

## **Применение методов химического осаждения тонких слоёв из газовой фазы для микросхем с технологическими нормами 0,35-0,18 мкм.**

### **Часть 2. Аппаратура и методология осаждения слоёв**

***Васильев В. Ю.***

*Во второй части работы выполнен анализ конструкционных особенностей аппаратуры и методики химического осаждения из газовой фазы тонкослойных неорганических кремнийсодержащих материалов, применяемых при изготовлении интегральных микросхем с технологическими нормами 0,35-0,18 мкм. Рассмотрены особенности работы отдельных узлов и параметры оборудования, методические особенности качественного осаждения, взаимосвязь параметров технологических процессов и характеристик тонких слоёв.*

#### **Введение**

Процессы химического осаждения из газовой фазы (ХОГФ) тонкослойных материалов, обозначаемые в зарубежной литературе термином Chemical Vapor Deposition (CVD), являются базовыми технологическими процессами в серийном производстве интегральных микросхем (ИМС) с субмикронными проектно-технологическими нормами. Назначение тонких слоёв неорганических кремнийсодержащих материалов (поликристаллического кремния, диоксида кремния, нитрида кремния и силикатных стекол) в ИМС, основные тенденции развития и проблематика метода ХОГФ применительно к технологии изготовления ИМС с технологическими нормами выше ~0,18 мкм проанализированы в первой части настоящей работы [1]. Определяющими условиями получения качественных тонких слоёв с заданными свойствами являются правильность выбора, понимание особенностей конструкции и функционирования и оптимизация применяемой аппаратуры ХОГФ. Совокупность этих данных даёт основания для выработки правильной методики процессов осаждения и для получения надёжных данных при кинетических исследованиях закономерностей роста слоёв. В итоге обеспечивается воспроизводимое получение совокупности необходимых параметров тонких слоёв и их однородности на полупроводниковых подложках.

В ходе развития технологии ИМС были опробованы различные конструкции установок для ХОГФ тонких слоёв. Однако только часть из разработанного оборудования оказалась удачной и стала действительно массовой, давшей возможность как серийного выпуска ИМС, так и относительно несложной модернизации процессов для обеспечения новых потребностей технологии. В настоящей работе рассмотрены конструкционные особенности технологических установок для ХОГФ тонкослойных материалов, в том числе наиболее используемых в стандартной технологии КМОП ИМС с технологическими нормами 0,35-0,18 мкм. Проанализированы конструкции реакционных камер основных типов оборудования, особенности работы важнейших узлов и параметры оборудования, методические особенности ХОГФ, основные функциональные зависимости «выходных» параметров (характеристик тонких слоёв) от «входных» параметров процессов ХОГФ.

#### **1. Краткая характеристика ХОГФ**

Применительно к задачам микроэлектронной технологии целью процесса ХОГФ является синтез на нагретой до необходимой температуры полупроводниковой подложке тонкослойного материала с необходимой для изготовления ИМС совокупностью толщины,

физико-химических, электрофизических и прочих свойств. Слои являются конечным результатом необратимых химических реакций подаваемых в реакционную камеру для ХОГФ парообразных исходных веществ. Принципиальным отличием процессов ХОГФ от других технологических процессов в производстве интегральных микросхем является то, что тонкие слои синтезируются непосредственно в ходе технологического цикла изготовления ИМС, во многом определяя характеристики ИМС.

В основе процессов ХОГФ кремнийсодержащих слоёв лежат несколько типов химических реакций, примеры которых представлены в таблице [2]. Приведённые схемы реакций достаточно условны, так как состав побочных продуктов реакций зависит от конкретных условий реализации процесса ХОГФ. Например, побочными продуктами окислительных реакций гидридов (моносилана, фосфина, диборана) при ХОГФ в зависимости от конкретных условий могут быть и водород, и вода, а основной продукт химической реакции  $\text{SiO}_2$  может быть получен в виде тонкого слоя, аэрозоля или и того, и другого одновременно. Ещё одним типом реакций ХОГФ можно назвать реакции с плазменной активацией реагентов, реализуемые при существенно более низкой температуре. Однако схемы таких плазменных реакций являются ещё более неопределёнными и потому приводятся редко.

Таблица

Типы и предполагаемые схемы основных реакций ХОГФ

Тип реакции	Пример схемы реакции
Пиролиз	$\text{SiH}_4 \rightarrow \text{Si} + 2\text{H}_2$ $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4 \rightarrow \text{SiO}_2 + 4\text{C}_2\text{H}_4 + 2\text{H}_2\text{O}$
Окисление	$\text{SiH}_4 + \text{O}_2 \rightarrow \text{SiO}_2 + 2\text{H}_2$ $4\text{PH}_3 + 5\text{O}_2 \rightarrow 2\text{P}_2\text{O}_5 + 6\text{H}_2$ $2\text{B}_2\text{H}_6 + 3\text{O}_2 \rightarrow 2\text{B}_2\text{O}_3 + 6\text{H}_2$ $\text{SiH}_4 + 4\text{N}_2\text{O} \rightarrow \text{SiO}_2 + 2\text{H}_2\text{O} + 4\text{N}_2$ $\text{SiH}_2\text{Cl}_2 + \text{N}_2\text{O} \rightarrow \text{SiO}_2 + 2\text{N}_2 + 2\text{HCl}$
Аммонолиз	$3\text{SiH}_4 + 4\text{NH}_3 \rightarrow \text{Si}_3\text{N}_4 + 12\text{H}_2$ $3\text{SiH}_2\text{Cl}_2 + 10\text{NH}_3 \rightarrow \text{Si}_3\text{N}_4 + 6\text{NH}_4\text{Cl} + 6\text{H}_2$ $3\text{SiCl}_4 + 16\text{NH}_3 \rightarrow \text{Si}_3\text{N}_4 + 12\text{NH}_4\text{Cl}$
Гидролиз	$\text{TiCl}_4 + 2\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{TiO}_2 + 4\text{HF}$ $\text{SiF}_4 + 2\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{SiO}_2 + 4\text{HF}$

## 2. Аппаратура ХОГФ

Для ХОГФ тонких слоёв парогазовые смеси исходных соединений поступают в реакционную камеру (собственно реактор с размещённой в нем нагретой полупроводниковой подложкой) либо в токе газоносителя при некотором перепаде давления, либо в результате откачки реактора вакуумным насосом. Непрореагировавшие исходные вещества и газообразные продукты реакции удаляются из реактора таким же образом. Следовательно, ХОГФ тонких слоёв происходит в непрерывном динамическом режиме, а реакторы соответственно являются проточными реакторами.

Для подавляющего большинства известных установок для ХОГФ тонких слоёв конструктивно аппаратура состоит из примерно идентичных блоков (см. упрощённую схему на рис. 1). Реакционная камера для осаждения имеет, как правило, запатентованное конструктивное решение. К обязательным блокам установок относятся блок подачи и

смешения газов или паров жидких исходных веществ и блок утилизации отработанных веществ и продуктов реакции (скруббер). Блоки подачи и смешения оснащаются баллонами для газообразных веществ или испарителями различных типов для жидких веществ, фильтрами, стабилизаторами давления, регуляторами расхода газов, вентилями, клапанами. Другие аппаратурные блоки (показаны пунктиром на рис. 1) применяются в составе более сложной аппаратуры для ХОГФ: вакуумной и вакуумно-плазменной. В вакуумных системах ХОГФ используются вакуумные насосы различных типов, вакуумные вентили и клапаны, измерители давления, регуляторы быстроты (скорости) откачки, ловушки для удерживания продуктов реакций. Для плазменной аппаратуры необходимы высокочастотные (ВЧ) генераторы и устройства возбуждения плазменного разряда внутри реакторов.

