan cristallographique du substrat.

6. Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que l'étape c met en œuvre à partir de la largeur desdites lignes de Holz correspondant audit plan cristallographique, le calcul pour chaque diagramme d'une rotation maximale β_{max} le long de l'axe du faisceau d'électrons.

7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que l'étape c met en œuvre le tracé d'au moins une courbe représentant une dite rotation maximale en fonction de la profondeur à laquelle ont été obtenus lesdits diagrammes.

8. Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce que l'étape c met également en œuvre par simulation le tracé de courbes représentant la rotation maximale en fonction de la profondeur pour des valeurs possibles du module d'Young et/ou du coefficient de Poison, et la minimisation de l'écart entre les courbes simulées et les courbes expérimentales pour déterminer le module d'Young et/ou le coefficient de Poisson de ladite couche.

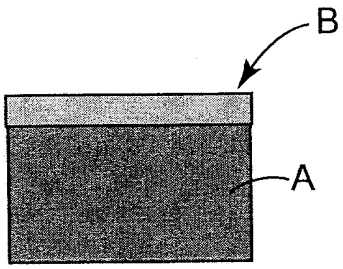


FIG. 1a

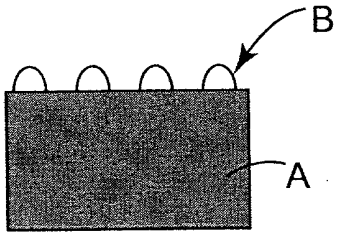


FIG. 1b

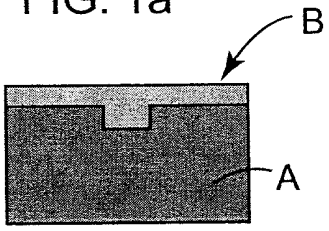


FIG. 1c

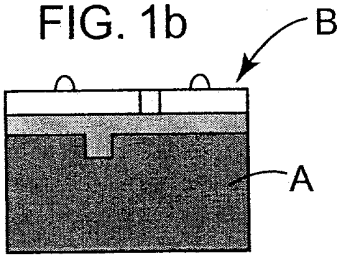


FIG. 1d

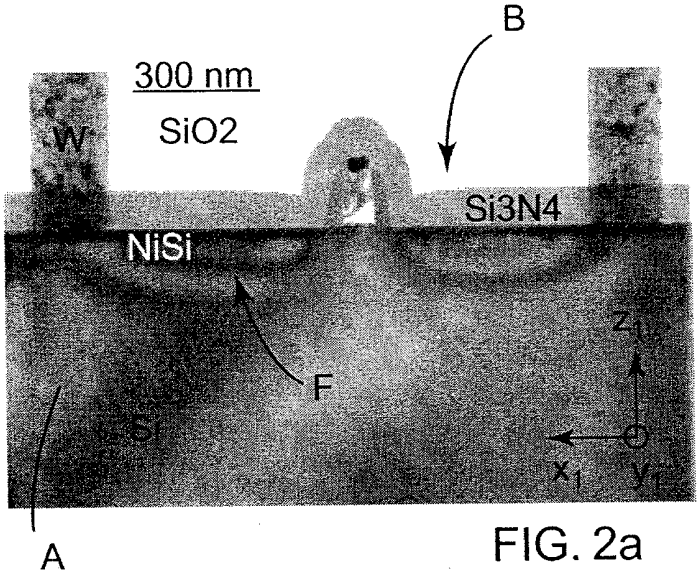


FIG. 2a

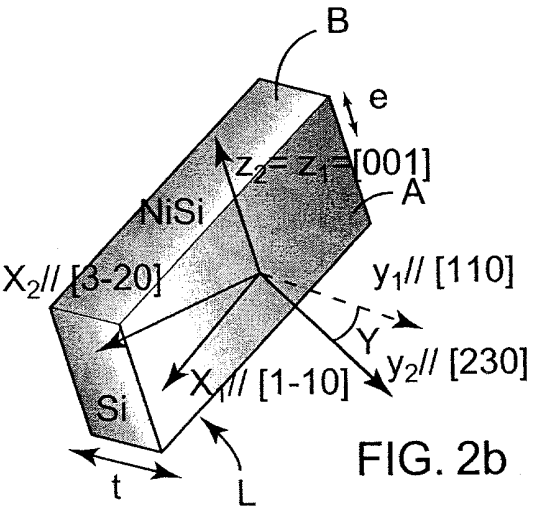


FIG. 2b

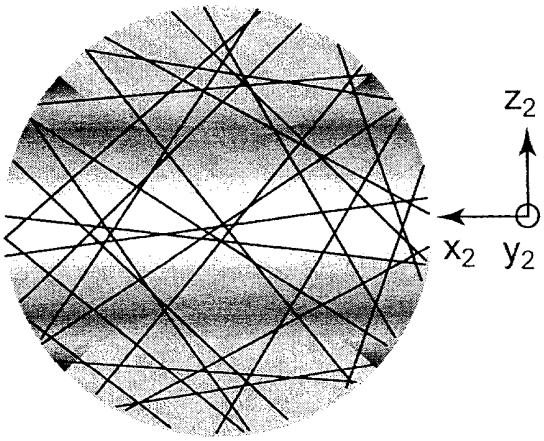


FIG. 4a

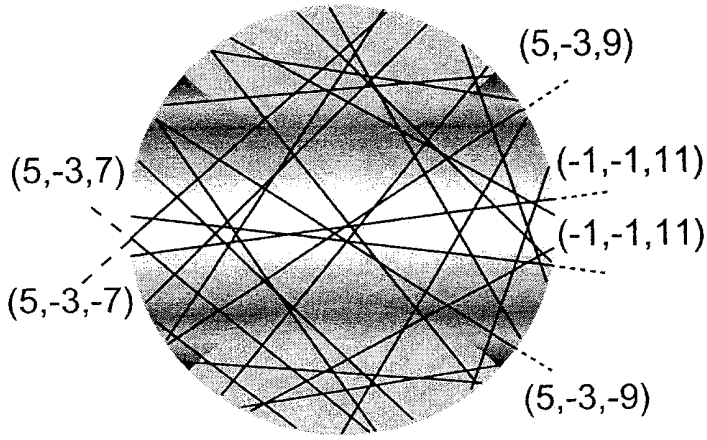


FIG. 4b

FIG. 3a

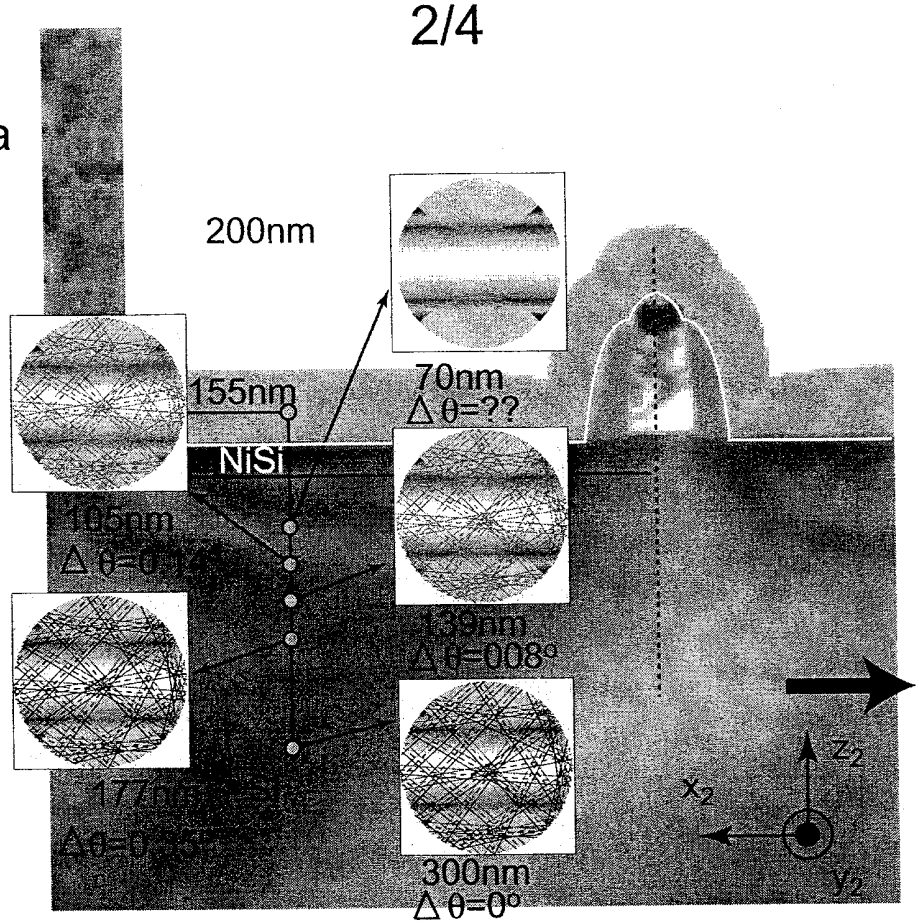


FIG. 3b

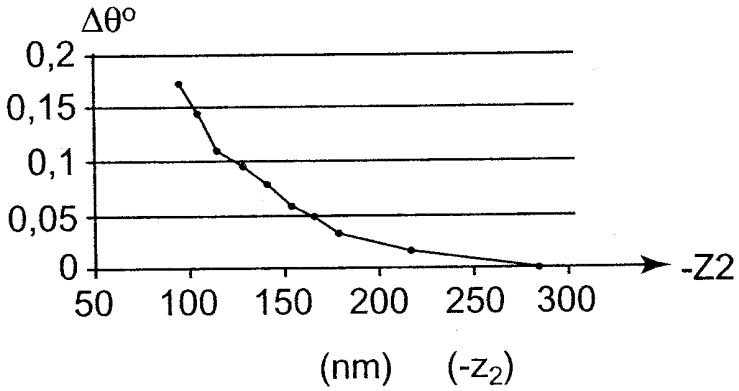
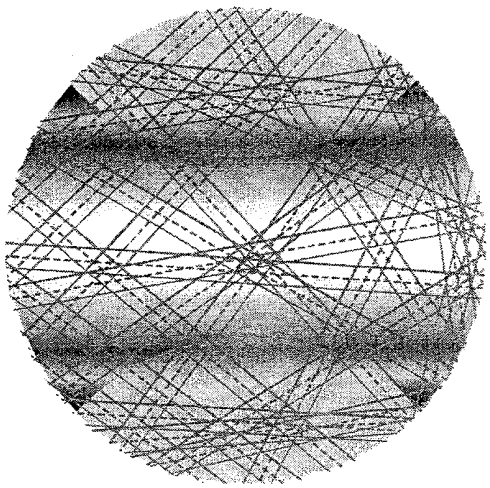


