

Propriétés diélectriques à haute température de couches de SiO₂ déposées par PECVD TEOS

L. Wei^{1,2}, M.-L. Locatelli^{1,2}, S. Diahm^{1,2}, C.D. Pham^{1,2}, G. Grosset³, L. Dupuy³

¹Université de Toulouse; UPS ; INPT; LAPLACE (Laboratoire Plasma et Conversion d'Énergie);

118 Route de Narbonne, F-31062 Toulouse cedex 9, France

²CNRS; LAPLACE; F-31062 Toulouse, France

³Ion Beam Services, Rue G. Imbert prolongée, Z.I. Peynier Rousset 13790 Peynier, France

RESUME - Les caractéristiques électriques de couches de SiO₂ déposées par PECVD-TEOS, destinées à la passivation primaire de composants de puissance en carbure de silicium (SiC) sont étudiées. Bien que ce type de films soit déjà très utilisé, leurs propriétés sont peu connues aux températures élevées voisines de 250 °C et au-delà, telles que visées par les nouveaux dispositifs en SiC. Les résultats ont montré qu'un traitement thermique de ce type de dépôt de SiO₂ permet d'améliorer ses performances électriques. La rigidité diélectrique des films recuits à 400 °C durant une heure sous azote, mesurée dans une gamme de température étendue jusqu'à 300°C indique que ce type de matériau reste un bon candidat pour la passivation primaire à haute température, avec une rigidité diélectrique voisine de 6 MV/cm à 300°C, valeur très élevée comparée à celles d'autres matériaux utilisés pour la passivation des composants.

Mots-clés- oxyde de champ, spectroscopie diélectrique, rigidité diélectrique, courant de conduction, haute température.

1. INTRODUCTION

Les films de dioxyde de silicium (SiO₂) déposés sont utilisés comme oxyde de champ (oxyde épais) pour la passivation primaire des composants de puissance^[1]. Les couches réalisées par dépôt chimique en phase vapeur (Chemical Vapour Deposition, CVD) permettent l'obtention d'épaisseur de SiO₂ de l'ordre du micromètre, contrairement à celles raisonnablement atteignables par oxydation thermique du silicium ou du carbure de silicium (limitées à la centaine de nanomètres). En particulier, la technique par PECVD (Plasma Enhanced CVD) permet d'obtenir les propriétés désirées, par contrôle des paramètres de dépôt telles que la pression, la composition du gaz, l'énergie injectée, avec des vitesses de dépôt élevées, tout en restant un procédé « basse température » (300°C)^[2].

L'objectif de cette étude est d'évaluer les propriétés diélectriques à haute température de films épais de SiO₂ (1,5µm) obtenus par PECVD à partir de vapeur de tetraethylorthosilicate (TEOS), destinés à la passivation de composants de puissance en carbure de silicium devant fonctionner à température de jonction supérieure à 200°C. De tels composants représentent en effet un enjeu pour répondre aux besoins de l'électronique de puissance en systèmes plus

intégrés ou capables de fonctionner à des températures ambiantes plus élevées.

Dans cette étude, l'effet d'une exposition à haute température (ou recuit) effectué après le dépôt du film de SiO₂, sera tout d'abord examiné en considérant les caractéristiques physico-chimiques et électriques (analyses FTIR, courant de conduction sous fort champ et champ de claquage, spectroscopie diélectrique) des films. Dans un second temps, afin d'évaluer ses qualités d'isolant de passivation pour la nouvelle gamme de température de fonctionnement des composants de puissance, la caractérisation de l'évolution de la rigidité diélectrique de films recuits entre 25 °C et 300 °C sera présentée.

2. ETUDE EXPERIMENTALE

2.1. Réalisation des échantillons

Les couches de SiO₂, d'épaisseur 1,5 µm, ont été obtenues par un procédé de dépôt PECVD-TEOS effectué à température comprise entre 300°C et 400°C. Elles ont été déposées sur des plaquettes de silicium polies, très dopées de type N, de diamètre 2". Après réception au laboratoire, une partie des échantillons (plaquettes découpées en quarts) a subi un recuit dans un four sous azote avec un palier d'une heure à haute température (T_{HC}), tel que montré en Fig. 1. Ce type de profil de température est typique de la dernière étape de fabrication (le recuit d'imidisation), subie par les composants de puissance présentant une passivation secondaire à base de polyimide. La durée et la valeur du palier de température varie selon le type de polyimide et la température d'utilisation du composant visée^[3,4].