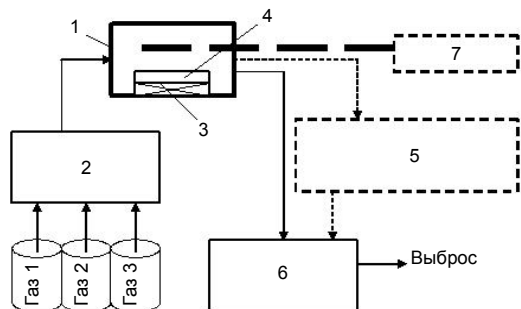


Рис. 1

Укрупнённая блочная схема аппаратуры ХОГФ кремнийсодержащих слоёв:

- 1 – реактор; 2 – блок подачи реагентов; 3 – нагреватель; 4 – подложка; 5 – блок откачки; 6 – блок утилизации; 7 – ВЧ генератор

нагрева – на реакторы с «горячими стенками» (Hot-Wall), где осуществляется прогрев всего реакционного объёма, включая подложки и стенки реактора, или «холодными стенками» (Cold-Wall), где нагреваются только подложки; в) по количеству подложек – на «индивидуальные» (Single Wafer Chamber), где осаждение выполняется на одной подложке, и на «групповые» (Batch Reactor), где одновременно может устанавливаться, например, около 150 подложек.

Несмотря на конструктивные различия использованной аппаратуры для процессов ХОГФ в проточных реакторах реализуются потоки, характеризующиеся числами Рейнольдса в диапазоне от 10 до 100, при которых эффекты турбулентности можно не учитывать [2]. В зависимости от общего давления в реакторе числа Кнудсена (отношение длины свободного пробега молекул к линейному размеру реактора) меняются от единицы в РНД до  $10^{-4}$  в РАД. Проведение процесса в РНД при низких давлениях порядка 133-1333 Па обеспечивает повышение коэффициента диффузии реагентов на 1,9-2,9 порядка величины по сравнению с РАД. Как следствие, это способствует смещению процесса ХОГФ в режим кинетического контроля химической реакции, что даёт возможность обеспечивать существенно лучшую однородность осаждения тонкого слоя на всей поверхности подложек. В этой связи для технологии микроэлектроники, где необходимо постоянное снижение неоднородности толщины на все более возрастающем размере подложек, становится понятной тенденция развития именно вакуумных установок и технологий ХОГФ.

В историческом аспекте основные тенденции развития оборудования для ХОГФ тонких слоёв применительно к микроэлектронному производству были кратко рассмотрены в работе [1]; упомянем также попытки классификации оборудования ХОГФ [3,4], фиксирующие внимание на отличиях реакторов. В настоящей работе мы будем следовать исторически общепринятому упрощённому и достаточному для понимания основных особенностей разделению реакторов: а) по используемому давлению – на реакторы атмосферного давления (РАД, Atmospheric Pressure, APCVD), пониженного/низкого давления (РНД, Low Pressure, LPCVD); б) по способу

---

### 3. Конструкции реакторов для ХОГФ

Примеры наиболее удачных и распространённых в производстве конструкций собственно реакторов ХОГФ приведены на рис. 2а-з. Наиболее простыми для получения ХОГФ являются проточные РАД с плоскими и пирамидальными нагревателями для нескольких подложек (рис. 2а). Конвейерный РАД (рис. 2б) был исторически первым промышленным реактором для осаждения низкотемпературных оксидных слоёв [5]. В таких РАД парогазовая смесь гидридов или эфиров нужного состава подаётся из узкой продольной щели газораспределительной системы, ориентированной перпендикулярно направлению движения конвейерной ленты с подложкой. Поток кислорода или его смеси с озоном [6] подаётся по другой щели газораспределительной системы и отделяется от потока гидридов мощным потоком азота (так называемой азотной завесой). Смешение реагентов и химическая реакция происходят непосредственно вблизи поверхности нагретой подложки, а при движении подложки на конвейерной ленте в направлении перпендикулярном продольной щели толщина осаждаемого слоя на ней выравнивается. Конвейерные системы, вытесненные в производстве субмикронных ИМС реакторами других конструкций, тем не менее эффективно используются для получения оксидных слоёв на плоских подложках прямоугольной формы, в том числе большого размера (например, на стеклянных подложках).

Трубчатый реактор с «горячими стенками» (изотермический реактор) конструктивно представляет собой цилиндрическую трубу, обогреваемую электропечью сопротивления (рис. 2в). Такие реакторы, предшественниками которых были трубчатые диффузионные печи, при их горизонтальном расположении объединены в одной установке по 3-4 штуки один над другим. Трубчатые проточные реакторы могут использоваться в широком диапазоне температур (до 1000°C) при различном давлении в реакторе (то есть как РАД и РНД) и различном расположении подложек (горизонтальном, вертикальном продольно или поперечно ориентированном). В конце 70-х годов прошлого столетия в трубчатых реакторах была показана возможность достижения очень большой (до 200 пластин за процесс осаждения) производительности процессов ХОГФ слоёв поликристаллического кремния, нитрида кремния и диоксида кремния. Это произошло за счёт снижения давления в реакторе до уровня менее 133 Па и размещения подложек коаксиально газовому потоку группой с малым зазором между собой. В сравнении с имеющимися на то время установками с РАД так называемые «групповые» реакторы с пониженным или низким давлением (РНД) стали безусловными лидерами по производительности, качеству тонких слоёв и экономичности. Установки с РНД на базе трубчатых печей сопротивления с горизонтальным или вертикальным (рис. 2г) положением собственно трубчатого реактора в печи выпускаются до сих пор предприятиями-производителями США и Японии, в том числе и для подложек диаметром 200 и 300 мм. При этом с увеличением размеров подложек конструкции собственно реакторов по сути принципиально не изменялись. Преимущества «групповых» РНД рассматривались во многих обзорных работах, а детальный технический анализ аппаратурных и методических вопросов осаждения тонких слоёв в РНД был сделан в работах [7,8]. Основные выводы из этих публикаций к настоящему времени практически не претерпели каких-либо изменений. Современные автоматизированные РНД обеспечивают высокую производительность при относительно низких затратах, отличную однородность толщины тонких слоёв на подложках, низкую макродефектность тонких слоёв. Их используют в производстве ИМС для получения слоёв нелегированного поликристаллического или аморфного кремния (пиролиз моносилана), нелегированного высокотемпературного

диоксида кремния (окислительный пиролиз тетраэтоксисилана) и высокотемпературного нитрида кремния (аммонолиз дихлорсилана). Слои имеют однородность толщины порядка  $< \pm 2\%$  по подложке и низкую дефектность. К недостаткам РНД можно отнести значительную суммарную продолжительность процесса вследствие низких (десятки  $\text{Å}/\text{мин}$ ) скоростей осаждения.

