Protocole d'utilisation du four de dépôt LPCVD Tempress pour le dépôt de silicium polycristallin dopé B

Pascal Dubreuil, Jean-Christophe Marrot, Emmanuel Scheid, Éric Imbernon

▶ **To cite this version:**

Pascal Dubreuil, Jean-Christophe Marrot, Emmanuel Scheid, Éric Imbernon. Protocole d'utilisation du four de dépôt LPCVD Tempress pour le dépôt de silicium polycristallin dopé B. Rapport LAAS n° 21083. 2021. hal-03181950

HAL Id: hal-03181950
https://laas.hal.science/hal-03181950

Submitted on 26 Mar 2021

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Protocole d'utilisation du four de dépôt LPCVD Tempress pour le dépôt de silicium polycristallin dopé B

Auteurs : Pascal Dubreuil
Eric Imbernon
Jean-Christophe Marrot
Emmanuel Scheid

1 Introduction

1.1 Cas général

Les dépôts de Silicium (Si) à partir d'une phase gazeuse (Low Pressure Chemical Vapor Deposition -LPCVD ou Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition -PECVD) sont des techniques usuelles de salle blanche. Dans le cas du LPCVD, la température de procédé peut donner des dépôts cristallins, en général comportant énormément de défauts, on parle alors de Silicium polycristallin. En dessous d'une température de 550°C pour du Silicium non intentionnellement dopé (NID), l'énergie thermique n'est pas suffisante et le dépôt se fait sans ordonnancement à longue distance, on parle de silicium amorphe (a-Si). Dans le cas du NID, les propriétés de conduction ou d'isolement ne sont pas suffisantes pour une utilisation électronique, les applications se trouvent en optique, du fait d'un indice réel élevé et d'une très faible absorption dans l'infra-rouge, proche ou lointain. Dans le cas d'un dopage intentionnel, le Silicium amorphe présente une mobilité réduite, et son utilisation en micro-électronique se fait uniquement si la température de procédé est un problème majeur. Par contre, le Silicium polycristallin (Si-poly) dopé peut avoir une conductivité de l'ordre du kS/cm, suffisante pour son utilisation comme couche de connexion, même si on est loin d'atteindre les conductivités de couches métalliques. L'avantage par rapport à ces dernières est sa compatibilité avec des traitements à (très) haute température.

1.2 Cas du Silicium dopé Bore

Les dépôts de Silicium polycristallin dopé Bore (ou non) par LPCVD (figure 1) sont activés thermiquement, avec des vitesses de dépôt de l'ordre de 0.1 à 2nm/min.

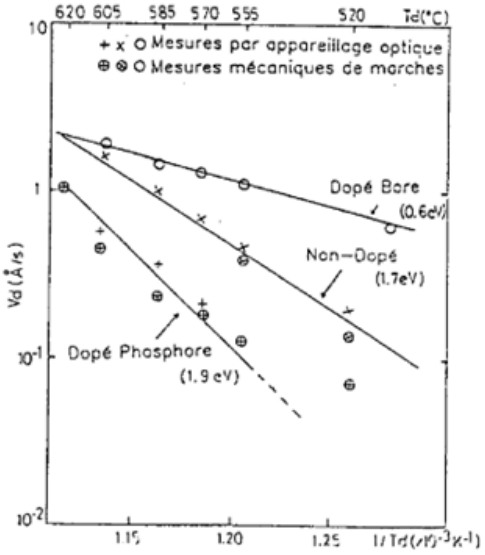


Figure 1 : vitesse de dépôt pour le Si-LPCVD dopé ou non en fonction de la température de dépôt.

Comme on peut le voir sur la figure 1, l'addition de Bore (via BCl_3) en substitution dans le dépôt LPCVD de Silicium (via SiH_4) provoque :

- Une augmentation de la vitesse de dépôt (jusqu'à un facteur 5 suivant la température et la pression),
- Une cristallisation à des températures où le dépôt non-dopé est amorphe (T<555°C),

comme le montre les images TEM de la figure 3,

- Et donc un dépôt conducteur (résistivité $\approx 10^{-3}$ Ohm.cm) quelle que soit la température.

