

ТЕХНОЛОГИЯ И ОБОРУДОВАНИЕ МЕХАНИЧЕСКОЙ И ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ

УДК 621.38

ОБЕСПЕЧЕНИЕ ОДНОРОДНОСТИ ОКСИДНОЙ ПЛЕНКИ НА ПОВЕРХНОСТИ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ КРЕМНИЕВЫХ ПОДЛОЖЕК В ПРОЦЕССЕ ИХ ТЕРМИЧЕСКОГО ОКСИДИРОВАНИЯ

Ковалев А.А.^{*}, Тищенко Л.А.^{**}, Антипин М.А.^{***}, Шаховцев М.М.^{****}

*Московский государственный технический университет им. Н.Э.Баумана,
МГТУ им. Н.Э.Баумана, 2-я Бауманская ул., 5, Москва, 105005, Россия*

** e-mail: kovalevarta@gmail.com*

*** e-mail: leonid.tichenko@gmail.com*

**** e-mail: mr.antipin@yandex.ru*

***** e-mail: medbed96@gmail.com*

Рассмотрен процесс влажного термического оксидирования монокристаллических кремниевых подложек и факторы, влияющие на качество данной технологической операции — однородность распределения оксида кремния по поверхности подложки. Экспериментально определено оптимальное соотношение реагентов для обеспечения однородности оксидной пленки и требуемой скорости её роста. Предложены технические рекомендации по процессу оксидирования с целью снижения влияния неравномерного нагрева в печи кремниевых подложек на формирование однородной оксидной пленки.

Ключевые слова: термическое оксидирование, кремниевые подложки, однородность оксидной пленки.

Введение

В современной технологии производства устройств на основе кремния одной из ключевых операций технологического процесса изготовления большинства полупроводниковых приборов является операция термического оксидирования. От способов и режимов проведения рассматриваемой операции зависят точность формирования топологии прибора, и, как следствие, его выходные характеристики. В частности, применяют сухое оксиди-

рование и оксидирование в парах воды, часто называемое влажным оксидированием. Преимуществом последнего является увеличенная скорость роста оксидной пленки на поверхности кремниевых подложек. Для увеличения производительности процесса термического оксидирования прибегают к комбинации двух способов: на этапе нагрева используют сухое оксидирование, а при достижении рабочих температур процесса — влажное.

В процессе термического оксидирования монокристаллических кремниевых подложек необходи-

мо обеспечить равномерное распределение толщины и, соответственно, однородность образующейся на их поверхности оксидной пленки. Таким образом, оценивать качество операции термического оксидирования можно с помощью параметра, называемого однородностью распределения и зависящего от режима проведения рассматриваемой технологической операции.

Поскольку оксидированные кремниевые подложки используются в дальнейших процессах формирования топологии полупроводниковых приборов, в частности на этапах травления и литографии, от качества полученной оксидной пленки в итоге зависят необходимые выходные характеристики изделия. В связи с этим обеспечение однородности распределения толщины оксидной пленки по поверхности кремниевой подложки является актуальной задачей (рис. 1).

Объектами исследования являются оксидированные подложки монокристаллического кремния.

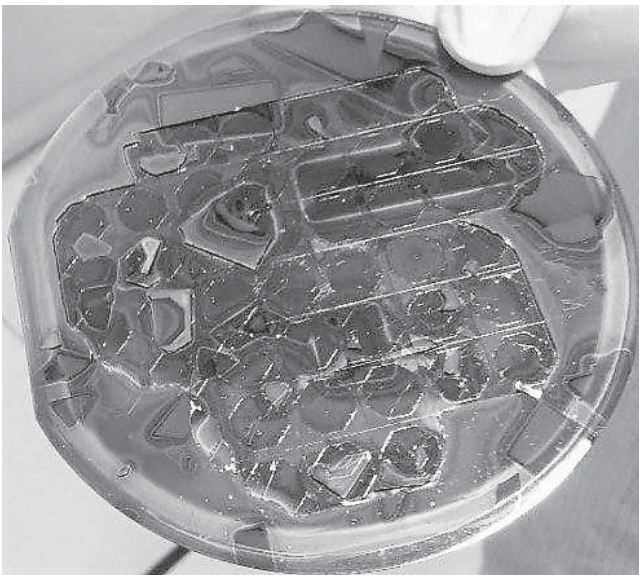


Рис. 1. Неравномерное распределение оксидной пленки на поверхности кремниевой пластины

По результатам измерения толщины оксидной пленки делается вывод о наличии однородности распределения оксида по поверхности подложки. Исследуемые подложки используются для последующего создания электронных линз, рассматриваемых в [1].

