

# Influences des Paramètres de la Décharge Plasma sur les Propriétés Electriques de Films Minces de Types SiO<sub>x</sub> Déposés à Partir du Mélange HMDSO/O<sub>2</sub>

R. Chabane, S. Sahli, Z. Ziari  
Laboratoire de Microsystèmes et  
Instrumentation  
Université Mentouri, Constantine, Algérie  
e-mail : sahli50@hotmail.com

A. Zenasni, P. Raynaud, Y. Segui  
Laboratoire des Plasmas et de  
la Conversion de l'Energie (LAPLACE)  
Université Paul Sabatier, 118 Route de  
Narbonne 31062 Toulouse, France

## Résumé

*L'étude de l'effet la polarisation du substrat et de la puissance de décharge plasma sur l'évolution des propriétés électriques de couches minces déposées par plasma PECVD à partir de molécules d'hexaméthylsiloxane diluées dans un pourcentage élevé d'oxygène (90%), a été menée. Les mesures diélectriques ont révélé que lorsque la polarisation du substrat a été fixée à -10 V, la permittivité enregistrée pour les différentes valeurs de la puissance plasma micro-onde explorées, présente une valeur stable et proche de celle de l'oxyde de silicium thermique. Par contre, si on polarise le substrat à -80 V, l'augmentation de la puissance injectée influe d'une manière remarquable en induisant une diminution de la valeur de la permittivité. Une corrélation des propriétés électriques et physico-chimiques de ces films a montré qu'un processus de gravure du film se produisant au cours de sa croissance et l'apparition de fissures et de craquelures dans son volume peuvent être à l'origine de la diminution de la constante diélectrique.*

**Mots clés :** Films minces, SiO<sub>x</sub>, polarisation du substrat, puissance de décharge plasma, propriétés diélectriques.

## 1. Introduction

Les exigences suscitées par une miniaturisation toujours plus poussée de composants micro-électroniques au silicium a conduit au développement de nombreuses recherches [1][2][3] pour l'obtention à basse température de matériaux de type SiO<sub>x</sub> (avec x aussi proche que possible de 2) ou de nouveaux matériaux de permittivité proche ou inférieure à celle du SiO<sub>2</sub> ( $\epsilon_{\text{SiO}_2} = 3.9$  [4]). La technique de dépôt par voie chimique assistée par plasma (PECVD ou Plasma Enhanced Chemical Vapour Deposition) permet de réduire considérablement la température de dépôt évitant ainsi l'handicap majeur des hautes températures nécessaires à l'élaboration de l'oxyde de silicium thermique et rendant cette technique beaucoup plus compatible avec les

exigences des nouvelles technologies micro-électroniques.

Le travail présenté dans cette communication s'inscrit dans ce cadre. Il s'intéresse à l'étude de l'effet combiné de la puissance de décharge plasma micro-onde et celui de la polarisation du substrat de l'échantillon, sur les propriétés diélectriques de films, de composition proche de celle de l'oxyde de silicium, élaborés à température ambiante, en utilisant un mélange de vapeurs d'hexaméthylsiloxane et d'oxygène.

## 2. Détails expérimentaux

Les films étudiés ont été déposés dans un réacteur plasma micro-onde fonctionnant sur le principe de la résonance cyclotronique électronique répartie (RCER), de géométrie cylindrique et équipé de huit antennes [5]. Le plasma est excité grâce à un générateur micro-onde (2.45 GHz) délivrant une puissance pouvant varier jusqu'à 1200 watts, distribuée via un guide d'onde équipé d'un adaptateur d'impédance, à chacune des antennes en utilisant un répartiteur de puissance.

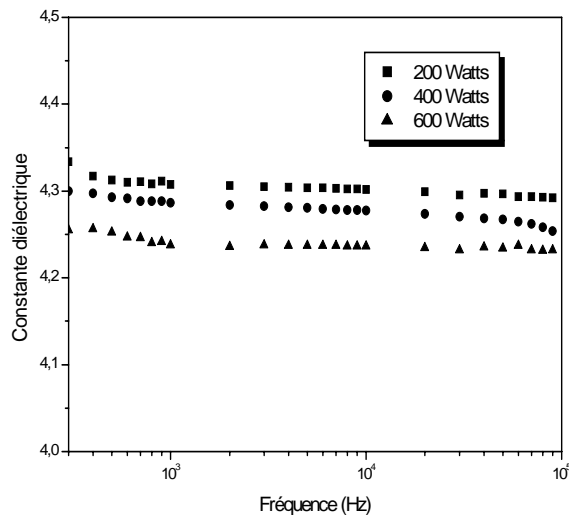
Le porte substrat placé dans l'enceinte est polarisé grâce à un générateur RF délivrant une puissance plasma à une fréquence de 13.56 MHz. Les films ont été déposés à partir d'un mélange hexaméthylsiloxane/oxygène (HMDSO/O<sub>2</sub>) sur des substrats de verre préalablement métallisés avec deux lignes parallèles en Aluminium.

