

EPFL

TP en Salle Blanche

Photolithographie et Gravure

MT - BA5 le 21 et 28 octobre 2019



Iacopo Sprenger
Timon Binder
Filip Slezak
Gaspard Leroy

Supervisé par Thomas Walger et Abdeljalil Sayah

Rendu le 11 novembre 2019

Table des matières

1	Introduction	2
2	Matériel et Équipement	2
2.1	Salles blanches du CMi	2
2.2	Équipement de protection	2
2.3	TP1 Caractérisation d'une résine	3
2.3.1	Substrats	3
2.3.2	Produits chimiques	4
2.3.3	Masque	4
2.3.4	Équipement	4
2.4	TP2 Gravure de SiO ₂	5
2.4.1	Substrats	5
2.4.2	Produits chimiques	5
2.4.3	Équipement	5
3	Méthode	5
3.1	Caractérisation de la résine	5
3.1.1	HMDS	5
3.1.2	Spincoating	5
3.1.3	Pré-Recuit	6
3.1.4	Réhydratation	6
3.1.5	Exposition	6
3.1.6	Développement	7
3.2	Exercice d'alignement	7
3.2.1	Alignment	7
3.2.2	Exposition et Développement	7
3.3	Gravure	7
3.3.1	Équipement	7
3.3.2	Préparation des bacs	7
3.3.3	Gravure de SiO ₂	8
3.3.4	Mesures et répétitions de gravure	8
3.3.5	Vitesse de gravure	8
3.3.6	Décapage de la résine	8
4	Résultats et Analyse	9
4.1	Epaisseur du film	9
4.2	Courbe de contraste	9
4.3	Vitesse de gravure	9
4.4	Etude de la résolution	10
4.5	Etude d'alignement	11
4.6	Etude de la sous gravure	11
5	Conclusion	13
6	Rapports Individuels	14
6.1	Revêtement par centrifugation de photoresist (Iacopo Sprenger)	14
6.2	Réhydratation de photoresist (Timon Binder)	14
6.3	Enlèvement de photoresist (Filip Slezak)	14
6.4	Gravure HF (Gaspard Leroy)	15

1 Introduction

Dernièrement, les procédés de microfabrication se sont largement répandus à travers le monde. Ils permettent notamment de fabriquer les microprocesseurs que l'on trouve à présent dans énormément de produits. Ces techniques nécessitent non seulement un savoir-faire très particulier mais aussi un environnement adapté. Les dimensions des structures produites sont telles que le moindre grain de poussière pourrait compromettre leur bon fonctionnement. Au sein de l'EPFL, nous avons accès à un tel environnement à des fins de recherche : Le centre de micronanotechnologies (CMi), qui nous est ouvert pour 8h de TP afin que nous puissions découvrir certains procédés de microfabrication par la pratique et complémenter la théorie d'autres cours.

L'objectif de la première séance pratique est de se familiariser avec la photolithographie. En particulier l'exposition de la résine et l'alignement du photomasque. Lors du premier exercice, nous avons étudié le temps d'exposition de la résine en mesurant sa courbe de contraste pour finalement déterminer le temps d'exposition optimal pour l'épaisseur et le type de résine que nous avons choisi. Le second exercice consistait à aligner le masque avec un wafer et mesurer l'erreur d'alignement à l'aide des verniers présents dans la structure.

Le but de la deuxième séance pratique est faire une gravure humide de l'oxyde de silicium avec une solution à base d'acide fluorhydrique. Nous avons caractérisé cette gravure humide en déterminant la vitesse de gravure et la sous gravure des motifs en résine.

Nous présentons dans ce rapport la méthodologie et l'analyse des résultats obtenus durant ces deux séances.

2 Matériel et Équipement

2.1 Salles blanches du CMi



FIGURE 1 – CMi Layout

2.2 Équipement de protection

La première chose à faire avant d'entrer en salle blanche est de s'habiller de manière adaptée à l'environnement de la salle blanche.

Il y a différents niveaux de propreté à respecter en fonction de la classe de salle blanche utilisée. Dans notre cas, nous étions dans les salles de classe ISO6/1000 au BM+1 du CMi de l'EPFL (cf. Fig. 2 et Fig. 1), et l'équipement consistait donc de couvre-chaussures en plastique pour le passage du banc de la zone de changement, d'une combinaison sans cagoule venant avec des couvre-chaussures un peu plus sophistiqués, d'un filet pour cheveux, d'une paire de lunettes/sur-lunettes de protection et des gants.

En salle blanche la lumière jaune est utilisée car les composés chimiques utilisés réagissent en présence d'une lumière plus énergétique.

La combinaison ne sert pas seulement à nous protéger des différents produits chimiques utilisés mais aussi à retenir les nombreuses particules que dégage le corps humain et éviter de compromettre la propreté de la salle blanche.

Tout autres accessoires n'étant pas indispensable ou n'ayant pas été stérilisé doit rester dehors. En salle blanche, même le papier est spécialement conçu pour éviter qu'il ne perde trop de fibres.

ISO 14644-1 Cleanroom Standards

Class	maximum particles/m ³						FED STD 209E equivalent
	>=0.1 µm	>=0.2 µm	>=0.3 µm	>=0.5 µm	>=1 µm	>=5 µm	
ISO 1	10	2					
ISO 2	100	24	10	4			
ISO 3	1,000	237	102	35	8		Class 1
ISO 4	10,000	2,370	1,020	352	83		Class 10
ISO 5	100,000	23,700	10,200	3,520	832	29	Class 100
ISO 6	1,000,000	237,000	102,000	35,200	8,320	293	Class 1,000
ISO 7				352,000	83,200	2,930	Class 10,000
ISO 8				3,520,000	832,000	29,300	Class 100,000
ISO 9				35,200,000	8,320,000	293,000	Room Air

FIGURE 2 – Cleanroom Standards

Nous pouvons prendre toutes les précautions matérielles que nous voulons, le risque zéro n'existe pas mais pour minimiser le risque encore plus il faut avoir un comportement qui reflète la prise de précautions. En cas du moindre doute de renversement d'un produit sur les équipements de protection ou autre accident/contamination qui pourrait s'avérer dangereux pour autrui il faut en avertir les responsables et nettoyer avec diligence.

2.3 TP1 Caractérisation d'une résine

2.3.1 Substrats

Les wafers que l'on trouve en salle blanche peuvent être de différents types, certaines de ces caractéristiques, tels que le dopage et l'orientation cristalline, sont invisibles à l'œil humain. Pour pouvoir reconnaître les wafers, un système de marquage constitué d'un plat primaire et un plat secondaire a été développé. Les wafers ont également un numéro d'identification qui permet de les distinguer.

Nous avons utilisé lors de la première séance, les wafers CMi-TEST-74066 et CMi-TEST-80525 dopés p et d'orientation cristalline <100>, le wafer CMi-TEST-74066 avait en plus une couche de SiO₂ de 182nm.

