



ГАЗОФАЗНОЕ ОСАЖДЕНИЯ СТРУКТУР, АКТИВИРУЕМЫХ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ПЛАЗМОЙ

В.Одинок^{*}, Г.Павлов^{*}, В.Самойликов^{**}, П.Иракин^{*} / pavlov@niitm.ru

Исследуется влияние газодинамического эффекта при инъекции смеси рабочих газов в реактор установки "Изоплаз ТМ-200", где реализуется химическое газофазное осаждение, стимулированное индуктивно связанной плазмой (Inductively Coupled Plasma Chemical Vapour Deposition – ICP CVD). Результаты осаждения пленки нитрида кремния на пластину кремния при инъекции рабочей смеси газов из одиночного отверстия газового кольца при рабочих давлениях 10...100 Па показали заметную роль газодинамических эффектов, которые открывают новые возможности разработки высокоэффективного оборудования для пластин большого диаметра.

В технологии изготовления СБИС вакуумно-плазменная обработка пластин становится основным технологическим процессом. При этом кремниевые структуры испытывают комплексное воздействие ионов, электронов, фотонов, электромагнитных полей, вносящих различные нарушения, вызывающие деградацию электрических характеристик приборов и снижающие надежность изделий [1]. Для минимизации воздействия на нижележащие полупроводниковые структуры при создании вакуумно-плазменных установок ("Наноконкомплект ТМ-200") для микроэлектроники и нанотехнологии для процессов травления и химического газофазного осаждения в НИИТМ проектировались реакторы с индуктивно связанной плазмой [2]. В отличие от традиционного химического газофазного осаждения, стимулированного плазмой (Plasma Enhanced CVD – PE CVD), в котором применяется плазменный реактор диодного типа с плоскопараллельным электродом с отверстиями для подачи рабочего газа перпендикулярно плоскости подложкодержателя, в ICP CVD реакторе рабочий газ подается из многочисленных отверстий окружающего подложкодержатель газового кольца параллельно его плоскости [3]. ICP CVD по сравнению PE CVD обеспечивает получе-

ние более высококачественных слоев при более низких температурах подложки, при меньшем воздействии плазмы на обрабатываемую поверхность и нижележащие структуры, позволяет использовать более широкий диапазон рабочих параметров. [4]

Только увеличением рабочего давления в реакторе удается повышать скорость осаждения нитрида кремния (SiNx) в 55 раз (с 5 до 275 нм/мин). При этом формируются не содержащие водород пленки, поскольку рабочий газ не содержит аммиак, который обязателен для термического CVD и PE CVD получения нитрида кремния [5].

Для разработки высокопроизводительного оборудования перспективных ICP CVD методов обработки пластин большого диаметра необходимо исследовать механизм инъекции рабочего газа в диапазоне рабочих давлений реактора из отверстий окружающего пластину газового кольца. Получение качественного слоя обеспечивается равномерным распределением температуры поверхности подложки [6] и созданием однородного потока химически активных частиц, поступающих из реактора на эту поверхность, что связано с организацией потоков струи рабочего газа в рабочий вакуум ICP-реактора при инъекции их из отверстий газового кольца при давлении газа в кольце, близком к атмосферному.

* Научно-исследовательский институт точного машиностроения.

** Московский институт электронной техники.



СТРУЙНОЕ ИСТЕЧЕНИЕ В ВАКУУМ

В газовом кольце давление газа близко к атмосферному ($\approx 10^6$ Па), температура – к комнатной ($\approx 20^\circ\text{C}$). При этих условиях длина свободного пробега молекул ($\approx 10^{-5}$ см) [7] намного меньше диаметра инжекционного отверстия ($\approx 10^{-1}$ см), что обеспечивает вязкостный режим истечения рабочего газа из сопла в плазменный реактор с пониженным давлением (10^1 – 10^2 Па). Струя газа, вытекая из отверстия в область низкого давления с дозвуковой скоростью, расширяется и достигает скорости звука (Маха – M). Характеристики течения на начальном участке струи определяются числом Рейнольдса (Re), в котором характерная длина пропорциональна квадратному корню из степени расширения $N = p_0/p_b$ (p_0 и p_b – давления струи на срезе сопла и в камере реактора, соответственно) или степени нерасчетности \underline{p} . В качестве такой длины принято считать x_c – расстояние от среза сопла до диска Маха или точки пересечения висячего скачка уплотнения с осью струи [8]. Принимая в качестве характерных значений плотность ρ_b и вязкость среды в реакторе μ_b , а в качестве скорости – максимальную скорость истечения v_m , получается число Рейнольдса на начальном участке для струи инжектируемого газа:

