

# Influence des paramètres puissance source et bias sur la gravure ICP-RIE plasma d'une couche mince suivie par interférométrie LASER

D. Constantin<sup>a</sup>, C. Petit-Etienne<sup>b</sup>, A. Bsiesy<sup>a</sup>

<sup>a</sup> CIME Nanotech, Pôle CNFM Grenoble, Univ. Grenoble Alpes, F-38000, Grenoble, France

<sup>b</sup> Univ. Grenoble Alpes, CNRS, CEA/LETI-Minatec, Grenoble INP, LTM, F-38054 Grenoble-France

Contact email : delphine.constantin@univ-grenoble-alpes.fr

Le CIME Nanotech, Centre Interuniversitaire de Microélectronique et Nanotechnologies, pôle du GIP CNFM (1) de Grenoble, répond aux besoins en formation expérimentale et pratique dans les domaines de la microélectronique et des nanotechnologies au travers de ces huit plateformes. L'offre de travaux pratiques sur la plateforme Salle Blanche, jusqu'alors orientée filière de fabrication de dispositifs micro- et nano-électroniques, propose désormais un travail pratique sur les plasmas appliqués à la gravure ionique réactive de couches minces sur un équipement de type industriel, suivie par interférométrie laser.

## I. Introduction

Les équipements de gravure de matériaux dans le domaine de la microélectronique doivent répondre à des exigences très nombreuses, comme par exemple l'uniformité, la vitesse de gravure, la sélectivité, la taille des substrats acceptés, les épaisseurs de couches, la nature des matériaux. Ce travail pratique permet de mettre en œuvre un réacteur de type industriel à plasma froid, basse pression, pour la gravure de couches minces, et d'étudier l'influence des paramètres puissance « source » et « électrode bias » sur cette gravure par plasma. Le matériau à graver est une couche de dioxyde de silicium thermique, réalisée par croissance sous flux de dioxygène à 1050°C sur des substrats de silicium, dans les fours d'oxydations équipant la salle blanche du CIME Nanotech.

## II. Le plasma

On désigne communément un plasma comme le 4<sup>ème</sup> état de la matière ; quasi-neutre, il est constitué de particules chargées (ions et électrons) et de molécules neutres, ayant un comportement collectif et une réactivité significative. Tout procédé de production de plasma nécessite un apport d'énergie en quantité suffisante pour induire une ionisation au sein d'une population d'atomes ou de molécules (2).

Un plasma se caractérise par une densité (la densité des ions positifs est égale à la somme de la densité des électrons et des ions négatifs, imposé par la neutralité électrique, propriété macroscopique du plasma), un degré d'ionisation, une température électronique ( $T_e$ ) et ionique ( $T_i$ ), une longueur de Debye, une fréquence plasma, une gaine ionique, un potentiel plasma (3). Il existe deux types de plasmas : (i) les plasmas chauds, fortement

ionisés où  $T_e$  est très grande ( $>10^7$  K), à l'équilibre thermodynamique (toutes les espèces ont la même température) ; (ii) les plasmas froids, faiblement ionisés, présentant une densité électronique faible. Parmi les plasmas froids, il existe des plasmas à l'équilibre thermodynamique où les températures des espèces neutres, ioniques et électroniques sont proches, et des plasmas hors équilibre thermodynamique pour lesquels les températures sont différentes ( $T_e \gg T_i$ ), généralement basse pression. C'est à ces derniers que nous nous intéressons.

Les forces mises en jeu dans les plasmas sont essentiellement électrique et magnétique. La plupart des procédés plasma reposent sur des réactions dans le volume plasma et/ou à l'interface avec le substrat, dépendant directement de la densité de particules chargées (ionique pour de la pulvérisation, électronique pour ioniser un gaz, ionique et électronique pour graver un matériaux). Dans les plasmas basse pression, la puissance injectée est surtout transférée aux électrons, particules plus légères et plus sensibles aux champs électriques hautes fréquences que les ions ; ces derniers, plus lourds, répondent quant à eux à une moyenne temporelle du champ.