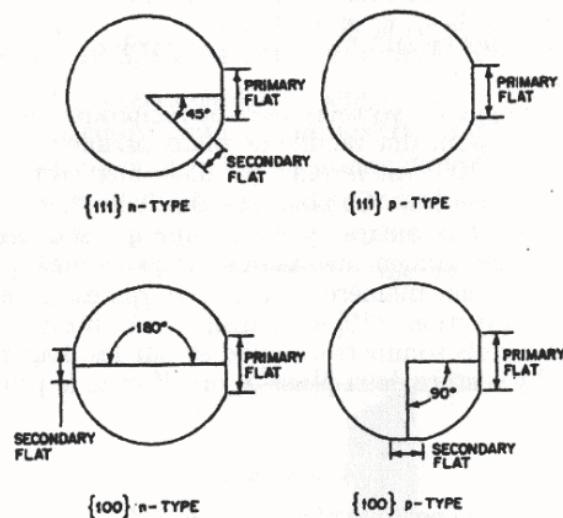


FIGURE 3 – Reconnaissance des types de wafers par position des méplats

2.3.2 Produits chimiques

Pour la silanisation nous avons utilisé du HMDS Standard.

La résine que nous avons déposé sur le wafer était la AZ-1512-HS où AZ indique la gamme, 15 la viscosité, 12 l'épaisseur atteinte ($1.2\mu\text{m}$) après avoir tourné la résine à 4000rpm et HS pour high sensitivity. C'est une résine photosensible positive.

Pour développer la résine nous avons utilisé était le AZ-726-MIF (MIF : Metal Ion Free) qui a un temps de développement de $20\text{-}30\text{s}/\mu\text{m}$ de résine.

2.3.3 Masque

Pour la lithographie nous avons utilisé trois masques. Les deux premiers contiennent douze zones identiques à exposer avec divers temps d'exposition pour trouver la courbe de contraste. Les zones paires sont sur un masque différent des zones impaires pour éloigner au maximum les zones les unes des autres. A ces deux masques est associé un cache qui permet d'exposer une seule zone.

Les deux masques pairs/impairs que nous avons utilisé sont positifs - à être utilisés avec une résine positive. Ils sont faits en verre avec une couche de chrome oxydé pour le rendre anti-réfléchissant par endroits et éviter la réflexion qui empêche la bonne résolution. A chaque exposition nous avons tourné le cache (cf. Fig. 4) pour pouvoir séquentiellement faire les douze expositions de manière efficace. Un troisième masque contient le niveau 3 d'un procédé que nous utiliseront comme exercice d'alignement sur un wafer déjà marqué par le niveau 1. Ce masque est également positif.



FIGURE 4 – Photos du photomasque

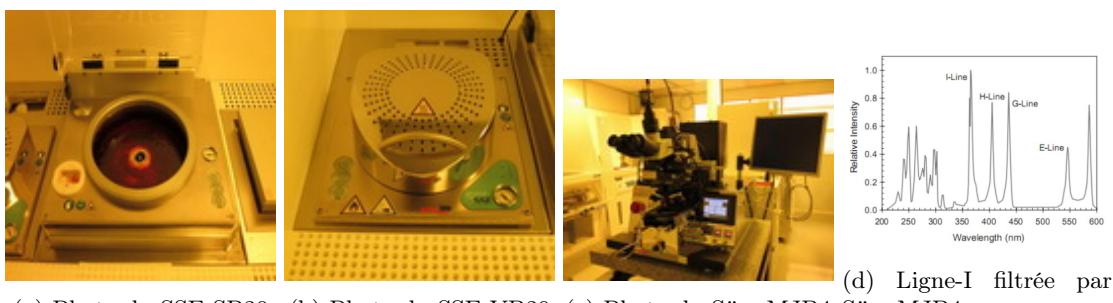
2.3.4 Équipement

Pour la silanisation nous avons utilisé le SSE VB20 qui a un programme par défaut de prévu pour cela.

Pour le revêtement par centrifugation nous avons utilisé le SSE SB20 et déposé la résine manuellement via une pipette.

Pour le recuit nous avons aussi utilisé le SSE VB20. Nous avons ensuite laissé les substrats se réhydrater à l'air libre de la salle blanche (suffisant pour notre application).

Pour l'exercice d'alignement du masque et l'exposition de la résine nous avons utilisé l'aligneur de masque manuel Süss MJB4 qui utilise une lumière de longueur d'onde de 365nm (filtre la ligne-I d'une lampe de mercure).



(a) Photo du SSE SB20 (b) Photo du SSE VB20 (c) Photo du Süss MJB4 Süss MJB4

FIGURE 5

2.4 TP2 Gravure de SiO₂

2.4.1 Substrats

Lors de la seconde séance, nous avons utilisé le wafer CMi-TEST-81506 également dopé p et orienté <100> avec une couche de SiO₂ d'une épaisseur de 495nm.

2.4.2 Produits chimiques

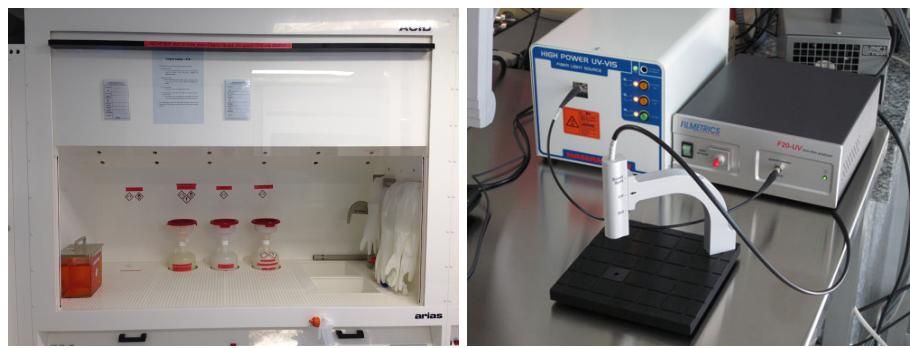
Comme décapant pour la gravure humide nous avons utilisé le BOE 7 :1 (BOE : Buffered Oxide Etch) où 7 :1 est la concentration de HF, soit environ 15%. Ce BOE a une vitesse de gravure théorique du SiO₂ de 77nm/min.

Nous n'avons pas fait cette partie nous même car n'ayant de résine sur notre wafer sur ce TP cela n'aurait pas eu d'effet mais en théorie nous aurions utilisé le solvant Microposit Remover 1165.

2.4.3 Équipement

Pour la gravure nous nous sommes équipés d'un tablier, d'un masque avec une visière en plastique et de gants longs, remontant tout le bras, plus résistants. Nous avons travaillé sur la Arias Acid, wet bench dans des récipients en plastique, pas en verre car le HF attaque le verre.

Pour faire nos mesures d'épaisseur nous avons utilisé le réflectomètre et transmittomètre spectroscopique Filmetrics F20-UV qui peut mesurer des épaisseurs allant de 1nm à 40μm.



(a) Banc de gravure humide

(b) Photo du Filmetrics F20-UV

FIGURE 6

3 Méthode

3.1 Caractérisation de la résine

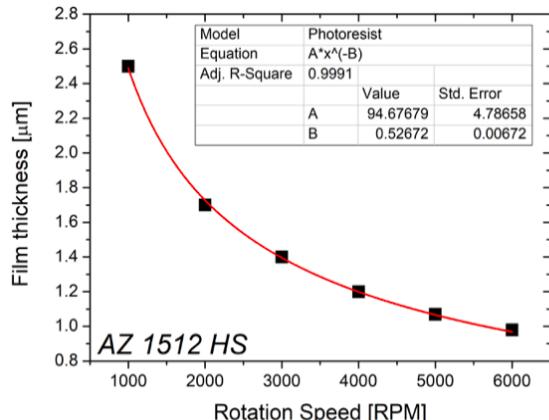
3.1.1 HMDS

Avant d'étaler la résine sur le substrat, on procède au HMDS coating. Cette étape est réalisée automatiquement par une machine (SSE VB20) avec le programme : HMDS standard 135°C. Le but est de rendre la surface du wafer hydrophobe de manière à ce qu'une couche d'eau ne puisse pas se former entre le silicium et la résine. Une fois le wafer sorti de la machine, on vérifie l'hydrophobie en observant l'angle de contact d'une goutte d'eau à la surface du wafer.

