

GRENOBLE 1



UNIVERSITE  
JOSEPH FOURIER

SCIENCES,  
TECHNOLOGIE,  
MEDECINE



Soutenance de thèse de doctorat

# ETUDES MORPHOLOGIQUES ET CINÉTIQUES DE L'ÉLABORATION DE NANO-OBJETS (Si, SiGe) PAR RT-CVD

Thèse soutenue publiquement par Clément PRIBAT

Direction technique: Didier DUTARTRE (STMicroelectronics)  
Direction universitaire: Gilbert VINCENT (UJF)

Thèse préparée à STMicroelectronics (Crolles) et au LTM (CNRS)

# Plan

- Contexte
- Résultats cinétiques
- Résultats morphologiques
- Applications technologiques
- Conclusion

# Plan

- Contexte
  - La miniaturisation des composants
  - L'épitaxie par CVD
  - Intérêt des cinétiques et de la morphologie
- Résultats cinétiques
- Résultats morphologiques
- Applications technologiques
- Conclusion

# La miniaturisation des composants

- Evolution technologique des composants → Loi de Moore
  - Evolution : réduction des **dimensions**
    - Densité d'intégration ( $d$ ) et performances ↑
    - Coût d'1 dispositif ↓
- Dimension des dispositifs avancés réalisés industriellement :
  - $L_g \rightarrow 20\text{-}28\text{nm}$
  - $d \rightarrow 10^9 \text{ composants/cm}^2$
- A cette échelle apparaissent des **limitations** de :
  - Fabrication → Litho, siliciumation, dépôt diélectrique
  - Fonctionnement → Effets de canaux courts, effets quantiques, dopage
- Nécessité de **développer** :
  - Nouvelles architectures (SON, FinFET, FD-SOI...)
  - Nouveaux procédés (Epi sélective, gravure...)
  - Nouveaux matériaux (s-Si, SiGe, SiC...)



**Complexification**  
des technologies

# L'épitaxie par CVD

- Historiquement → Fabrication/préparation de **substrat** (dépôt pleine plaque HT ( $>1000^{\circ}\text{C}$ ))
- Aujourd'hui :
  - Dépôt **BT** ( $400^{\circ}\text{C}$  -  $900^{\circ}\text{C}$ )
  - Dépôt **sélectif**
  - Dépôt de **faible épaisseur** ( $<10\text{nm}$ )
  - Dépôt sur  $\neq (\text{hkl})$  (001), (110), (111)
  - **Gravure** sèche par HCl
- Exemples de **solutions** offertes par les procédés d'épitaxie par CVD



Procédés **adaptables et intégrables** dans  
les techno avancées :  
Excellent candidats pour la miniaturisation

## Problèmes :

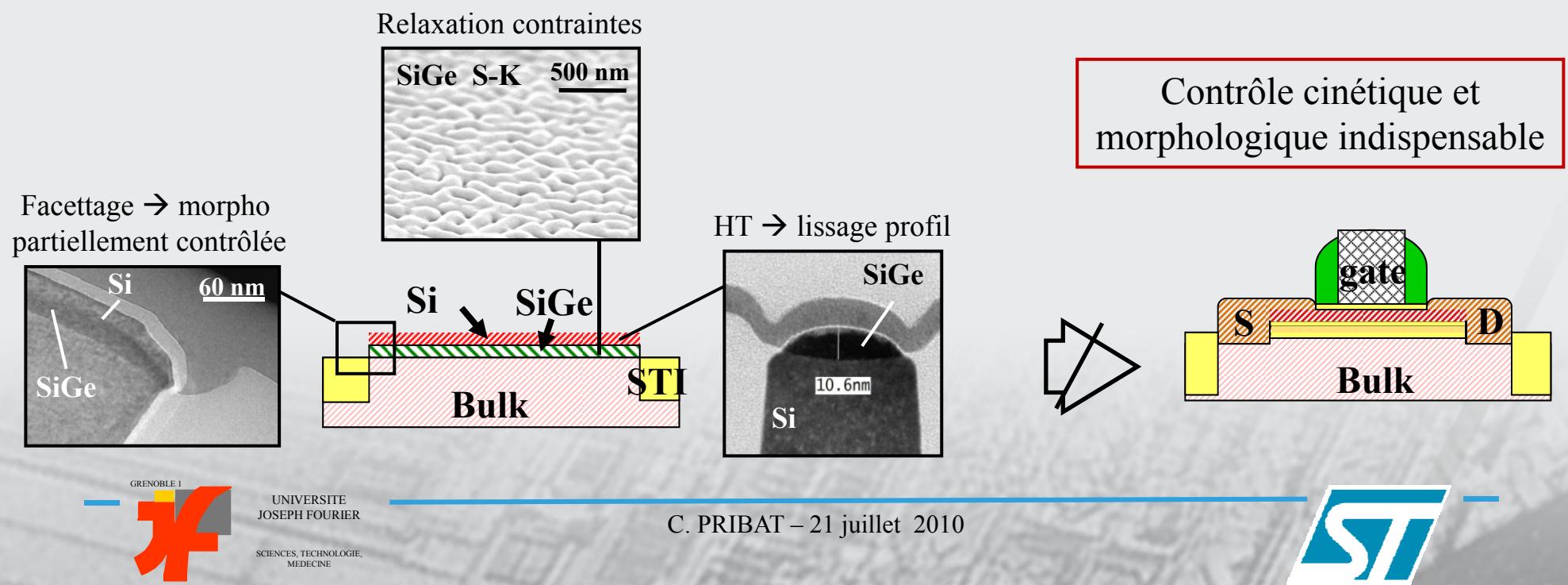
- Modification architecture
- Augmentation performances dispositifs
- Siliciumation difficile sur films minces ( $<20\text{nm}$ )

## Solutions :

- Procédé SON – Association de dispos de  $\neq (\text{hkl})$  (HOT)
- Canal SiGe – canal contraint (s-Si)
- Sources (drains) surélevées

# Intérêt des cinétiques et de la morphologie

- Réalisation de nano-objets cristallins par techniques CVD :
  - Mécanismes de croissances et cinétiques des procédés (Epitaxie ou Gravure)
  - Morphologie obtenue :
    - Facettage (croissance cristalline en bord du film non contrôlée)
    - Contrainte élastique pour SiGe (Stransky-Krastanov, **S-K**)
    - Budget thermique reçu (minimisation  $S.\gamma_s$ , diffusion, minimisation de la courbure)

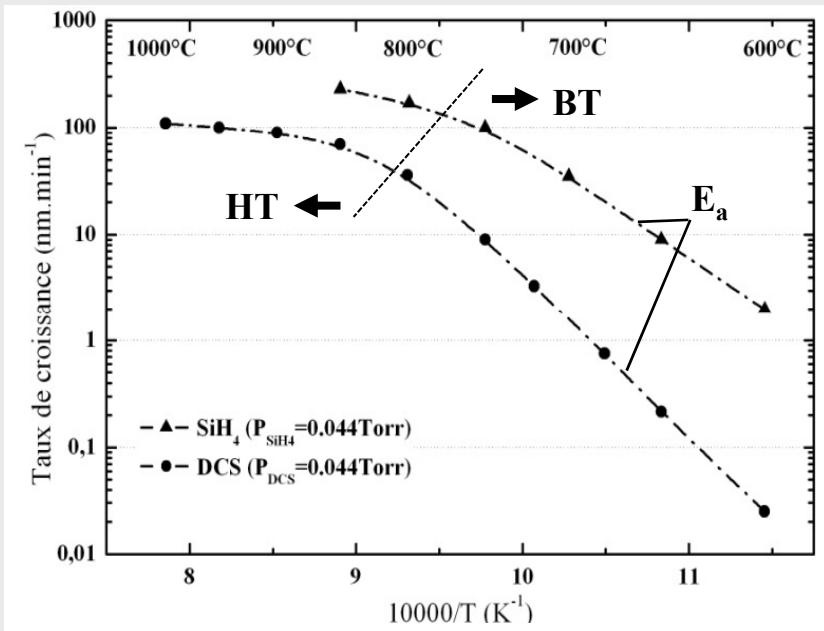


# Plan

- Contexte
- Résultats cinétiques
  - Généralités
  - L'épitaxie du silicium
  - L'épitaxie de l'alliage  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$
  - Les effets de charge lors de l'épitaxie sélective
  - La gravure du silicium
- Résultats morphologiques
- Applications technologiques
- Conclusion

# Généralités

- 2 régimes de croissance :  $GR=Growth\ Rate$ 
  - HT** : Transfert de matière dans la phase gazeuse
  - BT** : Réactions chimiques à la surface du film
- Mécanismes limitant mis en jeu :
  - **Diffusion** en phase gazeuse des réactifs - (HT)
  - **Adsorption** des espèces réactives - (HT/BT)
  - **Décomposition** des radicaux - (BT)
  - **Désorption** des produits volatils - (BT)



Présentation des modèles de croissance pour :

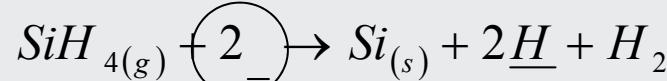
- Deux matériaux → Si et Si<sub>0.8</sub>Ge<sub>0.2</sub>
- Deux types de chimies → Hydrure (SiH<sub>4</sub>) et chlorée (SiH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> - DCS)
- Deux types de procédés → Non sélectif et sélectif

# Epitaxie du silicium

- Régime BT :

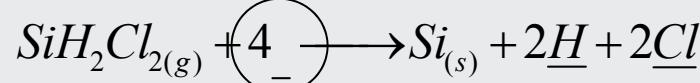
- Peu d'effet de  $P_i$  sur GR

- Chimie hydrure ( $\text{SiH}_4$ ) :



GR → désorption de  $\text{H}_2$

- Chimie chlorée (DCS) :



GR → désorption de  $\text{H}_2$ ,  $\text{HCl}$  et  $\text{SiCl}_2$

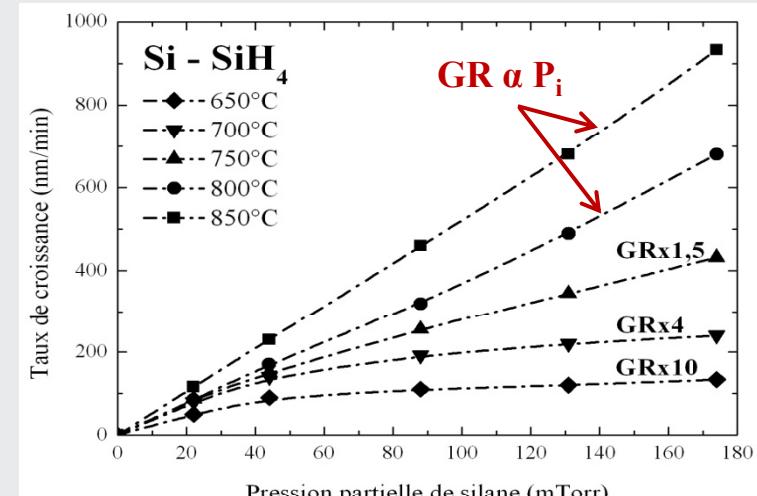
- Régime HT :

- **GR  $\alpha P_i$  - diffusion dans le gaz ( $D$ )**

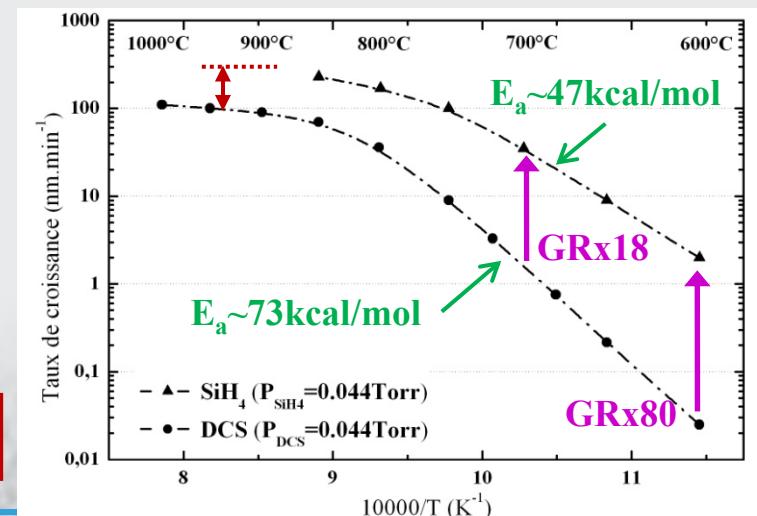
- $D \propto M^{-0.5}$  (Loi de Graham)

- $M_{\text{DCS}} > M_{\text{SiH}_4} \rightarrow \text{GR}_{\text{DCS}} < \text{GR}_{\text{SiH}_4}$

Silane : chimie plus simple et plus rapide



Effet de  $P_{\text{SiH}_4}$  sur le GR de Si{001}



Arrhenius du taux de croissance de Si (001) pour 2 types de chimie lors de dépôts non-sélectifs

# Epitaxie du SiGe

- Incorporation du Ge



- $\text{GR}_{\text{SiGe}} > \text{GR}_{\text{Si}}$  @ BT

Ge → catalyseur

Ge ↑ désorption  $H_2$  (HCl et  $\text{SiCl}_2$ )

- $\text{GR}_{\text{SiGe}} < \text{GR}_{\text{Si}}$  @ HT

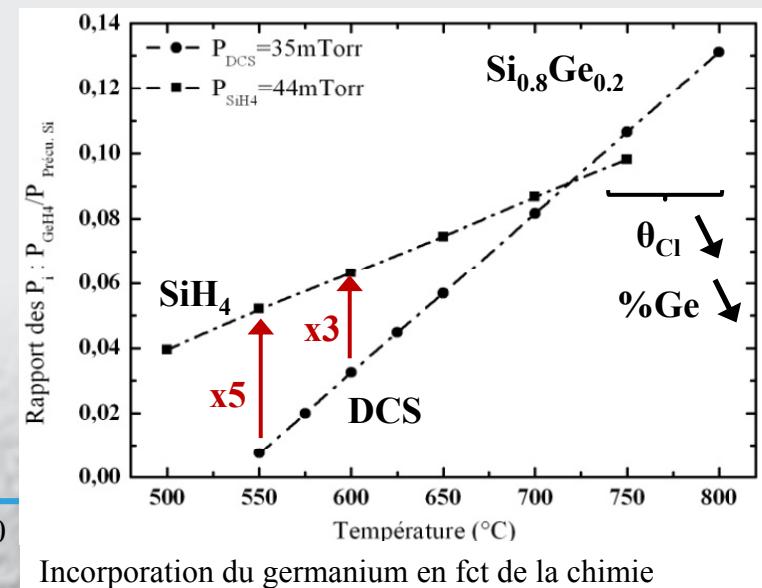
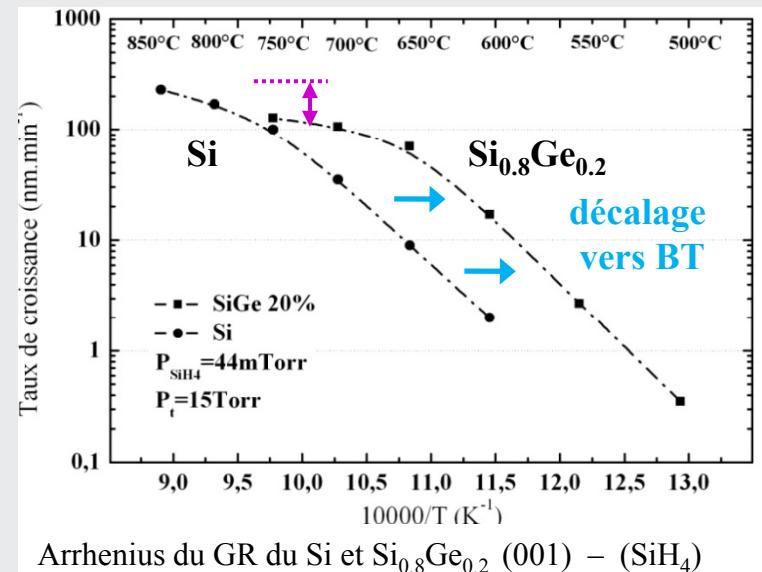
$\sigma_{\text{GeH}_4}$  et  $\sigma_{\text{SiH}_4}$  plus faible sur  $\text{SiGe}_{(s)}$  que sur  $\text{Si}_{(s)}$