### III. Les réacteurs de gravure ionique réactive

La gravure par plasma utilise une décharge lumineuse établie à faible pression pour générer des espèces chimiquement actives à partir d'un gaz. Un électron qui collisionne avec une molécule de gaz cause des dissociations qui donnent lieu à (i) des radicaux libres, espèce chimique possédant un ou plusieurs électrons non appariés sur sa couche externe et conférant à ces molécules une grande instabilité: elles ont la possibilité de réagir avec de nombreux composés; les radicaux libres ne sont pas affectés par le champ électrique induit dans la chambre de réaction, ils diffusent vers la cible selon des directions aléatoires et sont très réactifs chimiquement et spontanément; ils représentent l'espèce prépondérante dans le plasma et sont responsables de la chimie de surface ; (ii) des ions, très sensibles au champ électrique, donc dirigés vers l'électrode; ils ne sont pas responsables des réactions chimiques mais jouent un rôle majeur dans la vitesse de gravure et l'anisotropie ; la gravure ionique résulte donc des ions, dirigés vers la cible à traiter qui, s'ils possèdent une énergie suffisante, donnent lieu à une réaction « mécanique » (pulvérisation physique); la gravure résultante est verticale (anisotropie importante) mais sans sélectivité.

La combinaison de ces deux mécanismes de gravures, à savoir un mécanisme chimique (neutres et radicaux) à l'origine de la sélectivité et un mécanisme physique (bombardement ionique) à l'origine de l'anisotropie, conduit à la gravure ionique réactive RIE (Reactive Ion Etching) ou, autrement dit, à la gravure chimique assistée par les ions, Fig.1.

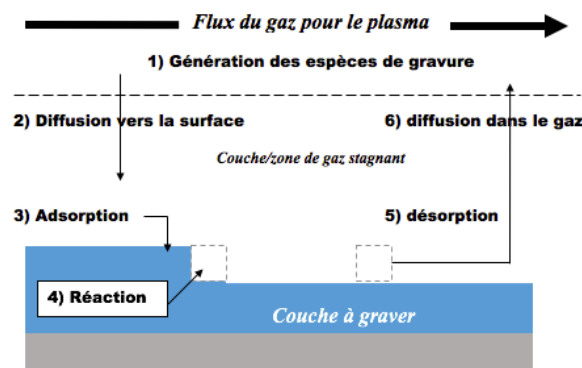


Fig.1. Mécanisme d'une gravure RIE par plasma.

A l'origine, les réacteurs utilisés pour la gravure plasma sont de type capacitif (voir figure 2.a). La gravure s'opère dans un réacteur à électrodes parallèles ; l'une d'elle est reliée à la masse, l'autre qui supporte le plasma, est reliée au générateur Haute fréquence RF (RadioFréquence à 13,56MHz) par l'intermédiaire d'un adaptateur d'impédance. La tension RF appliquée entre les deux électrodes permet d'allumer le plasma et le champ alternatif permet aux électrons présents de gagner suffisamment d'énergie pour ioniser les molécules de gaz introduit dans l'enceinte sous pression contrôlée. Les électrons, ainsi libérés, vont à leur tour participer à l'ionisation du gaz et se multiplient lors des collisions ionisantes, assurant le maintien de la décharge lumineuse. La densité et la température du plasma généré vont dépendre de la puissance RF appliquée mais aussi de la pression dans le réacteur. Le plasma est séparé des électrodes et des parois du réacteur par des « gaines » ; ce sont ces gaines qui déterminent l'énergie des ions.

La nécessité de gravures encore plus anisotropes et sélectives a conduit au développement de réacteurs ayant des sources à haute densité électronique ( $10^{11} \text{ e/cm}^3$ ) tels que les sources inductives ICP (Inductively Coupled Plasma), Fig.2.b. La technologie ICP-RIE est basée sur l'utilisation d'une source qui génère un plasma de haute densité due au couplage inductif entre l'antenne radiofréquence et le plasma. L'antenne, localisée dans la région où le plasma se forme, crée un champ magnétique alterné et induit un champ électrique, excitant les électrons qui participent à l'ionisation des molécules de gaz et des atomes, à basse pression. L'énergie des ions peut être réglée séparément en appliquant une tension de polarisation (bias, DC, ou RF) sur le substrat à traiter.

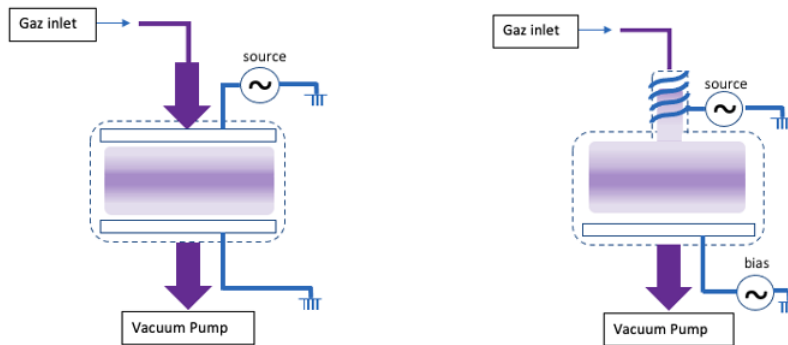


Fig.2. a. Schéma d'un réacteur RIE

b. Schéma d'un réacteur avec source ICP et

Bias

Le gaz est introduit dans la chambre et sous l'action de l'alimentation radiofréquence il est converti en un plasma qui réagira avec la surface de l'échantillon, maintenu sur l'électrode inférieure ; les produits chimiques formés sont volatiles et sont extraits par le pompage.