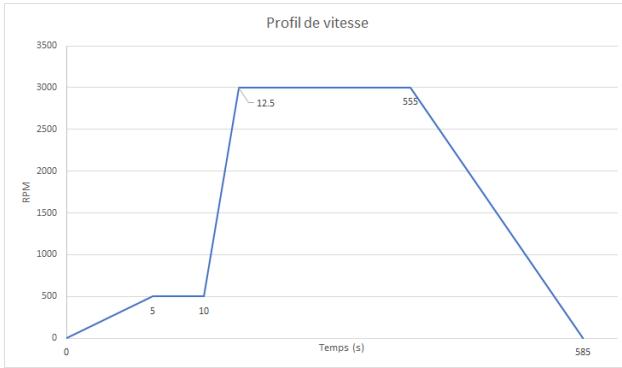
3.1.2 Spincoating

On commence par déterminer le profil de vitesses de rotation du Spincoater en fonction de la résine utilisée et de l'épaisseur voulue à partir des spécifications fournies (cf. Fig. 7a reprise du site du CMi). Après avoir entré les paramètres dans la machine, on place le wafer sur le "tour". On applique ensuite environ 5ml de résine au centre du wafer avec une pipette en prenant soin de ne pas faire de bulles. Finalement en enclenchant la machine, celle-ci va fixer le wafer avec un vide et commencer à exécuter le programme de rotation voulu. Le wafer va commencer à accélérer jusqu'à 500 tours/minute et maintenir cette vitesse pendant 5 secondes afin de répartir la résine sur toute la surface. Puis la machine va accélérer jusqu'à 3000 tours/minute, ce qui, selon les spécifications de la résine nous donnera une épaisseur de 1.6 μm.

On peut voir que lorsque le wafer tourne dans le régime à 3000 RPM la surface change de couleur, ce sont les différentes longueurs d'ondes de la lumière visible qui interfèrent différemment pour diverses épaisseurs. Ce qu'on voit est donc la couche de photorésist qui s'amincit.



(a) AZ1512 HS Spincurve



(b) Graphique du profil de vitesse utilisé

FIGURE 7

3.1.3 Pré-Recuit

Juste après l'étalement de la résine, on place le wafer sur une plaque chauffante afin d'évaporer le solvant restant dans la résine. La température de la plaque est de 100°C comme recommandé dans le datasheet et le temps de recuit est déterminé en fonction de la résine et de l'épaisseur voulue de la manière suivante : $30s + 30s/\mu\text{m}$ d'épaisseur de résine, soit 48s pour une épaisseur de $1.6\mu\text{m}$. Cette étape sert également à améliorer l'adhésion de la résine au silicium.

Lors de l'étape de pré-recuit, la couche de résine va légèrement s'amincir. On distinguera le même phénomène d'arc-en-ciel que lors du spincoating.

3.1.4 Réhydratation

Le temps de réhydratation dépend de l'épaisseur de la résine qui a été déposée, de la température et de l'humidité de l'air. Pour notre cas on a une épaisseur de $1.62\mu\text{m}$ et l'humidité de la salle est de 45,6% à 21°C ce qui nous donne un temps de relaxation de l'ordre de 30 secondes.

Ce temps est toujours satisfait dans notre cas, car il nous faut plus de 30s pour passer à l'étape suivante. C'est pour cela que nous n'avons pas vraiment pris en compte ce phénomène qui pourrait être beaucoup plus important, si le substrat était plus épais.

3.1.5 Exposition

Cette étape a comme but d'exposer la résine avec des temps d'exposition différents pour obtenir la courbe de contraste, par mesure de l'épaisseur de la résine restante après le développement.

Placer le photomasque sur le chariot en prenant soin de mettre la partie chrome face au wafer, le chrome est le côté brun (car il est oxydé). Sécuriser le masque à son chariot en appuyant sur le bouton "MASK VACUUM". Placer le wafer sur son support.

Appuyer sur le bouton "WEC correction" et suivre les instructions à l'écran.

Sur le premier photomasque il y a la possibilité d'exposer les zones 1, 3, 5, 7, 9, et 11, les sélectionner l'une après l'autre en tournant le cache et pour chaque zone changer le temps d'exposition comme indiqué dans le tableau ci-dessous. Pour déclencher l'exposition, pressez le bouton "expose".

Appliquer le même processus pour fixer le deuxième masque et exposer les zones 2, 4, 6, 8, 10, 12.

Le wafer possède maintenant 12 zones numérotées de 1 à 12, qui sont réparties de la même manière que les heures d'une horloge, où chaque zone est exposée avec un temps différent. Parce que la dose est définie par le temps multiplié par l'intensité, on obtient 12 doses différentes qui permettent de tracer la courbe de contraste.

Zone :	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Temps [s] :	0.1	0.5	1	1.5	1.7	2.1	2.5	2.7	2.9	3.1	3.7	5

3.1.6 Développement

Dans le processus précédent on a exposé la résine positive AZ-1512-HS. Pour enlever la résine exposée aux UV on développe la résine dans le AZ-726-MIF qui est une solution organique.

Le temps de développement dans un processus manuel de AZ-1512-HS dans la solution de AZ-726-MIF se détermine en connaissant la vitesse de développement de la résine qui est de $20\text{-}30\mu\text{m/s}$. On trouve donc qu'il faut développer environ 40s dans notre cas.

Par agitation mécanique prudente du wafer dans la solution on peut directement voir comment le photoresist se dissout dans la solution.

3.2 Exercice d'alignement

3.2.1 Alignement

Avant d'être capable d'aligner le masque par rapport au wafer, il faut fixer le photomasque comme indiqué dans la section 3.1.5.

Rapprocher le wafer du masque en déplaçant doucement le levier prévu à cet effet.

Trouver le marqueur de droite dans l'oculaire du microscope en déplaçant tout le microscope. Ensuite trouver le marqueur de gauche en réglant la distance inter-objectif. Finalement déplacer le wafer afin d'aligner en premier les grandes lignes verticales (alignement grossier x et y) et ensuite les petites croix (alignement fin x, y et θ). Aligner la couche "1 en bleu" avec la couche "3 en rouge".

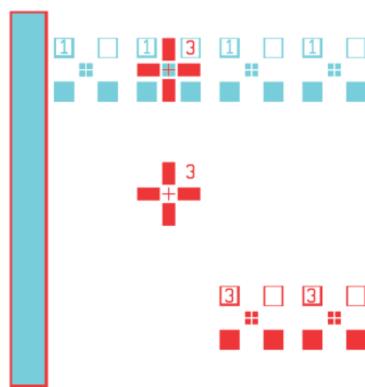


FIGURE 8 – Alignement des couches 1 et 3

3.2.2 Exposition et Développement

Ce wafer est maintenant exposé avec une temps de 2.9 secondes C'est le "dose to clear (D_{100})", sensibilité, qu'on a identifié par la courbe de contraste trouvée dans l'exercice précédent 10

Le développement fonctionne exactement de la même manière que précédemment.