Le caractère substitutionnel est dû à la faible pression partielle de BCl_3 qui est dilué à 10% dans N_2 : $P_{BCl3}+N_2$. On a typiquement $P_{BCl3}+N_2/P_{SiH4} \approx$ 1-3%, et on parvient ainsi à une concentration de porteurs de qq 10^{20} cm^{-3}. Au-delà d'une certaine pression partielle P_{BCl3} (figure 2) le dépôt devient un alliage SiB_x, ce qui induit :

- Une chute importante de la vitesse de dépôt,
- Un dépôt quasi-isolant,
- Un dépôt très contraint

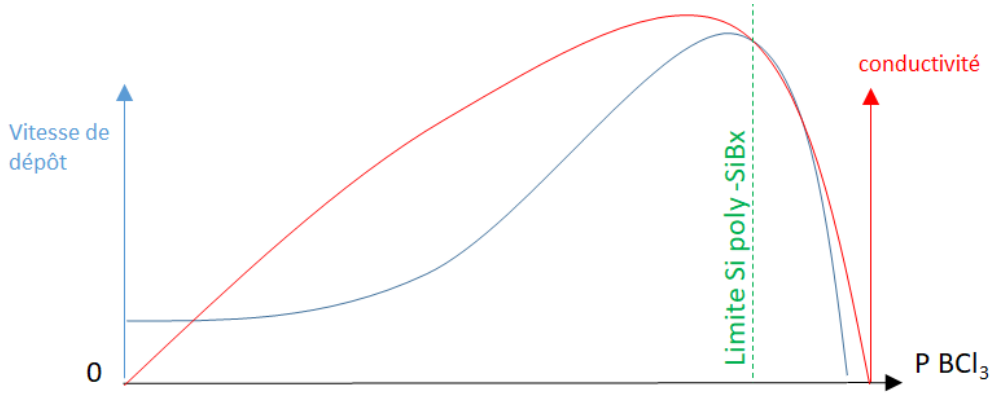


Figure 2 : évolution de la vitesse de dépôt et de la conductivité du Si-LPCVD dopé B en fonction de la pression partielle P_{BCl3}.

La figure 3 montre la structure du Si-LPCVD en fonction de la température de dépôt.
On remarque la présence de cristallites quelle que soit la température. La taille de ces cristallites augmente si la température est plus faible.

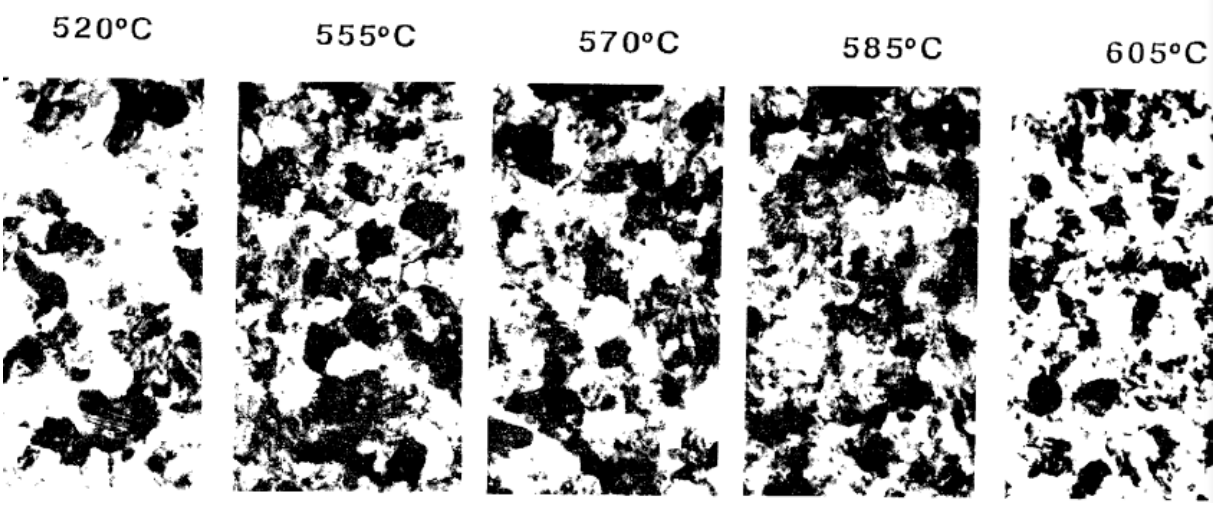


Figure 3 : Structures cristallines du Si-LPCVD dopé Bore observées par TEM pour différentes T°C.[1]