- Incorporation du Ge ↓ quand T ↑ ( $\theta_{\text{surf}}$  ↓)

- $\text{Cl}_{\text{ad}}$  ↑ incorporation du Ge

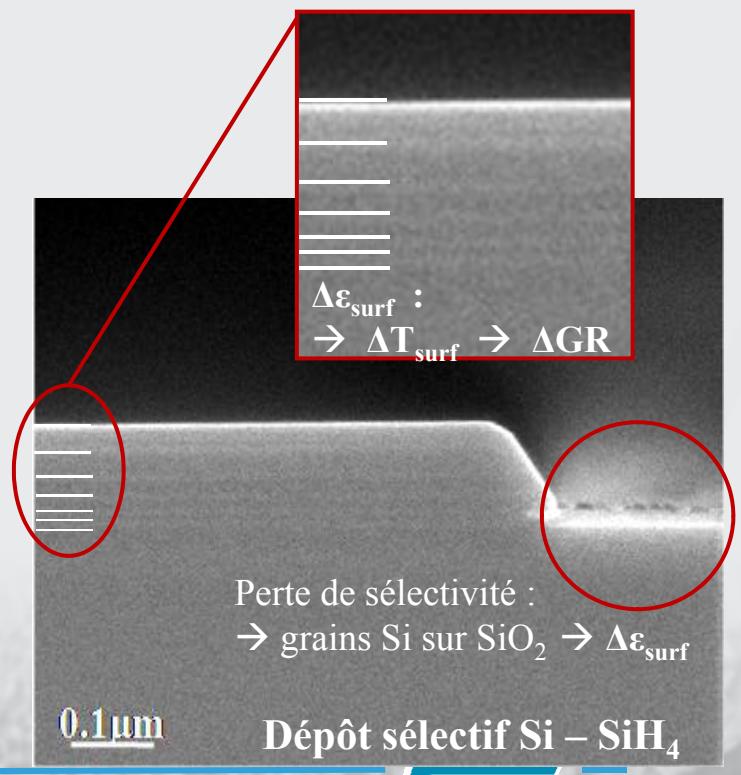
$E_{d\text{Cl}}$  plus faible sur  $\text{Ge}_{(s)}$  que sur  $\text{Si}_{(s)}$

**DCS : meilleure incorporation du Ge**



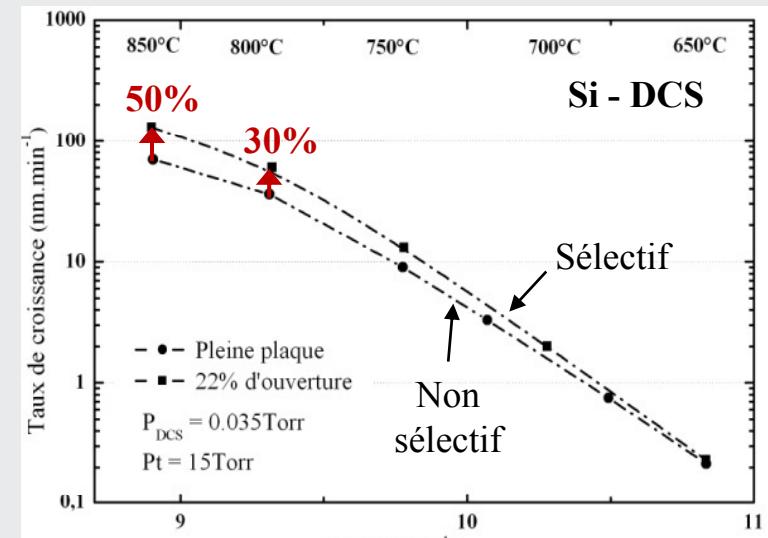
## Epitaxie sélective: les effets de charge (1/2)

- Epi sélective → Effets de charge : **caractéristiques dépôt =  $f(\text{Surf.Epi} / \text{Surf.totale})$**
- Variations de l'**épaisseur** des dépôts (Si, SiGe) et **%Ge**
- 2 contributions : thermique & chimique
- Contribution thermique :
  - Chauffage par radiation (lampes halogènes)
  - Contrôle de  $T_{\text{dep}}$  : mesure de  **$\epsilon_{\text{Si}}$  face arrière**
  - Variation de la nature de la surface au cours du dépôt :
    - $\Delta\epsilon_{\text{surf}} \rightarrow \Delta T_{\text{surf}} \rightarrow \Delta \text{GR}$
  - Exemple :
    - Dépôt sélectif multicouches Si – SiH<sub>4</sub>
    - Chimie identique pour chaque film
    - $\Delta\epsilon_{\text{surf}} \rightarrow \Delta T_{\text{surf}} \rightarrow \text{GR} \uparrow$

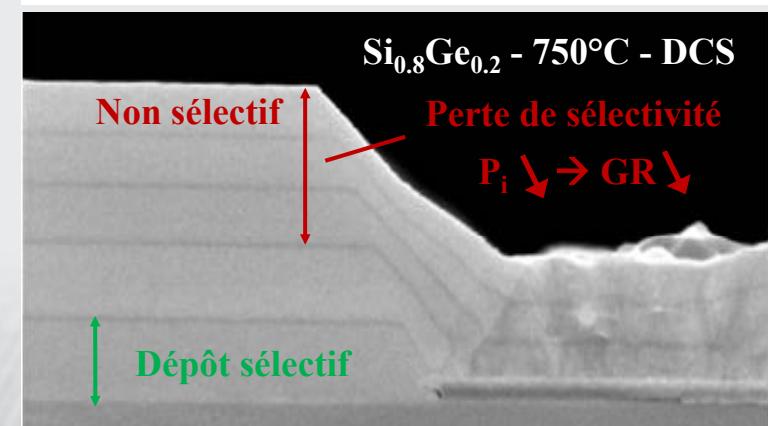


## Epitaxie sélective: les effets de charge (2/2)

- Contribution chimique :
  - Effets augmentent avec élévation de T
  - $P_i$  & diffusion des espèces (phase gazeuse)
- Epitaxie sélective :
  - Masque dur → Variation spatiale de  $[P_i]$
  - ZA : zone de consommation
  - Diffusion latérale des espèces réactives vers ZA
  - $P_i \uparrow \rightarrow GR \uparrow$  (%Ge  $\uparrow$ )
- Illustration :
  - Dépôt multicouches sélectif  $Si_{0.8}Ge_{0.2}$  – DCS
  - Chimie identique pour chaque film
  - Perte de sélectivité → homogénéisation de  $P_i$  à la surface  
→ GR qui diminue



$\Delta GR$  du Si (001) en fonction du type de dépôt – (DCS)

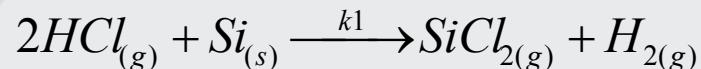


$\Delta GR$  du  $Si_{0.8}Ge_{0.2}$  (001) lors d'une perte de sélectivité

# La gravure du silicium

- Régime basse température :

- Mécanismes de surfaces



- ER → désorption de HCl et SiCl<sub>2</sub>

- HP → θ ↑ → décalage du régime vers HT

- Régime haute température :

- Basse pression (20Torr)

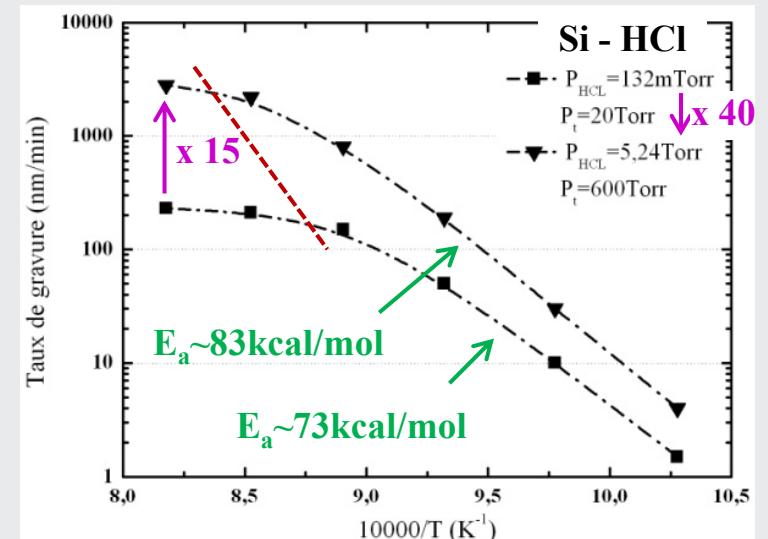
- $ER = K_1 P_{HCl}^2$

- Haute pression (600Torr)

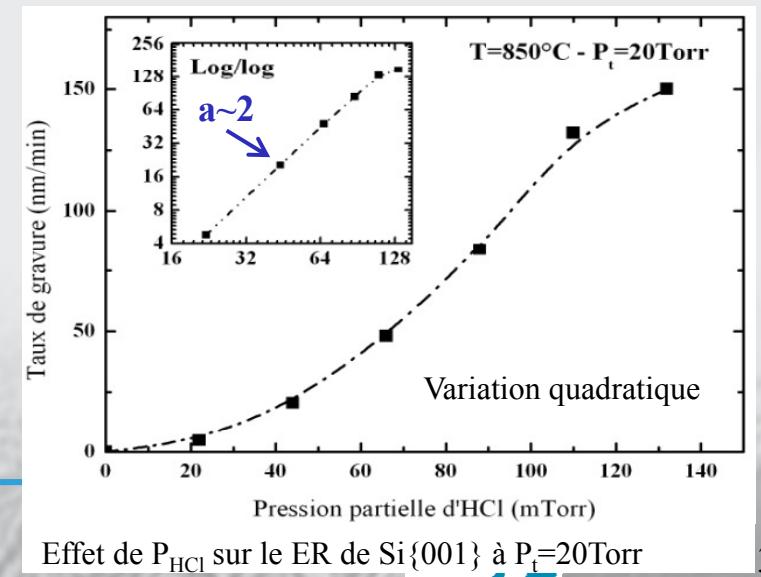
- $P_{HCl} \times 40 \rightarrow ER \times 15$

$$ER = K_2 P_{HCl} \cdot L_{diff}$$

Diffusion de HCl ↓ dans enceinte HCl/H<sub>2</sub>



Arrhenius du ER du Si (001) en fct de P<sub>t</sub> - (HCl)



Effet de P<sub>HCl</sub> sur le ER de Si{001} à P<sub>t</sub>=20Torr

# Plan

- Contexte
- Résultats cinétiques
- Résultats morphologiques
  - Evolution morphologique lors de l'épitaxie  
(non sélective et sélective)
  - Evolution morphologique lors de la gravure sélective  
(horizontale et latérale)
  - Evolution morphologique lors de recuits  
(Si, film SOI et SiGe)
- Applications technologiques
- Conclusion

# Plan

- Contexte
- Résultats cinétiques
- Résultats morphologiques
  - Evolution morphologique lors de l'épitaxie  
(non sélective et sélective)
  - Evolution morphologique lors de la gravure sélective  
(horizontale et latérale)
  - Evolution morphologique lors de recuits  
(Si, SiGe et film SOI)
- Applications technologiques
- Conclusion

# Le facettage en épitaxie

- Comparaison de :
  - Différents **procédés** → non sélectif et sélectif
  - Différents **matériaux** → silicium et alliage  $\text{Si}_{0.8}\text{Ge}_{0.2}$
  - Différents **masques durs** → nitre de silicium et oxyde
  - Différentes **faces cristallines** →  $\{001\}$  - $\{110\}$ - $\{111\}$ - $\{113\}$

Epitaxie non sélective	Epitaxie sélective	
Dépôts multicouches sur pleine plaque 100% Si	Dépôts multicouches sur plaques à motifs <110>	→ Procédés
Chimie hydrure : $\text{SiH}_4(\text{H}_2) \rightarrow \text{Si}$ $\text{SiH}_4 + \text{GeH}_4(\text{H}_2) \rightarrow \text{Si}_{0.8}\text{Ge}_{0.2}$ 2 types de substrats : Profil de surface P1 : $\{001\}$ - $\{110\}$ - $\{001\}$ Profil de surface P2 : $\{001\}$ - $\{111\}$ - $\{113\}$ - $\{001\}$	Chimie chlorée : <b>DCS</b> et $\text{SiH}_4 + \text{HCl}$ Addition $\text{GeH}_4$ pour $\text{Si}_{0.8}\text{Ge}_{0.2}$ 2 types de substrats : Masque dur oxyde ( $\text{SiO}_2$ ) Masque dur nitre de silicium ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ )	<b>→ Matériaux</b> <b>→ Substrats</b>

Procédés identiques pour un matériau donné et un type de substrat

# Epitaxie non sélective : HT vs BT

Dépôt  $\text{Si}_{0.8}\text{Ge}_{0.2}$  sur P2 {001}-{111}-{113}-{001} @ 750°C (HT) et 500°C (BT)

## Haute Température :

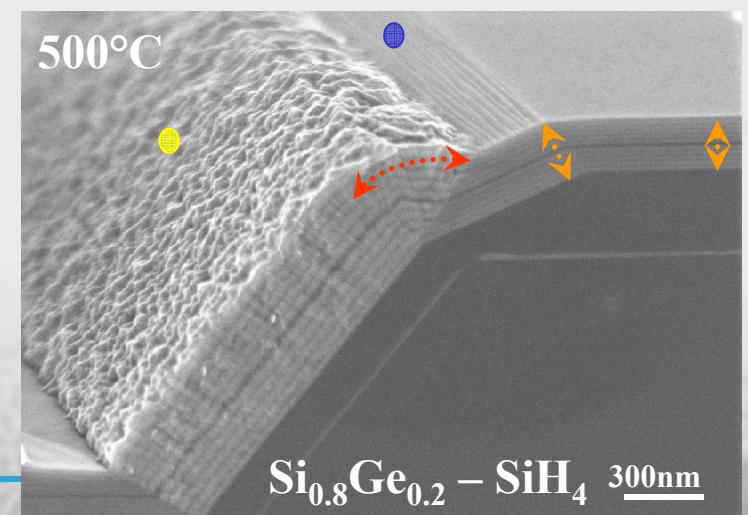
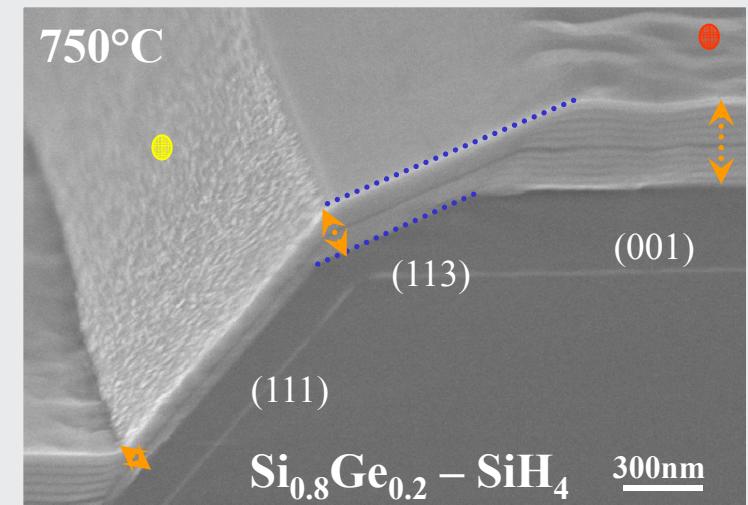
- Epaisseur du film dépend de (hkl)
- Effet S-K sur (001)
- Facette (111) avec des petits **îlots S-K**
- Facette (113) étendue

→ Pas de création de facette

## Basse Température :

- Quasi-polycristal sur (111)
- Croissance quasi isotropique entre (111) & (113)
- Epaisseur (113) > Epaisseur (001)
- Facette (113) présente des **marches (S-K)**

(111) → quasi polycristal @ BT  
 Effet S-K important sur ≠ (hkl)  
 → Morphologie = f(T)