3.3 Gravure

3.3.1 Équipement

Avant de commencer une gravure humide, il est nécessaire de bien s'équiper pour se protéger de l'acide fluorhydrique qui est très毒ique pour le corps humain. Ainsi des gants de protection spéciaux arrivant jusqu'aux épaules sont nécessaires ainsi qu'un masque avec visière plastique et d'un tablier. Faire attention à ne pas toucher les gants de l'intérieur pour ne pas les contaminer, au moindre doute il est impératif de changer d'équipement. Le plastique est préféré au verre car l'acide ne l'attaque pas.

3.3.2 Préparation des bacs

Pour la gravure humide il est nécessaire de préparer des bacs en plastique. Dans notre cas, un bac en plastique rempli d'acide fluorhydrique BOE 7-1 (Buffered Oxyde Etching à 15%) ainsi que deux autres bacs remplis d'eau

dé-ionisée. Le bac d'acide permettant de tremper le wafer et les deux autres bacs permettant le rinçage de celui-ci. Préparer un chronomètre pour mesurer correctement le temps de trempe du wafer, ainsi que du papier tissu pour préserver la table des produits chimiques impliqués. Attention à bien nettoyer la bouteille après versement de l'acide. Faire également attention à ne pas trop couvrir la table de papier tissu pour une bonne circulation du flux d'air.

3.3.3 Gravure de SiO₂

Positionner le wafer sur un support spécial puis tremper dans l'acide le temps désiré. Une fois le temps imparti écoulé, sortir le wafer du bac d'acide et le plonger dans le premier bac d'eau pendant 2min pour diluer la solution, puis dans le troisième bac pour une minute, par sécurité, avant de le rincer. Une fois l'opération terminée, peaufiner en rinçant manuellement le wafer puis sécher. En pratique il est important de considérer le temps de transition entre le bac d'acide et le bac d'eau comme temps inclus dans la mesure car l'acide continue d'attaquer le wafer.

3.3.4 Mesures et répétitions de gravure

La mesure de l'épaisseur du wafer avant et après gravure est nécessaire pour déterminer la vitesse de gravure. Pour mesurer, utiliser la mesure optique du FilMetric F20-UV. Afin d'effectuer une mesure correcte il est nécessaire de bien calibrer la machine, en présentant successivement le wafer ayant besoin d'être mesuré, un wafer de SiO₂ puis le fond.

Après calibrage, procéder à la mesure de l'épaisseur du wafer en présentant différents points du wafer pour en vérifier l'homogénéité. On observe une non-uniformité du wafer principalement due à un manque d'expérience de notre part. Réaliser de nouvelles gravures pour trouver plusieurs points du graphique représentant la vitesse de gravure. On remarque des changements de couleurs du wafer lors de la gravure causés par des phénomènes d'interférences dûs à la variation d'épaisseur.

3.3.5 Vitesse de gravure

Après renouvellement de plusieurs gravures il est possible de représenter l'épaisseur en fonction du temps. On en déduit donc la vitesse de gravure de l'acide sur le wafer de SiO₂.

3.3.6 Décapage de la résine

Nous n'avons pas fait cette partie car comme nous n'avions pas de motifs exposés sur notre wafer, nous avons gravé la résine jusqu'au silicium, et elle n'aurait pas eu d'utilité. En tout cas, pour le faire nous aurions pris le Microposit Remover 1165 et plongé le wafer dedans jusqu'à ce que la résine s'en détache.

4 Résultats et Analyse

4.1 Epaisseur du film

La mesure de l'épaisseur de la résine avant développement donne $1,62\mu\text{m}$. A différentes doses d'exposition, on mesure l'épaisseur de chaque zone (zone 1 à 12) du wafer. Grâce à ces mesures on peut définir une courbe de contraste de la résine utilisée. On peut aussi distinguer les différentes épaisseurs à vue d'oeil car le wafer change de couleur à cause des différentes interférences dans la résine.

Zone	Temps Exposition (s)	Epaisseur (um)	Dose (mJ/cm ²)	Epaisseur normalisée Ef/Ei	Intensité lumineuse
1	0.1	1.61	2	0.994	20 (mW/cm ²)
2	0.5	1.52	10	0.938	
3	1	0.99	20	0.611	Epaisseur initiale
4	1.5	0.63	30	0.389	1.62 (um)
5	1.7	0.51	34	0.315	
6	2.1	0.37	42	0.228	
7	2.5	0.19	50	0.117	
8	2.7	0.1	54	0.062	
9	2.9	0.007	58	0.004	
10	3.1	0	62	0.000	
11	3.7	0	74	0.000	
12	5	0	100	0.000	

FIGURE 9 – Epaisseur de la résine dans chaque zone en fonction du temps d'exposition

4.2 Courbe de contraste

Grâce à la mesure d'épaisseur de la résine selon les différentes zones, on en déduit la courbe de contraste de la résine qui représente la dose appliquée en fonction de l'épaisseur normalisée. La dose est définie comme $D = I_{lum} \cdot t_{exp}$, nous avons utilisé le Süss MJB4 avec une intensité de $20\text{mW}/\text{cm}^2$ et varié le temps d'exposition.

On observe une courbe de contraste proche du résultat attendu. Grâce à celle-ci on peut déterminer la dose $D_{100} = 58\text{mJ}/\text{cm}^2$ à appliquer à la résine pour que toute l'épaisseur soit exposée lors de la photolithographie UV et puis développée. En réalité il suffit de choisir un point de la courbe où l'épaisseur normalisée est proche du zéro, dose proche de D_{100} ce qui permet d'optimiser la lithographie mais il est important de choisir le contraste désiré qui ici est donné par $\alpha = \log(\frac{D_{100}}{D_0})^{-1} = 1.31$ en prenant $D_0 = 10$, ce qui représente une pente de paroi d'à peu près 74° .

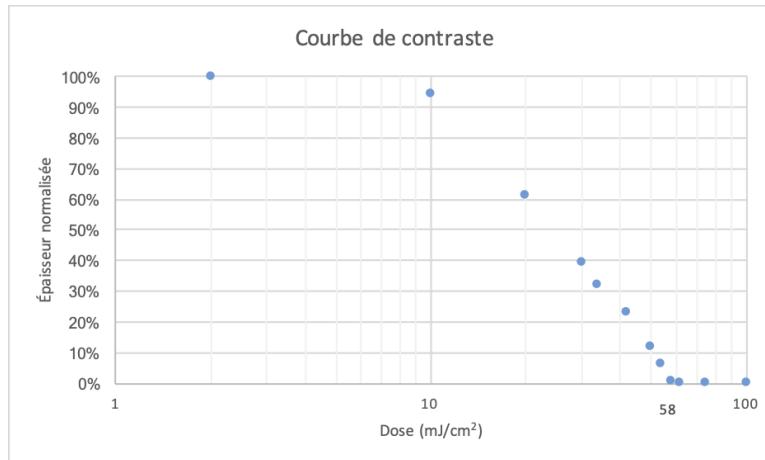


FIGURE 10 – Courbe de contraste

4.3 Vitesse de gravure

Grâce aux mesures d'épaisseur de SiO_2 restant sur le wafer en fonction du temps, on obtient une courbe linéaire dont la pente représente la vitesse de gravure. La vitesse de gravure théorique est de 77 nm/min alors que

la notre est d'environ 85 nm/min. Le résultat est relativement semblable mais tout de même différent. Toute manipulation lors de la gravure peut être paramètre d'une variation de résultat. Dans notre cas on estime qu'un des facteurs d'erreur important est le temps de gravure qui est légèrement faussé par le temps de transition du wafer du bac d'acide vers le bac d'eau.