#### IV. Partie expérimentale et équipement mis en œuvre

Le travail expérimental s'effectue sur l'équipement 200IL ICP-RIE de marque Corial®, Fig.3. Il est équipé d'une source plasma inductive ICP ; le réacteur est entouré d'une antenne alimentée par un générateur LF à 2 MHz (Low Frequency, fréquence plus basse comparativement à celle de la source RF bias à 13,56 MHz), de puissance source comprise entre 0 et 1000W, via une boîte d'accord. La plaque à graver est clampée sur une électrode (cathode) couplée capacitivement à un générateur RF à 13,56 MHz, via une boîte d'accord, et délivrant une puissance de polarisation variant entre 0 W et 600 W, appelée puissance bias RF. Cette puissance est utilisée pour accélérer les ions du plasma perpendiculairement à la plaque. Une tension d'autopolarisation correspondant à l'énergie des ions s'établit au

niveau de la plaque (de l'ordre de quelques centaines de Volts). Les plasmas produits, de haute densité, permettent de travailler sur une large gamme de pression (1 à 50 mTorr) avec des vitesses de gravure rapides, et ce pour des substrats de 2, 4, 6 et 8 pouces de diamètre.

L'équipement est composé d'un sas de chargement pour amener le substrat dans le réacteur tout en gardant la chambre de gravure sous vide ; le vide est assuré par l'association d'une pompe primaire et d'une pompe turbo-moléculaire.

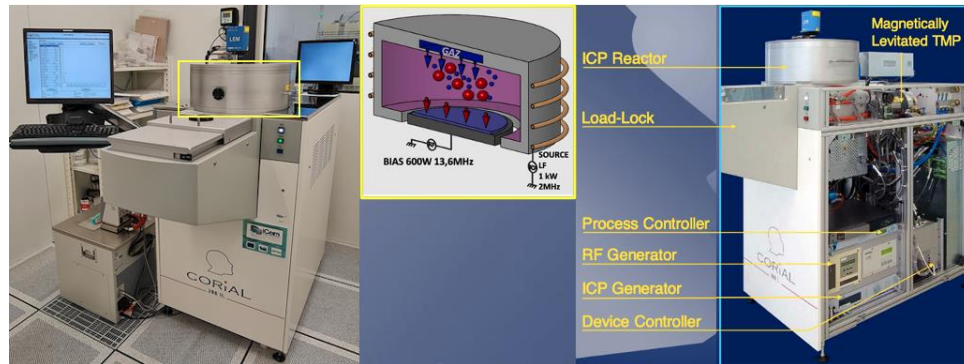


Fig.3. Équipement ICP 200IL Corial®.

La vitesse de pompage permet de travailler avec des débits de gaz élevés, ce qui augmente la vitesse de gravure tout en maintenant des pressions de travail adaptées aux procédés de gravure (quelques mTorr). La pression est régulée par une vanne motorisée asservie pour conserver la valeur de la pression demandée au cours du procédé. La cathode est maintenue à une température de 20 °C grâce à un *chiller* (système de refroidissement externe à l'équipement) ; le porte-substrat (navette) et la plaque à graver sont maintenus à une température inférieure à 100°C par un flux d'Hélium de 2 Torr.

Ce réacteur est équipé de 8 lignes de gaz :  $\text{BCl}_3$ ,  $\text{Cl}_2$ ,  $\text{C}_2\text{H}_4$ ,  $\text{CHF}_3$ ,  $\text{SF}_6$ ,  $\text{O}_2$ ,  $\text{Ar}$ ,  $\text{He}$  ; chacun d'entre eux est injecté avec un flux contrôlé par un débitmètre massique. Ils permettent une « chimie chlorée » pour la gravure des matériaux III-V, une « chimie fluorée » pour la gravure du silicium et des diélectriques, une chimie de type « stripping » pour les retraits de polymères (résine).

Un interféromètre laser de longueur  $\lambda = 670\text{nm}$  est installé au-dessus du réacteur via un port équipé d'un hublot ; il permet de suivre la gravure de la couche supérieure de la plaque visée par le laser, et le suivi dans le temps des interférences constructives et destructives issues de la réflexion des rayons laser à la surface et à l'interface de la couche à graver.

