

THÈSE

présentée par

Johann PARROCHON

pour obtenir le diplôme de
DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE SAVOIE
(Arrêté ministériel du 30 mars 1992)

Spécialité : E.E.A.

Supervision de la pression des effluents gazeux dans des équipements semi-conducteurs sous vide

Soutenue à huis clos le 30 mars 2005 devant le jury composé de :

Bernard SALCE	Rapporteur	Chercheur au CEA Grenoble
Pascal BROCHET	Rapporteur	Professeur à l'Ecole Centrale de Lille
Ali CHARARA	Examineur	Professeur à l'Université de Technologie de Compiègne
Maurice PILLET	Examineur	Professeur à l'Université de Savoie
Roland BERNARD	Examineur	Directeur du Département BDAS ADIXEN (Alcatel Vacuum Tech.)
Jacques LOTTIN	Directeur de thèse	Professeur à l'Université de Savoie

Préparée au sein du LISTIC
Laboratoire d'Informatique, Systèmes, Traitement de l'Information et de la Connaissance

École Supérieure d'Ingénieurs d'Annecy

Et au sein de ADIXEN (Alcatel Vacuum Technology)
Laboratoire Applications Semi-conducteurs

SOMMAIRE

INTRODUCTION	4
CHAPITRE 1 PRÉSENTATION DE L'ENVIRONNEMENT	8
<u>A ADIXEN PAR ALCATEL VACUUM TECHNOLOGY</u>	8
<u>A1 - HISTORIQUE</u>	8
<u>A1-1 Les trente glorieuses</u>	8
<u>A1-2 Les vingt dernières années</u>	8
<u>A2 - LE GROUPE <i>BUSINESS DEVELOPMENT AND ADVANCED SYSTEMS</i></u>	9
<u>B LE VIDE ET LES POMPES</u>	11
<u>B1 - LES VIDES, LES POMPES</u>	11
<u>B1-1 La pression</u>	11
<u>B1-2 Quelle pompe pour quel vide?</u>	12
<u>B2 - LE FLUX, LA CONDUCTANCE</u>	16
<u>B2-1 Les régimes d'écoulement [1]</u>	16
<u>B2-2 La conductance</u>	18
<u>B2-3 Notions techniques concernant le flux</u>	19
<u>B2-4 Pression en régime transitoire</u>	20
<u>C LA RÉGULATION DE PRESSION</u>	22
<u>C1 - L'UTILISATION DU VIDE POUR LA MICROÉLECTRONIQUE</u>	22
<u>C1-1 La microélectronique [7]</u>	22
<u>C1-2 L'asservissement en pression</u>	24
<u>C1-3 Les défauts tueurs</u>	25
<u>C2 - RÉGULATION DE PRESSION PAR LA VITESSE DE LA POMPE</u>	27
<u>C2-1 Principe, faisabilité et adaptation</u>	27
<u>C2-2 Identification</u>	29
<u>C2-3 Régulation et cartographies</u>	31
<u>C3 - OBJECTIF DE CE TRAVAIL</u>	32
<u>C3-1 Les limites du système de régulation par vitesse</u>	32
<u>C3-2 Développements possibles</u>	32
<u>D LE RECYCLAGE DU FLUOR</u>	36
<u>D1 - LE FLUOR ET L'INDUSTRIE</u>	36
<u>D1-1 Généralités</u>	36
<u>D1-2 Le fluor pour la gravure de l'oxyde de silicium</u>	37
<u>D2 - LES INCONVÉNIENTS DU FLUOR ET LES EFFORTS POUR LES CONTOURNER</u>	38
<u>D2-1 Impact écologique et politiques environnementales</u>	38

<u>D2-2</u>	<u>Les différents moyens d'action</u>	39
<u>D2-3</u>	<u>Le Remote NF₃ Chamber Clean</u>	41
<u>D3 -</u>	<u>RECYCLAGE DU FLUOR DANS LE CADRE DU REMOTE NF₃ CHAMBER CLEAN</u>	42
<u>D3-1</u>	<u>Le recyclage fluor selon AMAT</u>	42
<u>D3-2</u>	<u>Etat de l'art pour le recyclage fluor</u>	43
<u>E</u>	<u>CONCLUSION</u>	45
<u>CHAPITRE 2 IDENTIFICATION</u>		46
<u>A</u>	<u>MATÉRIEL POUR L'IDENTIFICATION</u>	46
<u>A1 -</u>	<u>BANC DE TEST</u>	46
<u>A2 -</u>	<u>TRAITEMENT DU SIGNAL</u>	48
<u>A2-1</u>	<u>Commande et acquisition</u>	48
<u>A2-2</u>	<u>Synchronisation et précision</u>	50
<u>A2-3</u>	<u>Traitement</u>	51
<u>B</u>	<u>DÉMARCHE D'IDENTIFICATION</u>	52
<u>B1 -</u>	<u>CE QU'ON RECHERCHE</u>	52
<u>B1-1</u>	<u>Une méthodologie d'identification</u>	52
<u>B1-2</u>	<u>Un modèle pour un correcteur</u>	53
<u>B2 -</u>	<u>PROCÉDURE D'IDENTIFICATION</u>	54
<u>B2-1</u>	<u>Les outils</u>	54
<u>B2-2</u>	<u>SBA et échelon : complémentarité, validation</u>	57
<u>B2-3</u>	<u>Modèle choisi</u>	61
<u>B3 -</u>	<u>PROBLÈMES AVEC L'UTILISATION DE BJ</u>	63
<u>B3-1</u>	<u>Nécessité d'un signal de qualité</u>	63
<u>B3-2</u>	<u>Limites de la méthode</u>	64
<u>C</u>	<u>PRÉLIMINAIRES À LA MODÉLISATION</u>	66
<u>C1 -</u>	<u>CONSOLIDATION DE LA DÉMARCHE D'IDENTIFICATION</u>	66
<u>C1-1</u>	<u>Tentatives infructueuses pour supprimer les instabilités</u>	66
<u>C1-2</u>	<u>Démarche robuste d'identification</u>	67
<u>C2 -</u>	<u>VÉRIFICATION DU MATÉRIEL</u>	68
<u>C2-1</u>	<u>Les variables d'action et leur effet</u>	68
<u>C2-2</u>	<u>L'emplacement des jauges</u>	69
<u>C2-3</u>	<u>Les dynamiques des MFC</u>	69
<u>D</u>	<u>CONCLUSION</u>	73
<u>CHAPITRE 3 MODÉLISATION DU GROUPE DE POMPAGE</u>		75
<u>A</u>	<u>LES PLANS D'EXPÉRIENCES POUR LA MODÉLISATION</u>	76
<u>A1 -</u>	<u>PRINCIPE DE LA MÉTHODE</u>	76
<u>A1-1</u>	<u>Présentation</u>	76

<u>A1-2</u>	<u>Les différentes étapes de la démarche suivie</u>	77
<u>A2</u>	<u>RAPPELS</u>	78
<u>A2-1</u>	<u>Régression multilinéaire</u>	78
<u>A2-2</u>	<u>Les tables d'expériences</u>	81
<u>B</u>	<u>MODÉLISATION DU GROUPE DE POMPAGE PRIMAIRE</u>	83
<u>B1</u>	<u>CRIBLAGE</u>	83
<u>B1-1</u>	<u>Plan d'expérimentation</u>	83
<u>B1-2</u>	<u>Résultats</u>	85
<u>B1-3</u>	<u>Interprétation</u>	87
<u>B2</u>	<u>EFFETS ET INTERACTIONS</u>	88
<u>B2-1</u>	<u>Méthode</u>	88
<u>B2-2</u>	<u>Résultats</u>	90
<u>B2-3</u>	<u>Modèle retenu</u>	91
<u>C</u>	<u>MODÉLISATION DU GROUPE DE POMPAGE SECONDAIRE</u>	94
<u>C1</u>	<u>RELATION ENTRE LES DEUX MODÈLES</u>	94
<u>C1-1</u>	<u>Principe de la jonction des deux modèles</u>	94
<u>C1-2</u>	<u>Impact de la pompe turbo sur le modèle de pompage primaire</u>	96
<u>C2</u>	<u>EFFETS ET INTERACTIONS</u>	98
<u>C2-1</u>	<u>Le domaine E</u>	98
<u>C2-2</u>	<u>Exploitation</u>	100
<u>C2-3</u>	<u>Résultats, modèle retenu</u>	102
<u>D</u>	<u>POUR UNE STRUCTURE DE COMMANDE – PERSPECTIVES</u>	104
<u>D1</u>	<u>ADAPTATION DU MODÈLE À UN ÉQUIPEMENT</u>	104
<u>D1-1</u>	<u>Cas d'un pompage primaire</u>	104
<u>D1-2</u>	<u>Cas d'un pompage secondaire</u>	105
<u>D2</u>	<u>UTILITÉ POUR LA COMMANDE</u>	106
<u>D2-1</u>	<u>Rejet des perturbations</u>	106
<u>D2-2</u>	<u>Changements d'étape d'une recette</u>	107
<u>E</u>	<u>CONCLUSION</u>	109
<u>CHAPITRE 4 LE RECYCLAGE DU FLUOR</u>		110
<u>A</u>	<u>RECHERCHE SUR LA FAISABILITÉ</u>	110
<u>A1</u>	<u>SÉCURITÉ</u>	110
<u>A1-1</u>	<u>Considérations générales</u>	110
<u>A1-2</u>	<u>Atomique ou moléculaire ?</u>	111
<u>A2</u>	<u>CONSIDÉRATIONS TECHNIQUES</u>	113
<u>A3</u>	<u>CONSIDÉRATIONS PHYSIQUES</u>	114
<u>A4</u>	<u>CHOIX D'UNE SOLUTION</u>	115
<u>B</u>	<u>CALCULS</u>	116
<u>B1</u>	<u>APPROCHE THÉORIQUE</u>	116

<u>B1-1</u>	<u>Concentrations et flux dans le cas d'un nettoyage standard</u>	116
<u>B1-2</u>	<u>Concentrations et flux avec le recyclage</u>	117
<u>B2</u>	<u>SYSTÈME DE MESURE DE FLUX</u>	121
<u>C</u>	<u>CHOIX TECHNIQUES</u>	124
<u>C1</u>	<u>LA RECIRCULATION ET LE POMPAGE</u>	124
<u>C1-1</u>	<u>Tentatives avec une seule pompe</u>	124
<u>C1-2</u>	<u>Choix d'un recirculateur</u>	127
<u>C1-3</u>	<u>Avec deux A100</u>	128
<u>C2</u>	<u>LE PIÉGEAGE CRYOGÉNIQUE</u>	131
<u>D</u>	<u>RÉALISATION DU PROTOTYPE</u>	135
<u>D1</u>	<u>FONCTIONNEMENT DU PROTOTYPE</u>	136
<u>D1-1</u>	<u>Calibrage des canalisations et de la pompe A100rec</u>	136
<u>D1-2</u>	<u>Le nettoyage</u>	138
<u>D1-3</u>	<u>Régénération et isolement</u>	138
<u>D2</u>	<u>CHOIX DU MATÉRIEL</u>	139
<u>D2-1</u>	<u>Description et autonomie du piège cryogénique</u>	139
<u>D2-2</u>	<u>Filtre à particules</u>	141
<u>D2-3</u>	<u>Canalisations et sécurité</u>	141
<u>E</u>	<u>COMPÉTITION ET AVENIR</u>	143
<u>E1</u>	<u>BREVETS</u>	143
<u>E2</u>	<u>PERSPECTIVES</u>	144
<u>E2-1</u>	<u>Préoccupations des fabricants vis-à-vis du système</u>	144
<u>E2-2</u>	<u>Améliorations</u>	145
<u>F</u>	<u>CONCLUSION</u>	146
<u>CONCLUSION GENERALE</u>		147
<u>ANNEXE 1 : EQUATION DIFFERENTIELLE DE LA PRESSION</u>		150
<u>ANNEXE 2 : L'ELEMENT FLUOR ET LE SILICIUM</u>		153
<u>ANNEXE 3 : LA CHAINE D'ACQUISITION</u>		157
<u>BIBLIOGRAPHIE</u>		163

UNITÉS UTILISÉES

P : pression en torr ou millibar (mbar) ou Pascal (Pa)

$$1 \text{ torr} = 133 \text{ Pa} \quad 1 \text{ mbar} = 100 \text{ Pa}$$

S : vitesse de pompage en litres par seconde (L/sec) ou mètres cubes par heure (m³/h)

C : conductance en litres par seconde (L/sec)

θ : flux en millibar litres par seconde (mbar.L/sec) ou en standard cubic centimeters per second (sccm) ou en standard liter per minute (slm)

$$60 \text{ sccm} \approx 1 \text{ mbar.L/sec} \quad 1000 \text{ sccm} = 1 \text{ slm}$$

vit : vitesse de rotation de l'arbre de la pompe primaire en tours par minute (tour/min) ou round per minute (rpm)

θ_{A100} : flux de dégradation de la pompe A100, par opposition à θ , le flux injecté dans l'enceinte

K : gain du procédé en boucle ouverte en millitorr par rpm (mtorr/rpm)

T₁ : grande constante de temps du procédé en boucle ouvert en milliseconde (msec)

T₂ : petite constante de temps du procédé en boucle ouvert en milliseconde (msec)

R : retard pur du procédé en boucle ouvert en milliseconde (msec)

1 mole = 6.022 E 23 molécules

INTRODUCTION

Le domaine du vide s'applique pour une large part à l'industrie des semi-conducteurs, car les puces électroniques qui en sont composées sont des assemblages de très petite taille qu'on ne peut réaliser qu'à de très basses pressions, afin entre autres d'éviter toute contamination qui rendrait le produit inopérant.

C'est pour cette raison que des entreprises comme ADIXEN, alias Alcatel Vacuum Technology, vendent des pompes à vide aux fabricants de circuits intégrés (CI). Fidèle à une stratégie de conquête de nouveaux marchés, le groupe *Business Development and Advanced Systems* d'ADIXEN conçoit des systèmes innovants à partir des produits standards fabriqués dans l'usine, et ce afin de permettre aux clients d'améliorer leurs procédés ou de résoudre des problèmes.

L'un de ces problèmes, et le principal, est pour les fabricants de CI celui de la contamination particulaire. Malgré les efforts fournis pour contrôler l'air ambiant d'une usine de fabrication, en travaillant dans des "salles blanches", le rendement en production de CI reste limité par la présence de particules qui se déposent sur les circuits pendant leur fabrication. Ce n'est qu'à la fin, lorsqu'il est trop tard, que l'on découvre les défauts de fonctionnement dus à la contamination. La chasse aux particules est d'autant plus nécessaire que les circuits des microprocesseurs et autres puces électroniques sont de plus en plus petits.

Un précédent travail réalisé à ADIXEN entre 1999 et 2002 a permis d'identifier une source de contamination : la vanne de régulation. Il s'agit d'une vanne placée entre le groupe de pompage et l'équipement client servant à fabriquer les CI. L'ouverture de cette vanne est contrôlée afin d'agir en permanence sur la pression qui règne dans l'équipement client. Mais du fait des mouvements mécaniques de cette vanne, des particules sont créées et peuvent se déposer sur le produit en cours de fabrication. Afin d'optimiser le procédé, ADIXEN a proposé une solution permettant de contrôler la pression en agissant sur la vitesse de rotation de la pompe, afin de supprimer la vanne de régulation.

Cette étude a donné lieu à la synthèse d'un correcteur adapté pour une étape spécifique de la fabrication d'une puce électronique : la gravure de l'aluminium. Le système de régulation qui en a découlé a été testé avec succès sur trois équipements clients différents.

Une partie du travail présenté ici vise à rendre ce nouveau système de régulation de pression fonctionnel pour n'importe quelle recette de fabrication d'un CI, et sur n'importe quel équipement client. Le but est de définir les paramètres de régulation les plus adaptés à l'équipement et à la recette pour lesquels la régulation de pression par vitesse de rotation de la pompe est installée.

Ainsi, dans le deuxième chapitre, on aborde le problème de l'identification du comportement dynamique d'un groupe de pompage associé à un équipement client. Les solutions utilisées dans les précédents travaux ont permis d'évaluer le comportement de la pression soumise à des variations de vitesse de pompe, mais ces solutions n'ont pas été pensées pour être appliquées de façon systématique.

Une fois acquise une méthodologie d'identification performante, il a été possible d'établir un modèle général de comportement de la pression, étendu à de nouvelles variables et de nouveaux paramètres. Cette modélisation élargie vise à anticiper les expériences nécessaires pour installer le système sur un équipement, et à faire en sorte que leur nombre soit réduit. Du fait du grand nombre de paramètres, du peu d'expérience dans ce domaine, et de l'absence de modèle de connaissance, la Méthode des Plans d'Expériences a été mise à profit. Le travail de modélisation est présenté dans le troisième chapitre.

Le deuxième volet de cette étude n'a pas de rapport immédiat avec la régulation de pression. Il s'agit de la mise au point d'un système de recirculation d'un gaz particulier dans des conditions particulières : le recyclage du fluor lors du nettoyage des chambres de dépôt d'oxyde de silicium.

Le dépôt d'oxyde de silicium est une étape importante du procédé de fabrication d'un CI. Au cours de celle-ci, les parois internes de la chambre de procédés dans laquelle s'effectue le dépôt, sont recouvertes d'oxyde de silicium qui, au bout d'un certain temps, se morcèle en créant des particules contaminatrices. Afin d'éviter ce phénomène, les chambres de procédés sont périodiquement nettoyées au moyen d'un gaz coûteux et dangereux, contenant l'espèce chimique fluor. La réaction entre le fluor et l'oxyde de silicium déposé fait passer ce dernier sous phase gazeuse ; mais cette réaction n'est pas totale et la plus grosse partie du fluor injecté dans la chambre ne sert pas au nettoyage : elle est perdue.

Le quatrième chapitre présente une solution développée pour récupérer ce fluor inexploité et le réutiliser immédiatement pour le nettoyage de la chambre. Cette partie est orientée vers la physico-chimie du procédé, alors que la régulation de pression fait appel à des connaissances en Automatique et Méthode des Plans d'Expériences.

Le premier chapitre expose l'ensemble de cette recherche dans son contexte industriel en expliquant sur quelles bases elle s'appuie.

Chapitre 1 Présentation de l'environnement

Dans ce chapitre sont présentés les éléments nécessaires à la compréhension du reste du document. Après avoir présenté l'entreprise ADIXEN, on explique la nature du vide et la façon de le créer, avec les notions de vitesse de pompage, de flux et de conductance, et de régime transitoire de pression. Ces notions sont cruciales pour comprendre les deux grandes parties de ce travail que sont la régulation de pression par la vitesse de pompe et le recyclage des gaz fluorés. Ces deux parties sont ensuite présentées tour à tour, avec l'état de l'art existant au début du travail de thèse.

A ADIXEN par Alcatel Vacuum Technology

A1 - Historique

A1-1 Les trente glorieuses

L'usine d'Annecy a vu le jour en 1952 et son activité première fut la fabrication de torpilles et de mines pour la Marine ; l'usine appartenait au groupe SACM. Rapidement, l'activité s'est diversifiée vers l'outillage de précision et la réalisation d'appareils dédiés à la recherche et à l'industrie nucléaire, avec des clients comme le CEA.

La technologie du vide est apparue dans l'entreprise en 1961, de façon assez naturelle car elle est indispensable à l'industrie nucléaire, et souvent liée à la mécanique de précision et à des applications nouvelles à l'époque, comme le bombardement électronique. Deux ans après la commercialisation de la première pompe, l'entreprise devient en 1963 propriété du groupe ALCATEL.

Pendant les années 60, de nouvelles activités de mécanique de précision s'ajoutent aux premières. La détection de fuites à hélium, indissociable de la technologie du vide, s'impose dès 1962. En 1969, une nouvelle activité élargit encore le panel de l'entreprise : la fabrication de machines de dépôt de couches épaisses pour circuits intégrés. Trois années plus tard s'ajoute la fabrication de machines de dépôt de couches minces, puis celle des machines de gravure.

A1-2 Les vingt dernières années

Au cours de la décennie 1980, l'activité se centre autour de trois grands axes :

- Les systèmes de pompage
- Les détecteurs de fuites à hélium
- Les machines de gravure profonde

Les autres activités sont progressivement abandonnées, comme en 1980 la fabrication de torpilles. L'entreprise change plusieurs fois de nom, en 1998, elle prend le nom d'Alcatel Vacuum Technology, et en 2004 celui d'ADIXEN. Aujourd'hui, l'activité entre les trois secteurs se répartit comme le montre la Figure 1.



Figure 1 : Les trois groupes de produits fabriqués par ADIXEN

Les pompes à vide sont au cœur du travail présenté ici. Les moyens de créer le vide sont divers. Les premières pompes fabriquées sur le site d'Annecy étaient des pompes à palettes fonctionnant avec des joints d'huile, puis les systèmes de pompage ont dû s'adapter aux impératifs de propreté des procédés de fabrication des semi-conducteurs notamment : les systèmes de pompage sec ont été développés, que ce soit pour les pompes primaires (principe des Roots) ou secondaires (pompes turbomoléculaires).

Un produit doit aujourd'hui être propre, compact, robuste, sa maintenance facile et son utilisation engageante.

A2 - Le groupe *Business Development and Advanced Systems*

Ce groupe a été créé en 1998 dans le but de répondre à des besoins clients spécifiques. Il comptait au départ deux personnes, il en emploie aujourd'hui trente-cinq, qui présentent une palette de compétences techniques et scientifiques diverses et complémentaires. La thèse présentée ici a été effectuée au sein de l'équipe SC-systems, qui travaille en relation étroite avec l'industrie du semi-conducteur.

La philosophie du groupe est d'utiliser les produits fabriqués dans l'entreprise pour créer de nouveaux systèmes à forte valeur ajoutée, adaptés aux technologies actuelles et futures des clients et de leurs équipementiers. Le développement de nouveaux marchés est donc une composante

importante de l'activité du groupe, au même titre que la recherche appliquée faite dans le cadre de collaborations.

Ces collaborations sont établies avec les acheteurs potentiels du système à développer. Ceux-ci peuvent être des industriels ou des centres de recherche publique. On compte parmi les industriels des fabricants de semi-conducteurs (ST, Phillips, AMD) et des équipementiers (LAM, Tokyo Electron, Applied Materials), et parmi les organismes publics le CEA (Léti), CNRS et des universités (Université de Savoie, de Karlsruhe)

Il existe différents cadres à ces contrats de collaboration. Le Conseil Régional comme, au niveau national, la Direction Générale de l'Industrie des Technologies de l'Information et des Postes, sont des pourvoyeurs de fonds pour des projets impliquant des entreprises françaises. Les projets RECMES (Recherche Coopérative en Microélectronique Silicium) en sont un exemple. Au niveau européen, le programme MEDEA (*Micro-Electronics Developments for European Applications*) vise à maintenir la compétitivité et l'indépendance de l'industrie microélectronique européenne.

Le groupe *Business Development and Advanced Systems* permet à l'entreprise d'être en contact scientifique étroit avec ses clients et de se maintenir à la pointe de l'innovation.

B Le vide et les pompes

B1 - Les vides, les pompes

Une pompe à vide se distingue d'une pompe à vélo en cela qu'elle ne remplit pas une chambre d'air mais qu'elle l'en extrait. L'industrie utilise le vide dans de très nombreuses applications, l'une des principales étant la microélectronique, présentée plus loin. Le vide industriel varie d'une application à l'autre : il est plus ou moins poussé. On le quantifie grâce à une grandeur physique, la pression.

B1-1 La pression

Dans ce document il est souvent question de gaz. Le gaz est un état de la matière, le troisième après les états solide et liquide, pour lequel les éléments constitutifs de la matière (atomes et molécules) sont désordonnés, éloignés les uns des autres et constamment en mouvement. On associera à la notion de gaz celle de plasma, quatrième état de la matière, qui n'est autre qu'un gaz ayant reçu assez d'énergie (sous forme thermique ou électromagnétique) pour que ses constituants soient dissociés en ions et électrons.

La théorie cinétique des gaz permet de comprendre les phénomènes relatifs aux gaz. Cette théorie établit le lien entre le comportement des molécules d'un gaz et les grandeurs macroscopiques qui le caractérisent. Les deux grandeurs qui viennent immédiatement à l'esprit sont la température et la pression, liées l'une comme l'autre à la vitesse moyenne des molécules.

Considérons une enceinte renfermant un gaz. Les molécules de ce gaz heurtent les parois de l'enceinte de façon élastique, c'est à dire qu'il n'y a pas de perte d'énergie pour le gaz. Quand une molécule rebondit sur une paroi, elle subit un changement de quantité de mouvement :

$$\Delta p = 2mv_z \quad \text{Équation 1}$$

avec m la masse de la molécule et v_z la composante de la vitesse de la molécule selon la normale à la paroi. Comme la quantité de mouvement est conservée lors d'un choc élastique, la paroi sur laquelle a rebondi la molécule reçoit cette même impulsion Δp . La pression P est alors définie comme étant l'impulsion totale reçue par unité de temps – c'est à dire la force – et de surface, somme des impulsions de toutes les molécules de toutes vitesses v_z . On peut écrire, après quelques calculs [1] :

$$P = \frac{1}{3} n m \bar{v}^2 \quad \text{Équation 2}$$

avec n le nombre de molécules par unité de volume et \bar{v} la vitesse moyenne d'une molécule.

La température T, elle, est définie comme associant à l'énergie cinétique de chaque degré de liberté de translation la valeur $\frac{1}{2}kT$ où k est la constante de Boltzmann. On écrit alors :

$$\frac{1}{2}m\bar{v}^2 = \frac{3}{2}kT \quad \text{Équation 3}$$

et en combinant les deux dernières équations, on obtient la loi des gaz parfaits :

$$P = nkT \quad \text{Équation 4}$$

ou sous sa forme macroscopique, utilisant n_M le nombre de moles, V le volume contenant ce nombre de moles, et $R = N_A \cdot k$, N_A étant le nombre d'Avogadro :

$$PV = n_M RT \quad \text{Équation 5}$$

Cette équation reliant pression et température intervient très souvent dans les raisonnements sur les basses pressions, car à basse pression les gaz se comportent comme des gaz parfaits.

L'unité officielle de pression est le Pascal (Pa), qui correspond à une force de 1 Newton répartie sur un mètre carré (1 Nm^{-2}). Une atmosphère vaut 101 300 Pa, ou encore 1,013 Bar, soit 1 013 mBar, unité que l'on retrouve souvent dans les industries utilisant le vide. 1 mBar vaut 100 Pa. Les unités utilisées dans ce document sont néanmoins le torr et le millitorr (mtorr) particulièrement utilisées pour les équipements semi-conducteurs sous vide. Un torr vaut 133 Pa.

On distingue plusieurs niveaux de vide :

- le vide grossier se situe entre 100 et 1 torr,
- le vide moyen entre 1 et $1 \cdot 10^{-3}$ torr,
- le vide poussé entre 10^{-3} et 10^{-7} torr,
- l'ultravide à moins de 10^{-7} torr.

B1-2 Quelle pompe pour quel vide?

Une pompe à vide évacue les gaz d'une enceinte et maintient la pression dans l'enceinte à un niveau donné. On peut soit chercher à vider l'enceinte au maximum des capacités de la pompe – ce qui s'appelle atteindre la pression limite ou vide limite de la pompe – afin de nettoyer cette enceinte par le vide, soit on injecte un flux continu dans l'enceinte tout en la pompant afin que s'y déroulent des réactions physico-chimiques à basse pression. On choisit donc une pompe en fonction de la pression que l'on souhaite atteindre et en tenant compte du flux que l'on prévoit d'injecter.

La formule récurrente quand il s'agit de pomper relie la pression P dans l'enceinte et le flux injecté θ à la vitesse de pompage S:

$$\theta = P * S \qquad \text{Équation 6}$$

Cette formule correspond à la situation d'équilibre obtenue lorsque le flux injecté est égal au flux évacué de l'enceinte. S s'exprime en litres par seconde (L/sec) ou en mètres cube par heure et θ en mBar.L/sec ou en sccm. La signification de cette unité est expliquée plus loin.

Les pompes à vide se divisent en deux grandes catégories : les pompes primaires et les pompes secondaires. Une pompe primaire est capable d'aspirer des gaz et de les rejeter à pression atmosphérique. On dit que le refoulement de la pompe est à l'atmosphère. Les pompes secondaires doivent, pour fonctionner, avoir leur refoulement à basse pression. On dispose donc généralement une pompe primaire au refoulement d'une pompe secondaire. La primaire permet de faire chuter la pression jusqu'à un vide grossier (de l'ordre du torr) voire moyen s'il n'y a pas ou peu de flux injecté dans l'enceinte, puis la pompe secondaire assure le maintien d'un vide moyen ou poussé en fonction, là aussi, du flux injecté.

Les pompes secondaires sont de plusieurs types : les pompes turbomoléculaires (10^{-9} à 10^{-10} torr en vide limite), les pompes moléculaires MDP (10^{-7} torr), les pompes hybrides ATH et les pompes à diffusion de vapeurs d'huile PAD (10^{-9} torr). La pompe secondaire utilisée pour cette étude est une pompe turbomoléculaire hybride.

Les ATH1300M (*Alcatel Turbomolecular Hybrid Magnetic* de 1300L/sec) associent les avantages d'une pompe turbomoléculaire multi-étagée avec ceux d'un étage moléculaire en hélice pour améliorer le vide ultra-poussé et la technologie ultra-propre. Elles sont constituées par un empilage de disques à ailettes alternativement mobiles et fixes et ne fonctionnent qu'en vide moyen ou inférieur.

Les molécules arrivent jusqu'à l'orifice d'aspiration de la pompe et viennent percuter les ailettes des disques, le vecteur vitesse est alors donné par la vitesse de rotation très élevée du rotor (ensemble mobile formé par le rotor turbomoléculaire et l'arbre). Les molécules descendent de proche en proche en créant ainsi un effet de pompage. Le rotor est entraîné par le moteur et maintenu en suspension par des champs magnétiques créés par des électro-aimants situés dans les paliers magnétiques. La Figure 2 représente le schéma de coupe verticale de l'ATH1300M.

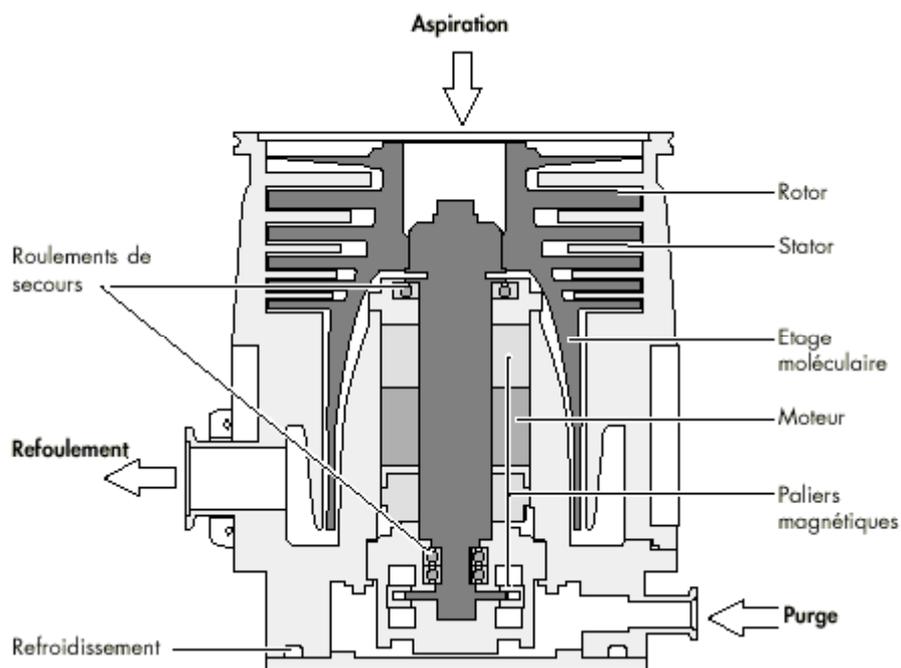


Figure 2 : Schéma d'une pompe turbomoléculaire ATH1300M (document ADIXEN)

Les étages turbomoléculaires procurent de grandes vitesses de pompage et un vide limite poussé. L'étage inférieur est à une pression accessible à un étage moléculaire (pompe hybride). Les étages moléculaires procurent un haut taux de compression (rapport entre la pression au refoulement et à l'aspiration) et élargissent la tolérance de pression de refoulement à 1 torr. La Figure 3 montre, dans le cas où un flux est injecté, l'évolution de la pression à l'aspiration en fonction de celle au refoulement.

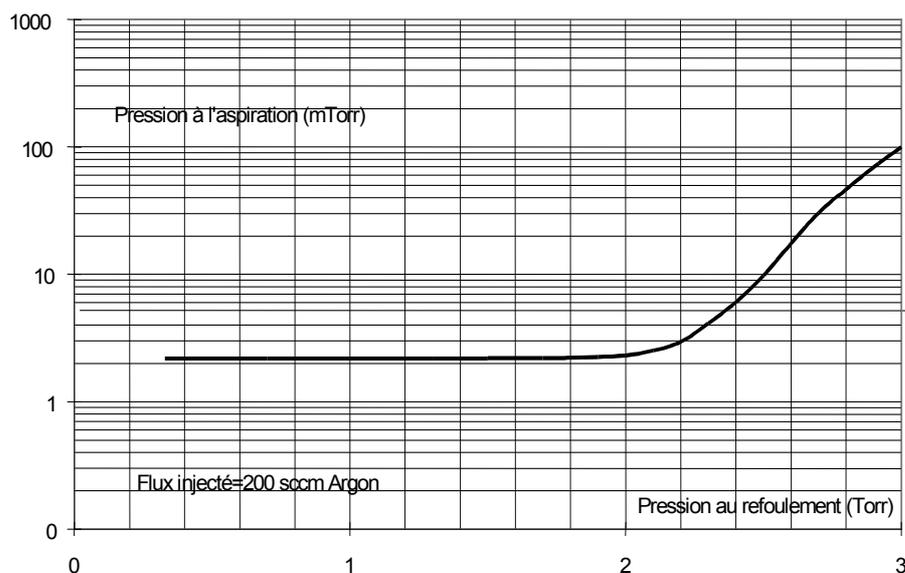


Figure 3 : caractéristique constructeur de la pression à l'aspiration en fonction de la pression de refoulement pour l'ATH1300M

Au refoulement, les gaz sont évacués vers l'atmosphère par une pompe primaire. Le taux de compression de l'ATHM étant fixé par conception, le vide limite de l'ATHM est donné par celui de la pompe primaire utilisée.

Il existe deux types de pompes primaires. Les premières pompes apparues étaient les pompes primaires à palettes. Ces pompes sont lubrifiées à l'huile et refoulent à la pression atmosphérique.

Depuis la miniaturisation de l'électronique, les fabricants de composants ont eu besoin de pompes de plus en plus propres. Pour s'affranchir des remontées de particules d'huile des pompes primaires, les constructeurs ont créé les pompes sèches. Ce sont des pompes de type Roots. Une pompe Roots est une pompe simple et robuste, sèche et capable de pomper des flux particulièrement élevés pour des pressions comprises entre 10^{-3} et 10 torr. Les pompes de la série ADP sont des pompes Roots multi-étagées qui ont le même principe de fonctionnement qu'un Roots, mais avec plusieurs étages en série sur une même ligne d'arbre. Ils sont reliés entre eux par des canalisations inter-étages.

Ce type de pompes sèches est destiné essentiellement aux industries de la micro-électronique (STMicroelectronics, IBM,...) qui imposent des contraintes sévères [2][3]. Parmi les différents produits proposés par ADIXEN, l'ADP100 est la pompe utilisée dans le cadre de cette étude.

Les avantages de l'A100 sont la réduction de la taille, le faible coût, les hautes performances (vitesse de pompage et pression limite), la diminution de l'intensité sonore et une économie d'énergie. Il s'agit d'une pompe à pistons rotatifs. Deux rotors de forme identique tournent dans un stator en sens inverse l'un de l'autre, sans contact entre eux, et sans contact avec le stator. Les deux rotors ont une forme approximative de haricot et sont synchronisés par un couple d'engrenages, les jeux de fonctionnement sont de l'ordre de 1/10mm. La

Figure 4 représente le schéma d'une coupe verticale d'une pompe primaire de type Roots.

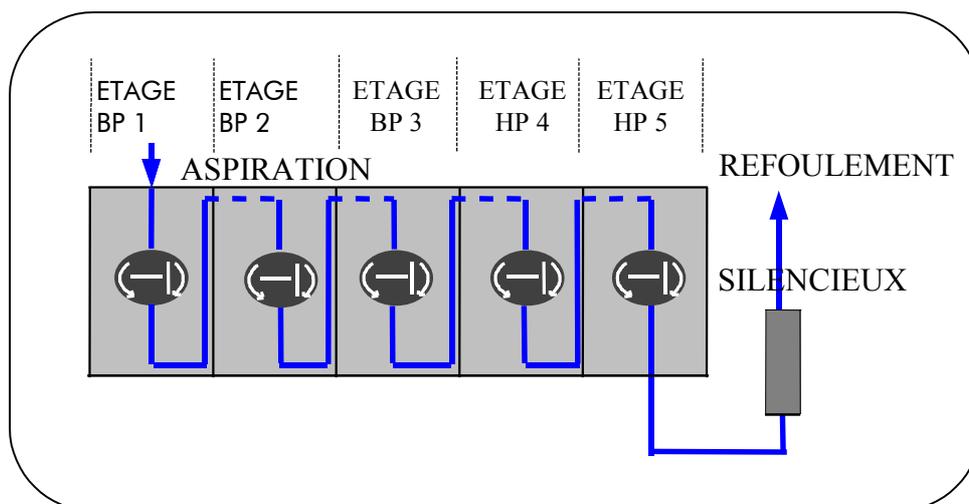


Figure 4 : Schéma de fonctionnement d'une pompe Roots

Le moteur qui entraîne les rotors est asynchrone, la vitesse de rotation maximale de la pompe est de 6000 tour/min, ce qui correspond au mode de fonctionnement normal de la pompe. L'étanchéité étant réalisée sans joint d'huile, les fuites internes sont importantes.

Alors que la vitesse de pompage d'une pompe secondaire dépend de son taux de compression et de la vitesse de pompage de la pompe primaire qui lui est associée, il est en revanche plus simple d'établir la courbe de vitesse de pompage d'une pompe primaire puisque sa pression au refoulement reste constante et égale à la pression atmosphérique. Voici celle de l'A100 à 6000 tour/min :

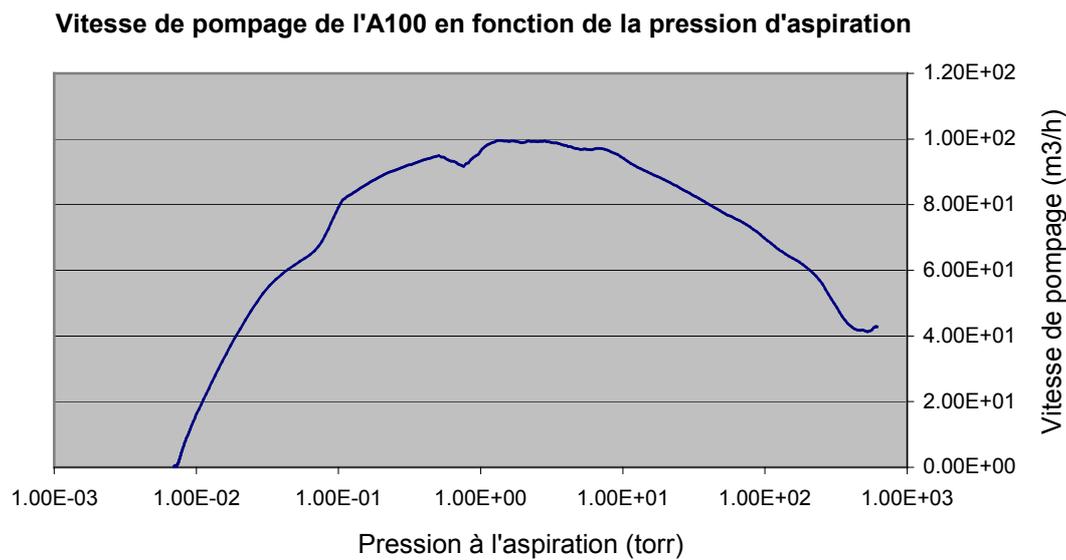


Figure 5 : courbe de pompage de l'A100 (document ADIXEN)

B2 - Le flux, la conductance

B2-1 Les régimes d'écoulement [1]

Le comportement d'un flux de gaz dans une canalisation change avec la pression du gaz, et il est décrit par trois modèles différents appelés régimes.

Pour dire à quel régime appartient quel écoulement, il faut calculer un nombre sans dimension, le nombre de Knudsen K_n , qui est le rapport entre le libre parcours moyen λ d'une molécule du gaz – c'est à dire la distance moyenne que parcourt une molécule avant de rentrer en collision avec une autre molécule – et d la dimension caractéristique de l'enceinte où se trouve la molécule en question – le diamètre dans le cas d'une canalisation circulaire.

$$K_n = \frac{\lambda}{d} \quad \text{Équation 7}$$

Selon la valeur de ce nombre, l'écoulement du gaz sera soit moléculaire, soit continu (on dit aussi visqueux), soit intermédiaire entre les deux. Le flux moléculaire existe lorsque le libre parcours moyen λ est supérieur aux dimensions de l'enceinte, auquel cas une molécule du gaz aura plus de chance de heurter une paroi que d'entrer en collision avec une autre molécule. Le flux continu correspond à la situation opposée, quand les collisions entre molécules sont plus fréquentes que celles avec les parois. L'écoulement du gaz est alors décrit par les lois de l'hydrodynamique. Enfin le régime intermédiaire correspond à la transition, peu marquée, entre les deux régimes.

La valeur de λ est intimement liée aux propriétés physiques du gaz considéré telle que la masse molaire M_m et la viscosité η , ainsi qu'aux conditions de température et de pression :

$$\lambda = \frac{\eta}{P} \sqrt{\frac{\pi RT}{2 M_m}} \quad \text{Équation 8}$$

Pour de l'air à 20°C, avec d en cm et P en torr, on obtient :

$$K_n = \frac{0.005}{Pd} \quad \text{Équation 9}$$

Comme indiqué dans le paragraphe précédent, les pompes utilisées dans le cadre de cette étude sont une pompe primaire sèche de type Roots combinée à une pompe turbomoléculaire hybride. Cette dernière est généralement fixée à une enceinte de 20 cm de diamètre dans laquelle la pression varie de 1 à 100 mtorr, et les canalisations qui relient les deux pompes entre elles sont au minimum de 4 cm de diamètre, avec une pression de 0.5 à 3 torr à l'intérieur.

La figure suivante situe les domaines de cette étude par rapport aux régimes d'écoulement.

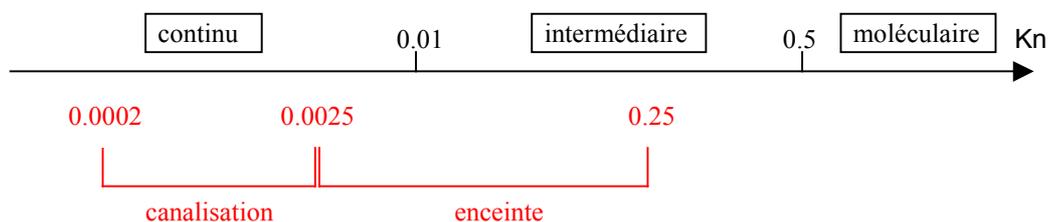


Figure 6 : domaine d'étude par rapport aux régimes d'écoulement

Ainsi, les travaux menés n'ont jamais impliqué d'écoulement moléculaire, bien qu'une pompe turbomoléculaire permette d'obtenir de tels écoulements. Il y a toujours eu suffisamment de flux injecté dans l'enceinte pour que le régime soit intermédiaire ou continu.

B2-2 La conductance

Knudsen fut le premier à établir un parallèle entre les écoulements gazeux et l'électricité, avec la notion d'impédance associée aux canalisations, car elles permettent le passage du flux jusqu'à un certain point, comme un fil conducteur oppose sa propre résistance au courant électrique. On se sert plutôt de la notion de conductance C définie par la relation :

$$C = \frac{\theta}{P_a - P_b} \quad \text{Équation 10}$$

où P_a est la pression en amont et P_b celle en aval dans une canalisation. La conductance a la même dimension que la vitesse de pompage, elle s'exprime en L/sec. La conductance de plusieurs éléments de canalisations se calcule en faisant la somme des inverses des conductances de chaque élément :

$$\frac{1}{C} = \frac{1}{C_1} + \frac{1}{C_2} + \frac{1}{C_3} + \dots \quad \text{Équation 11}$$

La vitesse de pompage d'une enceinte par une pompe est affectée par la conductance des canalisations qui la relie à la pompe. Plus la conductance est faible, plus la vitesse de pompage réelle, S_r est inférieure à la vitesse de pompage propre S de la pompe, donnée par le constructeur, et valable immédiatement à l'aspiration. La relation entre ces deux vitesses de pompage et les pressions P_a dans l'enceinte et P_b à l'aspiration de la pompe s'écrit :

$$P_a S_r = P_b S \quad \text{Équation 12}$$

La vitesse de pompage réelle est donc la vitesse de pompage divisée par $K_p = \frac{P_a}{P_b}$ qui s'écrit aussi :

$$K_p = 1 + \frac{S}{C} \quad \text{Équation 13}$$

La conductance C est une grandeur importante lorsqu'il est question de prévoir quelle sera la pression dans une enceinte. Le calcul de la conductance est un vaste problème. Elle dépend du type de régime et du type d'écoulement dans ce régime – en effet, pour le régime continu, on distingue trois types d'écoulements, laminaire, turbulent et compressible – et pour chaque cas de figure, elle est directement liée à la géométrie de l'installation, à la présence de restrictions ou d'obstructions telles que les coudes.

Dans le cadre du recyclage des gaz fluorés, l'équation 10 a été largement exploitée, dans une approche expérimentale. Mais en ce qui concerne la modélisation de la dynamique d'un groupe de pompage, le calcul théorique impliquerait de dériver par rapport à la pression et au flux les équations exprimant la conductance, qui changent selon la géométrie de l'installation et les régimes d'écoulement. C'est bien trop compliqué, et donc indésirable dans le cadre d'une application industrielle. Aussi les théories sur les conductances en régimes continus ou intermédiaires ne sont-elles pas développées ici.