# Epitaxie non sélective : Si vs $\text{Si}_{0.8}\text{Ge}_{0.2}$

Dépôt sur P1 {001}-{110}-{001} →

**Si @ BT & HT ( $\text{SiH}_4$ )**

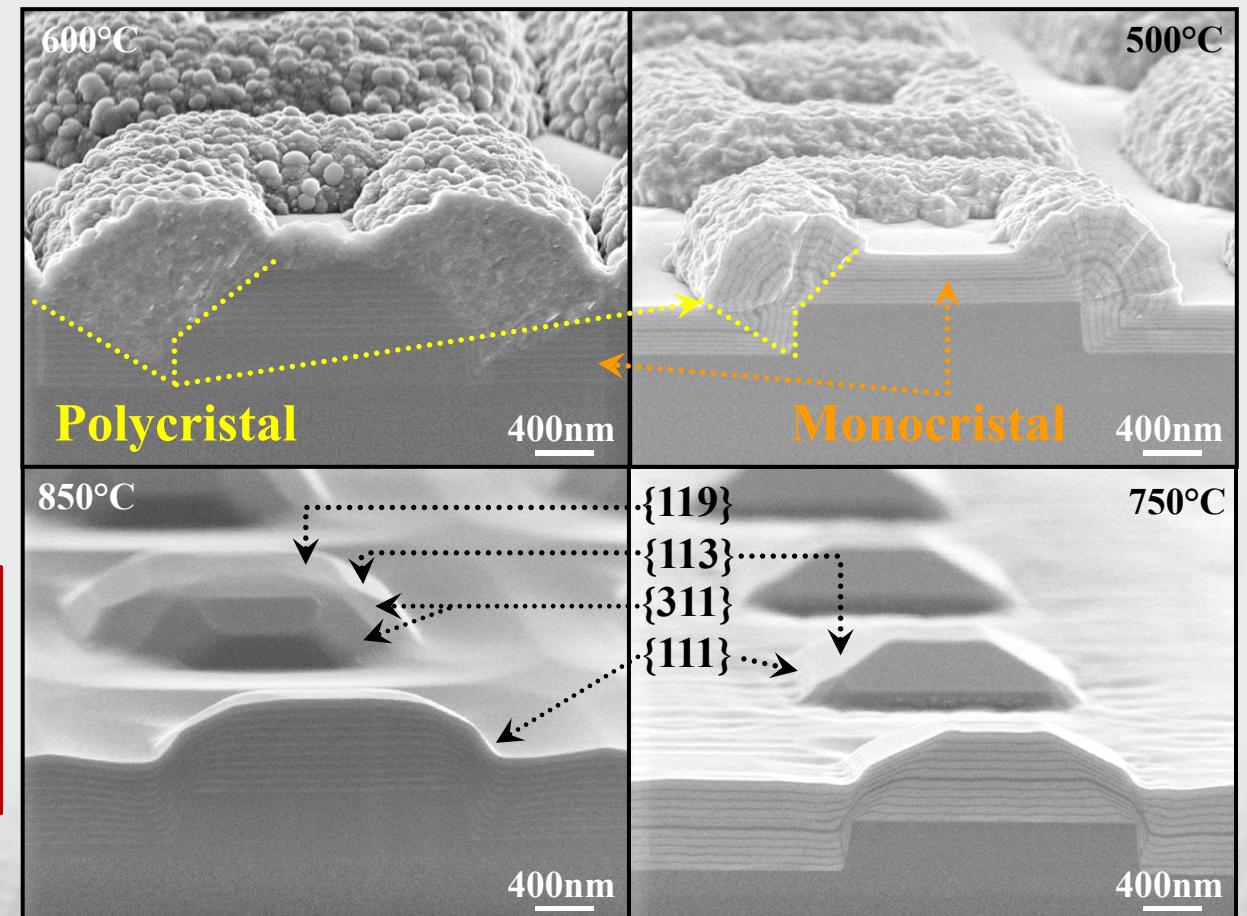
**$\text{Si}_{0.8}\text{Ge}_{0.2}$  @ BT & HT ( $\text{SiH}_4$ )**

## Basse Température :

- Bonne épi. sur (001)
- Quasi polycristal en bord de motif :  
→ GR “isotropique”
- Pas de formation de facette évidente

## Haute Température :

- Création de facettes / surface initiale
- **Si** : morphologie multi-facettée
- **SiGe** : présence marquée de (113)
- Effet S-K sur (001)



# Epitaxie non sélective : cinétiques des plans denses

- HT Si :
  - $\text{GR}_{001} \sim 3.5 \text{GR}_{111}$
  - $\text{GR}_{001} \sim 3.5 \text{GR}_{110}$
  - $\text{GR}_{001} \sim 2.5 \text{GR}_{113}$
  - $\text{GR}_{001} \sim 1.5 \text{GR}_{119}$
- HT  $\text{Si}_{0.8}\text{Ge}_{0.2}$  :
  - $\text{GR}_{001} \sim 5 \text{GR}_{111}$
  - $\text{GR}_{001} \sim 4 \text{GR}_{110}$
  - $\text{GR}_{001} \sim 3 \text{GR}_{113}$
  - Pas de plan (119)

→ HT :  $\text{GR}_{111} < \text{GR}_{110} < \text{GR}_{113} < \text{GR}_{119} < \text{GR}_{001}$

## Graphe interne :

$r_{hkl} = \text{GR}_{hkl}/\text{GR}_{001}$  → Caractérise anisotropie des GR<sub>hkl</sub>

## BT Si :

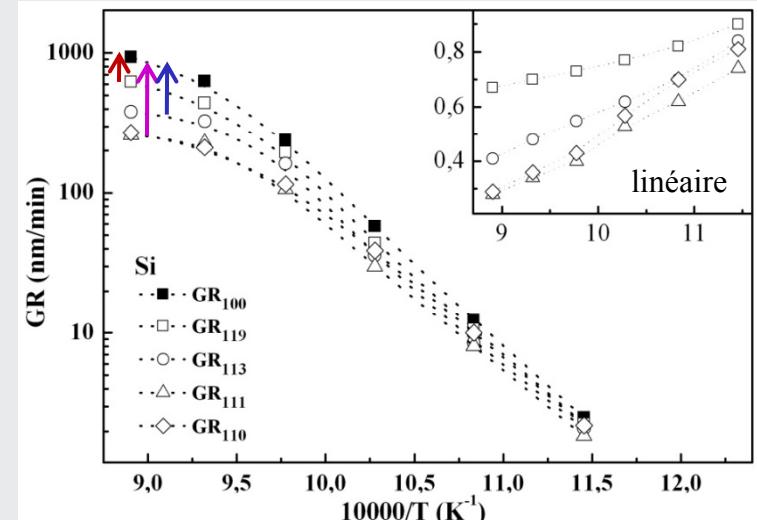
- GR → isotropique

## BT $\text{Si}_{0.8}\text{Ge}_{0.2}$ :

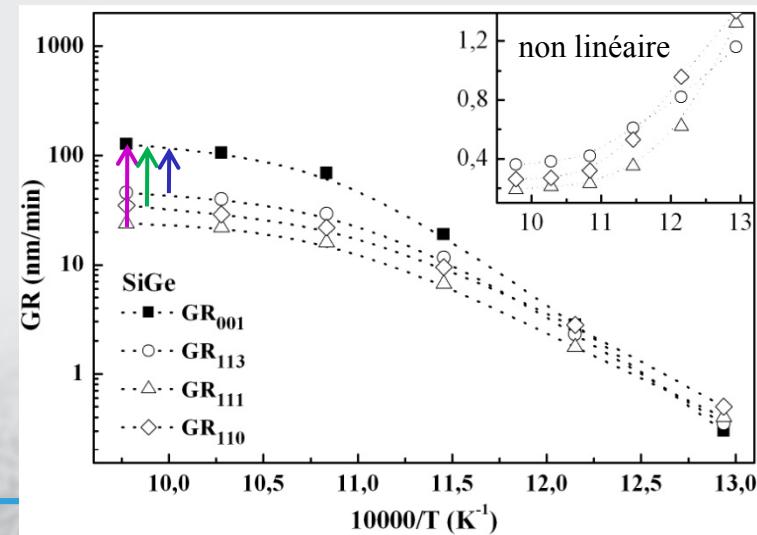
-  $\text{GR}_{111} > \text{GR}_{113} > \text{GR}_{001}$

→ Effet S-K, défauts

→ Anisotropie plus forte pour  $\text{Si}_{0.8}\text{Ge}_{0.2}$



Arrhenius des GR des ≠ plans denses du Si - (SiH<sub>4</sub>)



Arrhenius des GR des ≠ plans denses du SiGe - (SiH<sub>4</sub>)

# Epitaxie non sélective : origine du facettage

- Facettage lors de l'épitaxie :
  - **plans les plus lents visibles**
  - $\Delta$  important entre  $\mathbf{GR}_{hkl}$   
 $r_{hkl} \ll 1 \rightarrow$  création de facettes
- Densité de liaisons  $\neq$  entre les plans  
**→ BT: réaction de surface**
  - 650°C : **bon accord des valeurs**
  - 600°C : **défauts ↗ GR**
- Haute Température : **transport de matière**
  - Cinétique des gaz  $\rightarrow F_i = f(\text{angle solide } \Omega_{hkl})$
  - Diffusion dans la phase gazeuse
- Dépôt SiGe @ 600°C
  - Teneur Ge =  $f(hkl)$
  - Mécanismes d'incorporation  $\neq$  en fct (hkl)

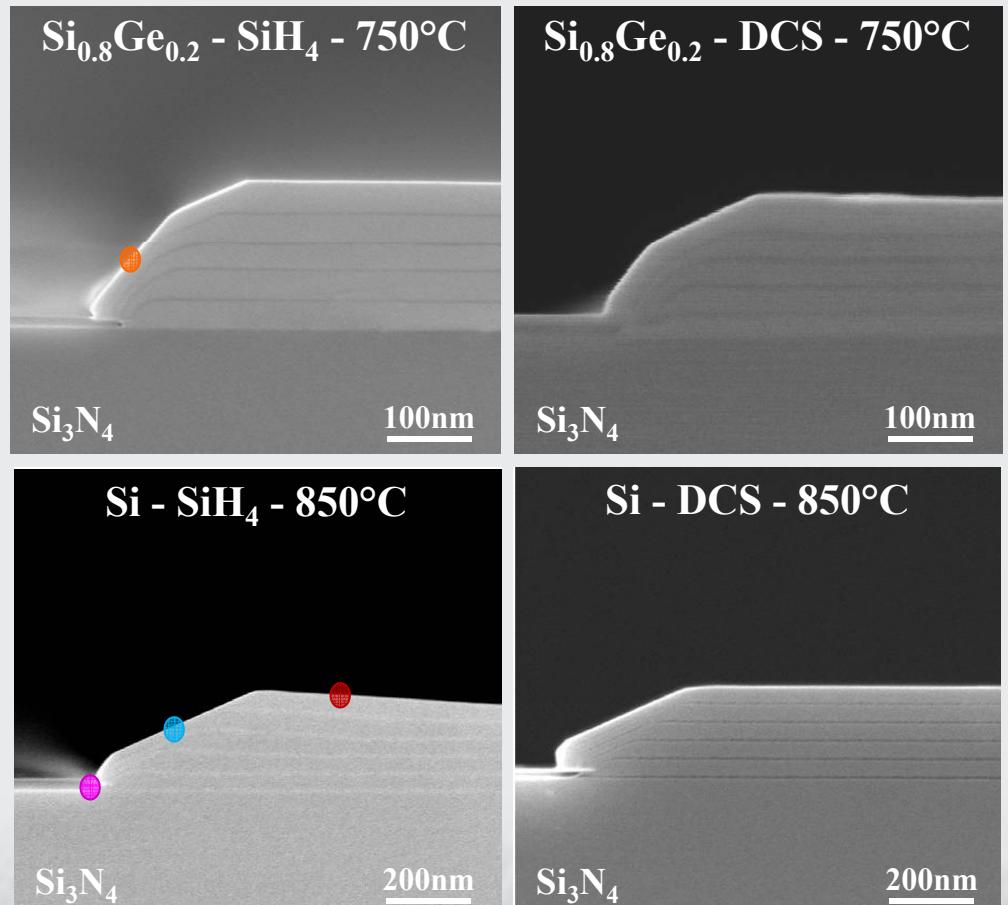
Plan	(001)	(119)	(113)	(111)	(110)
Densité de liaison	$\frac{4}{a_{Si}^2} = A$	$\frac{8}{9}A$	$\frac{4}{3\sqrt{3}}A$	$\frac{1}{\sqrt{3}}A$	$\frac{1}{\sqrt{2}}A$
Densité normalisée	1	<b>~0,89</b>	<b>~0,77</b>	<b>~0,58</b>	<b>~0,71</b>
$r_{hkl}$ (Si 850°C)	1	<b>0,67</b>	<b>0,4</b>	<b>0,28</b>	<b>0,28</b>
$r_{hkl}$ (Si 650°C)	1	<b>0,84</b>	<b>0,73</b>	<b>0,62</b>	<b>0,7</b>
$r_{hkl}$ (Si 600°C)	1	<b>0,89</b>	<b>0,82</b>	<b>0,70</b>	<b>0,78</b>

Plan	001	111	113
%Ge	20	24	22
$r_{hkl}$ %Ge	1	1,2	1,1

# Epitaxie sélective : SiH<sub>4</sub> (HCl) vs DCS

## Dépôt sélectif Si et Si<sub>0.8</sub>Ge<sub>0.2</sub> à travers le masque dur Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> à HT

- Légère différence du facettage :
  - SiGe (SiH<sub>4</sub>) : ● (-111) jonction
  - (111) plus étendue
- Si (SiH<sub>4</sub>) : ● (113) plus étendue
- Pas de Si sur Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>
- S<sub>111</sub> ↑ → GR<sub>113</sub> ↑ & S<sub>113</sub> ↑ → GR<sub>111</sub> ↑
  - SiH<sub>4</sub> → Mécanismes réactionnels simples
  - SiH<sub>4</sub> → L<sub>diffusion gaz</sub> plus élevée  
≠ Flux de Ω<sub>hkl</sub> négligeable
- **Accumulation** sur Si SiH<sub>4</sub> (001) :
  - Diffusion de surface des atomes importante



**SiH<sub>4</sub>** : favorise le **facettage (111)** à HT & **mobilité adatomes** à la surface

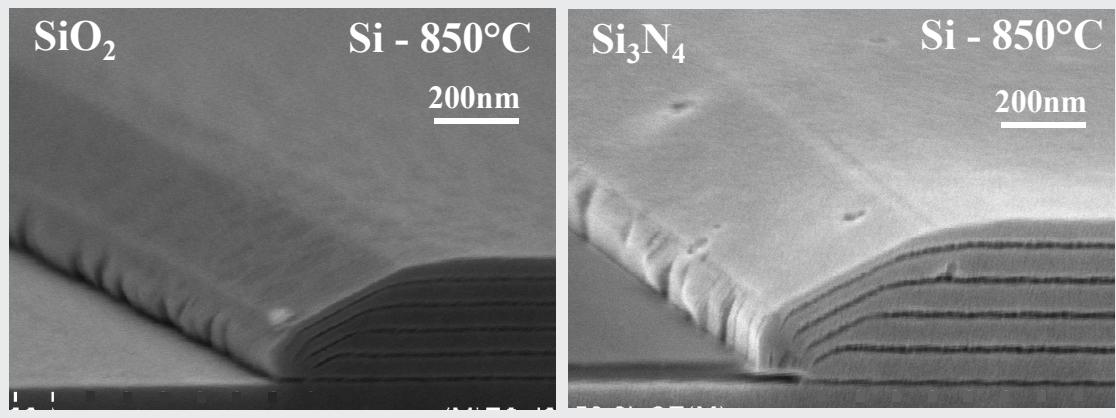
# Epitaxie sélective : $\text{Si}_3\text{N}_4$ vs $\text{SiO}_2$

Dépôts Si et  $\text{Si}_{0.8}\text{Ge}_{0.2}$  sélectifs à travers les 2 types de masques durs et à HT

- Morphologie de la structure sur  $\text{SiO}_2$ :