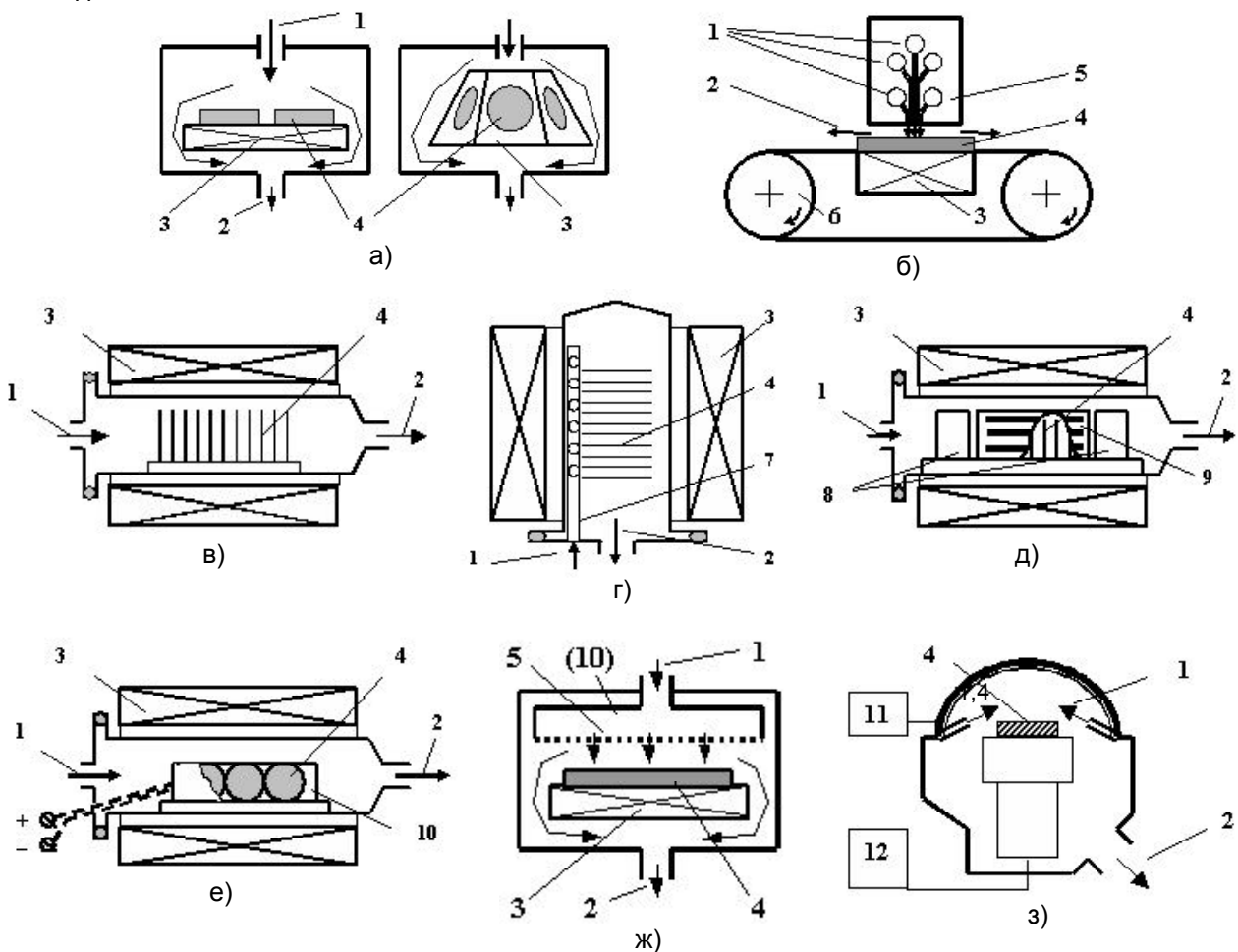


Рис. 2

Основные конструкции реакторов, применяемые для осаждения тонких слоёв из газовой фазы в субмикронных ИМС:

1 – ввод газа; 2 – выброс газовой смеси; 3 – нагреватель; 4 – подложка; 5 – газораспределительная система; 6 – конвейерная система; 7 – распределённый ввод газовой смеси; 8 – цилиндрические вставки в реактор для предотвращения газозависимых процессов; 9 – внутренний перфорированный цилиндрический вкладыш с пластинами с продольными или поперечными прорезами или отверстиями; 10 – электрод для ПХО; 11 – низкочастотный генератор, соединённый с медным индуктором на полусферическом керамическом реакторе; 12 — высокочастотный генератор, соединённый с электростатическим подложкодержателем

Трубчатые РНД применяли также для осаждения легированных фосфором слоёв поликристаллического кремния, а также низкотемпературных слоёв диоксида кремния, ФСС и БФСС путём окисления соответствующих гидридов. Оказалось, что кинетические закономерности ХОГФ слоёв для этих процессов существенно отличаются от таковых для вышеперечисленных промышленных процессов осаждения (см. подробные пояснения в частях 3, 4 настоящей работы). Прежде всего это касалось существенно большей неравномерности осаждения слоёв и их макродефектности, для улучшения чего потребовались дополнительные системы распределения газа (трубки с отверстиями) внутри реактора для снижения эффектов истощения газовой смеси по ходу движения

---

газового потока и дополнительные кассеты различных типов, внутри которых устанавливались подложки (рис. 2д). Тем не менее, и в модернизированных РНД производительность низкотемпературных процессов оказалась существенно ниже, неоднородность толщины существенно хуже, чем для вышеперечисленных высокотемпературных процессов ХОГФ [7,8].

Отметим и «плазменный вариант» (ПХО) низкотемпературного трубчатого РНД с «горячими стенками» [9], когда внутри обычного цилиндрического реактора устанавливали систему плоских длинных электродов, на плоскостях которой устанавливали подложки (рис. 2е).

Новые концепции конструирования реакторов для осаждения слоёв диоксида кремния, ФСС и БФСС появились в конце 80-х годов прошлого столетия. Новые реакторы преимущественно конструировались как «индивидуальные», то есть для обработки одной пластины за один цикл осаждения слоя. В наиболее удачном примере такого реактора, известном под названием «Precision 5000 или P 5000» фирмы Applied Materials Inc. (США) [10] (см. упрощённую схему на рис. 2ж), газовая смесь поступает к подложке из напоминающих по форме душ газораспределительных устройств диаметром несколько больше диаметра подложек. Благодаря такой конструкции реактора повышается однородность роста слоя на всей поверхности подложки. Отличительной особенностью таких установок является их универсальность. «Индивидуальные» реакционные камеры, имеющие, как правило, «холодные стенки», работают в широком диапазоне давлений и температур, то есть как РАД и РНД. При использовании внутри индивидуальных камер различных по конструкции газораспределительных систем в камерах может проводиться помимо термического также и плазмоактивированное осаждение разных типов тонких слоёв при разных температурах. В том числе возможно последовательное осаждение разных типов слоёв (то есть выращивание так называемого "stack-layers"), а также и импульсный отжиг тонкослойных структур. Плазмохимический вариант этого типа реактора по конструкции очень близок к реактору, изображённому на рис. 2ж, и отличается только конструкцией внутренней газораспределительной системы; последняя одновременно служит и верхним электродом (нижним электродом является нагреватель). Несмотря на различие конструкций камер для плазменного осаждения, в целом идеи индивидуальных конструкций реакторов ПХО принципиально почти не отличаются от известных с середины 1970-х годов так называемых «диодных» систем ПХО. Дополнительно современные индивидуальные камеры имеют встроенные сверху на камерах системы травления стенок реакционной камеры плазмоактивированным потоком фторсодержащих газов, что позволяет производить очистку камеры сразу после осаждения слоя. Этим приёмом существенно продляется срок непрерывной работы оборудования.