B2-3 Notions techniques concernant le flux

Dans le domaine des basses pressions, il est pratique d'exprimer la quantité de gaz comme le produit de la pression par le volume. Le flux est la dérivée de ce produit par rapport au temps, et dans le cas d'un pompage à l'équilibre de pression on a :

$$\theta = \frac{d(PV)}{dt} = P * \frac{dV}{dt} = PS \quad \text{Équation 14}$$

Ainsi, alors qu'intuitivement on aurait tendance à exprimer le flux en molécules (ou en moles) par seconde, l'unité choisie est le Pa.m³/sec, c'est dire le N.m/sec qui n'est autre que le Watt. La microélectronique utilise une unité un peu différente, le sccm. Un sccm est un débit de 1 cm³ de gaz par minute, à pression atmosphérique et à température standard, soit 1/60 mbarr.L/sec à température standard. On utilise aussi le slm, *standard litre per minute*, avec 1 slm = 1000 sccm.

Afin de contrôler le flux injecté et de connaître sa valeur, on utilise le débitmètre thermique ou *Mass Flow Controller* (MFC) [4]. Le principe est un élément chauffant placé entre deux puits de chaleur situés à l'extrémité d'un tube mince :

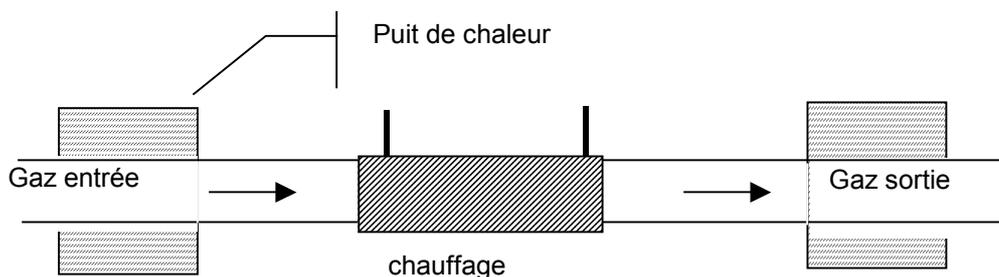


Figure 7 : schéma de principe du contrôleur de débit massique

Si la vitesse d'écoulement reste faible, la chaleur se propage par conduction dans le tube et dans chaque section, la température du gaz est égale à la température de la paroi. En l'absence de débit, le profil de température est parfaitement symétrique. Lorsqu'un débit est créé, il y a refroidissement

de la partie amont, réchauffement de la partie aval, et l'écart de température entre deux points situés à égale distance du plan de symétrie est proportionnel au débit massique et ne dépend que de la chaleur spécifique du gaz.

B2-4 Pression en régime transitoire

On peut distinguer deux situations se rapportant aux régimes transitoires de pression : la descente en vide dans une enceinte, quand on pompe pour extraire les gaz de l'enceinte et faire passer la pression de l'atmosphère au vide limite de la pompe [5], et la situation où une fois un équilibre de pression atteint, la vitesse de pompage ou le flux injecté sont modifiés, ce qui a une incidence sur la pression. On s'intéresse ici à ce deuxième cas de figure, qui correspond précisément à ce qui se passe lors de la fabrication d'un CI.

L'équation différentielle qui régit le comportement de la pression $P(t)$ en dynamique, pour une enceinte de volume V – on fait l'hypothèse que la pression est uniforme à l'intérieur – dans laquelle un flux θ de gaz est introduit en permanence, est la suivante :

$$\theta \cdot dt - P \cdot S \cdot dt = V dP \quad \text{Équation 15}$$

Dans le cadre de cette étude, on s'intéresse à des variations de la pression $P(t)$ dues à des variations de la vitesse de pompage $S(t)$ ou à des variations de flux $\theta(t)$. Pour des variations de vitesse de pompage, l'équation 15 s'écrit :

$$\frac{dP(t)}{dt} = - \frac{P(t) \cdot S(t) - \theta}{V} \quad \text{Équation 16}$$

avec $\theta(t) = \theta$ constant. La solution à cette équation, ainsi que celle relative à une variation de flux, est développée dans l'ANNEXE 1. On obtient :

$$P(t) = \left(\frac{\theta}{V} \cdot \int_0^t e^{\int_0^\alpha \frac{S(\epsilon)}{V} d\epsilon} d\alpha + P(0) \right) \cdot e^{-\int_0^t \frac{S(\epsilon)}{V} d\epsilon} \quad \text{Équation 17}$$

$$P(t) = \left(\frac{1}{V} \cdot \int_0^t \theta(\alpha) e^{\int_0^\alpha \frac{S}{V} d\alpha} d\alpha + P(0) \right) \cdot e^{-\int_0^t \frac{S}{V} dt} \quad \text{Équation 18}$$

pour une variation de vitesse de pompage et de flux respectivement. Soumis à une variation en échelon, les deux équations conduisent au même résultat :

$$P(t) = \frac{\theta}{S} + \left(P(0) - \frac{\theta}{S} \right) \cdot e^{-\frac{S}{V}t} \quad \text{Équation 19}$$

ce qui correspond à un premier ordre.

Cependant, il n'est pas possible de réaliser des échelons de vitesse de pompage, on ne peut que s'en approcher en effectuant des variations de vitesse de rotation de la pompe aussi brutales que possible. De même, un changement de consigne de flux adressé à un MFC n'aura pas comme résultat un échelon pur de flux injecté dans la chambre.

Les réponses à ces commandes sont en fait retardées et ressemblent davantage à des seconds ordres. Elles dépendent de paramètres que l'on ne maîtrise pas, comme les phénomènes de propagation du changement de pression dans un flux. C'est pourquoi une approche expérimentale a été préférée à une approche théorique pour modéliser le comportement dynamique du groupe de pompage.

C La régulation de pression

C1 - L'utilisation du vide pour la microélectronique

C1-1 La microélectronique [6]

Pendant la première moitié du 20^{ème} siècle, l'électronique permet le développement de la téléphonie et de la transmission radio. Les composants qu'elle utilise sont chers, encombrants et peu fiables, comme la lampe triode, composant majeur de tous les circuits électroniques et unique moyen, à cette époque, d'amplifier le courant électrique. Mais en 1948, trois chercheurs des *Bells Laboratories* inventent le transistor, composant fiable et de faible coût, qui permet d'amplifier le courant ou de le stopper, et dont le principe repose sur les propriétés semi-conductrices de l'élément germanium. Le transistor illustre les grandes avancées qu'a connues la Physique au cours des décennies précédant sa découverte: la Mécanique Quantique, avec la théorie des bandes et des scientifiques comme Schrödinger ou Pauli, et la Physique Statistique, avec la distribution en énergie des électrons et les noms de Einstein et Dirac qui lui sont, entre autres, associés. Les découvertes théoriques permettent désormais de comprendre le comportement de la matière condensée vis-à-vis de la chaleur, du son, et du courant électrique.

Si le mot transistor passe ensuite dans le langage courant pour désigner un poste de réception radio, l'application principale de ce nouveau composant électronique provient de sa synergie avec une autre invention. En 1945 John von Neumann invente la forme moderne du programme enregistré, pour laquelle les données et les instructions pour leur traitement sont écrites sous la même forme, leur donnant la possibilité d'être manipulées par la même machine. Le transistor trouve dans cette application le terrain pour un essor sans précédent dans l'histoire des inventions, tant au niveau de la quantité produite que des progrès dans les méthodes de fabrication. En effet, les systèmes numériques requièrent un nombre très élevé de transistors : une simple calculette en a besoin de 100 fois plus qu'un téléviseur.

La nécessité de compacter les composants électroniques et leurs interconnexions pour réduire le coût et la place des machines de calcul électroniques a conduit à la fabrication des circuits intégrés vers la fin des années 1950. Texas Instrument commercialise alors le premier transistor au silicium, associé sur une plaquette à des dizaines d'autres composants. Il lui donne le surnom de *chip*. La puce électronique est née. La taille de ces grosses machines de calcul, les ordinateurs, n'aura alors de cesse de diminuer. La stratégie est simple : mettre le maximum de composants et de connexions dans un circuit intégré pour diminuer les coûts et la consommation, et augmenter la vitesse de calcul. L'industrie de la microélectronique permettra l'évolution exponentielle des capacités de calcul et de mémoire des ordinateurs.

Les techniques utilisées pour fabriquer les CI ne requièrent plus, comme il y a 50 ans, l'intervention humaine directe, avec câblage et soudure. Le support de base sur lequel sont

construites les puces est un disque de silicium mono cristallin appelé *wafer* (Figure 8 à gauche) ou plaquette, et dont la taille atteint aujourd'hui 300mm de diamètre. En moyenne 70 opérations sont nécessaires pour construire plusieurs centaines de puces sur une plaquette vierge, et 30% de ces opérations impliquent les technologies du vide. Lorsque toutes les opérations ont été réalisées, les puces sont testées, découpées, câblées et encapsulées pour constituer le produit fini présenté en Figure 8 à droite :

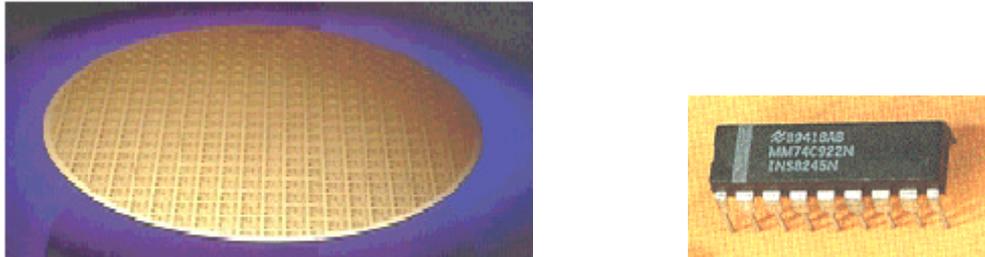


Figure 8 : photographie d'une plaquette de silicium après procédés et du produit fini

Un CI est en fait un édifice de quelques dizaines de microns d'épaisseur, déposé sur la plaquette de silicium. Les techniques utilisées pour réaliser cet édifice sont précisément celles qui se font sous vide, et pour lesquelles ce travail de thèse a été effectué. Il s'agit de déposer des couches d'isolant, de semi-conducteur, de métal et de résine photosensible, et de les graver partiellement selon des dessins reproduits par photolithographie. C'est par ces moyens-là que naissent les composants électroniques et leurs interconnexions. Les étapes de dépôt assurent l'apport de matière et le dopage des semi-conducteurs, celles de photolithographie permettent de dessiner sur les couches déposées le négatif des structures du CI, et les étapes de gravure enlèvent la matière en trop, ne laissant que les composants, les isolants qui les séparent et les pistes métalliques qui permettent la circulation du courant électrique.

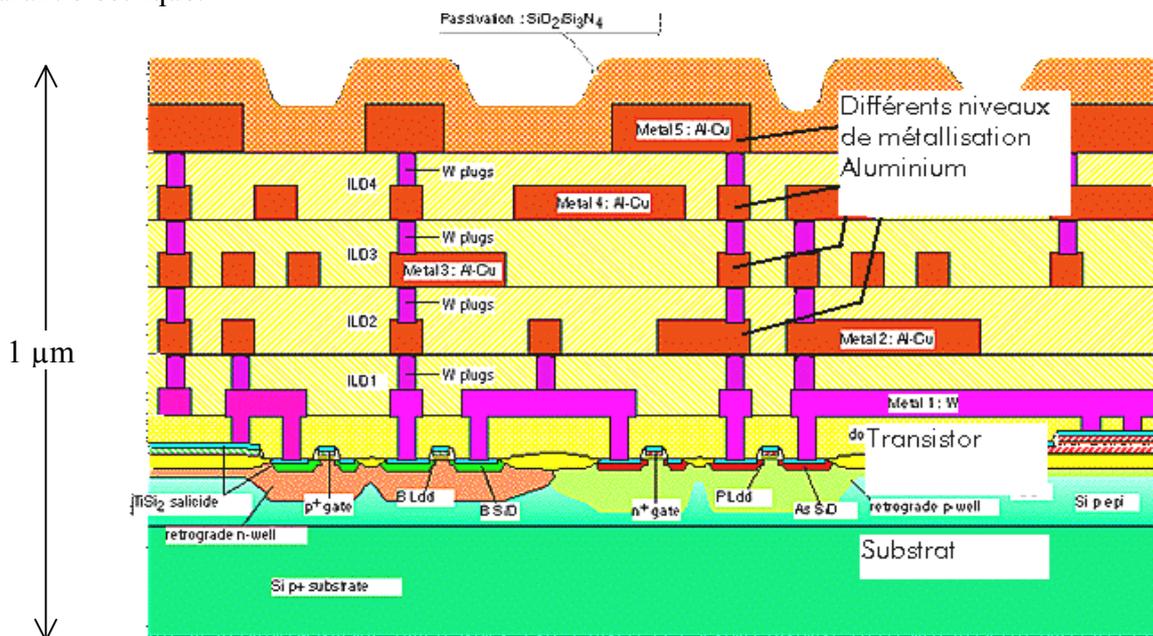


Figure 9 : schéma en coupe d'une puce électronique (support CD ROM Silicapolis)

L'apport de matière à déposer, ainsi que l'apport des espèces assurant la gravure partielle de ce qui est déposé, se fait grâce à l'injection de gaz et à des pressions qui imposent l'utilisation d'un pompage secondaire (cf B1-2). Ces gaz dits précurseurs sont très souvent craqués par plasma afin que soient libérées les espèces actives pour le dépôt ou la gravure. Ces réactions ont lieu dans un volume de l'ordre d'une dizaine de litres, appelé chambre de procédés ou réacteur. Une fois la plaquette introduite dans la chambre de procédés, elle subit une succession d'actions caractérisées par telle injection de tel gaz de procédé, à telle pression, avec ou sans allumage de plasma : cet ensemble d'actions – typiquement une dizaine - visant à réaliser une seule étape dans la fabrication du CI, est appelé une recette. ADIXEN vend des pompes à l'industrie de la microélectronique afin d'évacuer les gaz de procédés et de maintenir les basses pressions requises par les recettes pour que les réactions physico-chimiques de fabrication des CI aient lieu.

C1-2 L'asservissement en pression

La configuration standard d'un équipement semi-conducteur nécessitant des pressions de l'ordre de quelques dizaines de mtorr est la suivante:

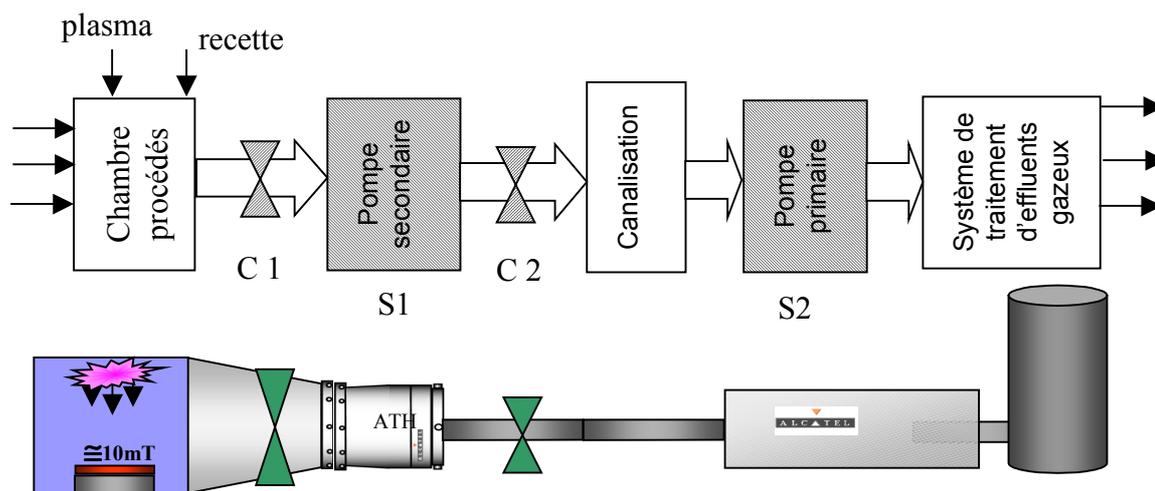


Figure 10 : schéma de la ligne de vide

D'une manière générale, le souci de contrôler au mieux tous les paramètres influençant la fabrication des CI est présent chez les fabricants et leurs équipementiers. La tendance pour l'instrumentation est au plus rapide et au plus précis [7].

Un de ces facteurs à maîtriser est bien sûr la pression : les recettes sont établies au mtorr près. La tâche est particulièrement difficile si l'on considère les variations brutales de pression qui ont lieu dans une chambre de procédés, comme l'allumage du plasma ou les variations brutales de chimie dues aux changements de matériaux lors de la gravure d'une plaquette.

Il s'agit donc d'être en mesure de maintenir la pression dans l'enceinte à une valeur donnée et dans les temps demandés. Pour cela, il faut agir sur le taux d'évacuation des gaz sortant de la

chambre de procédés, indépendamment du flux injecté. L'article de Clark et Sullivan [8] propose trois façons de réaliser le contrôle:

- par la vitesse du moteur de la pompe
- par une vanne tiroir placée dans la canalisation entre la chambre et la pompe
- par un retour de gaz dans la canalisation entre la chambre et la pompe

Pour les deux premiers cas de figure, cela revient à agir directement sur la vitesse de pompage soit en modifiant la vitesse de pompage intrinsèque de la pompe, soit en modifiant la conductance.

Les auteurs déclarent dans cet article que la solution du contrôle de la vitesse de la pompe n'est pas souhaitable car trop lente. La solution retenue par l'industrie est la régulation par vanne, représentée sur la Figure 10 par l'élément C1. Un algorithme de régulation par vanne, propriété du fabricant de vannes VAT, est développé dans l'article de Fisher [9]. Le résultat d'une régulation par vanne sur un procédé de gravure est présenté en Figure 11.

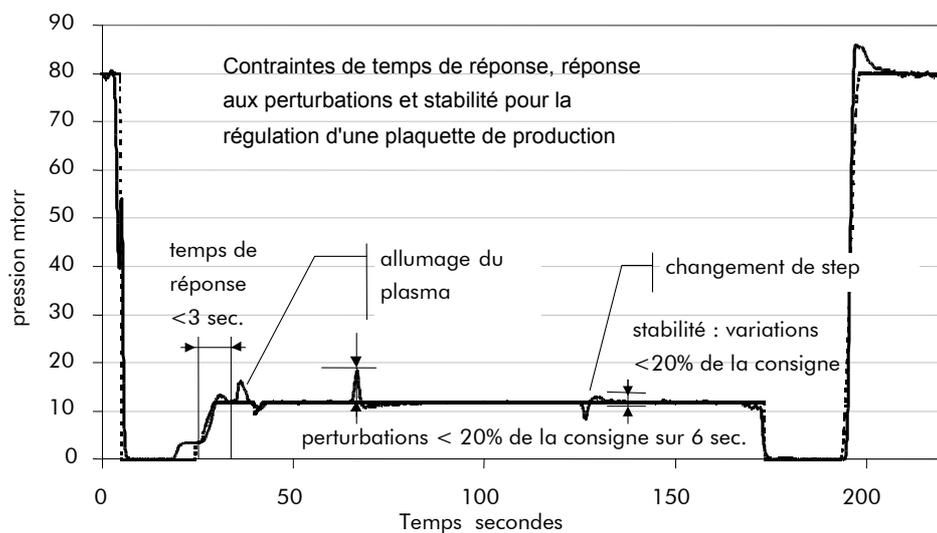


Figure 11 : exigences de la qualité de l'asservissement de pression

D'autres travaux ont été réalisés pour améliorer le temps de réponse des MFC [10].

C1-3 Les défauts tueurs

En raison de son coût, la production des circuits intégrés est tributaire d'un rendement maximum. Cependant, les machines de dépôt ou de gravure ne fonctionnent pas sans arrêt. Après un nombre prédéterminé d'heures de fonctionnement, une machine est arrêtée pour subir une maintenance préventive. Sans cela, les réactions physico-chimiques détériorent les machines et les rendent impropres à la fabrication de CI. Pendant la maintenance, la machine est donc arrêtée pour être nettoyée à l'eau désionisée et à l'alcool isopropylique ultra pur, et les joints sont changés. La

machine est ensuite purgée au moyen d'une centaine de cycles de pompage. L'arrêt est de plusieurs heures et fait chuter la rentabilité de la machine, mais il est indispensable.

En effet, cette maintenance a pour but premier d'éviter la contamination des CI par des particules provenant soit des dépôts qui s'accumulent sur les parois de la chambre de procédés, soit des attaques que ces parois subissent. Les circuits réalisés sur les plaquettes étant de plus en plus petits – une puce supporte aujourd'hui 10^9 transistors – ils sont de plus en plus sensibles aux particules contaminantes.

Les particules contaminantes peuvent provoquer dans les puces des courts-circuits ou autres dysfonctionnements, qui ne seront décelés qu'à la fin, lorsque le produit est fini. On parle de défaut tueur, et leur taille ne cesse de diminuer ($0.07\mu\text{m}$ aujourd'hui).

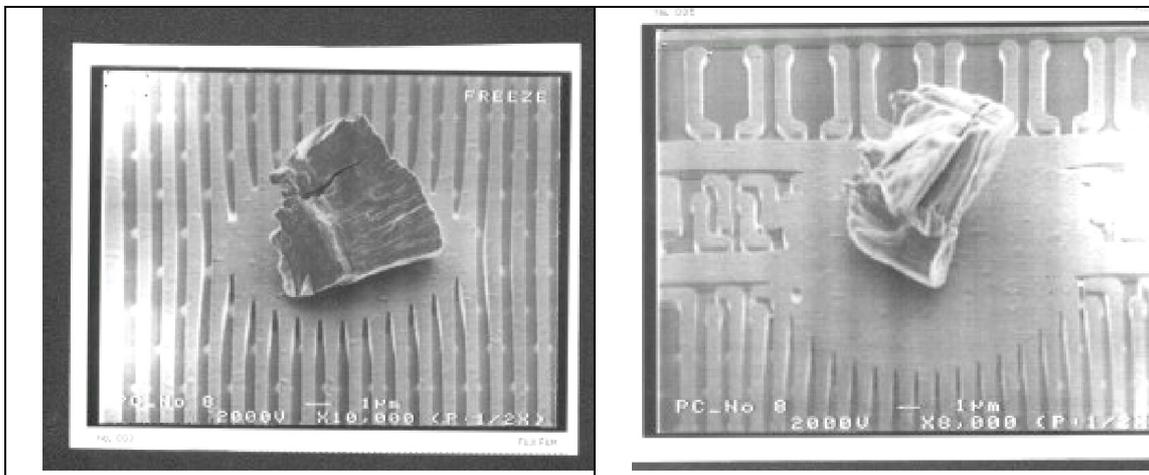


Figure 12 : photographie MEB d'une particule et des zones non gravées par le plasma (document fourni par Altis Semi-conducteurs)

Un autre moyen de limiter cette contamination consiste à faire évoluer les CI au cours de leur fabrication dans une atmosphère contrôlée et très pure, telle qu'on la trouve dans les salles blanches.

Néanmoins, malgré ces efforts d'environnement ultra propre et de maintenance préventive des machines, il existe toujours des particules tueuses qui limitent le rendement. Les mouvements mécaniques de la vanne de régulation de pression présentée en Chapitre 1C1-2 sont une source de contamination, comme l'a montré Gloria Sogan [11].

La volonté de supprimer cette vanne de régulation est à l'origine des recherches de faisabilité sur la régulation de pression par variation de la vitesse de la pompe primaire.

C2 - Régulation de pression par la vitesse de la pompe

Le travail de thèse réalisé par Gloria Sogan [11] est le précurseur de la première partie du travail présenté ici. Sogan a démontré qu'il était préférable, au point de vue de la contamination particulaire, de supprimer la vanne de régulation de pression d'une chambre de procédé, et d'assurer la régulation de pression au moyen de variations de la vitesse de rotation de la pompe sèche primaire du système de pompage associé à la chambre de procédé. Cette démonstration a été réalisée dans le cadre de la gravure aluminium, étape qui sert à construire les connexions électriques entre les composants d'un circuit intégré. L'auteur a pour ce faire démontré la faisabilité d'une telle régulation en apportant des modifications au système standard, puis identifié les caractéristiques statiques et dynamiques du système ainsi modifié, afin de construire un correcteur adapté au procédé de la gravure aluminium. Nous présentons ce travail dans ses grandes lignes.

C2-1 Principe, faisabilité et adaptation

Supprimer la vanne de régulation revient à supprimer le contrôle de la vitesse de pompage par celui de la conductance, et donc celui de la pression dans la chambre de procédés. Pour remplacer la fonction régulatrice de la vanne, ADIXEN s'est proposé d'intervenir sur ses produits, les pompes situées en aval. C'est sur la pompe primaire qu'une action est possible, car la pompe secondaire, avec son rotor à 34 000 tour/min en lévitation magnétique, ne permet pas de variation de vitesse assez rapide pour agir sur la pression dans des temps compatibles avec la production des CI. Ainsi, par une variation de vitesse de pompe primaire, la pression au refoulement de la pompe secondaire est modifiée, ce qui modifie la pression à l'aspiration de la pompe secondaire, c'est à dire dans la chambre de procédés.

Pour réaliser ce principe, il a fallu apporter deux modifications majeures au système de pompage. En effet, ce dernier est constitué par la combinaison de deux systèmes non linéaires, et le principe de régulation de la pression dans la chambre n'est possible que pour une certaine gamme de pression au refoulement de la pompe turbo, et une certaine gamme de vitesse de la pompe primaire.

La première modification apportée au système fut de raccourcir l'étage moléculaire de la pompe turbo pour affaiblir le taux de compression. Cette dégradation volontaire du fonctionnement de la pompe permet de décaler vers la gauche la courbe de pression d'aspiration en fonction de celle du refoulement (Figure 13).

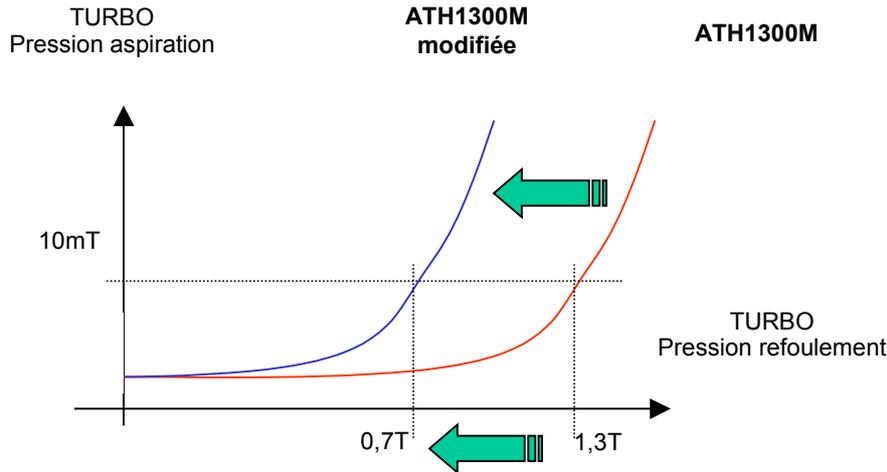


Figure 13 : courbes de pompage des pompes turbomoléculaires modifiée et non-modifiée

Ainsi, il est plus facile d'entrer dans la zone où la pression dans la chambre est sensible à la pression de refoulement. Une trop forte pression au refoulement de la pompe turbo pose en effet un problème vis-à-vis de la condensation des produits de réaction.

En ce qui concerne la pompe primaire, Sogan a constaté qu'à partir d'une certaine limite basse en vitesse de rotation, la pompe devenait non stationnaire, et que les instabilités en pression primaire se répercutaient sur la pression dans la chambre, ce qui n'est pas acceptable au regard des procédés. Comme il n'est pas possible de descendre trop bas en vitesse mais qu'il faut pourtant une pression assez forte au refoulement de la pompe turbo, un flux de dégradation d'azote est injecté au premier étage de la pompe primaire : on le notera θ_{A100} .

Des travaux plus poussés dans ce sens ont été réalisés par Nagase, dans le but de contrôler les concentrations de gaz par la purge de la pompe [12].

Ainsi, on obtient une pression suffisamment élevée avec une vitesse de pompe primaire assez haute pour que la pression reste stable, tout en diluant les produits de réaction dans l'azote, et en conservant les pleines capacités de pompage de la pompe primaire : il suffit de supprimer le flux de dégradation pour atteindre un vide limite poussé.

On observe aussi sur la Figure 14 que pour les grandes valeurs de vitesse de la pompe primaire, une variation de vitesse a peu d'impact sur la pression, ce qui rend la régulation impossible. Le fonctionnement standard d'une pompe A100 est à 6000 tour/min, mais pour la régulation par vitesse, la plage efficace se situe grosso modo entre 3500 et 5000 tour/min.

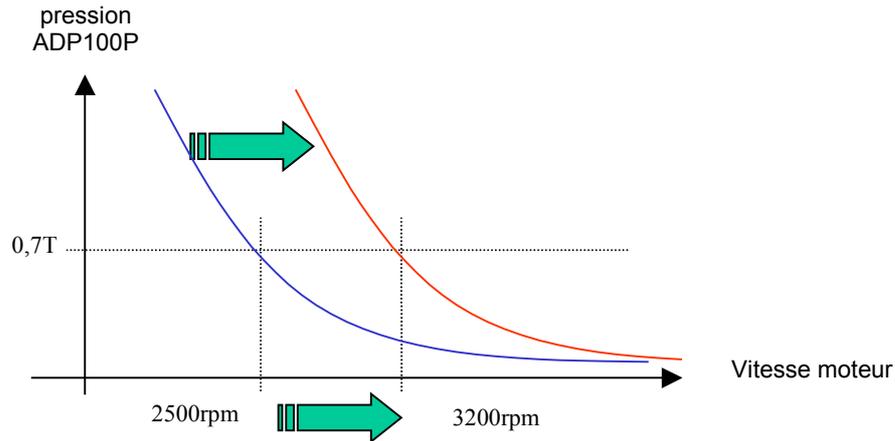


Figure 14 : modification de la capacité de pompage primaire par flux de dégradation

C2-2 Identification

Le travail d'identification mené par Sogan lui a permis de construire un modèle de comportement du procédé de gravure aluminium, modèle dont les variables sont la pression et le flux d'injection dans la chambre, la nature de ce flux – c'est à dire de quel gaz il s'agit – ainsi que le flux de dégradation de la pompe primaire et la longueur de la canalisation.

L'étude a mis en évidence la non linéarité de la pression en fonction de la vitesse de la pompe primaire ; cette caractéristique statique est elle-même non linéairement dépendante des autres facteurs, comme par exemple avec la quantité de flux injecté dans la chambre :

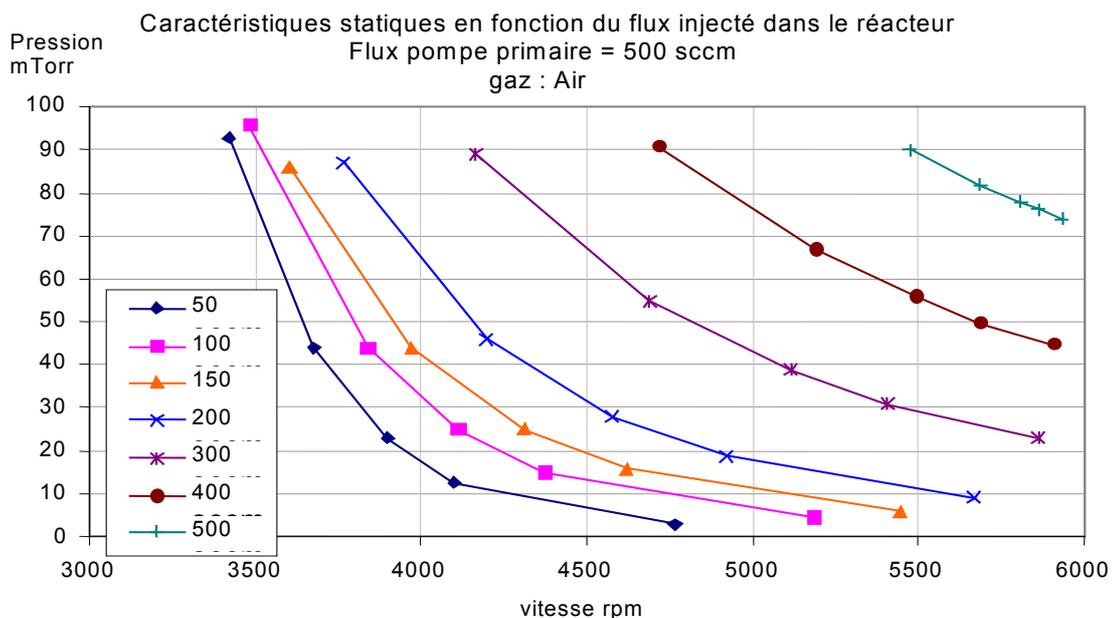


Figure 15 : caractéristiques statiques de la pression en fonction de la vitesse pour différents flux

On peut voir que pour rester dans la gamme utile de pression – entre 0 et 100 mtorr – la caractéristique pression / vitesse se déplace vers les vitesses plus élevées de rotation de la pompe avec l'augmentation du flux. Ce décalage n'est pas une simple translation car la forme de la caractéristique évolue également. Les courbes tendent à se resserrer lorsque le débit diminue : à vitesse constante, l'évolution de la pression n'est pas proportionnelle au débit. L'étude du comportement statique du système a mis en évidence ces non-linéarités et l'existence d'interactions entre les facteurs.

L'intérêt s'est aussi porté sur le comportement dynamique du procédé. Dans l'optique d'un système industrialisé, il était souhaitable que l'identification de la dynamique puisse être réalisée sur le système client, donc par le logiciel utilisé pour la régulation. Pour la simplicité de ce logiciel, ce sont des méthodes d'identification simples qui ont été retenues : la méthode des moindres carrés et celle du plan semi-log. Ces méthodes permettent de créer un modèle à partir de la réponse en pression à un échelon de vitesse de pompe. Les résultats ont montré qu'un modèle d'ordre 2 retardé était acceptable pour la fonction de transfert du procédé [13] :

$$G(p) = \frac{Ke^{(-Rp)}}{(1 + \tau_1 p)(1 + \tau_2 p)} \quad \text{Équation 20}$$

avec

- K : gain (en torr/(tour/min))
- R : retard pur
- τ_1 : première constante de temps
- τ_2 : seconde constante de temps

Ces quatre paramètres ont été étudiés en fonction des quatre facteurs pression, flux θ , flux de dégradation θ_{A100} et longueur de la canalisation, pour des plages de variation représentatives du procédé de gravure aluminium. Le Tableau 1 rend compte de ce modèle global du comportement dynamique du système de pompage. Les valeurs constantes correspondent au centre du domaine d'étude, c'est à dire au centre des intervalles de variation des quatre facteurs ou paramètres. Ces résultats ont servi de référence pour la synthèse d'une structure de commande.

	Pression [10-90 mtorr]	Flux [50-500 sccm]	Flux de dégradation [100-900 sccm]	Longueur cana [110-620 cm]
K = -0.06 torr/(tour/min)	± 0.05	± 0.05	± 0.4	± 0.05
R = 500 msec	± 300	± 300	± 200	± 100
τ_1 = 500 msec	± 200	± 200	± 200	± 400
τ_2 = 150 msec	± 0	± 500	± 600	± 500

Tableau 1 : état de l'art pour l'identification du comportement dynamique de la pression secondaire par rapport à la commande de vitesse de la pompe primaire

C2-3 Régulation et cartographies

Une fois achevé le travail d'identification s'est posée la question du correcteur. Nous avons vu au Chapitre 1C1-2 l'importance de la régulation en pression au regard des procédés physico-chimiques.

Le choix s'est porté sur un correcteur proportionnel intégral (PI). Pour un modèle d'ordre 2 retardé, bien identifié autour d'un point de fonctionnement, un correcteur réglé pour un modèle d'ordre 2 non retardé équivalent – c'est à dire en associant le retard à la petite constante de temps – donne de bons résultats, pour des petits changements de consigne et vis-à-vis des perturbations. Le correcteur est discrétisé avec l'approximation de Tustin.

Les problèmes commencent lorsque le point de fonctionnement change de façon importante, ce qui arrive systématiquement plusieurs fois au cours d'une recette. Pour passer d'un point de fonctionnement 1 à un point de fonctionnement 2 éloigné de 1, le correcteur réglé pour 1 devient inadapté autour de 2. Il s'ensuit un temps de mise à l'équilibre autour de 2 trop long, voire l'instabilité du système dans le pire des cas. La compensation du point de fonctionnement a été une première méthode pour éviter ce problème.

Pendant l'installation du système sur un équipement semi-conducteur, la caractéristique statique, ou cartographie, propre à une étape de la recette – elle dépend du flux et de la nature du gaz utilisé pour l'étape considérée – est enregistrée dans le logiciel. Ainsi, pendant le procédé de fabrication, la valeur de vitesse nécessaire pour obtenir la pression voulue est directement imposée pendant quelques secondes, le temps que le système se stabilise, puis la régulation prend le relais, son travail étant grandement facilité. Cela revient en effet à anticiper le travail de l'action intégrale. Plutôt que d'intégrer la non-linéarité du système dans le correcteur, celle-ci est intégrée après un régulateur linéaire.

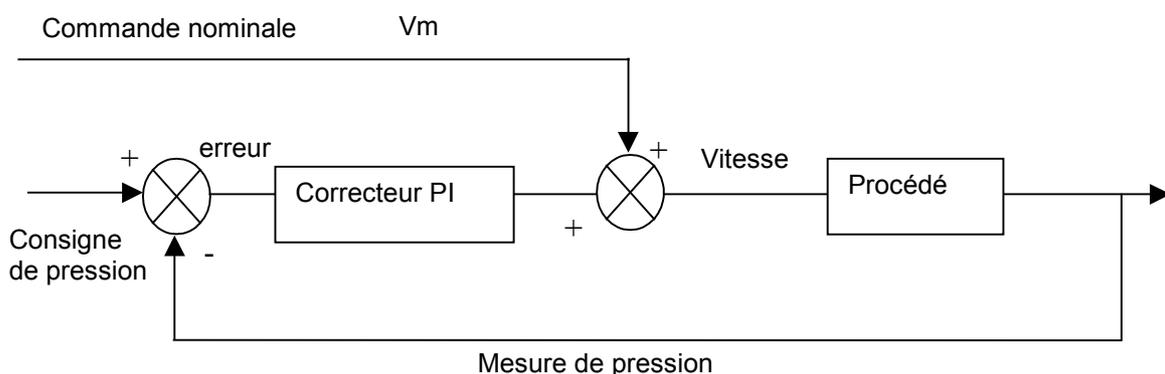


Figure 16 : ajout d'une commande nominale à la boucle d'asservissement

Une amélioration à la compensation du point de fonctionnement a été explorée : l'inversion dynamique. Il s'agit là de créer une trajectoire de consigne proche de la trajectoire demandée – typiquement un échelon – mais que le procédé soit en mesure de réaliser, et ce afin d'éviter tout type

de saturation dû à un correcteur trop rapide. La commande correspondant à cette consigne adoucie est alors appliquée. Mais cela suppose la connaissance d'un modèle fiable du procédé.

Enfin, l'aspect répétitif d'une recette a été largement mis à profit. En effet, d'une plaquette à l'autre, les réactions physico-chimiques sont, en principe, identiques. Il est alors possible d'optimiser à chaque fois la commande obtenue par les méthodes présentées ci-dessus pour chacune des séquences, jusqu'à obtention de la meilleure commande possible. En outre, les perturbations répétitives, dues par exemple à l'allumage du plasma, peuvent être progressivement plus ou moins compensées.

C3 - Objectif de ce travail

C3-1 Les limites du système de régulation par vitesse

Le système a été installé sur trois sites clients, sur des équipements de gravure aluminium. Son efficacité par rapport à la vanne de régulation a été démontrée [11] pour ce qui est de la réduction de la contamination par des particules, ainsi que de la propreté des chambres de procédés – augmentation du temps entre deux nettoyages.

Cependant, l'installation sur les équipements a été fastidieuse car le réglage du correcteur assurant la régulation de la pression se fait manuellement, pratiquement recette par recette, car à chaque domaine de la cartographie correspondent des réglages différents. Cela requiert l'intervention d'un expert du système.

De plus, des dérives du procédé sur le long terme, dues au conditionnement de la chambre et à des problèmes de fuites d'hélium, sont apparues avec le temps. Le correcteur n'était pas en mesure de corriger ce problème non reproductible sur banc de test, l'identification n'étant pas assez précise pour connaître et appliquer des paramètres de correcteur qui auraient rendu le système plus robuste.

Néanmoins, afin de remédier au manque de robustesse du système, des solutions ont été développées, qui ont permis de montrer la faisabilité de la régulation de pression par vitesse variable de la pompe primaire. Ces solutions tiraient partie de la répétitivité du procédé. Cependant, les problèmes qui sont ensuite apparus, de manière récurrente, dès que la recette changeait ou que le système connaissait un léger dysfonctionnement, ont montré les limites que l'on peut obtenir en asservissement à partir d'un modèle approximatif du procédé et de ses perturbations.

C3-2 Développements possibles

Considérant que la régulation de pression par vitesse variable possède un réel potentiel au niveau du marché, car elle permet d'augmenter la qualité des procédés de fabrication des semi-conducteurs,

mais que celle-ci ne peut pas se développer en raison des insuffisances du système, ADIXEN a décidé d'achever le travail d'identification faisant défaut. C'est là la première partie du travail de thèse.

Le but est donc de donner à la régulation de pression par vitesse variable un asservissement plus performant, qui permette une meilleure maîtrise de la pression dans la chambre de procédés. Trois grandes lignes ont été envisagées :

- a) Obtenir un modèle statique de la pression plus précis et plus large

Les cartographies déterminent la pression en fonction de la vitesse pour chaque couple de valeurs (flux, flux de dégradation) associé à une étape d'une recette. Le résultat est un éventail de réponses statiques précises mais qui ne donnent pas du tout une vue globale de la pression en fonction des caractéristiques d'un équipement : cet éventail de cartographies est propre à un équipement et à une recette sur cet équipement.

Dans un premier temps, on a essayé de regrouper les étapes d'une recette en un nombre réduit de familles, pour lesquelles une seule cartographie suffirait. Cela a eu comme effet de faciliter la phase d'acquisition lors de l'initialisation du système de régulation sur un équipement. Cependant ce ne fut qu'une étape, car l'amélioration apportée par ce travail consiste à unifier et élargir ce modèle statique en une seule cartographie, qui tiendrait compte de tous les paramètres influents, avec des domaines de variation aussi larges que possible. Ainsi, on a choisi de connaître la pression dans une chambre de procédés quels que soient les facteurs du type variables d'action :

- vitesse de la pompe primaire
- flux injecté dans la chambre
- flux de dégradation

et quels que soient les facteurs du type paramètres, qui sont fixés pour une installation donnée :

- coudes
- longueur des canalisations
- largeur des canalisations
- volume de la chambre

Il faut rajouter la température des pompes comme paramètre ; ce n'est pas une variable d'action, mais elle n'est pas non plus fixe pour une installation donnée. Il y a cependant un absent dans ce modèle: la nature des gaz. Il n'était pas envisageable d'utiliser les gaz de procédés de la microélectronique, trop nombreux, trop dangereux ou trop chers pour un banc de test.

Désormais, on tient compte des interactions entre les différents facteurs et des comportements quadratiques, afin d'obtenir un modèle continu et d'ordre éventuellement supérieur à 1.

Tous les travaux effectués pour cette modélisation ont utilisé l'air sec comprimé du réseau. Cela nous permet de mieux connaître le système et d'obtenir une structure de modèle, structure qui pourra être ajustée au procédé réel par quelques points expérimentaux avec les gaz de procédé, les mélanges et les sous produits de réaction.

- b) Obtenir un modèle dynamique plus précis et plus large de la réponse en pression à la vitesse de la pompe primaire

L'idée est de suivre le domaine exploré pour définir le modèle statique, et de développer sur ce domaine un modèle dynamique se rapportant aux variations de la vitesse de pompe primaire. Le modèle obtenu sera plus complet et plus précis que celui existant (Tableau 1), en vue d'améliorer la régulation autour d'un point de fonctionnement vis-à-vis des perturbations, et de passer d'un point de fonctionnement à un autre. Pour ces deux aspects, on souhaite aussi éviter d'avoir recours à des corrections basées sur la répétition des recettes et des perturbations.

Dans ce modèle du comportement dynamique, contrairement à la solution existante, la pression ne sera pas considérée comme un facteur pour les gain, retard et constantes de temps; elle sera simplement la première réponse de la modélisation.

- c) Obtenir un modèle dynamique de la réponse en pression au flux injecté

Enfin, parallèlement à la recherche du modèle dynamique de la pression vis-à-vis de la vitesse de la pompe, on effectue celle vis-à-vis du flux injecté dans la chambre. Cela apportera des informations précieuses sur la nature des changements d'étapes au cours d'une recette, ainsi que sur l'impact d'une perturbation selon que le système se trouve dans telle ou telle configuration.

La démarche prévue est totalement expérimentale. Il est en effet illusoire de vouloir construire un modèle théorique permettant de prévoir ,par exemple, la première constante de temps de la réponse en pression à un échelon de vitesse de 30 tour/min, pour un volume de 20 litres dans lequel sont injecté 400 sccm, relié, après une pompe turbomoléculaire à 40°C, à une pompe primaire tournant à 4200tour/min et à 105°C, par une canalisation de 4cm de diamètre et 3m de long.

De plus, compte tenu du nombre important de facteurs, il a été décidé d'utiliser la méthode des plans d'expériences, facilement reproductible sur équipement client à des fins d'ajustement du modèle.

Le problème a aussi été scindé en deux : une première modélisation concerne le pompage primaire uniquement, ce qui s'avère particulièrement utile pour les procédés à haute pression (1 torr) ne nécessitant pas de pompage secondaire ; la seconde modélisation consiste à découvrir l'impact de la pompe turbomoléculaire sur le premier modèle de pompage primaire, et à faire en sorte que ces deux modèles puissent être adjoints.