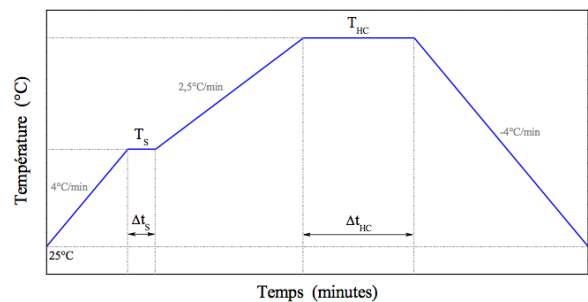


Fig. 1 Profil de température utilisé pour le recuit du film de passivation

Pour la caractérisation électrique, des structures Métal-Oxyde-Semiconducteur (MOS) ont été réalisées sur des échantillons non recuits (i.e. tels que déposés), ou sur des échantillons recuits. Les métallisations d'épaisseur 150 nm de la face arrière et de la face avant des échantillons ont été effectués par évaporation d'aluminium sous vide. Une étape de gravure humide de l'aluminium à travers un masque de résine photolithographiée (Fig.2) a permis la définition d'une soixantaine d'électrodes circulaires de diamètre 0,5 mm sur la face avant par quart de plaquette 2".



Fig.2 Structures MOS utilisées pour la caractérisation électrique

2.2. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR)

Cette mesure a permis de déterminer la nature des liaisons chimiques présentes dans les couches déposées non recuites et recuites, à partir de l'analyse spectrale d'un rayonnement infrarouge incident absorbé par le matériau. Le spectromètre utilisé est le modèle Vertex 70 de Bruker. La gamme des longueurs d'onde étudiée est entre 400 cm⁻¹ et 5000 cm⁻¹ avec une résolution de 2 cm⁻¹. Une moyenne sur 20 balayages collectés a été calculée pour chaque spectre. Après les mesures, les spectres ont été normalisés par rapport au pic de référence à 981 cm⁻¹ environ correspondant à une bande caractéristique de la présence de groupements Si-O-Si.

2.3. Caractérisation électrique

Les mesures électriques sont basées sur des mesures de courant de conduction en fonction du champ électrique et de rupture diélectrique sous air, pour différentes températures. Les structures MOS ont été contactées électriquement à l'aide d'une station sous pointes Signatone S-1160 munie de positionneurs micrométriques, et d'un porte-échantillon réglé en température entre 25 °C et 400 °C grâce à un système chauffant S-1060R. En pratique, la valeur de rigidité diélectrique E_{BR} est le rapport entre la tension de claquage V_{BR} et la distance d'entre les électrodes.

$$E_{BR} = \frac{V_{BR}}{d} \quad (1)$$

Un traitement statistique des données expérimentales (10 mesures pour chaque cas étudié) a été réalisé en utilisant la loi de distribution de Weibull à deux paramètres [5] :

$$P_C(E_{BR}) = 1 - \exp\left(-\frac{V_{BR}}{a}\right)^b \quad (2)$$

où P_C représente la probabilité cumulée d'échantillons claqués, α est le paramètre d'échelle (V/m) indiquant la valeur du champ de rupture pour une probabilité cumulée de 63,2% et β est le paramètre de forme, indicateur de la dispersion des valeurs du champ de rupture.

Des mesures de spectroscopie diélectrique sous azote ont également été effectuées en utilisant l'analyseur Alpla-A de Novocontrol. Les spectres de la permittivité relative ε' et des pertes diélectriques ε'' ont été mesurés dans une gamme de fréquences de 0,1 Hz à 1 MHz, lors d'un cycle de chauffe et de refroidissement allant de -150 °C à 350 °C et de 350 °C à -150 °C respectivement (par pas de 10 °C), et pour une tension sinusoïdale appliquée aux bornes de la structure MOS de 1 V (rms).