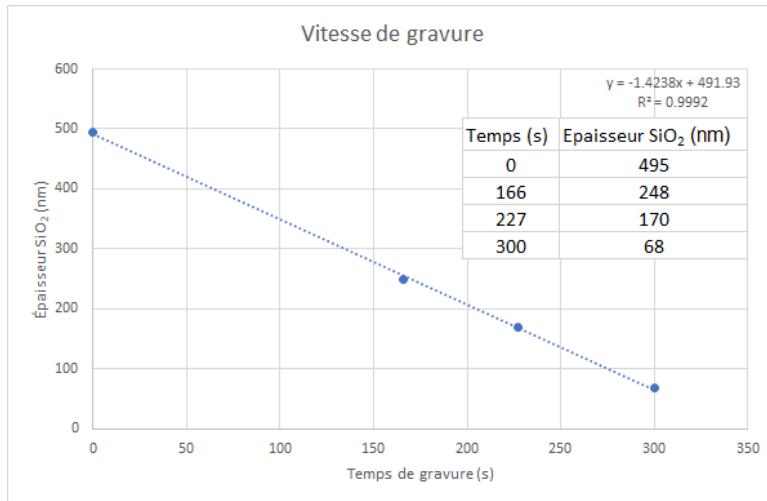


FIGURE 11 – Courbe de vitesse de gravure

4.4 Etude de la résolution

On étudie la résolution en choisissant un motif de référence sur le masque et en prenant des photos du même motif sur le substrat avec le même grossissement.

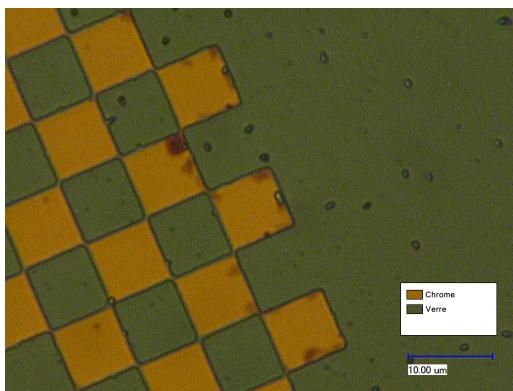


FIGURE 12 – Photo du motif de référence sur le masque, échelle : 10 μm , grossissement : x5000

La photo du motif sur le masque nous permet de mesurer le côté d'un carré appartenant au motif, on mesure une longueur d'environ 8 μm .

La photo de la zone 3 montre que les motifs sont de même taille. Cependant on observe deux couleurs, du rose et du vert, qui prennent la même forme carré. On voit également que les coins sont arrondis.

La photo de la zone 4 montre que les motifs sont encore de même taille. On observe cette fois-ci les mêmes couleurs que celles de la zone 3 avec du bleu et du violet, toujours selon la même forme carré. Les coins sont encore arrondis.

La photo de la zone 6 montre que les motifs sont encore de même taille même si les motifs sont beaucoup moins nets et ont tendance à déborder les uns sur les autres. On voit ici que les carrés sont subdivisés en même motifs mais qu'un effet ondulatoire dans la forme peut se distinguer. Les coins sont arrondis.

La photo de la zone 8 montre encore une similitude dans le motif même si on ne parvient plus à distinguer de couleurs différentes à l'intérieur des carrés. Les coins sont arrondis.

On voit clairement que les dimensions des motifs sur le même plan sont identiques, en revanche on remarque des changements de couleurs à l'intérieur des motifs. Plus le photoresist est exposé, plus il y a de couleurs

à l'intérieur du motif. Ce changement de couleur s'explique par la forme géométrique en profondeur dans le photoresist qui est sujet à des phénomènes de diffraction de la lumière. Ce phénomène est expliqué à travers le schéma de la figure 14. L'intensité varie en fonction de la position et ainsi apparaît une variation de couleur à nos yeux. Par contre, lorsque le photoresist devient trop exposé, on n'observe plus de variations de couleurs dans le motifs mais une couleur blanche qui est le Si.

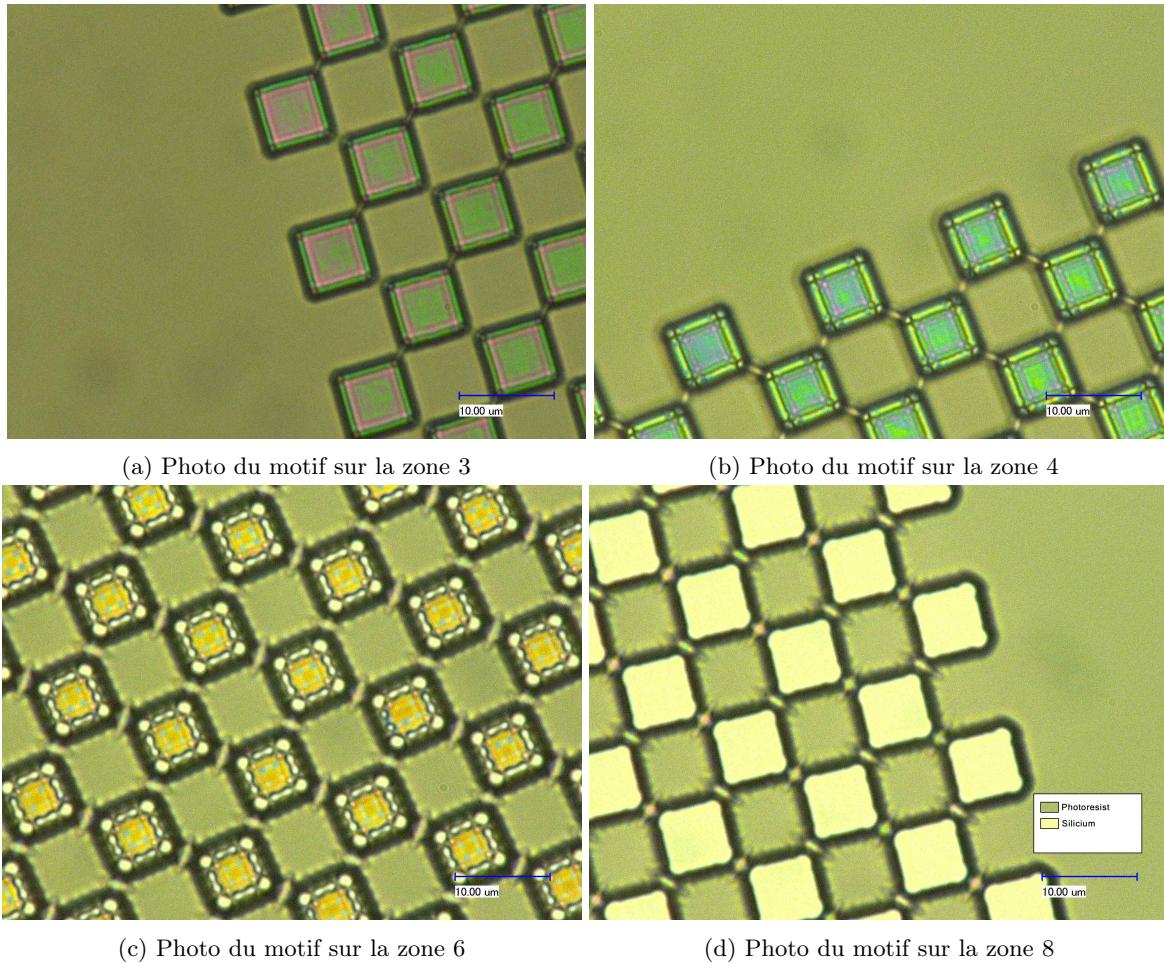


FIGURE 13 – échelle 10 μ m, grossissement x5000 (résine)