En ce qui concerne l'identification proprement dite, il était souhaitable d'utiliser une méthode plus systématique et affinée que l'identification d'un échelon par la méthode des moindres carrés ou par celle du plan semi-log. Le choix s'est porté sur les séquences binaires aléatoires (SBA) et leur exploitation par les outils d'identification du logiciel Matlab, et notamment la méthode de Box-Jenkins.

Le modèle prévu ne sera pas directement applicable à toutes les configurations clientes, car il restera propre à deux pompes particulières. En revanche sa structure et la démarche qui aura permis de l'obtenir seront, elles, facilement reproductibles, ce qui rejoint la tendance générale visant à faciliter l'utilisation du matériel par les utilisateurs finaux, [7]: *"This kind of open architecture will give more plug-and-play capability, making it simpler for OEMs and end users to swap between vendors"*.

D Le Recyclage du fluor

D1 - Le fluor et l'industrie

D1-1 Généralités

L'industrie de la microélectronique utilise très largement l'élément fluor. La forme sous laquelle on le trouve dans les usines de fabrication des circuits intégrés varie, mais correspond en général à la famille des PFC. L'appellation PFC, en tant que perfluorocarbure, renvoie à des gaz tels que le CF_4 , le C_2F_6 , le C_3F_8 , le *c*- C_4F_8 , mais on trouve également pour PFC la signification *perfluorocompound*, plus large, qui comprend en plus des perfluorocarbures des gaz comme le SF_6 et le NF_3 , qui ne contiennent pas l'élément carbone.

Tous ces gaz sont ou ont été utilisés par la microélectronique comme source de fluor pour la gravure du silicium (Si ou poly-Si), de l'oxyde de silicium (SiO_2) ou d'autres solides silicés semi-conducteurs (SiN_3 , Low-K...). Dans la plupart des cas, les fabricants de puces réalisent des plasmas avec les PFC, afin de détruire ces molécules pour libérer les atomes de fluor.

Il y a aussi les HCFC, hydrochlorofluorocarbures, et les HFC, hydrofluorocarbures, comme le HCF_3 par exemple. Très médiatisés dans les années 80, les CFC, ou chlorofluorocarbures, n'ont pas été utilisés directement pour fabriquer des puces électroniques ; ils servaient en revanche de solvants pour cette industrie.

Dans la nature, le fluor se trouve principalement sous forme d'un minerai appelé spath fluor, connu aussi sous le nom de fluorine. C'est un minerai naturel pouvant contenir jusqu'à 45 % de fluorure de calcium CaF_2 .

Les principaux gisements actuels se trouvent en Chine, au Mexique, en Mongolie, en Afrique du Sud et en Namibie. L'Europe possède encore un petit nombre de mines de spath fluor, bien que le nombre ait progressivement diminué en quelques années. Il s'agit d'un marché international pour lequel la consommation mondiale est estimée à environ 4.5 millions de tonnes par an. Le plus gros consommateur de fluor est la production d'aluminium.

Après que le minerai ait été extrait de mines ou de carrières à ciel ouvert, les impuretés sont retirées pour donner un spath fluor contenant au minimum 97% de fluorure de calcium. Le spath fluor est ensuite transporté vers des sites de production d'acide fluorhydrique. On l'y fait réagir avec de l'acide sulfurique pour former l'acide fluorhydrique gazeux, dont la production mondiale s'élève à plus de 3 millions de tonnes par an. Il est ensuite condensé puis utilisé comme gaz liquéfié, et peut être transformé en d'autres molécules contenant des atomes de fluor, comme le fluor moléculaire F_2 , par électrolyse.

D1-2 Le fluor pour la gravure de l'oxyde de silicium

D'un point de vue général, la gravure est une étape récurrente dans la fabrication d'une puce, et elle est le complémentaire des étapes de dépôt. On peut utiliser d'autre gaz que les gaz fluorés pour graver certains matériaux, mais pour l'oxyde de silicium, seul le fluor est efficace. L'ANNEXE 2 explique pourquoi, en exposant les propriétés physico-chimiques du fluor. Cet élément est de tous le plus agressif chimiquement.

L'oxyde de silicium constitue un des composants les plus abondants sur une puce électronique. C'est un isolant dans lequel il faut graver des motifs précis pour construire le réseau des conducteurs et des semi-conducteurs de la puce.

L'ANNEXE 2 expose une façon de graver le SiO_2 de façon anisotrope et sans attaquer le silicium pur également présent sur la plaquette. Il faut en effet être capable de graver de manière sélective, selon le matériau que l'on souhaite enlever de la surface de la puce. Ce genre d'étape implique une haute technicité, un contrôle précis de la pression et des flux, et des recettes très précises dont les paramètres sont les fruits de plusieurs années de recherches.

A l'opposé de la gravure qui contribue à créer l'architecture d'une puce électronique, il y a la gravure servant au nettoyage des chambres de dépôt ; c'est une étape beaucoup plus grossière. Les procédés de dépôt de SiO_2 (également de poly-Si, de Si_3N_4 ou de Low-K) imposent des nettoyages réguliers et fréquents des parois des chambres de procédés. On trouve parmi ces procédés ceux de :

- CVD (Chemical Vapor Deposition)
- PE-CVD (Plasma Enhanced CVD)
- LP-CVD (Low Pressure CVD)
- HDP-CVD (High Density Plasma CVD)
- SA-CVD (Sub Atmospheric CVD)

Pour tous ces différents procédés, le dépôt de matériau n'est pas uniquement dirigé sur la plaquette de silicium, mais au contraire il recouvre l'ensemble des parois internes du réacteur dans laquelle se trouve la plaquette. Sans nettoyage, l'accumulation de dépôt conduit à la formation de morceaux de SiO_2 qui se désolidarisent des parois et peuvent se déposer sur la plaquette au cours d'une recette ultérieure : c'est le phénomène de *flaking*, source de défauts tueurs (cf C1-3).

Le nettoyage d'une chambre de dépôt d'oxyde de silicium est réalisé en injectant des gaz fluorés. Mais dans ce cas, et contrairement à la gravure de motifs sur des plaquettes, l'attaque du SiO_2 par le fluor doit être la plus isotrope possible sur l'ensemble des parois internes de l'enceinte. Or la gravure du SiO_2 est très difficile tant ce matériau est résistant.

Les fabricants de semi-conducteurs surmontent cette difficulté en injectant d'importantes quantités de gaz fluorés, et par conséquent le nettoyage des chambres de dépôt consomme à lui seul

environ 80% du fluor utilisé par cette industrie [14]. Les chambres de PE-CVD requièrent en effet un nettoyage après le passage de chaque plaquette. De plus, la taille des plaquettes augmentant (300 mm aujourd'hui) celle des chambres suit la tendance, et la consommation de fluor aussi.

D2 - Les inconvénients du fluor et les efforts pour les contourner

D2-1 Impact écologique et politiques environnementales

L'industrie du fluor est très polluante [15]. Elle est dangereuse à deux égards.

En premier lieu, le fluor moléculaire F_2 (à l'état gazeux dans les CNTP) est très agressif et excessivement toxique.

Exposé à des atmosphères trop polluées par ce gaz, un être humain meurt rapidement d'hémorragie interne. Il mourra tout aussi vite si le gaz est du difluorure d'oxygène F_2O , mais ce gaz étant moins agressif que le F_2 , il est moins détectable. L'acide fluorhydrique HF, que les chimistes manipulent à l'état liquide, présente aussi l'inconvénient d'être indolore; il traverse la peau et la chair pour attaquer l'os. Les PFC utilisés dans la microélectronique sont des gaz souvent stables, donc non dangereux, mais de leur utilisation résulte la création des gaz agressifs cités ci-dessus. Les unités de production sont donc équipées de moyen de détection du fluor, en cas de fuite.

A l'opposé de ces caractéristiques inquiétantes se trouve un danger sur le plus long terme : l'augmentation de l'effet de serre.

Ce n'est qu'au début des années 90 que la communauté scientifique a pris conscience du danger que représentent les PFC vis-à-vis du réchauffement climatique. Après avoir éradiqué (en partie), suite à la conférence de Montréal en 1987 les chlorofluorocarbones responsables de la destruction de la couche d'ozone stratosphérique, on s'est rendu compte que les PFC sont des gaz à effet de serre beaucoup plus puissants que le CO_2 , et que leur stabilité leur confèrent une durée de vie pouvant aller jusqu'à plusieurs dizaines de milliers d'années.

Ainsi, même si leurs émissions sont quantitativement nettement inférieures à celles du CO_2 , les PFC représentent un vrai danger pour les générations futures.

L'impact qu'a un gaz sur l'élévation de la température du globe est quantifié et appelé *Global Warming Power* (GWP). Le GWP illustre la capacité d'un gaz à absorber les émissions infrarouges, en tenant compte de la durée de vie de ce gaz. Le Tableau 2 présente ces caractéristiques pour des polluants "standards", le dioxyde de carbone, le dioxyde d'azote et le méthane, et pour les PFC avec puis sans carbone.

Produit	Durée de vie atmosphérique	GWP
CO ₂		1
CH ₄	10	21
N ₂ O	120	310
CF ₄	50000	6500
C ₂ F ₆	10000	9200
C ₃ F ₈	2600	7000
c-C ₄ F ₈	3200	8700
CHF ₃	264	11700
NF ₃	740	8100
SF ₆	3200	23900

Tableau 2 : GWP pour différents gaz à effet de serre

Considérant les problèmes environnementaux que pose l'utilisation de composés fluorés, il est normal que les fabricants et laboratoires d'états aient essayé de rendre le nettoyage des chambres de dépôt moins néfastes, particulièrement pour le nettoyage le plus répandu, celui du SiO₂ [16].

On peut citer pour l'exemple le nettoyage des chambres de PE-CVD du fabricant Advanced Micro Devices, nettoyage qui en 2001 générerait 56% des émissions de PFC de l'entreprise [17].

D2-2 Les différents moyens d'action

Les politiques de réduction des émissions de gaz à effet de serre dans l'industrie du circuit intégré ont commencé en 1994. Le protocole de Kyoto en décembre 1997 a donné à cette industrie comme but d'avoir réduit en 2010 de 8% ces émissions. Une année après, le World Semiconductor Council établissait l'objectif à 10%, affirmant son rôle de leader dans la lutte contre le réchauffement climatique. Cette démarche a causé un grand nombre de recherches, de publications, de congrès, et de progrès.

Depuis le début des années 60, les perfluorocarbures CF₄ et C₂F₆ ont été utilisés pour le nettoyage des chambres. Ils sont craqués in situ pour libérer au mieux les atomes de fluor. Cependant, la réaction est loin d'être totale, et la recombinaison en CF₄ est réelle. Pour diminuer les émissions de PFC, quatre grands axes ont été dégagés [18][19] :

- l'optimisation du procédé

C'est le moyen le plus évident : réduire la taille de la chambre, optimiser les paramètres de la recette pour libérer au mieux les atomes de fluor, ou encore déterminer avec exactitude la fin du nettoyage, ont dans un premier temps permis de réduire les émissions de l'ordre de 20-50%. La méthode classique pour savoir si un nettoyage est terminé est de quantifier par spectroscopie la présence de SiF_4 en sortie de chambre. K.Sakai détermine une fin de nettoyage à 100 ppm de SiF_4 en refoulement de pompe primaire [20].

- la destruction des émissions

Cette étape, appelée *abatement*, intervient généralement après le pompage. On peut citer la combustion dans des scrubbers, la destruction par plasma [21], les réactions chimiques d'oxydations, de décomposition ou de réduction électrochimique. Ces méthodes sont coûteuses, et si elle résolvent le problème des émissions de gaz à effet de serre à plus de 90%, elle ne peuvent supprimer le fluor qui finira sous forme d'acide fluorhydrique aqueux ou de sels dont il faut ensuite assurer le stockage ou la réutilisation.

- le piégeage et la réutilisation

Cet axe est plus largement exploité plus loin dans ce document. Réutiliser un PFC implique de l'avoir purifié des produits de la première réaction. Pour cela, l'adsorption, la séparation par membranes et le piégeage cryogénique ont été étudiés. Mais aucune de ces méthodes n'est efficace à 100% pour les nombreux PFC existants. De plus, leur coût souvent supérieur à l'achat de gaz neuf les rend peu attractives.

- les chimies alternatives

Remplacer le CF_4 et le C_2F_6 par des espèces plus performantes s'est vite avéré incontournable. Dans un premier temps, les scientifiques ont recherché le gaz permettant d'obtenir la plus grande quantité d'atomes de fluor. Le C_2F_6 a ainsi été abandonné au profit du C_3F_8 , puis du $\text{c-C}_4\text{F}_8$ puis du C_4F_6 . Pendant six ans, les efforts fournis par le fabricant AMD ont abouti à ce que le GWP de 2001 soit égal à 82% de celui de 1995, alors qu'il aurait été de 310% en maintenant l'utilisation du C_2F_6 [17]. Une autre solution pour réduire les émissions de PFC consiste à ajouter d'autres espèces. Ainsi Motorola, ayant constaté que le nettoyage des chambres de Low-K dégage davantage de PFC – les précurseurs du Low-K, comme le triméthylsilane, contiennent du carbone – a étudié l'impact de l'ajout de O_2 ; les émissions de COF_2 , CO et CO_2 augmentent, celles de CF_4 , au GWP beaucoup plus fort, en sont réduites.

Un autre remplaçant pour le C_2F_6 est le trifluorure d'azote, NF_3 , à l'origine gaz militaire. IBM et Novellus ont développé des recettes pour lesquelles un mélange de NF_3 et d'hélium est craqué dans la chambre. La réduction en terme d'émission de PFC est de 95% [14]. Il existe une autre façon de se servir du NF_3 : on peut aussi le chauffer pour qu'il soit efficace sans avoir besoin de le craquer par plasma. Par exemple, dans le cas du LPCVD batch furnace clean. Lorsque 20 à 40 μm de Si_3N_4

ou poly-Si ont été déposés, on injecte un mélange de N_2/NF_3 à $600^\circ C$ et à une pression de 100-300 torr. Après une heure de clean, 5μ de Si_3N_4 ont été enlevés. Les produits de réaction sont SiF_4 et NO_x [22].

Mais l'avancée majeure réalisée dans ce domaine est sans conteste la mise au point du *Remote NF_3 Chamber Clean*.

D2-3 Le *Remote NF_3 Chamber Clean*

Le mot remote signifie, en anglais, à distance, et cela concerne le plasma établi pour craquer le NF_3 . L'intérêt qu'il y a à réaliser le plasma à l'extérieur de la chambre de procédés est que le nettoyage de la chambre ne sera que chimique ; l'action physique qu'on observe dans le cas du nettoyage in-situ ou de la gravure de motifs n'existe plus. Il en résulte une meilleure uniformité de la surface gravée, et un meilleur état de surface – le nettoyage est plus "doux". Encore faut-il pour cela que l'espèce nettoyante libérée dans le réacteur à plasma déporté, nommé *Remote Plasma Source* (RPS), arrive jusqu'à la chambre de dépôt. En utilisant un précurseur du type perfluorocarbure, les atomes de fluor ont tendance à se recombinaison en CF_4 avant d'agir sur les parois de la chambre. En revanche, le NF_3 présente le double avantage d'être complètement dissocié en N_2 , F_2 et F (taux de dissociation supérieur à 99%) et de ne pas se recombinaison en NF_3 . L'efficacité du nettoyage n'est donc que faiblement dépendante de la distance entre le RPS et la chambre [23].

Les avantages du *Remote NF_3 Chamber Clean* sont nombreux :

- plus de 99% de réduction d'émissions de PFC par rapport au nettoyage in-situ C_2F_6
- temps de nettoyage réduit
- uniformité du dépôt résiduel améliorée
- réduction de la dégradation du matériel due au bombardement ionique
- maintenances moins fréquentes
- coûts d'abatement plus bas que pour les autres chimies.

L'industrie du semi-conducteur et celle des écrans plats ont très vite commencé à utiliser la technologie du *Remote NF_3 Chamber Clean*. La capacité de production du trifluorure d'azote en a été multipliée, après une période de pénurie à la fin de la décennie 90 [24].

Le NF_3 peut être produit de deux façons [25]. La première, la fluorination directe, est chimique – F_2 réagit avec un solide, liquide ou gaz contenant de l'azote – la seconde est électrolytique – électrolyse d'un sel fondu contenant des composants azotés et d'autres fluorés. Le NF_3 est certes toxique, mais moins que des espèces comme le fluor moléculaire ou l'acide fluorhydrique. Enfin son prix est relativement élevé, même si la capacité de production mondiale s'est accrue.

D3 - Recyclage du fluor dans le cadre du *Remote NF₃ Chamber Clean*

Un aspect frappant, lorsque l'on considère les réactions mises en jeu lors du nettoyage des chambres de dépôt par le *Remote NF₃ Chamber Clean*, est le gaspillage considérable au regard de l'utilisation du fluor pour attaquer l'oxyde de silicium. En effet, seuls 15% environ du fluor disponible, initialement sous forme de NF₃, finissent sous forme de SiF₄. Les autres 85% se retrouvent sous forme de F₂ principalement, pour être finalement traités par l'*abatement* afin de ne pas polluer ou mettre en danger les opérateurs. L'idée de tirer partie de ce fluor n'ayant pas servi a été étudiée par l'équipementier Applied Materials, abrégé ici par AMAT.

D3-1 Le recyclage fluor selon AMAT

Afin d'exploiter le fluor moléculaire inutilisé sortant d'une chambre de gravure, il convient d'établir une boucle de recirculation et de forcer le flux sortant de la chambre à y retourner. C'est là un travail de vidiste. Pour cette raison, AMAT a fait appel en 1999 à trois spécialistes du vide, l'anglais Edwards, le japonais Toyota, et le français Alcatel Vacuum Technology (AVT, ex ADIXEN).

La compétition concernait la réalisation d'un moyen visant à faire recirculer un flux, mais également à séparer le fluor des autres espèces, filtrer le gaz et le comprimer jusqu'à 300 torr (la pression lors d'un nettoyage de chambre étant de quelques torr).

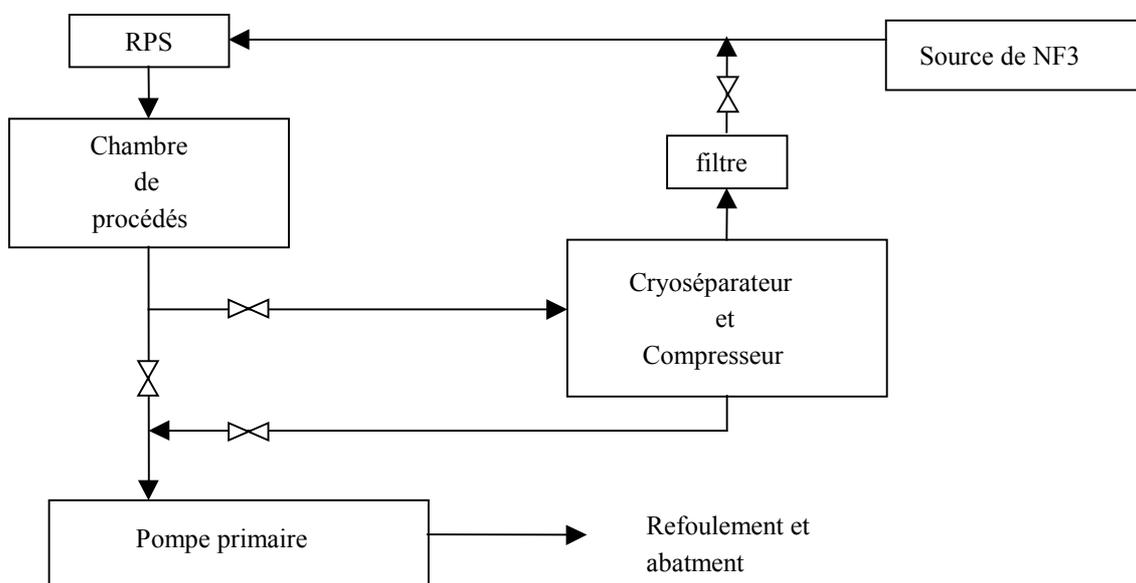


Figure 17 : principe du recyclage et requête de l'équipementier AMAT

Ce schéma, réalisé par AMAT pour les trois concurrents, montrent la place que l'objet à réaliser aurait dans l'équipement. Les vannes représentées montre que les ingénieurs d'AMAT avaient déjà des idées sur la façon dont pourrait fonctionner le prototype. AVT a proposé une solution en 2000,

mais quelques mois plus tard AMAT abandonnait le sujet, apparemment suite à un incident technique qui aurait, lors de tests, contaminé au fluor une salle blanche, occasionnant de lourdes réparations.

D3-2 Etat de l'art pour le recyclage fluor

Avant même qu'une demande officielle ne lui soit adressée, AVT avait inscrit le recyclage du fluor dans sa feuille de route dédiée aux économies d'énergie – dans laquelle figurait aussi la régulation de pression par vitesse variable. Etant donné l'échec d'AMAT, AVT a recherché sa propre solution, financée dans le cadre d'un projet RECMES (cf A2 -), en 2001. Le travail de thèse commençant début 2002, un état de l'art était partiellement établi et quelques expériences avaient déjà été réalisées.

Si l'idée d'une boucle de recirculation était acquise, sa place exacte par rapport à l'équipement telle que décrite par AMAT a été remise en question. On pouvait, ainsi, imaginer une seule pompe, permettant l'évacuation des gaz et en même temps la recirculation d'une partie du flux par l'un des étages basse pression de la pompe.

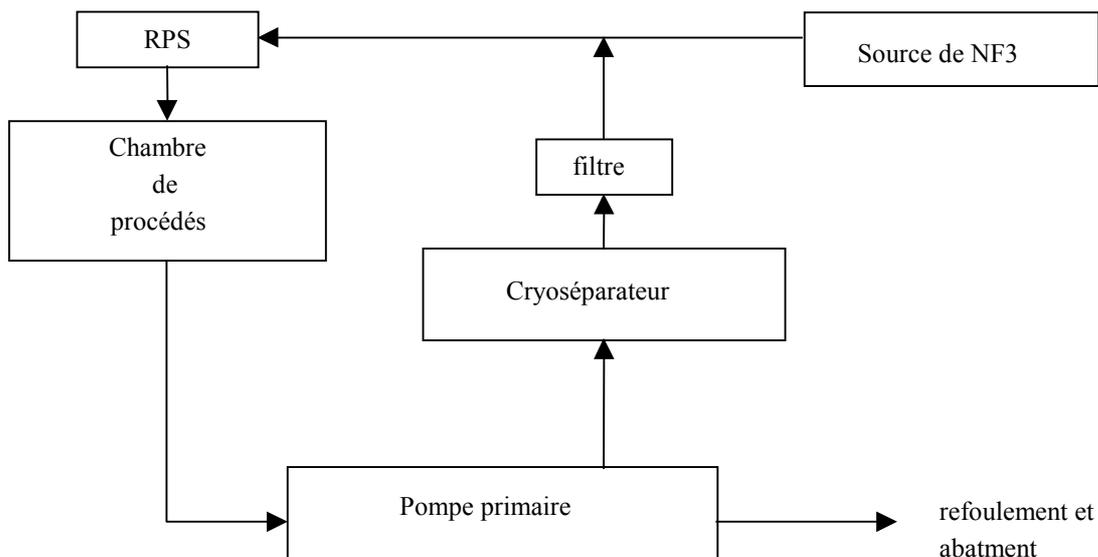


Figure 18 : Une idée pour le recyclage développée par AVT

Il a aussi été envisagé de se servir de la pompe turbo-moléculaire associée à la chambre, et inutilisée pendant le nettoyage, pour faire recirculer un flux dans une boucle parallèle.

En outre, AVT a déposé un brevet [26] décrivant une pompe permettant de faire circuler le gaz tout en piégeant les espèces indésirables par le froid, et d'être régénérée très rapidement. Mais cette pompe n'a pas été réalisée, le coût pour son développement et donc son prix de vente seraient trop élevés par rapport aux économies qu'elle rendrait possibles.

Des tests ont été réalisés en 2002 pour mettre en évidence l'efficacité du piégeage du SF₆ dans un flux d'argon (représentant le SiF₄ dans un flux de F₂, gaz toxiques) par une pompe cryogénique dans une boucle de recirculation fermée. Le spectromètre de masse qui analysait la composition du flux de gaz montrait la chute brutale de pression lorsque la température du piège atteignait le point de condensation pour la pression partielle de SF₆ correspondante. Mais cette expérience avait surtout un caractère commercial visant à montrer le principe à d'éventuels clients.

Le chapitre 4 présente la solution développée dans le cadre de ce travail, et justifie les choix qui la rendent différente de ce qui existait déjà.

E Conclusion

Ce premier chapitre a présenté l'environnement industriel qui a servi de cadre à ce travail. Les produits fabriqués par l'entreprise ADIXEN ont été à l'origine des développements présentés dans les chapitres suivants. Il s'agit plus particulièrement de deux produits :

- des pompes primaires sèches de type Roots A100
- et des pompes turbomoléculaires du type ATH1300.

Les développements ont eu pour vocation d'adapter ces produits à des tâches particulières, propres à l'industrie de la microélectronique, et plus précisément aux recettes de fabrication des circuits intégrés.

Deux sujets ont été traités ; ils appartiennent à deux domaines différents.

Le premier relève de l'Automatique, et a pour but la modélisation d'un groupe de pompage particulier. Ce groupe de pompage a été précédemment développé par ADIXEN pour assurer la régulation de la pression dans les équipements de fabrication de CI, à la place de la vanne de régulation traditionnelle qui, par ses mouvements mécaniques, génère des particules pouvant détruire les CI en cours de fabrication. Dans le cas de ce groupe de pompage, la régulation est assurée par variation de la vitesse de la pompe primaire. La modélisation a pour but d'identifier le comportement dynamique de la pression en fonction de la vitesse et du flux injecté dans l'enceinte pompée, pour ensuite étudier les évolutions de ce comportement dynamique en fonction d'un nombre aussi exhaustif que possible d'autres paramètres du système :

- | | |
|--------------------------------|------------------------------|
| - vitesse de la pompe primaire | - longueur des canalisations |
| - flux injecté dans la chambre | - largeur des canalisations |
| - flux de dégradation | - volume de la chambre |
| - coudes | - la température des pompes |

Le but de cette modélisation est de rendre le système de régulation par vitesse de pompe adaptable à tout type d'équipements clients.

Le second sujet est associé à une étape précise de la fabrication d'une puce électronique : le dépôt d'oxyde de silicium. Le nettoyage des chambres de dépôt nécessite d'importantes quantités de gaz fluorés, chers et polluants, mais seule une faible partie sert effectivement à enlever l'oxyde de silicium déposé sur les parois. Dans ce chapitre ont été présentés les problèmes techniques et environnementaux que pose l'utilisation du fluor, et les tentatives pour réutiliser le gaz n'ayant pas servi. Ce second sujet fait d'avantage appel à des connaissances en Physique et Chimie, et son but est de construire un prototype de recyclage du fluor inutilisé dans le cadre du nettoyage des chambres par la méthode dite de *Remote NF₃ Chamber Clean*.

Chapitre 2 Identification

Ce chapitre traite de la démarche suivie pour mener à bien l'identification nécessaire à la modélisation en dynamique du groupe de pompage constitué d'une pompe primaire, l'A100, et éventuellement d'une pompe secondaire, l'ATH1300M. La méthode d'identification est néanmoins applicable à toute pompe dont on voudrait connaître la dynamique en vitesse, à toute installation dont on voudrait connaître le comportement vis-à-vis d'une perturbation en flux.

On se limite dans ce chapitre à l'étude de l'influence sur la pression de la variable vitesse de rotation de la pompe primaire, qu'on appellera simplement vitesse, et du flux injecté dans la chambre, qu'on appellera simplement flux – par opposition au flux de dégradation injecté dans la pompe primaire. La vitesse et le flux sont des variables d'entrée d'un équipement semi-conducteur, elles influencent l'évolution du système sans être affectées par celui-ci. Parmi les entrées on distingue les commandes sur lesquelles on peut agir, et les perturbations, subies mais éventuellement mesurables.

Dans le cas du contrôle de pression par variation de vitesse de la pompe, la commande est la vitesse et les variations de flux sont considérées comme des perturbations. Ces dernières peuvent être provoquées au cours d'une recette, lors d'un changement d'étape, elle peuvent être dues à des évolutions brutales dans la chimie du procédé, ou encore intervenir de façon inopinée par des incidents techniques au cours du procédé. Quoiqu'il en soit, dans cette étude d'identification puis de modélisation, les variations de flux seront provoquées et contrôlées, afin de simuler les perturbations qui ont lieu au cours des recettes des équipements clients, et qui sont assimilables à des variations du flux injecté dans la chambre de procédés.

A Matériel pour l'identification

A1 - Banc de test

Le banc de test réalisé pour l'identification a pour but de reproduire les caractéristiques d'un équipement client, telles les chambres de gravure ou de dépôt que l'on trouve en salle blanche chez les fabricants de circuits intégrés.

Pour l'essentiel, il s'agit d'associer une enceinte, une pompe turbomoléculaire ATH1300M et une pompe primaire sèche de type Roots A100. La pompe turbo et l'enceinte sont connectées directement l'une à l'autre, et fixées solidement à un châssis. Lorsqu'elle fonctionne, la pompe turbo

possède une grande énergie et le châssis doit être en mesure d'absorber cette énergie en cas de problème.

La pompe primaire A100 est posée sur le sol et reliée au refoulement de la pompe turbo par des canalisations. Etant donné que la pression dépend de la température de la pompe, et que le système de régulation de la température est de type "tout ou rien", la pression oscille autour d'une valeur moyenne. Afin d'optimiser les conditions de l'identification, on remplace le système de régulation par un débitmètre ; ainsi, l'eau de refroidissement arrive à débit constant, et la pression est stationnaire.

L'enceinte comporte des orifices par endroits, afin de pouvoir y connecter l'injection du flux de gaz, ainsi qu'une micro-fuite pour les remontées en pression et une jauge de pression. Le châssis permet d'installer les contrôleurs pour les jauges et pour la pompe turbo. Le contrôleur de l'ATH1300M sert à la mettre en route, à surveiller sa consommation de courant, sa température et sa vitesse.

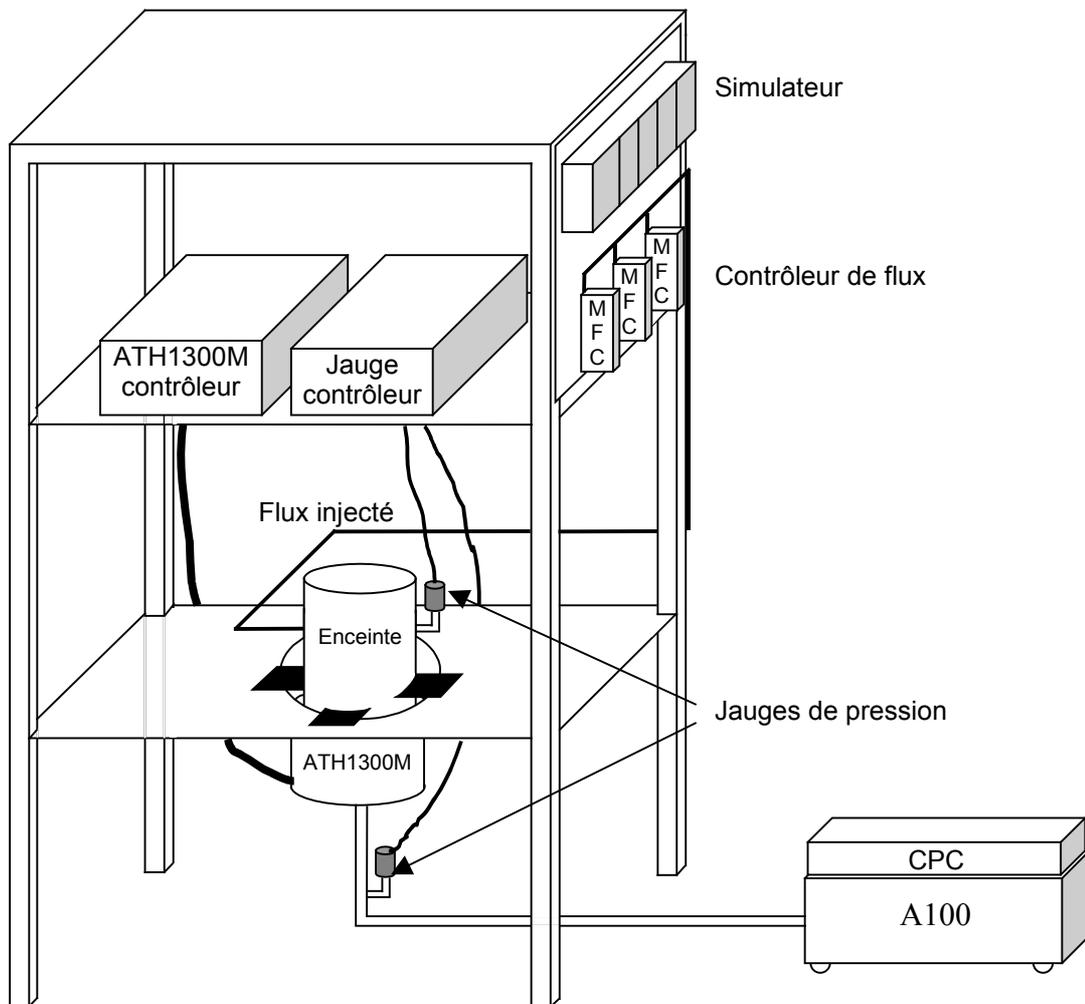


Figure 19 : banc de test (simplifié)

Les deux jauges de pression installées sur le banc de test, l'une connectée à l'enceinte, l'autre au refoulement de la pompe turbo, sont des jauges à membrane et elles délivrent un signal analogique. La première est capable de mesurer une pression comprise entre 0 et 100 mtorr, elle est donc utilisée dans l'enceinte lorsque la pompe turbo est en route [27]. La seconde est destinée à mesurer la pression au refoulement de la pompe turbo, dans la canalisation qui la relie à la pompe primaire. Sa valeur maximale est 10 torr. Le temps de réaction de ces jauges vaut 20 msec. Le contrôleur des jauges sert à afficher les valeurs de pression et à "régler le zéro".

Trois contrôleurs de flux, ou MFC, délivrent un flux de gaz dans l'enceinte, chacun avec une gamme différente: 100, 500 et 1000 sccm, ce qui permet d'être précis avec la valeur du flux injecté. Ces trois MFC sont commandés par le système afin de réaliser l'identification en flux. Un autre MFC, non commandé par le système, a été rajouté pour envoyer un débit constant, et se donner la possibilité d'injecter un flux total de 3000 sccm, dont 50 sccm peuvent par exemple provenir du MFC de calibre 100.

Le CPC, *Chamber Pressure Controller*, situé sur l'A100, est un des composants du système CPM tel qu'il est vendu. C'est un automate qui agit directement sur la vitesse de la pompe primaire et qui contrôle le flux de dégradation injecté dans le premier étage.

Le simulateur, un autre automate, remplit une double fonction. Il simule l'équipement client en donnant des ordres au système – flux à injecter et pression à atteindre – et il espionne ce dernier pour récupérer toutes les valeurs nécessaires à l'analyse : pressions, valeurs des flux et éventuellement de la vitesse. Il numérise ces signaux analogiques.

On peut enfin évoquer les vannes en amont des MFC, les vannes de protection des jauges, toutes contrôlées par le simulateur, et une troisième jauge de type Pirani qui balaie plusieurs décades de pression en-dessous de l'atmosphère.

A2 - Traitement du signal

A2-1 Commande et acquisition

Le traitement du signal repose sur l'utilisation de trois outils:

- le logiciel d'interface
- les automates
- le logiciel d'acquisition.

Le logiciel d'interface s'appelle *Delphi*. Il a été choisi dans un souci d'harmonisation avec les autres réalisations du service ; c'est le logiciel qui assure l'interface homme/machine pour le

système existant de régulation par vitesse variable. Il permet depuis le PC d'envoyer des commandes au système et d'en recueillir certaines réponses, par liaison Ethernet avec les automates.

Les deux automates, qui font physiquement partie du banc de test, sont le CPC et le simulateur décrits précédemment. Pour la même raison d'harmonisation, le choix s'est porté sur un automate miniature de la marque *Wago* [28]. On utilise des cartes d'entrées et de sorties logiques et analogiques. L'automate possède un port Ethernet permettant le dialogue avec le logiciel d'interface. La programmation a été effectuée avec le logiciel WAGO-I/O-PRO 32, dédié aux automates de la marque *Wago*.

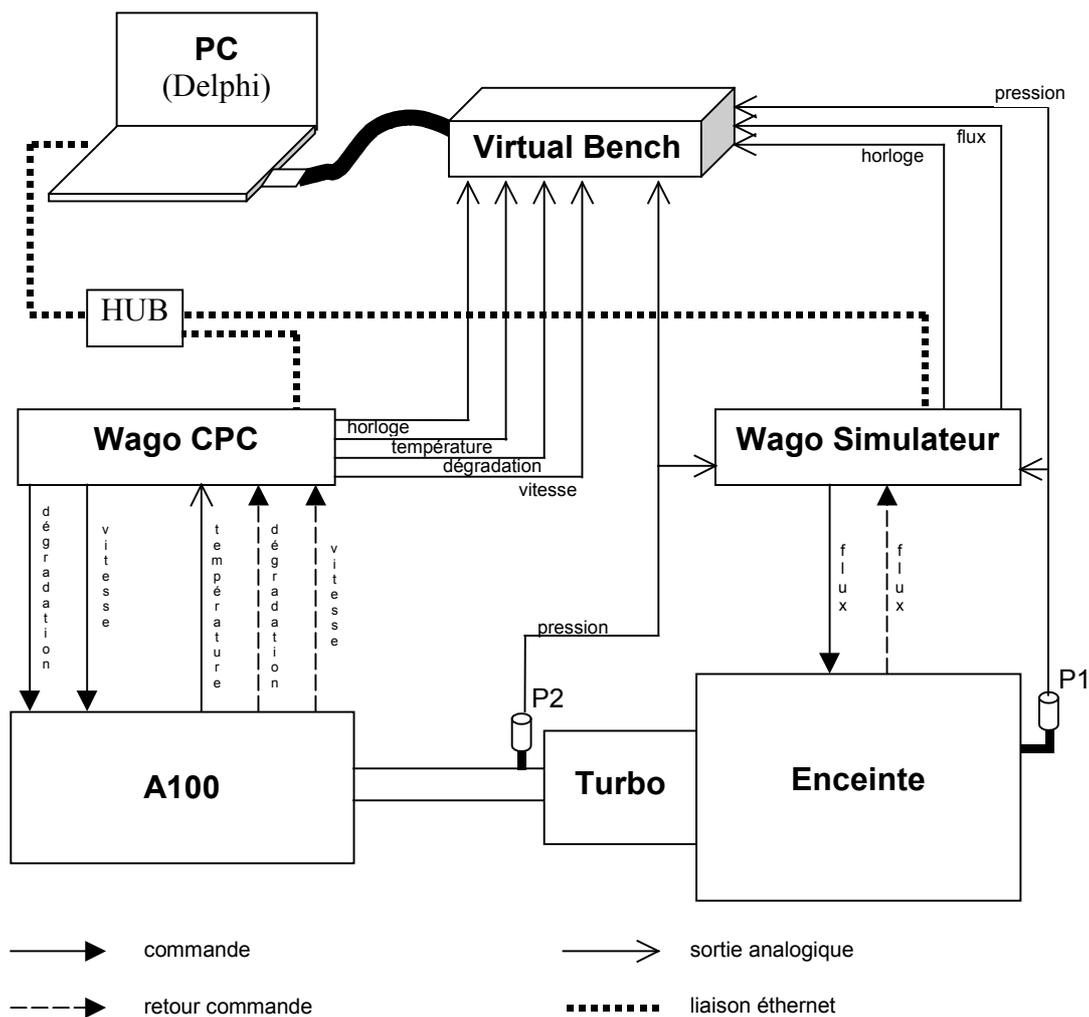


Figure 20 : transmission des informations sur le banc de test

Le logiciel d'acquisition de données utilisé est *Virtual Bench* de *National Instruments*[29]. Ce logiciel permet d'effectuer la visualisation et la sauvegarde des signaux analogiques à une fréquence suffisante pour ce qu'on souhaite étudier – la fréquence d'acquisition va jusqu'à 1000 Hz alors que la précision recherchée pour les réponses est de 10 ms. Il est associé à des modules de conditionnement qui permettent d'isoler les signaux mesurés.

L'information provenant du système se présente sous la forme de signaux analogiques de tension comprise entre 0 et 10 Volts. Au niveau des automates, le signal est discrétisé par des cartes d'entrées analogiques de 12 bits, dont un bit est réservé au signe. Le signal est donc codé sur 2048 valeurs. Seuls deux signaux ne sont pas analogiques : les horloges des automates, signaux logiques 0-1 Volt qui confèrent une base de temps à chaque automate.

C'est ensuite sous forme numérique que le signal est amené au PC, que ce soit par liaison ethernet ou par l'intermédiaire de *Virtual Bench*.

L'avantage de *Virtual Bench* est qu'il suffit de se brancher en parallèle sur n'importe quel signal pour le visualiser immédiatement et l'enregistrer à la fréquence d'acquisition voulue. A contrario, il faut intervenir dans le programme *Wago* de l'automate et celui de l'interface *Delphi* si l'on souhaite rapatrier des valeurs par ce biais-là. Néanmoins, c'est cette dernière solution qui est retenue, ce qui est justifié plus loin. *Virtual Bench* reste cependant utile pour de rapides vérifications ; c'est un outil indispensable.

Sur *Virtual Bench*, les modules d'entrée discrétisent aussi le signal sur 12 bits, en principe. Mais en fait, cela dépend du nombre d'entrées que le logiciel doit gérer et des plages d'entrée en tension.

A2-2 Synchronisation et précision

Un travail important a été réalisé sur la qualité de l'acquisition du signal ; de celle-ci dépend la qualité de l'identification.

Le choix de délaissier *Virtual Bench* au profit de *Wago* est principalement justifié par l'intérêt pratique qu'il y a à utiliser pour l'acquisition les mêmes automates que ceux utilisés pour la régulation, et qui font déjà partie du système existant. De plus, comme c'est l'automate *Wago* qui envoie à la pompe ou aux MFC les commandes de vitesse et de flux, il est facile de synchroniser l'acquisition par rapport à la commande, si cette acquisition est effectuée par le même automate qui envoie la commande.

Pour améliorer la précision du signal de pression, on a utilisé une carte 16 bits, ce qui a bien sûr diminué le pas de quantification par rapport à la carte standard 12 bits initialement disponible sur l'automate.

L'ANNEXE 3 présente plus en détail les difficultés rencontrées et les améliorations apportées au cours de ce travail d'optimisation de la chaîne d'acquisition.

A2-3 Traitement

Le logiciel utilisé pour le traitement des données est Matlab et sa *System Identification Toolbox* [30]. Matlab propose plusieurs fonctions qui déterminent par algorithme PNL (Programmation Non Linéaire) un modèle à partir d'un fichier d'entrées et sorties d'un système.

Le modèle demandé à Matlab est un modèle de type Box-Jenkins [32]:

$$P(t) = \left[\frac{B(q)}{F(q)} \right] v(t - n_k) + \left[\frac{C(q)}{D(q)} \right] e(t) \quad \text{Équation 21}$$

avec P la pression, v la vitesse et e le résidu expliqué par une perturbation de type bruit blanc.

Cette équation résultat est écrite pour une variable temporelle échantillonnée – t est discret. Le nombre d'échantillons de retard de la réponse par rapport à la commande est n_k , et B, C, D et F sont des polynômes dont l'utilisateur doit indiquer l'ordre et dont le programme recherche les coefficients. Si on demande un ordre 3 pour chaque polynôme, cela implique jusqu'à 14 coefficients à rechercher ; l'exécution de cette fonction par Matlab requiert, pour un cas standard, plusieurs secondes.

Il est ensuite possible de transformer le modèle à temps échantillonné en un modèle à temps continu, afin de s'affranchir de la période d'échantillonnage. On peut immédiatement en déduire les pôles, les zéros, les constantes de temps et le gain. Le logiciel permet de visualiser la réponse du modèle aux excitations habituelles telles que l'échelon semblable au changement de commande au cours d'une recette, ou la rampe qui représente la dérive du flux lorsque la chimie du procédé évolue.

Matlab a aussi servi à créer des valeurs aléatoires pour la commande de vitesse, à étudier les réponses au moyen de diagrammes de Bode, de la technique d'auto-corrélation, et a été utilisé dans la plupart des études visant à optimiser la précision et la synchronisation.

B Démarche d'identification

B1 - Ce qu'on recherche

B1-1 Une méthodologie d'identification

Un modèle théorique décrivant avec exactitude le comportement dynamique de la pression soumise à des variations de la vitesse de rotation de la pompe n'existe pas. Il faudrait considérer l'impact du changement de la vitesse de rotation des lobes de la pompe sur la vitesse de pompage de la pompe, puis trouver la relation entre la vitesse de pompage de la pompe et la vitesse de pompage dans l'enceinte, relation qui dépend de la géométrie de l'installation, le tout dépendant aussi des flux injectés dans la chambre et dans la pompe, et éventuellement d'autres paramètres.

Du fait de la quantité de facteurs dont on ne connaît pas l'impact sur les comportements statique et dynamique de la pression, et aussi du fait de la non-linéarité de la pression vis-à-vis de la vitesse de rotation et du flux injecté – la pression nulle est une valeur asymptotique – tout est plus ou moins non linéaire.

Des logiciels de simulation d'écoulement des flux existent, qui peuvent déterminer quelle évolution de pression correspond à quelle évolution de flux ou de vitesse de pompage [33][34]. On aurait donc pu déterminer expérimentalement la correspondance entre la vitesse de rotation et la vitesse de pompage de la pompe, puis laisser ensuite à un logiciel le soin de fournir un modèle du système tenant compte des paramètres tels que les dimensions de l'installation, et enfin caler le modèle sur l'équipement. Cette solution n'a pas été retenue car elle est risquée, contrairement à une démarche expérimentale.