Les caractéristiques diélectriques de ces films ont été déterminées par des mesures effectuées sur des structures MIM (Métal-Isolant-Métal) dont l'électrode supérieure, également en aluminium, a été déposée par évaporation thermique sous vide. Un LCZ-Mètre modèle NF 2345 travaillant dans une gamme de fréquence s'étendant de 40 à 10<sup>5</sup> Hz, a été utilisé pour mener cette étude.

## 3. Résultats

La figure 1 montre l'évolution fréquentielle de la constante diélectrique de films déposés en partant d'un mélange composé de 10% HMDSO - 90% O<sub>2</sub> en utilisant

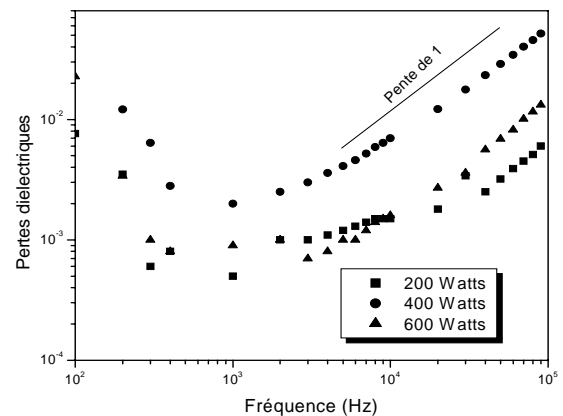
différentes valeurs de la puissance micro-onde (200, 400 et 600 watts). La pression totale du gaz dans l'enceinte ainsi que la polarisation du substrat ont été maintenues constantes et égales respectivement à 1 mTorr et  $-10$  Volts. La variation de la permittivité en fonction de la fréquence dans le domaine fréquentiel exploré est faible. Une augmentation de la puissance de décharge micro-onde transmise au plasma induit une légère diminution de la valeur de la constante diélectrique des films déposés. Pour l'ensemble des dépôts considérés, elle varie entre près de 4.3 et 4.2. Bien que les fortes valeurs de puissances de décharge plasma contribuent à une fragmentation plus prononcée de la molécule organosiliciée et de celle de l'oxygène, il apparaît néanmoins que pour une polarisation du substrat de  $-10$  V, l'augmentation de la puissance de décharge n'induit qu'une légère variation de la permittivité.



**Figure 1.** Variation fréquentielle de la permittivité de films élaborés à différentes puissances de décharges plasmas créées dans 1 mTorr de 10% HMDSO-90%  $O_2$  à une polarisation du substrat de  $-10$  V

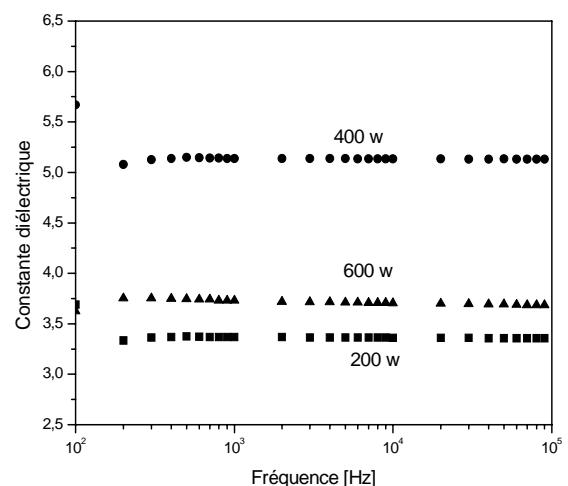
La figure 2 montre la variation des pertes diélectriques dans les films déposés à une polarisation du substrat de  $-10$  V pour différentes valeurs de puissances de décharges plasmas microondes. Dans la gamme des basses fréquences ( $<1$  kHz), les valeurs des pertes diélectriques sont relativement importantes pour un bon diélectrique et leur variation en fonction de la fréquence montre une diminution presque linéaire. Cette variation peut être due à la présence d'une certaine conductivité en continu des matériaux élaborés [6]. Aux hautes fréquences ( $>10^4$  Hz), une remontée des pertes diélectriques a été enregistrée dans tous les films caractérisés. Cette augmentation peut être due à une contribution significative de la résistance série du contact de l'électrode [5]. Pour les fréquences moyennes, des valeurs de pertes diélectriques entre quelques  $10^{-4}$  et

quelques  $10^{-3}$  ont été enregistrées, les films ayant été déposés à 200 watts présentant les plus faibles valeurs.