Индивидуальный реактор для метода осаждения слоёв с плазмой высокой плотности (ПВП, "High-Density Plasma CVD", HDP-CVD) и одновременным травлением осаждаемого слоя (см. схему реакционной камеры на рис. 2з [11]) был обязан своим появлением необходимости решения проблемы заполнения узких зазоров в ИМС с проектно-технологическими нормами менее 0,25 мкм (см. пояснения в [1]). Осаждение слоёв диоксида кремния из моносилана (дополнительно могут использоваться легирующие компоненты, например, фосфин  $\text{PH}_3$  или тетрафторид кремния  $\text{SiF}_4$ ) и кислорода осуществляется при активировании низкочастотной плазмой. В силу высоких скоростей осаждения профиль слоёв при осаждении на ступеньке в таком случае является предельно неконформным. Для удаления растущего неконформного слоя с верхней части структур одновременно с осаждением производится распыление осаждаемого

слоя непосредственно в процессе его роста путём бомбардировки ионами аргона, вводимого специально для этой цели под углом к поверхности подложки в газовую смесь. Для этого используется высокочастотный генератор, соединённый с электростатическим подложкодержателем. В результате оптимизации соотношения скоростей осаждения и распыления удаётся обеспечить уникальные профили роста слоя на рельефе структур и конформность роста слоя в узких зазорах ИМС.

Прорывом в области конструирования установок ХОГФ для массового производства ИМС можно считать концепцию так называемого «кластера», схематично показанную на рис. 3а [12]. Такая установка на общей платформе объединяет от трёх до пяти индивидуальных реакционных камер, рассмотренных выше; имеются также исходная и приёмная камеры для кассет с подложками. Объединяющим устройством в кластерной конструкции является робот-манипулятор, подающий подложки из исходной камеры в реакторы согласно программе процесса ХОГФ.

В конце XX-го столетия фирма Applied Materials, Inc. (США) выпустила новую конструктивную модификацию идеи кластерного реактора ХОГФ, известную под названием "Producer" [13]. Эти установки созданы на той же конструктивной идее «кластерного» оборудования и содержат по 3 рабочие камеры. В основу установок "Producer" заложены основные принципиальные конструктивные решения индивидуальной камеры Р 5000. Однако сама реакционная камера "Producer", сохраняя все аналогичные внутренние узлы с индивидуальной камерой Р 5000, рассчитана на 2 подложки (рис. 3б). В таких «двойных индивидуальных» реакторах общими являются газоподводящие и вакуумные системы, а отдельными являются нагреватели, генераторы плазмы и устройства очистки камер. В установке "Producer" были решены задачи, актуальные для массового производства ИМС: а) удвоена производительность оборудования; б) снижена стоимость оборудования вследствие упрощения вакуумных и газовых узлов оборудования ввиду ориентации оборудования под конкретные промышленные процессы; в) обеспечена возможность быстрого освоения производства ИМС на подложках диаметром 300 мм.

Индивидуальные реакторы и кластерные конструкции на их основе позволяют достичь прекрасных параметров ХОГФ низкотемпературных оксидных и нитридных слоёв при высоких до 1 мкм/мин скоростях наращивания.

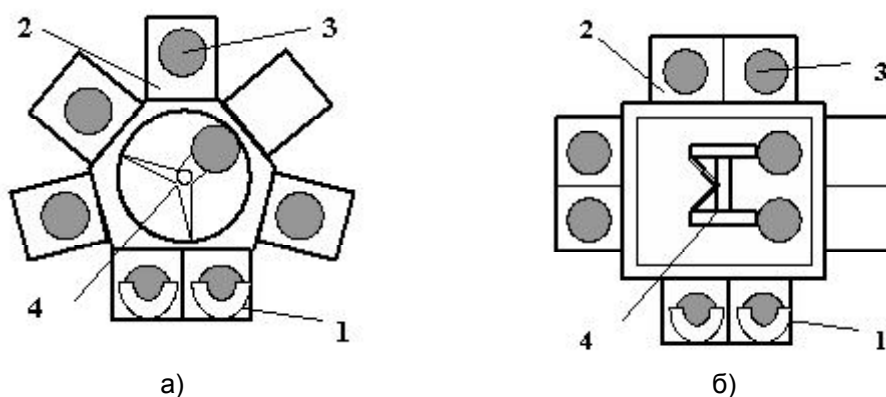


Рис. 3

Схемы кластерных установок, применяемых для ХОГФ тонких слоёв из газовой фазы в массовом производстве субмикронных ИМС:

- 1 – кассеты с подложками в загрузочном устройстве; 2 – “индивидуальная” камера осаждения;
- 3 – подложка; 4 – робот-манипулятор

#### 4. Методология ХОГФ тонких слоёв

Методология осаждения тонких слоёв (или оптимизированная последовательность операций, выполняемых при ХОГФ) определяет качество синтезируемого в условиях производства ИМС материала. В частных случаях в силу зависимости от многих факторов и прежде всего от конструктивных особенностей аппаратуры методология ХОГФ может различаться. Однако практический опыт показал, что общая методология ХОГФ в проточных реакторах для всех типов аппаратуры и для всех типов кремнийсодержащих слоёв достаточно близка. Ниже (рис. 4а) рассматривается пример осаждения слоёв в проточных РНД с «горячими стенками» (изотермический реактор).

Циклограмма на рис. 4б,в отражает основные действия и параметры процесса осаждения слоёв нитрида кремния (температуру и давление в реакторе) в горизонтальном трубчатом РНД с положительным градиентом температуры в рабочей зоне, который необходим для компенсации уменьшения скорости осаждения в реакционной зоне при одностороннем вводе парогазовой смеси в реактор. В более сложных случаях (например, когда в индивидуальных реакторах каждый цикл процесса ХОГФ на одной подложке сопровождается последующим циклом плазменной очистки стенок реактора с вакуумных систем) к циклограмме осаждения слоя добавляется циклограмма очистки камеры, включающая вакуумную откачку, продувку, стабилизацию, травление и т. д. Подобные циклограммы дают возможность выделить и контролировать основные так называемые входные параметры процессов ХОГФ, ответственные за скорость осаждения, качество и свойства слоёв, то есть определяющие так называемые выходные параметры процессов.