$$Re_c = \rho_0 v_m x_c / \mu_0. \quad (1)$$

С учетом зависимости $x_c/d_c \sim Ma\sqrt{\pi}$ (где d_c – диаметр сопла), из (1) после несложных преобразований удастся получить связь между числом Рейнольдса по струе (Re_L) с числом Рейнольдса по срезе сопла (Re_*) в виде:

$$Re_L = Re_* / \sqrt{\pi}; \quad Re_* = \rho_0 v_0 d_c / \mu_0, \quad (2)$$

где ρ_0 , v_0 , μ_0 – плотность, скорость и вязкость в критическом сечении сопла.

В качестве такой длины принято считать расстояние от среза сопла до диска (Маха x_c) или точку пересечения висячего скачка уплотнения с осью струи [9]. Рассмотрим результаты численного трехмерного моделирования формы струи и газодинамические характеристики при истечении сверхзвуковой ($M=2$) газовой горячей (600°C) осесимметричной струи полного давления $p_0 = 2 \times 10^6$ Па из сопла в диффузор (реактор) при различных давлениях в нем и натекание этой струи на наклонную пластину [7]. При высоких давлениях в диффузоре ($p = 10^5$ Па) вдоль границы струи развиваются слои вязкого перемешивания с турбулентным или ламинарным режимом течения, определяемые числом Рейнольдса. Вязкое

перемешивание приводит к существенной перестройке профилей плотности, давления и температуры, изменяет положение границы струи (рис.1а). При более низких давлениях в диффузоре (10^4 и 10^{-1} Па) форма истекающей из сопла струи существенно меняется. Десятикратное (по сравнению с атмосферным) разрежение в диффузоре приводит к образованию практически лишь одной "бочки" (рис.1б). При истечении в диффузор с очень низким фоновым давлением 10^{-1} Па сразу за срезом сопла струя, не встречая сопротивления со стороны внешней среды (рис.1в), сильно расширяется.

Следует отметить, что приосевые наиболее плотные области струи начинают взаимодействовать с наклонной поверхностью на все более близком расстоянии от сопла по мере уменьшения давления и увеличения степени нерасчетности \underline{p} в соответствии с формулой (2).

УСЛОВИЯ ЭКСПЕРИМЕНТА

Исследование влияния газодинамики инжектируемой струи на ICP CVD процесс проводилось путем анализа формы осажденного слоя SiN_x на кремневой пластине диаметром 100 мм при инъекции одиночной струи рабочей смеси (SiH_4 , N_2 и Ar) на установке "ИЗОФАЗ ТМ-200" с ICP-реактором. Выбор материала осажденного тонкого слоя обеспечивал визуализацию результатов за счет эффекта оптической интерференции.

Плазмохимический реактор установки "ИЗОФАЗ ТМ-200" представляет собой цилиндрическую камеру диаметром $D_\phi = 320$ мм и высотой 205 мм, что обеспечивает обработку пластин диаметром до 200 мм (рис.2). В его состав входят:

- водоохлаждаемый внутренний индуктор, подключенный через согласующее устройство к ВЧ-генератору (мощность 1000 Вт, рабочая частота – 13,56 МГц);
- газораспределительное кольцо – коллектор (рис.3) с равномерно распределенными

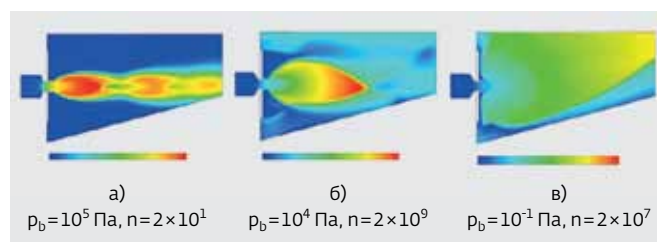


Рис.1. Расчет распределения скорости потока (в числах Маха) в вертикальной плоскости симметрии струи для различных давлений в диффузоре (реакторе) [7].