**Figure 2.** Variation fréquentielle des pertes diélectriques pour des films élaborés avec différentes puissances de décharges plasmas créées dans 1 mTorr de 10% HMDSO-90%  $O_2$  à une polarisation du substrat de  $-10$  V.

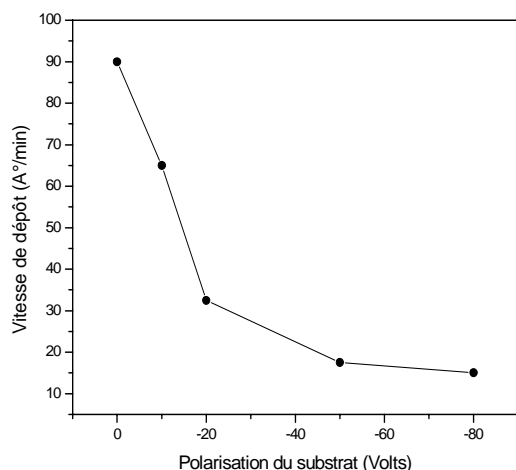
Sur la figure 3 nous avons reporté la réponse fréquentielle de la permittivité pour des échantillons préparés avec le mélange plasma 10% HMDSO-90%  $O_2$ , à une pression de 1 mTorr, une polarisation de  $-80$  V et à différentes valeurs de la puissance de décharge plasma micro-onde (200, 400 et 600 watts). L'allure de variation de la permittivité en fonction de la fréquence est quasi-similaire pour tous les films déposés indépendamment de la valeur de la puissance de décharge. Dans le cas de films déposés à 200 watts, la valeur de la permittivité à 10 kHz est de 3.3. Elle atteint la valeur 5.1 pour un film élaboré à une puissance de décharge de 400 W.



**Figure 3.** Variation de la permittivité de films élaborés pour différentes puissances de décharges plasmas créées dans 1 mTorr de 10% HMDSO-90%  $O_2$  à une polarisation du substrat de  $-80$  V.

Cette augmentation significative de la valeur de la constante diélectrique avec la puissance est due, d'une part, à une plus grande densification des films suite au bombardement énergétique du substrat à cause de la valeur élevée de la polarisation (-80V) et d'autre part, à la puissance de décharge appliquée (400 watts) qui fragmente davantage les molécules de HMDSO. Cependant, lorsque la puissance de décharge atteint 600 watts, une chute de la valeur de la constante diélectrique des films élaborés a été enregistrée. Cette chute pourrait être due à un processus de gravure du film en cours de croissance plus prononcé à 600 watts et qui introduirait des porosités ou un manque de matière dans le film. La présence de cet effet de gravure a été confirmée par l'étude de la variation de la cinétique de croissance en fonction de la polarisation comme ceci est illustré sur la figure 4, relative à un film déposé dans un plasma créé dans 10%HMDSO-90%O<sub>2</sub> pour une puissance de 400 watts et une pression de 1 mTorr. Il apparaît que lorsque la tension de polarisation varie du potentiel flottant à

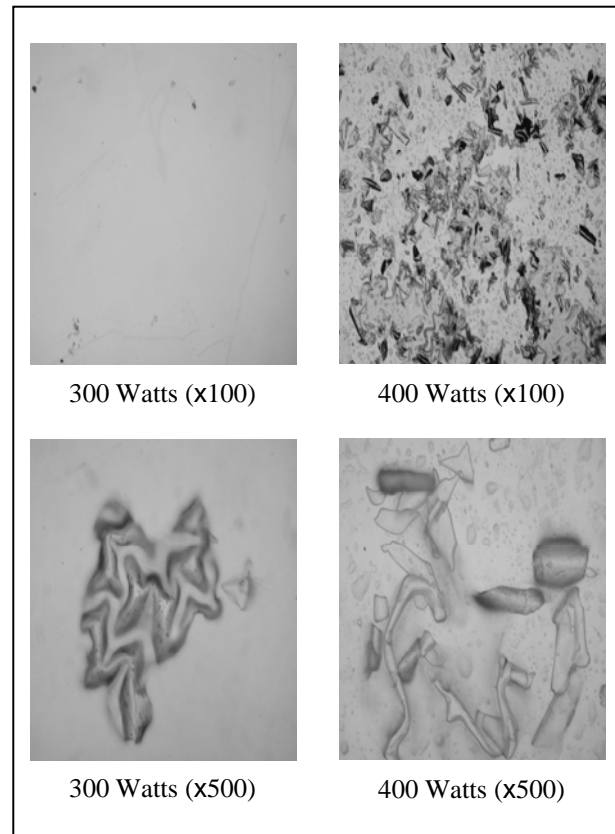
-80 V, la cinétique de croissance chute significativement, passant de 90 à près de 10 Å/min.