4.5 Etude d'alignement

Pour vérifier l'alignement, on utilise un vernier qui permet de mesurer le décalage entre les deux couches. Le principe du vernier est d'identifier l'endroit où les traits sont alignés, selon chaque axe, et d'en déduire le décalage en fonction du nombre de traits par rapport au milieu du vernier, chaque décalage d'un trait représentant dans ce cas un décalage de 200nm. Sur la photo on observe en vert le SiO_2 , en blanc le Si et en noir la résine. On observe sur ce tableau un décalage de 3 traits sur la gauche et un décalage de 2 traits sur le haut, ainsi on déduit une erreur d'alignement de 600nm négatif selon l'axe x et une erreur d'alignement de 400nm positif selon l'axe y.

On obtient le tableau de la figure 16 avec (x,y) les coordonnées de la zone de mesure, ΔX l'erreur d'alignement selon l'axe x et ΔY l'erreur d'alignement selon l'axe y.

4.6 Etude de la sous gravure

Nous ne l'avons pas faite lors du TP car nous n'avions pas de motif à exploiter, nous récupérons donc ici les données du groupe 1 pour l'analyse.

Ils ont fait une gravure humide isotrope de SiO_2 au HF à l'aide d'un masque en photoresist de motifs carrés. Ils ont gravé pendant un total de 13min38s, soit $T_{gravure} = 818\text{s}$. Le Si n'est pas attaqué par le HF d'où la couleur uniforme et le semblant d'anisotropie. Nous voyons le résultat, après enlèvement du photoresist ci-dessous. Avec l'outil de mesure nous obtenons la largeur de la résine $W_{resine} = 7.83\mu\text{m}$ et du SiO_2 $W_{\text{SiO}_2} = 4.86\mu\text{m}$, nous pouvons donc faire le calcul de vitesse de sous-gravure : $V_t = \frac{W_{resine} - W_{\text{SiO}_2}}{2 \cdot T_{gravure}} = 109\text{nm/min.}$

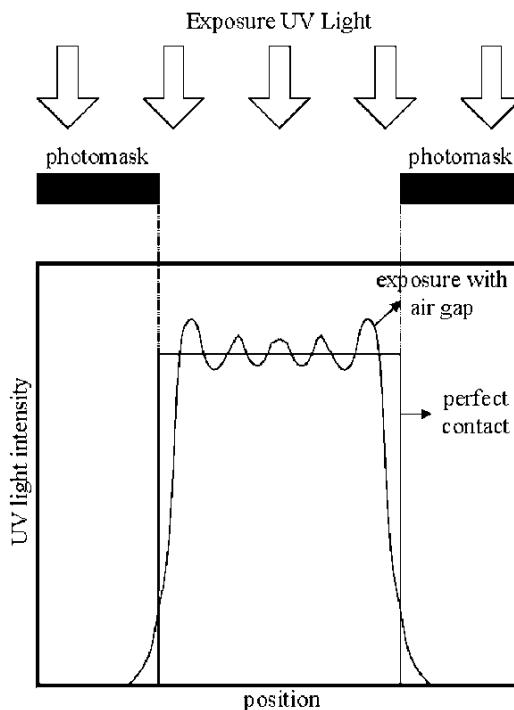
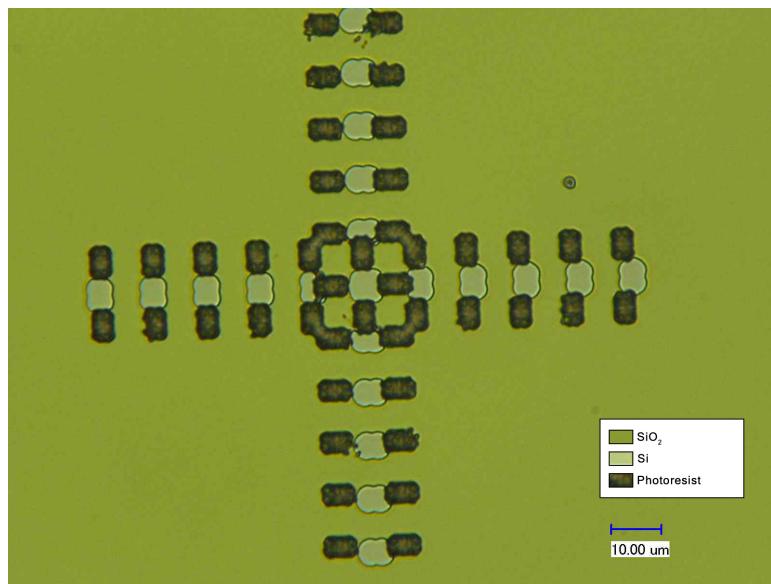


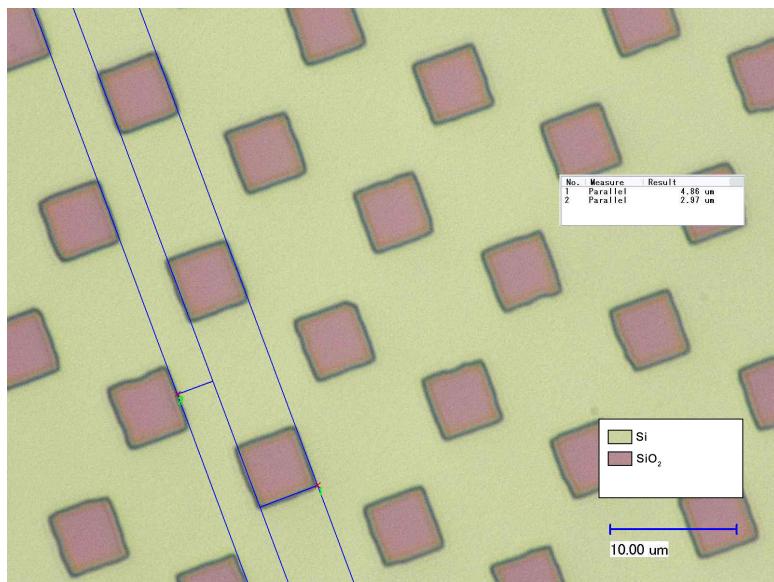
FIGURE 14 – Schémas de diffraction optique par diverses situations d'exposition

FIGURE 15 – Photo d'un vernier utilisé pour mesurer l'erreur d'alignement (SiO_2 : vert, Si : blanc, résine : noir)

X (mm)	Y (mm)	ΔX (nm)	ΔY (nm)
0	-28	-600	400

FIGURE 16 – Tableau de mesure de l'erreur d'alignement

En vitesse de gravure verticale nous avions $V_v = 85\text{nm}/\text{s}$, c'est différent de la vitesse de gravure du groupe 1 mais l'ordre de grandeur auquel on s'attendait, selon l'assistant 90nm/min, est respecté. Ces mesures sont très dépendantes de l'environnement. De plus ce sont les valeurs d'un autre groupe donc la manière de procéder pour chacune des opérations diffère forcément.