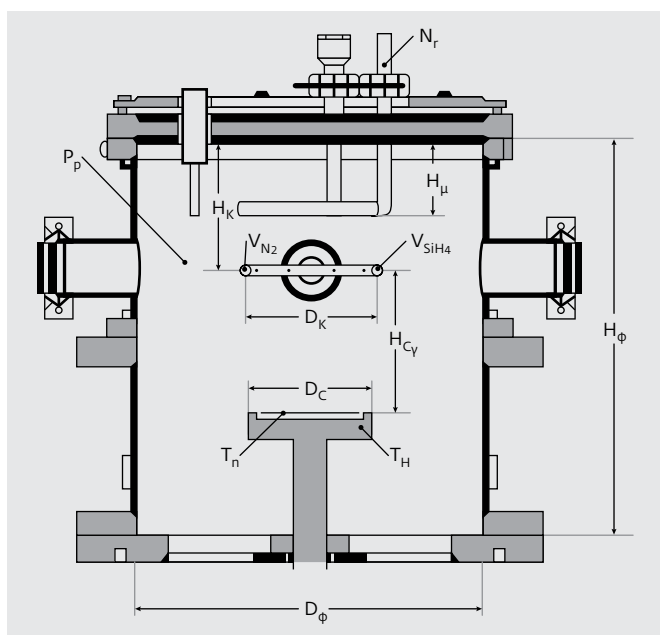


Рис.2. Схема ICP CVD реактора установки "ИЗОФАЗ ТМ-200"

отверстиями, направленными в центр кольца, диаметром D_k , подключенный к четырем газовым линейкам с регуляторами расхода газа;

- подложкодержатель диаметром D_c с механизмом вертикального перемещения до 170 мм и нагревателем до 850°C;

Реактор подключен к насосу Руттса через регулируемую мотыльковую заслонку, обеспечивающую автоматическое поддержание заданного рабочего давления в процессе осаждения с использованием нагреваемого емкостного датчика давления (баратрон) при установленном расходе инжектируемых рабочих газов.

Экспериментальное ICP CVD осаждение нитрида кремния проводилось при инжекции через одиночное отверстие газового кольца (см.рис.3) (1) диаметром 1,5 мм заданного расхода рабочей смеси ($N_2 : SiH_4 : Ar = 7,5 : 1 : 19$), направленного вдоль поверхности нагретой пластины кремния (2), в режимах, представленных в табл.1.

Таблица 1. Параметры ICP CVD осаждения нитрида кремния ($P_0 \approx 1,6 \times 10^5$ Па)

№ п/п	Высота H_b , мм	Давление P_b , Па	Мощность $N_{пл}$, Вт	Температура $T_{пл}$, °C	Расход газа $V_{сум}$, кг/с
1	9	10	300	200	$2,8 \cdot 10^{-7}$
2		50			
3		100			

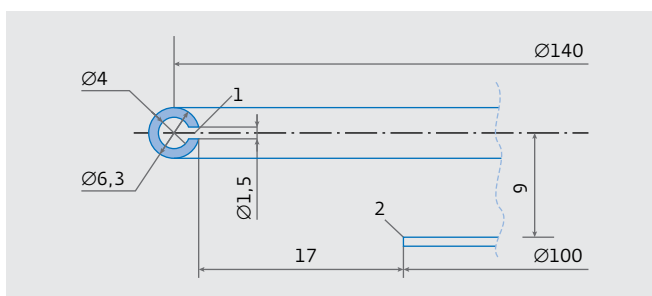


Рис.3. Схема системы инжекции газовой смеси установки "ИЗОФАЗ ТМ-200":
1 – газораспределительное кольцо;
2 – подложка

Фотографии пластин кремния с осажденными слоями SiN_x (рис.4) демонстрируют значительное влияние рабочего давления ICP в реакторе при заданном расходе рабочей смеси на процесс осаждения и свидетельствуют об изменении формы инжектируемой из газового кольца струи.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