Выявление причин изменения параметра однородности, а также разработка ряда технологических рекомендаций по обеспечению минимального отклонения параметра однородности является основной задачей.

Рассмотрим процесс термического оксидирования и определим параметры, влияющие на однородность распределения оксидной пленки по поверхности кремниевой подложки.

Процесс термического оксидирования

Как известно, слой двуоксида кремния формируется на кремниевой подложке за счет химического взаимодействия в приповерхностной области атомов кремния и кислорода. Кислород содержится в окислительной среде, с которой контактирует поверхность кремниевой подложки, нагретой в печи до температуры в диапазоне от 850 до 1200 °С. Окислительной средой может быть сухой или влажный кислород. Схематично вид установки представлен на рис. 2 (в современных установках пластины в подложкодержателе располагаются вертикально).

К оборудованию предъявляются следующие требования: герметичность (отсутствие посторонних частиц в активной области печи); контроль температуры активной области с точностью до 1 °С; двухстадийность процесса (плавное повышение температуры до рабочей и плавное охлаждение).

Интенсивность химических реакций, протекающих вблизи поверхности подложек, зависит от температуры окружающей среды и температуры самих подложек. Недопустимым является возник-

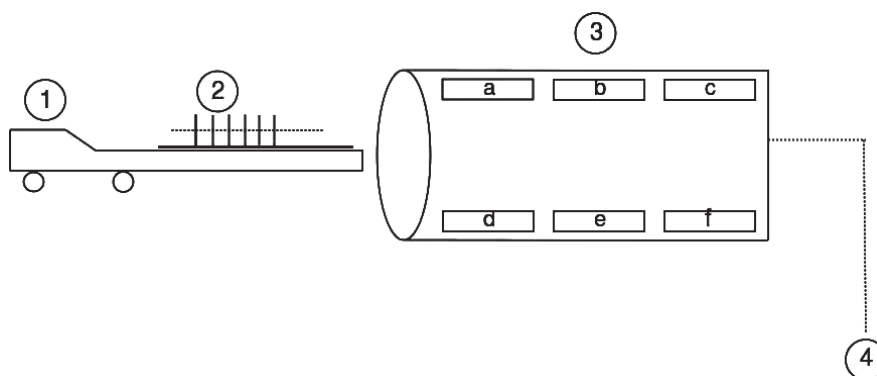


Рис. 2. Схематичное изображение устройства термической печи: 1 — лодочка (рукав); 2 — кремниевые подложки; 3 — активная область печи; 4 — внешний подвод реагентов в активную область печи; a–f — датчики измерения температуры

новение неравномерности распределения температурного поля по поверхности кремниевой подложки, что незамедлительно ведет к образованию участков с различной скоростью роста оксида.

Конструкция современных термических печей устроена так, что конец рукава (рис. 2) контактирует с внешней средой, из-за чего возникает неоднородность нагрева материала лодочки даже при обеспечении полной однородности поля температуры в активной области печи, вследствие чего подложки, установленные в подложкодержателе на рукаве печи, имеют неоднородное распределение температуры, причем более холодный участок находится вблизи контакта подложки с подложкодержателем.

К материалу рукава предъявляют специальные требования, в частности, он должен обладать низкой теплопроводностью, что обеспечивает требуемое время эксплуатации. В результате даже при продолжительных технологических процессах температура рукава не достигает температуры активной области печи и возникает проблема определения начальной температуры нагрева конструкции лодочки, влияющей на протекание процесса оксидирования монокристаллических кремниевых подложек при двухстадийном процессе.

Диапазон значений начальных температур рукава для рассматриваемого типа подложек ($d = 100$ мм, толщина 400 мкм, коэффициент серости полированного кремния $\epsilon = 0.89$, теплопроводность кремния $\lambda = 31.2$ Вт/(м·К), плотность кремния $\rho = 2.33$ г/см³) был оценен в результате численного моделирования в программной среде ANSYS. Для моделирования была выбрана модель конечных элементов с адаптивной размерной функцией. В местах контактов элементов шаг сетки уменьшался для достижения более точных результатов теплообменных процессов. Поскольку процессы рассматриваются внутри атмосферной печи, теплопроводность внешней среды (с учетом постоянного давления равного 1 атм) была выбрана равной 0.073 Вт/(м·К). Параметры материалов для используемого подложкодержателя и рукава (кварц и карбид кремния соответственно) были взяты из стандартной материальной библиотеки программного обеспечения. Граничные условия — постоянство температуры конца рукава (температура внешней среды 25 °С), ограничение на предварительный прогрев термической печи — 700 °С. Оцениваемая временная область — 14000 с, шаг вычисления — 5 с. На рис. 3, а, б показаны распределения температуры по поверхности исследуемых объектов во