3. RESULTATS ET DISCUSSION

3.1. Effet du recuit sur les propriétés physico-chimiques

L'analyse de la nature des liaisons chimiques au sein des films de silice a été effectuée par spectroscopie infrarouge. La Fig. 3 montre des spectres FTIR pour 4 échantillons, ayant subi une exposition à trois températures élevées différentes. Les bandes des spectres obtenus ont été analysées sur la base des données fournies dans les travaux de la littérature [6, 7]. Les bandes caractéristiques de la liaison C-H se situent dans la gamme de longueurs d'onde entre 1400 cm⁻¹ et 2960 cm⁻¹, celles de la liaison O-H entre 930 cm⁻¹ et 3660 cm⁻¹, et celle de Si-O-Si est centrée à 981 cm⁻¹. On peut observer clairement que l'intensité de l'absorption correspondant à la présence de groupements hydroxyles SiO-H, et groupements carboniques C=O, C-H diminue après exposition du film à une température supérieure à 320 °C. Or de tels groupements polaires sont connus pour avoir un impact sur la réponse diélectrique dynamique du matériau, abordée au paragraphe 3.3 suivant.

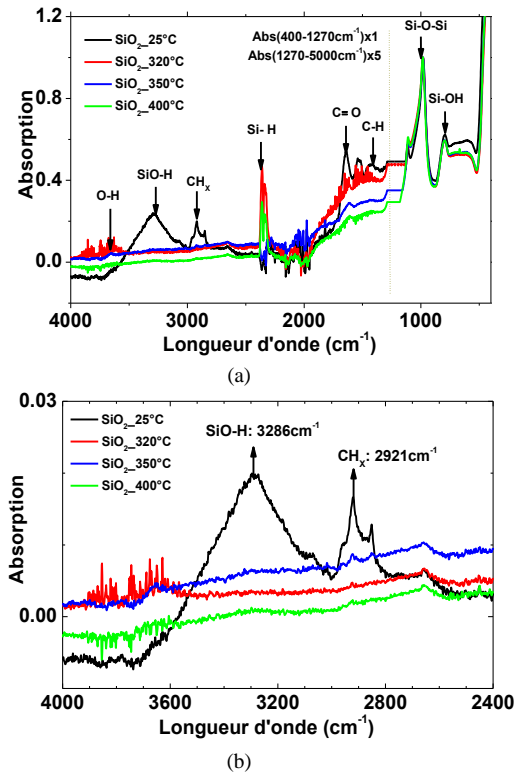


Fig.3 Spectres FTIR normalisés des films de SiO₂ tel que déposé (noté _25°C) et pour différentes températures de recuit (indiquées par _320°C, _350 °C, _400 °C) (a) entre 400 et 4000 cm⁻¹, (b) entre 2400 et 4000 cm⁻¹.

3.2. Effet du recuit sur les propriétés sous fort champ

La Fig. 4 présente une comparaison des mesures de courants de conduction à 25°C en fonction du champ pour les 4 mêmes films que ceux analysés par FTIR ci-dessus. Nous observons une nette diminution de la densité de courant à 25°C après traitement thermique des films de SiO₂.

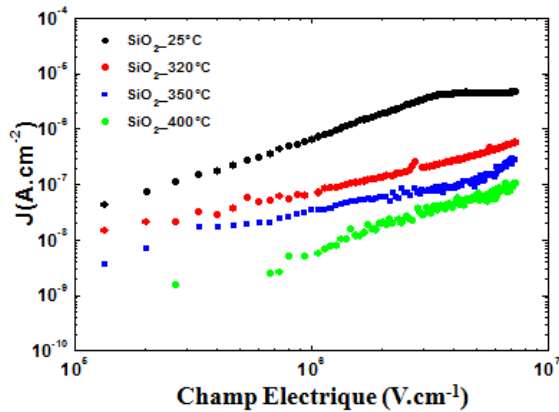


Fig.4 Densité de courant à 25 °C en fonction du champ électrique appliqué à la structure MOS pour des films de SiO₂ tel que déposé (noté _25°C) et pour différentes températures de recuit.

Des mesures de rigidité diélectrique pour un film recuit à 400 °C durant 1 heure et un film non recuit, ont été réalisées pour les températures 25°C, 300°C et de nouveau à 25 °C (après la mesure à 300 °C et refroidissement complet de l'échantillon), en utilisant les mêmes conditions expérimentales et des structures MOS similaires. La température des films lors de la mesure croît selon le profil montré dans la Fig. 5, où t₁ est la durée de montée de la température de 25 °C à 300 °C (environ 2 heures), et t₂ est la durée des mesures à haute température (50 min environ).