По характеру интерференционных картин, образованных пленками нитрида кремния на поверхности кремневой пластины (см. рис.4), можно обнаружить области с максимальной толщиной слоя (зеленые участки), которые окружены разноцветными кольцами, где толщина пленки уменьшается. При этом, по мере уменьшения давления в реакторе, наблюдается приближение этих областей к краю пластины в сторону открытого отверстия газового кольца. Аналогичное поведение уже наблюдалось (см. рис.1) при взаимодействии центральной, наиболее плотной, области осесимметричной струи с поверхностью пластины при понижении давления в реакторе. Таким образом, по мере уменьшения давления в реакторе угол свободного расширения струи смеси рабочих газов увеличивается и приосевая область, где находится основная масса истекающего газа, быстрее достигает поверхности пластины, и область максимальной скорости

осаждения пленки смещается к плоскости отверстия. Для реализации низкотемпературного ICP CVD осаждения нитрида кремния необходима плазменная активация струи рабочего газа как за счет взаимодействия с уже существующей плазменной средой, так и за счет ВЧ-энергии индуктора.

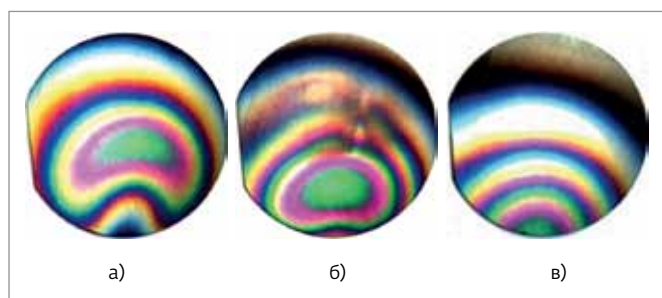


Рис.4. Конфигурация осажденных слоев SiN_x в зависимости от Re_l и давления p_б: а – 100 Па; б – 50 Па ; в – 10 Па

На первых двух пластинах, полученных при высоких давлениях, виден четкий след входа струи на пластины, который может быть обусловлен недостаточной ионизацией ВЧ-полем начального участка газовой струи и тем, что струя еще недостаточно вовлекла в поток окружающую плазменную среду.

Распределение толщины осажденного слоя SiN_x, измеренное лазерной эллипсометрией в продольном (рис.5а) и поперечном (рис.5б) направлениях истечения струи, подтверждает наблюдаемое изменение характера взаимодействия инжектируемой струи с подложкой от струйного, со смещенными максимумами относительно входа потока (кривые – 2, 3), до диффузионного (кривая 1), пропорционального примерно квадрату расстояния удаления от устья струи. Также обращает внимание тот факт, что в рассматриваемых случаях при фиксировании всех технологических параметров, кроме давления в реакторе, толщина осажденной пленки была больше

при среднем значении давления (50 Па), чем при более высоком (100 Па) и более низком (10 Па).

В связи с этим были проведены дополнительные эксперименты по осаждению нитрида кремния при промежуточных значениях давления в реакторе. На рис.6 представлены зависимости относительного изменения средней скорости осаждения слоев SiN_x в продольном (кривая 1) и поперечном (кривая 2) направлениях, полученной усреднением по пяти точкам подложек в каждом из направлений, и усреднением по 49 точкам (кривая 3) от давления, в ICP CVD реакторе. На этом же рисунке приведены результаты осаждения SiN_x, полученные PE CVD методом в реакторе диодного типа [10]. Выраженный максимум скорости ICP CVD осаждения находится в диапазоне давлений 55–60 Па. Для PE CVD осаждения SiN_x подача рабочей смеси осуществляется нормально к подложке, максимум скорости находится в области 35–40 Па. Это отражает различие в механизмах формирования плазменной среды и в схемах подачи смеси рабочих газов в зону осаждения.

Представленные результаты (см. рис.5б) носят частный характер, и их трудно использовать при проектировании установок для обработки подложек больших диаметров. Однако эти трудности могут быть преодолены при использовании обработки результатов в обобщенных переменных [11]. В таком случае результаты единичных экспериментов могут быть распространены на группу явлений, имеющих общую физическую природу с единичными экспериментами.