L'intérêt d'une démarche expérimentale pour connaître un système client est d'englober dans le résultat tout ce qui aurait pu être oublié dans un modèle construit par un logiciel de simulation. Le but est de faire fonctionner un système de pompage particulier sur un équipement de production, et toute erreur lors de l'installation peut coûter cher.

Les outils de simulation présentent un intérêt lors de la conception d'une solution ; dans le cas de la régulation par vitesse variable, cette étape est achevée, il s'agit à présent de la rendre robuste vis-à-vis des équipements clients. On a donc cherché à développer une méthode systématique et expérimentale permettant d'identifier le plus fidèlement possible le comportement de la pression vis-à-vis de tous les paramètres, que ce soit les variables d'action ou les caractéristiques d'une installation.

L'identification a été conduite de telle sorte que pour la description globale du comportement de la pression – abordée au chapitre suivant – chaque modèle correspondant à un point de fonctionnement de l'espace paramétrique ait la même structure que tous les autres. En chaque point

de fonctionnement, un modèle linéaire tangent a donc été recherché au moyen d'une identification utilisant des variations autour du point, sans sortir d'un domaine de linéarité.

Enfin, même réalisé sur un équipement client, le modèle obtenu par la méthodologie développée ici ne pourra pas être un modèle parfait, car les mélanges de gaz varient trop au cours d'une recette pour que le modèle puisse prédire le comportement exact de la pression à tout moment. Tout n'est pas accessible à la mesure et tout ne peut pas être pris en compte. Les imperfections du modèle devront être compensées par la qualité du correcteur. Et la qualité du correcteur dépend de celle du modèle.

B1-2 Un modèle pour un correcteur

C'est pour construire un correcteur qu'on veut identifier le comportement de la pression. Pour cette raison, il est pratique qu'en tout point de fonctionnement, le modèle identifié ait la même structure : ainsi, le correcteur aura lui aussi la même forme. La structure de régulation envisagée est celle proposée par Sogan [11].

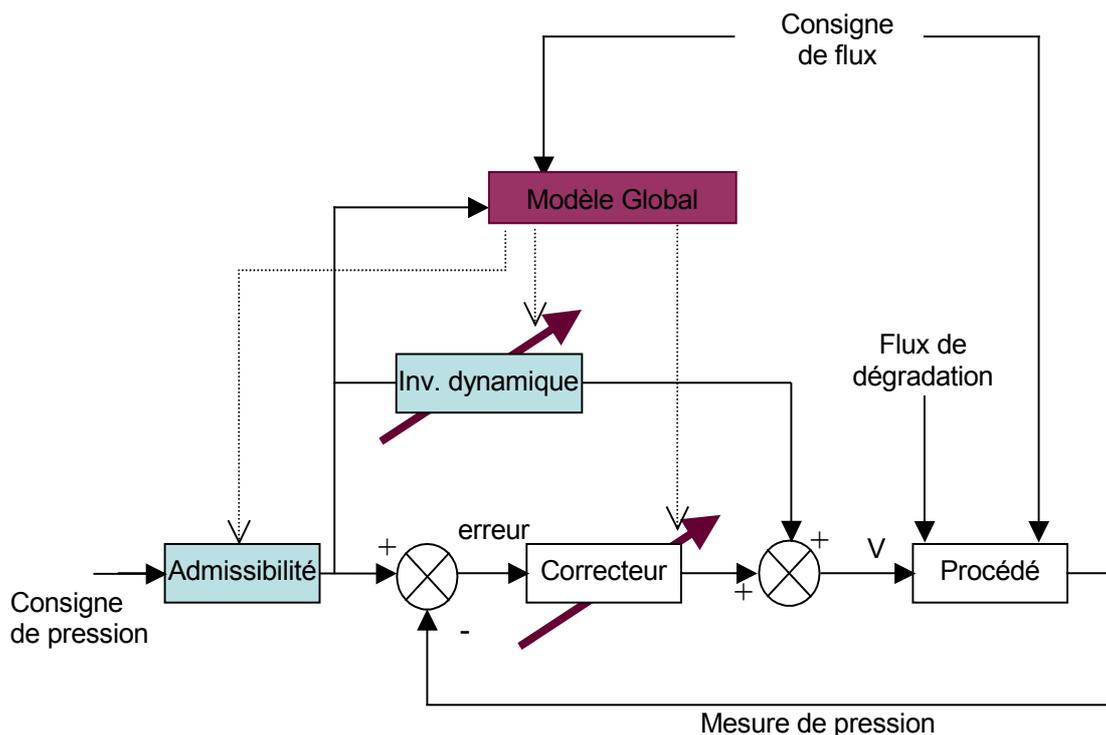


Figure 21: schéma de la boucle de régulation de la pression

- le modèle global permettra de déterminer le point de fonctionnement en choisissant le couple (flux de dégradation, vitesse) pour lequel le correcteur est le plus robuste,
- les paramètres du correcteur seront modifiés en fonction du point de fonctionnement,
- les caractéristiques de l'inversion dynamique seront également modifiées,

Ceci est valable pour tout système client, sans avoir besoin de rechercher pour chaque étape des procédés les paramètres adaptés.

La qualité du contrôle de la pression dépend de la précision de son modèle. Si en boucle fermée, le correcteur est déterminé à être le plus rapide, mais que le modèle sur lequel il s'appuie n'est pas assez précis, alors il y a risque d'instabilité. Il faut donc trouver un compromis entre la performance et la robustesse du correcteur, compromis qui dépend de la qualité du modèle [31].

B2 - Procédure d'identification

B2-1 Les outils

Les Séquences Binaires Aléatoires (SBA) sont des signaux riches en information (riches en fréquences) car proches d'un bruit blanc et simples à réaliser. Une SBA consiste en une alternance aléatoire de valeurs binaires.

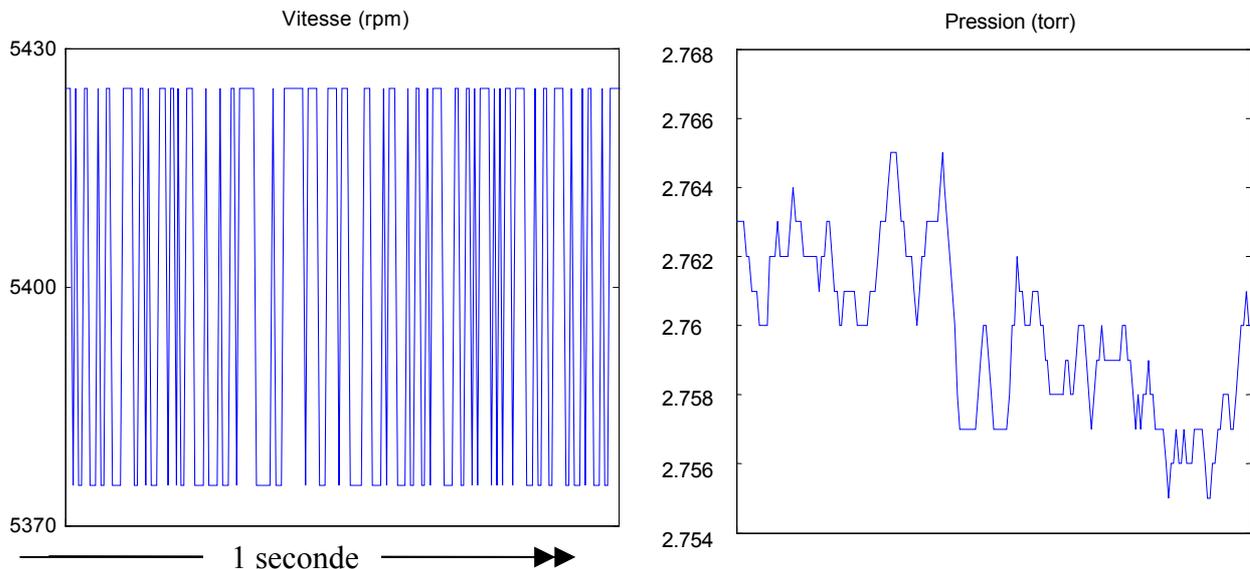


Figure 22 : Commande de vitesse sous forme de SBA et réponse en pression associée

Cet outil a été utilisé dans le cadre de cette étude comme entrée du système "groupe de pompage", c'est à dire pour les valeurs de vitesse de pompe ou de flux injecté dans l'enceinte. La Figure 22 présente une commande de vitesse de type SBA, et la pression, sortie du système, qui lui correspond.

Dans cet exemple, la vitesse varie aléatoirement de la valeur 5375 tour/min à 5425 tour/min. Il faut une amplitude suffisante pour observer une variation significative de la sortie, mais limitée au domaine de linéarité autour du point de fonctionnement. Pour l'analyse ultérieure, on retranche la moyenne de ces signaux.

Pour réaliser l'identification selon le modèle de Box Jenkins et construire une réponse réaliste de ce modèle, le logiciel doit disposer des signaux échantillonnés et de deux informations importantes : la période d'échantillonnage T_{ech} – soit l'inverse de la fréquence d'échantillonnage – et le retard pur du procédé. Il s'agit du temps R qui s'écoule entre l'instant t de changement de l'entrée, et l'instant $t+R$ du changement de sortie correspondant. Il est intéressant, pour l'identification, de choisir une période d'acquisition qui soit un sous-multiple de R .

Dans l'exemple suivant, illustré en Figure 23, le procédé a un retard pur R de 160 msec environ.

La figure 23(a) montre l'effet, sur la qualité du modèle, d'un mauvais choix de la valeur du retard en nombre de périodes d'échantillonnage. Échantillonné à $T_{ech}=50$ msec, le résultat n'est satisfaisant que si le retard indiqué pour l'identification selon Box-Jenkins vaut $n_r=3 \cdot T_{ech}$, soit 150 msec. Avec $n_r=2$ ou $n_r=4$, cela donne un retard de 100 ou 200 msec, et le résultat n'est pas bon.

Il est aussi possible d'obtenir un résultat passable en échantillonnant à 80 ou 160 msec, avec $n_r=2$ et $n_r=1$ respectivement, mais le résultat est moins précis car il y a sous-échantillonnage.

La figure 23(b) illustre l'impact de la période d'échantillonnage sur le résultat, avec quatre modèles identifiés à 70, 80, 90 et 100 msec. Le plus proche de la réalité est bien celui à 80 msec, même si celui à 70 msec semble identique. Des méthodes pour déterminer la qualité d'un modèle par rapport à un autre sont présentées plus loin.

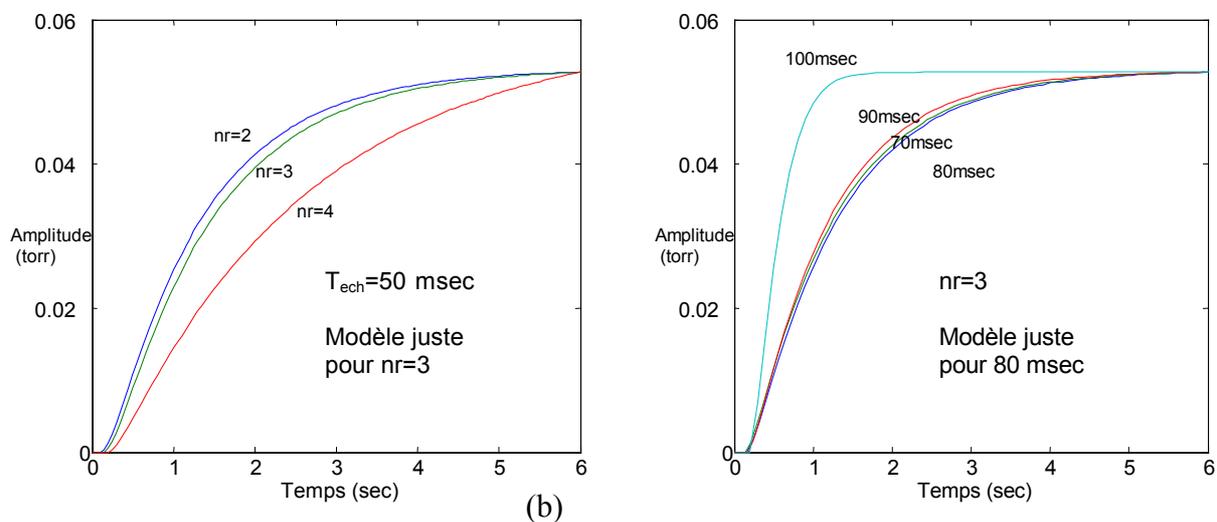


Figure 23 : Influence du retard et de l'échantillonnage sur le résultat de l'identification

Un mot sur l'amplitude, sur l'axe des ordonnées : dans les figures suivantes, selon que le pompage est secondaire ou primaire, les amplitudes seront plutôt de l'ordre de 2 ou 40 mtorr respectivement. Pour la Figure 23 il s'agit de pompage primaire. Dans la plupart des cas, la pression nominale est soustraite de sorte que l'ordonnée à l'origine est nulle.

La question de la fréquence d'acquisition soulève aussi celle du filtrage du signal. Jusqu'à quelle limite basse de fréquence est-il possible d'échantillonner ? Selon le théorème de Shannon, il faut que la fréquence d'échantillonnage soit au moins deux fois plus grande que la plus grande des fréquences contenues dans le signal qu'on échantillonne.

Matlab propose un certain nombre d'outils d'analyse qui permettent de répondre à ces deux problèmes de retard et de fréquence. Il est possible, ainsi, de tracer les diagrammes de Bode. Effectuée à partir de la SBA, la représentation dans le plan de Bode de la réponse consiste à tracer séparément, en fonction de la pulsation ω , le module et l'argument de cette réponse.

Le diagramme de Bode en amplitude (Figure 24) permet de situer l'acquisition par rapport au théorème de Shannon. La fréquence d'acquisition, dans cet exemple, vaut 33 Hz, soit $207 \text{ rad}\cdot\text{sec}^{-1}$. La fréquence de coupure à -3dB vaut environ 1 Hz. Les conditions sont donc bonnes : aux fréquences pouvant donner lieu au phénomène de repliement de spectre, les amplitudes sont 100 fois plus petites qu'aux très basses fréquences. On montre que dans ces conditions, l'erreur d'échantillonnage est de l'ordre de 1% [35][36].

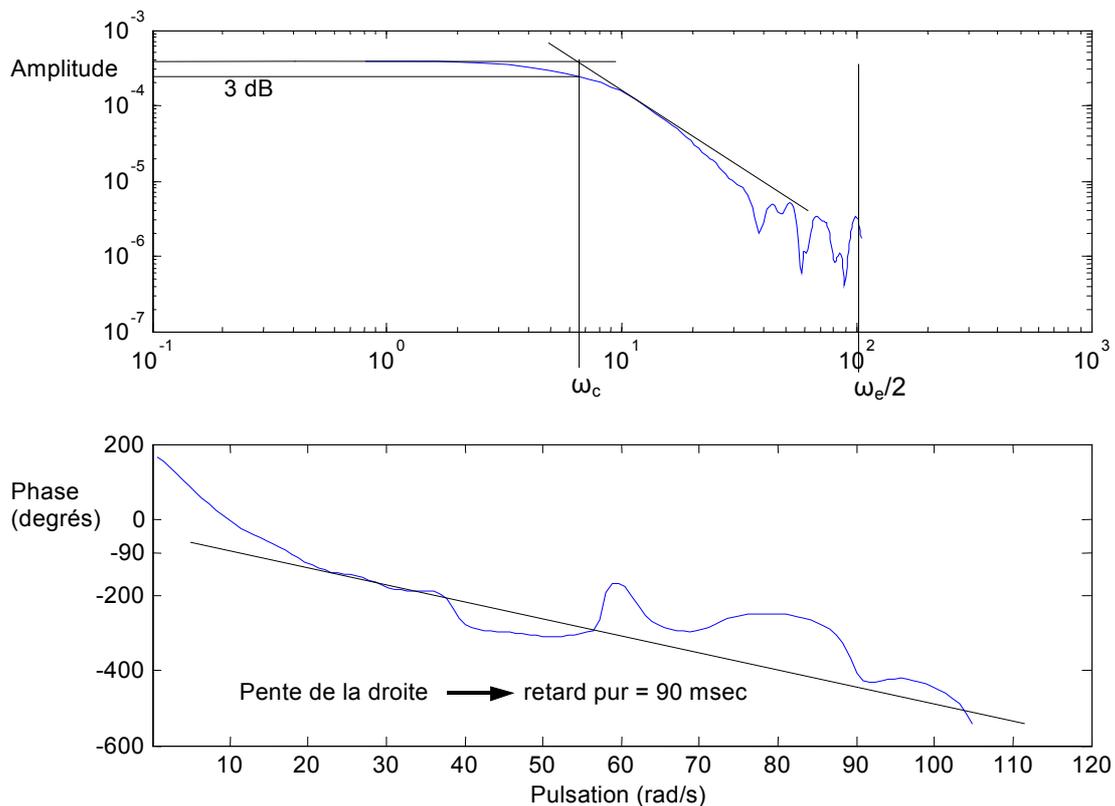


Figure 24 : diagrammes de Bode d'une SBA

Le diagramme de Bode en phase renseigne sur le retard pur du procédé. Dans ce cas, le gain de celui-ci étant négatif, l'ordonnée à l'origine vaut π rad (180 degrés). Chaque ordre du procédé déphase successivement la phase de $\pi/2$. S'il n'y a pas de retard pur, le diagramme de phase admet une asymptote horizontale à $\pi - n\pi/2$, n étant l'ordre du procédé. Mais s'il y a un retard, ce qui est

le cas ici, l'asymptote pour les hautes fréquences a pour coefficient directeur le retard pur du procédé. Sur la Figure 24, l'asymptote est déterminée grâce aux valeurs autour de $30 \text{ rad}\cdot\text{sec}^{-1}$, car celles qui suivent sont trop fluctuantes ; il en résulte que cette méthode est assez risquée car on ne dispose pas toujours d'une plage de fréquences suffisamment longue pour déterminer le retard avec précision. La valeur de 90 msec trouvée dans cet exemple est néanmoins exacte.

Il existe un autre outil intéressant sous Matlab : la corrélation. Cette fonction permet de s'assurer que la SBA est bien un bruit blanc, en constatant que la fonction d'auto-corrélation présente un pic pour l'abscisse centrale. Puis, en effectuant l'inter-corrélation entre le signal d'entrée et celui de sortie, on retrouve la réponse impulsionnelle du système.

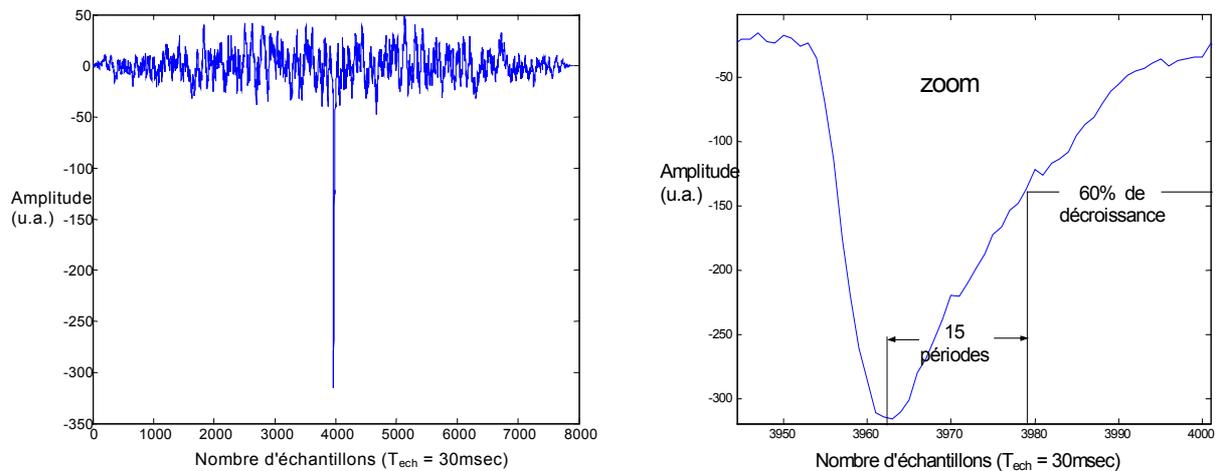


Figure 25 : inter-corrélation entre sortie et SBA

Le résultat de 15 périodes de 30 msec, soit 450 msec, est cohérent avec l'identification des constantes de temps, effectuée ultérieurement en ce point de fonctionnement. Cette méthode n'est cependant pas assez précise pour déterminer le retard pur.

B2-2 SBA et échelon : complémentarité, validation

Des différentes façons de valider un modèle, la comparaison des réponses à un échelon a été retenue car c'est souvent par échelon qu'évolue la consigne de pression pendant la fabrication des CI, et car les perturbations liées au plasma ont souvent cette forme-là. De plus, un échelon de pression permet d'estimer avec une précision assez satisfaisante le retard, nécessaire pour l'identification, et le gain du procédé qui donne une idée de l'amplitude de SBA à appliquer. L'expérience a montré que souvent, si la dynamique du modèle identifié était bonne, le gain pouvait être assez éloigné de la réalité.

L'étude décrite ici montre tout l'intérêt de la réponse à un échelon pour la détermination du gain :

- On relève des couples (vitesse, pression) autour d'un point de fonctionnement, en restant dans le domaine de linéarité. Le coefficient de la droite correspond au gain du procédé (Figure 26).
- Puis on effectue quelques identifications, avec des SBA dont l'amplitude varie mais reste dans le domaine de linéarité précédemment exploré, et pour chaque SBA on fait l'acquisition d'une réponse indicielle.
- Le gain donné par les réponses indicielles est proche du gain donné par la pente de la droite, quelle que soit l'amplitude de l'échelon. Un échelon constitue donc une référence pour le gain réel, tant que l'échelon reste dans le domaine de linéarité.
- Généralement le gain donné par l'identification de la SBA est inférieur au gain réel. Après avoir répété cette expérience autour de plusieurs points de fonctionnement, avec à chaque fois plusieurs amplitudes, il a été conclu que l'erreur sur le gain de l'identification ne dépend pas de l'amplitude de la SBA.

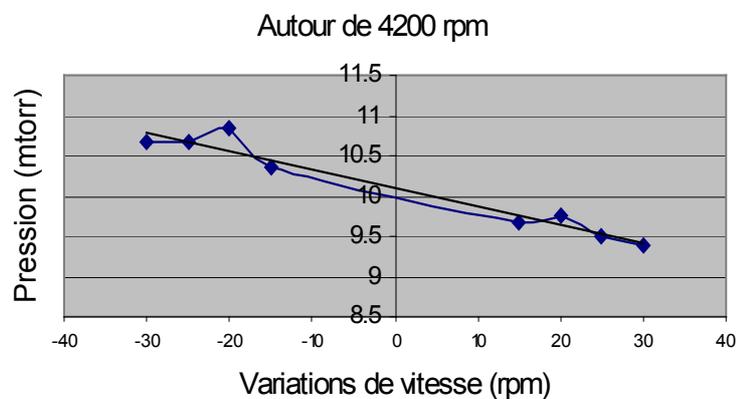


Figure 26 : détermination du gain autour d'un point de fonctionnement

Il n'y a donc pas d'intérêt particulier à choisir une amplitude plutôt qu'une autre pour ce qui est d'identifier correctement le gain statique. Aucune règle n'a été non plus dégagée concernant un lien quelconque entre la qualité de la dynamique et l'amplitude de la SBA.

Pour conclure sur ce point, on peut dire qu'il faut simplement une amplitude assez grande pour observer des variations significatives en sortie, tout en restant limité au domaine de linéarité.

Comme cette contrainte est susceptible d'évoluer d'un point de fonctionnement à l'autre [37], il convient avant toute identification de "tâter le terrain", ce que permet de faire un premier échelon. Avec l'expérience, une méthode assez efficace a été retenue :

- l'amplitude de l'échelon est choisie de sorte que la variation de la sortie soit environ 100 fois supérieure au pas de quantification,
- l'amplitude de la SBA est prise 1.5 fois supérieure à celle de l'échelon, car lors de l'application de la commande SBA, la plage de variation de la réponse est plus restreinte que celle d'une réponse à un échelon de même amplitude que cette SBA.

Enfin, pour améliorer les informations que peut fournir un échelon, et compte tenu de la mauvaise reproductibilité des expériences, des moyennes d'échelons ont été utilisées :

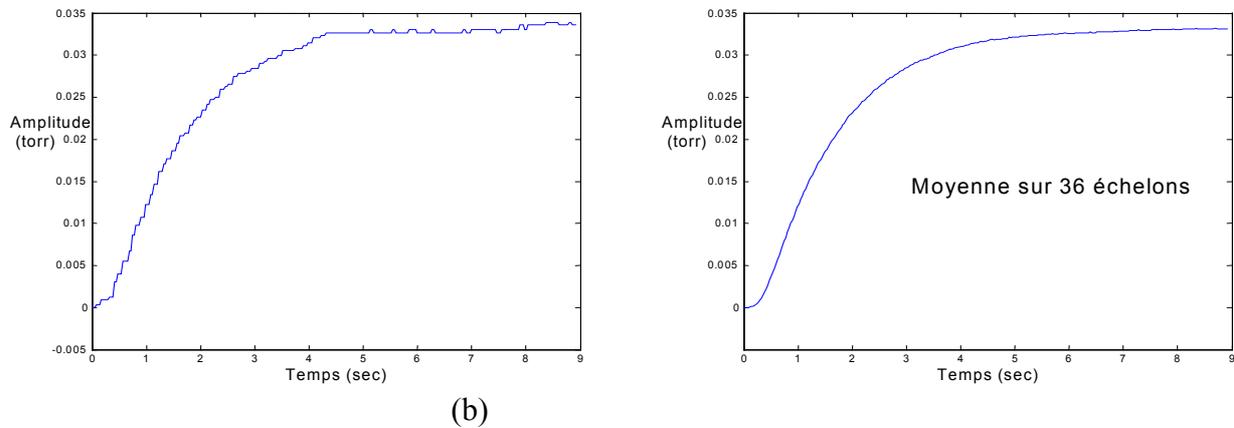


Figure 27 : amélioration apportée par la moyenne des échelons

Comme la moyenne des échelons expérimentaux est fiable, on normalise le gain statique du modèle (Figure 28) afin de pouvoir comparer les propriétés dynamiques. De plus, la réponse est assez précise pour estimer correctement la valeur du retard pur.

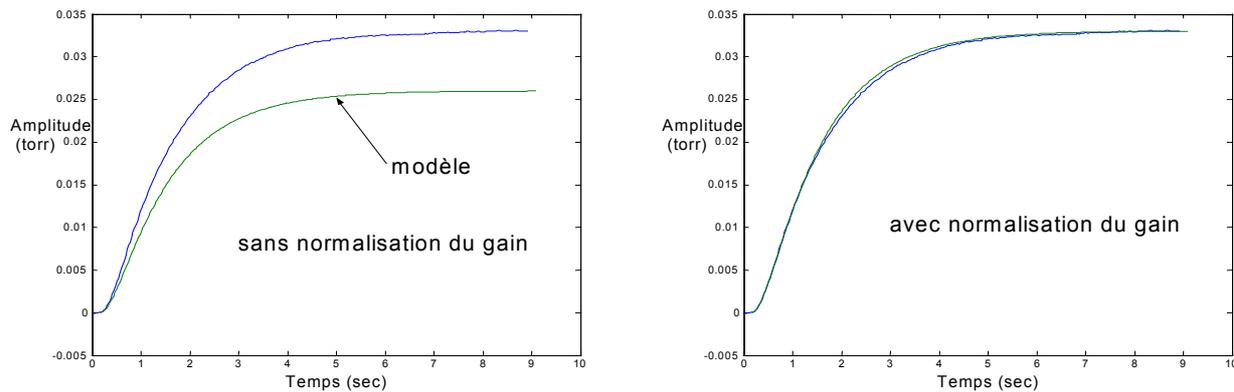


Figure 28 : normalisation par rapport au gain de l'échelon

Il est ainsi possible d'établir, grâce à cette normalisation, le critère de validation qu'est l'erreur quadratique entre le modèle et l'échelon expérimental moyenné.

On a comparé ce critère avec un autre, l'erreur quadratique entre la réponse du modèle à une SBA et la réponse expérimentale à une autre SBA. La Figure 29 représente ces deux critères pour une vingtaine d'identifications autour d'un même point de fonctionnement. Ces identifications sont effectuées différemment, c'est à dire que l'échantillonnage n'a pas été réalisé à la même fréquence, et qu'on a fait varier les paramètres du modèle de Box-Jenkins ; en conséquence les résultats sont plus ou moins bons.

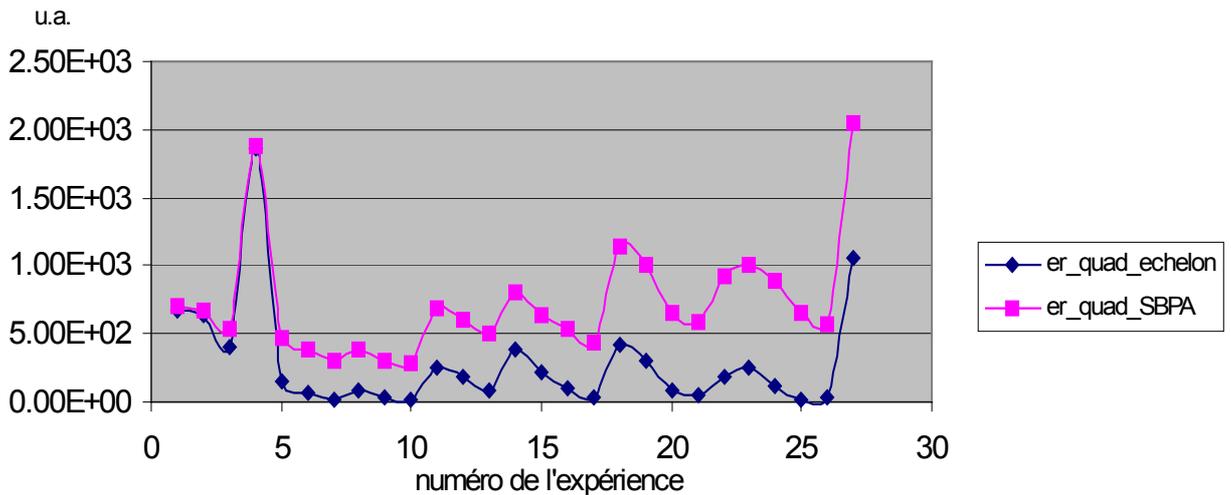


Figure 29 : critères de validation de l'identification par rapport à l'échelon et à la SBA

Le résultat est rassurant dans la mesure où les deux critères sont cohérents l'un par rapport à l'autre alors qu'ils se basent sur des données différentes.

Dès lors, une identification revient à essayer plusieurs SBA et plusieurs modèles, avec une période d'échantillonnage égale à un sous-multiple de ce qu'on pense être le retard pur, après examen de l'échelon. Il faut parfois essayer plusieurs fréquences avant de trouver la bonne. L'exemple suivant montre que la méthode peut être précise à 2 msec près :

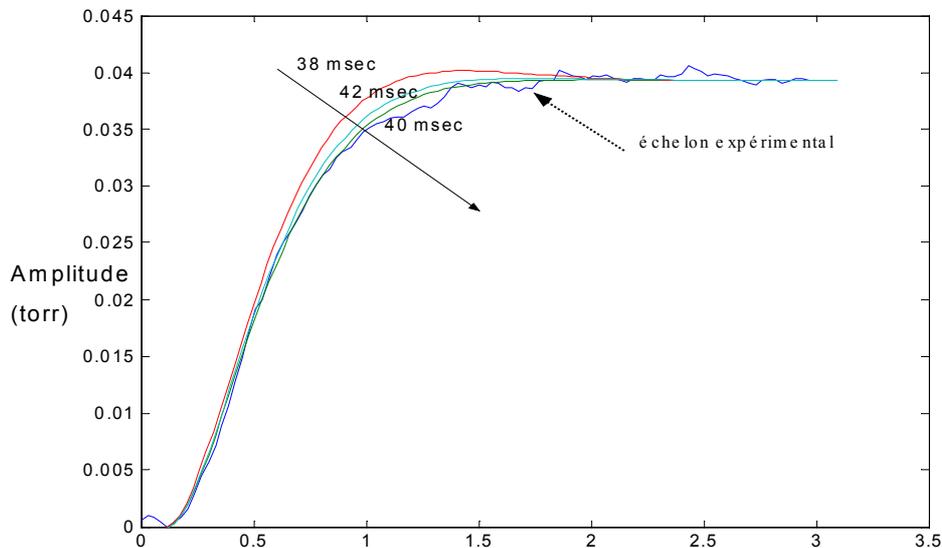


Figure 30 : Sensibilité de l'identification en fonction de la période d'acquisition

Dans cet exemple de la Figure 30, le retard vaut trois périodes d'acquisition. On peut donc en déduire qu'il est plus proche de 120 msec que de 114 ou 126 msec.

L'écart-type des critères de validation a également été testé. Pour la même fréquence d'acquisition, les résultats diffèrent d'une SBA à l'autre. Mais cet écart-type diminue avec la longueur de la SBA, et à partir de 4000 valeurs, l'écart-type se stabilise à sa valeur minimum. A une

fréquence de 30 Hz, 4000 valeurs représentent une durée totale d'acquisition de 130 sec, soit une dizaine de fois le temps de réponse de la pression à un échelon de consigne.

B2-3 Modèle choisi

Le diagramme de Bode en amplitude permet de déterminer l'ordre du procédé grâce à la pente de la courbe pour les hautes fréquences. Celle-ci est égale à -20 dB par décade multipliés par la différence entre l'ordre du dénominateur et celui du numérateur de la fonction de transfert en continu.

Dans le cadre de cette étude, ce sont systématiquement des ordres 3 qui ont été observés pour le procédé en vitesse, et pour le flux, l'ordre est souvent supérieur à 2. Sur la Figure 24 (page 56), qui correspond à une réponse en flux, la fréquence de coupure ω_c , déterminée par l'intersection entre la droite horizontale du gain statique et une droite tangente à la courbe de pente -40dB par décade. Cette pente correspond à la décroissance d'un système d'ordre 2. Or le diagramme montre clairement que cette décroissance s'intensifie pour les fréquences les plus élevées, ce qui conduit à penser que l'ordre du procédé est supérieur à 2.

Néanmoins, il a été décidé de se limiter à une forme du second ordre pour l'identification. En effet, la troisième constante de temps est souvent très petite, et il n'y a pas de grande différence si elle est intégrée dans le retard ou dans la seconde constante de temps. En revanche, Matlab ne parvient pas toujours à trouver directement une fonction de transfert d'ordre 2 ; il est parfois inévitable d'identifier d'abord un ordre 3 pour obtenir un bon résultat, quitte à intégrer ensuite la troisième constante de temps dans le retard.

D'un point de vue mathématique, intégrer la constante de temps T_3 dans le retard ou dans T_2 se traduit de la façon suivante :

$$G(p) = \frac{Ke^{-R'p}}{(1+T_1p)(1+T_2p)(1+T_3p)} \approx \frac{Ke^{-R'p}}{(1+T_1p)(1+(T_2+T_3)p)} \approx \frac{Ke^{-R'p}e^{-T_3p}}{(1+T_1p)(1+T_2p)}$$

on retient

$$G(p) \approx \frac{Ke^{-(R+T_3)p}}{(1+T_1p)(1+T_2p)} \quad \text{Équation 22}$$

Les courbes de la Figure 31 ont été réalisées autour d'un point de fonctionnement où il n'était justement pas possible d'obtenir directement un bon modèle d'ordre 2.

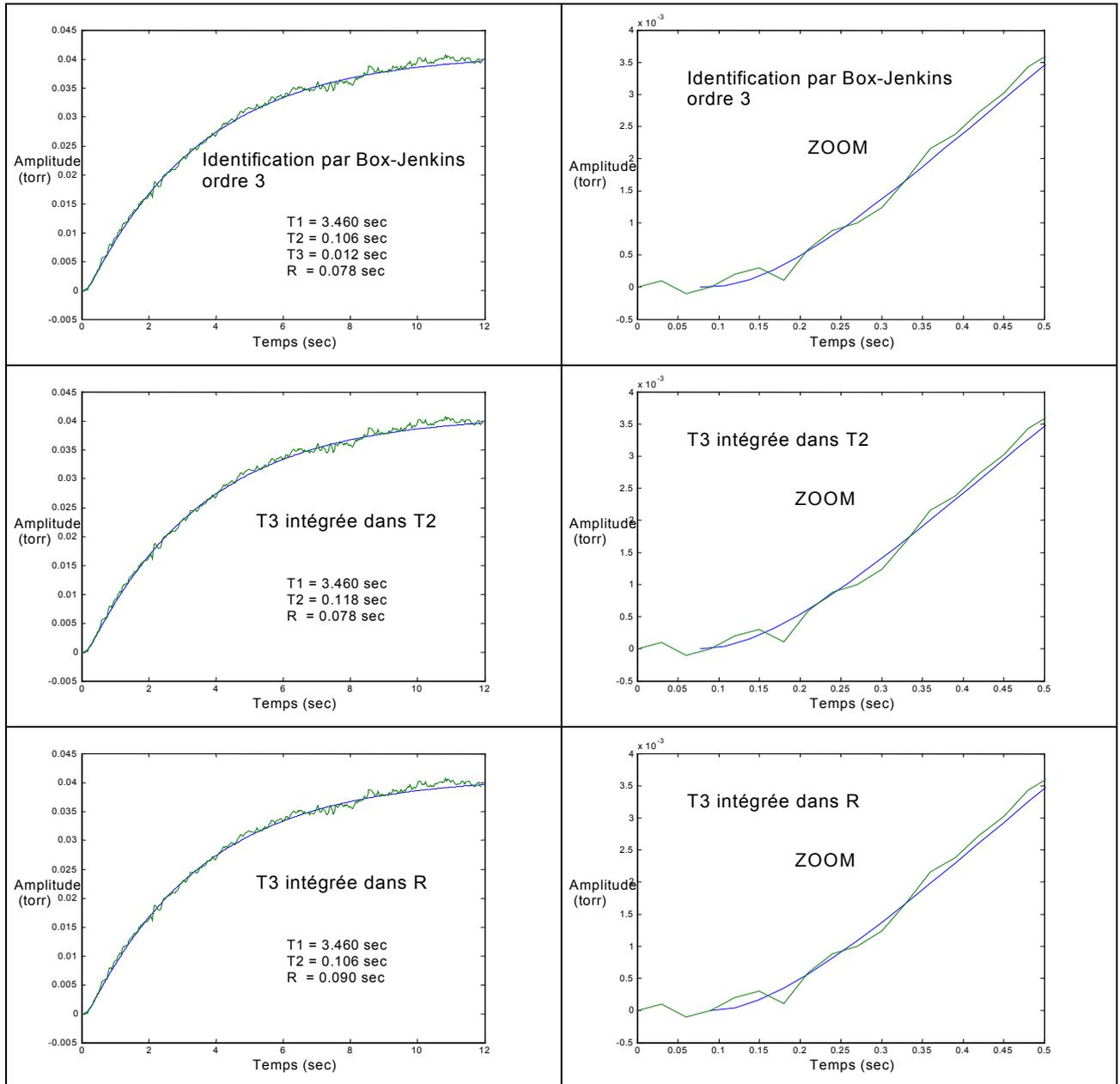


Figure 31 : Intégration de la troisième constante de temps dans la seconde ou dans le retard pour obtenir un modèle d'ordre 2

Le résultat escompté d'une identification sur un point de fonctionnement sera donc un groupe de 9 valeurs :

- la pression
- le gain statique du procédé en vitesse
- la première constante de temps du procédé en vitesse
- la seconde constante de temps du procédé en vitesse
- le retard du procédé en vitesse
- le gain statique du procédé en flux
- la première constante de temps du procédé en flux
- la seconde constante de temps du procédé en flux
- le retard du procédé en flux

B3 - Problèmes avec l'utilisation de BJ

B3-1 Nécessité d'un signal de qualité

Les évolutions du soft d'acquisition évoquées en A2-2 ont été motivées par les limites de l'identification selon le modèle de Box-Jenkins. Cette méthode est performante pour extraire le signal intéressant du signal brut, qui contient le bruit et l'incertitude de mesure, mais elle ne réussit pas toujours. Certains points de fonctionnement à basse vitesse de pompe primaire ont notamment posé quelques problèmes. En effet, à basse vitesse, la pompe n'est pas stationnaire, ce qui engendre des fluctuations qui se superposent à la SBA d'excitation. Dans l'exemple suivant, 12 acquisitions effectuées avec la même SBA n'ont donné qu'un seul résultat satisfaisant.

La Figure 32(a) représente l'erreur quadratique par rapport à la réponse à l'échelon, pour les douze modèles issus des douze acquisitions. On voit que le 11^{ème} modèle est le meilleur, donc la 11^{ème} acquisition est sans doute la plus proche d'un signal optimal pour lequel le bruit serait nul. Or la moyenne de 12 acquisitions devrait en principe se rapprocher du signal optimal, car le bruit est supposé blanc, donc sa moyenne sur 12 acquisitions devrait être nulle. On a donc calculé ce signal moyen, puis chaque acquisition a été confrontée à cette moyenne avec l'outil d'inter-corrélation. Le résultat est le suivant :

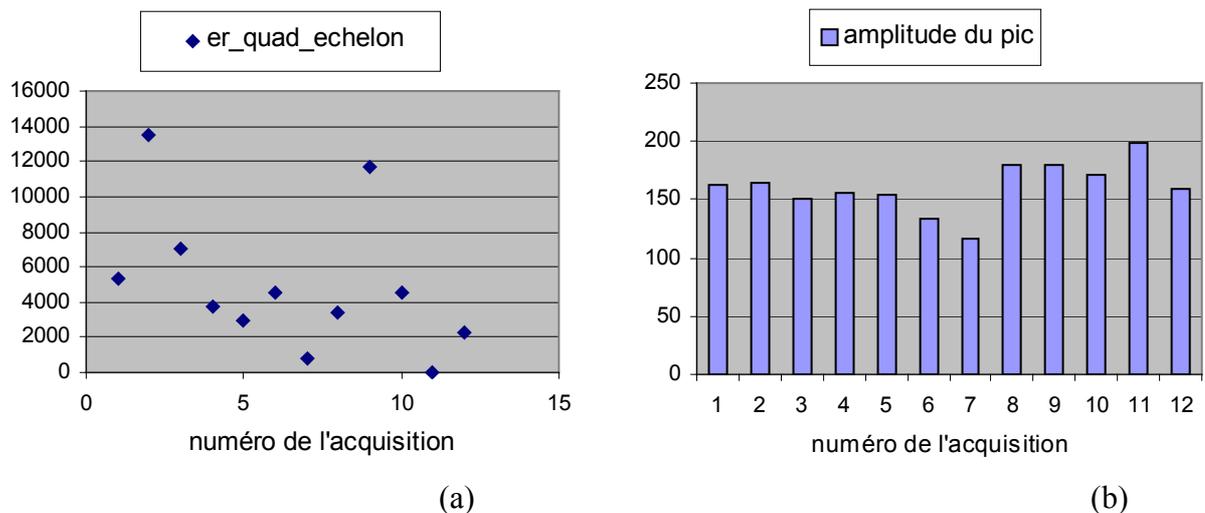


Figure 32 : une étude de l'influence de la qualité des signaux sur celle de l'identification

La Figure 32(b) représente l'amplitude du pic central de l'inter-corrélation. Plus l'amplitude est grande et plus l'acquisition considérée est proche de la moyenne des douze acquisitions. On constate alors que c'est la 11^{ème} acquisition qui est la plus proche de la moyenne.

On peut donc conclure que les mauvais résultats sont bien dus aux fluctuations aléatoires de la sortie, et que pour obtenir un bon résultat autour des points difficiles, on aurait intérêt à faire la moyenne de plusieurs sorties d'une même SBA.

Cependant, même si la synchronisation entre la commande et l'acquisition n'est pas parfaite, et même si le signal est bruité à cause de l'instabilité du système, l'identification peut malgré tout réussir, à condition de prendre des séries assez courtes pour que le décalage temporel entre commande et acquisition n'ait pas trop d'effet, et à condition d'essayer plusieurs séquences dans l'exploitation d'un fichier. Il faut dans tous les cas soit s'armer de patience, soit automatiser la procédure, soit améliorer la qualité de la chaîne de mesure et d'acquisition.

B3-2 Limites de la méthode

Lorsque la réponse est rapide et que la plus grande constante de temps s'approche de la plus petite (de l'ordre de quelques centaines de msec), le logiciel a tendance à fournir un résultat contenant des pôles complexes. Or, on a prit le parti de garder une seule et même structure, à savoir un second ordre retardé avec des racines réelles ; les nombres complexes sont donc à exclure.

Le programme Contsid, développé par une équipe Centre de Recherche en Automatique de Nancy [38][39], a permis de résoudre au cas par cas un certain nombre de ces problèmes, mais pas tous. Le programme fournit directement un résultat en continu, en utilisant successivement différentes méthodes pour converger vers la bonne solution.

Une autre façon de remplacer Matlab est d'utiliser la méthode de la double constante, valable lorsque $T_1 = T_2$. Dans ce cas la réponse à l'échelon unitaire s'écrit :

$$y(t) = K * \left(1 - \left(1 + \frac{t}{T} \right) \right) * e^{-\frac{t}{T}} \quad \text{Équation 23}$$

d'où à $t = T$, $y(t) = 0.26 * K$, à $t = 2 * T$, $y(t) = 0.59 * K$ et à $t = 3 * T$, $y(t) = 0.80 * K$

Donc, s'il y a un retard R ,

- le passage à 26% se fait à $t_1 = T + R$,
- le passage à 59% se fait à $t_2 = 2T + R$,
- le passage à 80% se fait à $t_3 = 3T + R$,

Si l'hypothèse du modèle second ordre à double constante de temps et retard est valide, on doit retrouver $t_3 - t_2 = t_2 - t_1$, ce qui donne T , puis t_1 donne R connaissant une estimation de T . Cela s'applique à l'exemple suivant, pour lequel l'identification avec Matlab donne deux constantes "complexes" valant $0.16 \pm 0.012i$ seconde.