FIGURE 17 – Photo de sous gravure de SiO₂ (SiO₂ : rouge, Si : jaune)

5 Conclusion

Le but de la première séance pratique était de caractériser la résine. Dans un premier temps, nous avons manipulé l'équipement nécessaire à toutes les étapes de déposition, exposition et développement de la résine. Nous avons ensuite étudié les mesures pour déterminer la sensibilité et le contraste. Dans un deuxième temps, nous avons aligné un wafer avec un masque en se basant sur le système de vernier prédéfini et exposé ce wafer à la dose optimale obtenue à partir des résultats de l'étude de résine pour avoir une image nette du "Look Nice", ci-dessous, au microscope.

Lors de la deuxième séance le but était de faire une gravure humide et d'étudier les différentes structures pour mesurer les vitesses de gravure. Nous n'avions malheureusement pas déposé le masque pour pouvoir comparer les structures lors de la gravure et nous nous sommes contenté de suivre l'évolution de l'épaisseur et en déterminer la vitesse de gravure verticale.

Ces deux TP ont été un réel atout pour assimiler le cours sur les technologies de microfabrication suivi en parallèle et une occasion unique de faire un tour en salle blanche et voir comment des composants que nous utilisons maintenant tous les jours sont fabriqués.



FIGURE 18 – Look Nice

6 Rapports Individuels

6.1 Revêtement par centrifugation de photoresist (Iacopo Sprenger)

Une méthode pour déposer une couche mince et uniforme de résine photosensible sur un substrat est le spin-coating. Le principe est de placer un peu de résine au centre du wafer puis le faire tourner sur lui-même afin d'étaler la résine. A grande vitesse, le solvant s'évapore et le film de résine s'amincit de telle sorte à ce que l'épaisseur du film tende vers une certaine valeur. On peut choisir l'épaisseur du film en choisissant la vitesse de rotation, les deux derniers chiffres du nom de la résine donnent en général l'épaisseur obtenue avec une vitesse de 4000 tours par minute en centaine de nanomètres. Il est également possible de choisir l'épaisseur du film en variant la durée de rotation, mais cela donne des résultats reproductibles juste avec des films épais ($<10\mu\text{m}$). Pour déposer des films épais, il est cependant conseillé de déposer plusieurs couches minces. les films minces requièrent de grandes vitesses de rotation qui elles donnent des films plus reproductibles et de meilleure qualité.

Les principaux avantages de cette méthode sont sa fiabilité et sa rapidité, notamment dans une chaîne de production. De plus, les grandes vitesses de rotation évaporent déjà une grande partie du solvant, réduisant le temps de softbake nécessaire.

Ses inconvénients sont la formation d'un "edge-bead" et le fait qu'elle nécessite un wafer circulaire. Le edge-bead peut être enlevé par exemple en faisant couler un peu de solvant sur le bord du wafer à la fin du profil de rotation ou en utilisant des vitesses de rotation très élevées. Un autre inconvénient est la formation de trous dans la couche de résine si il y avait des bulles dans la bouteille. Cet inconvénient peut être évité en déposant deux couches de résine plus minces, car la probabilité que deux trous soient alignés l'un sur l'autre est très faible.

6.2 Réhydratation de photoresist (Timon Binder)

La réhydratation d'un photoresist est un point non négligeable en lithographe. Le processus permet l'eau de rediffuser dans le substrat après que la concentration ait fortement diminué pendant le pré-recuit. L'eau est indispensable pendant l'exposition UV car la réaction chimique nécessite de l'eau pour se produire. Si la concentration d'eau n'est pas suffisante la résine ne va pas atteindre un taux de développement élevé et le contraste sera moins bon. Le temps de réhydratation dépend de l'épaisseur de la résine qui a été déposée, de la température et de l'humidité de l'air. Il est important de noter que le temps ne dépend pas linéairement de l'épaisseur. Si l'humidité est trop basse, c'est même possible qu'on n'atteindra jamais une concentration d'eau suffisante.

En comparant deux wafers, où un a été suffisamment réhydraté et l'autre insuffisamment réhydraté. Nous allons constater que le début du développement est similaire pour les deux wafer, car la surface a déjà été réhydratée pour les deux. Pour un temps de développement plus long on remarque que le taux de développement ralenti pour la partie qui n'était pas suffisamment réhydratée.

Tout ça va directement influencer le profil du résist. Si le temps de développement est long, le développement va commencer à attaquer les bords avant d'avoir atteint le fond de la résine, produisant ainsi un profil moins droit.

6.3 Enlèvement de photoresist (Filip Slezak)

Après avoir déposé et travaillé avec le photoresist il nous faut l'enlever. Dans la plupart des cas cette opération est simple, il suffit de plonger le wafer dans un solvant "stripper" comme le Microposit Remover 1165 que nous aurions pu utiliser et toute la résine va se détacher comme voulu mais ce n'est pas toujours aussi facile.

Lors de différentes opérations de gravure sèche, recuits ou exposition aux DUV et autres qui apportent de l'énergie et élèvent la température au-delà des 150°C la réticulation du photoresist est activée. Les photoresists positifs ou négatifs réagissent un peu différemment mais les deux sont plus difficiles à enlever lorsqu'ils sont réticulés - les liaisons sont renforcées et entremêlées. Lors des opérations de déposition, la matière déposée peut aussi compliquer l'enlèvement du photoresist qui est alors plus difficile d'accès.

Le solvant idéal a une faible pression vapeur pour éviter que le photoresist ne se redépose une fois enlevé et une température d'ébullition relativement élevée car en augmentant la température les liaisons du photoresist sont plus facilement rompues (80°C pour NMP, DMSO) et on active la réaction du solvant. Ces solvants sont assez toxiques et il faut les manipuler avec précaution. On peut aussi utiliser de solutions alcalines à basse concentration (2-3% KOH, NaOH) si les matériaux sur le wafer y résistent (typiquement pas les métaux).

Si on n'arrive pas à enlever le photoresist par gravure humide en manipulant les paramètres des solvants ci-dessus, il faut considérer la gravure sèche au plasma d'oxygène. On sacrifie alors une épaisseur assez uniforme

sur l'intégralité du substrat et on a la garantie de se débarrasser des résidus de photoresist mais cette opération ne peut être faite manuellement, et est beaucoup moins facile à mettre en oeuvre donc elle coûte plus cher.

6.4 Gravure HF (Gaspard Leroy)

L'acide fluorhydrique HF est un décapant utilisé pour la gravure de SiO₂, du quartz ainsi que des verres. On en trouve en différente concentration, plus la concentration est élevée, plus la gravure est rapide. On utilise le HF car c'est un acide faible qui n'attaque pas le masque photoresist, il est clairement efficace pour effectuer des gravures avec masquage. De plus le photoresist est stable contre le HF ce qui permet d'éviter la sous gravure et le "pelage" du photoresist.