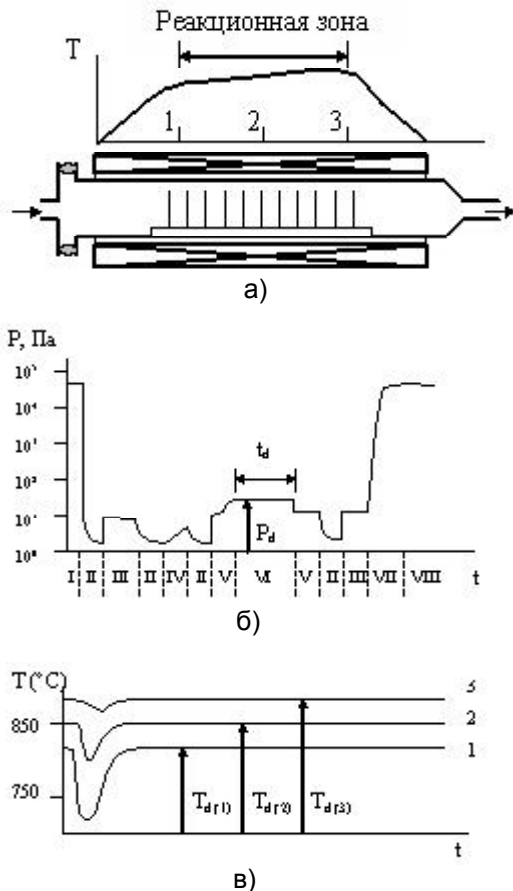


Рис. 4

Пример типичного цикла ХОГФ слоя нитрида кремния: а) – схема горизонтального трубчатого реактора низкого давления с «горячими стенками» (аналог рис. 2в), но с наклонным профилем температуры в реакторе, контролируемым тремя независимыми термопарами, расположенными в начале 1, середине 2 и конце 3 реакционной зоны; б) – диаграмма изменения давления; в) – диаграмма изменения температуры (I – загрузка кварцевой лодочки с 100 подложками диаметром 100 мм в реакционную зону; II – вакуумная откачка; III – продувка реактора азотом; IV – контроль натекания в реактор; V – напуск газовой смеси в байпасную линию и корректировка расходов газов; VI – переключение реагентов в рабочую камеру; VII – осаждение слоя; VIII – заполнение камеры азотом; VIII – выгрузка подложек из реактора); на рис. 4в показано изменение температуры в контрольных точках реактора, обозначенных на рис. 4а



## 5. Основные входные параметры процессов ХОГФ

Независимо от конструктивных особенностей основными входными параметрами процессов для проточных реакторов ХОГФ, практически определяющими кинетику осаждения, состав и свойства тонких слоёв, являются температура, суммарный расход газов, линейная скорость газового потока, суммарное давление при осаждении, соотношение компонентов в газовой фазе, время осаждения.

### Температурные режимы оборудования

Для процессов ХОГФ кремнийсодержащих слоёв температура осаждения может находиться в диапазоне 200-900°C. После окончательного формирования транзисторных структур температура термообработок, как правило, не должна превышать примерно 900°C, а после формирования первого уровня коммутирующего алюминиевого слоя – ~ 450°C. Собственно процесс наращивания тонкослойного материала начинается после установления в реакторе необходимой температуры осаждения ( $T_0$ ), которую измеряют и поддерживают с помощью встроенных в нагреватели реакторов термодатчиков.

В рассмотренном выше примере РНД измерениям температуры осаждения оказалось необходимым уделять особое внимание. Цилиндрический нагреватель представляет собой электропечь сопротивления, внутри которой устанавливается труба из плавленного кварца. Температура стенок и объёма реактора в этом случае одинакова. Однако после введения массивной группы подложек в реактор и его последующей откачки с атмосферного давления до остаточного давления происходит резкое снижение температуры реактора (рис. 4в). Скорость релаксации температуры реактора к стабильным значениям зависит от суммарной массы подложек, скорости их введения в реактор, заданной температуры реактора, суммарной величины газового потока при продувке реактора. Отметим, что после стабилизации величины фактической температуры в реакторе могут существенно отличаться в меньшую сторону. Наибольшее время релаксации температуры и отклонения от измеренной при атмосферном давлении имеет место для низкотемпературных процессов осаждения в РНД.

### Расходы газов в процессах ХОГФ

Газовые системы РАД и РНД, как правило, идентичны. Для характеристики газодинамического режима ХОГФ кремнийсодержащих слоёв в промышленных реакторах традиционно используют термин «расход газа». Газовые расходы измеряют механическими или электронными датчиками-расходомерами, а для их прецизионного поддержания на заданном уровне используют электронные регуляторы расхода (Mass Flow Controller, MFC), погрешность которых не превышает нескольких процентов. Подача паров жидких веществ из специальных обогреваемых испарителей или барботеров, поддерживающих необходимое и стабильное давление паров, осуществляется в токе газоносителей или путём вакуумной откачки. Кроме того, для подачи жидких реагентов используют также регуляторы подачи жидкостей (Liquid Flow Meters, LFM).

Единицами измерения расхода реагентов являются, например, л/час, л/мин, см<sup>3</sup>/мин при нормальных условиях или мг/мин. Суммарный расход подаваемой в реактор парогазовой смеси ( $G_0$ ) складывается из расходов ( $g_i$ ) всех  $Z$  исходных веществ, входящих в состав смеси:

$$G_0 = \sum_{i=1}^Z g_i . \quad (1)$$

Параметр ХОГФ, именуемый «линейная скорость движения газа» ( $v$ ), для описания процессов ХОГФ используют реже. Однако, как будет показано в следующих частях

работы, он имеет определяющее значение для правильного описания кинетики осаждения и ростовых характеристик тонких слоёв. В простейшем случае проточного РАД с площадью поперечного сечения реактора ( $s$ ), когда подложки размещаются таким образом, чтобы не влиять существенно на сечение реактора (например, на плоской лодочке вдоль поверхности реактора), величина суммарного расхода газа определяет величину линейной скорости газового потока как  $v = G_0/s$ . Для РАД порядок величин  $v$  обычно составляет от единиц до десятков см/с. С учётом поправки на разницу температуры в реакторе ( $T_d$ ) и при нормальных условиях ( $T_r$ ) уточнённое выражение для  $v$  выглядит следующим образом:

$$v(\text{РАД}) = \frac{G_0 \times T_d}{s \times T_r}. \quad (2)$$

### Параметры вакуумных систем ХОГФ

Важнейшей характеристикой процессов ХОГФ, реализуемых при пониженном и низком давлении реагентов, является параметр «рабочее давление» ( $P_d$ ). Для таких процессов ХОГФ используют вакуумные системы, типичная конструкция и основные элементы которой аналогичны схеме, приведённой на рис. 5. Основой многих современных вакуумных систем ХОГФ в микроэлектронике, работающих в диапазоне до нескольких сотен единиц Па, являются вакуумные агрегаты, составленные на базе насосов Рутса (часто называемых двухроторными насосами) и форвакуумных насосов. Смысл объединения разных по параметрам насосов в один агрегат состоит в том, что в области низких рабочих давлений (рис. 6) агрегаты обеспечивают наилучшее сочетание эффективности вакуумной откачки с массой и размерами откачного устройства, а также имеют запас по скорости откачки, необходимый для надёжного регулирования  $P_d$ .