Si : **(-111)-(111)-(113)-(119)-(001)**

$\text{Si}_{0.8}\text{Ge}_{0.2}$  : **(-111)-(111)-(113)-(001)**

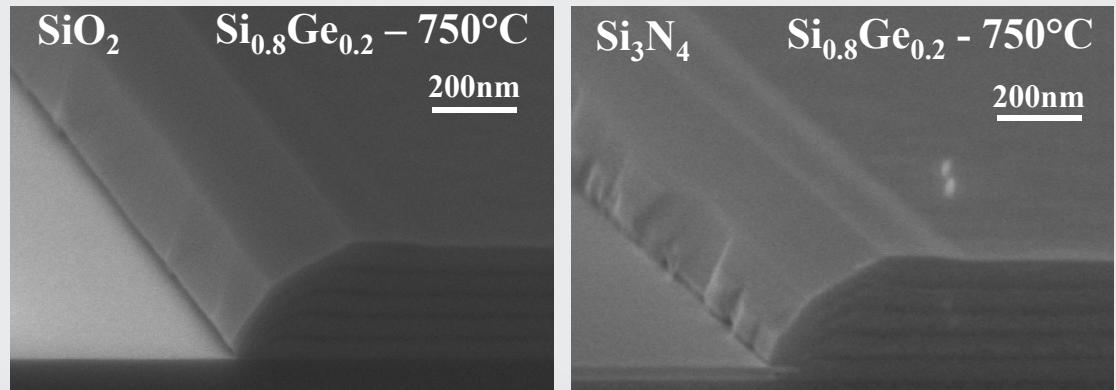


- Morphologie de la structure sur  $\text{Si}_3\text{N}_4$ :

Si : **(hkl)-(111)-(113)-(119)-(001)**

$\text{Si}_{0.8}\text{Ge}_{0.2}$  : **(hkl)-(111)-(113)-(001)**

Plan de jonction indéfini → nombreux défauts



- Différence entre diélectriques :

Plan de jonction

$\text{SiO}_2$  : (-111) ou (111)

$\text{Si}_3\text{N}_4$  : indéfini



**Mouillabilité plus importante pour  $\text{Si}_3\text{N}_4$**

# Epitaxie sélective : cinétiques des plans denses

- Cinétiques sur  $\text{Si}_3\text{N}_4$  5% plus rapides que sur  $\text{SiO}_2$  :  
 $\rightarrow \varepsilon_{\text{Si-Si}3\text{N}_4} \neq \varepsilon_{\text{Si-SiO}_2}$

- DCS :

<u>HT Si :</u>	<u>HT SiGe :</u>	<u>BT Si &amp; SiGe :</u>
- $\text{GR}_{001} \sim 2 \text{GR}_{111}$	- $\text{GR}_{001} \sim 2.5 \text{GR}_{111}$	- $\text{GR}_{001} < \text{GR}_{\text{hkl}}$
- $\text{GR}_{001} \sim 1.5 \text{GR}_{113}$	- $\text{GR}_{001} \sim 2 \text{GR}_{113}$	$\rightarrow$ nombreux défauts

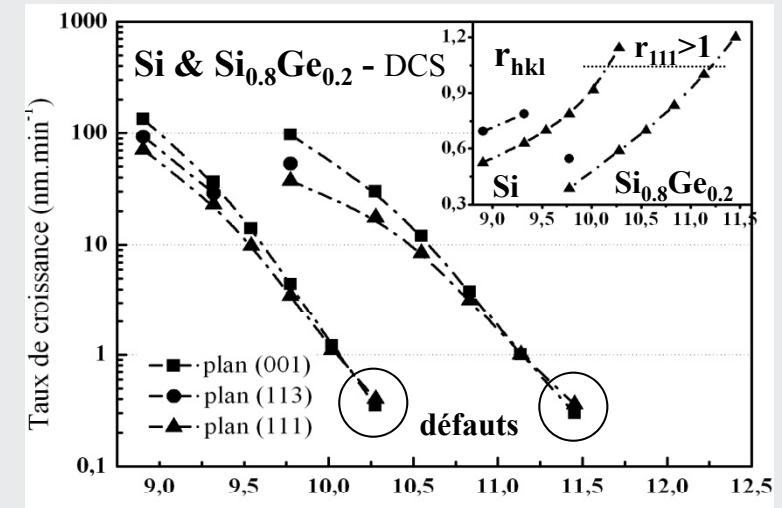
- $\text{SiH}_4 + \text{HCl}$  :

<u>HT Si :</u>	<u>HT SiGe :</u>
- $\text{GR}_{001} \sim 3.2 \text{GR}_{111}$ (3.5 n-sel.)	- $\text{GR}_{001} \sim 4 \text{GR}_{111}$ (5 n-sel.)
- $\text{GR}_{001} \sim 2.2 \text{GR}_{113}$ (2.5 n-sel.)	- $\text{GR}_{001} \sim 3 \text{GR}_{113}$ (3 n-sel.)

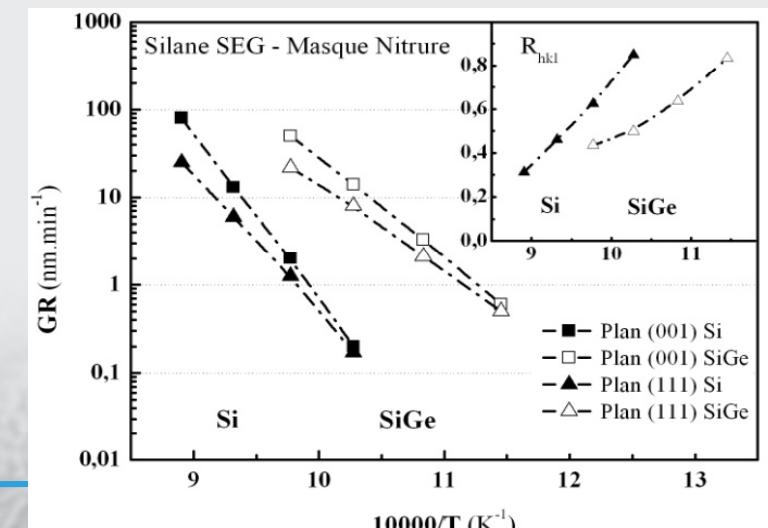
HT  $\rightarrow \text{GR}_{111} < \text{GR}_{113} < \text{GR}_{001}$

**$\text{SiH}_4$  & SiGe  $\rightarrow$  Anisotropie plus marquée**

**$\text{SiH}_4$   $\rightarrow$  moins de défauts @ BT**



Arrhenius des GR des  $\neq$  plans denses du Si & SiGe



Arrhenius des GR des  $\neq$  plans denses du Si & SiGe

# Plan

- Contexte
- Résultats cinétiques
- Résultats morphologiques
  - Evolution morphologique lors de l'épitaxie  
(non sélective et sélective)
  - Evolution morphologique lors de la gravure sélective  
(horizontale et latérale)
  - Evolution morphologique lors de recuits  
(Si, film SOI et SiGe)
- Applications technologiques
- Conclusion

# Gravure horizontale : effet de la pression partielle

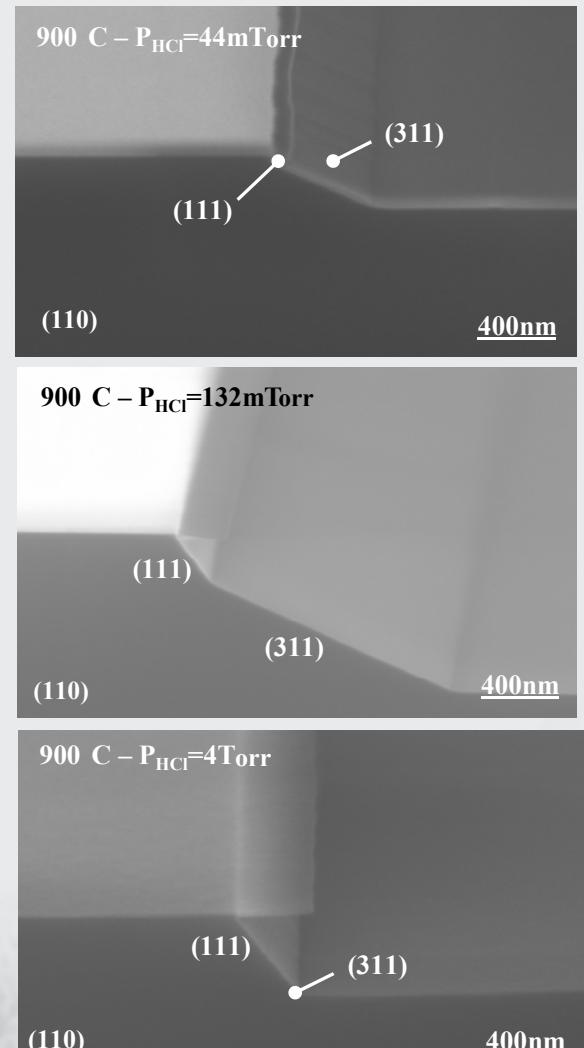
- Gravure **sélective** à travers masque dur  $\text{SiO}_2$  aux motifs <110>
- Procédé à **20Torr** et **900°C** →  $L_{\text{dif.gaz}}$  élevée
  - Effets de charge minimisés
  - Rugosité minimisée  
(minimisation de la sursaturation locale de  $[\text{HCl}]$ )
- Morphologie :
  - 3 plans denses **(001)**, **(311)**, **(111)**
  - **(111)** proximité de l'**oxyde**
  - **Facettes (111) & (113) = f( $P_{\text{HCl}}$ )**

$P_{\text{HCl}}$  augmente → facette (111) s'étend  
 → cinétiques de gravure augmentent  
**Facettage affecté par cinétiques**

**(311)  
domine**

$P_{\text{HCl}}$  augmente

**(111)  
domine**



Effet de  $P_{\text{HCl}}$  sur le facettage à 900°C

# Gravure horizontale : Effet de la pression totale

$P_{i\text{HCl}}$ (Torr)	$P_t$ (Torr)	$P_t/P_i$	$d = \text{dist.lat/prof.}$
4	20	0,2	3,5
18	60	0,3	1,57
76	250	0,3	1,23
360	600	0,6	0,66

$P_{\text{HCl}}=4\text{Torr}$  &  $P_t=20\text{Torr}$  :

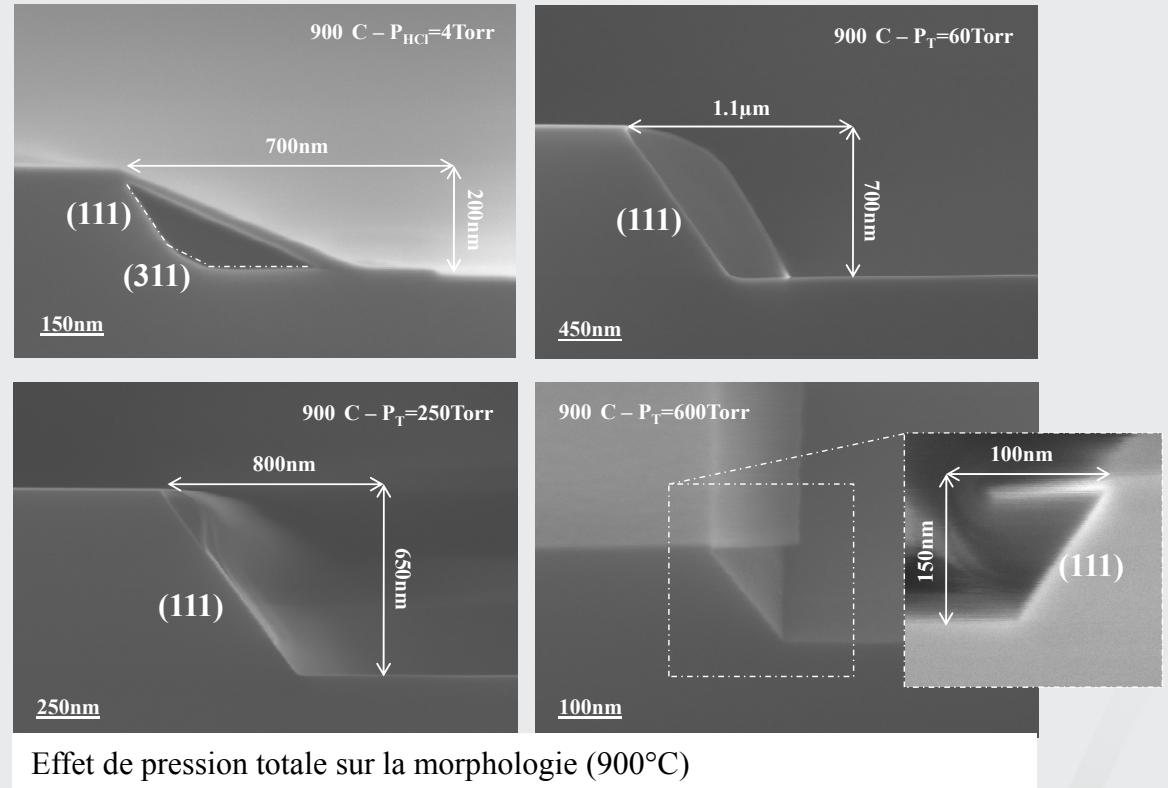
Anisotropie remarquable  $\rightarrow \text{ER}_{001} \ll \text{ER}_{111}$

Epi Si HT DCS  $\rightarrow r_{111} \sim 0.5$  &  $r_{311} \sim 0.7$

$P_t$  augmente  $\rightarrow$  distance latérale diminue

$P_t$  et  $P_{\text{HCl}}$  augmentent :

$\rightarrow$  diffusion dans enceinte ( $\text{H}_2/\text{HCl}$ ) plus difficile

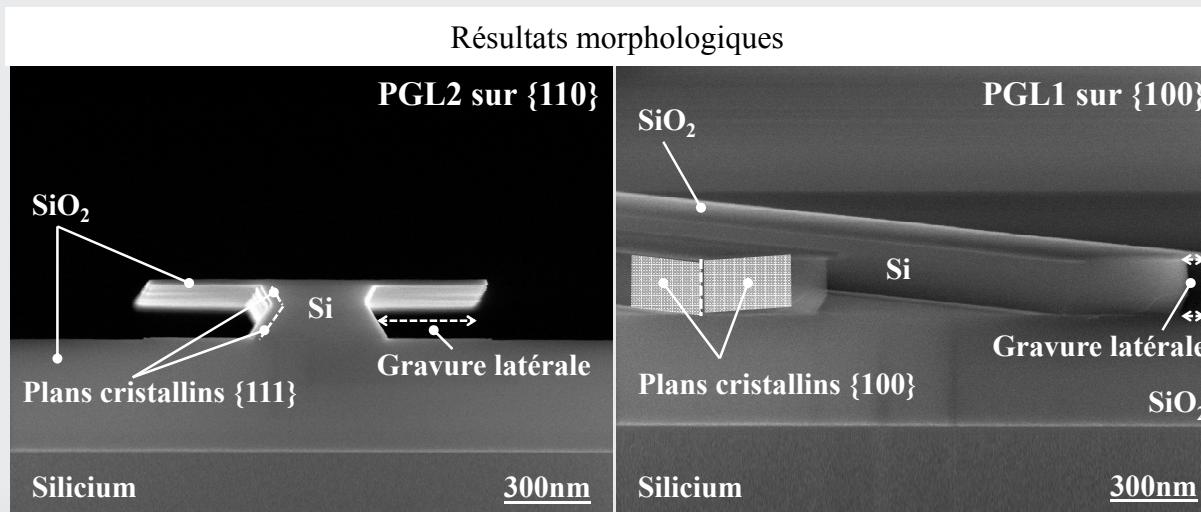
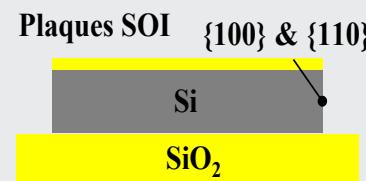


Effet de pression totale sur la morphologie (900°C)

$P_t$  augmente  $\rightarrow L_{\text{dif.gaz}}$  diminue  
Distance latérale gravée diminue

# Gravure latérale

- Gravure Si entre 2 films d'oxydes : 2 procédés
- Deux orientations :
  - Motif <110> → (110)
  - Motif <100> → (100)



Motif <110> → Pas de plans (110), facettage (111)  
 Motif <100> → Pas de facettage, (100) conservé