La Fig. 6 présente les courbes de Weibull correspondant aux probabilités cumulées de rupture en fonction du champ de rupture pour les deux températures 25 °C et 300 °C. Les résultats de mesure du paramètre d'échelle α sont indiqués dans le Tableau 1. Le paramètre α est la grandeur généralement utilisée pour quantifier la rigidité diélectrique d'un matériau isolant.

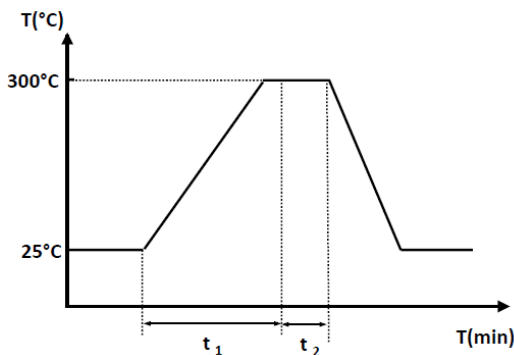


Fig. 5 Profil de température utilisé lors des mesures de rigidité diélectrique à 25 °C et 300 °C des films non recuit et recuit.

Nous pouvons remarquer les valeurs de la rigidité diélectrique à 25 °C et 300°C du film de SiO₂ avec recuit sont

plus élevées que pour le film sans recuit, et de manière plus marquée à 300 °C (augmentation d'environ 25 % à 300 °C). Les valeurs de α quasiment identiques lorsque mesurées sur les mêmes films (sur plots MIS inutilisés) après retour à 25 °C permettent de s'assurer que la diminution de α lorsque la température augmente n'est pas liée à une évolution irréversible du matériau. On remarque toutefois une plus grande dispersion des valeurs du champ de rupture, probablement due à la dégradation de la propreté de la surface du fait des détériorations des métallisations des différents plots claqués précédemment.

Ces résultats de caractérisation du courant de conduction et du champ de rupture des films de SiO₂ déposés par PECVD-TEOS étudiés, indiquent donc qu'un recuit à haute température est bénéfique, le recuit à la plus haute température considérée ici, i.e. 400 °C durant 1 heure, ayant conduit aux films présentant les meilleures propriétés isolantes.

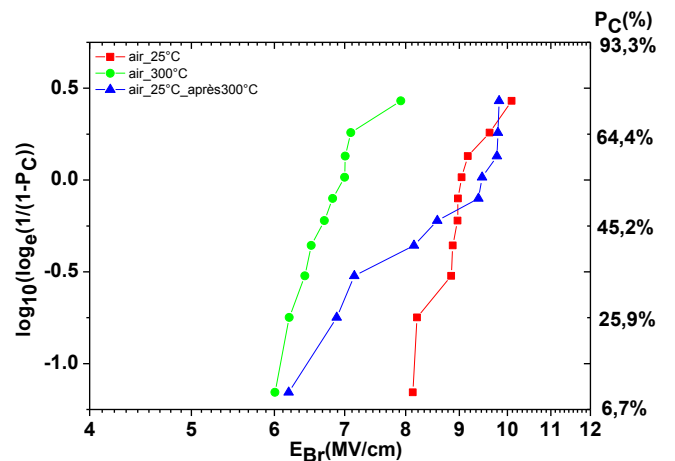
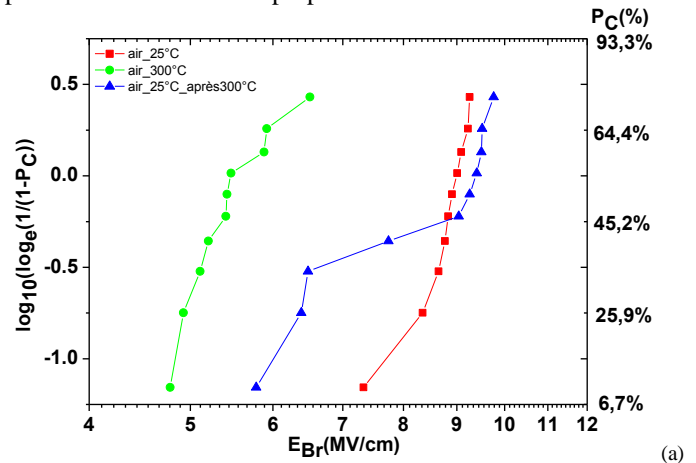


Fig. 6 Evolution de la probabilité cumulée de claquage à 25 °C et 300 °C pour le (a) film sans recuit et (b) film avec recuit.