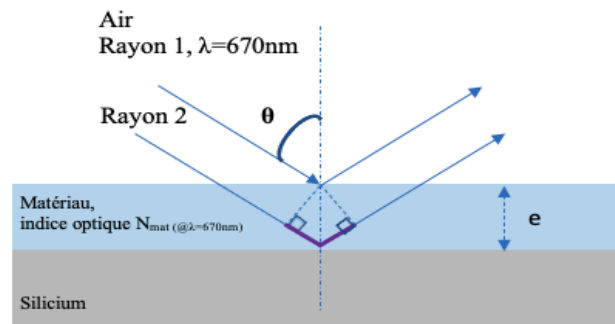


Fig.4. Illustration de la différence de chemin optique  $\delta$  parcouru entre 2 rayons laser.

Si on considère 2 rayons parallèles frappant la surface et l'interface d'une couche mince et d'épaisseur  $e$ , le chemin supplémentaire  $\delta$  parcouru par le second rayon est :

$$\delta = 2e \sin\theta \quad [1]$$

Dans notre cas, le laser est placé en incidence normale,  $\theta = 0^\circ$  et  $\delta = 2e$ .

La condition de Bragg qui satisfait aux interférences constructives et destructives issues des réflexions des rayons dans le matériau d'indice optique  $N_{\text{mat}}$  est :

$$\delta = n \lambda / N_{\text{mat}} \quad [2]$$

Où  $n$  est un entier. La différence de phase entre les deux rayons vaut :

$$\Delta\Phi = 2\pi \frac{\delta}{\lambda} N_{\text{mat}} \quad [3]$$

Les interférences seront constructives lorsque cette différence de chemin introduit un déphasage multiple de  $2\pi$ . Le signal interférométrique, dont l'intensité est suivie dans le temps, présentera des périodes :

$$p = \lambda / (2N_{\text{mat}}) \quad [4]$$

La durée d'une période correspondra à la gravure d'une épaisseur égale à  $\lambda / (2N_{\text{mat}})$  ; pour observer une période révolue, l'épaisseur de la couche à graver devra être supérieure à cette valeur. Ainsi, la vitesse de gravure du matériau pourra être déterminée ; la durée des oscillations donnera la durée totale de la gravure. Lorsque les oscillations du signal interférométrique se modifient (en période et en intensité), cela indique la fin de la gravure de la couche supérieure visée par le laser.

Des substrats de silicium oxydés d'épaisseur 530 nm (d'indice optique 1,46 à 670 nm) sont introduits et gravés chacun leur tour avec 4 recettes différentes en termes de puissance source (LF, puissance dans l'antenne) et puissance au niveau du porte-substrat (RF, puissance bias). Les débits des gaz qui sont utilisés pour ces recettes sont : 4 sccm de  $C_2H_4$ , 30 sccm de  $CHF_3$  et 5 sccm de He. La pression dans le réacteur est fixée à 3 mTorr.

## V. Résultats

L'évolution de l'épaisseur de gravure est contrôlée par un signal interférométrique, représentée figure 5.a. Une fois la plaque gravée, l'historique de la gravure est consulté, (voir figure 5.b) pour déduire d'une part la durée de l'étape de gravure nécessaire au retrait total de la couche de  $SiO_2$  et d'autre part la durée d'une période du signal interférométrique.

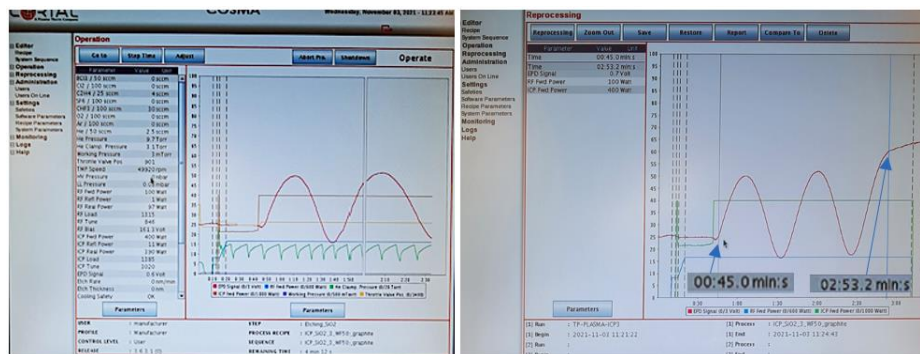


Fig.5. Gravure TP ICP 3 a. suivi du signal interférométrique ; b. Historique et reprocessing.