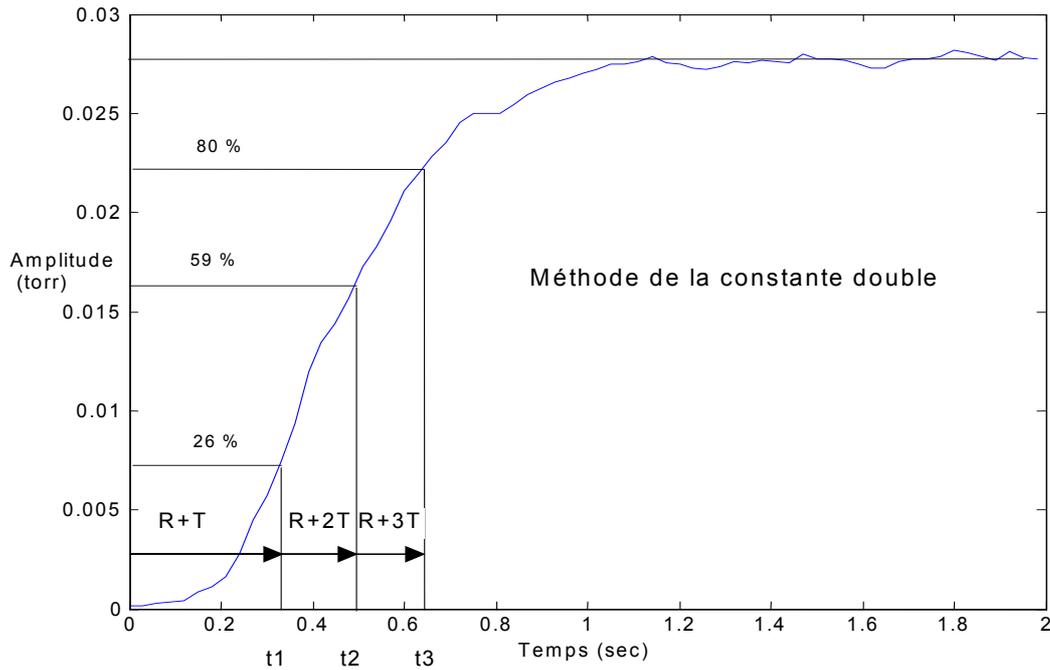


Figure 33 : recherche de la constante double sur une moyenne d'échelons

On trouve $t_3 - t_2 = 0.150$ et $t_2 - t_1 = 0.165$ sec, ce qui ne correspond pas exactement à une double constante, mais en prenant la moyenne des deux, qui vaut 0.157 sec et le retard de 0.174 sec qui en découle, le résultat du modèle construit est satisfaisant, comme le montre la figure 34 (b) :

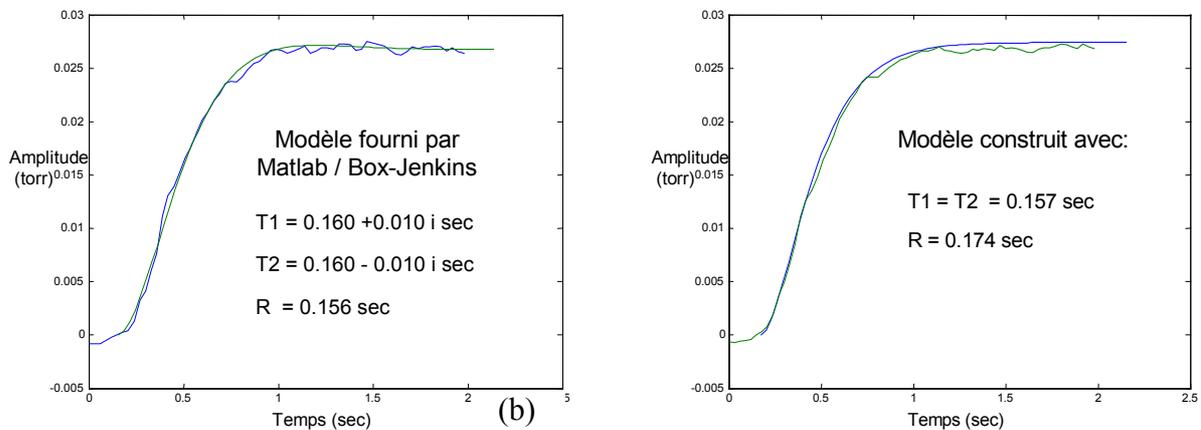


Figure 34 : comparaison du modèle identifié et du modèle construit

Cet exemple invite à prendre la partie réelle du résultat de l'identification. Malheureusement le résultat de cette méthode n'est pas toujours aussi proche de la réalité.

C Préliminaires à la modélisation

C1 - Consolidation de la démarche d'identification

C1-1 Tentatives infructueuses pour supprimer les instabilités

Lors de l'application d'une vitesse constante, d'un flux θ et d'un flux de dégradation θ_{A100} constants, des irrégularités sur le signal de pression ont été observées. Elles sont rapides par rapport à d'autres instabilités comme les dérives lentes qui elles sont sans effet sur la qualité de l'identification.

On s'est d'abord assuré que ces "décrochements" de pression n'étaient pas dus à un dysfonctionnement de la jauge, en disposant deux jauges identiques sur l'enceinte. Les deux jauges donnent le même signal, elles montrent les même irrégularités. La Figure 35 montre une expérience un peu différente, mais pour laquelle la conclusion est la même : une jauge est disposée au refoulement de la pompe turbo, et une autre sur l'enceinte.

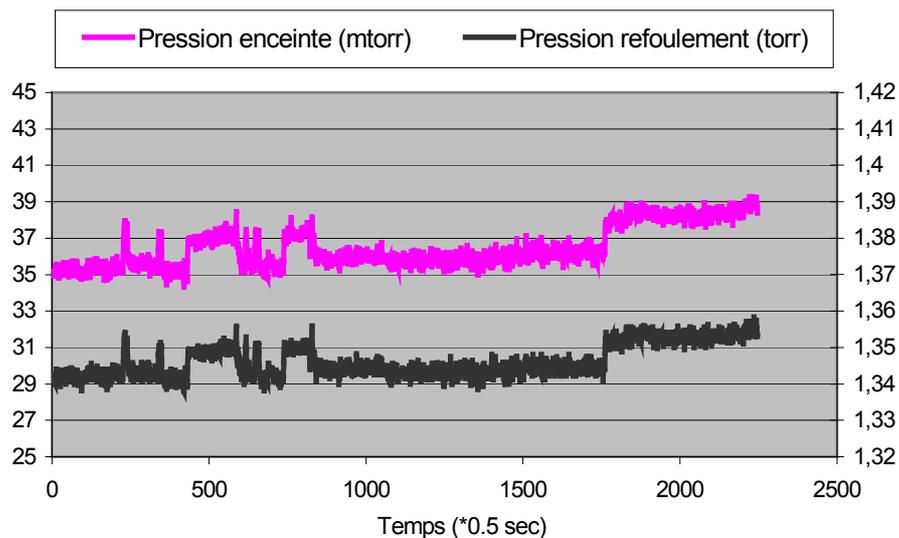


Figure 35 : instabilité de la pression – décrochements

La purge de la pompe a également été mise hors de cause. Cette purge est un flux injecté en permanence dans les étages de la pompe pour diluer les gaz corrosifs et protéger les roulements. Elle est délivrée par l'intermédiaire d'un détendeur relié au réseau d'air comprimé. Des instabilités dans le réseau pourraient être à l'origine d'instabilités de la purge ce qui pourrait se répercuter sur la pression. Il n'en est rien puisque les décrochements persistent lorsqu'on coupe la purge.

Les MFC sont aussi mis hors de cause, puisque le problème persiste quel que soit le MFC utilisé. Les tests de fuite à l'hélium n'ont pas révélé de fuite. La température ne peut pas changer assez brutalement pour générer une variation de pression aussi rapide.

Ayant constaté que le phénomène des décrochements de pression n'apparaît que pour des vitesses de rotation basses, on peut penser qu'il est lié aux instabilités mécaniques de la pompe primaire, qui est conçue pour fonctionner à vitesse maximale, c'est à dire 6000 tour/min.

Ces instabilités à basse vitesse avaient déjà, auparavant, justifié la mise en place du flux de dégradation θ_{A100} , afin de faire fonctionner la pompe primaire à plus haute vitesse pour une pression donnée.

C1-2 Démarche robuste d'identification

Un des buts de la démarche étant que celle-ci soit automatique, on a essayé de s'affranchir de l'intervention de l'utilisateur au niveau de la détermination du retard pur.

Une fois acquise la réponse moyenne à l'échelon, il est possible d'avoir une idée du retard pur grâce à un programme qui localise l'échantillon à partir duquel commence une augmentation significative de la réponse. Après avoir obtenu l'approximation du retard, le système effectue quelques SBA de commande entre 30 et 40 msec. Il est souhaitable, en effet, que la fréquence d'acquisition soit aussi haute que possible, et 40 Hz constitue la limite au-delà de laquelle l'acquisition est susceptible de comporter des erreurs.

Si par exemple le retard pur a été estimé à 150 msec, alors avec une SBA appliquée avec 6 valeurs de périodes variant entre 30 et 40 msec, et avec comme paramètre de retard $n_r = 4$ puis 5 périodes (cf B2-1), il est possible d'encadrer convenablement cette valeur du retard pur :

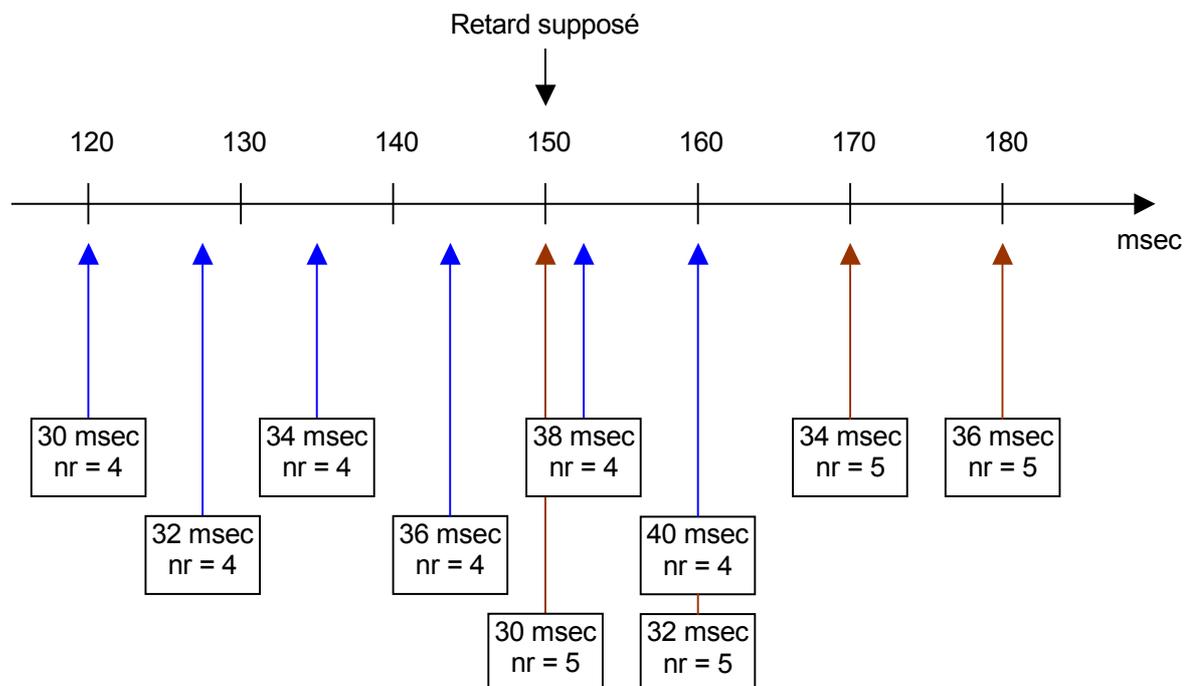


Figure 36 : méthode automatique d'identification

Il est enfin intéressant d'essayer d'identifier un ordre 2 puis un ordre 3, au cas où l'ordre 2 ne donnerait pas de résultat satisfaisant.

Toutes les réponses sont ensuite testées avec le critère de l'erreur quadratique par rapport à la réponse à l'échelon, et la meilleure est retenue. Cette méthode a été utilisée avec succès dans les Plans d'Expériences présentés au chapitre suivant.

C2 - Vérification du matériel

C2-1 Les variables d'action et leur effet

Les effets des variables d'action sur le système ont été vérifiés et comparés. La Figure 37 montre que la réponse en pression à une variation de flux est la plus rapide, ce qui est intéressant puisqu'on souhaite simuler les perturbations de l'allumage plasma, très rapides, qui interviennent fréquemment au cours de la fabrication d'une puce électronique. On vérifie aussi qu'il est plus intéressant de réguler avec la vitesse de la pompe qu'avec le flux de dégradation, car l'action de la vitesse est plus rapide.

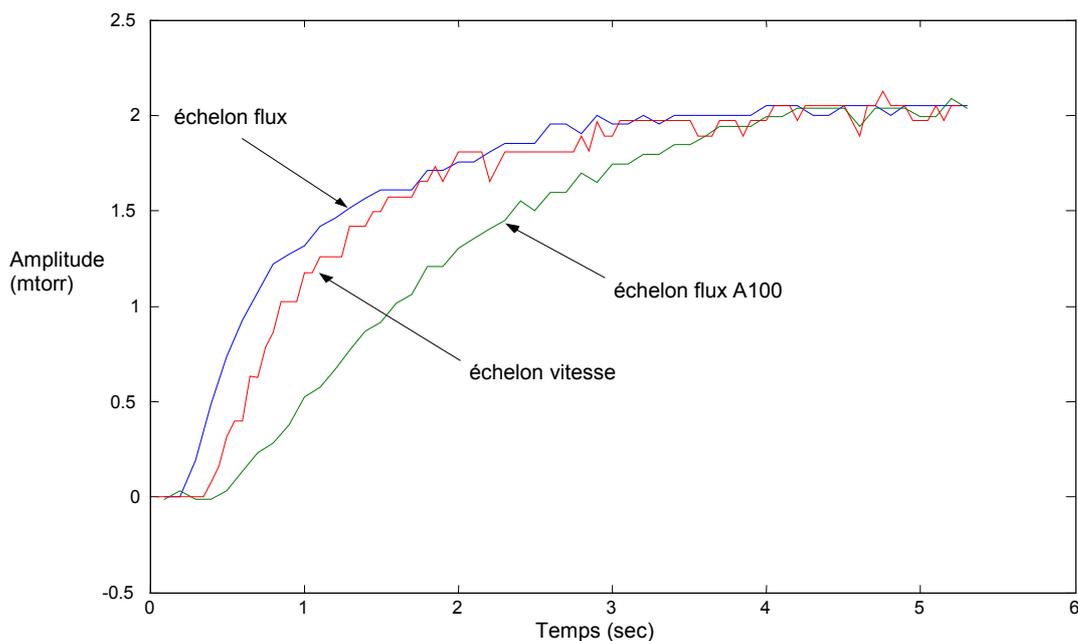


Figure 37 : réponses en pression des trois variables d'actions

Une modification importante du modèle global existant (Tableau 1) est provenue des premiers tests avec le banc : la valeur de la pression en statique n'est pas un paramètre pertinent pour le modèle dynamique global. En effet, elle est déjà fonction d'autres paramètres : les deux flux et la vitesse. La Figure 38 montre que pour une même valeur de pression en statique, obtenue par deux

configurations différentes, c'est à dire deux vitesses nominales, deux θ et deux θ_{A100} différents, la réponse à une même excitation n'est pas la même.

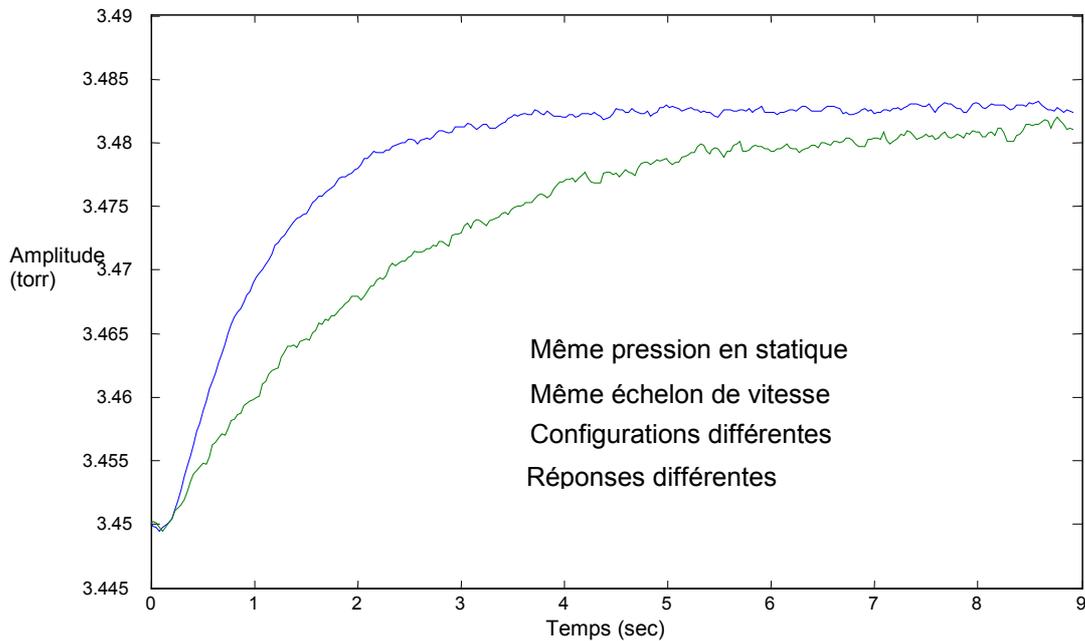


Figure 38 : réponses en pressions différentes à même valeur de pression en statique

C2-2 L'emplacement des jauges

Le temps de réponse des jauges de pression est de 20 msec. On a vérifié que la dynamique de la pression dans l'enceinte est indépendante de l'emplacement de la jauge sur l'enceinte, du moins pour la précision nécessaire à l'étude.

Même placée à 10 cm à l'intérieur de la canalisation d'évacuation des gaz de l'enceinte, une jauge donne le même signal de réponse à une variation de flux qu'une seconde jauge placée directement sur l'enceinte, proche du point d'injection du flux. Il n'y a pas de retard observable entre les deux réponses.

C2-3 Les dynamiques des MFC

Les trois débitmètres massiques qui délivrent un flux dans l'enceinte du banc de test sont du même type, mais un des trois présente un comportement dynamique différent des deux autres. Ceci peut avoir un impact néfaste sur le modèle global de comportement ; aussi cette différence a-t-elle été analysée afin de corriger les résultats le cas échéant. Sur un équipement client, on devra vérifier que les MFC aient le même comportement, et si ce n'est pas le cas adapter le modèle global à chaque type de MFC.

On a vérifié dans un premier temps qu'autour d'un point de fonctionnement, l'amplitude d'un échelon de commande de flux a une incidence uniquement sur l'amplitude de la réponse en pression, et n'en a aucune sur la dynamique de la réponse. Cela est très important car selon les points de fonctionnement, l'amplitude de l'échelon de flux nécessaire pour bien identifier peut varier du simple au décuple. Or le modèle doit bien sûr être indépendant des conditions choisies pour effectuer l'identification.

Ensuite on s'est assuré que la dynamique d'un MFC est la même en tout point de sa gamme : à flux total identique, la variation de pression résultant d'une variation de flux autour de 100 sccm délivré par un des MFC, est la même que celle résultant d'une variation de flux autour de 400 sccm délivré par le même MFC.

Ces deux points étant vérifiés, les différences entre les dynamiques des MFC ont été étudiées dans deux cas de figures : avec et sans pompe turbo.

En l'absence de pompage turbomoléculaire, on constate une différence dans la dynamique des MFC pour des volumes de l'ordre de 1 L, c'est à dire lorsque le flux est injecté presque directement dans la pompe primaire A100. La Figure 39 montre trois échelons de flux réalisés chacun par un MFC différent. Les deux échelons réalisés autour de 111 et 800 sccm ont une dynamique semblable à ceci près que la réponse autour de 800 sccm est plus rapide ; c'est un effet de la quantité de flux injecté, effet qui sera étudié dans le chapitre suivant. En revanche, il est clair que l'échelon réalisé autour de 85 sccm fait figure "d'outsider" comparé aux deux autres.

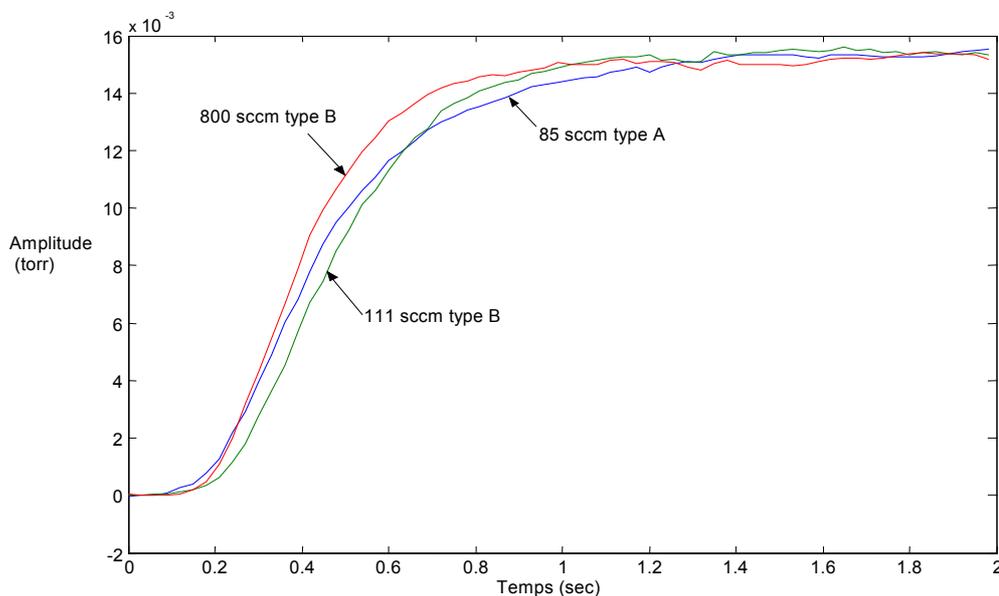


Figure 39 : différence entre le MFC 100sccm (type A) et les deux autres (type B)

Les pressions nominales ont été soustraites pour pouvoir comparer les courbes entre elles.

Par commodité pour la suite de cette étude de l'impact des MFC sur la dynamique de la pression, on écrira comme étant de type A le MFC dédié aux petits flux (100 sccm), et les deux autres (500 et 1000 sccm) comme étant de type B.

On a donc observé que les deux MFC consacrés aux flux importants (MFC de type B) réagissent de la même façon. En revanche, l'échelon réalisé autour de 85 sccm a une dynamique clairement différente, alors que ce flux est proche de 111 sccm, et qu'on pourrait s'attendre à observer pour 85 sccm une réponse semblable à celle obtenue à 111 puisque ces deux flux sont très proches. Il s'agit bien d'une différence dans le comportement dynamique des MFC.

Heureusement, cette différence entre les MFC ne s'observe qu'en l'absence d'enceinte ou de canalisation assez importante. La Figure 40 montre la similitude des réponses quel que soit le MFC utilisé, lorsque le flux est injecté dans une enceinte de 10 L. IL y a certes une légère différence entre la courbe à 111 et celle à 85 sccm, mais on peut sans problème affirmer que les dynamiques sont comparables.

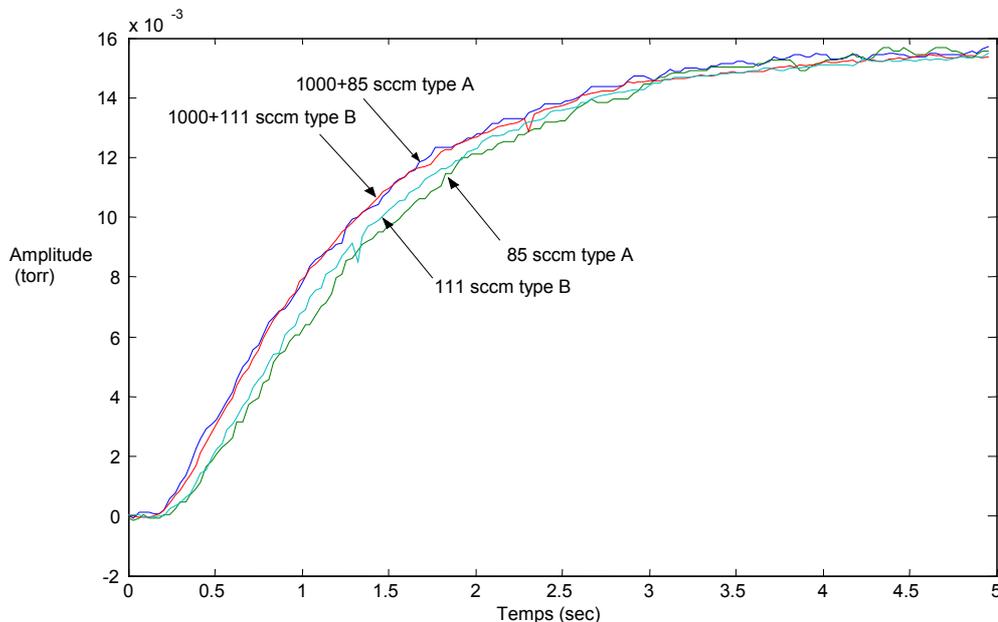


Figure 40 : annulation par un volume de l'impact des MFC sur la dynamique

Une configuration qui comprend un volume a donc tendance à masquer les effets des MFC, en l'absence de pompe turbo.

Avec la pompe turbo, à des pressions inférieures à 100 mtorr, les choses restent compliquées quelle que soit la dimension de l'enceinte : la différence de comportement demeure entre le MFC du type A, et les deux autres du type B. Des mesures présentées dans le chapitre suivant ont nécessité l'injection de trois flux : 50, 550 et 1050 sccm, donc l'utilisation des MFC de calibres 100 et 1000 sccm. Les variations autour de 50 et 1050 sccm sont effectuées par le premier, de type A, celles autour de 550 sccm par le second, de type B.

Afin d'obtenir des résultats comparables, on a cherché à transformer les réponses du MFC 1000 sccm en des réponses qu'aurait eues un MFC du type A autour du point de fonctionnement à 550 sccm. Le Tableau 3 et la Figure 41 illustrent le travail d'extrapolation (en italique dans le Tableau 3).

Flux	Type B 111 sccm	Type A 85 sccm	Type B 1111 sccm	Type A 1085 sccm	Type B 550 sccm	Type A <i>550 sccm</i>
T ₁	145	250	290	410	165	<i>295</i>
T ₂	145	50	160	50	165	<i>50</i>
R	155	140	140	140	155	<i>140</i>
Total	445	440	590	600	485	<i>485</i>

Tableau 3 : Constantes de temps de différentes réponses et extrapolation à 550 sccm

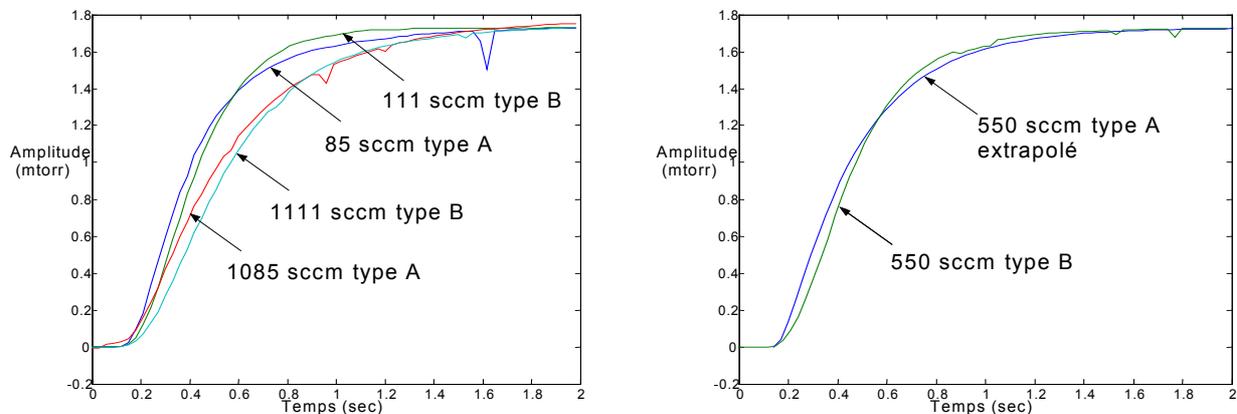


Figure 41 : réponses expérimentales et extrapolation à 550 sccm

La démarche d'extrapolation consiste à reconnaître que quel que soit le flux, mais pour un même flux total (flux + flux de dégradation) et pour une même installation, la deuxième constante de temps et le retard de la réponse en pression sont identiques pour le MFC de type A, et que la somme T_1+T_2+R est la même quel que soit le type de MFC utilisé.

Enfin, l'effet de la longueur du tuyau amenant le flux du MFC jusqu'à l'enceinte a été analysée. Il apparaît que plus le tuyau est long, plus le retard pur de la réponse en pression à un échelon de flux est important. Sur un équipement client, cette connexion entre MFC et chambre de procédés ne varie pas, donc sa contribution au modèle global ne changera pas.

D Conclusion

Ce chapitre s'est attaché à décrire le banc de test et les moyens mis en place pour réaliser l'identification du comportement dynamique d'un groupe de pompage comportant une pompe primaire de type A100, des canalisations, une enceinte fixée sur un châssis, et une pompe turbomoléculaire.

On recherche un modèle dynamique de la pression pour construire un correcteur destiné à la régulation de pression par la vitesse de la pompe primaire. Le système sera donc soumis à des excitations de vitesse, ainsi qu'à des excitations de flux injecté dans l'enceinte. Ces dernières servent à connaître le comportement du système vis-à-vis des perturbations qui ont lieu pendant la fabrication des circuits intégrés.

La procédure d'identification a été systématisée et fiabilisée afin d'être exploitée dans le chapitre suivant. On a installé un automate capable d'imposer au moteur de la pompe primaire et aux débitmètres de flux (MFC) des Séquences Binaires Aléatoires (SBA) de commande et de faire l'acquisition de la réponse en pression. L'acquisition est synchronisée avec la commande. Le système est également soumis à des échelons de ces deux commandes.

Les signaux résultants des commandes en SBA sont riches en informations ; ils sont exploités par le logiciel Matlab, qui est capable d'identifier le procédé selon le modèle de Box-Jenkins, et de confronter son modèle obtenu avec la réponse expérimentale à l'échelon. Le calcul de l'erreur quadratique entre les deux permet d'estimer la qualité du modèle obtenu par Matlab.

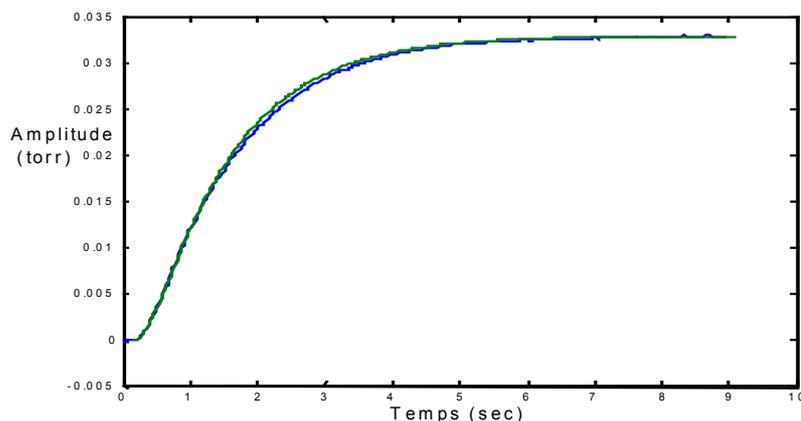


Figure 42 : superposition de la réponse en pression à un échelon et de la réponse du modèle identifié

Un bon résultat comme celui de la Figure 42 n'est pas automatique. Une procédure a été développée afin de réaliser plusieurs identifications paramétrées différemment, et de ne retenir que la meilleure.

Identification

La structure du modèle dynamique local a été ramenée à un ordre 2 retardé. Cette structure ne devra pas changer, afin de pouvoir étudier au chapitre suivant l'évolution des coefficients du modèle local en fonction des paramètres du système.

En prévision de cette modélisation globale, on a présenté des tests préliminaires, qui ont, entre autres, établi des différences de dynamique entre les MFC, ou encore l'identité du comportement de la pression en différents endroits de l'enceinte ; autant de tests indispensables pour valider le bien-fondé d'une modélisation globale, et d'informations utiles pour exploiter les futurs résultats de l'identification.

Chapitre 3 Modélisation du groupe de pompage

Après avoir abordé l'identification locale et la construction de modèles dynamiques autour d'un point de fonctionnement, on traite dans ce chapitre la construction du modèle de comportement global du groupe de pompage. Ce modèle global doit définir l'évolution sur l'espace paramétrique des modèles dynamiques locaux, afin d'être utilisé pour améliorer la régulation de la pression par la vitesse de la pompe primaire.

Au chapitre 1, la notion de point de fonctionnement a été expliquée comme étant le point, dans l'espace paramétrique du système, défini par trois variables d'action – la vitesse de la pompe v , le flux θ et le flux de dégradation θ_{A100} – susceptibles de varier rapidement, par quatre paramètres propres à chaque installation – le volume de l'enceinte, la longueur et la section de la canalisation, le nombre de coudes de la canalisation (variable discrète) – ainsi que la température, paramètre dont les fluctuations sont lentes devant celles des variables d'action. Ces grandeurs ont été retenues car elles sont connues pour leur effet sur la valeur statique de la pression, mais on ne connaît pas bien leur effet sur son comportement dynamique.

En chaque point de fonctionnement peut être effectuée une identification telle que décrite au chapitre 2, pour obtenir un modèle dynamique local. L'identification permet de connaître la valeur de la pression, sa dynamique vis-à-vis de la vitesse de la pompe primaire et sa dynamique vis-à-vis du flux injecté θ , en effectuant des petites variations de vitesse ou de flux autour d'un point de fonctionnement donné. Elle peut être facilement automatisée.

Il convient de bien faire la différence entre le modèle dynamique en un point de fonctionnement, et le modèle global qui traduit les variations, en fonction des paramètres, des comportements dynamiques locaux. Dorénavant le mot " modèle " fera référence au modèle global.

Le but étant de concevoir une méthode robuste et efficace pour connaître les caractéristiques dynamiques de n'importe quelle installation, on a utilisé la méthode des Plans d'Expériences. Celle-ci présente l'intérêt d'être utile à la construction d'un modèle, ainsi qu'à son adaptation future aux équipements clients. La méthode des Plans d'Expériences est capable de définir les meilleures expériences à réaliser pour obtenir la précision souhaitée, donne des renseignements pour les choix de structure du modèle (ordre, prise en compte de termes croisés entre les variables...), et permet d'intégrer de nouvelles expériences pour adapter sa connaissance à une configuration différente.

C'est avant tout une structure de modèle qui a été recherchée. La précision du modèle du banc de test n'est pas la priorité première, car le banc de tests ne correspondra jamais exactement à un équipement client. De plus il est vraisemblable que toutes les grandeurs influentes n'ont pas été

considérées, sans parler de celles qui de toutes façons ne sont pas accessibles, comme la nature des gaz de procédé et la chimie de leurs réactions avec les plaquettes.

La démarche choisie pour construire le modèle est une démarche d'identification expérimentale. Pour cela, on a largement utilisé une démarche d'expérimentation structurée fondée sur la Méthode de Plans d'Expériences, brièvement présentées dans ce chapitre. Les résultats obtenus pour les deux parties modélisées du groupe de pompage sont ensuite exposés. Le chapitre 3 s'achève par une proposition d'utilisation de ces résultats pour la régulation de pression.

A Les Plans d'Expériences pour la modélisation

A1 - Principe de la méthode

A1-1 Présentation

La Théorie des Plans d'Expériences est née avec les travaux de Sir R. Fischer. L'objectif des Plans d'Expériences est d'établir les relations de causes à effets entre des variables modifiables par l'expérimentateur, appelées facteurs, et des variables dépendant des facteurs, les réponses, pour un système donné en optimisant le nombre d'expériences et la précision sur les résultats. Cette démarche a été motivée initialement par les contraintes de l'expérimentation agronomique pour laquelle une simple expérience dure facilement plusieurs mois. Cette méthodologie s'est étendue à toutes les disciplines expérimentales où le souci d'économie de temps et d'agent s'impose, autant dire pour toutes [40][41][42].

La Méthode des Plans d'Expériences s'oppose à celle qui consiste à n'étudier qu'un facteur à la fois, en maintenant les autres constants. Elle permet en cela d'étudier en plus de leurs effets les interactions entre les facteurs, tout en réalisant moins d'expériences à précision égale et en évitant d'en réaliser d'inutiles. C'est aussi une stratégie expérimentale, dans le sens où l'expérimentateur peut prévoir la qualité des résultats, et faire des compromis entre l'information dont il souhaite disposer et le temps et l'argent qu'il est prêt à accorder à cela.

Dans ce cas d'application, le travail à effectuer autour d'un point de fonctionnement est assez long – il faut compter le temps de stabilisation du système après chaque changement de paramètre, puis le temps d'acquisition, puis le temps pour l'analyse. De plus, ce travail doit être répété de nombreuses fois car il y a beaucoup de paramètres à modifier. L'approche des Plans d'Expériences s'est donc avérée indispensable dans le cadre de cette étude. En outre, elle convient parfaitement au type de recherche effectuée qui est celui d'une découverte progressive d'un système, où un résultat intermédiaire oriente les expériences à suivre.

A1-2 Les différentes étapes de la démarche suivie

La modélisation du groupe de pompage a été scindée en deux parties. Une première concerne le pompage primaire uniquement, avec entre autres les caractéristiques géométriques des canalisations. La seconde concerne le pompage secondaire.

Dans un premier temps, on a souhaité ignorer le pompage secondaire, car un modèle de pompage primaire est applicable dans plusieurs situations clientes. Concrètement cela revient à enlever la pompe turbo. La modélisation du pompage primaire s'est déroulée en deux étapes :

- criblage des facteurs en se limitant aux effets du premier ordre (pas d'interaction)
- modélisation sur un nombre restreint de facteurs en recherchant un modèle comportant des interactions

Le criblage consiste à rechercher de façon grossière et rapide quels sont, parmi un ensemble de facteurs potentiellement influents, ceux qui le sont effectivement dans un domaine expérimental donné. Connaissant les facteurs qui ont une influence sur la valeur de pression en statique, il était naturel de tester ceux-ci vis-à-vis de la dynamique de la pression. Huit facteurs ont été dénombrés (cf Chapitre 1C3-2) et le criblage a non seulement permis d'estimer leur "poids" mais également de déterminer s'ils sont linéaires (plus exactement affine) ou non.

Dans la deuxième étape, la simplification apportée par le criblage donne cours à une étude plus fine, qui prend en compte les interactions entre les facteurs. En fonction du nombre d'expériences que l'on souhaite réaliser, la connaissance des effets et surtout des interactions sera plus ou moins précise. Mais la Méthode des Plans d'Expériences a ceci de remarquable qu'elle définit quelle incertitude s'appliquera à quel résultat. Et en fonction de ces résultats, l'expérimentateur a la possibilité d'effectuer l'expérience adéquate qui permet de lever une incertitude s'il y a lieu de le faire. C'est la théorie des alias, relative à la construction des matrices d'expériences.

Il est possible d'entamer après l'étude des effets et interactions une troisième étape, la méthodologie des surfaces de réponse. En fait cette étape apporte un niveau de précision que notre étude sur banc de test ne justifie pas. Les résultats apportés par les deux premières étapes ont été jugés suffisants pour construire un modèle du groupe de pompage primaire, modèle dont le but est de calculer un correcteur.

Dans un second temps, une fois le modèle de pompage primaire achevé, on s'est occupé du modèle de pompage secondaire. La pression au refoulement de la pompe turbomoléculaire peut être vue comme la réponse du premier modèle puisqu'elle correspond au résultat du pompage primaire. En revanche, pour le modèle de pompage secondaire, elle n'est plus considérée comme une réponse, mais comme un facteur qui va varier sur une plage telle que la pression dans l'enceinte varie elle aussi sur la plage habituelle des procédés de fabrication des CI. Ainsi, il ne reste comme facteur propre à la géométrie de l'installation que le volume de l'enceinte connectée à la pompe primaire.

Le nombre de facteurs pour cette seconde étude est donc très inférieur à celui de la première. De ce fait, l'étude de ce modèle de pompage secondaire a été réalisée à partir d'un plan complet en réalisant toutes les combinaisons de facteurs possibles. Avec ce type de plan, il n'y a aucun doute sur les effets et leurs interactions. C'est une méthode exhaustive qui permet a priori la modélisation complète – à l'ordre choisi près – du domaine d'étude.

Cependant, l'espace paramétrique décrit par les facteurs est, dans le cas de la modélisation du pompage secondaire, limité par l'impossibilité de réaliser certaines expériences. En effet, pour certaines combinaisons des facteurs, la pression dans l'enceinte dépasse les 100 mtorr et le capteur n'est plus capable de la mesurer.

Stéphane Vivier [43] présente différentes stratégies pour explorer un espace paramétrique contraint afin d'obtenir un modèle optimal. Dans le chapitre 2 de sa thèse, “stratégies d’optimisation par PE”, l’auteur explique que les techniques d’optimisation sont le plus souvent des techniques de modélisation donnant la possibilité après coup de déduire les grandeurs optimales recherchées. Il présente la technique de récupération de points d’expériences entre plans à des fins d’économie d’expériences, qu’on utilise dans ce travail pour la construction du modèle de pompage primaire, puis développe trois façons différentes d’exploration d’un domaine d’étude :

- les méthodes par glissement de plan
- les méthodes par zooms successifs
- les méthodes de modélisation globale (méthode exhaustive)

Dans notre cas, c’est une approche de modélisation globale qui a bien sûr été employée ; les méthodes exhaustives ont en commun la modélisation complète du domaine d’étude possible par la réalisation de plans mis côte à côte ou emboîtés. Cependant les notions relatives aux méthodes par glissement de plan et même dans une certaine mesure, par zoom, ont été mises à profit.

A2 - Rappels

La Méthode des Plans d'Expériences est une méthode algèbro-statistique qui fait largement appel au calcul matriciel. On aborde ici l'aspect statistique puis la construction des Plans d'Expériences.

A2-1 Régression multilinéaire

La modélisation effectuée dans ce travail repose en grande partie sur la régression linéaire à plusieurs variables, c'est à dire la régression multilinéaire. Une régression permet de trouver la relation linéaire entre une réponse et un facteur. Le problème consiste à trouver l'équation affine qui correspond le mieux à cette relation. Des grandeurs associées permettent de valider la qualité d'un

résultat en mesurant sa significativité, notamment la part des variations de la réponse expliquée par les relations linéaires établies.

Traisons à présent le cas simple d'un ensemble de i points expérimentaux pour lesquels on souhaite établir une relation linéaire. Soit par exemple Y_i la valeur de la première constante de temps de la réponse en pression à un échelon de vitesse (T1) et x_i le volume (V) de l'enceinte. Y et x sont deux vecteurs colonnes avec autant de lignes qu'il y a de points d'expérience. Les x_i ne prennent dans ce cas que deux valeurs – car ces données proviennent d'un plan d'expériences à deux niveaux – et il y a d'autres paramètres qui font varier la réponse, mais on ne les étudie pas dans cet exemple.

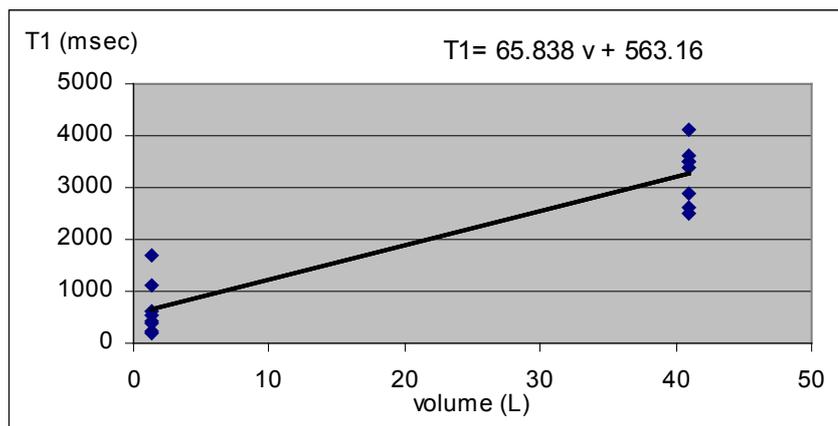


Figure 43 : points expérimentaux et droite de régression linéaire

La droite de régression linéaire $T_i = \beta_0 + \beta_1 V$ est déterminée de façon à minimiser la somme des carrés des écarts e_i entre chaque point expérimental et le point sur la droite pour la même abscisse :

$$e_i = Y_i - (\beta_0 + \beta_1 x_i) \quad \text{Équation 24}$$

Ceci peut s'écrire sous forme matricielle de la façon suivante :

$$\begin{bmatrix} e_1 \\ \dots \\ e_i \\ \dots \\ e_n \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} Y_1 \\ \dots \\ Y_i \\ \dots \\ Y_n \end{bmatrix} - \begin{bmatrix} 1 & x_1 \\ \dots & \dots \\ 1 & x_i \\ \dots & \dots \\ 1 & x_n \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \beta_0 \\ \beta_1 \end{bmatrix} \text{ soit } e = Y - \beta X$$

Le but est de trouver les coefficients β qui minimisent les écarts e_i (méthode de la minimisation des moindres carrés de Gauss). La somme des écarts e_i^2 s'écrit $e^t \cdot e$ avec e^t matrice transposée de e , et on recherche la valeur de β qui annule la dérivée de $e^t \cdot e$ par rapport à β :

$$e^t \cdot e = [Y - X\beta]^t [Y - X\beta] = Y^t Y - 2\beta^t X^t Y + \beta^t X^t X \beta \quad \text{Équation 25}$$

$$\frac{d(e^t \cdot e)}{d\beta} = -2X^t Y + 2X^t X \beta \quad \text{Équation 26}$$

Cette dérivée s'annule pour :

$$\beta = \hat{\beta} = (X^t X)^{-1} X^t Y \quad \text{Équation 27}$$

ce qui conduit pour cet exemple $\beta = \begin{bmatrix} 563 \\ 66 \end{bmatrix}$.