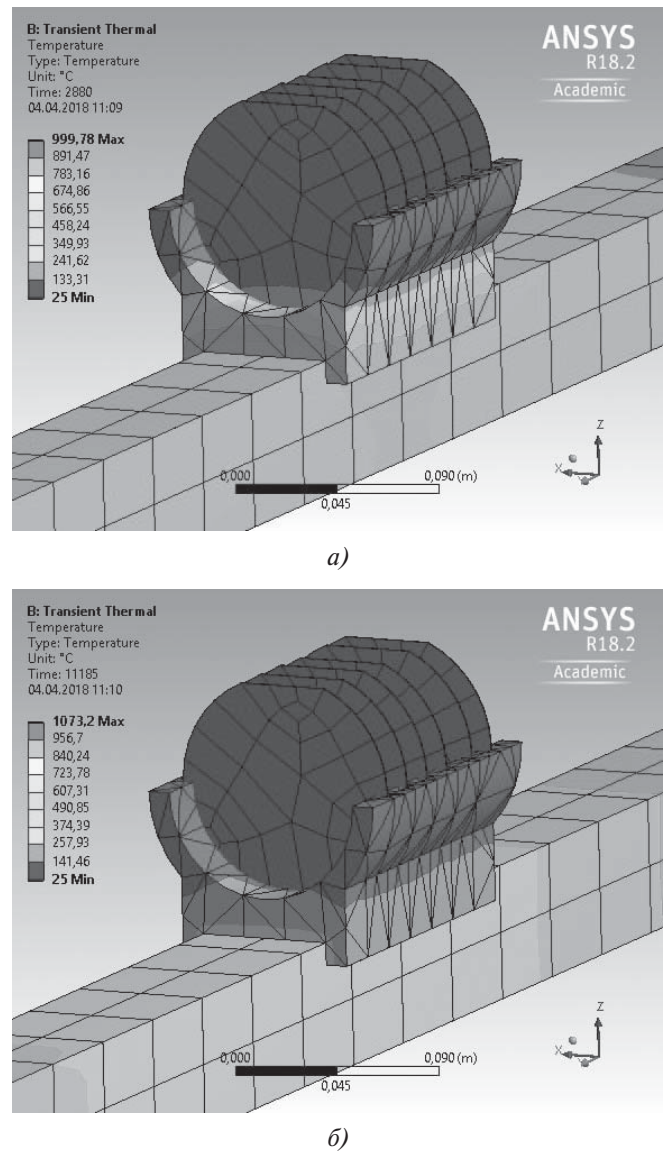


Рис. 3. Распределение температуры по поверхности подложек, подложкодержателя и рукава печи

время нагрева печи и выхода её на рабочий режим соответственно.

В результате моделирования было установлено, что рациональное распределение поля температуры на протяжении всего процесса термического оксидирования, включающего нагрев и рабочий режим, достигается в диапазоне от 550 до 700 °С. В случае нагрева рукава до значений температуры нижеуказанного диапазона даже на протяжении довольно длительного времени процесса нагрева (от 0.5 до 3 ч) проявляется неоднородность в распределении температуры по поверхности подложек, что приводит к образованию на них участков с разной интенсивностью протекания химических реакций.

С целью подтверждения результатов моделирования было проведено термическое оксидирование монокристаллических кремниевых подложек при