FIG. 5a



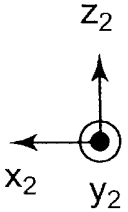


FIG. 5b

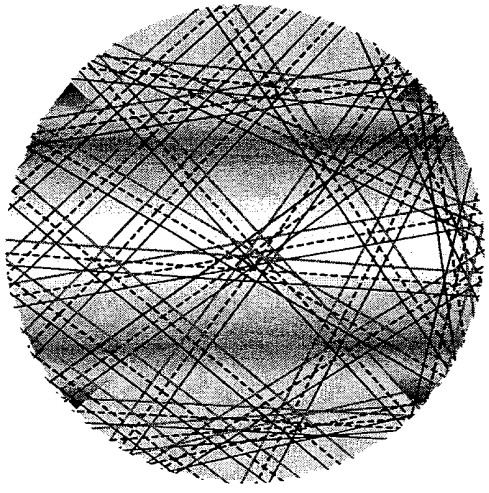


FIG. 6a

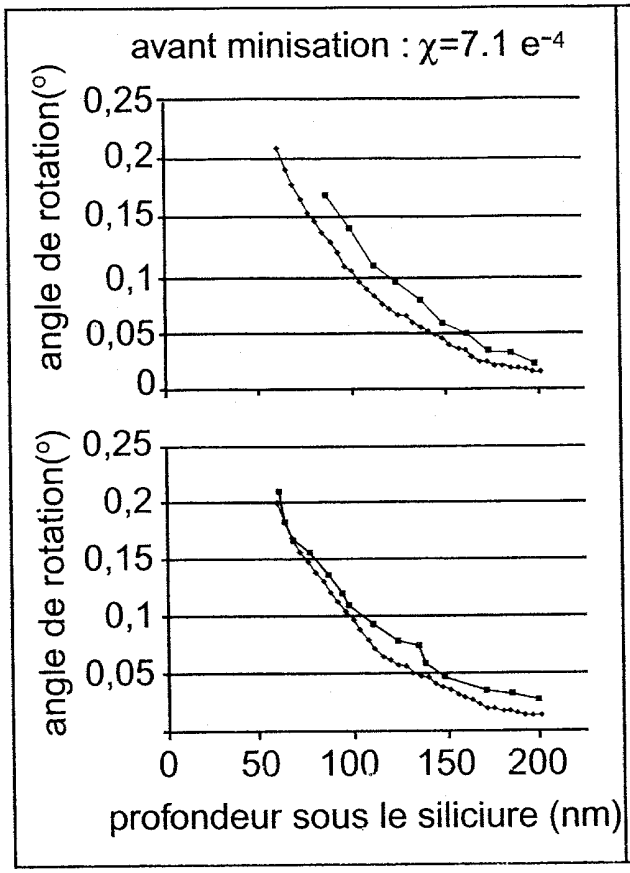


FIG. 6b

FIG. 6c

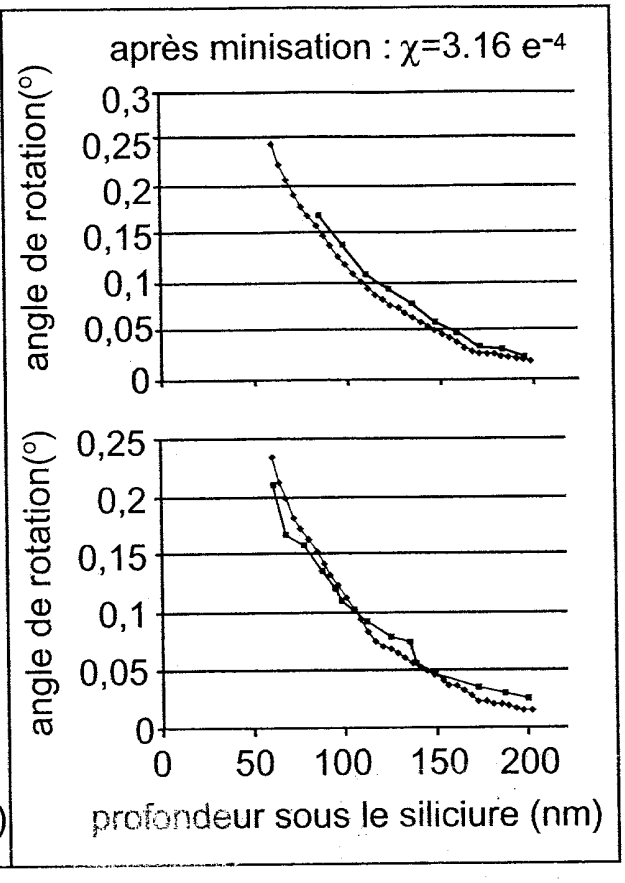


FIG. 6d

FIG. 7

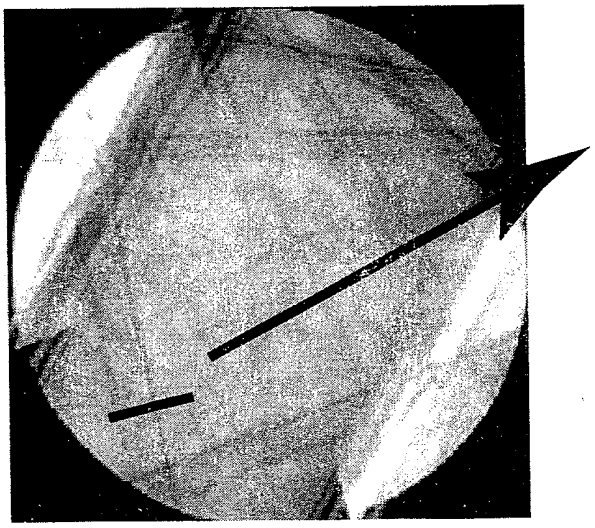
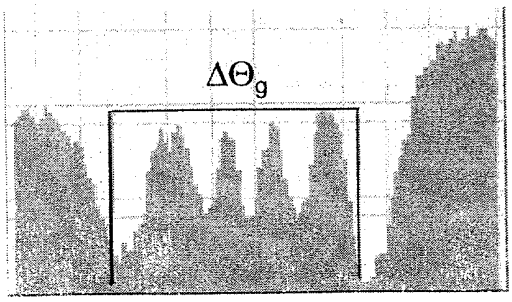