В общем случае давление в проточной вакуумной системе ( $P$ ) определяется величиной суммарного газового потока ( $Q_0$ ) и эффективной скоростью откачки вакуумной системы ( $S_e$ ) согласно соотношению

$$Q_0 = P \times S_e. \quad (3)$$

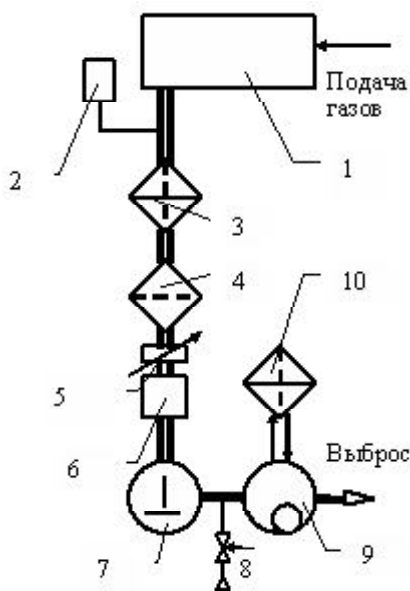


Рис. 5

Вариант схемы типичной вакуумной системы ХОГФ с вакуумным агрегатом на основе насоса Рутса:

1 - реактор; 2 - датчик давления; 3 - ловушка; 4 - фильтр; 5 - дроссельная заслонка; 6 - вакуумный клапан; 7 - насос Рутса; 8 - вентиль подачи азота; 9 - форвакуумный насос; 10 - маслоочиститель

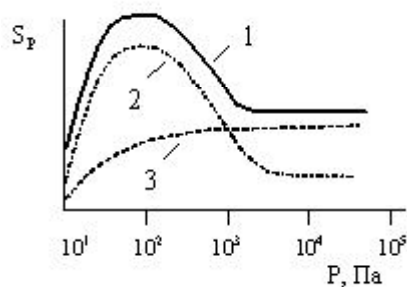


Рис. 6

Характеристики скорости откачки условного вакуумного агрегата (1) и составляющих его форвакуумного насоса (2) и насоса Рутса (3) в обычно используемом для ХОГФ диапазоне давлений (для всех трёх случаев показано в общем виде через скорость откачки насоса  $S_p$ )

Более строгое выражение для давления, учитывающее, что вакуумная система имеет проводимость ( $U$ ) – свойство системы, обусловленное количеством и особенностями её конструктивных элементов, длиной и диаметром вакуумных трубопроводов, а вакуумный насос имеет собственную быстроту откачки  $S_p$ , выглядит следующим образом:

$$P = Q_0 \left( \frac{1}{S_p} + \frac{1}{U} \right). \quad (4)$$

Здесь выражение в скобках есть величина, равная обратной величине эффективной быстроты откачки вакуумной системы в некоторой её точке ( $1/S_e$ ). При этом важно отметить, что для любой части динамической вакуумной системы (то есть проточного реактора) справедливо выражение

$$Q_0 = const. \quad (5)$$

Выражение (5) указывает на то, что величины ( $P$ ) и ( $S$ ) в любой части проточной системы различаются, поскольку проводимость вакуумной системы уменьшается по её длине. Таким образом, для любой части вакуумной системы справедливо выражение

$$S_p > U. \quad (6)$$

При этом величина проводимости трубопроводов системы наиболее сильно сказывается в том случае, когда вакуумное оборудование вынесено на вспомогательные технические этажи помещений, то есть далеко от собственно реактора. Проводимость вакуумной системы может быть определена экспериментально путём подачи газового расхода известной величины (измеренного при определённом давлении, обычно атмосферном,  $P_a$ ) с последующим расчётом газового потока по соотношению  $Q_G = G_0 \cdot P_a$  и измерением разности давления между рабочим давлением в реакторе ( $P_d$ ) и давлением непосредственно вперед входом в насос ( $P_p$ ):

$$U = \frac{Q_G}{P_d - P_p}. \quad (7)$$

Единицами измерения величин потока и быстроты откачки чаще всего являются л/Па/с, л·мм.рт.ст./с и л/с, м<sup>3</sup>/с соответственно.

Суммарный газовый поток, откачиваемый вакуумным насосом, в действительности может включать в себя несколько важных компонентов:

$$Q_0 = Q_G + Q_l + Q_w + Q_b + Q_d, \quad (8)$$

где  $Q_G$  – собственно поток реакционных газов,  $Q_l$  – поток атмосферного воздуха, поступающего как результат натекания в реактор вследствие негерметичности уплотнительных прокладок («натекание»),  $Q_w$  – газоотделение со стенок реактора и вакуумной системы,  $Q_b$  – обратный поток масла из насоса с масляным уплотнением,  $Q_d$  – газопроницание стенок реактора, уплотняющих материалов и т. д.

Рабочее давление при осаждении тонкого слоя  $P_d$  поддерживается постоянным (см. циклограмму на рис. 4б). Оно складывается из парциальных давлений компонентов газовой смеси ( $p_i$ ):

$$P_d = \sum_{i=1}^Z p_i, \quad (9)$$

при этом величины  $p_i$  для газовых составляющих потока могут рассчитываться следующим образом:

$$p_i = \frac{g_i \times P_d}{G_0} . \quad (10)$$

Знание величин парциальных давлений необходимо для расчёта концентраций реагентов в газовой фазе, используемых для полного описания кинетики роста слоёв при ХОГФ.

Для систем, работающих при давлениях ниже атмосферного, величины линейной скорости движения газа имеют большие значения, чем для РАД. Для РНД типичные величины линейных скоростей газа в большинстве случаев в десятки и сотни раз больше, чем для РАД, и составляют несколько десятков метров в секунду. Их рассчитывают по выражению, учитывающему разность температур и давлений в реакторе и в окружающей среде:

$$v(\text{РНД}) = \frac{G_0 \times P_a \times T_d}{s \times P_d \times T_r} . \quad (11)$$

Поддержание заданной величины  $P_d$  является чрезвычайно важным моментом при ХОГФ, поскольку для большинства процессов осаждения скорость наращивания тонкого слоя пропорциональна давлению (ввиду пропорциональности парциальному давлению определяющих процесс компонентов). В соответствии с приведённой выше общей формулой для вакуумных систем можно выделить два основных способа регулирования давления в реакторе в ходе осаждения: а) изменением сечения вакуумной системы (то есть регулированием проводимости системы  $U$ ); б) изменением быстроты откачки насоса  $S_p$ . Регулирование сечения вакуумной системы по первому способу общепринято и осуществляется дроссельными заслонками (throttle valve, butterfly valve), имеющими внутренний диаметр, соответствующий диаметру вакуумного трубопровода. Обычно в аппаратуре такие дроссельные заслонки управляются измерителями давления. Второй способ применим только для агрегатов с насосами Рутса, для которых собственная быстрота откачки зависит от скорости вращения роторов насосов.