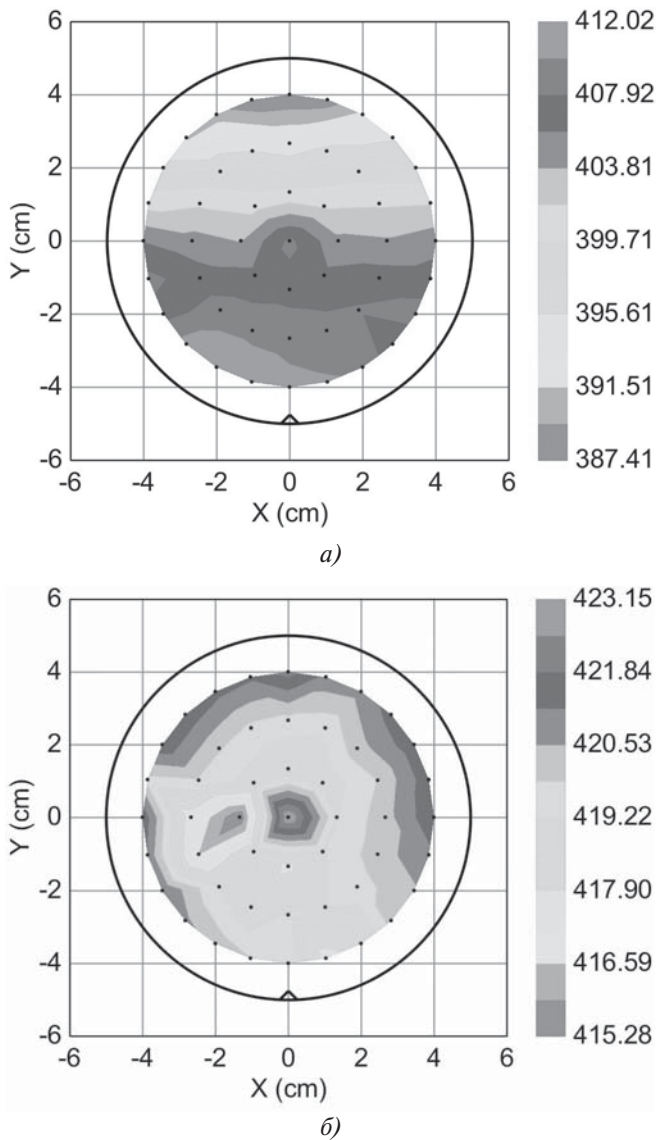


Рис. 4. Результаты измерения толщины (в нм) оксидной пленки эллипсометром

предварительном нагреве рукава печи до 550 °С (рис. 4,а) и в диапазоне 550–700 °С (650 °С) (рис. 4,б), а также последующее измерение по всей поверхности толщины сформировавшейся в процессе данной операции оксидной пленки с помощью эллипсометра.

Из полученных результатов (рис. 4) видно, что качество оксидированных подложек лучше при предварительном нагреве рукава и поддержании температуры в предложенном диапазоне, полученном при предварительных расчетах.

Обеспечение предварительного нагрева рукава является не единственным условием, влияющим на однородность распределения оксида по поверхности кремниевых подложек. Существенный вклад также вносят значения величин расхода реагентов (л/мин) и их соотношения. Было рассмотрено влияние этих параметров.

Влияние расхода реагентов на однородность распределения оксидной пленки

Окислительную среду процесса термического оксидирования обеспечивают потоки кислорода (сухое оксидирование) или потоки водяных паров (влажное оксидирование). В печах с двухфазным нагревом на этапе выхода на рабочую температуру процесса чаще всего используют сухое оксидирование, а на рабочем режиме — влажное (по причине лучшей контролируемости процесса роста оксидной пленки).

Скорость роста оксидной пленки описывается известными эмпирическими соотношениями, рассмотренными в [2–4], из которых следует, что изменение окислительной среды влияет на скорость роста оксида на поверхности кремния. Количественными параметрами, описывающими окислительную среду, являются величины расхода реагентов J_{H_2O} , J_{O_2} (л/мин).

При переходе от окислительной среды процесса сухого оксидирования к влажной среде физика процесса диффузии на границе Si–SiO₂ не изменяется, но при этом изменяется соотношение количества окислителя и дополнительных реагентов, приводящее к повышению скорости роста оксидной пленки. В результате возникает проблема определения оптимальных величин расхода реагентов, обеспечивающих равномерное распределение оксидной пленки и необходимую скорость роста оксида.

В рамках решения рассматриваемой задачи была проведена серия экспериментов. Небольшая партия кремниевых подложек (три–пять штук) подвергалась процессу термического оксидирования при фиксированной скорости нагрева и охлаждения печи (3 °С /мин), времени процесса влажного оксидирования (2 часа), температурах (1100, 1000 и 850 °С), а также при заданных величинах расхода реагентов (рис. 5–7). Затем, с помощью эллипсометра, проводились измерения подложек с целью определения средней толщины оксида, образовавшегося на поверхности подложки, а также оценки параметра однородности U :

$$U = \frac{X_{\max} - X_{\min}}{X_{\max} + X_{\min}}$$

Здесь X_{\max} — измеренное максимальное значение толщины оксида, нм; X_{\min} — измеренное минимальное значение толщины оксида, нм.

Результаты обработки полученных экспериментальных данных представлены на рис. 5–7 для температур 1100, 1000 и 850 °С.