1.3 Durée des procédés

L'épaisseur totale suit une loi d'Arrhénius caractérisée par une énergie d'activation Ea 0,6eV du SiH4 (figure 1), l'épaisseur est limitée et comprise entre 100nm et 0,5-1µm en raison des fortes contraintes du dépôt (>400MPa). Les épaisseurs très fines (<10nm) sont difficiles à contrôler du fait de l'incertitude sur le temps court de dépôt à cause des transitions de débit des gaz au démarrage du dépôt. La valeur d'épaisseur est déterminée expérimentalement en fonction de la nature du substrat et du nombre de wafers traités en même temps. Le tableau 1 ci-dessous montre différentes vitesses de dépôt en fonction des paramètres : matériau, nombre de wafers ou charge, débit de BCl3. L'analyse du dépôt Si poly dopé Bore à partir de SiH_4 et BCl_3 repose sur le fait suivant : si on ne mettait pas de Bore à faible concentration, la vitesse de dépôt de Si poly avec la même pression de SiH_4 serait 3 à 4 fois plus faible. La présence de Bore en substitutionnel à la surface du substrat change la configuration électronique des atomes de Si et favorise ainsi l'adsorption de SiH_4 à la surface du substrat, augmentant en conséquence la vitesse de dépôt. Par contre, si on augmente BCl_3, soit la concentration de B à la surface, il se passe un amalgame et l'effet sur le collage de SiH_4 disparaît, voir s'inverse (voir courbe de la figure 2). Il y aussi un effet "d'empoisonnement" de la surface par HCl issu de la réaction 1 [2] qui tend à empêcher l'adsorption de SiH_4 et donc à diminuer la vitesse de dépôt. Ce qui explique l'effet de charge (nombre de wafers traités en même temps), puisque la concentration en HCl augmente le long de celle-ci. La gravure par HCl pour les pressions partielles des gaz et à la température sélectionnées pendant le dépôt est vraiment négligeable.

$SiH_2 + BCl_3 \longrightarrow SiBH + HCl + Cl_2$ (réaction 1)

Type de matériau hôte	Nombre de wafers	Débit de BCl3 sccm	Vitesse de dépôt nm/min
Verre B33, silice fondue	5	10	20
Verre B33, silice fondue	10	10	17
SiO2 th	10	10	18
SiO2 th	5	8	18

Tableau 1 : vitesse de dépôt du Si poly (B) suivant le matériau et le nombre de wafers

1.4 Techniques de caractérisation

Les moyens de caractérisations sont par ordre décroissant en rapidité :

- La résistance carrée, qui donne une mesure globale de la qualité conductrice (épaisseur déposée x conductivité).
- L'ellipsométrie, à condition d'avoir mesuré au préalable l'empilement des couches sous le dépôt, donne l'épaisseur et renseigne sur la présence de dopants actifs, par l'apparition d'une absorption de la longueur d'onde dans l'infra-rouge.
- La mesure de marche, nécessite la fabrication d'une marche par masquage de résine, donne l'épaisseur déposée. Cependant, la gravure humide du dépôt est difficile et peu sélective vis à vis de ce qu'il y a en dessous et de la nature du substrat.

- La mesure de rugosité par AFM ou TENCOR, donne la rugosité moyenne qui peut être importante >5nm, car elle est proportionnelle à l'épaisseur déposée.
- La mesure de contrainte, par la courbure mesurée au TENCOR. La contrainte peut être un facteur limitant pour les étapes suivantes d'un process. Cela nécessite une gravure de la couche déposée aussi en face arrière.
- La mesure d'effet Hall, nécessite la fabrication d'une structure de test, donne la concentration de dopants actifs et leurs mobilités.
- La mesure SIMS, donne la concentration totale chimique du dopant, en fonction de la profondeur investiguée dans le dépôt.
- La mesure TEM-EDX, nécessite la fabrication d'une lame TEM avec le FIB, donne l'épaisseur, la nature cristalline et la concentration totale chimique du dopant, en fonction de sa localisation, au nm près.