Tableau 1. Résultats du champ de rupture sur SiO₂ (MV/cm)

Température de mesure →	25°C	300°C	25°C(après300°C)
Type de film ↓			
Avec recuit	9,2	7,0	9,1
Sans recuit	9,0	5,7	8,9

3.3. Effet du recuit sur les spectres en fréquence de la permittivité

Une évolution des caractéristiques diélectriques dynamiques sous faible champ du film tel que déposé, a également été observée durant les mesures de spectroscopie diélectrique en fonction de la température, du fait de son exposition à haute température.

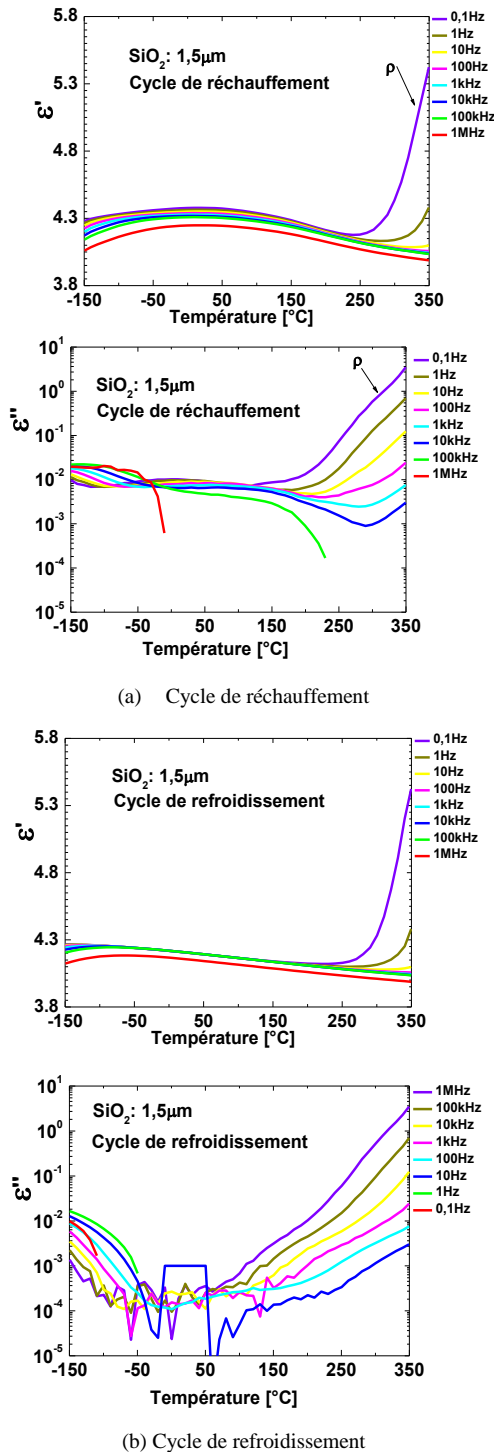


Fig.7 Parties réelle et imaginaire de la permittivité pour une structure MOS avec SiO_2 non recuit, durant les cycles de (a) réchauffement et (b) refroidissement en fonction de la température, pour différentes iso-fréquences

La Fig. 7 présente la réponse diélectrique d'un film de SiO_2 non recuit, durant le premier cycle de réchauffement de -150 °C à 350 °C, et durant le cycle de refroidissement inverse, pour différentes iso-fréquences. Nous pouvons noter que la permittivité ϵ' et les pertes diélectriques ϵ'' durant le cycle de refroidissement sont plus faibles que celles durant le cycle de réchauffement pour les températures inférieures à 200 °C environ, pour une température et une fréquence données. La plus faible présence de groupements hydroxyles (qui sont diélectriquement polaires) dans le film ayant subi une exposition à haute température, telle que révélée par l'analyse d'absorption FTIR, peut permettre d'expliquer ce résultat en régime dynamique^[8], dans la gamme classique de températures d'utilisation (- 50 °C – 200 °C).