Герметичность реактора является важным параметром для всех процессов осаждения кремнийсодержащих слоёв. Действительно, поступление атмосферного воздуха в реактор может привести к нарушению состава и структуры осаждаемого материала, например, к образованию оксинитрида кремния вместо нитрида кремния. Строго говоря, герметичность не является параметром собственно процесса ХОГФ, а скорее характеризует качество аппаратуры для ХОГФ. Натекание  $Q_l$ , имеющее размерность потока л·Па/с, обычно измеряют после откачки реактора известного объёма  $V$  до определённого остаточного давления и стабилизирующей продувки инертным газом. Для этого вакуумированный реактор отсекают от вакуумного насоса с помощью клапана. Как результат натекания атмосферного воздуха в щели вакуумной системы в реакционном объёме начинается возрастание давления ( $\Delta P$ ) от остаточного (начального) давления до некоторого конечного давления в течение определённого промежутка времени ( $\Delta t$ ). Расчёт натекания производится по формуле

$$Q_l = \frac{V \times \Delta P}{\Delta t} . \quad (12)$$

При измерении натекания таким методом необходимо учитывать, что при наличии газоотделения в камере результаты измерений натекания будут сильно искажены за счёт сильного вклада величины газоотделения со стенок  $Q_w$ . Это может быть, например, если измерения проводятся в кварцевом реакторе после его влажной очистки/обработки с недостаточной сушкой. Для устранения этого эффекта необходима предварительная

---

стабилизация поверхности внутренних стенок реакционной камеры, например, длительным прогревом с последовательными продувками и откачками реактора до остаточного давления или выращиванием тонкого слоя материала, стабилизирующего свойства стенок реактора.

Что касается вклада величины  $Q_d$ , то для большинства систем РНД, работающих в области давлений в сотни Па и выше, её величины незначительны, но они возрастают при снижении рабочих давлений в реакторах.

#### Параметры плазменных процессов ХОГФ

Как упоминалось выше, для осаждения тонких слоёв при пониженных температурах используются процессы осаждения с активацией газовой фазы ВЧ плазменным разрядом (ПХО). В этом случае кроме вышеперечисленных параметров процессов ХОГФ используется дополнительный параметр, именуемый «плотность ВЧ-мощности». Этот параметр обычно выражается в единицах измерения Вт/см<sup>2</sup> и рассчитывается путём деления суммарной подводимой мощности ВЧ разряда на суммарную площадь электродов. Для плазменных процессов осаждения (ПХО) плотность заряженных частиц в кубическом сантиметре составляет  $10^9$ - $10^{11}$ , а для процессов в плазме высокой плотности (ПВП) –  $10^{11}$ - $10^{12}$ .

#### **6. Основные выходные параметры процессов ХОГФ**

Для практического использования методов ХОГФ принципиальным является нахождение нескольких функциональных зависимостей выходных параметров процессов осаждения, о чём судят, измеряя параметры синтезированных слоёв при изменении входных параметров процессов ХОГФ [2].

Первой функциональной зависимостью при ХОГФ является установление количественной связи между величиной скорости роста тонкого слоя на поверхности подложки и входными параметрами процесса ХОГФ: температурой, давлением, соотношениями компонентов в газовой фазе, линейной скоростью потока и т. д. В общем случае при таких кинетических исследованиях необходимо учитывать геометрию реактора и особенности пространственного расположения подложек в реакторе, а также тепловой и газодинамический режимы реактора. Этим обычно определяется задача оптимизации процесса осаждения слоёв, которая в конечном счёте сводится к достижению максимального выхода химической реакции (то есть максимальной скорости наращивания слоя) при минимально возможной (желательно в пределах нескольких процентов) неоднородности толщины осаждённого слоя по всей поверхности подложки (группы подложек). Анализ кинетики ХОГФ кремнийсодержащих слоёв будет рассмотрен в следующих частях работы.

Главным выходным кинетическим параметром процессов ХОГФ является скорость осаждения тонкого слоя ( $W$ ), определяемая обычно как частное от деления толщины слоя ( $d$ ) на время осаждения ( $t_d$ ). Такой расчёт скорости осаждения справедлив для подавляющего большинства процессов ХОГФ, реакторов и условий осаждения, поскольку она для большинства процессов ХОГФ постоянна во времени. Однако есть примеры нескольких важных для практического использования в современной технологии ИМС процессов ХОГФ, для которых наблюдается нестационарность процесса на начальных стадиях [14]. Нестационарность означает, что скорость роста слоя с момента начала реакции в течение некоторого отрезка времени возрастает во времени до постоянной величины. Толщина слоёв обычно измеряется с помощью оптических методов, профилометрии и т. д. Величины скоростей осаждения могут составлять от нескольких десятков ангстрем в минуту до нескольких микрон в минуту.

---

Для многокомпонентных слоёв, например, силикатных стёкол кроме скорости осаждения важным выходным параметром процессов является концентрация вторых, третьих и последующих компонентов, например, оксидов фосфора и бора в осаждённом слое стеклообразных материалов. Эти параметры измеряются обычно в массовых % элементов с помощью, например, предварительно прокалиброванного по эталонным образцам метода инфракрасной спектроскопии.

Одним из важнейших параметров процессов ХОГФ является макродефектность, то есть присутствие на поверхности и внутри однородного тонкого слоя каких-либо микрочастиц с размерами, превышающими величины проектно-технологических норм. Эта проблема характерна для всех процессов ХОГФ, в особенности для процессов осаждения оксидных слоёв [15-18]. Так процессы ХОГФ для субчетвертьмикронной технологии ИМС должны соответствовать уровню макродефектности  $< 0,1$  шт/см<sup>2</sup> при размере дефектов  $> 0,2$  мкм. Для измерения таких величин применяются специальные лазерные счётчики микрочастиц, сканирующие поверхность подложек [19].

Необходимо разделять составляющие макродефектности тонких слоёв. С одной стороны, она имеет общий характер для всех процессов ХОГФ и зависит от аппаратурных факторов и культуры производства: от состояния (чистоты) газовакуумных систем и периодичности их обработки, от правильности решения методических вопросов осаждения слоёв (например, своевременности удаления нарастающего на стенках реактора слоя материала). С другой стороны (и мы считаем это наиболее важным фактором), макродефектность процессов ХОГФ является специфичной, поскольку она зависит от собственно типа используемой химической реакции, набора реагентов и кинетических параметров – конкретных выбранных условий её реализации. Например, известно, что наибольшая дефектность осаждённых слоёв характерна для реакций окисления гидридов. Вопросы макродефектности, обусловленные кинетическими особенностями процессов ХОГФ, будут предметом анализа в следующих частях работы.

Второй функциональной зависимостью является взаимосвязь химического состава и микросостава слоёв от входных параметров процесса ХОГФ. Например, состав слоёв нитрида кремния, получаемых по реакции аммонолиза моносилана, как правило, упрощённо описывается формулой  $Si_3N_4$  (см. таблицу). Однако микросостав таких слоёв нужно описывать, вводя концентрации групп N-H и Si-H, так как суммарная концентрация водорода в слоях нитрида кремния в зависимости от конкретного метода ХОГФ и температуры осаждения может составлять от 4 до 20 ат. % [21]. Для многих практических приложений в электронике знание микросостава имеет решающее значение.

В качестве третьей функциональной зависимости можно назвать поиск корреляций между совокупностью физико-химических свойств осаждённых слоёв и условий их осаждения из газовой фазы. К этому можно добавить, что само по себе описание свойств тонкослойных материалов является предметом подавляющего числа публикаций, однако узкоориентированных на конкретный метод осаждения и достаточно узкий диапазон параметров процессов ХОГФ.

И, наконец, четвертой функциональной зависимостью является поиск корреляций электрофизических свойств осаждённых материалов с параметрами ХОГФ, включая реакторы, исходные вещества, условия осаждения и т. д.