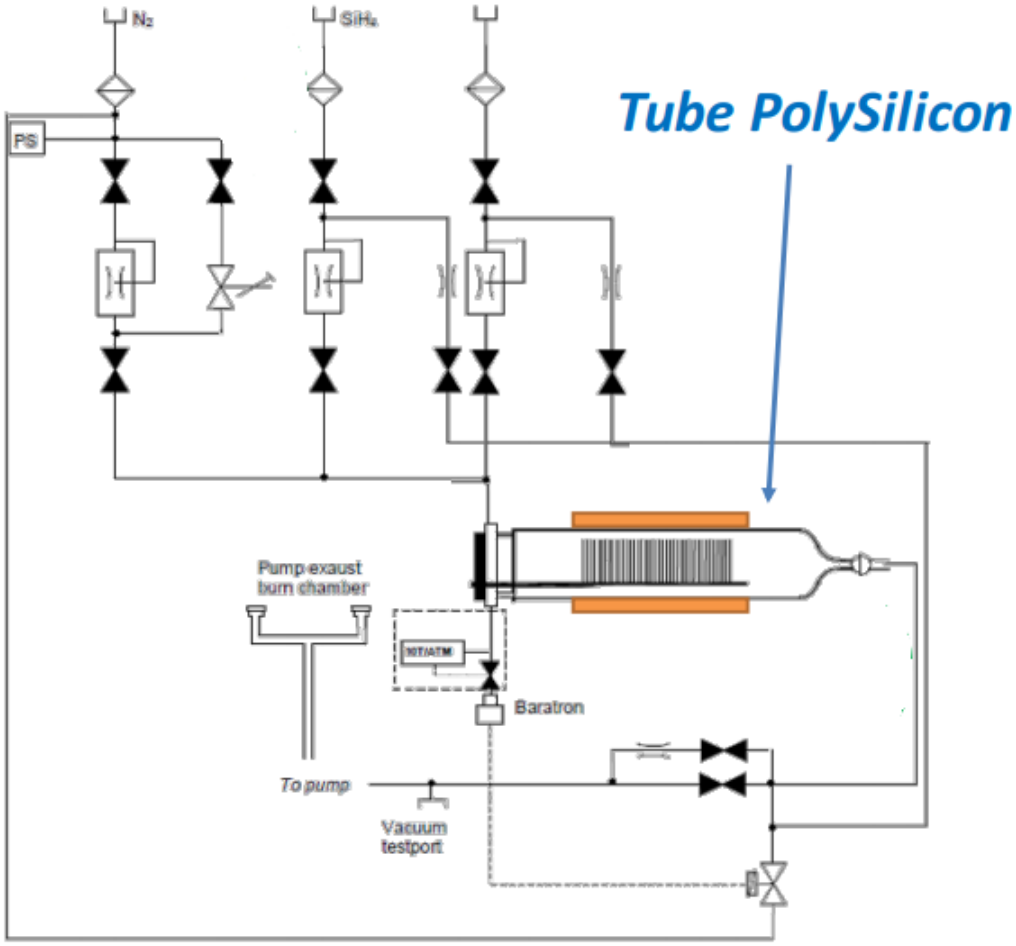
2 Description de l'équipement du LAAS

2.1 Schéma de principe

Le four Tempress situé dans la zone des traitements thermiques dans la salle (figures 5a et 5b) permet des dépôts de Silicium polycristallin (Si-poly) dopé Bore ou non par LPCVD à T=555°C ou du Silicium amorphe non dopé (a-Si) à T<550°C (figure 1). Il permet une vitesse de dépôt Si-poly dopé Bore à 555°C de 24 nm/mn, et de 2 à 5nm/min à T<550°C pour le a-Si.

Il est constitué de tubes horizontaux en quartz sous vide primaire. Chaque tube four est chauffé par un ensemble de 3 résistances entourant son extérieur. Pour le tube de dépôt Si-Poly dopé Bore, le schéma de principe (Figure 4), montre les différents organes nécessaires.

Un système permet l'injection de gaz à l'intérieur de chaque tube pour réagir avec la température interne et créer un dépôt chimique en phase vapeur (CVD) du matériau souhaité. Le système de pompage permet aussi d'évacuer les produits de réaction chimiques et le surplus de gaz de process, grâce à une purge du gaz vecteur azote pour diluer l'ensemble avant d'être envoyés dans l'extracteur de la salle blanche.