- PGL1 :  $P_t = 600 \text{ Torr} / P_{\text{HCl}} = 360 \text{ Torr} / 700^\circ\text{C}$
- PGL2 :  $P_t = 20 \text{ Torr} / P_{\text{HCl}} = 117 \text{ mTorr} / 800^\circ\text{C}$

Résultats cinétiques

PGL1		
ER <sub>(001)</sub> (nm.min <sup>-1</sup> )	ER <sub>{100}</sub> (nm.min <sup>-1</sup> )	ER <sub>{110}</sub> (nm.min <sup>-1</sup> )
4	3,2	12

$\times 3.8 \rightarrow$

PGL2		
ER <sub>(001)</sub> (nm.min <sup>-1</sup> )	ER <sub>{100}</sub> (nm.min <sup>-1</sup> )	ER <sub>{110}</sub> (nm.min <sup>-1</sup> )
19	15,5	45

$\times 2.9 \rightarrow$

Densité de liaisons : DL  
 $DL(110) = 1/\sqrt{2} DL(100)$   
 Autre explication :  
 $ER = f(\text{liaisons entre plans})$

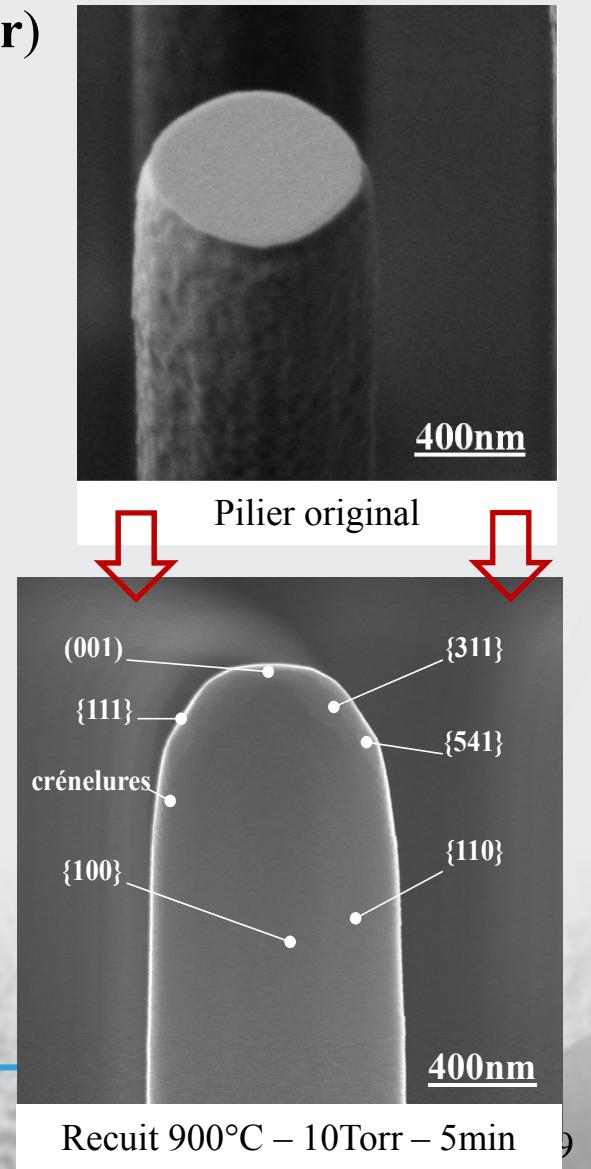
# Plan

- Contexte
- Résultats cinétiques
- Résultats morphologiques
  - Evolution morphologique lors de l'épitaxie  
(non sélective et sélective)
  - Evolution morphologique lors de la gravure sélective  
(horizontale et latérale)
  - Evolution morphologique lors de recuits  
(Si, film SOI et SiGe)
- Applications technologiques
- Conclusion

# Recuit du silicium

- Recuit haute température sous  $H_2$  et basse pression ( $P_T < 100 \text{ Torr}$ )
- Différents objets cristallins :
  - Nature (Si & SiGe)
  - Géométrie (pilier, puits, films...)
  - Dimension (10nm à 1μm)
- Transformations morphologiques
  - Augmentation rayon de courbure (R)
  - Apparition de plans (hkl)
    - Pas de dominance d'un plan particulier
  - $S_{hkl}$  relativement homogène

Application d'un recuit → évolution morphologique



# Mécanismes physiques

- Energie thermique :  
Evolution d'un **état instable** vers un état **plus stable** avec une cinétique significative
- Evolution → Transformation morphologique  
→ Déplacement de matière  
→ Diffusion de surface  $j$  et vitesse de transformation  $v$

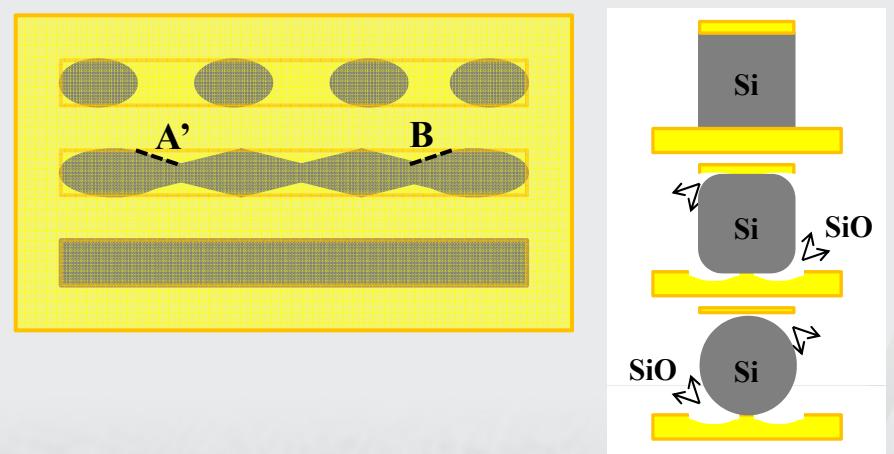
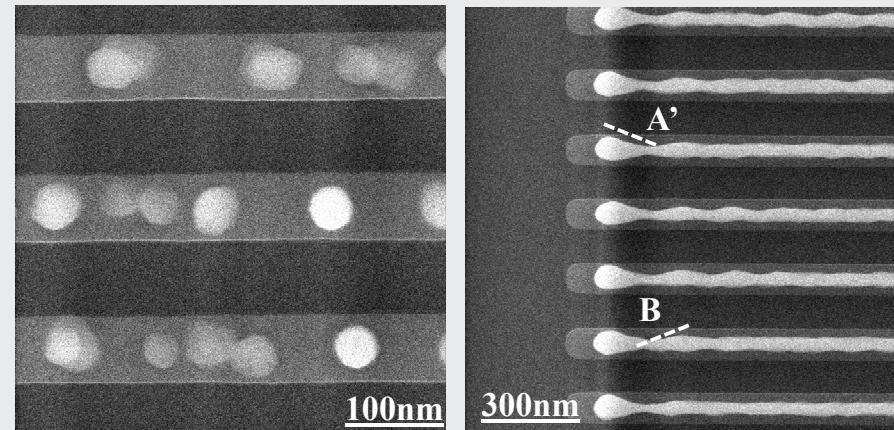
$$j = - \left( \frac{D_S \gamma \Omega X_S}{k_B T} \right) \frac{\partial K}{\partial s} \quad (\text{Mullins}) \quad \rightarrow \quad v = - \frac{\partial j}{\partial s} = \frac{D_S \gamma \Omega^2 X_S}{k_B T} \frac{\partial^2 K}{\partial s^2} \quad (\text{Mullins})$$

- Diffusion : élévation locale de  $\mathbf{R}$  ( $R=1/K$ )
- Atomes : surfaces **convexes** vers les surfaces **concaves**
- Vitesse de transformation ↗ avec la ↓ des dimensions

**Dispositifs avancés de plus en plus sensibles**

## Recuit SOI

- Recuit 950°C pdt 5min
- Pour 1 budget thermique donné :  
Evolution  $\neq$  en fct de la largeur
- Films fins :  $\gamma = \text{tension de surface}$ 
  - Formation d'objets **sphériques**
  - Etats finaux  $\rightarrow$  caractérisation de  $\gamma$   
 $\rightarrow$  Anisotropie de  $\gamma$  plutôt **faible**
- Films épais :  $D = \text{coefficient de diffusion}$ 
  - Etats transitoires  $\rightarrow$  caractérisation de  $D$
  - A' et B symétriques par rapport à <110>
  - Directions préférentielles de diffusion  
 $\rightarrow$  Anisotropie de  $D$  plutôt **forte**



Diffusion anisotrope  $\rightarrow$  forme d'équilibre isotropique

# Plan

---

- Contexte
- Résultats cinétiques
- Résultats morphologiques
- Applications technologiques
  - Procédé Empty Space under Silicon (ESS)
  - Réalisation d'un canal Si pour le transistor FinFET
  - Réalisation d'un canal SiGe pour les dispositifs avancés
- Conclusion

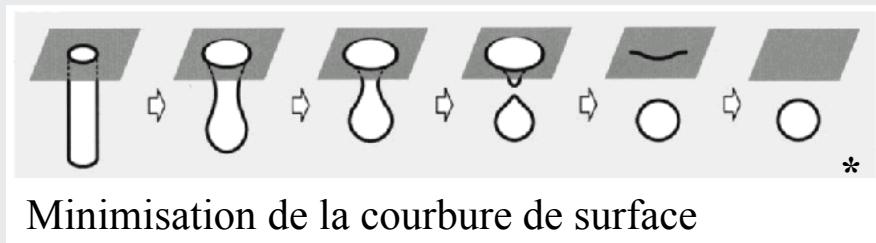
# Plan

---

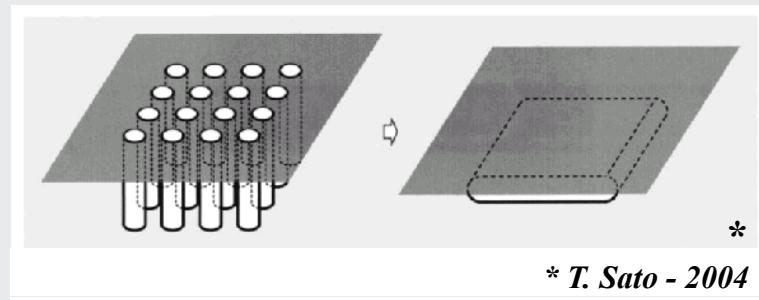
- Contexte
- Résultats cinétiques
- Résultats morphologiques
- Applications technologiques
  - Procédé Empty Space under Silicon (ESS)
  - Réalisation d'un canal Si pour le transistor FinFET
  - Réalisation d'un canal SiGe pour les dispositifs avancés
- Conclusion

## Procédé Empty Space under Silicon (1/2)

- Recuit HT sans gaz réactifs : Diffusion de surface → transport de matière dominant
- Recuit d'un puits → cavité sphérique enterrée

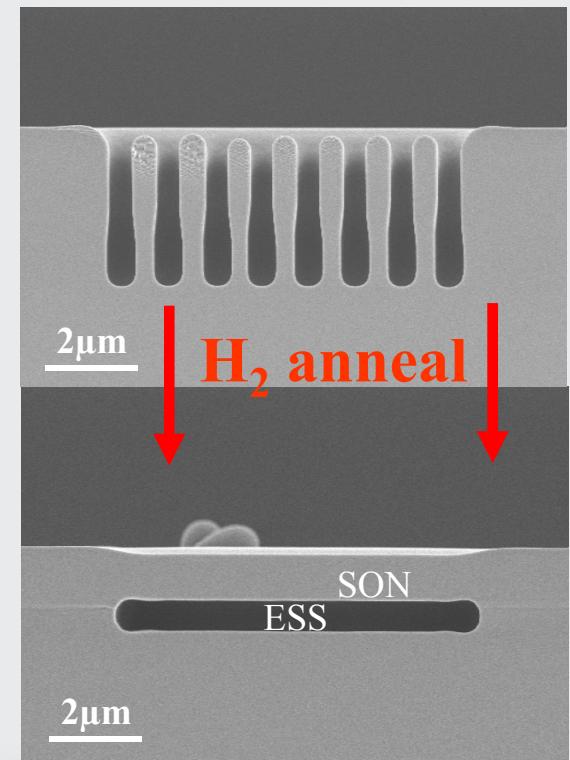


- Recuit d'une matrice de puits → cavité (ESS)



Paramètres :

- Diamètre
- Profondeur
- Espacement  
(réseau de puits)



Transformation augmente quand :

- $P_{H_2}$  diminue
- Dimensions diminuent
- T augmente

**Applications → Guide d'onde / SOI localisé**

# Plan

---

- Contexte
- Résultats cinétiques
- Résultats morphologiques
- Applications technologiques
  - Procédé Empty Space under Silicon (ESS)
  - Réalisation d'un canal Si pour le transistor FinFET
  - Réalisation d'un canal SiGe pour les dispositifs avancés
- Conclusion

# Canal Si pour le transistor Fin-FET (1/3)

- Objectif : réalisation canal Si par épitaxie
  - Procédés CVD optimisés pour **dépôts films minces**
  - Gravure sélective Si/SiO<sub>2</sub> & SiGe/Si
  - Enchainement procédés** dans même réacteur :
    - Minimise les étapes de nettoyages
    - Minimise l'exposition de la plaque à l'air
- Mode opératoire :

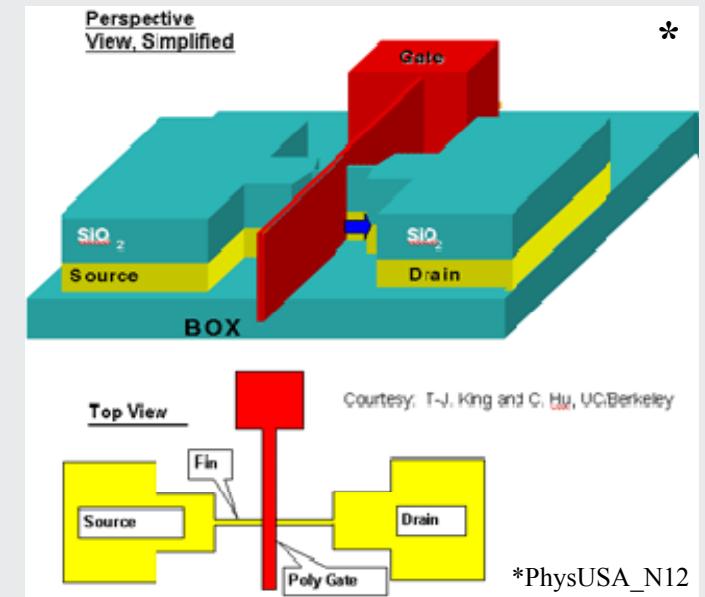


- Epaisseur SOI = 100-150nm
- Canal Si 20nm de largeur
- Film sacrificiel SiGe : 20nm à 25%
- (Bonne sélectivité lors de la gravure/Si )



Procédés de gravure et d'épitaxie @ BT :

- Contrôle des cinétiques avantage
- Minimisation du facettage



# Canal Si pour le transistor Fin-FET (2/3)

Résultats suivant la direction cristallographique <110>

Gravure facettée (111)

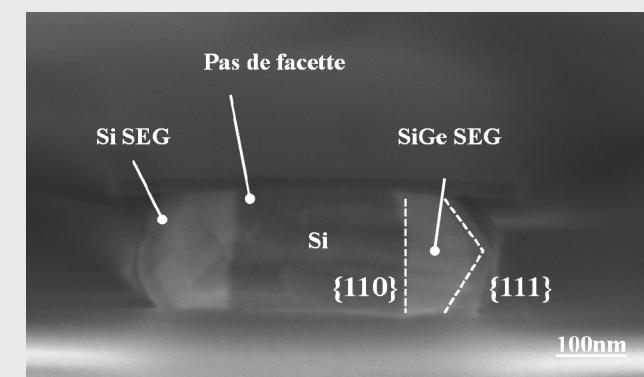
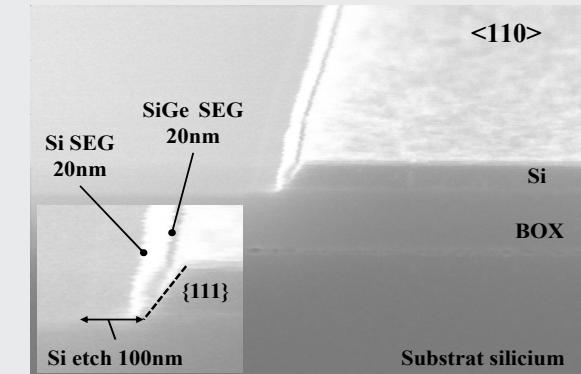
Conservation de la (111) lors de l'empilement  $\text{Si}_{0.75}\text{Ge}_{0.25}/\text{Si}$