Une fois effectuée la régression, il est utile d'en évaluer la qualité. Ceci est fait au moyen du coefficient de régression linéaire R^2 , qui mesure la proportion de la variance sur Y expliquée par la corrélation entre X et Y . Comme la totalité des variations ne peut pas être expliquée par la relation, R^2 est donc toujours inférieur à 1.

$$R^2 = \frac{(V(Y) - \sigma_r^2)}{V(Y)} \quad \text{Équation 28}$$

avec $V(Y)$ la variance totale observée sur Y , σ_r^2 la variance résiduelle

$$\sigma_r^2 = \frac{\sum e_i^2}{ddl} \quad \text{Équation 29}$$

et $V(Y) - \sigma_r^2$ qui correspond à la partie imputable à la droite de corrélation.

Le nombre de degrés de liberté vaut, dans notre exemple :

$$ddl = 16 \text{ (données)} - 2 \text{ (coefficients)} = 14$$

D'où $\sigma_r = 314$ msec et $R^2 = 87\%$. Il reste donc 13% de la variation pouvant être expliqués par l'effet d'autres facteurs et par la dispersion sur la mesure.

Afin de s'assurer que les facteurs qui ont une influence sur une réponse sont significatifs, c'est à dire que le résultat de la régression linéaire peut être considéré comme juste, on utilise le test de Student. Cette analyse nécessite d'abord de calculer la variance sur les coefficients de la droite de régression. Connaissant l'expression de $\hat{\beta}$ il est aisé de calculer l'expression de sa variance qui s'exprime par la relation suivante :

$$\sigma_{\hat{\beta}}^2 = \sigma_r^2 (X^t X)^{-1} \quad \text{Équation 30}$$

La variance sur les coefficients dépend donc de la dispersion résiduelle et de la position des points testés dans le domaine d'étude (matrice X). Pour chaque coefficient on calcule la variable

réduite t par la relation $t = \frac{\hat{\beta}}{\sigma_{\hat{\beta}}}$, ce qui permet de calculer directement la probabilité p que le coefficient soit une variation aléatoire autour de 0. En général on considère significatif un coefficient dont la valeur p est inférieure à 0.05.

Ce sera par la suite le critère qui a présidé au choix des facteurs pour la construction du modèle. Dans l'exemple ci-dessus, p vaut 0.01 pour β_0 et 10^{-7} pour β_1 ; ce sont donc deux coefficients significativement non nuls.

A2-2 Les tables d'expériences

L'intérêt d'un Plan d'Expériences consiste à gérer au mieux tous les facteurs susceptibles, compte tenu de la connaissance préalable du système, d'avoir une influence sur la réponse, et de les étudier en un minimum d'expériences. Pour cela, l'expérimentateur doit faire varier tous les facteurs en même temps. Un système de notation particulier est utilisé, qui affecte aux valeurs que prennent les facteurs un chiffre comme -1 , 0 ou 1 ; ce sont les variables centrées réduites. Dans cette étude le nombre de valeurs, ou niveaux, des facteurs est deux ou trois. Avec deux niveaux il est possible d'étudier les effets linéaires des facteurs, avec trois niveaux les effets quadratiques.

Une fois choisis pour une étude le nombre de facteurs et le nombre de niveaux pour chaque facteur, l'expérimentateur détermine le nombre d'expériences qu'il souhaite réaliser, en fonction du temps et de l'argent dont il dispose, et de la précision qu'il souhaite obtenir. Il construit alors la matrice d'expérience, dont chaque ligne représente une expérience à réaliser, avec la valeur du niveau de chaque facteur. Les tables présentées par la suite sont des matrices d'expérimentation, dans lesquelles les vraies valeurs des facteurs sont écrites, à la place des variables centrées réduites.

Encore quelques notions sur les Plans d'Expériences : on distingue les plans complets des plans fractionnaires. Un plan complet consiste à effectuer toutes les expériences possibles compte tenu du nombre de facteurs et de leurs niveaux. Un plan complet est nécessairement orthogonal, c'est à dire que chaque niveau de chaque facteur intervient le même nombre de fois. En choisissant cette solution, la précision est maximale, mais le nombre d'expériences à réaliser est souvent trop élevé. Le plan fractionnaire est comme son nom l'indique une fraction du plan complet, ce qui permet de réaliser moins d'expériences mais en contrepartie peut dégrader la qualité de l'interprétation des effets : ceux-ci sont mélangés à d'autres – ils sont alors "aliassés". La stratégie consiste donc à associer des effets ou des interactions supposés importants à des interactions qu'on suppose inexistantes ou très faibles comparées aux effets importants.

Dans l'étude qui suit, on utilise des plans fractionnaires de Taguchi [44][45] – qui sont en fait des plans fractionnaires classiques qui ont été standardisés – et le logiciel Ellipse permet de choisir, parmi les alias de ces plans, les interactions ayant de l'importance, et de rejeter celles qui a priori n'en ont pas. Pour choisir les interactions susceptibles d'être importantes, on utilise le principe

d'hérédité. Ce principe précise qu'une interaction est active lorsque les facteurs qui la composent sont eux-mêmes actifs. Une interaction n'a a priori pas d'importance si les effets dont elle découle n'en ont pas.

Une autre façon de procéder pour limiter le nombre d'essais consiste à faire calculer par le logiciel Nemrod la D-optimalité de tous les plans fractionnaires possibles d'un nombre d'expériences donné, ce qui revient à estimer à l'avance une partie de la variance sur les coefficients du modèle trouvé grâce à un plan considéré. L'équation 30 montre en effet que la variance dépend de la matrice d'expériences, et notamment de son déterminant puisqu'il faut calculer l'inverse de la matrice. Le logiciel donne ensuite les plans fractionnaires qui présentent la meilleure D-optimalité, pour un nombre d'expériences donnée.

B Modélisation du groupe de pompage primaire

B1 - Criblage

B1-1 Plan d'expérimentation

Huit facteurs ont été inventoriés pour l'étape du criblage. Afin de tester d'éventuels effets quadratiques de ces facteurs, trois niveaux ont été affectés à chacun d'entre eux. Pour un plan complet, il faudrait $3^8 = 6561$ expériences.

Le graphe ci-dessous illustre l'évolution de la qualité de la D-optimalité en fonction du nombre d'expériences d'un plan fractionnaire issu du plan complet, au moyen de la valeur du déterminant de la matrice d'expérience (notée M par le logiciel Nemrod). Le nombre de 27 expériences semble être un bon compromis entre la qualité et le nombre d'expériences ; 27 étant également une puissance de 3 (nombre de niveaux) il permet de construire un plan orthogonal.

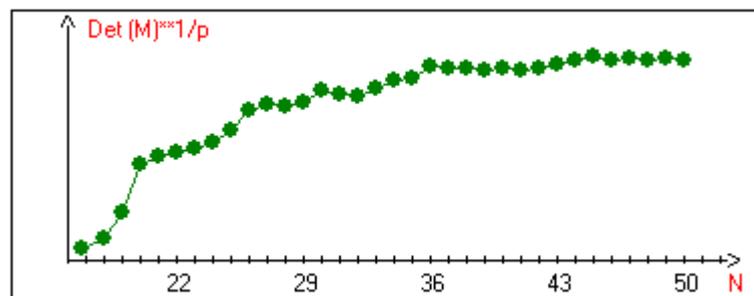


Figure 44 : critère de choix du nombre d'expériences N

Dans le plan de 27 expériences choisi, chaque niveau de chaque facteur intervient 9 fois dans le plan, ce qui en fait un plan fractionnaire orthogonal. Ce plan, classique, a été déterminé par le logiciel Nemrod.

- La longueur de la canalisation reliant la pompe primaire A100 à l'enceinte est comprise entre 1.2 et 5 m, longueurs typiques soit d'une pompe située à proximité de la chambre de procédés, dans la salle blanche, soit d'une pompe située au *basement* (sous-sol) de l'usine de production de CI, ce qui correspond à la situation traditionnelle.
- La section de la canalisation correspond aux DN40, DN50 et DN80 qui sont des standards de diamètres des canalisations.
- L'effet des coudes sur la pression est connu, ils diminuent la conductance de la canalisation et donc la pression s'en ressent. Mais l'effet d'un coude sur la dynamique est inconnu.
- Le volume de l'enceinte varie entre 0 (rien au bout de la canalisation) et 25 L ; Le volume d'une chambre de gravure aluminium vaut 15 L, celui des sas de transfert 6 L, et celui des fours multi-plaquettes 80 L.

- La température de l'A100 est étudiée pour des valeurs comprises entre 85 et 115°C; ces pompes sont généralement régulées autour de 115°C.
- Le flux θ injecté dans l'enceinte, qui correspond au flux de procédé, varie ici entre 250 sccm, ordre de grandeur plutôt représentatif des procédés de fabrication de CI avec pompage secondaire, et 3050 sccm, qui correspond au flux qui passe dans une chambre de dépôt d'oxyde de silicium lors du nettoyage de la chambre sous pompage primaire.
- Le flux de dégradation θ_{A100} est compris entre 0 et 3000 sccm et la vitesse de la pompe entre 3000 et 5400 tour/min.

Les plages de variation ont été choisies suffisamment larges pour couvrir un domaine d'intérêt. Les expériences ont été effectuées dans l'ordre du tableau ci-dessous, afin de ne modifier la géométrie de la configuration qu'une fois sur trois.

N°Exp	Longueur (m)	Section (mm ²)	Coudes	Volume (dm ³)	Température (°C)	Flux enceinte (sccm)	Flux A100 (sccm)	Vitesse (tour/min)
1	1.2	1164	0	0	85	250	0	3000
2	1.2	1164	0	0	100	1650	1500	4200
3	1.2	1164	0	0	115	3050	3000	5400
4	1.2	1966	1	17	85	250	0	4200
5	1.2	1966	1	17	100	1650	1500	5400
6	1.2	1966	1	17	115	3050	3000	3000
7	1.2	3848	2	25	85	250	0	5400
8	1.2	3848	2	25	100	1650	1500	3000
9	1.2	3848	2	25	115	3050	3000	4200
10	2.5	1164	1	25	85	1650	3000	3000
11	2.5	1164	1	25	100	3050	0	4200
12	2.5	1164	1	25	115	250	1500	5400
13	2.5	1966	2	0	85	1650	3000	4200
14	2.5	1966	2	0	100	3050	0	5400
15	2.5	1966	2	0	115	250	1500	3000
16	2.5	3848	0	17	85	1650	3000	5400
17	2.5	3848	0	17	100	3050	0	3000
18	2.5	3848	0	17	115	250	1500	4200
19	5	1164	2	17	85	3050	1500	3000
20	5	1164	2	17	100	250	3000	4200
21	5	1164	2	17	115	1650	0	5400
22	5	1966	0	25	85	3050	1500	4200
23	5	1966	0	25	100	250	3000	5400
24	5	1966	0	25	115	1650	0	3000
25	5	3848	1	0	85	3050	1500	5400
26	5	3848	1	0	100	250	3000	3000
27	5	3848	1	0	115	1650	0	4200

Tableau 4 : Plan d'expérimentation du criblage

Les réponses recherchées sont la pression, les gains en vitesse et flux, et les constantes de temps et le retard des réponses en vitesse et en flux.

B1-2 Résultats

L'étude de la pression est intéressante car les effets étant bien connus, on peut juger des limites du plan de criblage. Le logiciel donne les effets de la pression sous différentes formes graphiques, et notamment celle de la Figure 45. Pour chaque facteur, la figure montre la moyenne de la pression pour le facteur au niveau 1, puis au niveau 2 et au niveau 3, avec une normalisation telle que les niveaux 3 de tous les facteurs aient la même hauteur dans l'histogramme.

On peut ainsi vérifier ce que l'on sait déjà, à savoir que la pression décroît non linéairement avec la vitesse et qu'elle croît linéairement avec le flux. On retrouve aussi que la pression augmente légèrement avec la température de la pompe, mais les quatre autres résultats montrent les limites d'un criblage.

Quelle que soit la réponse étudiée, quadratique ou non, il n'y a a priori aucune raison de trouver un comportement non monotone. On imagine mal une constante de temps augmenter lorsque la longueur de la canalisation passe de 1 à 3 m, puis diminuer entre 3 et 5 m. C'est pourtant ce que tend à montrer le graphe de la pression pour les facteurs longueur, section, coudes et volume de l'enceinte. De plus, si on prend l'exemple de la longueur, l'effet peut être aberrant : lorsque la longueur augmente, la pression augmente aussi, or le graphe montre qu'au niveau 3 elle est inférieure au niveau 1.

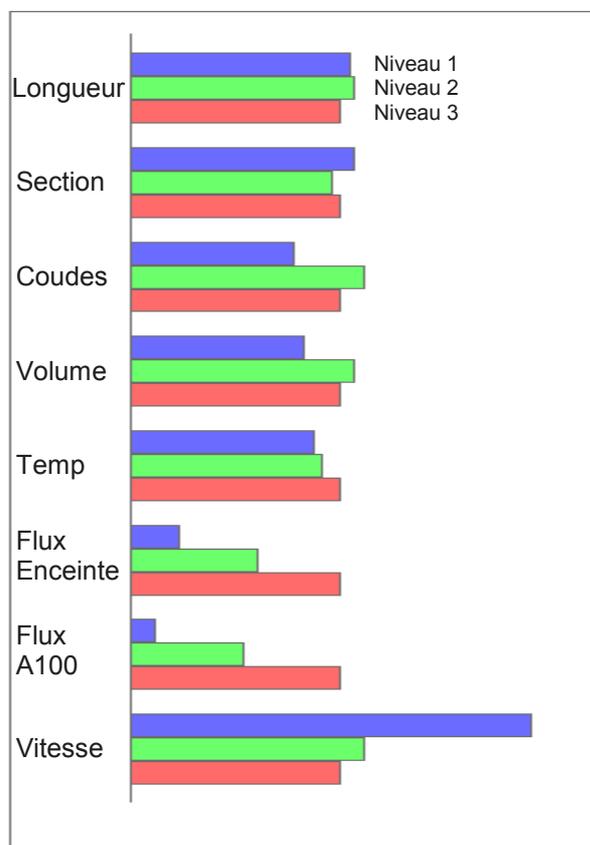


Figure 45 : Effets par niveaux des facteurs sur la pression

Il convient donc d'utiliser l'analyse de Student, qui permet de dire si un facteur est significatif ou non. Le fait d'avoir 27 expériences permet en plus d'analyser les effets quadratiques, et de les retenir s'ils sont significatifs. Cette étude en régression multilinéaire est menée avec Ellipse et Excel, plus conviviaux que Nemrod.

Les effets quadratiques retenus pour la pression sont ceux de la vitesse et des coudes. Pour la vitesse, ce n'est pas une surprise, pour les coudes, on peut envisager un effet quadratique, au sens où la différence entre aucun coude et un coude est sans doute plus importante qu'entre n coudes et n+1 coudes. Cela n'explique cependant pas la différence légèrement négative entre 2 et 1 coude que l'on observe sur l'histogramme ; c'est une aberration, car en principe avec deux coudes la pression est plus élevée qu'avec un seul.

Une fois les effets quadratiques significatifs choisis, il est possible de comparer les facteurs entre eux, en représentant leurs effets sur leurs plages entières de variation (c'est à dire entre le niveau 1 et le niveau 3) :

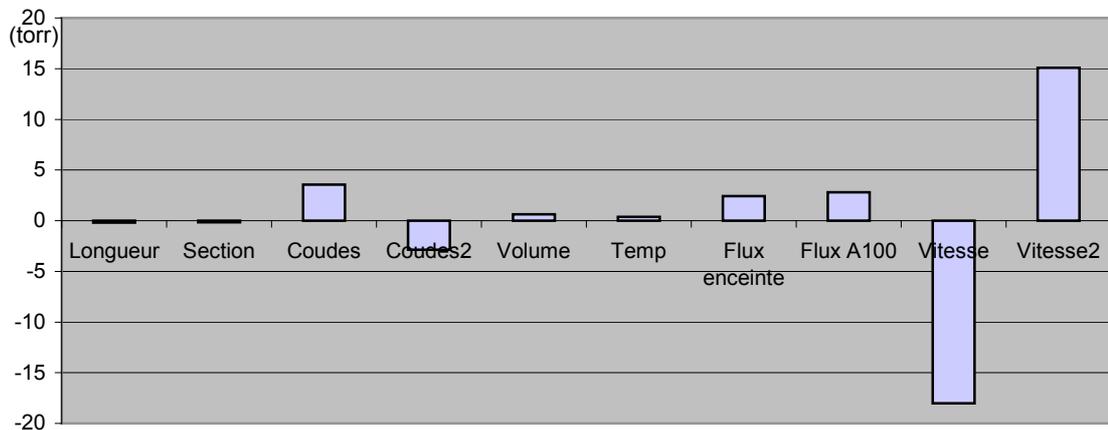


Figure 46 : effets sur la plage entière de variation des facteurs

On constate sur la Figure 46 que pour un même facteur, les effets quadratiques et linéaires sont opposés. Cela signifie que pour l'équation de la pression, les coefficients quadratiques et linéaires des facteurs vitesse et coudes sont opposés. Pour avoir une meilleure idée de l'effet de ces deux facteurs, il est intéressant d'en faire la somme. Ainsi, l'échelle des ordonnées est réduite, et il est plus facile de comparer les facteurs entre eux ; en outre on peut vérifier que l'effet quadratique n'annihile pas l'effet linéaire sur la plage de variation du facteur, ce qui correspondrait à une aberration puisque les effets sont supposés monotones.

Le résultat de la somme des effets quadratiques et linéaires pour les facteurs concernés est présenté en Figure 47.

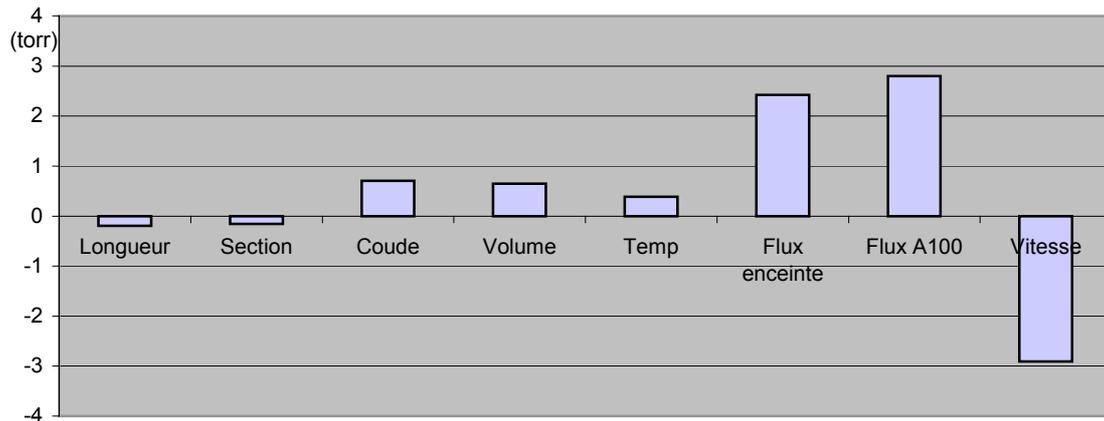


Figure 47 : cumul des effets quadratiques et linéaires pour la pression

Les facteurs importants, donc à conserver, sont la vitesse, le flux, le flux de dégradation de l'A100 et les coudes. La vitesse et les coudes ont un effet quadratique.

Cette méthode est appliquée aux autres résultats et le tableau suivant en montre les conclusions. La lettre L signifie "linéaire" et Q "quadratique". A cause de l'incertitude sur les valeurs des petites constante de temps T_2 et des retards, on étudie leur somme, qui représente le comportement de la réponse pendant les premiers dixièmes de secondes.

	Longueur	Section	Coudes	Volume	Temp.	Flux enceinte	Flux A100	Vitesse
Pression			Q			L	L	Q
Gain						L	L	Q
T1	L	L		L				Q
T2							L	
R								L
T2+R							L	L
Gain flux			Q				L	Q
T1 flux	L	L		L		L	L	L
T2 flux	L					L		
R flux	L					L		
T2f +Rf	L					L		

L : linéaire Q : quadratique

Tableau 5 : résultats du criblage

B1-3 Interprétation

Le premier enseignement que l'on peut tirer de ce criblage est que la température n'est pas un facteur à conserver. Si elle possède un léger effet sur la pression, on n'a rien observé d'intéressant sur les propriétés dynamiques.

Il faut conserver tous les autres facteurs, mais seuls la vitesse et les coudes présentent des effets quadratiques. Donc tous les autres facteurs passeront à deux niveaux pour le plan d'expériences

suivant. Le cas des coudes est différent de celui de la vitesse : la quadrature visible pour la pression et le gain flux vient de ce que le résultat en l'absence de coude est très différent du résultat avec un ou deux coudes. En fait lorsqu'il y a un ou deux coudes, les résultats sont très proches. On décide donc, pour le plan suivant, de ne conserver que deux niveaux pour les coudes : 0 et 1.

Le tableau suivant présente les facteurs retenus et leur nombre de niveaux. Ce résultat sert de base à l'étude des effets et des interactions.

	Longueur	Section	Coudes	Volume	Flux enceinte	Flux A100	Vitesse
Nombre de niveaux	2	2	2	2	2	2	3

Tableau 6 : facteurs retenus pour le plan d'expériences suivant

B2 - Effets et interactions

B2-1 Méthode

Le criblage réduit le nombre de facteurs à six facteurs à deux niveaux et un facteur à trois niveaux, la vitesse. Théoriquement, pour étudier toutes les interactions entre ces sept facteurs, il faut réaliser au moins autant d'expériences qu'il y a de coefficients à trouver. Cela implique :

- 1 coefficient pour le terme constant
- 6 coefficients pour les facteurs à deux niveaux (effet linéaire)
- 2 coefficients pour le facteur à trois niveaux (effets linéaire et quadratique)
- $C_6^2=15$ coefficients pour les interactions entre les facteurs à deux niveaux
- 12 coefficients pour les interactions entre le facteur à trois niveaux et les autres

soit un total de 36 expériences si on se limite aux interactions d'ordre 2.

Si on veut avoir de plus l'orthogonalité entre les actions (facteurs ou interactions), il faut choisir un plan multiple de 4, 6, 12 et 24, soit un plan minimum de 48 essais. Or, pour éviter d'avoir à écrire un terme quadratique et notamment ses interactions avec les autres facteurs (coûteux en essais), on préfère scinder le domaine d'étude en deux parties, selon la valeur de la vitesse, afin de pouvoir négliger la quadrature.

Il en résulte deux plans de sept facteurs à deux niveaux, différenciés par la plage de vitesse prise en compte : de 3400 à 4000 tour/min pour le premier, et de 4000 à 5000 tour/min pour le second. La plage est plus petite pour le premier car la vitesse a plus d'effet dans cette gamme que pour des valeurs supérieures. Les vitesses inférieures à 3400 sont trop instables pour donner des résultats quantifiés valables.

	Longueur	Section	Coudes	Volume	Flux enceinte	Flux A100	Vitesse
1	1	1164	0	3	300	500	3400
2	1	1164	0	3	2300	3000	4000
3	1	1164	1	41	300	500	4000
4	1	1164	1	41	2300	3000	3400
5	1	3848	0	41	300	3000	3400
6	1	3848	0	41	2300	500	4000
7	1	3848	1	3	300	3000	4000
8	1	3848	1	3	2300	500	3400
9	3.5	3848	1	41	2300	3000	4000
10	3.5	3848	1	41	300	500	3400
11	3.5	3848	0	3	2300	3000	3400
12	3.5	3848	0	3	300	500	4000
13	3.5	1164	1	3	2300	500	4000
14	3.5	1164	1	3	300	3000	3400
15	3.5	1164	0	41	2300	500	3400
16	3.5	1164	0	41	300	3000	4000

Tableau 7 : table L16 pour les effets et interactions, avec vitesse = 3400 – 4000 tour/min

En principe, il faut 29 expériences pour étudier tous les effets, interactions d'ordre 2 comprises, pour un plan de sept facteurs à deux niveaux. Afin d'économiser des expériences, on choisit d'utiliser la table à 16 expériences L16 de Taguchi, qui permet l'étude en résolution IV des effets, ce qui signifie que les interactions sont aliées entre elles, mais que les effets d'ordre 1 ne sont pas affectés. De plus, il est possible d'utiliser dans les deux plans les 8 expériences réalisées à 4000 tour/min, ce qui ramène le nombre total d'expériences à 24 au lieu de $2 \times 16 = 32$. Il suffit de remplacer les valeurs 3400 par 5000 dans le Tableau 7, et de modifier les signes des résultats relatifs à la pression.

Par rapport au travail de Vivier [43], les trois méthodes d'exploration du domaine d'étude sont utilisées : la méthode exhaustive puisqu'on parcourt l'ensemble du domaine d'intérêt, le glissement de plan avec réutilisation d'expériences de plans eux-mêmes de faible coût en expériences (Taguchi, [44]), et enfin la notion de zoom est présente puisqu'on restreint le sous-domaine exploré en fonction de la sensibilité de la réponse au facteur vitesse : la plage 3400-4000 tour/min est plus courte que 4000-5000 tour/min car la vitesse possède un effet plus important pour ses valeurs basses.

L'information tirée de ces deux plans dédiés aux Effets et Interactions est plus riche que dans le cas du criblage. On procède encore avec le logiciel Ellipse, qui permet de tester les interactions, dans une certaine mesure, car les alias regroupent trois interactions. Afin de lever les ambiguïtés sur les interactions, nous avons utilisé le principe d'hérédité : une interaction ne peut être significative que si au moins un des facteurs qui la compose a un effet important. Cela lève la plupart des ambiguïtés sur les alias. Cependant dans certains cas deux interactions regroupées par le même alias sont susceptibles d'être significatives. Pour les départager, on procède à une expérience non testée dans le Plan d'Expériences dans laquelle une interaction est au niveau 1 et l'autre au niveau 2. Le

résultat est ensuite confronté au modèle tenant compte d'une des deux interactions, puis de l'autre, et le modèle le plus proche de l'expérience révèle l'interaction significative.

B2-2 Résultats

Le tableau ci-dessous montre les effets des facteurs, pour cette étude plus fine que la première, du groupe de pompage primaire. On constate tout d'abord la disparition des facteurs "coudes", ses effets ayant été jugés insignifiants par rapport aux autres. Les deux flèches entre parenthèses indiquent que l'effet n'a été observé que dans un des deux plans, celui entre 3400 tour/min et 4000 tour/min. A part quelques effets en plus ou en moins et l'absence remarquable des coudes, on retrouve globalement l'information délivrée par le criblage.

	Longueur	Section	Coudes	Volume	Flux	Flux A100	Vitesse
Pression					↑	↑	↓
Gain					↑	↑	↓
T1	↑	↑		↑			↓
T2						↓	(↓)
R							
T2+R						↓	(↓)
Gain flux						↑	↓
T1 flux	↑	↑		↑			↓
T2 flux	↑				↓	↓	
R flux		↑					
T2f +Rf	↑				↓	↓	

↑ : effet croissant ↓ : effet décroissant

Tableau 8 : effets significatifs du modèle de pompage primaire

L'absence du facteur "flux" dans les effets relatifs au "Gain flux" s'explique par le fait que la vitesse de pompage est linéaire dans cette gamme de flux (200-2300) et que par conséquent la dérivée de la pression par rapport au flux, c'est à dire "Gain flux" est constante vis-à-vis du flux.

En revanche, changer l'injection de flux de dégradation dans le premier étage de la pompe revient à modifier son fonctionnement, d'où l'effet léger mais observable du flux de dégradation sur le "Gain flux".

Les interactions, regroupées par trois sous des alias, ont été choisies selon les facteurs les plus significatifs.

	Longueur	Section	Volume	Flux	Flux A100	Vitesse
Longueur		T1		Rf+T2f		P,G
Section						P,G
Volume						T1
Flux chambre						
Flux A100						

Tableau 9 : interactions significatives du modèle de pompage primaire

Tenir compte des interactions permet d'affiner un modèle, mais si ce modèle n'est pas centré réduit, le calcul de l'effet des interactions est compliqué. Comme aucune des interactions mesurées n'a d'effet prépondérant, elles ont été négligées pour établir le modèle classique dans lequel les variables prennent leurs valeurs habituelles.

B2-3 Modèle retenu

Les effets ou interactions contribuant pour moins de 1% au résultat ne sont pas retenus, même s'ils sont significatifs d'un point de vue statistique.

Les résultats sont maintenant présentés sous forme de tableau des coefficients linéaires, avec dans un premier cas la vitesse comprise entre 3400 et 4000 tour/min, puis entre 4000 et 5000 tour/min.

3400 4000 tour/min	Constante	Longueur (m)	Section (cm ²)	Volume (L)	Flux (sccm)	Flux A100 (sccm)	Vitesse (tour/min)
Pression (torr)	4.99				1.00E-3	0.98E-3	-1.35E-3
Gain (mtorr/tour/min)	10.1				0.51E-3	0.52E-3	-2.70E-3
T1 (msec)	2889	205	16	66			-0.873
T2+R (msec)	289					-0.0165	
Gain flux (mtorr/sccm)	2.54					3.4E-5	-0.44E-3
T1 flux (msec)	2946	89	16.4	64.2			-0.829
T2f +Rf (msec)	362	20.5			-0.031	-0.021	

4000 5000 tour/min	Constante	Longueur (m)	Section (cm ²)	Volume (L)	Flux (sccm)	Flux A100 (sccm)	Vitesse (tour/min)
Pression (torr)	2.66				0.75E-3	0.76E-3	-0.59E-3
Gain (mtorr/tour/min)	2.1				0.21E-3	0.23E-3	-0.46E-3
T1 (msec)	1811	110	11.2	51			-0.441
T2+R (msec)	282					-0.016	
Gain flux (mtorr/sccm)	1.60					1.6E-5	-0.2E-3
T1 flux (msec)	1272	132	10	50.2			-0.324
T2f +Rf (msec)	365	14			-0.031	-0.018	

Tableau 10 : Résultats du modèle de pompage primaire

La différence pour un même résultat entre le premier et le second tableau prouve qu'il y a des interactions entre la vitesse et les autres facteurs, et des effets quadratiques de la vitesse. Cela justifie la séparation du domaine d'étude en deux, selon la valeur de la vitesse.

Etant donné la faible dispersion autour de la valeur moyenne du retard, il est intéressant de lui affecter la valeur de 130 msec. L'essentiel des variations de T2+R provient de T2. De même, pour Rf, la valeur de 150 msec est retenue.

Le modèle a été testé en des points de fonctionnement différents de ceux utilisés pour construire le modèle. Bien sûr, si le point test est à 4000 tour/min, le résultat sera légèrement différent, sans toutefois dépasser 5% de différence.

La vérification présentée ici a été choisie au hasard et le résultat de l'identification est celui, brut, donné par la fonction Box-Jenkins de Matlab.

Un point de vérification a été choisi à :

longueur = 2.5 m	section = 19.7 cm ²	volume = 23 L
flux chambre = 1300 sccm	flux A100 = 2000 sccm	vitesse = 3700 tour/min

Le graphe suivant présente les réponses à l'échelon, tirées du modèle identifié par Matlab à partir d'une SBA, et superposées à l'échelon expérimental correspondant:

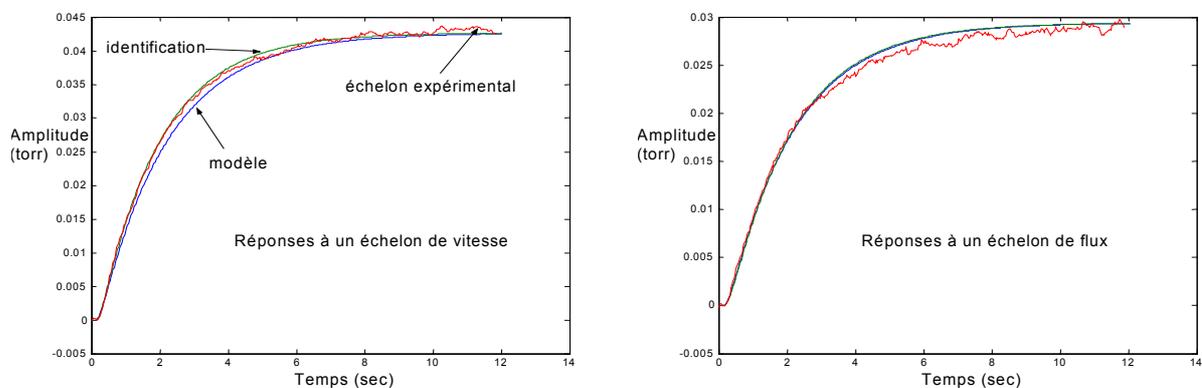


Figure 48 : Comparaison entre le modèle global et une identification directe

Les gains n'étant pas les mêmes pour le modèle et pour l'échelon expérimental, on a normalisé les réponses pour pouvoir comparer les dynamiques. Le modèle est particulièrement fidèle pour la réponse à l'échelon de flux : il est difficile de le dissocier du résultat de l'identification.

L'erreur du modèle a été obtenue, pour cet exemple, en faisant le ratio entre la différence modèle-identification et la plage de variation globale du facteur considéré. Les résultats sont les suivants:

	Pression	Gain	T1	T2+R	Gain flux	T1 flux	T2f + Rf
Erreur (%)	2.4	7.7	5.7	3	2.6	1.1	10.4

Tableau 11 : erreur du modèle par rapport au résultats du test de vérification

L'erreur pour le gain est un peu décevante, étant donné la précision des expériences pour ce résultat. Le modèle donne un résultat supérieur à la réalité, ce qui peut s'expliquer par le caractère quadratique du gain avec la vitesse, même dans un intervalle restreint comme celui-ci (3400-4000).

La mauvaise valeur sur T2f+Rf n'est pas surprenante, ce serait plutôt la bonne valeur sur T2+R qui l'est. En effet, ces résultats étaient les moins précis de tous, car ils concernent des temps de l'ordre du dixième de seconde, alors que l'échantillonnage vaut 30 msec.

Mais d'une manière générale, les résultats sont satisfaisants. La bonne linéarité trouvée partout confirme l'utilité de scinder en deux parties le domaine d'étude, selon la valeur de la vitesse. La différence dans les coefficients d'un même facteur selon que l'on considère le domaine de vitesse 3400-4000 tour/min ou 4000-5000 tour/min prouve qu'en plus d'être quadratique, ce facteur a de fortes interactions avec les autres.

C Modélisation du groupe de pompage secondaire

C1 - Relation entre les deux modèles

C1-1 Principe de la jonction des deux modèles

L'idée d'avoir séparé le travail de modélisation en deux parties présente deux intérêts :

- obtenir un modèle de pompage primaire utile pour les équipements clients où seul un pompage primaire et une régulation de pression sont nécessaires
- simplifier la démarche expérimentale en réduisant pour chacune des deux études le nombre de facteurs, et donc le nombre d'expériences.

En effet, s'il n'est pas trop malaisé de déplacer dans un laboratoire une enceinte et une pompe primaire reliées par 5 m de canalisations et connectées aux automates du banc de test, il aurait été difficile de faire la même chose avec en plus la contrainte d'une pompe turbomoléculaire fixée à l'enceinte, sachant que pour des raisons de sécurité ces dernières doivent être solidaires du châssis du banc de test.

Afin de modéliser la pression dans une enceinte pompée par une pompe turbo, on a considéré la pression au refoulement de la pompe comme un facteur. En considérant la pression nominale au refoulement comme un facteur, on considère comme déjà pris en compte les facteurs "vitesse", "flux de dégradation", "longueur" et "section" des canalisations qui ont servi à créer le modèle de pompage primaire. Et ce facteur "pression au refoulement", qu'on note P_2 par opposition à P_1 la pression à l'aspiration de la turbo, dans l'enceinte, est considéré comme une variable d'action pour P_1 , au même titre que la vitesse dans le premier modèle est une variable d'action de commande pour la pression primaire.

Cela simplifie considérablement le problème : la fonction de transfert entre P_2 et P_1 ne dépend que des facteurs "flux", "volume" et de la valeur statique de P_2 . On rajoute aussi un nouveau facteur, la température de la pompe turbo, ce qui porte à quatre le nombre de facteurs. Grâce au modèle de pompage secondaire, dès lors que l'on connaît l'évolution de P_2 grâce au modèle de pompage primaire, il est possible de déterminer l'évolution de P_1 .

On peut aussi voir les choses sous l'angle des espaces vectoriels. Soit F l'espace paramétrique du modèle de pression primaire ; il a six dimensions, définies par la vitesse, le flux, le flux de dégradation, la longueur et la section de la canalisation, et le volume de l'enceinte. Puis soit E l'espace paramétrique du modèle de pression secondaire, à 4 dimensions définies par la température de la turbo, le volume de l'enceinte, le flux et la pression P_2 . Si l'on exclut la température de la turbo, E est un sous-espace vectoriel de F , car P_2 est une combinaison linéaire de certaines variables de F .

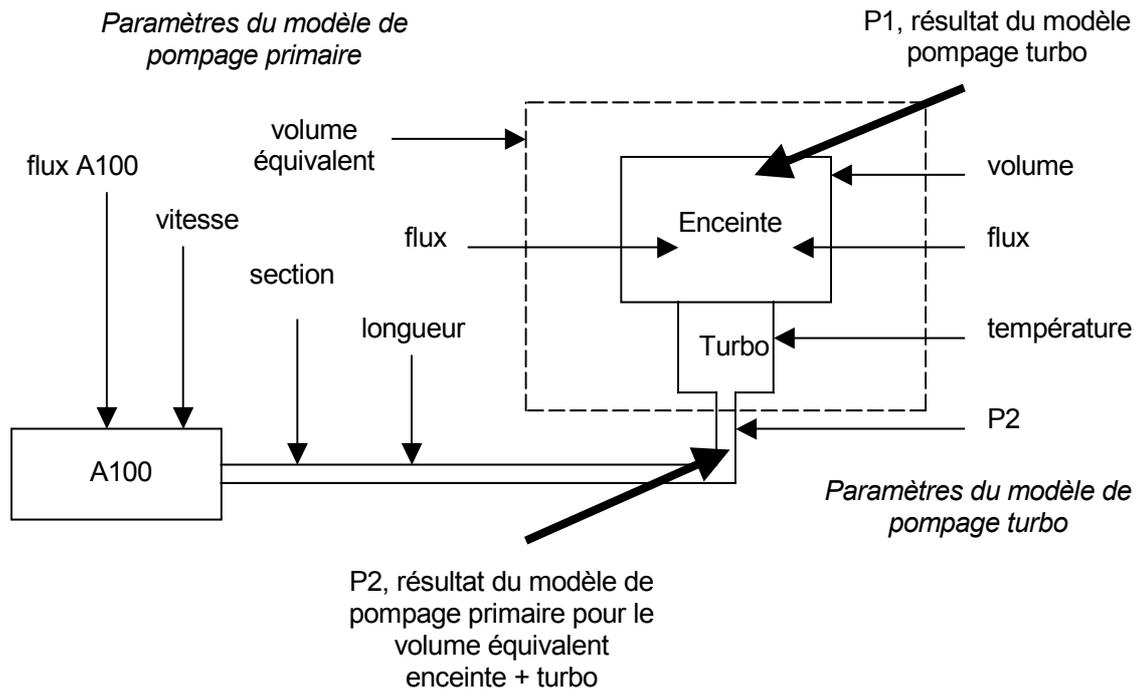


Figure 49 : P₂, résultat d'un modèle et facteur d'un autre

Le but étant de déterminer, pour construire un correcteur, le lien entre la vitesse de la pompe primaire et la pression secondaire dans l'enceinte, en fonction des six paramètres de F, on écrit:

$$\left. \frac{\Delta P_1}{\Delta vit} \right|_F = \left. \frac{\Delta P_1}{\Delta P_2} \right|_E * \left. \frac{\Delta P_2}{\Delta vit} \right|_F$$

Il y a cependant une difficulté à établir le lien $\left. \frac{\Delta P_1}{\Delta P_2} \right|_E$ entre les deux modèles.

Cela concerne l'identification du comportement dynamique de P₁ en fonction de P₂ : il n'est pas possible de créer une SBA de P₂. Tout au plus peut-on créer un signal aussi blanc que possible en rapprochant au plus près la pompe primaire du refoulement de la turbo et en appliquant une SBA de vitesse. Le résultat n'est pas incohérent, mais il manque de précision car le signal de P₂ résultant de la SBA de vitesse n'est pas assez proche d'un bruit blanc. Afin de contourner ce problème, on a établi les fonctions de transfert entre P₂ et la vitesse et entre P₁ et la vitesse, pour en déduire enfin par calcul celle entre P₁ et P₂ :

$$\left. \frac{\Delta P_1}{\Delta P_2} \right|_E = \left. \frac{\Delta P_1}{\Delta vit} \right|_E * \left. \frac{\Delta vit}{\Delta P_2} \right|_E$$

Pour l'identification en flux, la démarche est identique, même s'il peut paraître surprenant de connaître P₁ en fonction de P₂, alors qu'intuitivement, P₁ réagit avant P₂ aux modifications de flux injecté dans l'enceinte.

Le résultat de cette démarche serait une fonction du type :

$$\frac{\Delta P_1}{\Delta P_2} = \frac{K_1}{K_2} e^{-(R_1-R_2)s} \frac{(1+T_{12}\cdot s)(1+T_{22}\cdot s)}{(1+T_{11}\cdot s)(1+T_{21}\cdot s)}$$

Il semble risqué de vouloir exprimer dans E les coefficients du quotient de droite, d'autant plus que si l'on y parvient, cela implique de le multiplier ensuite par un dénominateur du second ordre, provenant de $\left. \frac{\Delta P_2}{\Delta vit} \right|_F$ afin de construire $\left. \frac{\Delta P_1}{\Delta vit} \right|_F$ dont la forme serait alors plus compliquée qu'un classique second ordre.

On préfère donc exprimer $\left. \frac{\Delta P_1}{\Delta P_2} \right|_E$ de la même façon que $\left. \frac{\Delta P_2}{\Delta vit} \right|_F$, c'est à dire sous forme d'une série d'équations décrivant les rapports $\frac{K_1}{K_2}$, $\frac{R_1}{R_2}$, $\frac{T_{11}}{T_{12}}$ et $\frac{T_{21}}{T_{22}}$ en fonctions des paramètres de E, pour par la suite les multiplier par les constantes, retards et gains de $\left. \frac{\Delta P_2}{\Delta vit} \right|_F$.

Une deuxième difficulté vient de l'impact qu'a la présence de la turbo sur les résultats du modèle de pompage primaire. On pourrait penser que, étant donné le temps de résidence très court du gaz dans l'enceinte, le comportement de P_2 soit équivalent à celui donné par le premier modèle pour un volume nul au bout d'une canalisation (c'est à dire un flux directement injecté dans la canalisation). Il n'en est rien. Des expériences ont donc été menées pour identifier l'impact de la pompe secondaire turbomoléculaire sur le modèle de pompage primaire utilisé pour déterminer le comportement de la pression au refoulement de cette pompe.

Cependant ces tests n'ont pas été poussés. En effet on cherche à obtenir ce modèle de pompage turbo pour connaître à l'avance la structure d'un modèle global issu de la fusion entre les deux modèles. Ce modèle global donnera la correspondance entre P_1 et la vitesse, et P_2 n'y apparaîtra pas. Lors de l'adaptation du modèle sur équipement client réel, les coefficients des équations seront ajustés, et il ne s'agira alors que des coefficients des variables d'action flux et vitesse, et non plus des paramètres fixes. Donc la contribution du volume équivalent sera incluse dans les termes constants des équations. C'est pourquoi le paragraphe suivant ne présente qu'une étude sommaire du volume équivalent enceinte + turbo pour le modèle de pompage primaire.

C1-2 Impact de la pompe turbo sur le modèle de pompage primaire

La figure suivante montre la réponse en pression à un échelon de vitesse d'A100, au bout d'une canalisation, pour les trois situations suivantes :

- le flux est injecté dans la canalisation directement
- le flux est injecté dans une enceinte de 15 litres

- l'enceinte de 15 litres est pompée par une pompe turbo.

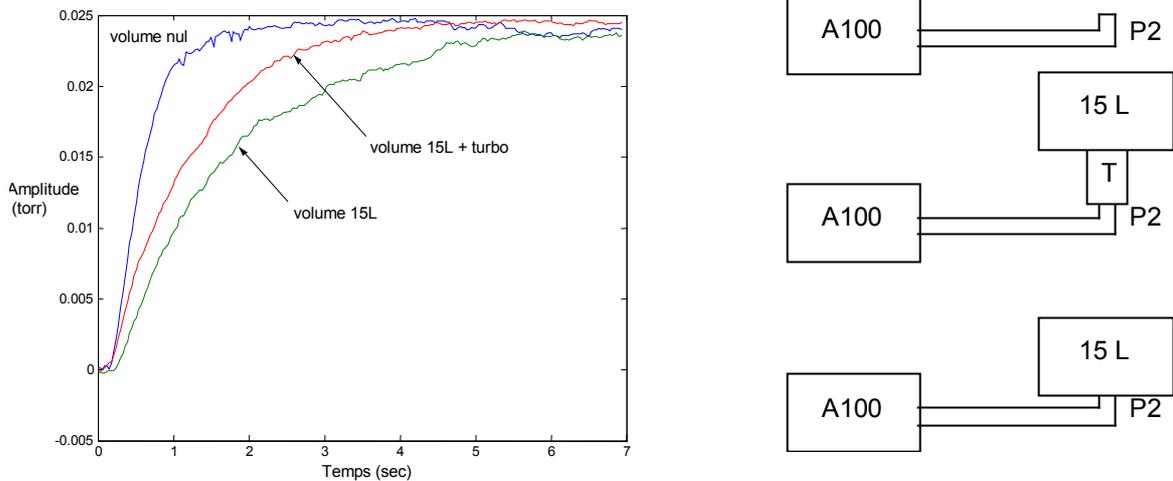


Figure 50 : Effet de la pompe turbo sur la réponse en pression P_2

On constate que la présence de la pompe turbo "accélère" la réponse en pression primaire P_2 , par rapport au cas où P_2 ne correspond qu'à la sortie de l'enceinte pompée par l'A100 uniquement. En revanche, la réponse la plus rapide est obtenue dans le cas de figure pour lequel il n'y a ni enceinte ni turbo.