$$SiH_4 \longrightarrow Si + 2\,H_2$$

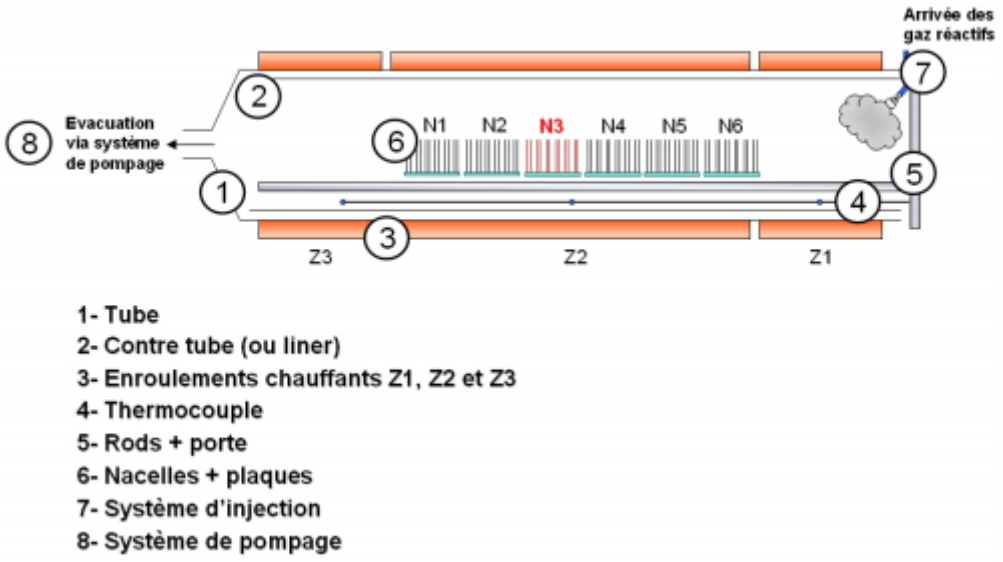


Figure 4 : Schéma de principe du four Si-LPCVD dopé Bore.

La pression de dépôt souhaitée est contrôlable par une vanne papillon.

En mode standby, sans dépôt, chaque tube four reste fermé et sous vide primaire (1Torr).

Pour ouvrir l'accès au tube, un flux d'azote est utilisé.

Le contrôle du chauffage de l'intérieur du tube est fait par 3 contrôleurs Eurotherm.

Le contrôle des différents débits de gaz N_2, SiH_4, BCl_3 est fait par des débits-mètres massiques (MFC).

2.2 Vue de l'équipement

Le tube servant au dépôt de Si poly dopé B est celui situé au niveau le plus bas, les 3 contrôleurs Eurotherm associés sont ceux situés le plus à gauche (figure 5a).

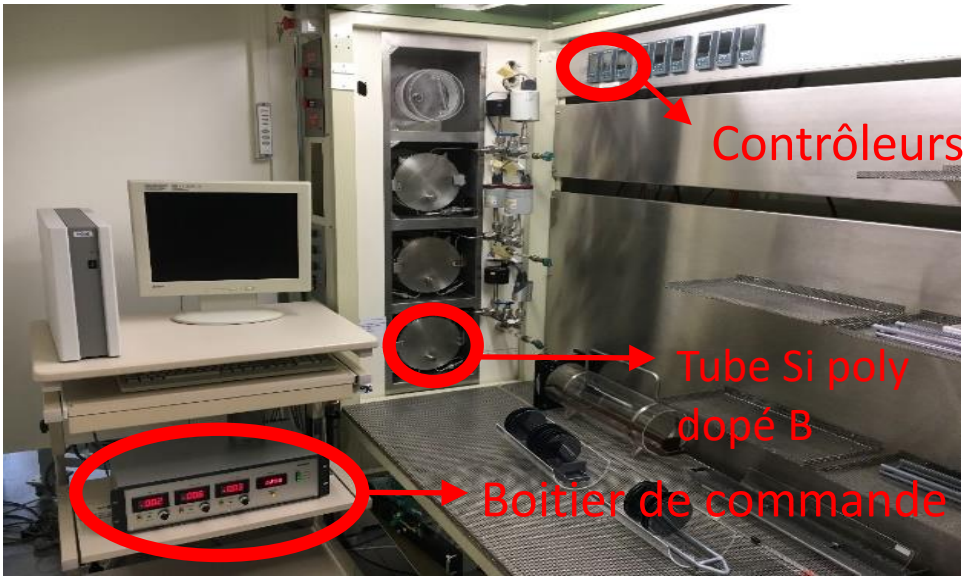


Figure 5a : Four de dépôt LPCVD Si-poly dopé B, face avant en Salle Blanche.