Application d'un recuit pour éliminer facettage (111)

Recuit après gravure à 900°C/20Torr/1min

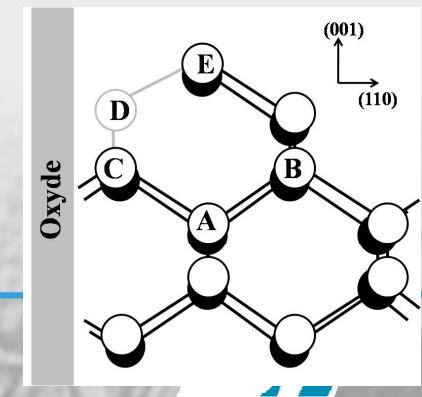
→ Elimine facettage (111) minimisation de  $S.\gamma$

**Facettage (111) lors de l'empilement  $\text{Si}_{0.75}\text{Ge}_{0.25}/\text{Si}$**



Formation de facette (111) en bord d'oxyde

- Atome C → 1 seule liaison avec son voisin (2 liaisons en (001))
- Atomes D et E → atomes additionnels minimisent la configuration (1 seule liaison dans le plan)



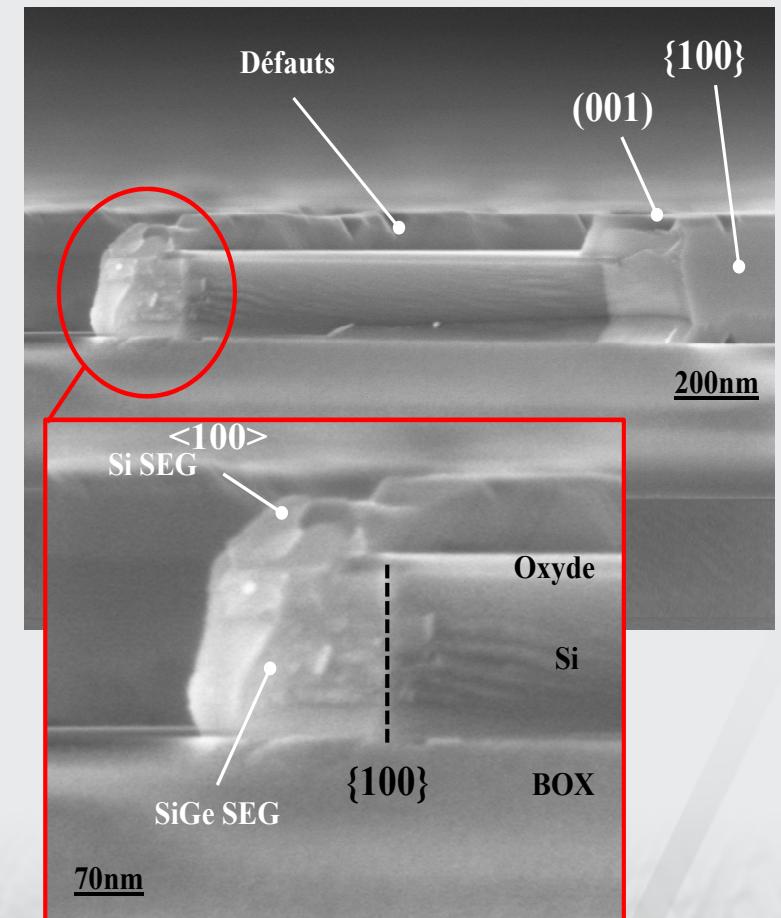
## Canal Si pour le transistor Fin-FET (3/3)

### Résultats suivant la direction cristallographique <100>

- Gravure **non facettée**  
→ **Conservation du plan (100)**
- Empilement Si<sub>0.75</sub>Ge<sub>0.25</sub>/Si  
→ **Conservation du (100)** lors de
- Cinétiques de gravures plus faibles qu'en <110>
- Cinétiques de dépôts plus élevées qu'en <110>

Motifs <110> → facettage (111)

Motifs <100> → pas de facettage



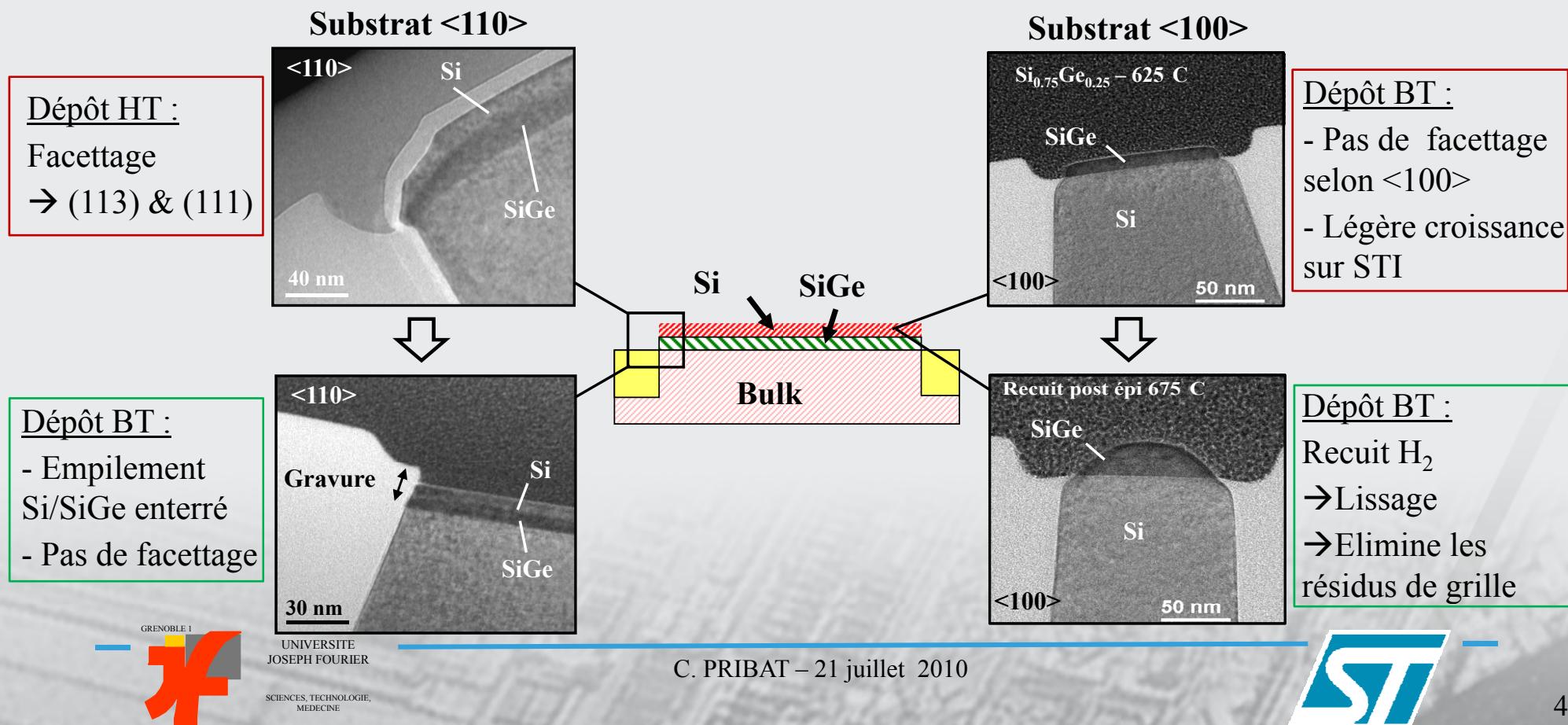
# Plan

---

- Contexte
- Résultats cinétiques
- Résultats morphologiques
- Applications technologiques
  - Procédé Empty Space under Silicon (ESS)
  - Réalisation d'un canal Si pour le transistor FinFET
  - Réalisation d'un canal SiGe pour les dispositifs avancés
- Conclusion

# Canal SiGe pour les dispositifs avancés

- Utilité canal  $\text{Si}_{0.75}\text{Ge}_{0.25}$  :
  - Ajustement  $V_t$  pour CMOS HK-MetalGate (p-MOS)
- Réalisations : Connaissances des procédés CVD → 4 morphologies possibles



# Plan

- Contexte
- Résultats cinétiques
- Résultats morphologiques
- Applications technologiques
- Conclusion

# Conclusion

- Bonne **compréhension** des procédés CVD :
  - Etude **approfondie** des **mécanismes** de croissance :
  - Etude des **mécanismes** de **gravure** sur une **large plage** de **conditions** expérimentales
- **Etude complète du facettage** lors de procédés CVD :
  - **Origine** : différence entre les **cinétiques** des plans denses
  - **Diélectrique** affecte **localement** le facettage
- Etude de l'**évolution morphologique** lors de **recuit** :  
**Description** physique des **phénomènes** observés
- Applications :
  - **Dispositifs avancés** de plus en plus **sensibles** à la **morphologie**
  - **Connaissance** des **mécanismes essentielle** pour la poursuite de la **miniaturisation**
- Perspectives :
  - Canaux **constraints** & dispositifs **orientés**

## Remerciements

Didier Dutartre, Gilbert Vincent, Thierry Baron.

Yves Campidelli, Benoît Vandelle, Nicolas Loubet, Florence Brossard, Julien Bouvier, Hélène Bourdon, Gaël Borot, Laurent Rubaldo, Luc Pinzelli, Denis Pelissier.

Pascal Ribot, Florent Collin, Laurent Cappelo, Frédéric Diette, Patrice Meyer.

Rolland Pantel, Germain Servanton, Nadine Bicaïs.

Mathieu Lemesle, Vincent Mosnier, Isabelle Houver, Emmanuel Oghdayan.

Daniel Bensahel, Olivier Kermarrec, Sébastien Jouan.

Thierry Lapergue, Frédéric Gra, François Agut, Vincent Vachellerie, Eric Vandenbossche, Matthieu Touchet, Laurent Nègre.

Marie Ange Fenix, Michael Mathieu, William Boss

## Annexes

# L'étape d'épitaxie

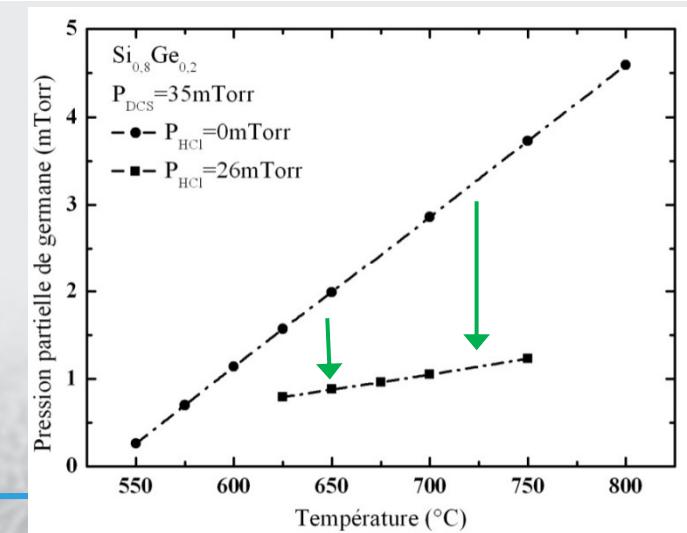
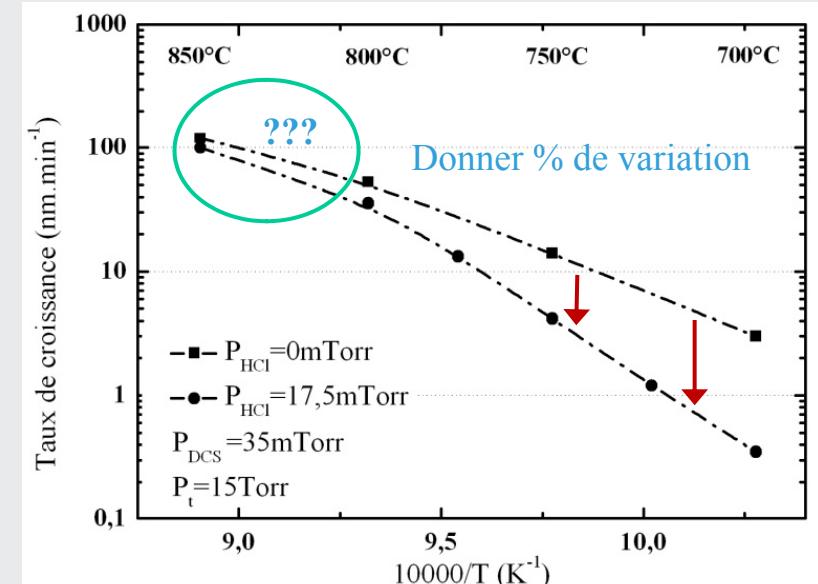
- Préparation de surface
  - Nettoyages chimiques → type **RCA** suivi d'un bain **HF**
  - **Recuit in-situ** (supprime l'oxyde natif et minimise la rugosité)
- Le procédé d'épitaxie (gravure) :
  - Sélectif ou non sélectif
  - Cinétique adaptée
  - Compatibilité du budget thermique
  - Configuration , masque et environnement
  - Sans défauts et sans facettes
- Caractérisations
  - Contrôle des procédés (production)
  - Ellipsométrie / HRP / HR-MEB / XRD / XRF

Pour un type de plaque :

- Choix du nettoyage
- Choix de la chimie
- Choix de la caractérisation

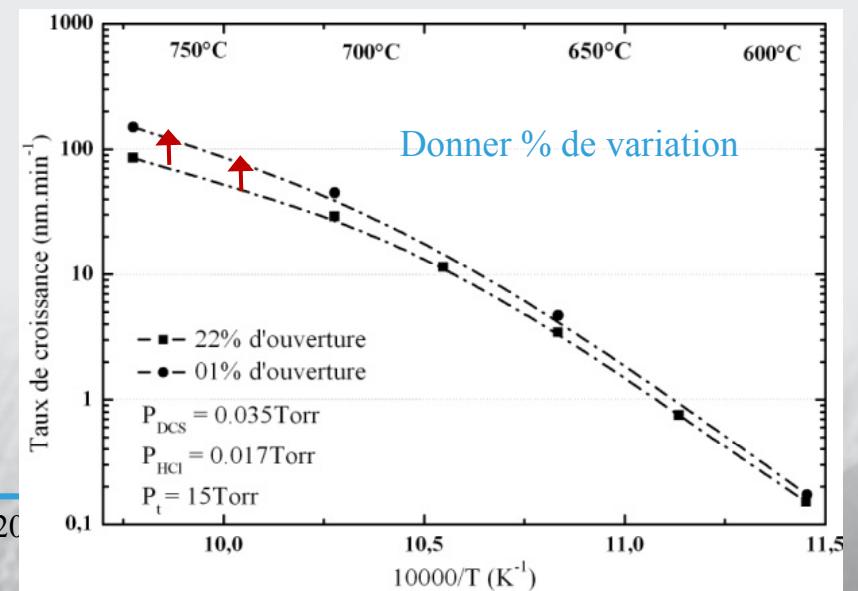
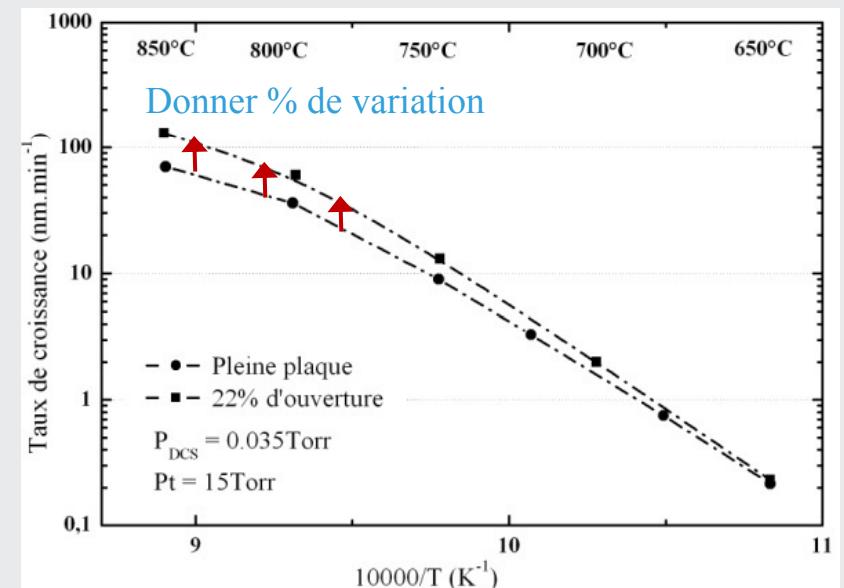
# Introduction de l'HCl dans la phase gazeuse