A première vue, on est tenté de dire que le volume équivalent à une enceinte de 15 L associée à une pompe turbo équivaut à un volume compris entre 0 et 15 litres. L'identification de cette réponse a donné pour T_1 – grande constante de temps qui dépend fortement du volume – un résultat équivalent à celui donné par le modèle de pompage primaire pour un volume de 8 litres.

Ce volume équivalent change avec les paramètres de l'installation. Des expériences ont été menées pour faire varier tous les facteurs un par un, et les résultats indiquent un volume équivalent compris entre 9 et 11 litres, soit en moyenne 65% du volume réel de l'enceinte. La réponse T_{1f} de la pression P_2 aux variations de flux θ donne une information proche. En revanche, avec des volumes de 10 et 34 litres, les résultats sont respectivement 8.5 et 15 litres en termes de volume équivalent.

Par la suite, en exploitant le Plan d'Expériences décrit plus loin, on a constaté que l'effet du volume sur T_1 et T_{1f} pour P_2 est divisé par 5, ce qui est à peu près cohérent avec une différence de 6.5 litres contre 24 en volume réel (rapport de 3.7 au lieu de 5 espéré).

Concernant le retard R , la valeur est la même, en revanche T_2 diminue. Elle ne vaut que 60% de la valeur selon le modèle de pompage primaire, ce qui entraîne une diminution de 15% pour T_2+R par rapport au modèle de pompage primaire.

Le changement pour T_2f+Rf est lui plus important. Le retard de la réponse en pression P_2 à un changement de flux est nettement augmenté par la présence de la pompe turbo : sa valeur passe de 150 msec en pompage primaire à 250 msec en moyenne. Quant à T_2f+Rf , sa moyenne est augmentée de 200 msec et sa sensibilité vis-à-vis du flux est multipliée par 5 : sa valeur change de -0.031 msec / sccm pour -0.162 msec / sccm. De plus, le volume devient un facteur significatif avec 5 msec / litre.

C2 - Effets et interactions

C2-1 Le domaine E

Pour reprendre la notation utilisée précédemment, on appelle E l'espace paramétrique du Plan d'Expériences consacré au modèle de la dynamique de la pression secondaire. Etant donné qu'il n'y a que quatre facteurs, il est possible d'effectuer un plan complet dans la mesure où on juge inutile d'étudier les effets quadratiques de la température de la turbo et du volume. Seuls deux niveaux sont donc affectés à ces facteurs.

En revanche, trois niveaux sont affectés aux facteurs " P_2 " et "flux", par acquis de conscience en ce qui concerne le flux. On a vu que l'effet de ce facteur est linéaire pour le pompage primaire, et il est probable qu'il le soit pour le pompage secondaire. C'est néanmoins un facteur important pour lequel on ne peut pas se permettre d'avoir des doutes.

Le plan complet correspondant à ce choix est un plan à 36 expériences. Cependant, il est limité par une contrainte : le calibre de la jauge de pression vaut 100 mtorr. Afin d'étudier les facteurs " P_2 " et "flux" sur des plages suffisamment larges, certaines expériences ne peuvent être réalisées car la pression dépasse la valeur du calibre. La Figure 51 établit la limite entre les couples de valeurs de P_2 et flux qui autorisent une pression P_1 inférieure à 100 mtorr, et ceux qui ne l'autorisent pas. P_2 est contrôlée par la vitesse de la pompe.

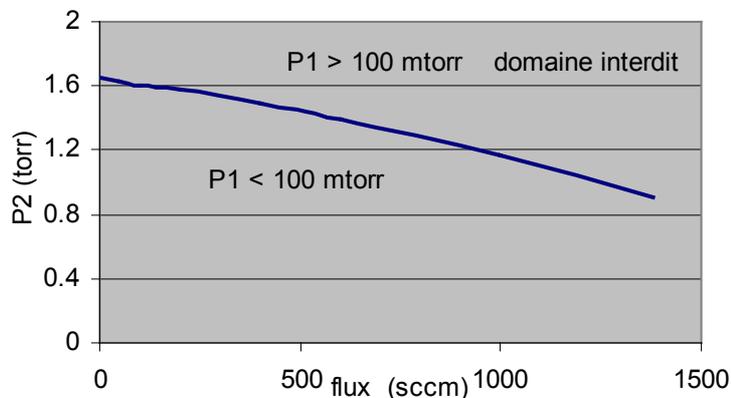


Figure 51 : contrainte sur l'espace paramétrique E

Cela revient, pour ces deux facteurs, à ne prendre que six des neuf expériences de leur plan complet :

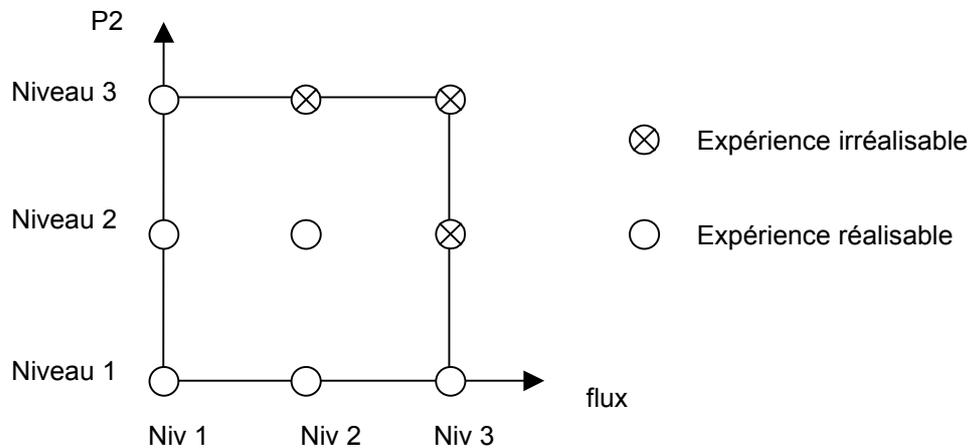


Figure 52 : expériences réalisables ou non en fonction des facteurs P₂ et flux

Cette contrainte a pour conséquence de réduire le plan complet de 36 à 24 expériences.

	P ₂ (torr)	flux (sccm)	volume (litre)	température (°C)		P ₂ (torr)	flux (sccm)	volume (litre)	température (°C)
1	1.0	50	10	26	19	1.3	550	34	26
2	1.0	50	10	60	20	1.3	550	34	60
3	1.0	50	34	26	21	1.3	1050	10	26
4	1.0	50	34	60	22	1.3	1050	10	60
5	1.0	550	10	26	23	1.3	1050	34	26
6	1.0	550	10	60	24	1.3	1050	34	60
7	1.0	550	34	26	25	1.6	50	10	26
8	1.0	550	34	60	26	1.6	50	10	60
9	1.0	1050	10	26	27	1.6	50	34	26
10	1.0	1050	10	60	28	1.6	50	34	60
11	1.0	1050	34	26	29	1.6	550	10	26
12	1.0	1050	34	60	30	1.6	550	10	60
13	1.3	50	10	26	31	1.6	550	34	26
14	1.3	50	10	60	32	1.6	550	34	60
15	1.3	50	34	26	33	1.6	1050	10	26
16	1.3	50	34	60	34	1.6	1050	10	60
17	1.3	550	10	26	35	1.6	1050	34	26
18	1.3	550	10	60	36	1.6	1050	34	60

Grisé : expérience impossible

Tableau 12 : plan complet pour le modèle de pression secondaire

Enfin il faut être conscient que l'espace paramétrique n'est pas naturellement orthogonal, car la pression au refoulement P₂ dépend du flux θ .

Cependant on a fait en sorte d'ignorer cette propriété en contrôlant P₂ au moyen indifféremment de la vitesse de la pompe primaire ou du flux de dégradation, ce qui orthogonalise E. Le flux "vu"

par la turbo est lui indépendant de la pression au refoulement, de la vitesse de la primaire ou de son flux de dégradation.

C2-2 Exploitation

Même si la matrice n'est pas parfaitement orthogonale, il est toujours possible de traiter les résultats en régression linéaire en recherchant un modèle complet. On ne retient finalement que les coefficients statistiquement significatifs (Test de Student) et la qualité du modèle obtenu est donnée par le coefficient $R^2_{ajusté}$. Cette analyse permet de déterminer les interactions et termes quadratiques à retenir. Les résultats sont présentés dans le Tableau 13.

	$\frac{K_1}{K_2}$	$\frac{R_1}{R_2}$	$\frac{T_{11}}{T_{12}}$	$\frac{T_{21}}{T_{22}}$	$\frac{K_1f}{K_2f}$	$\frac{R_1f}{R_2f}$	$\frac{T_{11f}}{T_{12f}}$	$\frac{T_{21f}}{T_{22f}}$
P_2	L + Q			L	L + Q			L
θ	L		L		L		L + Q	

L+Q : les coefficients linéaires et quadratiques sont tous deux significatifs

L : L et Q étudiés conjointement ne sont pas significatifs, mais L étudié seul est significatif

Tableau 13 : étude de la significativité des effets quadratiques de P_2 et θ sur les axes $\theta=niv1$ et $P_2=niv1$ respectivement

On fait un cas à part pour la valeur statique de la pression dont la forme est plus simple, dû à la présence de P_2 parmi les facteurs : il est inutile d'exprimer $\frac{P_1}{P_2}$ en fonction de P_2 pour ensuite le multiplier par P_2 . Mieux vaut écrire :

$$P_1 = a * P_2 + a' * P_2^2 + b * \theta + b' * \theta^2 + c * V + d * T_{turbo}$$

pour ensuite relier P_1 aux paramètres de F :

$$P_1 = a * f(vit, \theta_{A100}, \theta) + a' f(vit, \theta_{A100}, \theta)^2 + b * \theta + b' * \theta^2 + c * V + d * T_{turbo}$$

L'étape suivant celle de l'étude des effets potentiellement quadratiques consiste à effectuer la régression linéaire sur les 24 expériences, en prenant en compte, pour chaque résultat, le carré de P_2 ou de θ s'il y a lieu de le faire, conformément aux données du Tableau 13. Cela donne les résultats suivants :

	constante	P_2	Flux	Volume	R2 ajusté
P_1	240	-509 ; 255	0.083		93%
$\frac{K_1}{K_2}$	637	-1534 ; 861	0.211		94%
$\frac{R_1}{R_2}$	1.466		0.000246		23%

$\frac{T_{11}}{T_{12}}$	0.86	0.13	0.00013		43%
$\frac{T_{21}}{T_{22}}$	-4.6	4.576		0.064	75%
$\frac{R_1 + T_{21}}{R_2 + T_{22}}$	-0.38	1.22	0.00047	0.018	87%
$\frac{K_1 f}{K_2 f}$	1265	-2823 ; 1531	0.35		94%
$\frac{R_1 f}{R_2 f}$	0.75		-0.0001		17%
$\frac{T_{11} f}{T_{12} f}$	0.51	0.27	0.00057; -3.7E-07		36%
$\frac{T_{21} f}{T_{22} f}$	-0.86	0.89		0.008	92%
$\frac{R_1 f + T_{21} f}{R_2 f + T_{22} f}$	-0.19	0.52		0.0035	94%

Tableau 14 : résultat de la régression linéaire

Une étude complémentaire est menée en ne prenant que les niveaux 1 et 2 des facteurs θ et P_2 . Il est ainsi possible de connaître les interactions, car on étudie un plan complet de 4 facteurs à 2 niveaux. Cela revient à se placer sur le carré d'expériences possibles de la Figure 52. Les résultats suivants correspondent aux variables centrées.

	constante	P_2	Flux	Volume	Interaction	Résidu
P_1	22.18	12.23	19.03		P2/flux 9.83	0.2%
$\frac{K_1}{K_2}$	96	64.5	59.7		P2/flux 29.5	0.7%
$\frac{R_1}{R_2}$						>50%
$\frac{T_{11}}{T_{12}}$	1.06		0.04		Flux/vol 0.03	30%
$\frac{T_{21}}{T_{22}}$	1.87	0.6		0.76	P2/vol 0.45	13%
$\frac{R_1 + T_{21}}{R_2 + T_{22}}$	1.55	0.19	0.1	0.22	P2/vol 0.09	3%
$\frac{K_1 f}{K_2 f}$	188	100	102		P2/flux 36	0.9%
$\frac{R_1 f}{R_2 f}$						>50%
$\frac{T_{11} f}{T_{12} f}$	0.93	0.04	0.085		P2/flux -0.1	6%
$\frac{T_{21} f}{T_{22} f}$	0.30	0.11		0.09		7%

$\frac{R_{1f} + T_{21f}}{R_{2f} + T_{22f}}$	0.48	0.073	0.018	0.040		4%
---	------	-------	-------	-------	--	----

Tableau 15 : résultats pour le plan complet de 4 facteurs à 2 niveaux

On traite à présent chaque résultat au cas par cas.

C2-3 Résultats, modèle retenu

La pression et les rapports de gains :

Ces résultats ont en commun leur comportement quadratique marqué avec la pression P_2 au refoulement de la turbo, ainsi qu'une interaction significative entre P_2 et le flux injecté dans l'enceinte. Cette interaction est même assez importante pour le cas de la pression : elle explique 16% de la variation totale de ce résultat dans l'étude réduite au carré d'expériences. Cependant le coefficient R^2 de la régression multilinéaire effectuée sur les 24 expériences et tenant compte de l'effet quadratique de la pression vaut 93% ce qui laisse à penser que la prise en compte de l'effet quadratique "englobe" une partie de l'interaction P_2 /flux. On décide donc de négliger les interactions pour ces trois résultats, et de n'écrire que l'effet quadratique de P_2 sur P_1 :

$$P_1 = 240 - 509 * P_2 + 255 * P_2^2 + 0.083 * \theta$$

Les expressions des gains en vitesse et en flux s'écrivent en multipliant les équations construites à partir du Tableau 14 par les modèles en pompage primaire écrits dans la section précédente :

$$K_1 = (637 - 1534 * P_2 + 861 * P_2^2 + 0.211 * \theta) * (2.1 + 0.21E^{-3} * \theta + 0.23E^{-3} * \theta_{A100} - 0.46E^{-3} * vit)$$

$$Kf_1 = (1265 - 2823 * P_2 + 1531 * P_2^2 + 0.35 * \theta) * (1.6 + 1.6E^{-5} * \theta_{A100} - 0.2E^{-3} * vit)$$

Il est plus commode d'écrire ces expressions avec P_2 ; dans le cas contraire, c'est à dire si on remplace P_2 par son expression issue du modèle de pompage primaire, on obtient des termes du troisième degré, comme $vit^2 * \theta_{A100}$, ce qui est lourd.

Le rapport des T_1 et T_1f

Ces résultats sont mauvais pour les deux analyses. Dans la première, la significativité des coefficients est médiocre et le coefficient R^2 est mauvais. Dans la seconde, les interactions sont supérieures aux effets dont elles découlent. Tout porte à limiter l'expression de ces deux résultats à leur valeur moyenne, ou à une seule dépendance linéaire avec le flux, puisqu'il semble que ce facteur ait une certaine influence. On retient finalement:

$$\frac{T_{11}}{T_{12}} = 1.04 + 0.00009 * \theta$$

$$\frac{T_{11f}}{T_{12f}} = 0.90 + 0.00012 * \theta$$

On a constaté que la présence de la pompe turbo affecte l'expression de T_{12} et T_{12f} . Les expériences menées dans le C1-2 ont permis de conclure que les effets des paramètres longueur, section et vitesse ne sont pas modifiés. En revanche, les résultats de P_2 du dernier Plan d'Expériences donnent un coefficient de 11 msec / litre pour l'effet du volume sur T_{12} , et 14 sur T_{12f} . Cela amène à changer aussi le terme constant du modèle pour T_{12} et T_{12f} . Comme on sait que pour 15 litres le volume équivalent en vaut 10, on en déduit ce nouveau terme constant A pour T_{12} :

$$T_{12f} = 1811 + 51 * 10 = A + 11 * 15$$

d'où $A = 2156$ msec.

Pour T_{12f} , la même procédure donne un terme constant de 1564 msec.

Finalement on obtient :

$$T_{11} = (1.04 + 0.00009 * \theta)(2156 + 110 * L + 11.2 * S + 11 * V - 0.441 * vit)$$

$$T_{11f} = (0.90 + 0.00012 * \theta)(1564 + 132 * L + 10.0 * S + 14 * V - 0.324 * vit)$$

Le rapport des $R+T_2$ et $Rf+T_2f$

Les rapports des retards sont indépendants des facteurs, on considère donc directement la moyenne des retards de la pression P_1 :

$$R = 220 \text{ msec et } Rf = 175 \text{ msec}$$

C'est sans surprise qu'on remarque que le retard R est supérieur à celui de P_2 , qui réagit donc avant P_1 aux variations de vitesse, alors que c'est exactement l'inverse pour Rf le retard aux variations de flux, pour lesquelles la pression au refoulement réagit après la pression dans l'enceinte.

Les meilleurs résultats de régression multilinéaire sont obtenus pour les rapports des sommes $R+T_2$ et $Rf+T_2f$. On réécrit aussi le premier modèle pour $R+T_{22}$ et $Rf+T_{22f}$ en prenant en compte les changements apportés par la pompe turbo, développés en C1-2. On obtient finalement :

$$T_{21} + R = (-0.38 + 1.22 * P_2 + 0.0005 * \theta + 0.018 * V) * (282 - 0.016 * \theta_{A100}) * 0.85$$

$$T_{21f} + Rf = (-0.19 + 0.52 * P_2 + 0.0035 * V) * (515 + 14 * L + 5 * V + 0.162 * \theta + 0.018 * \theta_{A100})$$

D Pour une structure de commande – perspectives

Les résultats précédents décrivent le comportement dynamique de la pression dans l'enceinte du banc de test. Le banc de test est censé s'approcher au mieux des équipements clients ; si les pompes utilisées pour faire de la régulation de pression par vitesse chez un client sont les mêmes que celles qui ont servi aux modèles précédents, alors on pourra avantageusement utiliser ces modèles.

Cependant, si les pompes sont de modèles différents, ou si l'on souhaite simplement optimiser le résultat, on pourra ajuster les modèles précédents à l'équipement utilisé.

D1 - Adaptation du modèle à un équipement

D1-1 Cas d'un pompage primaire

Adapter le modèle à un équipement consiste à ajuster les coefficients des équations, sans remettre en cause la structure du modèle. Les paramètres géométriques étant fixes, le nombre de coefficients à ajuster passe de 6 à 3 : la vitesse, le flux, et le flux de dégradation θ_{A100} . Les coefficients des paramètres géométriques sont inclus dans le terme constant de l'équation.

Afin de réaliser un minimum d'expériences, on peut procéder à une première estimation des coefficients de la pression, sans se soucier des autres coefficients, ce qui dispense de réaliser l'identification des comportements dynamiques.

Comme 3 facteurs à effet linéaire ne sont plus pris en compte (la longueur, la section et la température), il reste 2 plans (à cause de l'effet quadratique de la vitesse) de 3 facteurs à 2 niveaux, donc 8 expériences par plan, mais avec la moitié des valeurs obtenues pour un plan pouvant être réutilisée dans l'autre. Cela fait un total de 12 expériences consistant simplement à mesurer la pression. En reprenant les valeurs des facteurs utilisées précédemment :

	Vitesse (tour/min)	flux A100 (sccm)	flux chambre (sccm)
1	3400	500	2300
2	3400	500	300
3	3400	3000	2300
4	3400	3000	300
5	4000	500	2300
6	4000	500	300
7	4000	3000	2300
8	4000	3000	300
9	5000	500	2300
10	5000	500	300
11	5000	3000	2300
12	5000	3000	300

Tableau 16 : matrice d'expérimentation pour l'adaptation des coefficients de la pression (exemple)

Ce tableau regroupe deux Plans d'Expériences complets, précis et simples à réaliser et à exploiter ; les valeurs à 4000 tour/min sont utilisées deux fois.

Une fois que l'équation de la pression a été ajustée, il est profitable de prendre connaissance de la recette du procédé à réguler. Pour chaque étape de cette recette, c'est à dire pour les différentes consignes de pression et les flux qui leurs sont associés, l'utilisateur est en mesure de déterminer un couple vit/ θ_{A100} permettant d'obtenir la pression requise en régime statique. Comme il existe une multitude de possibilités pour choisir ce couple, il faut s'appuyer sur une connaissance empirique du procédé et de la régulation :

- La pompe doit fonctionner à une vitesse suffisamment élevée pour qu'elle soit stable et qu'il n'y ait pas trop d'irrégularités ; cela dépend donc de la précision recherchée par le client, certains procédés étant moins exigeants que d'autres.
- Il est préférable de conserver le même flux de dégradation tout au long de la recette, à moins qu'une étape de stabilisation permette au système de s'adapter à un nouveau flux de dégradation ; mais généralement, les étapes au cours d'une recette ne sont pas différentes au point de devoir jouer sur la vitesse et sur le flux de dégradation.
- La vitesse ne doit pas être trop élevée, sinon le gain du procédé devient trop petit pour que la régulation soit efficace face aux perturbations.

Finalement, dans une situation favorable pour laquelle le flux de dégradation peut être pris constant et pour laquelle toutes les étapes de la recette sont accessibles par une seule action sur la vitesse, l'adaptation des coefficients pour le modèle de comportement dynamique est assez simple. Il ne reste que deux facteurs, la vitesse et le flux, et si la gamme de vitesse à explorer n'est pas trop importante – de l'ordre de 500 tour/min – un modèle linéaire, donc deux niveaux de vitesse, sont suffisants.

Quatre expériences sont finalement nécessaires à l'adaptation des modèles dynamiques, et les valeurs de flux doivent correspondre aux valeurs extrêmes requises par la recette. Si la gamme de vitesse est trop importante, on procède comme précédemment en ajoutant deux autres expériences pour considérer deux plans ayant deux expériences en commun.

D1-2 Cas d'un pompage secondaire

Le cas du pompage secondaire est plus compliqué puisqu'il y a dans le modèle des multiplications de coefficients relatifs aux facteurs vitesse, flux et pression de refoulement nominale P_2 , dépendant elle-même de la vitesse, du flux et du flux de dégradation.

Il est cependant possible de se simplifier la tâche en faisant des hypothèses dont on est à peu près certain qu'elles se vérifient dans les situations clientes.

Si on remplace P_2 par son expression issue du modèle de pompage primaire – linéaire en vitesse étant donné que la plage de variation de P_2 est assez réduite dans le cas du pompage secondaire – on obtient des expressions assez compliquées pour la pression P_1 et ses gains. Mais on peut très raisonnablement supposer qu'un modèle du second ordre en flux et en vitesse sera suffisant pour la précision recherchée. On ignore volontairement le flux de dégradation qui a tout intérêt à rester constant, étant donné la plus grande sensibilité de la pression dans l'enceinte vis-à-vis de la vitesse, comparée à la sensibilité dans le cas d'un pompage primaire. En d'autres termes, la vitesse suffit à faire varier la pression dans l'enceinte, il n'est pas besoin de compter sur le flux de dégradation et ce encore moins que dans le cas du pompage primaire.

Après avoir considéré la recette du procédé et fixé en conséquence un flux de dégradation tel que la vitesse puisse assurer seule la régulation tout au long de la recette, alors neuf expériences suffisent pour ajuster le modèle à l'équipement. On obtient un plan complet en affectant trois niveaux au flux – de préférence en rapport avec la recette – et trois niveaux à la vitesse. Peut-être certaines expériences seront-elles irréalisables, à cause du dépassement par la pression du calibre de la jauge. Malgré cela, le traitement sous Excel en régression multilinéaire donne un résultat du second ordre, si on traite comme des facteurs les carrés de la vitesse et du flux.

Pour conclure sur le sujet de l'adaptation des modèles à l'équipement client, il convient de parler de la nature des gaz. On sait par expérience que le système se comporte différemment selon que le gaz injecté est plus ou moins lourd, ou plus ou moins visqueux. Il n'était pas envisageable de mener une étude exhaustive de l'effet de la nature du gaz injecté. En revanche, lors de l'adaptation du modèle, il est possible de rajouter ce facteur, qualitatif, aux plans de base décrits ci-dessus ; généralement les recettes utilisent un nombre limité de gaz. L'utilisation d'un logiciel dédié aux Plan d'Expériences est alors indiquée.

Un document interne à ADIXEN présente, sous forme de programme, de mode d'emploi et d'exemple concret, la procédure à suivre pour adapter le modèle à un équipement client [47].

D2 - Utilité pour la commande

D2-1 Rejet des perturbations

L'analyse du système s'est faite, jusqu'à présent, en boucle ouverte. La travail de thèse de Sogan [11] présente plusieurs techniques pour asservir le procédé. L'amélioration apportée par la modélisation à la commande concerne d'abord le correcteur proportionnel intégral (PI).

L'un des inconvénients du correcteur PI est de n'avoir un comportement correct qu'autour du point de fonctionnement pour lequel il a été calculé, c'est à dire pour une étape donnée d'une recette. Comme on dispose à présent des évolutions des paramètres du modèle, il est possible de

faire suivre les évolutions des paramètres du correcteur. En boucle fermée, la fonction de transfert du procédé s'écrit :

$$\frac{y(p)}{c(p)} = \frac{1}{1 + \frac{T_1}{AK} p + \frac{T_1 + (T_2 + R)}{AK} p^2} \quad \text{Équation 31}$$

avec un correcteur du type $R(p) = A \left(1 + \frac{1}{T_i p} \right)$ pour lequel on impose $T_i = T_1$ afin de se ramener au second ordre ci-dessus. Sogan montre qu'un réglage effectué sur un modèle équivalent d'ordre 2 (avec $T_{2eq} = T_2 + R$) reste valable pour le modèle d'ordre 2 retardé correspondant davantage à la réalité.

Concernant les perturbations brutales qui ont parfois lieu, comme l'allumage d'un plasma, assimilable à une augmentation de flux en échelon, le modèle détermine quelles sont les conditions de couples θ_{A100} / vit qui optimisent la correction. Ainsi, il est préférable de travailler à haute vitesse pour diminuer le gain d'une perturbation ; θ_{A100} n'a pas vraiment d'impact. Ceci n'est qu'une approche de la question ; une étude complète nécessiterait des calculs plus compliqués.

D2-2 Changements d'étape d'une recette

Aussi appelés changement de *step*, ces passages obligés au cours d'une recette de fabrication d'un CI doivent répondre à des critères de rapidité et stabilité imposés par le fabricant. Il faut que la pression atteigne sa nouvelle valeur d'équilibre en un temps donné, et ce malgré le changement de flux qui l'accompagne souvent.

La méthode développée pour les changements de *step* est celle de l'inversion dynamique [11]. C'est une amélioration par rapport à l'ajout de la commande nominale de la Figure 16 (page 31). L'inversion dynamique consiste à passer d'un point de fonctionnement à un autre en imposant une trajectoire admissible par le procédé, c'est à dire adoucie comparée à un échelon, et partant du point de fonctionnement du *step* n pour finir après un temps donné au point de fonctionnement du *step* n+1. Cette trajectoire est de type polynomiale, et ses coefficients sont directement liés aux évolutions du procédé.

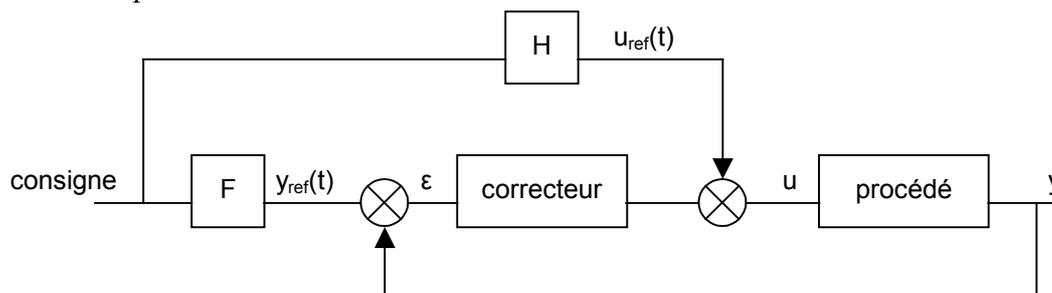


Figure 53 : schéma de structure pour une trajectoire adoucie par des algorithmes

L'algorithme H permet de créer, à partir du modèle de comportement de la pression en fonction de la vitesse et à partir de la forme adoucie de transition de la pression, de créer la commande de référence u_{ref} en vitesse correspondante. L'algorithme F sert lui à envoyer la consigne adoucie de pression y_{ref} pour que soit calculée l'erreur nécessaire au fonctionnement du correcteur.

L'intérêt de disposer d'un modèle complet est qu'il est désormais possible de prévoir la commande à appliquer en tenant compte de la superposition de l'effet du changement de flux sur la pression à celui de la commande ; ce n'était pas le cas auparavant.

Lors d'un changement de *step*, le flux et la pression changent tous deux de valeur dans le pire des cas – on trouve aussi le cas où ni l'un ni l'autre ne change, mais où d'autres paramètres comme la puissance du champ d'excitation du plasma changent. Lorsqu'est créée la commande de référence, un modèle de comportement est nécessaire ; or celui-ci change entre les deux points de fonctionnement. On conseille donc de prendre le point de fonctionnement médian, c'est à dire la moyenne pour chaque coefficient du modèle entre sa valeur au point de fonctionnement n et sa valeur au point de fonctionnement $n+1$. On choisira de même comme correcteur, lors de l'application de la commande de référence, un correcteur médian entre ces deux points. Une fois la transition finie, le correcteur correspondant au point 2 pourra prendre le relais. Enfin, si l'on applique une commande de référence sans tenir compte de la contribution au changement de pression du changement de flux, il y aura forcément une erreur assez importante lors du changement de *step*. Pour optimiser le procédé, il faut soustraire à la trajectoire désirée l'effet du changement de flux sur la pression, et créer la trajectoire de commande à partir du résultat de cette soustraction.

Grâce au modèle, le système est en mesure de régler ses variables d'action pour obtenir la pression souhaitée, et d'adapter le correcteur aux nouvelles conditions. Si le résultat du réglage ne correspond pas à la pression de la recette, le correcteur se charge de l'y amener et retiendra ce point de fonctionnement corrigé pour la recette suivante.

E Conclusion

Ce chapitre a décrit la création du modèle global de comportement dynamique de la pression dans le cadre d'un pompage primaire puis secondaire. Ce modèle global décrit l'évolution dans l'espace paramétrique du modèle local défini dans le chapitre 2. Le modèle local consiste en une fonction de transfert, et le modèle global en une série d'équations qui expriment la variation des constantes de la fonction de transfert en fonction des paramètres du système de pompage considéré.

La méthode des Plans d'Expériences a été utilisée pour explorer au mieux l'espace paramétrique, pour trouver les paramètres ayant une influence sur le modèle local, et si cette influence est linéaire ou quadratique. Des plans de Taguchi et un plan obtenu par D-optimalité ont été utilisés. Ainsi, on montré que les facteurs influents sont :

- la longueur de la canalisation entre la pompe primaire et l'enceinte
- la section de cette canalisation
- le volume de l'enceinte
- le flux de dégradation de la pompe primaire
- le flux injecté dans l'enceinte
- la vitesse de la pompe primaire

Parmi ces paramètres, seule la vitesse a une influence clairement quadratique sur le modèle local.

La construction du modèle de pompage secondaire repose sur la connaissance du modèle de pompage primaire, à cause de la difficulté que présente l'étude de certains paramètres géométriques lorsque une pompe turbomoléculaire est en route. On a alors utilisé la pression au refoulement de la pompe turbo pour faire un lien avec le premier modèle du pompage primaire, et ainsi prendre en compte les caractéristiques géométriques.

Ces modèles peuvent être utilisé directement sur équipement client, mais on présente une procédure à suivre pour ajuster, si possible, le modèle à l'équipement.

Enfin ce chapitre s'achève par une réflexion sur la façon d'utiliser ces modèles pour construire un correcteur destiné à la régulation de pression par vitesse variable.

Chapitre 4 Le recyclage du fluor

Le Chapitre 1D a présenté l'utilisation du fluor dans l'industrie de la microélectronique et le travail à réaliser concernant le recyclage de ce gaz dans le cadre du nettoyage des chambres de dépôt d'oxyde de silicium.

Dans ce chapitre est exposée la démarche suivie pour réaliser un prototype destiné à remplir cette fonction. Les premières recherches qui ont permis d'orienter les choix techniques à venir sont d'abord présentées, puis on établit les fondements théoriques liés au prototype, pour ensuite expliquer les expériences qui ont rendu cette approche théorique réalisable. Après cela, les détails techniques inhérents à la réalisation du prototype sont présentés, et on finit par projeter l'avenir de cette solution.

A Recherche sur la faisabilité

Les procédés utilisant les gaz fluorés sont l'ennemi n°1 des pompes : le fluor attaque la fonte qui les compose. La première préoccupation fut de s'inquiéter de ce que la solution inventée soit sans danger, et que les conditions de son fonctionnement lui permettent de perdurer le plus longtemps possible, la rendant économiquement viable. Parallèlement il a fallu vérifier qu'une recirculation du fluor était physiquement possible vis-à-vis des procédés clients. Enfin il a fallu s'assurer que le mélange de gaz sortant d'une chambre de procédés pouvait effectivement donner lieu à un traitement afin d'en réinjecter une partie dans le *Remote Plasma Source* (RPS).

A1 - Sécurité

A1-1 Considérations générales

Etant donné l'agressivité du fluor vis-à-vis de l'équipement [48] et l'absence de solution sur le marché alors que le sujet n'est pas nouveau, on s'est inquiété de savoir si la réalisation même d'un prototype de recyclage était possible.

Les deux produits les plus dangereux sortant de la chambre sont les fluors atomique et moléculaire. On a dû vérifier que les organes a priori constitutifs de la solution - telle que présentée au Chapitre 1D – soient résistants à ces deux produits. Il semblait d'emblée acquis que le prototype comprendrait des canalisations, une pompe pour assurer la recirculation du flux, un piège pour stopper les produits de réaction et un filtre pour enlever les particules.

La première cause de casse des pompes primaires sèches est le fluor : l'arbre du rotor est attaqué au niveau des étages haute pression. En effet, la pression et la température favorisent l'attaque

chimique. Pourtant, ces pompes qui cassent sont protégées par d'importants flux de purge. Ce problème est inquiétant car le flux réinjecté ne doit idéalement pas être dilué, ce qui invite à proscrire toute purge. Les canalisations, elles, résistent mieux au fluor : elles sont fabriquées en inox 316L, très résistant aux attaques chimiques. Enfin il existe des joints en téflon, et des solutions ont été inventées pour les filtres fonctionnant en milieux corrosifs.

Néanmoins se pose la question suivante : s'ils sont préparés à l'attaque du fluor moléculaire, comment ces différents organes réagiraient-ils au fluor atomique ? Il est vraisemblable qu'un filtre résiste deux ans à F₂, et qu'il ne tienne pas plus d'une semaine contre F. Il est donc important de connaître la durée de vie du fluor en tant qu'atome, une fois sorti de la chambre de procédés.

A1-2 Atomique ou moléculaire ?

Dans son rapport de thèse [49], Walther Schwarzenbach traite de l'interaction du silicium avec les atomes de fluor issus d'un plasma de CF₄, et aborde des points intéressants au regard du devenir de l'espèce fluor lors de son déplacement dans une canalisation pompée. L'expérience décrite est celle d'un plasma libérant des atomes de fluor dans une enceinte où il n'y a pas de plasma (grâce à une grille), et dans laquelle s'écoulent les espèces neutres, ce qui correspond au cas du *Remote NF₃ Chamber Clean*. Dans cette enceinte, qui n'est recouverte par aucun dépôt, un utilisateur peut introduire un substrat de silicium, et effectuer des mesures de concentration d'espèces par spectrométrie de masse.

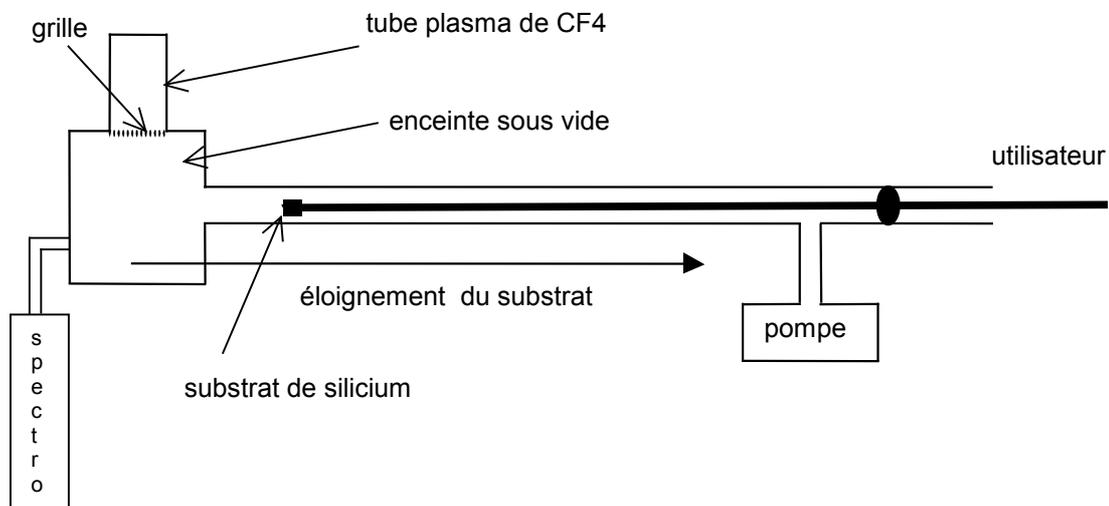


Figure 54 : étude expérimentale de l'interaction entre les atomes de fluor et le silicium

En l'absence de substrat de silicium, pour une pression de 15 mtorr, on observe dans la chambre les concentrations suivantes :

$$[F] = 10^{18} \text{ m}^{-3} \quad [F_2] = 10^{19} \text{ m}^{-3}$$

Sans silicium, il y a 10 fois plus de fluor moléculaire que de fluor atomique. Si on introduit un substrat de silicium, la concentration en atomes de fluor diminue. Mais si l'utilisateur éloigne le

substrat de la chambre, la concentration en F dans l'enceinte augmente. Les résultats expérimentaux sont en accord avec la théorie de la diffusion avec pour condition à la limite qu'est l'échantillon d'avoir un flux d'atomes de fluor nul. Ce qui tend à prouver que l'échantillon réagit avec tous les F qui le rencontrent. Il s'agit d'une réaction en surface pour donner SiF_4 (cf ANNEXE 2) ou bien d'une recombinaison de deux F en F_2 .

Dès lors que l'on parle d'interaction entre un flux et une surface, il est intéressant d'introduire la notion de coefficient de collage. Un radical arrivant au contact d'une surface peut y subir trois sorts différents : être réfléchi intact, être adsorbé pour contribuer à y créer un dépôt, ou être adsorbé le temps de s'y combiner pour créer une espèce volatile quittant ensuite la surface. Ces deux dernières possibilités induisent la perte d'une partie du flux incident θ_i de radicaux sur la surface. Le reste des radicaux, réfléchi par la surface, forme un flux θ_r . Le coefficient de collage α est alors défini par le rapport :

$$\alpha = \frac{\theta_i - \theta_r}{\theta_i}$$

Dans le cas de l'atome de fluor F :

- pour une surface en acier (ex : les canalisations) $\alpha = 0.002$
- pour une surface de silicium $\alpha = 0.2$

Cela veut dire qu'un atome de fluor qui entre en contact avec une paroi recouverte de silicium a une chance sur cinq d'y être collé et de réagir. L'ANNEXE 2 indique que la vitesse de gravure du SiO_2 est environ 20 fois plus faible que celle du Si. On peut donc supposer que le coefficient de collage de F sur SiO_2 soit, au minimum, 20 fois plus petit, d'où $\alpha=0.01$.

On cherche à avoir une idée de la quantité d'atomes de fluor pouvant sortir d'une chambre recouverte de SiO_2 . Sachant qu'il y a une chance sur cent pour qu'un atome de fluor reste collé à la paroi de la chambre quand il la rencontre, la question est de savoir combien de fois il est susceptible de la rencontrer. Considérons à cette fin les deux notions suivantes :

- Le temps de séjour dans un enceinte est le temps pendant lequel une molécule reste dans cette enceinte. Il est égal au nombre de molécules de gaz dans l'enceinte (PV/kT) divisé par le flux (en molécules par seconde) injecté et constant. Ce temps est de l'ordre de la seconde pour les chambres de procédés.
- Le temps de diffusion est, typiquement, le temps mis par une molécule pour aller d'une paroi de la chambre à l'autre. Ce temps augmente avec la pression et avec la longueur de diffusion (liée aux dimension de l'enceinte) et diminue avec le coefficient de diffusion (lié aux taille et masse des molécules). Ce temps est de l'ordre de quelques millisecondes.

On en déduit donc qu'un atome de fluor rencontrera plusieurs centaines de fois les parois de la chambre de procédés. A chaque fois il aura une chance sur cent de repartir sous une forme autre que atomique. Si l'on suppose que l'atome de fluor rencontre la surface 500 fois, alors la probabilité pour qu'il sorte de la chambre toujours à l'état d'atome vaut $0.99^{500} = 0.0066$.

Il y aura donc très peu de fluor atomique sortant de la chambre, moins d'1%. C'est un résultat rassurant.

A2 - Considérations techniques

Les premières études concernant la réalisation d'un prototype ont été conduites avec un regard indépendant de ce qui avait déjà été proposé (demande d'AMAT, travail déjà effectué au sein d'AVT). Un cahier des charges a été écrit pour déterminer ce qui était physiquement possible et utile. Le prototype devait donc, idéalement :

- réinjecter du fluor moléculaire dans le RPS ; il est inutile de réinjecter F_2 directement dans la chambre car l'agent de nettoyage est F, il faut donc absolument recraquer F_2 dans le RPS,
- ne pas réinjecter de SiF_4 ; il est inutile de remettre ce qu'on a enlevé pour le craquer par plasma,
- ne pas réinjecter de HF, car il se combinerait tout de suite après destruction par le plasma, il est inutile,
- ne pas réinjecter N_2 et O_2 , respectivement issus de la destruction du NF_3 par le plasma et de la réaction du fluor sur les parois ; ils sont inutiles, et même indésirables car ils diluent le fluor et limitent son efficacité,
- filtrer les particules,
- faire recirculer suffisamment de gaz pour que la solution soit économiquement rentable
- éviter toute montée en pression pour des raisons de sécurité (contrairement à la démarche d'AMAT).

Ce dernier point est important. En effet, chercher à limiter la pression dans la boucle de recyclage est un challenge pour tous les organes du prototype :

- les canalisations doivent être les plus larges et courtes possible, afin que le gradient de pression nécessaire à l'écoulement des flux soit le plus faible possible,
- la pompe ne devra pas comprimer les gaz, ce qui est contraire à la nature d'une pompe,
- le filtre à particules et le piège doivent opposer le moins de résistance possible au passage du flux, ce qui n'est pas trivial.

Enfin, comment gérer le flux recirculant vis-à-vis de l'injection de NF_3 ?

- En injectant les deux gaz ensemble? Il faut pour cela que la pression dans le RPS soit la plus basse possible, pour ne pas avoir à entretenir de pression trop haute dans le prototype.
- Alternier recirculation et injection normale, au moyen de vannes qui s'ouvrent ou se ferment?
- Stocker le fluor pour l'utiliser ensuite, ce qui est dangereux et coûteux, et qui ne relève pas des compétences d'ADIXEN?
- Etablir une boucle de recirculation fermée, ou pomper constamment l'ensemble du système?

A3 - Considérations physiques

Une fois les problèmes techniques soulevés, il a fallu réfléchir aux réalités physiques liées.

Pour réinjecter le fluor moléculaire en même temps qu'on injecte du NF_3 "frais", il faut que les deux espèces soient craquées dans le RPS. Il fallait donc s'assurer que l'énergie de liaison F-F dans la molécule F_2 soit comparable à l'énergie de la liaison N-F dans la molécule de NF_3 :

$$E_{\text{N-F}}^{\circ} = 247 \text{ Kj.mol}^{-1} \quad E_{\text{F-F}}^{\circ} = 158 \text{ Kj.mol}^{-1}$$

Si le plasma est assez énergétique pour casser les liaisons N-F, il le sera aussi pour casser les F-F.

La cryogénie s'est vite imposée comme la seule solution viable pour le piégeage des espèces indésirables. Les autres solutions nécessitent des gradients de pressions trop importants ou sont trop onéreuses.

On est assuré, en descendant la pression à la température de l'azote liquide, de piéger la quasi totalité du SiF_4 , et tout le HF. En revanche, ni l'azote ni l'oxygène ne pourraient être séparés du fluor par cette méthode. La Figure 55 en rend compte.

La droite verticale en pointillés représente la température de l'azote liquide (77 K). A sa droite, les espèces sont piégées, à sa gauche elle restent gazeuses. Etant donné que la pression ne dépassera pas quelques torr dans le piège, ni le fluor, ni l'oxygène et ni l'azote ne se condenseront.

Ce constat écarte toute idée de stockage du fluor sous forme liquide. Le SiF_4 et le HF seront en revanche complètement condensés à cette température.