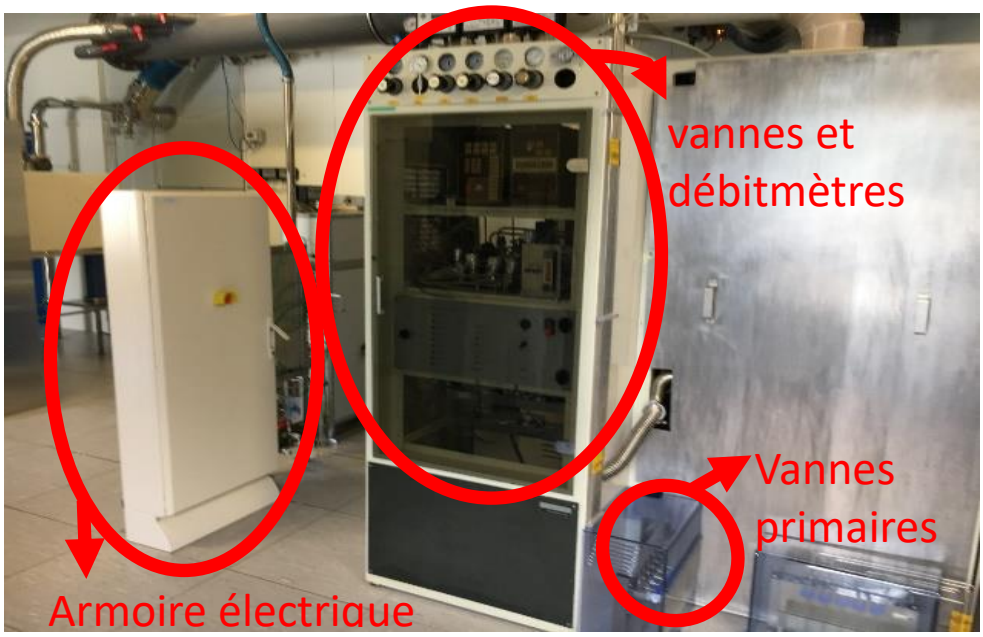


Figure 5b : Four de dépôt

LPCVD Si-poly dopé B, face arrière en doigt gris.

3 Préparation du four de dépôt

- Ouvrir la vanne de Silane (SiH_4) à partir du boitier mural au sous-sol de la salle blanche.
- Régler les contrôleurs Eurotherm (figure 5a) à la température voulue (555°C typiquement). Attention, monter les 3 zones par palier de 50°C et 2 zones seulement à la fois, car risque de disjonction. Rien ne signale la disjonction si ce n'est que la chauffe ne fait pas monter la température.
  Dans ce dernier cas, il faut remettre en position ON les disjoncteurs associés, situés dans l'armoire électrique en doigt gris, après avoir remis la consigne des contrôleurs Eurotherm à une valeur de température inférieure.
  ATTENTION : le disjoncteur général (celui du haut, figure 6) est thermique, il faut qu'il refroidisse pour pouvoir se réenclencher.

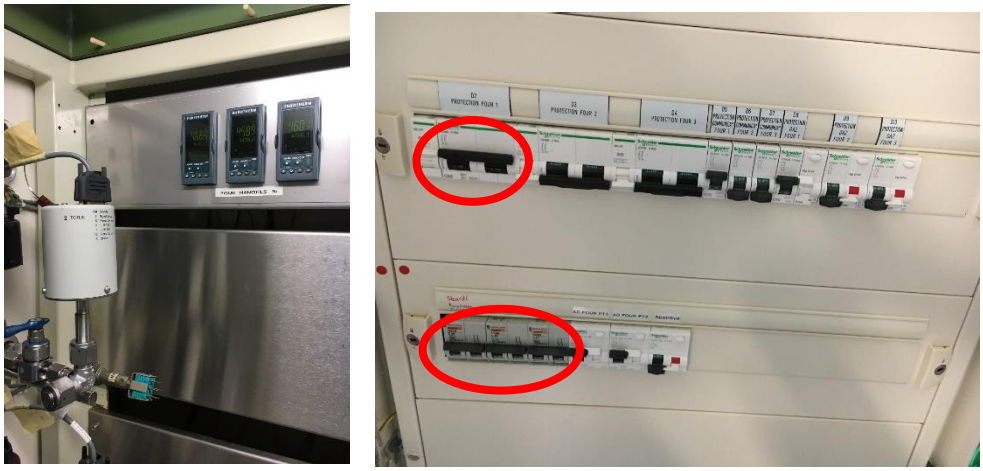


Figure 6 : Les trois contrôleurs Eurotherm pour la chauffe, en mode standby (T°=460°C). Les disjoncteurs des contrôleurs Eurotherm dans l'armoire électrique en doigt gris.

- Ouvrir les vannes d'air comprimé (AC) et SiH_4 dans le boitier des vannes primaires et BCl_3 (dans l'armoire BCl_3) en doigt gris (figures 7 et 8).

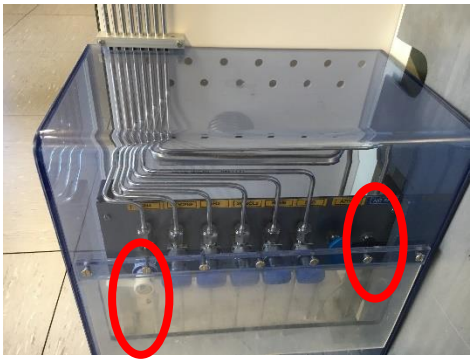


Figure 7 : vannes SiH4 (à gauche) et AC (à droite).