Les paramètres utilisés et les résultats obtenus sont présentés dans le tableau ci-après :

TABLEAU 1. Paramètres de gravure et résultats.

Nom de la recette	Puissance LF (source)	Puissance RF (Bias)	Durée de la gravure (sec)	Vitesse de gravure (nms <sup>-1</sup> )
TP ICP 1	800 W	150 W	92	5,4
TP ICP 2	800 W	100 W	113	4,4
TP ICP 3	400 W	100 W	128	4,1
TP ICP 4	400 W	150 W	116	4,3

A partir du graphique Fig.5.b, correspondant au procédé de la recette *TP ICP 3*, on mesure une période d'une durée de 55 secondes, qui correspond à la gravure de 229,4 nm de SiO<sub>2</sub> d'après la formule [4]. La durée totale de la gravure de la couche de SiO<sub>2</sub> est de 128 secondes, donnant pour vitesse de gravure 4,1 nm/s.

On observe que la vitesse de gravure est la plus rapide pour le procédé utilisant les puissances les plus élevées. La recette qui met en jeu les puissances les plus basses donne lieu à la vitesse de gravure la plus lente. Dans un procédé de gravure à puissance source élevée, l'influence de la puissance bias est très marquée : entre une gravure avec une puissance bias à 150W et une à 100W, la vitesse de gravure chute quasiment de 20%. Graver avec une puissance source élevée mais avec une puissance bias trop faible ne permet pas d'augmenter significativement la vitesse de gravure.

La puissance de la source ICP LF influe sur la densité du plasma : plus celle-ci est importante, plus la gravure sera rapide. La puissance du bias RF influe sur l'énergie des ions : plus celle-ci est importante, plus la gravure est rapide et anisotrope. Dans le plasma, les gaz fluorocarbonés vont réagir chimiquement avec le silicium, et l'action « physique » des ions, due à l'accélération par la puissance bias, va également participer à la gravure. Des molécules volatiles SiF<sub>4</sub> vont être formées, ainsi que des molécules de CO<sub>2</sub>, CO et H<sub>2</sub>O.

## VI. Résultats pédagogiques

Ce cycle de travaux pratiques est opérationnel depuis 2020. Les étudiants de Master 2 (5ème année de Polytech Grenoble, département matériaux), qui représentent une trentaine d'étudiants, ont expérimenté ce nouveau TP en salle blanche dans le cadre de la formation initiale et en lien avec le cours théorique portant sur module Plasma et les interactions avec les surfaces. Cette expérience concluante a été reconduite en 2021 avec une nouvelle promotion qui a été réduite à 20 étudiants en raison des circonstances sanitaires.

Ce TP innovant a été très apprécié aussi bien par les étudiants que par le corps enseignant et continuera à faire partie de la maquette du module. Des étudiants brésiliens devraient

être intégrés dans la prochaine promotion dans la mesure où les restrictions sanitaires seront levées.

## **VII. Perspective**

Ce travail pratique pourra être enrichi expérimentalement par la gravure de plaques oxydées sur lesquelles une étape de photolithographie aura été faite (par les étudiants). Les substrats à graver présenteront des motifs en résine et ainsi la sélectivité de la gravure du SiO<sub>2</sub> vis à vis de la résine pourra être calculée. L'utilisation d'un profilomètre permettra de mesurer les hauteurs de marches avant/après gravure et l'anisotropie de la gravure pourra être appréciée en complétant le travail par des observations au microscope. Un plasma de chimie différente pourra également être mis en œuvre pour retirer la résine après gravure. Cette amélioration viendra en complément de la partie pratique du module du Master 2 de Polytech Grenoble et sera aussi proposée aux autres formations utilisatrices du pôle CIME Nanotech de Grenoble.

## **Remerciements**

Ces travaux pratiques ont pu être montés grâce au soutien du projet IDEFI-FINMINA (4) et du GIP-CNFM (1).

## **Références**

1. GIP-CNFM : Groupement d'Intérêt Public - Coordination Nationale pour la formation en Microélectronique et en nanotechnologies. *Website: <http://www.cnfm.fr> (Accès 2021)*
2. J-M. Rax, Physique des plasma, *Dunod*, (2005).
3. C. Vallée, cours de physique des plasmas, (2005).
4. IDEFI-FINMINA : Initiative d'Excellence - Formation Innovante en Microélectronique et Nanotechnologies, ANR-11-IDFI-0017. *Website: <http://www.cnfm.fr/VersionFrancaise/actualites/FINMINA.htm> (Accès 2021).*