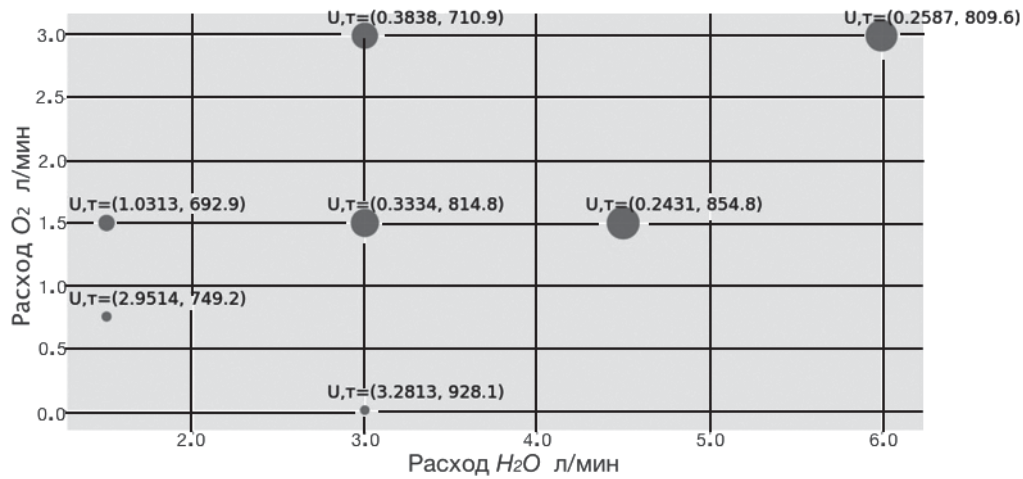


Рис. 5. Значения параметра однородности U (%) и средней толщины оксидной пленки t (нм) при $T = 1100$ °C

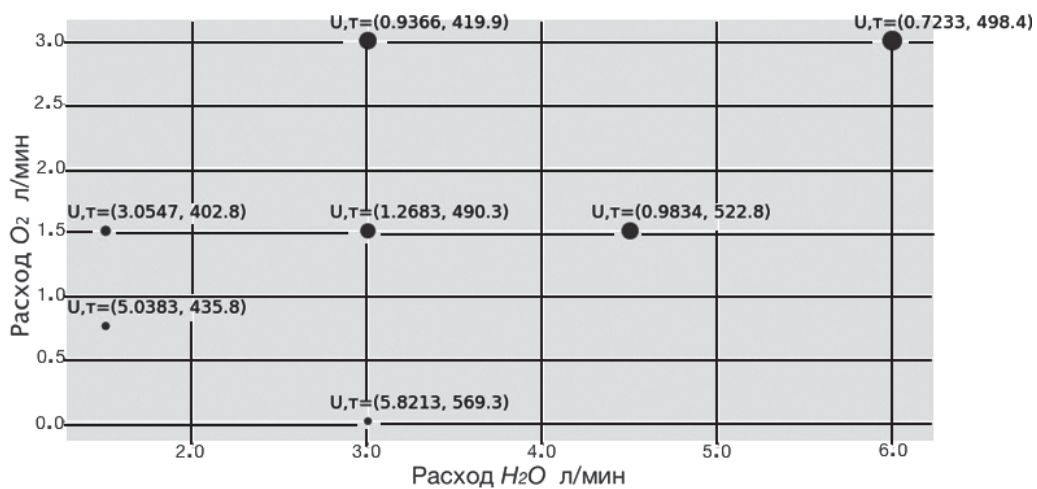


Рис. 6. Значения параметра однородности U (%) и средней толщины оксидной пленки t (нм) при $T = 1000$ °C

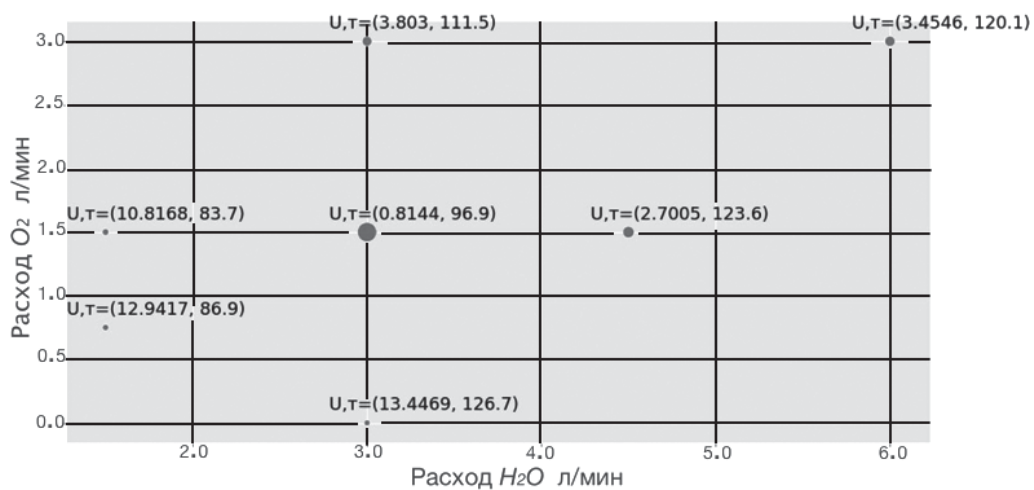


Рис. 7. Значения параметра однородности U (%) и средней толщины оксидной пленки t (нм) при $T = 850$ °C