Figure 8 : vanne BCl3.

- Ouvrir les vannes BCl_3 et SiH_4 dans le panneau de gaz en doigt gris (figure 9).

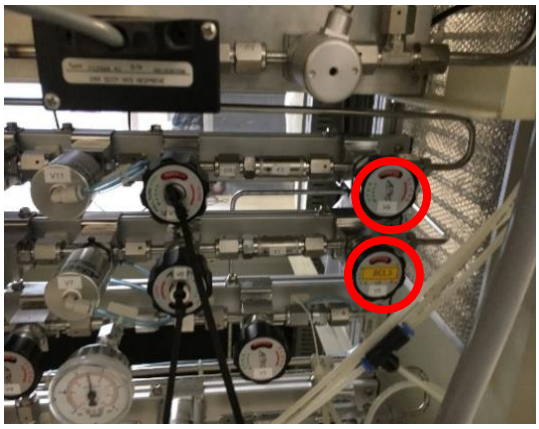


Figure 9 : vannes BCl_3 (jaune) et SiH_4 en doigt gris.

-

Figure 10 : vanne N_2 purge (à gauche) et contrôleur de la vanne papillon (dessous).

- Ouvrir vanne "N_2 purge" à l'arrière du four (figure 10)
- Régler la vanne papillon à l'arrière du tube à 40 (POSITION MODE – POSITION 4) pour éviter les coups de bélier lors de la descente en pression (figure 10).
- Remplissage en N_2 du tube : Gate valve OFF (figure 9) et actionnement vanne N_2.
- Régler le débit N_2 à 5l/mn, le tube se remplit en N_2 en 10 minutes. Tant que le tube n'est pas rempli on ne peut pas ouvrir manuellement la porte du four qui est sous vide , laisser le balayage N_2 (figure 11).

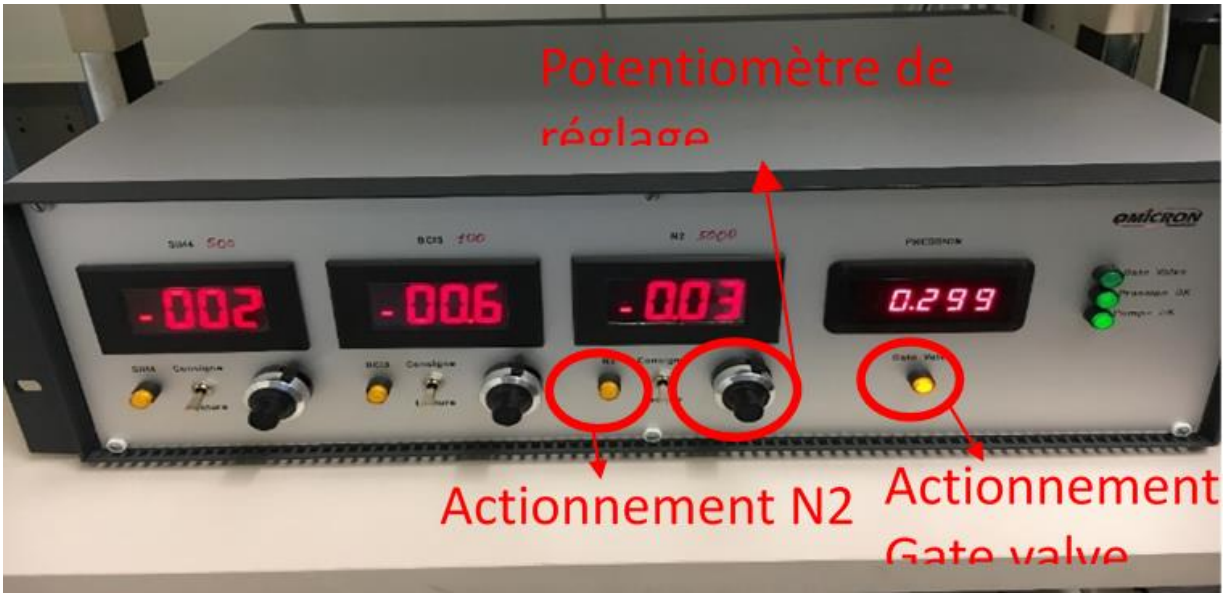


Figure 11 : boitier de commande vannes et débitmètres

- Ouvrir manuellement la porte du four tube
- Régler le débit N_2 à 2l/mn (contrôleur des débits de gaz), pendant le chargement des plaquettes pour éviter de faire entrer des poussières dans le tube qui pourraient se redéposer sur les plaquettes et limiter la consommation en N_2.