- ↑ sélectivité ( $\text{SiH}_4$ , DCS) :
  - Gravure de  $\text{Si}_{\text{ad}}$  ( $\text{Ge}_{\text{ad}}$ ) sur diélectrique par HCl
 
$$\text{Si} + 2\text{HCl}_{(g)} \rightarrow \text{SiCl}_{2(g)} + \text{H}_{2(g)}$$
  - ↑  $\theta_{\text{H}}$  et  $\theta_{\text{Cl}}$  sur diélectrique
  - ↑ temps d'incubation
- ↓ TC @ LT
  - $\text{HCl}_{\text{ad}}$  ↑  $\theta_{\text{H}}$  et  $\theta_{\text{Cl}}$
  - Réaction de  $\text{SiCl}_2$  dans la phase gazeuse
 
$$\text{SiCl}_{2(g)} + \text{HCl}_{(g)} \rightarrow \text{SiHCl}_{3(g)}$$
  - $\text{SiHCl}_3$  participe peu à la croissance ( $E_{\text{diss}}$  élevée)
- ↑ %Ge car  $\text{Ge}_{(\text{s})}$  favorise la désorption de Cl
- ↑  $\theta_{\text{Cl}} \rightarrow$  ↑ %Ge



## Epitaxie sélective: les effets de charge (2/2)

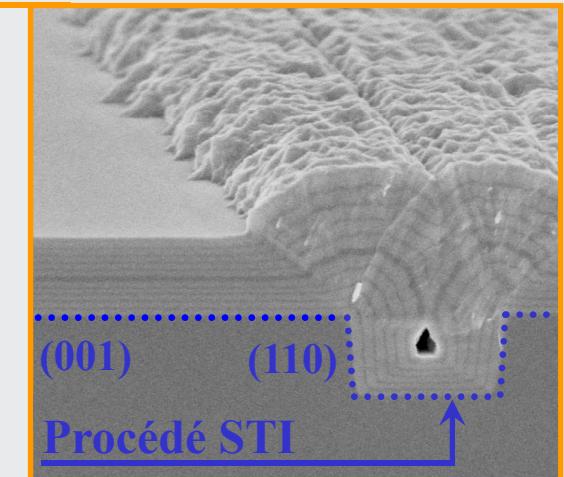
- Contribution chimique : Effets ↑ avec T
  - $P_i$  espèces réactives & diffusion des espèces (gaz)
- Taux d'ouverture important :
  - Variation spatiale de  $[C_i]$
  - Diffusion latérale des espèces réactives vers ZA
  - $P_i \uparrow \rightarrow TC \uparrow (\%Ge \uparrow)$
- Taux d'ouverture faible
  - Surconcentration importante :
    - $[Si], [HCl] \uparrow \rightarrow \theta_{HCl} \uparrow \rightarrow TC_{Si} \downarrow$
  - $L_{diff} \ll$  dimension diélectrique :
    - $P_i \downarrow \rightarrow TC \downarrow$   
Effet remarquable DCS/SiH<sub>4</sub>
  - SiGe :  $L_{diff}$  importante → **TC & %Ge ↑**



# Préparation du profil de surface

- Profil de surface P1 {001}-{110}-{001} :

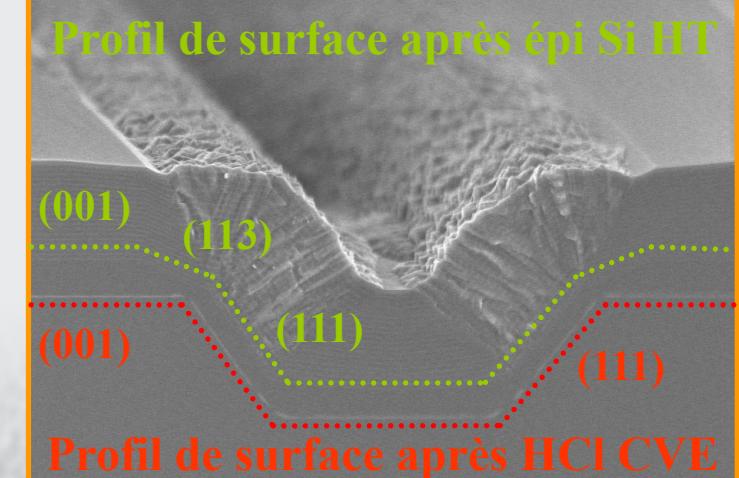
Obtenu par gravure plasma (formation STI)



- Profil de surface P2 {001}-{111}-{113}-{001} :

- **HCl CVE** à travers masque dur  $\text{SiO}_2$
- Nettoyage HF pour retirer masque dur
- Epi marqueur SiGe révélant le profil après gravure
- **Epi Si HT** pour créer plan (113)

Etape	Gravure	Epi HT
Gaz utilisé	<b>HCl</b>	<b>DCS</b>
Temp. ( $^{\circ}\text{C}$ )	<b>900</b>	<b>850</b>
Pression partielle (Torr)	<b>1,92</b>	<b>3,44</b>
Pression du réacteur (Torr)	<b>60</b>	<b>15</b>



# Epitaxie sélective : HT vs BT

Dépôt sélectif Si à travers le masque dur  $\text{Si}_3\text{N}_4$  à  $850^\circ\text{C}$  (HT) et  $750^\circ\text{C}$  (BT)

- Haute Température :

Morpho : (110)-(111)-(113)-(119)-(001)

Forte présence de la facette (113) (400nm)

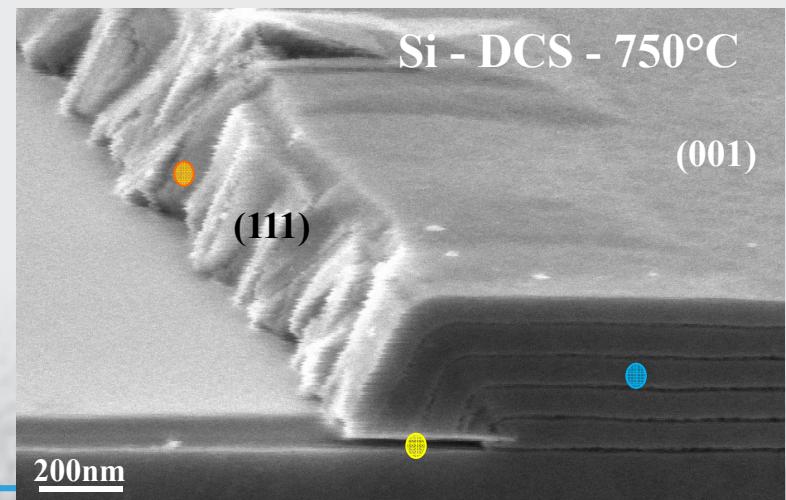
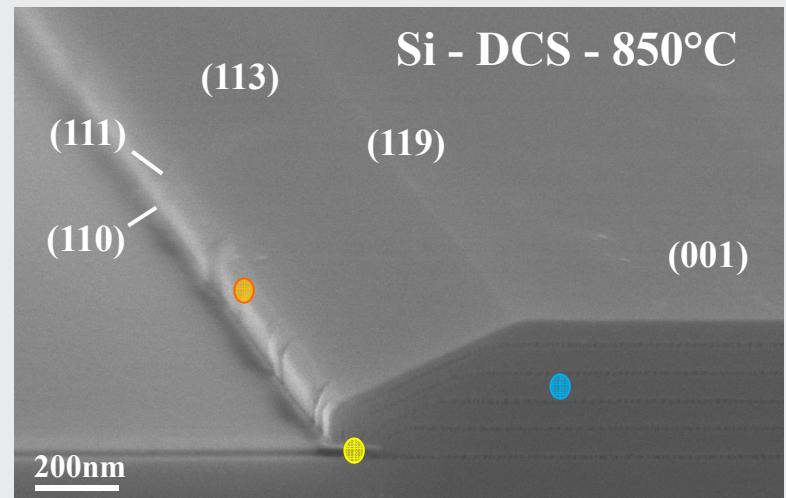
- Faible croissance latérale sur l'oxyde
- Peu de défauts (localisé bord de structure )
- Epaisseur dépend de (hkl)

- Basse Température :

Morpho : (111)-(001)

Pas de facette (113)

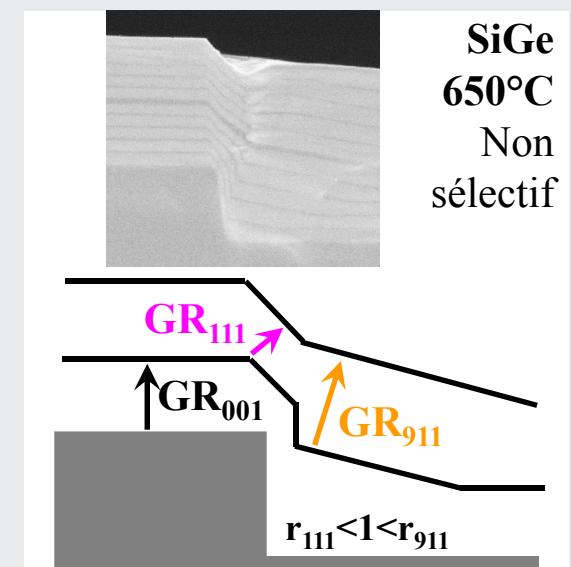
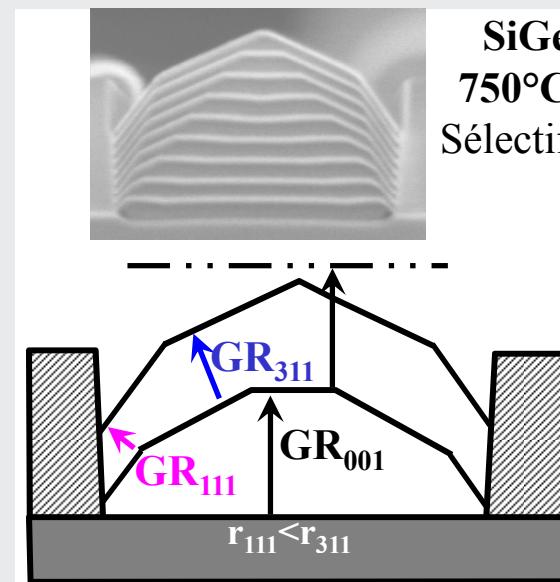
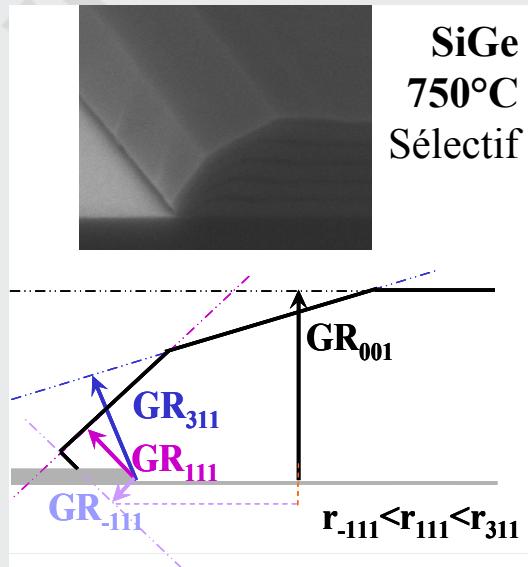
- Croissance latérale sur l'oxyde importante
- Plan (111) de mauvaise qualité
- Epaisseur identique en fct (hkl)



$$\text{Morphologie et qualité} = \mathbf{f}(T)$$

# Les prédictions du facettage

- Etudes cinétiques et morphologiques : prédictions du facettage

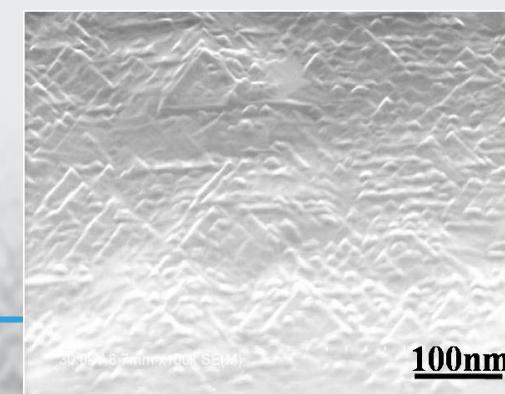
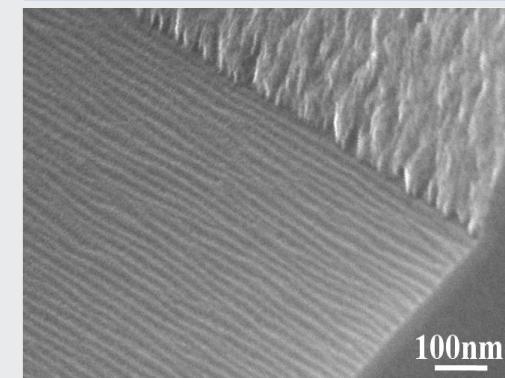
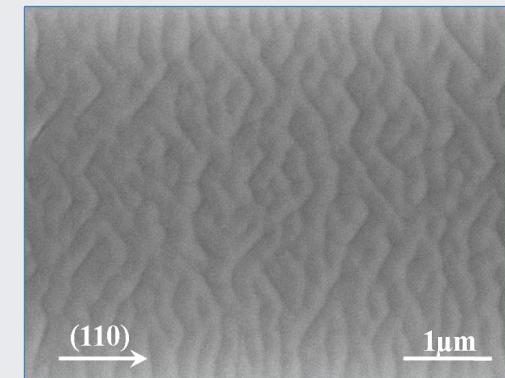


Choix d'un procédé adéquate pour une configuration possible

Facettage dépend des **cinétiques**

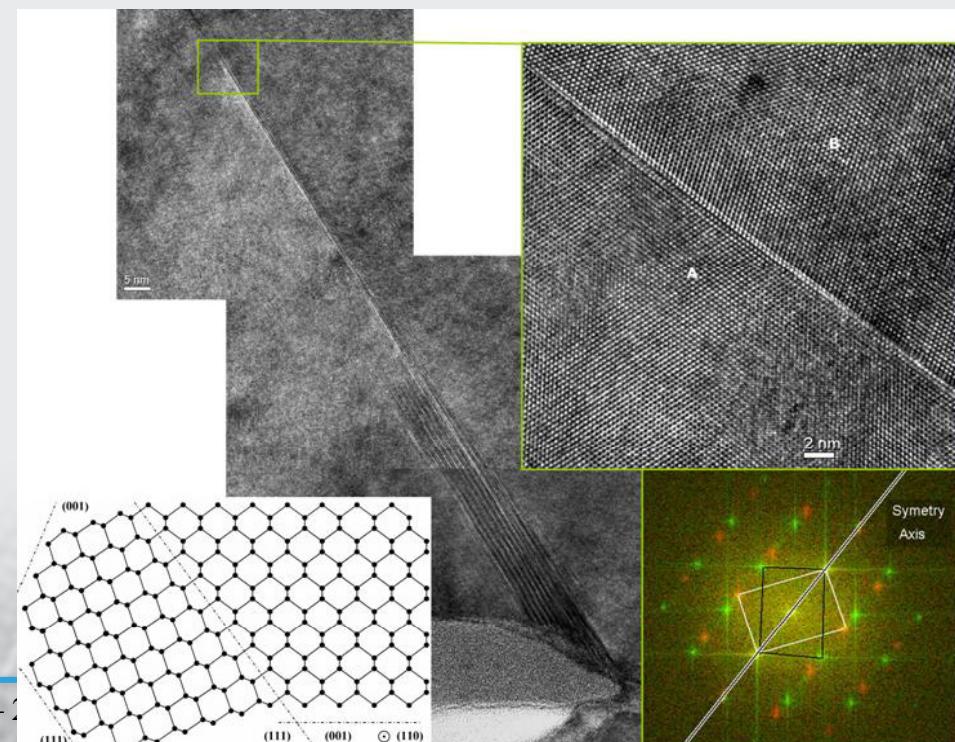
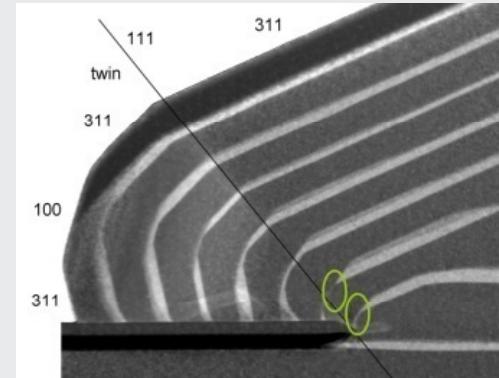
Chimie et masque dur affecte le facettage