Один из основных параметров газодинамики – число Рейнольдса по струе (Re_l), можно оценить по соотношению (2), по числу Рейнольдса

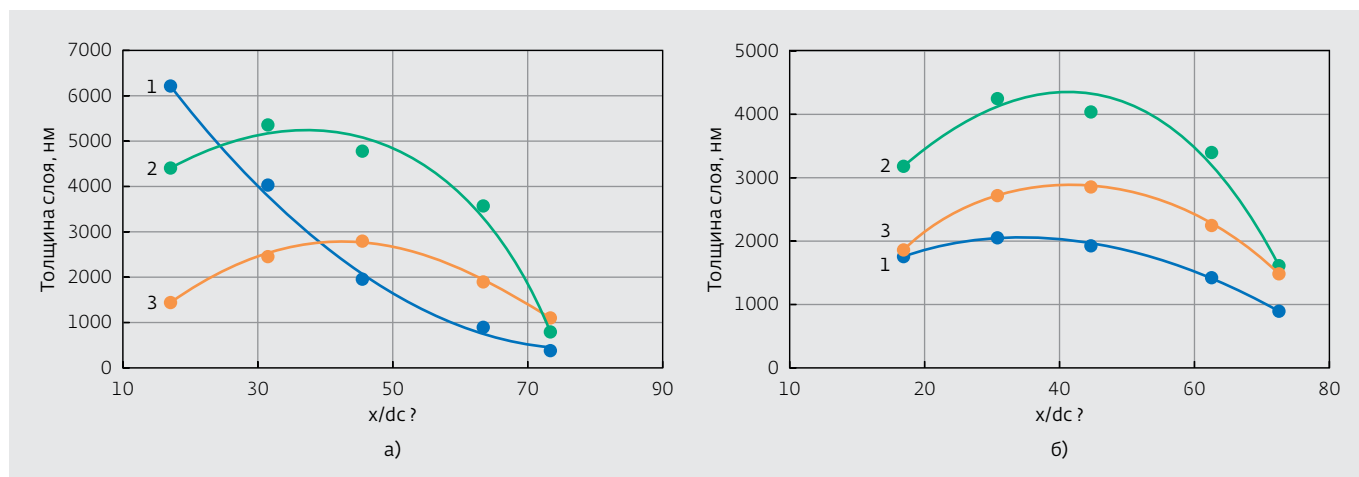


Рис.5. Продольное (а) и поперечное (б) распределение по диаметру толщины слоя Si₃N₄, осажденного на подложки при различных давлениях p_б в реакторе : 1 – 10 Па; 2 – 50 Па; 3 – 100 Па

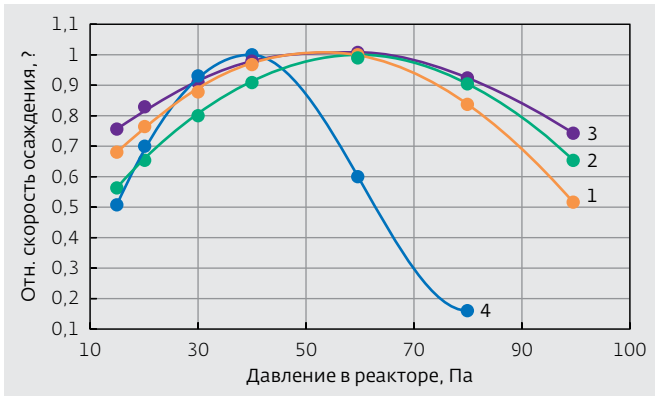


Рис.6. Зависимости скорости ICP CVD осаждения слоев SiN_x от рабочего давления реакторе по поверхности подложки: 1 – по потоку; 2 – в поперечном к по току направлении; 3 – усредненное по подложке; 4 – результаты PE CVD [10]

(Re) сечения сопла для заданного расхода и состава смеси рабочих газов: ($Q_{ГСМ}$ – объемный расход рабочей смеси, $S_{отв}$ – площадь отверстия,

$\gamma_{ГСМ}$ – кинематическая вязкость смеси рабочих газов, рассчитанная с учетом парциального вклад каждой из компоненты смеси). Принимая давление на срезе сопла равным давлению на входе газовой системы ($p_0 \approx 1,6 \cdot 10^5$ Па), с учетом степени нерасчетности, можно получить значения, соответствующие значениям числа $Re_L \approx 1,5; 1,0$ и $0,5$ для давлений в камере 100, 50 и 10 Па. В координатах давления p_0 (на срезе сопла) и p_b (в камере реактора), выделяют три основные области истечения газовой струи (рис.7) [12]: А – область с низким давлением, В – область сплошной среды; С – область с разреженной средой. Истечения струи в реактор при давлении 100 и 50 Па на приведенной диаграмме приходятся в область В (точки 3 и 2), а при давлении 10 Па (точка 1) в область С, что согласуется полученными результатами.