4 Enfournement des plaquettes dans le four de dépôt

- Charger les plaquettes posées sur une nacelle en quartz adaptée avec 5 plaquettes écrans devant et 5 plaquettes écran derrière, et en introduisant l'ensemble dans le tube jusqu'au milieu du tube avec une canne en verre associée à ce four, située à l'entrée du four.
- Fermer manuellement la porte du four tube.
- Faire le vide dans le four tube :
  - Fermer N_2 (contrôleur des débits de gaz)
  - Ouvrir la Gate valve et s'assurer de l'étanchéité de la porte du four tube
  - Dès que le vide atteint 2 Torr : ouvrir la vanne papillon à 1000 (OPEN) sur le contrôleur de la vanne papillon (figure 10)
- Attendre 10-15 mn pour la stabilité de la T°C.
- Pendant ce temps, effectuer 2 ou 3 purges à l'azote et des phases de pompage pour obtenir une stabilité du vide limite :

- Injecter N_2 à 0.3 l/mn pendant 1 minute
- Fermer N_2
- Pompage jusqu'au vide limite
- Renouveler ce cycle 2 à 3 fois

5 Dépôt

- Ouvrir BCL_3 au niveau du contrôleur des débits de gaz (vérifier que la consigne soit à 0 sccm).
- Régler le débit de BCL_3 à 10 sccm.
- Ouvrir SiH_4 au niveau du contrôleur des débits de gaz (vérifier que la consigne soit à 0).
- Régler débit SiH_4 à 300 sccm : ⚠ ***Ne pas dépasser 300 sccm et aller vite parce que :***
- **Le temps process démarre dès l'introduction du SiH_4 (début de réaction CVD)**
- **Le dépôt se fait avec la vanne papillon entièrement ouverte (OPEN)**
- **Attendre la fin de la durée souhaitée du process (**à partir d'une vitesse moyenne de dépôt issue du tableau 1)
- Régler le débit SiH_4 à 0 sccm.
  - Attendre quelques secondes, que la valeur « 0 » se stabilise
- Régler le débit BCl_3 à 0 sccm.
- Fermer SiH_4.
- Fermer BCl_3.
  - Attendre quelques secondes, que la valeur « 0 » se stabilise.
- Purger avec N_2 pendant 5 minutes par 2 cycles :
  - Injecter N_2 à 0.4 l/mn pdt 1 minute
  - Fermer N_2
  - Pompage jusqu'au vide limite (2 Torr)
- Remplissage en N_2 du four tube : Gate valve OFF.

Régler le débit N_2 à 5l/mn, le tube se remplit en N_2 en 10 minutes. Tant que le tube n'est pas rempli on ne peut pas ouvrir manuellement la porte du four qui est sous vide, laisser le balayage N_2 (figure 11)

6 Défournement des plaquettes

- Ouvrir entièrement la porte du four tube.
- Régler le débit N_2 à 2l/mn pour éviter aux poussières externes de rentrer dans le four tube et réduire la consommation en N_2.
- Décharger la nacelle des plaquettes avec la canne en verre.

7 Mise en standby du four, si aucun dépôt est à faire.

- Fermer manuellement la porte.
- Faire le vide dans le four tube pour le mode standby :
  - ***Régler la vanne papillon à 40*** (Position Mode)
  - Ouvrir la Gate valve en s'assurant de l'étanchéité de la porte
  - Au bout d'1 minute : ouvrir la vanne papillon à 1000 (OPEN)
- Baisser la température des contrôleurs Eurotherm à la température de standby de 450 °C.
- Fermer toutes les vannes SiH_4, BCl_3, air comprimé (figures 7, 8 et 9) avec air comprimé en dernier.

Références bibliographiques :

[1] C. Azzaro, E. Scheid, D. Bielle-Daspet, P. Duverneuil, P. Boudre. AN UNDERSTANDING OF IN SITU BORON DOPED POLYSILICON FILMS BY CHARACTERIZATION AND SIMULATION. Journal de Physique IV Proceedings, EDP Sciences, 1991, 02 (C2), pp.C2-79-C2-85.

[2] V.Cocheteau, thèse INPT Génie des Procédés et Environnement, SYNTHESE DE PLOTS QUANTIQUES DE SILICIUM PAR LPCVD POUR LES NOUVELLES GENERATIONS DE MEMOIRES NON VOLATILES, 2005.