Из полученных результатов следует, что при понижении рабочей температуры процесса термического оксидирования происходит изменение механизма роста оксидной пленки на поверхности подложки, что соответствует предположениям, описанным в [2]. На высоких температурах процес-

са основной вклад в рост оксидной пленки вносят протекающие в граничном слое Si—SiO₂ химические реакции окисления, при понижении температуры процесса — диффузия вещества через уже образовавшийся оксид. Как результат, для рассматриваемых температур наилучшим качеством

(U соответствует минимальному значению) обладают оксидированные подложки, полученные в результате рассматриваемого технологического процесса при значениях расхода реагентов $J(\text{H}_2\text{O}) = 4.5$ л/мин, $J(\text{O}_2) = 1.5$ л/мин для рабочей температуры процесса $T = 1100$ °С; $J(\text{H}_2\text{O}) = 6$ л/мин и $J(\text{O}_2) = 3$ л/мин для $T = 1000$ °С; $J(\text{H}_2\text{O}) = 3$ л/мин, $J(\text{O}_2) = 1.5$ л/мин для рабочей температуры процесса $T = 850$ °С.

Выводы

Для обеспечения однородности оксидной пленки на поверхности монокристаллических кремниевых подложек в процессе их термического оксидирования даны следующие рекомендации:

- проводить предварительный нагрев рукава печи в диапазоне температур от 550 до 700 °С;
- устанавливать следующие значения расхода реагентов: $J(\text{H}_2\text{O}) = 4.5$ л/мин, $J(\text{O}_2) = 1.5$ л/мин для рабочей температуры процесса $T = 1100$ °С; $J(\text{H}_2\text{O}) = 6$ л/мин и $J(\text{O}_2) = 3$ л/мин для $T = 1000$ °С; $J(\text{H}_2\text{O}) = 3$ л/мин, $J(\text{O}_2) = 1.5$ л/мин для рабочей температуры процесса $T = 850$ °С.

С целью повышения качества оксидированных подложек, скорости процесса их термического оксидирования, а также исследования протекающих при этом процессов планируется: проведение дополнительных серий экспериментов на промежуточных рабочих температурах (900, 950, 1050 °С), применение модели линейной регрессии и градиентных методов (которые, по мнению авторов [5, 6], применимы для задачи классификации и регрессии на малых объемах выборки) для установления зависимости между параметрами режима проведения рассматриваемого технологического процесса и однородностью распределения оксидной пленки.