При переносе компонентных масс и энергии на подложку определяющую роль выполняют коэффициенты диффузии компонентной массы D_1 и энергии α . Поэтому в исследованиях, связанных с переносом масс и энергии, числами подобия параметрического типа, отражающими

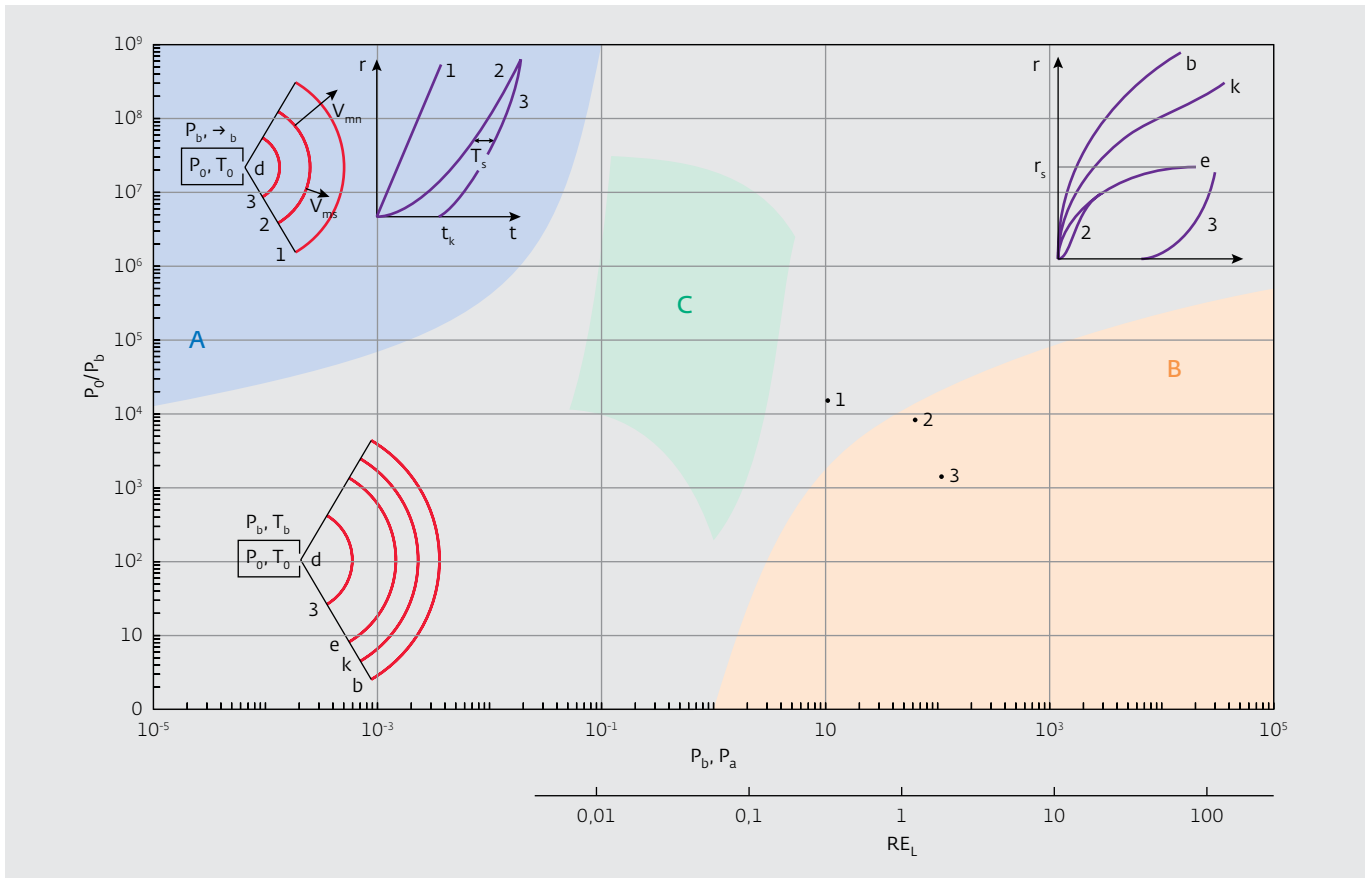


Рис.7. Режимы истечения газовых струй: А – в среду с низким давлением; В – в сплошную среду; С – в среду с пониженным давлением [5], где точки 1–3 соответствуют режимам экспериментов (см. табл.1).



переносные свойства газов и их смесей, являются

числа Шмидта $\frac{\eta_{см}}{D_1} = Sc$ и Прандтля $\frac{\eta_{см}}{\alpha} = Pr$.

Так как в проточных реакторах перенос замедляется по длине поверхностей осаждения, для учета этого эффекта вводились геометрические параметры, характеризующие продольную координату рассматриваемой точки от устья сопла до начала поверхности осаждения l_0 , от начала подложки в направлении потока x и вертикальной координаты h , отсчитываемой от оси струйного потока. За характерный геометрический размер потока принимался диаметр отверстия истечения потока газовой смеси d_c . В предположении (достаточно спорном), что в экспериментах физические свойства газа практически не изменялись, в результирующем обобщенном уравнении отсутствуют числа Шмидта и Прандтля. Таким образом, результаты экспериментов обобщались зависимостями типа (табл. 2):

$$\Phi = f\left(\text{Re}_L, \frac{x}{d_c}, \frac{l_0}{h}\right).$$

На рис.8 приведен график обобщения результатов процесса ICP CVD слоев SiN_x в зависимости от давления в реакторе.