En réalité on observe un problème d'adhérence du photoresist lors de la gravure ce qui conduit à une sous gravure plus prononcée que celle attendue lors des gravures isotropes. En cas de sous gravure prononcée, on observe un décollement des structures de photoresist et donc la gravure s'en retrouve être beaucoup moins précise. De plus il est préférable d'utiliser du HF en faible concentration car celle-ci est fortement lié aux décollement du photoresist. Il faut donc chercher à améliorer l'adhérence du photoresist pour améliorer la qualité de la gravure.

Il existe plusieurs moyens d'améliorer l'adhérence du photoresist :

- Nettoyer le substrat en cas de présence d'impureté organiques. Elle s'effectue en deux étapes : élimination des impuretés grâce à l'acétone puis rinçage avec alcool isopropylique afin d'enlever l'acétone contaminée.
- Cuisson du substrat si celui-ci est propre, 120-140 degrés Celsius pendant quelques minutes pour enlever les molécules d'eau, 150 degrés Celsius pour enlever les liaisons OH offrant ainsi une meilleure adhérence.
- Via l'utilisation de photoresists optimisés tel que la série AZ en sélectionnant le photoresist en fonction de l'épaisseur à graver. En effet plus il faut graver profond, plus le film photoresist doit être épais. En général multiplier par deux l'épaisseur du film photoresist permet de multiplier par quatre le temps de gravure.
- Cuisson 5-10 min à 140-150 degrés Celsius juste après le développement de la résine.

Pour la gravure de verre, on ajoute des additifs dans la solution car l'ajout d'additif est fortement lié à la vitesse de gravure. Ainsi on améliore la vitesse de gravure tout en évitant l'utilisation de HF en forte concentration ce qui permet d'augmenter la stabilité contre le décollement.

Date	Groupe + Noms	Session
21/10/2019	Groupe 3 - Timon Binder	1

Date	Groupe + Noms	Session
21.10.2019	Groval 3 Jacopo Spenger	1

Step	Description	Equipement	Program or Parameters					Remarks
1	Litho wafers	Si-wafers	CMi - test	80525				
	Align wafers	Si + SiO ₂ wafers	CMi - test	74066	182nm of SiO ₂			
	Etch Wafers	Si + SiO ₂ wafers	CMi - test	81506	495nm of SiO ₂ (wetox)			
2	Check machines	Z13/SSE coater						
		Z13/SSE hotplate						
		Z13/MJB4						
3	HMDS priming	SSE V320	HMDs - Standard	-735°C				
4	AZ1512HS coating	SSE SB20	STD - 3'000 RPM					
5	AZ1512HS softbake	SSE Hot plate	708°C - 50sec	(mesure laplage à 100°C)				
6	AZ1512HS relaxation time	Plan de travail	le temps de préparer les autres machines					
7	AZ1512HS expose	SÜSS MJ3-4	0,1	7	1,7	2,5	2,9	3,7
			0,5	1,5	2,1	2,7	3,1	5
8	AZ1512HS develop	wet Bench	AZ 726 MIF					
9	Cleaning	Rins in water	de-ionized water					
10	Inspection	optical microscope	Nikon - Optiphot 200					
11	Thickness measurements	Filmetrics F20-UV	mesure de FK sur Si					
	Time	0,1	0,5	1	1,5	1,7	2,1	2,5
	Thickness	7,67	7,52	0,99	0,63	0,57	0,37	0,19
								0,7
							0,07	0,0
							0,0	0,0
							5	5
							(μm)	(μm)

Date	Groupe + Noms	Session
28/10/2019	Groupe 3 - Filip Slezak	2

Step	Description	Equipement	Program or Parameters	Remarks
	Etch Wafers	CMI - TEST - 81506		495 nm et pas Scann
2	Prepare acid Bench: -Plastic containers :1x BHF & 2x DI rinse) -tissues & timer	BOE 7:1 Wafer holder	2x DI pour bien débarrer et enlever les résidus de BHF + rincer	HF attaque le verre Ne pas bloquer le flux d'air avec les tissus
3	Wear Protection	Tallier + Masque avec visière Gants longs - protection chimique		Au minimum houle de contamination, tout geler Enter de lacher l'intérieur des gants et entamer l'intérieur
4	Pour BHF in one container And DI on the others			
5	Etching wet			Le temps passé entre deux rinçage compte dans le temps de gravure
6	Cleaning			Rincer à l'eau et sécher
7	Thickness measurements		FilmMetrics F20 - UV, Si:O ₂ wafer	Couleur change son épaisseur change (inférence) Pas uniforme à cause de manque houle
8	Repeat steps 5-7 for three different times and complete the table		Time s Thickness nm	60 mm 495 microm 166 microm 227 microm 300 microm 170 microm 68 microm
9	Photoresist stripping Beaker Gants		Microposit remove 165 ~ 3min	Thiếc seulement - rien à stripper
10	Cleaning			Vider les restes dans les bouteilles déchets Rincer 3x tout le matériel après utilisation

Date	Groupe + Noms		Session	
28 / 10 / 2019	Groupe 3 - Gaspard Lescuy		2	
Step	Description	Equipement	Program or Parameters	Remarks
1	Etch Wafers	CHI-TEST-81506		épaisseur de base de 495 nm
2	Prepare acid Bench: -Plastic containers :1x BHF & ↓ 2x DI rinse) -tissues & timer	Utilisation d'un tenuer de wafer	fremper wafer dans acide puis rincer, répéter l'opération	bien nettoyer bouteille après versement du HF
3	Wear Protection	mascue avec visière en plastique. gants long jusqu'aux épaules		préférer le plastique car l'acide attaque la verre. Ne pas toucher son visage et laisser au moins 10 cm de l'intérieur, ne doit pas être à la portée des enfants. Ne pas soupirer dans une direction du flux d'air
4	Pour BHF in one container And DI on the others	bacs en plastique		DI : diluante water
5	Etching		gravure humide	indiquer le temps de transition entre la gravure et rinçage comme temps faisant partie de la gravure
6	Cleaning			deux bacs pour rincer pour vraiment être sûr d'avoir bien enlever tout brache
7	Thickness measurements	film Metric FL20 - UV		l'épaisseur n'est pas uniforme. Observation changement couleur car variation d'épaisseur.
8	Repeat steps 5-7 for three different times and complete the table		Time Thickness (nm)	1min 485 white 2 min 46 485 white 3 min 47 485 white 5 min 170 68
9	Photoresist stripping	bocher gants	Microposit remover 1165 ~ 3min	pas fait lors du TPI seulement la théorie. Permet de enlever la résine
10	Cleaning			Tout nettoyer 3 fois : Ne pas jeter les écoulements égouts.

Références

- [1] MOODLE-EPFL, [09.11.2019]
<https://moodle.epfl.ch/course/view.php?id=14711>
- [2] Information général en CMI, [06.11.2019]
<https://cmi.epfl.ch/>
- [3] Spin coating of photoresist, [09.10.2019]
https://www.microchemicals.com/technical_information/spin_coating_photoresist.pdf
- [4] Rehydration of Photoresists, [09.10.2019]
https://www.microchemicals.com/technical_information/photoresist_rehydration.pdf
- [5] Photoresist Removal (version adaptée), [04.10.2019]
https://www.microchemicals.com/technical_information/photoresist_removal.pdf