Библиографический список

1. Тищенко Л.А., Ковалев А.А., Чижиков С.В. Исследование влияния параметров основных технологических операций изготовления кремниевой электронной линзы и условий ее хранения на геометрическую форму электронного пучка // Вестник Московского авиационного института. 2017. Т. 24. № 2. С. 95-103.
2. Deal B.E. and Grove A.S. General Relationship for the Thermal Oxidation of Silicon // Journal of Applied Physics. 1965. Vol. 36. № 12, pp. 3770-3778. DOI: 10.1063/1.1713945
3. Hu S.M. New Oxide Growth Law and the Thermal Oxidation of Silicon // Journal of Applied Physics. 1983. Vol. 42. № 10, pp. 872-874. DOI: 10.1063/1.93797
4. Song Y., Dhar S., Feldman L.C. Modified Deal Grove model for the thermal oxidation of silicon carbide // Journal of Applied Physics. 2004. Vol. 95, pp. 49-53. DOI: 10.1063/1.1690097
5. Erfon B., Hastie T., Johnstone I., Tibshirani R. Least Angle Regression // The Annals of Statistics. 2004. Vol. 32. No. 2, 407-499.
6. LeCun Y., Bottou L., Orr G., Müller K. Efficient BackProp. — Neural Networks: Tricks of the Trade. Springer-Verlag London, UK, 1998, pp. 18-23. DOI: 10.1007/978-3-642-35289-8_3
7. Appels J., Kooi E., Paffen M., Schlorje J.J.H. and Verkuylen W.H.C.G. Local oxidation of silicon and its application in semiconductor-device technology // Philips Research Reports. 1970. Vol. 25, pp. 118-132.
8. Senez V., Collard D., Ferreira P. and Baccus B. Two-Dimensional Simulation of Local Oxidation of Silicon: Calibrated Viscoelastic Flow Analysis // IEEE Trans—Elect Development. 1996. Vol. 43. No. 5, pp. 720-731. DOI: 10.1109/16.491248
9. Antoniadis D.A., Rodoni M., and Dutton R.W. Impurity Redistribution in SiO₂-Si during Oxidation: A Numerical Solution Including Interfacial Fluxes // Journal of The Electrochemical Society. 1979. Vol. 126. No. 11, pp. 1939-1945. DOI: 10.1149/1.2128830
10. Wagner S., Grasser T., Fischer C. and Selberherr S. An Advanced Equation Assembly Module // Engineering with Computers. 2005. Vol. 21. No. 2, pp. 151-163. DOI: 10.1007/s00366-005-0319-5
11. Norton F.J. Permeation of Gaseous Oxygen through Vitreous Silica // Nature. 1961. Vol. 191, pp. 701. DOI: 10.1038/191701a0
12. Березин А.С., Мочалкина О.Р. Технология и конструирование интегральных микросхем: Учеб. пособие для вузов / Под ред. И.П.Степаненко. — М.: Радио и связь, 1983. — 232 с.
13. Vendrock P. Plasma Etching // The Electrochemical Society. 1987. Vol. 21, pp. 1237-1241.
14. Kuiper A., Willemsen M., Bax J., Habraken F. Oxidation behaviour of LPCVD silicon oxynitride films // Applied Surface Science. 1988. No. 33, pp. 757-764. DOI: 10.1016/0169-4332(88)90377-7
15. Vries D. Investigation of gross die per wafer formulas / // IEEE Transactions on Semiconductor Manufacturing. 2005. Vol. 18, no. 1, pp. 136-139. DOI: 10.1109/TSM.2004.836656
16. O'Mara W.C., Herring R.B., Hunt L.P. Handbook of Semiconductor Silicon Technology. — Noyes Publications, 1990. — 795 p.
17. Yoshio N. A supplement to Semiconductor International // How to Make a Chip. 2005, pp. 122-136.
18. Laplante P.A. Comprehensive dictionary of electrical engineering. — CRC Press, 2005. — 786 p.
19. Widmann D., Mader H., Friedrich H. Technology of Integrated Circuits — Springer-Verlag Berlin and Heidelberg GmbH & Co, Berlin, Germany, 2008. — 342 p.

OXIDE FILM HOMOGENEITY PROVISION ON THE SURFACE OF SILICON MONOCRYSTAL SUBSTRATES WHILE THEIR THERMAL OXIDATION PROCESS

Kovalev A.A. *, Tishchenko L.A. **, Antipin M.A. ***, Shakhovtsev M.M. ****

Bauman Moscow State Technical University,
MSTU, 5, 2-nd Baumanskaya, Moscow, 105005, Russia

* e-mail: kovalevarta@gmail.com

** e-mail: leonid.tichenko@gmail.com

*** e-mail: mr.antipin@yandex.ru

**** e-mail: medbed96@gmail.com

Abstract

The article deals with the impact of the thermal oxidation process technological parameters, such as the work process temperature and the value of oxidizer reagents consumption, on the oxide film uniformity on the silicon substrate surface. It evaluates the heat-treatment furnace preheating temperature range by modelling in ANSYS with the specified boundary conditions. The homogeneity characteristic, being computed by Min-Max method, was used for homogeneity estimation. The type of silicon wafers under consideration satisfied the number of parameters, such as $d = 100$ mm, thickness $400 \mu\text{m}$, the polished silicon emissivity $\epsilon = 0.89$, silicon thermal conductivity $\lambda = 31.2 \text{ W / (mK)}$, silicon density $\rho = 2.33 \text{ g / cm}^3$. The preheating temperature range for an atmospheric thermal furnace with a silicon carbide boat is $550\text{--}700 \text{ }^\circ\text{C}$. Increase in the oxide film distribution homogeneity over the silicon substrates surface due to the uniform distribution of the temperature field was observed as the result of simulation. As a consequence, chemical reactions were close in the intensity of the oxidation processes flow. Experimental validation of the homogeneity increase was obtained due to the thermal furnace boat preheating.

Optimal values of oxidant reagents (O_2 , H_2O) consumption at temperatures of 1100 , 1000 and $850 \text{ }^\circ\text{C}$ in the two-phase heating furnace (heating - dry oxidation, work process - wet oxidation) were obtained experimentally. These values allow producing wafers with high-quality silicon oxide ($U < 1\%$).