При анализе результатов следует подчеркнуть сложный характер кривых, имеющих точку перегиба, которая в зависимости от давления в реакторе удалена на разные расстояния от начала подложки. Кривая 1, отвечающая давлению 10 Па, имеет точку перегиба при меньшем удалении от начала осаждения ($x/d_c \approx 30-35$), что соответствует примерно центру подложки диаметром 100 мм. Повышение

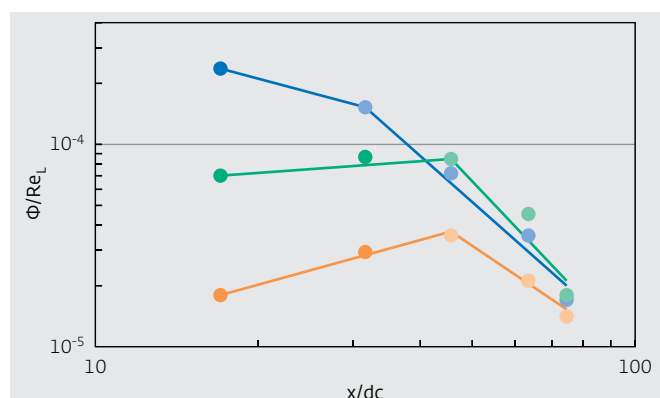


Рис. 8. Зависимость локальных коэффициентов превращения вещества при различных давлениях p_b в зоне осаждения: 1 – 10 Па; 2 – 50 Па; 3 – 100 Па



Таблица 2. Функции аппроксимации при изменяющемся давлении в реакторе $P_b = V_{ар}$

№ п/п	До точки перегиба	За точкой перегиба
1	$\Phi_1 = 0,0017 \cdot Re_L \cdot (x/dc)^{-0,7}$	$\Phi_1 = 0,8 \cdot Re_L \cdot (x/dc)^{-2,5}$
2	$\Phi_2 = 4 \cdot 10^{-5} \cdot Re_L \cdot (x/dc)^{0,2}$	$\Phi_2 = 28 \cdot Re_L \cdot (x/dc)^{-3,3}$
3	$\Phi_3 = 3 \cdot 10^{-6} \cdot Re_L \cdot (x/dc)^{0,4}$	$\Phi_3 = 0,042 \cdot Re_L \cdot (x/dc)^{-1,8}$

давления приводит к перемещению точки перегиба к дальнему краю подложки. Так, при давлении 50 Па (кривая 2) точка перегиба находится на удалении уже более 80 мм ($x/d_c \approx 50-60$), а осаждаемый слой SiN_x имеет более высокую однородность. Этот результат является косвенным подтверждением реализации осаждения на подложке диаметром 150 мм при сохранении геометрии зоны осаждения. Как следует из представленных зависимостей, более высокая однородность толщины может быть получена при более низком давлении в диапазоне 35-40 Па, что хорошо соответствует результатам [10] (см. рис.6, кривая 4). Дальнейшее повышение давления приводит к ухудшению результатов.