# Effet Stransky Krastanov (S-K)



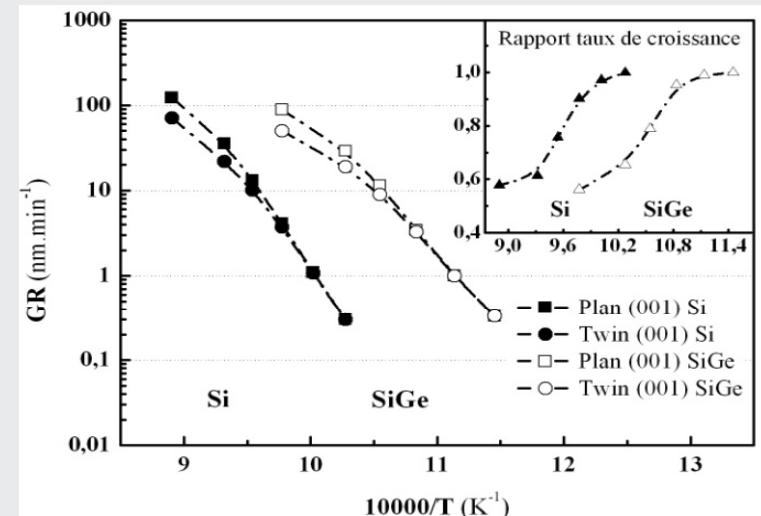
## Formation de macle

- Bord de la structure : défaut plan
- Analyse HR-MET :
  - Bi-cristal (orientation germinale  $\neq$ )
  - Révélation d'une macle
- Macle :
  - Faute d'empilement lors de la croissance (ABCACBA)
  - Rotation du cristal de  $70.52^\circ$
  - Symétrie selon  $<111>$
- Macle :
  - $\{113\}-\{100\}-\{113\}/(113)-(001)$

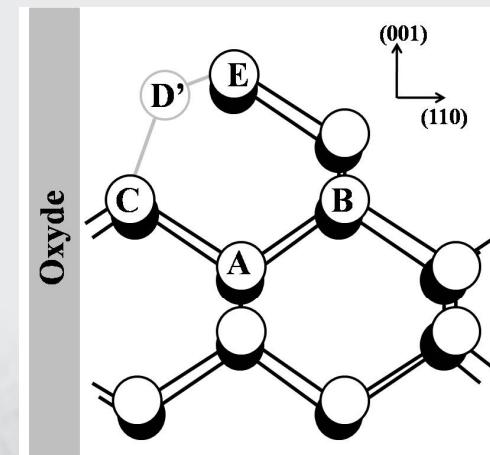


# Résultats cinétiques

- Macle :
  - $GR_{001} \neq$  à Haute Temp.
  - Régime gouverné par transport de matière
  - $GR_{001\text{macle}} \sim 0.6 GR_{001\text{bulk}}$
  - $\Omega_{\text{macle}} = 0.6 \Omega_{\text{bulk}}$
  - Influence de  $L_{\text{dif}}$ .

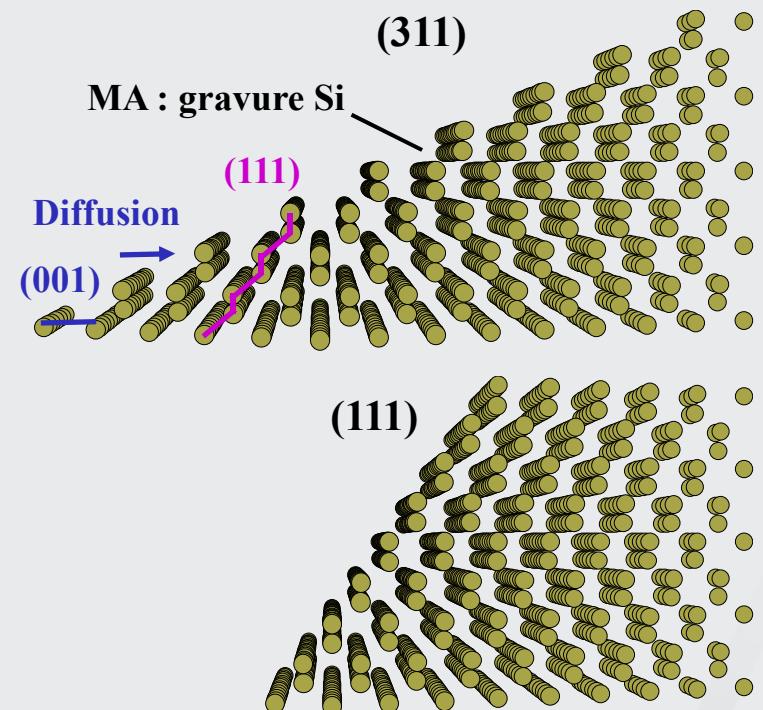


- Au bord de l'oxyde :
  - Atome C → 1 seul liaison avec son voisin
  - Atomes D et E → atomes additionnels qui stabilise la configuration (1 seule liaison dans le plan)
  - Atome D' → configuration de plus faible énergie
  - Formation de macle



## Origine facettage

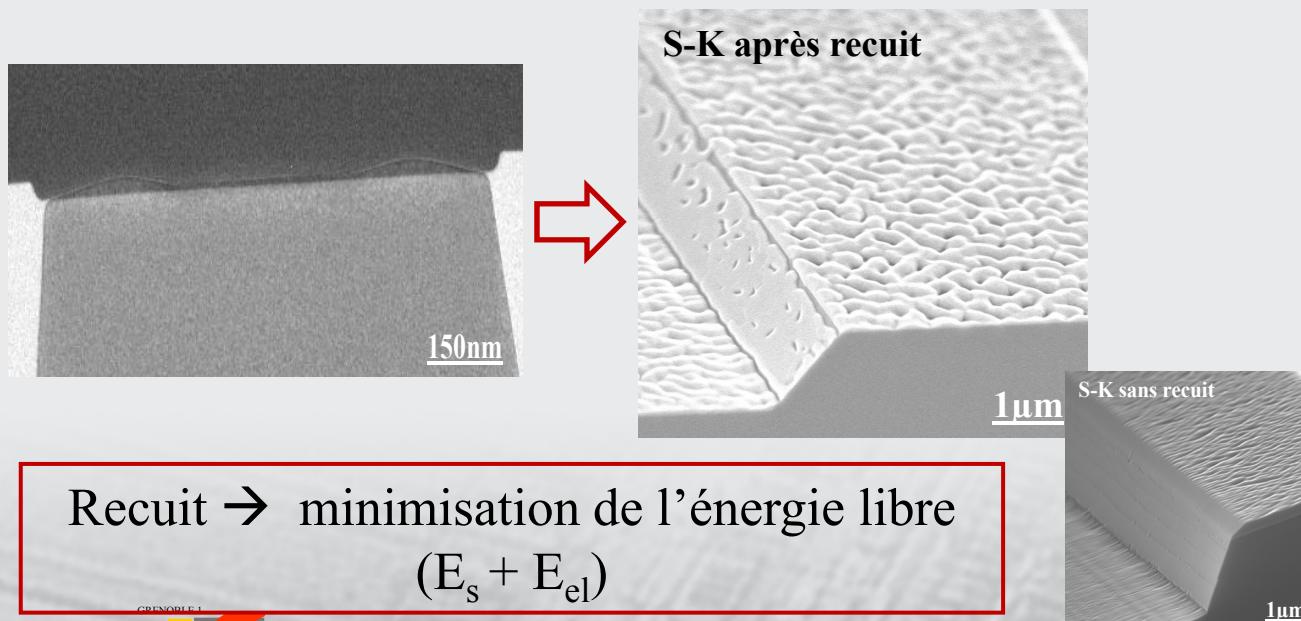
- **Gravure** : plans les plus **rapides** visibles & **épitaxie** : plans les plus **lents** visibles
- Gravure Si → **marches atomiques** (MA)
  - $\sigma_{\text{Cl}}$  plus élevé sur une MA que sur une **site plan (001)**
  - **MA** : puits de potentiel (effet Schwoebel)
- Plan **(311)** fait de plans **(001)** et **(111)**
- $P_{\text{HCl}}$  faible :
  - $\theta_{\text{HCl}}$  faible donc **Cl<sub>ad</sub>** peut diffuser facilement vers **MA**
  - $\text{ER}_{113} > \text{ER}_{111}$  = facette (113) plus importante
- $P_{\text{HCl}}$  augmente :
  - $\theta_{\text{HCl}}$  augmente donc diffusion de **Cl<sub>ad</sub>** diminue
  - **ER<sub>311</sub>** diminue et **ER<sub>111</sub>** augmente
  - Lorsque  $\text{ER}_{113} < \text{ER}_{111}$  → (111) plus importante



**Cinétiques affectent le facettage**

# Recuit SiGe

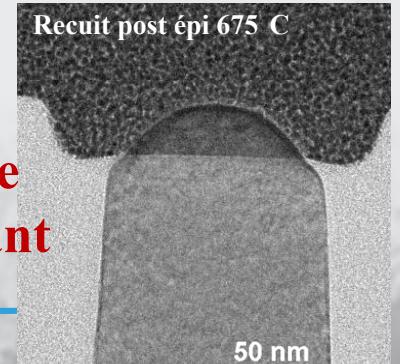
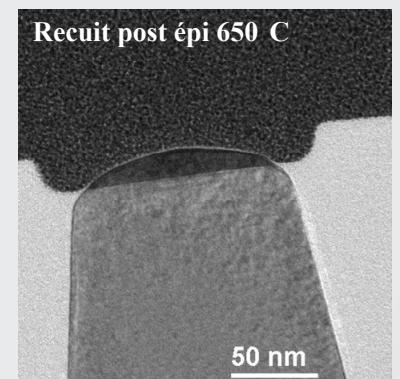
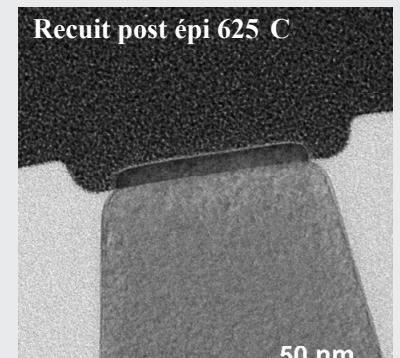
- Recuit film  $\text{Si}_{0.75}\text{Ge}_{0.25}$  de 10nm d'épaisseur  
→ T de recuit réduites (Ep. faible et  $T_{f\text{Ge}}=938^\circ\text{C}$ )
- Lissage → Minimisation de  $E_{\text{surf}}$ ??
- Grande ZA → bourrelets distincts : Effet S-K??



Pas de lissage

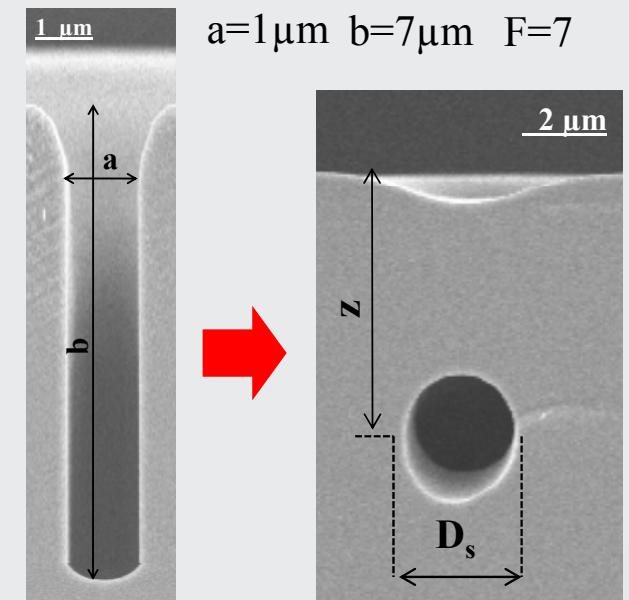
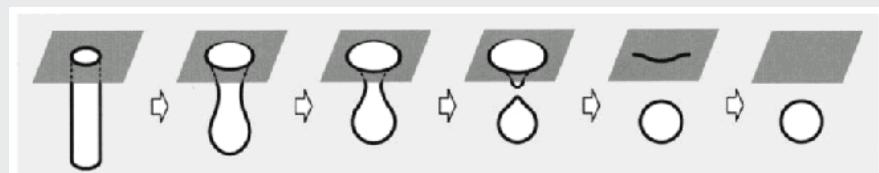
T augmente

Lissage important



## Procédé Empty Space under Silicon (1/2)

- Recuit HT sans gaz réactifs : Diffusion de surface → transport de matière dominant
- Recuit d'un puits → cavité sphérique enterrée



- Paramètres nécessaires : a diamètre , b profondeur du puits

$$F = \frac{b}{a} \geq 2.75$$

Diamètre de la cavité :

$$D_s = 1.4a + 0.11b$$

Profondeur du centre de la cavité :

$$z = 0.3a + 0.56b$$

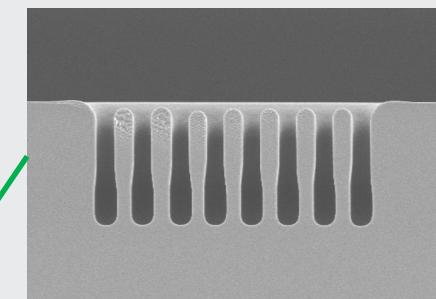
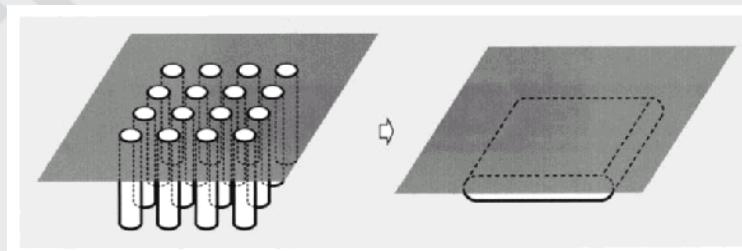
Recuit 1100°C/10Torr/10min

	Théo.	Exp.
$D_s$	2.17 μm	2 μm
$z$	4.22 μm	4 μm

Résultats expérimentaux convaincants

## Procédé Empty Space under Silicon (1/2)

- Recuit d'une matrice de puits → cavité rectangulaire enterrée (ESS)



Paramètres nécessaires : a, b, c=espacement

$$a+c \leq D_s$$

Transformation augmente quand :

- $P_{H_2}$  diminue
- Dimensions diminuent
- T augmente

Recuit 1100°C/10Torr/10min

a=1µm b=7µm a+c=1.7µm

$D_s = 1.9\mu m \rightarrow OK$  3µm

a=1µm b=7µm a+c=1.4µm

1µm  $D_s = 1.25\mu m \rightarrow OK$

**Applications → Guide d'onde / SOI localisé**

## Bibliographie

- Those studies were presented @
  - 2 International Conferences as oral speaker & first author  
(ISTDM 2008 – ICSI 2009)
  - 1 article as first author (SSE 2009)
  - 1 article coming as first author (?APL?-2010)
  - 4 articles as second author  
(Bopp, Bidal, Geynet, Servanton)