The article gives technological recommendations on high-quality oxide film provision on the surface of monocrystal silicon wafers by furnace preheating and maintaining temperature between the thermal oxidizing processes, as well as oxidant reagents consumption values selection, allowing producing wafers with high-quality silicon oxide.

Keywords: thermal oxidation, silicon substrates, homogeneity.

References

1. Tishchenko L.A., Kovalev A.A., Chizhikov S.V. *Vestnik Moskovskogo aviatsionnogo instituta*, 2017, vol. 24, no. 2, pp. 95-103.
2. Deal B.E. and Grove A.S. General Relationship for the Thermal Oxidation of Silicon. *Journal of Applied Physics*, 1965, vol. 36, no. 12, pp. 3770-3778. DOI: 10.1063/1.1713945
3. Hu S.M. New Oxide Growth Law and the Thermal Oxidation of Silicon. *Journal of Applied Physics*, 1983, vol. 42, no. 10, pp. 872-874. DOI: 10.1063/1.93797
4. Song Y., Dhar S., Feldman L.C. Modified Deal Grove model for the thermal oxidation of silicon carbide. *Journal of Applied Physics*, 2004, vol. 95, pp. 49-53. DOI: 10.1063/1.1690097
5. Erfon B., Hastie T., Johnstone I., Tibshirani R. Least Angle Regression. *The Annals of Statistics*, 2004, vol. 32, no. 2, pp. 407-499.
6. LeCun Y., Bottou L., Orr G., Müller K. *Efficient BackProp*. Neural Networks, Tricks of the Trade. Springer-Verlag London, UK, 1998, pp. 18-23. DOI: 10.1007/978-3-642-35289-8_3
7. Appels J., Kooi E., Paffen M., Schlorje J.J.H. and Verkuylen W.H.C.G. Local oxidation of silicon and its application in semiconductor-device technology. *Philips Research Reports*, 1970, vol. 25, pp. 118-132.
8. Senoz V., Collard D., Ferreira P. and Baccus B. Two-Dimensional Simulation of Local Oxidation of Silicon: Calibrated Viscoelastic Flow Analysis. *IEEE Trans- Elect Development*, 1996, vol. 43, no. 5, pp. 720-731. DOI: 10.1109/16.491248
9. Antoniadis D.A., Rodoni M. and Dutton R.W. Impurity Redistribution in SiO_2 -Si during Oxidation: A Numerical Solution Including Interfacial Fluxes. *Journal of The Electrochemical Society*, 1979, vol. 126, no. 11, pp. 1939-1945. DOI: 10.1149/1.2128830
10. Wagner S., Grasser T., Fischer C. and Selberherr S. An Advanced Equation Assembly Module. *Engineering with Computers*, 2005, vol. 21, no. 2, pp. 151-163. DOI: 10.1007/s00366-005-0319-5

11. Norton F.J. Permeation of Gaseous Oxygen through Vitreous Silica. *Nature*, 1961, vol. 191, pp. 701. DOI: 10.1038/191701a0
12. Berezin A.S., Mochalkina O.R. *Tekhnologiya i konstruirovaniye integral'nykh mikroskhem* (The technology and design of integrated circuits), Moscow, Radio i svyaz', 1983, 232 p.
13. Vendrock P. Plasma Etching. *The Electrochemical Society*, 1987, vol. 21, pp. 1237-1241.
14. Kuiper A., Willemsen M., Bax J., Habraken F. Oxidation behaviour of LPCVD silicon oxynitride films. *Applied Surface Science*, 1988, no. 33, pp. 757-764. DOI: 10.1016/0169-4332(88)90377-7
15. Vries D. Investigation of gross die per wafer formulas. *IEEE Transactions on Semiconductor Manufacturing*, 2005, vol. 18, no. 1, pp. 136-139. DOI: 10.1109/TSM.2004.836656
16. O'Mara W.C., Herring R.B., Hunt L.P. *Handbook of Semiconductor Silicon Technology*. Noyes Publications, 1990, 795 p.
17. Yoshio N. A supplement to Semiconductor International. *How to Make a Chip*, 2005, pp. 122-136.
18. Laplante P.A. *Comprehensive dictionary of electrical engineering*. CRC Press, 2005, 786 p.
19. Widmann D., Mader H., Friedrich H. *Technology of Integrated Circuits*. Springer-Verlag Berlin and Heidelberg GmbH & Co, Berlin, Germany, 2008, 342 p.