Результаты эксперимента обрабатывались в размерном виде и в обобщенном представлении. Последнее имеет несравненное преимущество перед первым, так как дает возможность распространять результаты единичных экспериментов на группу подобных явлений, имеющих общую с единичными экспериментами физическую природу [6]. Это открывает возможность разработки методологии проектирования устройств, реализующих не только ICP CVD осаждение, но и другие плазменные реакторы, для которых характерна инжекция рабочих газов из атмосферы в разряженную среду.

В целом процесс ICP CVD проводится в условиях динамического вакуума, при котором газовая смесь через распределительные устройства с высокой скоростью вводится в зону осаждения, что, несомненно, должно отражаться на свойствах осаждаемых слоев. Косвенное подтверждение этот факт находит в большинстве публикаций, посвященных анализу процессов ICP CVD слоев. Однако практически ни в одной работе не приводятся сведения, акцентирующие внимание на вопросах истечения газового потока в вакуум. В настоящей работе предпринята попытка восполнения этого пробела. В качестве методологической базы предложено использовать основы метода обобщенного анализа, что придает универсальность подходу при разработке процессов ICP CVD и реализующего их оборудования.

Прямое наблюдение конфигурации осаждаемых слоев SiN_x и обработка экспериментальных данных в обобщенном виде позволили:

- выявить области ICP CVD слоев нитрида кремния, имеющие различные закономерности в различных частях подложки;
- определить вид и формализовать эти закономерности;
- показать, что область оптимального рабочего давления ICP CVD слоев находится в диапазоне 35-40 Па .

Авторы выражают благодарность В.Долгополову за большую помощь в получении и обработке экспериментальных результатов и всему коллективу ОАО "НИИТМ" за разработку и производство технологических установок типа "Изофаз" для ICP CVD процессов.

Литература

1. **Красников Г.Я.** Конструктивно-технологические особенности субмикронных МОП-транзисторов, изд. 2-е, испр. – М.: Техносфера, 2011.
2. **Одинокое В.В., Павлов Г.Я.** Комплект вакуумного оборудования для микро- и нанотехнологий. – Электронная промышленность, 2008, №3, с.64-70.
3. <http://www.oxfordplasma.de/homepage.htm>
4. **Dr. Owain Thomas.** Inductively coupled plasma chemical vapour deposition (ICP-CVD) – http://www.oxfordplasma.de/pla_news/pdf
5. **Chris Hodson.** Low Temperature Deposition by ICP – http://www.oxfordplasma.de/pla_news/icppecvd.pdf
6. Справочник по вакуумной технике и технологиям/ Под ред. Д.Хоффмана, Б.Сингха, Дж.Томаса Ш. – М.: Техносфера, 2011.
7. <http://www.t-services.ru/ru/solutions/forcam.html>
8. **Одинокое В.В., Павлов Г.Я., Самойликов В.К., Иракин П.А.** Оценка влияния газодинамики инжектируемого газа на плазмостимулируемое осаждение слоев. – Нанотехнологии. Экология Производство, 2012, № 4(17), с.39-41.
9. **Самойликов В.К.** Оптимизация технологического оборудования и процесса газозафазной эпитаксии кремния производства СБИС. Дис. на соиск. учен. степени д-ра техн. наук, М.: 1996.
10. **Ковалгин А.Ю.** Исследование процессов плазмохимического осаждения пленок нитрида кремния. Дис. на соиск. учен. степени д-ра техн. наук, С.-Пб, 1995.
11. **Гухман А.А.** Применение теории подобия к исследованию процессов теплообмена. – М: Высшая школа, 1974.