FIG. 7b



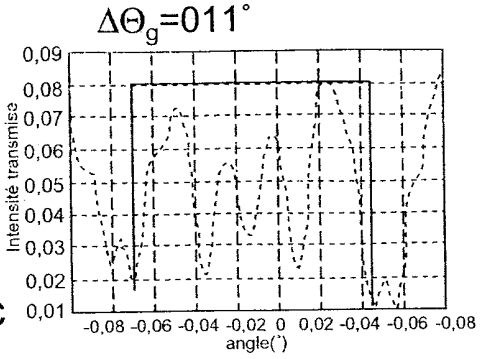


FIG. 7c

FIG. 8a

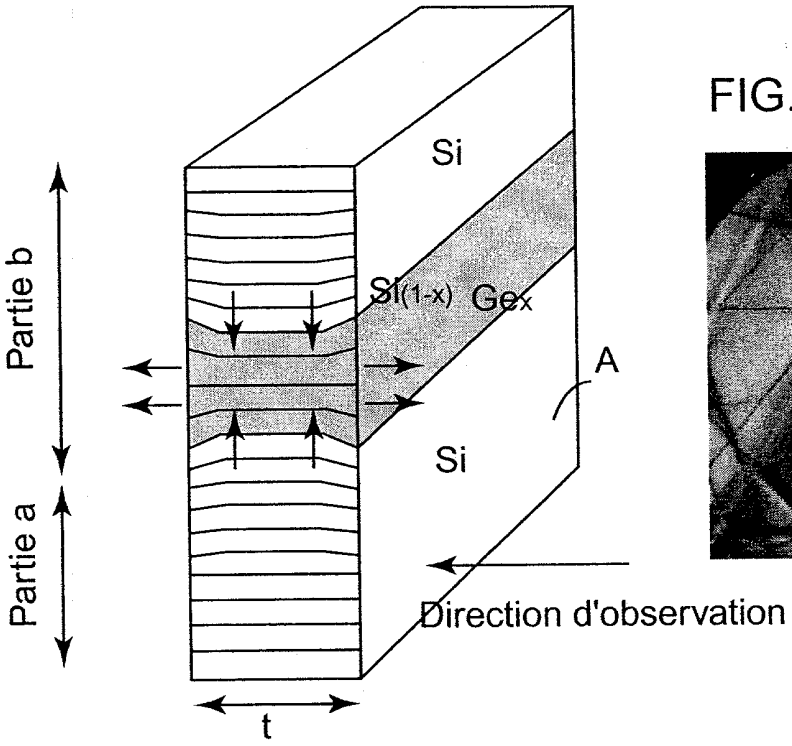


FIG. 8b

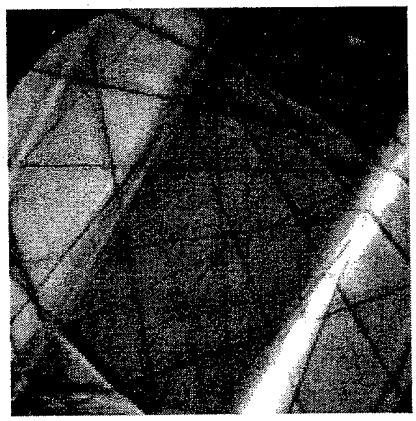


FIG. 8c

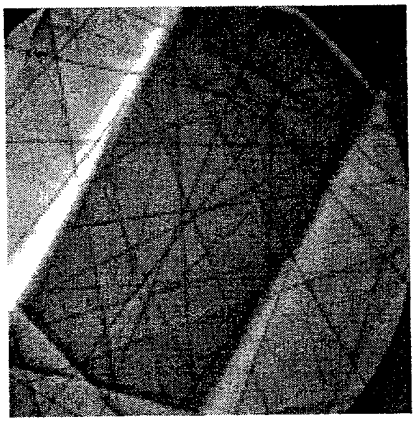
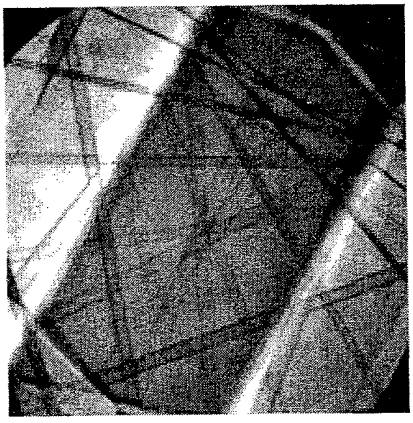


FIG. 8d



INPI
INSTITUT NATIONAL DE LA PROPRIETE INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement national

FA 638133
FR 0308782

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
X	ARMIGLIATO A ET AL: "APPLICATION OF CONVERGENT BEAM ELECTRON DIFFRACTION TO TWO-DIMENSIONAL STRAIN MAPING IN SILICON DEVICES" APPLIED PHYSICS LETTERS, AMERICAN INSTITUTE OF PHYSICS. NEW YORK, US, vol. 82, no. 13, 31 mars 2003 (2003-03-31), pages 2172-2174, XP001166504 ISSN: 0003-6951 * le document en entier * ---	1-7	G01N23/00
X	LI B ET AL: "A Study of Residual Strain in a K2O.6TiO2W/Al Composite by Using Convergent Beam Electron Diffraction" SCRIPTA MATERIALIA, ELSEVIER, NEW YORK, NY, US, vol. 38, no. 9, 3 avril 1998 (1998-04-03), pages 1419-1425, XP004325156 ISSN: 1359-6462 * page 1420, alinéa 3 - page 1425 * ---	1-8	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (Int.CL.7)
X	GAMBETTA F ET AL: "Large angle convergent beam electron diffraction strain measurements in high dose helium implanted silicon" MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING B, ELSEVIER SEQUOIA, LAUSANNE, CH, vol. 71, no. 1-3, février 2000 (2000-02), pages 87-91, XP004185754 ISSN: 0921-5107 * page 87, colonne de droite, dernier alinéa - page 90, colonne de gauche, alinéa 1 * --- -/--	1	G01N H01J

Date d'achèvement de la recherche	Examinateur
19 mars 2004	Huenges, A

CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS

X : particulièrement pertinent à lui seul
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie
A : arrière-plan technologique
O : divulgation non-écrite
P : document intercalaire

T : théorie ou principe à la base de l'invention
E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.
D : cité dans la demande
L : cité pour d'autres raisons

& : membre de la même famille, document correspondant

EPO FORM 1503 12.99 (P04C14)

INPI
INSTITUT NATIONAL DE LA PROPRIETE INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement national

FA 638133
FR 0308782

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
A	WAKAYAMA Y ET AL: "STRAIN DISTRIBUTION NEAR SI/NISI2 INTERFACE MEASURED BY CONVERGENT BEAM ELECTRON DIFFRACTION" JAPANESE JOURNAL OF APPLIED PHYSICS, PUBLICATION OFFICE JAPANESE JOURNAL OF APPLIED PHYSICS. TOKYO, JP, vol. 35, PART 2, no. 12B, 15 décembre 1996 (1996-12-15), pages L1662-L1665, XP000735155 ISSN: 0021-4922 * le document en entier *	1-8	

DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (Int.CL.7)

1

Date d'achèvement de la recherche	Examinateur
19 mars 2004	Huenges, A

CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS

X : particulièrement pertinent à lui seul
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie
A : arrière-plan technologique
O : divulgation non-écrite
P : document intercalaire

T : théorie ou principe à la base de l'invention
E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.
D : cité dans la demande
L : cité pour d'autres raisons

& : membre de la même famille, document correspondant

EPO FORM 1503 12.99 (P04C14)