К настоящему моменту времени задачу определения принципиальных условий получения тонких слоёв каких-либо материалов необходимого состава с заданными свойствами можно считать практически решённой. Главной задачей известных методов ХОГФ для производства ИМС можно считать задачу воспроизведения толщины, состава

---

и свойств материалов на уровне более 98% на все более возрастающем размере подложек. В микроэлектронной технологии диаметр полупроводниковых подложек планомерно возрастал от нескольких десятков миллиметров в начале 70-х годов к 100 мм в 80-х годах и далее к 200 мм в 90-х годах прошлого столетия; в настоящее время производство ИМС осуществляется на подложках размером 300 мм, а к 2012 году планируется появление подложек диаметром 450 мм [20]. Достичь высоких показателей воспроизводимости можно только при тщательной оптимизации процессов осаждения на основе исследований кинетики роста слоёв.

### **Заключение**

Понимание аппаратурных и методических вопросов ХОГФ кремнийсодержащих слоёв является важнейшим условием качественной разработки промышленных процессов, используемых для изготовления ИМС с субмикронными проектно-технологическими нормами. Необходима оптимизация конструкций реакторов, работы отдельных узлов и фиксирование параметров оборудования ХОГФ. Особое внимание должно уделяться контролю и поддержанию на заданном уровне основных входных параметров процессов ХОГФ таких как температура, давление, линейная скорость потока, герметичность вакуумных систем. Тщательная отработка методических вопросов даёт основания для правильного расчёта кинетических параметров процессов ХОГФ, которые позволяют находить количественные функциональные зависимости характеристик тонких слоёв от входных параметров процессов ХОГФ. В следующих частях работы будут рассмотрены закономерности роста слоёв и обобщены кинетические особенности процессов ХОГФ кремнийсодержащих слоёв для технологии субмикронных ИМС.

### **Литература**

1. Васильев В. Ю. Применение методов химического осаждения тонких слоёв из газовой фазы для микросхем с технологическими нормами 0,35 мкм - 0,18 мкм. Часть 1. Основные тенденции развития методов. // Электронная техника. Серия 2. Полупроводниковые приборы, вып. 1(224), 2010, с. 67-82.
2. Васильев В. Ю., Репинский С. М. Осаждение диэлектрических слоёв из газовой фазы. // Успехи химии, 2005, Т. 74, №5, с. 452-483.
3. Киреев В. Ю., Столяров А. А. Технологии микроэлектроники. Химическое осаждение из газовой фазы. // М.: Техносфера, 2006, с. 25-40.
4. Турцевич А. С. Классификация процессов химического осаждения из газовой фазы функциональных слоёв. // Доклады БГУИР, 2007, №3 (19), с. 156-160.
5. Winkle W. L. and Nelson S. W. Improved Atmospheric-Pressure Chemical-Vapor-Deposition System for Depositing Silica and Phosphosilicate Glass Thin Films. // Solid State Technology, 1981, V. 24, N10, P. 123-128.
6. Dobkin M. D., Makhtari S., Schmidt M., Pant A., Robinson L. Mechanism of Deposition of SiO<sub>2</sub> from TEOS and Related Organosilicon Compounds and Ozone. // J. Electrochem. Soc., 1995, V. 142, N7, P. 2332-2340.
7. Васильев В. Ю., Сухов М. С. Аппаратура и методика осаждения слоёв из газовой фазы при пониженном давлении. Ч. 1. // Обзоры по электронной технике. Серия 7, вып. 3, 1985. – М.: ЦНИИ “Электроника”, с. 1-46.
8. Васильев В. Ю., Сухов М. С. Аппаратура и методика осаждения слоёв из газовой фазы при пониженном давлении. Ч. 2. // Обзоры по электронной технике. Серия 7, вып. 4, 1985. – М.: ЦНИИ “Электроника”, с. 1-52.
9. Tong J. E., Schertenleib K. and Carpio R. A. Process and Film Characterization of PECVD Borophosphosilicate Films for VLSI Applications. // Solid State Technol, 1984, V. 27, N1, P. 161-170.
10. Applied Materials Inc. The Precision 5000 Story. // Solid State Technology, 1997, V. 40, N5, P. 117-126.
11. Sato M., Yoshinobu A. Step Smoothing by Radical and Ion Assisted Chemical Vapor Deposition. // J. Appl. Phys, 1986, V. 256, N9, P.L. 764-766.
12. Singer P. The Driving Forces in Cluster Tool Development. // Semiconductor International, 1995, V. 18, N7, P. 113-118.
13. <http://www.appliedmaterials.com>

- 
14. Nishimoto Y., Tokumasu N., Fukuyama T. and Maeda K. Low Temperature Chemical Vapor Deposition of Dielectric Films using Ozone and Organosilane. // Proc. 19th Conf. Solid State Devices and Materials, 1987, P. 447-450.
  15. Shintani A. Particulates Dispersed in a CVD Reactor. 1. Semi-in Situ Observations. // J. Electrochem. Soc., 1977, V. 124, N11, P. 1771-1776.
  16. Shintani A. Particulates Dispersed in a CVD Reactor. 2. Correlations with Film Characteristics. // J. Electrochem. Soc., 1980, V. 127, N2, P. 426-429.
  17. Whitby E. and Hashino M. Particle Size Distribution in a Low Pressure  $\text{SiH}_4\text{:O}_2\text{:He}$  Chemical Vapor Deposition Reactor. // J. Electrochem. Soc., 1996, V. 143, N10, P. 3397-3404.
  18. Rao N. P., Nijhawan S., Kim T., Wu Z., Campbell S., Kittelson D., McMurry P., Chung C. C. and Mastromatteo E. Investigation of Particle Generation During the Low-Pressure Chemical Vapor Deposition of Borophosphosilicate Glass Films. // J. Electrochem. Soc., 1998, V. 145, N6, P. 2051-2057.
  19. <http://kla-tencor.com>
  20. The International Technology Roadmap for Semiconductors: [www.itrs.com](http://www.itrs.com).
  21. Нитрид кремния в электронике // Под. ред. А. В. Ржанова. – Новосибирск.: Наука, 1982, с. 8-54.
- 

## **ГОТОВИТСЯ К ПУБЛИКАЦИИ**

**в выпуске 2(227) 2011 года**

**часть 3 статьи В. Ю. Васильева “Применение методов химического осаднения тонких слоёв из газовой фазы для микросхем с технологическими нормами 0,35-0,18 мкм.**

**Закономерности роста слоёв в промышленных реакторах”**

В третьей части работы рассмотрены методологические подходы и обобщены основные экспериментально обнаруженные закономерности роста кремнийсодержащих слоёв, применяемых при изготовлении интегральных микросхем с технологическими нормами 0,35-0,18 мкм. Работа написана на основе отечественного и зарубежного личного практического опыта и публикаций автора в области химического осаднения тонких слоёв из газовой фазы в наиболее использованных в микроэлектронной технологии промышленных реакторах, а также литературных источников за последние 25 лет.

**Планируется публикация 4 и 5 частей данного материала.**

**Часть 1 опубликована в выпуске 1(224) 2010 года,**

**часть 2 – в выпуске 1(226) 2011 года.**

---