**Figure 4.** Évolution de la vitesse de dépôt en fonction de la polarisation du substrat pour des films déposés à 400 watts à partir de plasmas créés dans 1 mTorr d'un mélange composé de 10%HMDSO-90%O<sub>2</sub> [7].

Cette chute de la valeur de la permittivité pourrait également être due à l'existence d'un fort stress dans les films. Ce stress est provoqué par la forte valeur de la puissance de décharge plasma (600W) et de la polarisation du substrat (-80V) et se traduit par l'apparition de fissures et de "craquelures" dans les films après un certain temps de leur stockage. La figure 5 représentant des photos de la surface de films préparés à partir de 100%HMDSO à une pression de 1 mTorr et sur un substrat polarisé à -80 Volts, montre la présence de ces porosités et ces craquelures (ces photos ont été prises grâce à un microscope optique avec un agrandissement

de 100 et 500). La présence de ces "craquelures" ainsi que le processus de gravure pourraient induire l'apparition de porosités dans le film. Ces porosités, représentant en fait une absence de matière, pourraient être à l'origine de la diminution de la valeur de la permittivité pour une puissance de décharge de 600 watts et une polarisation de -80 V.



**Figure 5.** Photos au microscope de la surface de films élaborés à partir de 100%HMDSO à une pression de 1 mTorr et sur un substrat polarisé à -80 Volts

#### 4. Conclusions

L'étude de l'effet de la puissance de décharge sur l'évolution de la permittivité de couches minces déposées dans un réacteur RCER par plasma PECVD à partir de molécules d'hexamethyldisiloxane diluées dans un pourcentage élevé d'oxygène (90%), a été menée.

Les mesures diélectriques menées sur des films minces de type SiOx élaborés par plasma à partir d'un mélange composé de 10% HMDSO-90% O<sub>2</sub>, ont montré que pour les faibles valeurs de la polarisation du substrat (-10 V), les valeurs de la permittivité sont stables et proches de celle de l'oxyde de silicium thermique indépendamment de la valeur de la puissance de décharge plasma utilisée. Cependant, lorsque la tension de polarisation du substrat atteint -80 V, l'augmentation de la puissance plasma injectée influe d'une manière remarquable en induisant

une diminution de la valeur de la permittivité. L'effet d'un processus de gravure du film en cours de croissance et l'apparition de craquelures et de porosités dans son volume après un certain temps de son stockage pourraient être à l'origine de la diminution de la constante diélectrique du film.

## 5. Remerciements

Ce travail a été supporté par la convention de coopération CMEP Tassili, projet 04MDU613 et de l'accord de coopération DRS/CNRS.

## 6. Références

- [1] A. Yanguas-Gil, J. Cotroneo, F. Yubero, A.R. Gonzalez-Elipe, "Growth mechanisms of SiO<sub>2</sub> thin films prepared by plasma enhanced chemical vapor deposition" Surface and coatings technology 200 (2005), 881-885.
- [2] A. Bieder, A. Gruniger, Ph. Rudolf von Rohr "Deposition of SiO<sub>x</sub> diffusion barriers on flexible packaging materials by PECVD" Surface and coatings technology (2005), 1-4.
- [3] A. Znasni, P. Raynaud, S. Rebai, S. Sahli, I. Segui "Elaboration and study of low k materials prepared from organosilicon molecules in low pressure DECR plasma reactor", 8th International Conference on Plasma Surface Engineering, Garmish (Germany) September 9 – 13, 2002.
- [4] M. Fayolle, "Integration of Cu/SiOC in Cu dual Damascene interconnect for 0.1-  $\mu$ m technology" Microelectronic Engineering 64, (2002), 35-42.
- [5] A.K. Jonscher, "Dielectric Relaxation in Solids", Chelsea Dielectrics Press, London (1983).
- [6] S. Sahli, S. Rebai, P. Raynaud, Y. Segui, A. Zenasni, S. Mouissat, "Deposition of SiO<sub>2</sub>-Like Films by HMDSN/O<sub>2</sub> Plasmas at Low Pressure in a MMP-DECR Reactor", Plasmas Polymers, Vol. 7(4), 2002, pp. 327 - 340.
- [7] A. Zenasni, "Couches à faibles permittivités diélectriques élaborées par plasma micro-onde d'organosiliciées", Thèse de doctorat, Université Paul Sabatier de Toulouse, 2003.