On peut noter aussi en Fig. 7 que les spectres de pertes ϵ'' sont peu différents pour les deux cycles à températures supérieures à 250 °C, et montrant une remontée d'autant plus importante que la fréquence est faible. Cette remontée est également observée sur les spectres de permittivité relative ϵ' ($T > 250$ °C, $f < 10$ Hz). Ce phénomène est révélateur d'un phénomène de polarisation aux interfaces, lié à la présence de charges mobiles à l'intérieur du film isolant. Il reste très faible comparé à celui obtenu dans des films à base de polyimides utilisés pour la passivation secondaire de composants haute température^[9].

3.4. Rigidité diélectrique des films de SiO_2 recuits en fonction de la température

Afin d'évaluer les potentialités des films recuits sous azote à 400 °C pendant 1 heure, pour la passivation à haute température, des mesures de rigidité diélectrique ont été réalisées dans la gamme de température de 25 °C à 300 °C. Une rampe de montée du champ électrique de 200 $kV.cm^{-1}.s^{-1}$ appliquée sur des structures MOS jusqu'à leur rupture, a été utilisée. La Fig. 9(a) présente les courbes de Weibull montrant les probabilités cumulées de rupture en fonction du champ pour 5 températures différentes de 25 °C à 300 °C (la mesure à 25 °C a été répétée après la mesure à 300 °C et refroidissement complet de l'échantillon). Cette température croît par paliers comme montré dans la Fig. 8, t_1 est la durée de montée et de stabilisation de la température (qui cumulée est au final égale à 30 min), t_2 est la durée des temps de mesures à température constante (qui cumulée représente 50 min). L'évolution en fonction de la température du paramètre d'échelle α est présentée sur la Fig. 9(b). Nous pouvons remarquer la valeur élevée de la rigidité diélectrique du film de SiO_2 , d'épaisseur 1,47 μm , qui est de l'ordre de 9 MV/cm à 25 °C, cette valeur étant proche de celle de la silice thermique, et reproductible. Cette rigidité est supérieure à celle généralement obtenue sur films minces polymères (pour des structures d'épaisseur et de section comparables). Cette propriété est décroissante lorsque la température augmente jusqu'à 300 °C, montrant une activation thermique des mécanismes de claquage. L'augmentation de la dispersion des mesures lorsque la température ou la durée cumulée des mesures augmentent est observable sur la figure 9(a). Elle peut donc être liée aux conditions d'expérimentation (dégradation en surface au fur et à mesure des essais aux différentes températures ...), comme

déjà évoqué précédemment pour les résultats correspondant à la figure 6. Toutefois, ces valeurs de β restent bien supérieures à 10^6 pour chaque température de test, indiquant une faible dispersion des mesures.

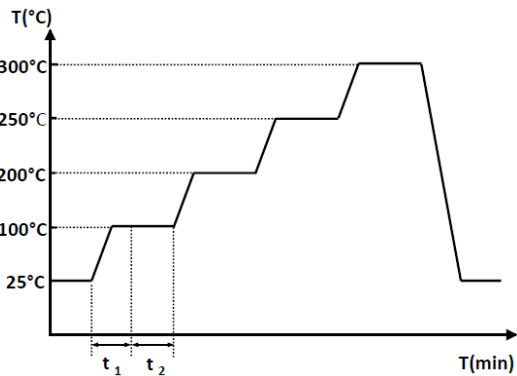


Fig. 8 Le profil de température utilisé durant les mesures de spectroscopie diélectrique.

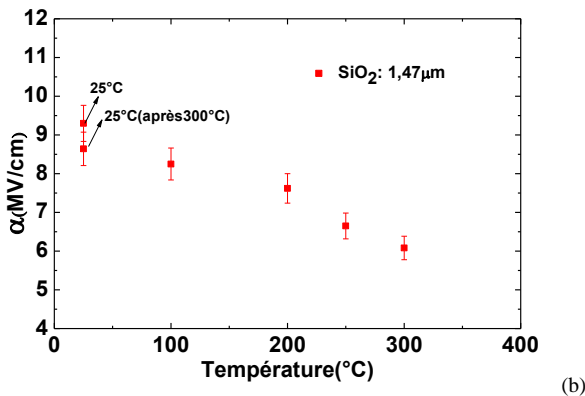
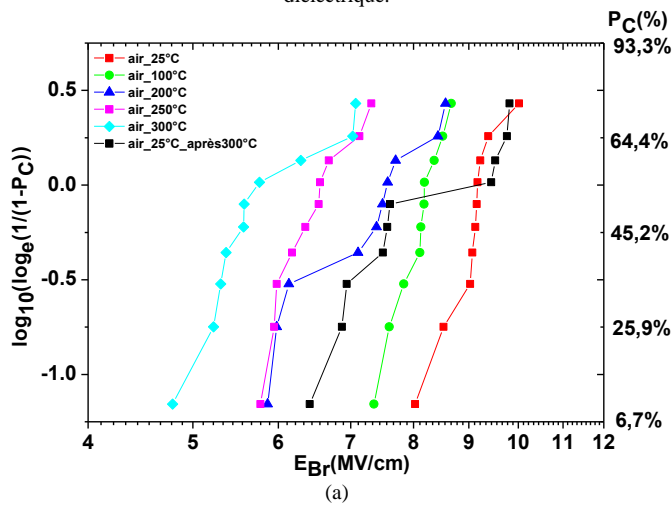


Fig. 9 Evolution de la probabilité cumulée de claquage entre 25 °C et 300 °C et (b) Evolution du facteur d'échelle α en fonction de la température (diamètre de la structure MOS = 0,5 mm).

4. CONCLUSION

Les résultats sur films de SiO_2 déposés par PECVD-TEOS ont montré qu'un traitement thermique permet d'améliorer les propriétés électriques dans la toute la gamme de températures. La rigidité diélectrique des films ayant subi a minima un recuit à 400 °C durant une heure sous azote (recuit final inclus dans la fabrication de composants de puissance haute température avec

passivation secondaire en polyimide), mesurée dans une gamme de température étendue jusqu'à 300 °C, nous permet de conclure que ce type de matériau reste un bon candidat pour la passivation primaire à haute température, avec un facteur d'échelle supérieur à 6 MV/cm à 300°C, valeur élevée comparée à celles d'autres matériaux envisageables.

5. REMERCIEMENTS

Les auteurs remercient vivement la DGCIS pour le soutien financier apporté à ses travaux.

6. REFERENCES

- [1] B. Jayant Baliga "Power Semiconductor Devices." PWS Publishing Company, 1996. ISBN 0534940986, 9780534940980, 600 pages
- [2] Olivier Bonnaud «Technologie Microélectronique du Silicium aux Circuits Intégrés » Livre, France, 2008
- [3] S. Zelmat, M. L. Locatelli, T. Lebey, and S. Diahm, «Investigations on High Temperature Polyimide Potentialities for Silicon Carbide Power Device Passivation, Microelectronic Engineering», Vol. 83, No. 1 pp.51-54, 2006
- [4] S. Diahm « Etude du Comportement sous Haute Température de Matériaux Polyimides en Vue de la Passivation de Composants de Puissance à Semi-Conducteur Grand Gap », Thèse de Doctorat de l'université de Toulouse, France, 2007
- [5] W. Weibull, A Statistical Distribution of Wide Application, Journal of Applied Mechanics, Vol. 18, ppp.293-297,1951.
- [6] Kihel Mouloud, «Caractérisation de films minces déposés par plasma PECVD à partir de vapeurs de TMS», Université Mentouri de Constantine, 2006, France.
- [7] S. C. Deshmukh and Eray S. Aydil, «Investigation of low temperature SiO_2 plasma enhanced chemical vapor deposition», J. Vac. Sci. Technol. B 14, 738 (1996).
- [8] S. K. Ray, C. K. Maiti, S. K. Lahiri, and N. B. Chakrabarti, « Properties of silicon dioxide films deposited at low temperatures by microwave plasma enhanced decomposition of tetraethylorthosilicate », J. Vac. Sci. Technol., B10, 1139 (1992).
- [9] S. Diahm, M.L. Locatelli « Concentration and mobility of charge carriers in thin polymers at high temperature determined by electrode polarization modeling », J. Appl. Phys., 112, 013710 (2012) pp.7.
- [10] J. J. O'Dwyer, «The theory of electrical conduction and breakdown in solid dielectric», Livre , Oxford 1973