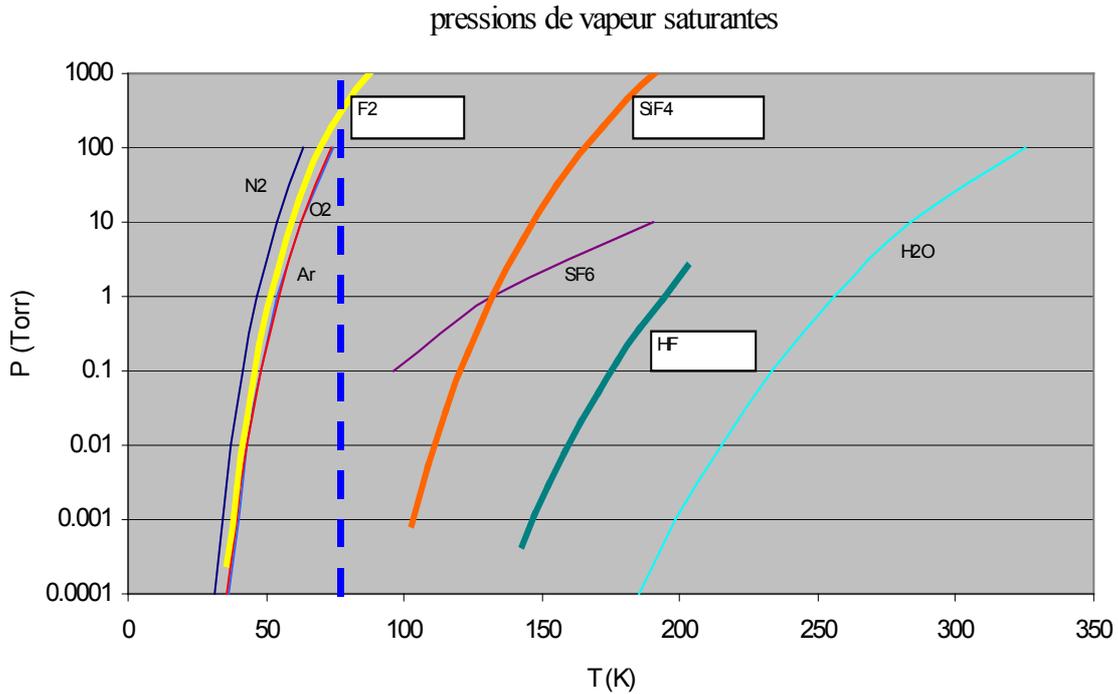


Figure 55 : pressions de vapeurs saturantes (document Air Liquide)

A4 - Choix d'une solution

Le choix s'est porté sur un système capable de recirculer un flux en créant un gradient de pression minimal ; capable aussi de laisser passer le fluor moléculaire mais pas le tétrafluorure de silicium ni l'acide fluorhydrique ; en revanche il ne semble pas possible de piéger l'oxygène et l'azote.

Le système doit aussi être en mesure de régénérer le piège à SiF₄ et HF le plus souvent possible, ce afin de ne pas accumuler des espèces potentiellement dangereuses. Le flux recirculant doit aussi être filtré.

Du point de vue du procédé, c'est à dire de la recette du nettoyage, le recyclage du fluor implique forcément des changements pour la chimie ; la démarche de ce travail fut de faire en sorte que ce changement soit le plus petit possible.

La meilleure façon d'approcher la concentration et le flux de fluor atomique est d'injecter le flux recirculant en même temps qu'un flux de NF₃ diminué. Cela implique de maintenir un pompage constant, afin de maintenir la pression dans la chambre au niveau désiré.

L'idée consistant à stopper pompage et flux de NF₃ pour établir une boucle fermée jusqu'à épuisement du fluor atomique n'a pas été retenue. Elle serait manifestement beaucoup trop lente et devrait être répétée plusieurs fois.

B Calculs

B1 - Approche théorique

Une approche numérique est nécessaire afin de prévoir le flux de recirculation permettant d'approcher au mieux les concentrations et flux d'un nettoyage standard.

B1-1 Concentrations et flux dans le cas d'un nettoyage standard

On a pu disposer de données provenant d'équipements clients et concernant le procédé de nettoyage d'une chambre de dépôt de SiO₂. La recette d'un nettoyage de chambre décrit toutes les étapes qui la composent ; il peut y en avoir une vingtaine et à chaque étape correspondent :

- un flux de gaz injecté, dont le NF₃ et l'argon
- une pression, contrôlée au moyen d'une vanne de régulation
- une puissance RF pour créer le plasma dans le RPS
- une durée
- la présence ou non d'un *endpoint* indiquant la fin de l'étape.

Typiquement, il n'y a que deux étapes pour lesquelles le recyclage peut présenter un intérêt, mais ce sont les plus importantes et les plus longues. Les autres concernent l'amorçage du plasma, des purges, des stabilisations qui ne durent que quelques secondes, voire une seconde seulement.

Dans le cas du nettoyage d'une chambre de HDP-CVD, le nettoyage est réalisé par une étape dite de *High Clean*, et une autre dite de *Low Clean*. Pendant la première, 1500 sccm de NF₃ sont injectés pendant 100 secondes, et pendant la deuxième 750 sccm sont injectés pendant 70 secondes. La pression vaut, respectivement, 3 et 1.8 torr. Ces recettes sont le résultat d'études précises sur la vitesse de gravure et son uniformité.

L'étape *High Clean* élimine la plus grosse partie du dépôt de SiO₂ sur les parois. La pression de 3 torr n'est pas fortuite : en dessous, le nettoyage est moins rapide, et au-dessus, la recombinaison des atomes de fluor en molécule F₂ en phase gazeuse devient importante, et par conséquent le nettoyage est moins rapide.

L'étape de *Low Clean* a pour but d'uniformiser le nettoyage, en laissant le temps aux zones de la chambre moins bien nettoyées de "rattraper" les autres.

Enfin, on a eu accès à la composition du flux sortant de la chambre lors de ces étapes ; le flux contient du fluor moléculaire, de l'azote, de l'oxygène, du tétrafluorure de silicium, ainsi qu'un peu

de fluor atomique et d'acide fluorhydrique. Selon la nature du dépôt on peut trouver d'autres espèces, telles que CO, CO₂ ou COF₂.

L'art du chimiste consiste à trouver le bon compromis entre pression, flux et temps de nettoyage. C'est ainsi que le recyclage du fluor a été conçu, en commençant par prévoir le flux recirculant permettant d'approcher au mieux les conditions d'un nettoyage standard.

B1-2 Concentrations et flux avec le recyclage

La première question posée par le client, lorsqu'on lui parle d'un système de recyclage, est de savoir ce qu'il y gagne. Les calculs figurant dans ce paragraphe établissent la relation entre la quantité de NF₃ injecté – idéalement la plus basse possible – et le flux recirculant nécessaire pour compenser le déficit de fluor que génère cette baisse de NF₃, par rapport à la recette standard. Bien sûr, le système ne peut pas faire recirculer autant de flux qu'on pourrait le souhaiter ; la limite est imposée par la dimension des lobes de la pompe assurant la recirculation, et par le gradient de pression maximal que l'on établit.

Le raisonnement suivant prend appui sur un certain nombre d'hypothèses indispensables, ainsi que sur des valeurs expérimentales qui aident à la compréhension. On s'intéresse à l'étape de la recette pour laquelle la consommation de fluor est la plus importante.

Les fabricants de circuits intégrés injectent 1500 sccm de NF₃ dans un RPS, afin de nettoyer la chambre de dépôt d'oxyde de silicium. On sait que le NF₃ est détruit à plus de 99%. On peut donc définir un flux idéal d'atomes de fluor de :

$$3 * 1500 = 4500 \text{ sccm}$$

Ce flux n'existe pas car en fait, à la sortie du RPS, une grande partie des atomes s'est déjà recombinaisonnée en molécules F₂. Mais cela permet de s'imposer la contrainte suivante :

même si l'injection de NF₃ est diminuée, le flux idéal d'atomes de fluor doit rester identique.

Donc si l'on souhaite réaliser 66% d'économies de NF₃, on injectera seulement 500 sccm de NF₃, d'où un manque pour le flux idéal de F valant:

$$3 * (1500-500) = 3000 \text{ sccm}$$

Le flux recyclé devra compenser ce déficit en apportant un flux idéal de fluor atomique de 3000 sccm, c'est à dire un flux de 1500 sccm de fluor moléculaire, forme sous laquelle sera le fluor en fin de boucle de recirculation. On suppose en effet que le fluor atomique ayant pu sortir tel quel de la chambre est très vite recombinaisonné en F₂ au cours de la recirculation.

Malheureusement, le flux revenant dans le RPS n'est pas composé uniquement de fluor. Les espèces n'ayant pas été piégées par le piège cryogénique sont également présentes, en l'occurrence l'azote et l'oxygène. Alors pour reprendre l'exemple numérique, la valeur du flux recirculant devra forcément être supérieure à 3000 sccm ; la question est de savoir de combien.

Il est possible de prévoir les flux d'espèces en sortie de chambre, à condition de fixer la proportion de fluor injecté finissant sous forme de SiF_4 (en l'occurrence 15%), et à condition de faire l'hypothèse suivante : pour un même flux d'atomes de fluor, les réactions physico-chimiques avec ou sans recyclage seront identiques.

En reprenant l'exemple numérique, 15% des 4500 sccm du flux idéal de F réagissent pour donner SiF_4 , donc le flux de SiF_4 en sortie de chambre vaut:

$$4500 * 0.15 / 4 = 170 \text{ sccm}$$

auquel il convient d'ajouter 3% d'atomes de fluor réagissant avec des traces d'humidité, créant HF:

$$4500 * 0.03 = 135 \text{ sccm}$$

et il reste 82% d'atomes de fluor qui se recombinent en F_2 , soit un flux de:

$$4500 * 0.82 / 2 = 1845 \text{ sccm}$$

On suppose pour notre modèle qu'il n'y a plus de fluor atomique à l'endroit où le flux se sépare entre la recirculation et le pompage.

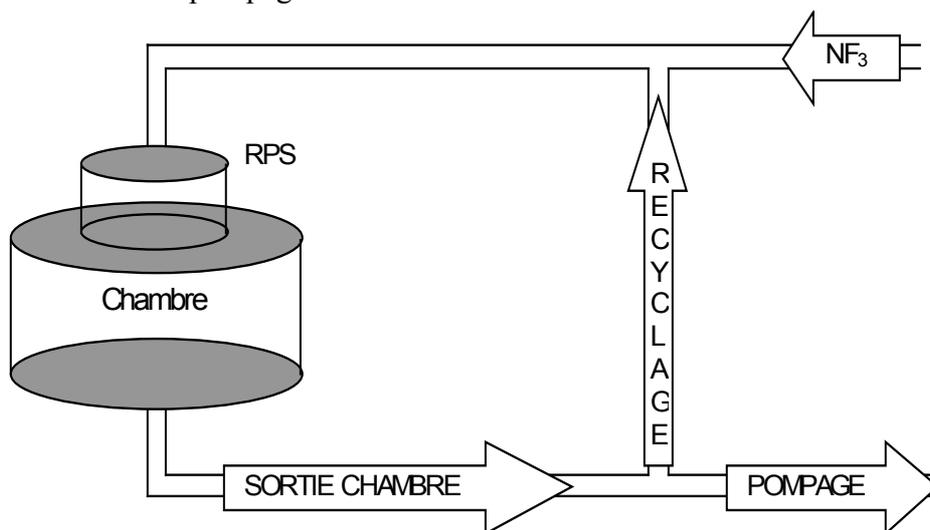


Figure 56 : séparation des flux dans le cadre du recyclage

Ecrire les flux d'azote et d'oxygène est en revanche moins immédiat. En effet, le flux de N₂ en sortie de chambre provient du NF₃ craqué et du N₂ ayant recirculé. De même, l'oxygène est issu de la réaction de SiO₂ et du recyclage.

Il s'établit dans le système un équilibre entre ce qui est injecté ou créé, ce qui recircule et ce qui est évacué. On cherche à présent à déterminer cet équilibre. Pour cela, il faut formuler une autre hypothèse, qui est que la pompe évacue les gaz indépendamment de leur nature. En effet les gaz légers, comme l'hydrogène, sont moins bien pompés que les gaz lourds. Mais dans ce cas, il n'y a pas de gaz très légers, donc l'hypothèse est sans doute vérifiée.

Commençons par le cas du fluor F₂. il a été établi que son flux dans la branche du recyclage devait valoir 1500 sccm, et qu'alors celui en sortie de chambre (avant la séparation du flux) valait 1850 sccm. On en déduit facilement que 350 sccm sont évacués.

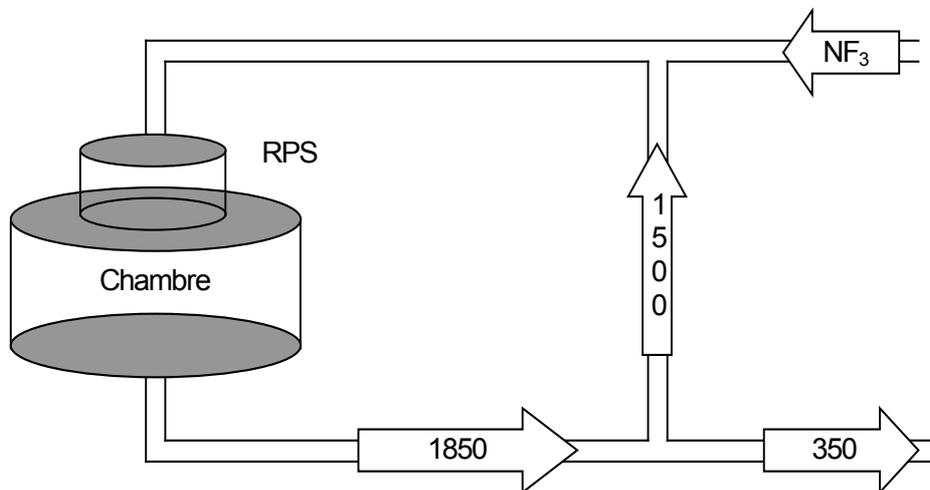


Figure 57 : flux (en sccm) dans le cadre du recyclage

Cela permet d'établir le rapport entre le flux recirculant et le flux en sortie de chambre, valable pour chaque espèce :

$$1500 / 1850 = 0.81$$

Ainsi 81% du flux en sortie de chambre recircule et 19% est évacué.

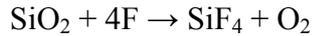
Comme l'azote apportée par le NF₃ n'intervient pas dans la réaction chimique, on peut affirmer qu'à l'équilibre, l'azote apporté au système est évacué. Le flux d'azote apporté par le NF₃ vaut (après craquage dans le RPS) :

$$500 / 2 = 250 \text{ sccm}$$

Ces 250 sccm représente 19 % du flux en sortie de chambre, soit 1316 sccm, et donc un flux d'azote dans la branche de recirculation :

$$1316 * 0.81 = 1066 \text{ sccm}$$

Pour l'oxygène le raisonnement est identique, l'apport au système est créé par la réaction chimique :



Autant d'oxygène que de SiF_4 est créé, soit 170 sccm, qui représentent 19 % du flux en sortie de chambre, d'où on déduit un flux d'oxygène dans la branche de recirculation égal à 725 sccm.

On obtient finalement la valeur du flux recirculant, égal à la somme des flux d'azote, d'oxygène et bien sûr de fluor, dans la branche de recirculation :

$$1500 + 1066 + 725 = 3291 \text{ sccm}$$

Pour assurer un flux d'atomes de fluor dans la chambre identique au nettoyage standard, tout en diminuant l'injection de NF_3 de deux tiers, le système doit être capable de recirculer 3.3 slm, après piégeage cryogénique.

On peut enfin prévoir la quantité de SiF_4 et HF piégés par le piège cryogénique. Elle vaut 81% de la quantité de SiF_4 et HF en sortie de chambre, soit :

$$0.81 * (170 + 135) = 247 \text{ sccm}$$

La Figure 58 est un bilan des flux en tout point du système lors d'un nettoyage de la chambre de dépôt, avec deux tiers d'économie réalisés par rapport au flux de NF_3 injecté pour un nettoyage standard.

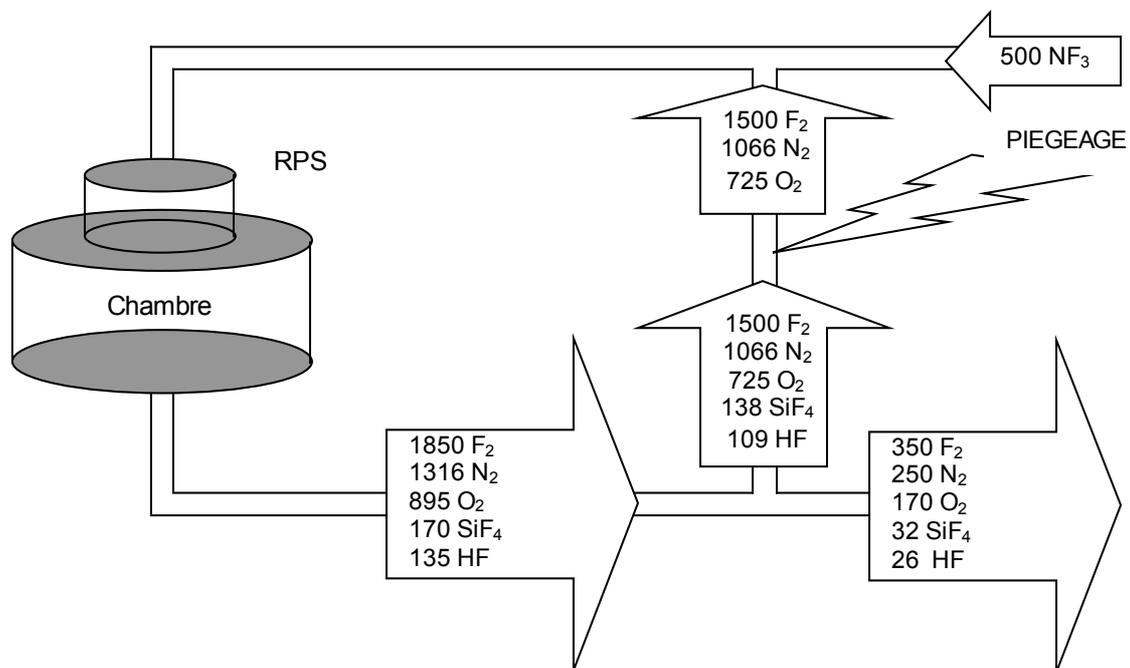


Figure 58 : détails des flux (en sccm) dans le cadre du recyclage

Les calculs précédents peuvent s'écrire formellement avec:

- x le taux d'économies souhaité
- A le flux de NF_3 injecté en standard
- R_1 le taux d'atomes de fluor recombinés en F_2
- R_2 le taux d'atomes de fluor utilisés pour SiF_4

Et la formule s'écrit :

$$\text{Flux recirculant} = \frac{x}{R_1 - x} \left(\frac{3AR_2}{4} + \frac{(1-x)A}{2} \right) + \frac{3Ax}{2} \quad \text{Équation 32}$$

On vérifie qu'avec $x = 0.66$, $A = 1500$ sccm, $R_1 = 0.82$ et $R_2 = 0.15$ la formule donne un flux recirculant de 3.3 slm.

B2 - Système de mesure de flux

Ayant établi une formule reliant le flux recirculant à l'économie en NF_3 souhaitée, il faut trouver un moyen de connaître, pour ensuite le contrôler, ce flux recirculant.

La méthode de détermination du flux dans les contrôleurs de débit gazeux est basée sur l'élévation de température du gaz chauffé par une puissance thermique connue. Cette méthode serait compliquée à mettre en œuvre dans notre cas : elle n'est fiable qu'avec de très faibles quantités de gaz passant en dérivation du flux principal, qu'il est en outre dangereux de chauffer. De plus la composition de ce gaz devrait rester la même au cours d'une recette car le calcul repose sur la valeur supposée de la capacité calorifique du gaz.

Le choix du système de mesure de flux s'est porté sur la connaissance de la conductance L d'une partie de la branche de recirculation. Avec la formule reliant le flux θ à la différence de pression en amont et en aval de la partie de la branche de recirculation,

$$\theta = L \times \Delta p \quad \text{Équation 33}$$

on a accès à la valeur de la conductance, pente de la droite $\theta = f(\Delta p)$.

Mais le problème n'est pas aussi simple. En effet, la conductance dépend de la pression, comme le montre la formule suivante, valable dans cette gamme de pression et de dimensions:

$$L = 135 \times \frac{d^4}{l} \times \bar{p} \quad \text{Équation 34}$$

où d est le diamètre de la canalisation, l sa longueur et \bar{p} la pression moyenne.

Considérant donc que la conductance est proportionnelle à la pression moyenne dans la canalisation, on a pensé établir cette proportionnalité A expérimentalement, en maintenant la pression moyenne constante, puis en traçant la droite reliant le flux à Δp :

$$\theta = A \times \bar{p} \times \Delta p \quad \text{Équation 35}$$

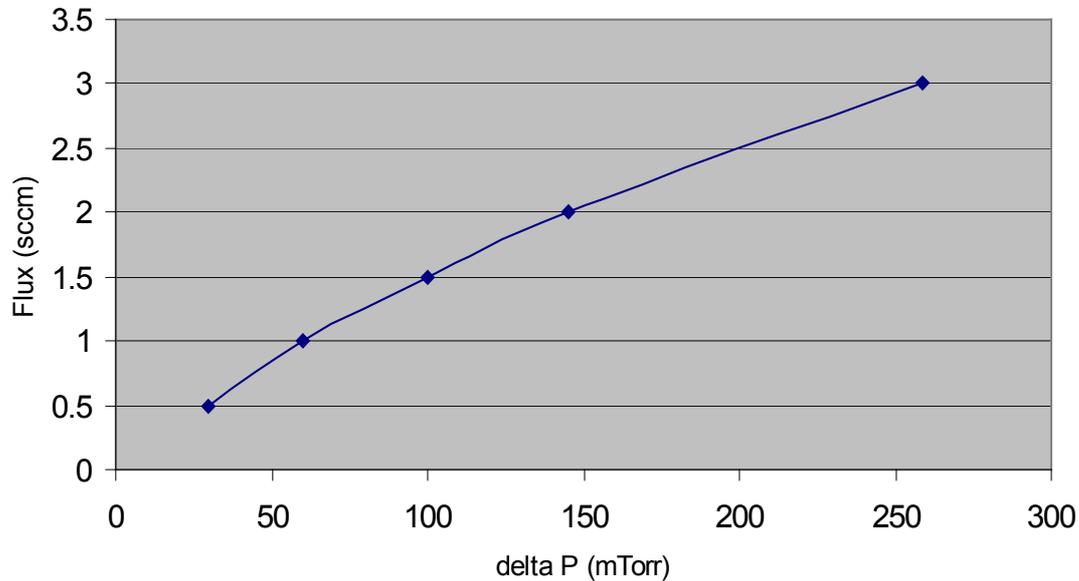


Figure 59 : courbe du flux en fonction de Δp autour de 3 Torr

Manifestement le résultat n'est pas une droite, même s'il en est proche. On ne peut pas en déduire de conductance du type $L = A \times \bar{p}$; il semble qu'elle dépend aussi de Δp .

Comme une bonne précision est recherchée, il faut se résoudre à effectuer un étalonnage un peu plus compliqué, et en effectuant plusieurs régressions linéaires entre les points, le résultat sera fiable.

Mais que faire si la pression moyenne évolue au cours de la recette, ou si cette dernière est modifiée? Faut-il faire une courbe pour chaque pression moyenne, ou le comportement observé à 3 torr est-il reproductible à 1, 2 ou 4 Torr ?

Si cette deuxième option est vraie, alors la courbe ci-dessus serait un cas particulier d'une fonction $\theta = f(\bar{p} \times \Delta p)$. On représente cette fonction en établissant plusieurs valeurs de flux connues et stables dans la canalisation, et en faisant varier la pression \bar{p} pour chaque valeur de flux, ce qui par conséquent fait varier Δp .

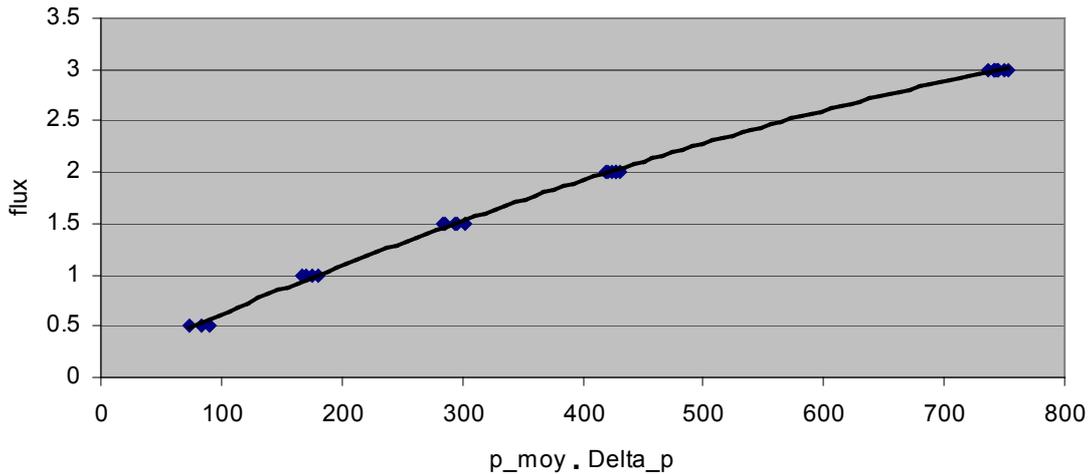


Figure 60: courbe moyenne du flux en fonction du produit $\bar{p} \cdot \Delta p$

Cette courbe a même allure que la précédente, et les points expérimentaux trouvés pour une même valeur de flux, mais pour des $\bar{p} \times \Delta p$ établis à différentes pressions, se regroupent en nuages compacts. Cela indique que le flux est bien une fonction du produit de la pression moyenne par la différence de pression. On trace enfin cette courbe en imposant $\bar{p} = 3$ torr :

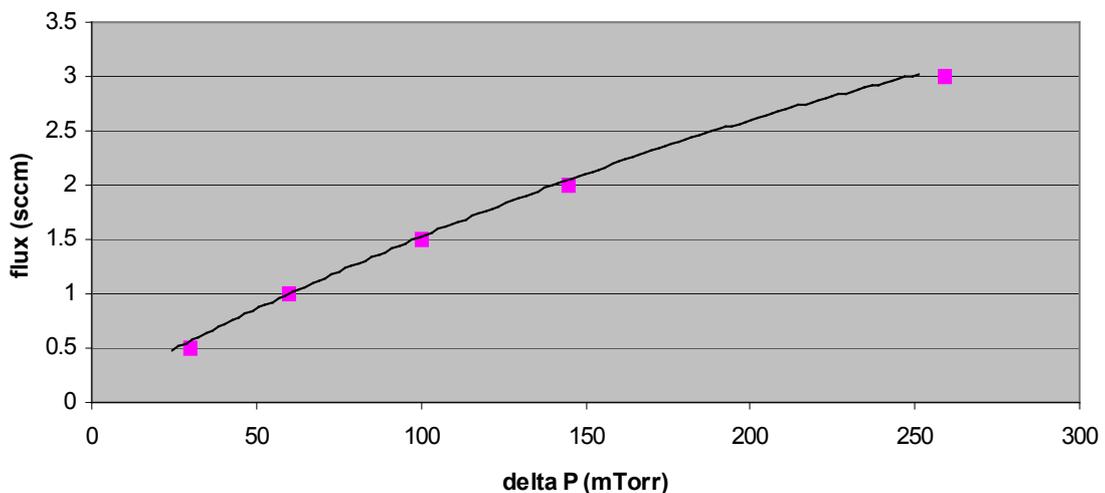


Figure 61: comparaison entre la courbe moyenne et les points expérimentaux pour 3 Torr

Ces points expérimentaux coïncident avec la courbe expérimentale moyenne du flux en fonction de $\bar{p} \times \Delta p$.

L'étalonnage de la canalisation peut donc être effectué en déterminant le flux en fonction du produit $\bar{p} \times \Delta p$, sans avoir à se soucier de rester à la même pression lorsqu'on fait varier Δp . Il est cependant plus prudent de s'approcher des pressions exigées par la recette du procédé de nettoyage.

C Choix techniques

L'idée de séparer le flux sortant de la chambre et de le réinjecter en même temps qu'un flux de NF_3 diminué était acquise. Plusieurs manières de diviser un flux ont été étudiées, et deux pièges cryogéniques ont été testés. La démarche a toujours été orientée par la nécessité d'obtenir une solution à moindre coût. La solution idéale est de modifier la pompe primaire déjà présente sur le site client, afin qu'elle assure le pompage et la recirculation.

C1 - La recirculation et le pompage

C1-1 Tentatives avec une seule pompe

Une pompe primaire de type Roots multiétagée fait circuler un gaz et le comprime successivement d'un étage à l'autre. Sur l'A100, il est possible d'ouvrir les étages intermédiaires en dévissant une vis de 15 mm de diamètre sur la partie supérieure de l'étage, et en la remplaçant par un raccord à une canalisation qu'on appelle "piquage". Dès lors, on peut considérer que l'on a amoindri la pompe : seuls les étages situés au-dessus du piquage pompent, alors que ceux situés en-dessous renvoient une partie du gaz dans le piquage.

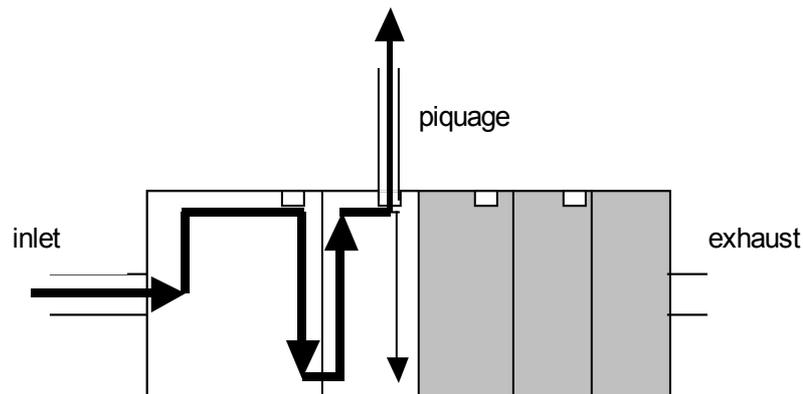


Figure 62 : séparation du flux au niveau d'un piquage sur le 2^{ème} étage

La partie grisée sur la figure correspond aux trois étages supérieurs qui effectuent un véritable travail de pompage. Les deux premiers étages, en revanche, deviennent des circulateurs de flux qui réinjectent le flux en amont de la ligne de pompage d'où ils l'ont extrait, c'est à dire avant la chambre, dans le RPS. La pompe assure donc l'évacuation des gaz injectés dans la chambre ainsi que la recirculation dans une canalisation partant du piquage sur le deuxième étage de l'A100, et aboutissant à la chambre. Cette configuration un peu exotique a été étudiée pour savoir si elle peut convenir au recyclage du fluor.

La chambre de procédés est représentée par une enceinte de 50 litres, et pour maintenir la pression à une valeur fixe - 3 torr par exemple – on place à l'aspiration de la pompe une vanne de

régulation automatique. La vitesse variable de la pompe permet d'agir sur la pression dans l'enceinte et sur le flux recirculant. On envisage en effet de trouver un couple de valeurs pour l'ouverture de la vanne et la vitesse de la pompe, permettant d'optimiser la recirculation.

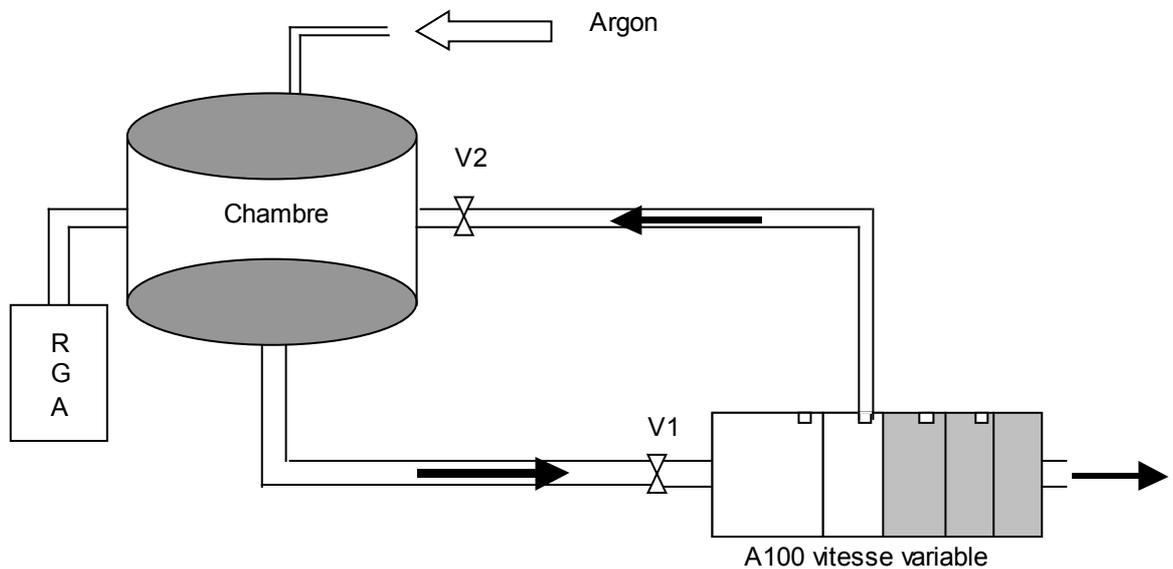


Figure 63 : banc de test pour le recyclage avec une seule pompe

On a établi précédemment que le NF_3 est détruit à plus de 99%, et que le fluor sort à 82% sous forme de F_2 et 15% sous forme de SiF_4 et 3% sous forme de HF . Ainsi, si on injecte 500 sccm de NF_3 – toujours dans l'optique de réaliser 66 % d'économie – le résultat en terme de flux total en sortie de chambre sera de 1020 sccm car après craquage et réaction:

$$\begin{aligned} 500 \text{ sccm } \text{NF}_3 &\rightarrow 250 \text{ sccm } \text{N}_2 \\ &+ 0.82 \cdot 1500 / 2 \text{ sccm } \text{F}_2 \\ &+ 0.15 \cdot 1500 / 4 \text{ sccm } \text{SiF}_4 \\ &+ 0.03 \cdot 1500 \text{ sccm } \text{HF} \\ &+ 0.15 \cdot 1500 / 4 \text{ sccm } \text{O}_2 \\ &\rightarrow 1020 \text{ sccm} \end{aligned}$$

Cette valeur servira de référence pour le flux injecté, simulé par un flux d'argon.

Avant d'essayer d'obtenir le flux théorique de recirculation correspondant à l'économie souhaitée, il a fallu régler un détail important et problématique: la purge. Afin de résister à l'attaque chimique du fluor, les pompes reçoivent dans tous leurs étages une purge d'azote qui dilue les gaz corrosifs et les repousse hors des parties mécaniques sensibles, comme les roulements. Grâce à cette purge les pompes peuvent fonctionner plusieurs mois, jusqu'à ce que l'arbre de rotation finalement oxydé ne grippe au niveau des étages haute pression. Il faut aussi savoir que cette purge est injectée au moyen

d'orifices calibrés de différentes tailles, le plus petit injectant le plus petit flux dans le premier étage à basse pression, jusqu'au plus grand correspondant à l'étage de plus haute pression.

Un *Residual Gas Analyser* connecté à l'enceinte renseigne sur l'impact de la purge en terme de concentration d'espèces dans la chambre ; grâce à lui on connaît donc les quantités d'argon et d'azote dans la chambre. Trois configurations différentes ont été étudiées expérimentalement.

a) La première est celle de la Figure 63 avec la purge d'azote à tous les étages de la pompe. On constate d'abord qu'en fermant la vanne V2, c'est à dire en ne recyclant pas, et en injectant de l'argon, la présence ou non de purge dans la pompe n'a quasiment pas d'influence sur les concentrations dans la chambre. L'argon est l'espèce ultra majoritaire, comme le montrent les deux courbes horizontales de la Figure 64.

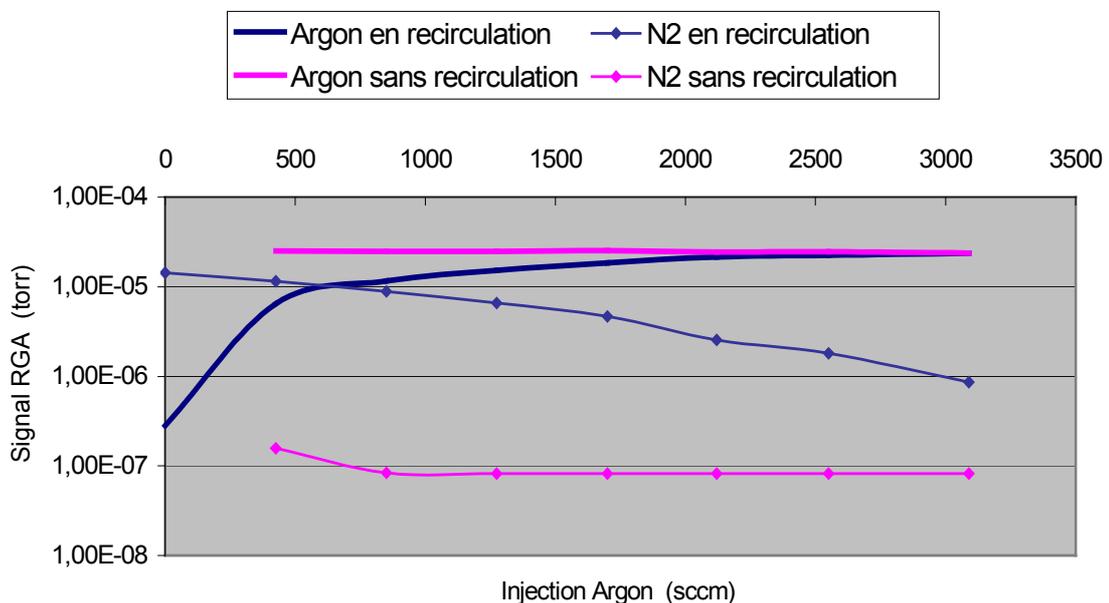


Figure 64: Concentrations d'espèces dans la chambre avec et sans recirculation

Cette figure montre surtout que les concentrations intéressantes pour le cas avec recirculation n'interviennent que lorsque l'injection d'argon est importante. Ce n'est qu'avec un flux d'argon supérieur à 2000 sccm que les concentrations approchent convenablement les valeurs établies sans recirculation.

Or, le flux qu'il est souhaitable d'injecter dans le cadre du recyclage du fluor est de l'ordre de 1000 sccm. Pour cette valeur de flux, les concentrations d'argon et d'azote dans la chambre sont presque identiques, ce qui n'est pas acceptable. La remontée de la purge dans la chambre est beaucoup trop importante.

b) Dans la deuxième configuration, l'injection de purge a été bouchée dans les deux étages basse pression pour tenter d'éliminer l'azote dans la boucle de recirculation. En principe, les étage

basses pression sont moins attaqués chimiquement. En contrôlant la pression par la vanne et en maintenant la vitesse de la pompe à sa valeur maximale, le résultat est satisfaisant pour une injection de 1000 sccm d'argon. Les concentrations d'argon et d'azote sont presque les mêmes qu'en l'absence totale de purge.

Cependant, on souhaite exercer un contrôle sur le flux recirculant au moyen de la vitesse variable. Dans ce cas de figure, la valeur du signal d'azote atteint 1/6 de la valeur du signal d'argon. Pour la première configuration, avec la purge dans les cinq étages, ce rapport était de 1/2 pour le même flux d'argon; il y a donc un progrès, mais il est insuffisant. Sachant que le gaz réinjecté sera inévitablement dilué avec N₂ et O₂, il n'est pas envisageable d'augmenter encore la dilution d'un sixième de sa valeur.

c) Enfin, dans une troisième configuration, on a déplacé le piquage du second au premier étage. Le résultat est positif car les concentrations dans l'enceinte sont les mêmes avec ou sans purge sur les trois étages supérieurs. Mais la compression créée par le premier étage est insuffisante pour assurer un flux de recirculation supérieur à quelque centaines de sccm, or plus de 3 slm sont nécessaires selon les calculs.

Aucun moyen satisfaisant pour recycler le fluor avec une seule pompe primaire modifiée n'a pu être retenu.

C1-2 Choix d'un recirculateur

La tentative d'une solution à moindre coût ayant échoué, la configuration à deux éléments distincts, une pompe et un recirculateur, est étudiée.

Dans cette configuration, la pompe évacue les gaz et une vanne de régulation assure le maintien de la pression à une certaine valeur, ce qui correspond à une configuration cliente standard. On rajoute en plus un moyen d'établir une boucle de retour à l'enceinte parallèle au flux d'évacuation. Le principe est le même que dans la configuration précédente à une seule pompe, à ceci près que la séparation du flux n'a pas lieu à l'intérieur de la pompe mais avant. Un recirculateur doit alors être placé dans la ligne de retour du flux.

Le piège cryogénique est avantageusement placé avant le recirculateur, afin que les gaz corrosifs pénètrent dans ce dernier à très basse température, ce qui les rend relativement inoffensifs. En revanche, le filtre doit être disposé après le recirculateur pour piéger les particules que celui-ci pourrait générer, avant que le flux ne parvienne de nouveau à la chambre de procédés.

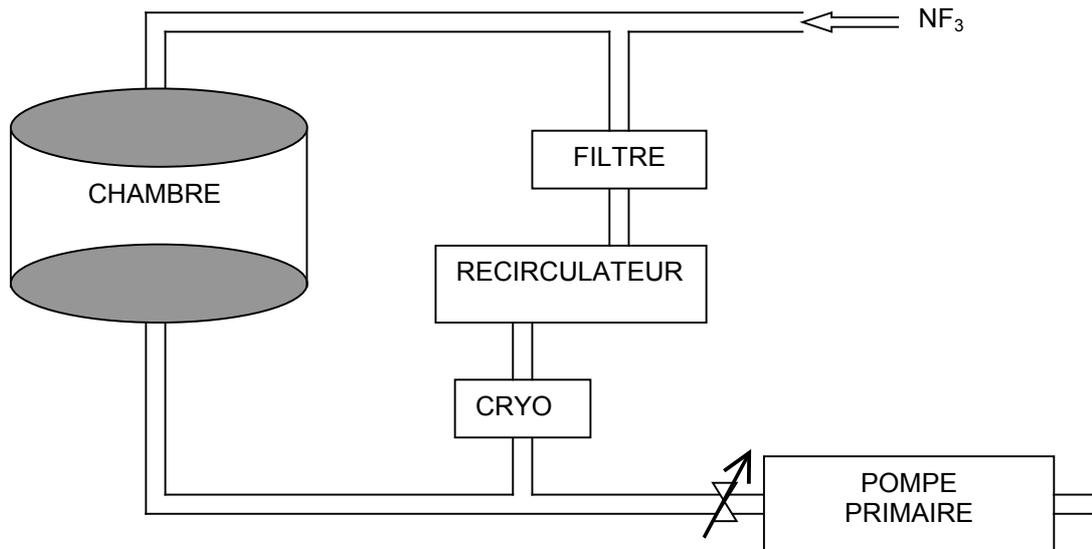


Figure 65: schéma du principe choisi pour le prototype

Le choix du recirculateur est délicat : il faut une solution capable de recirculer suffisamment de flux, la moins encombrante et la moins chère possible, et bien sûr disponible à ADIXEN.

La solution testée la moins encombrante est l'ATH 31. C'est une pompe turbo-moléculaire de petite taille (20 cm) capable de fonctionner à assez haute pression. Mais le flux qu'elle peut faire circuler n'excède pas quelques centaines de sccm.

La solution la plus performante en terme de flux est le Roots de l'ADS 1202 en vitesse variable, mais sa taille et son poids l'écartent de la liste des solutions viables. C'est dommage, car sa capacité de recirculation à quelques torr est énorme et sa mécanique simple le rend résistant à l'attaque du fluor.

Finalement on a utilisé la pompe A100. C'est une solution chère et encombrante, mais il a fallu arrêter un choix, ne serait-ce que pour aboutir à un prototype permettant de valider le principe, et éventuellement apporter ensuite des améliorations.

C1-3 Avec deux A100

Ayant choisi l'A100 comme recirculateur à part entière, il convient de déterminer sa capacité à recirculer un flux. Afin d'éviter toute confusion entre les deux pompes A100, on nommera A100pomp celle qui remplit le rôle habituel d'évacuation des gaz et de maintien à basse pression, et A100rec celle qui assure la recirculation.

Pour ne pas créer d'échauffement dans A100rec, ce qui favoriserait l'attaque chimique par le fluor, on a fait en sorte de comprimer les gaz le moins possible. A cette fin, un piquage est disposé sur A100rec, puis est connecté à son refoulement, comme représenté sur la Figure 66. Ainsi, l'équilibre de pression entre le refoulement et le piquage empêche la compression de se faire dans les étages supérieurs.

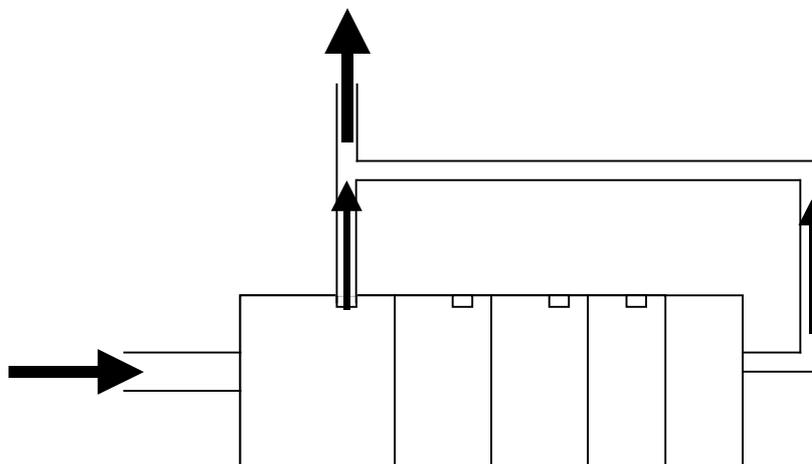


Figure 66: chemin du flux dans le cas de l'utilisation d'une A100 en recirculation : A100rec

C'est sur le premier étage qu'il est le plus intéressant, en termes de flux, de disposer un piquage, ainsi que le montrent les courbes de la Figure 67. La courbe nommée "sans piquage" concerne l'utilisation normale de la pompe, c'est à dire que le flux la traverse de l'aspiration au refoulement, sans aucune dérivation. 100 Hertz correspondent à 6000tour/min.

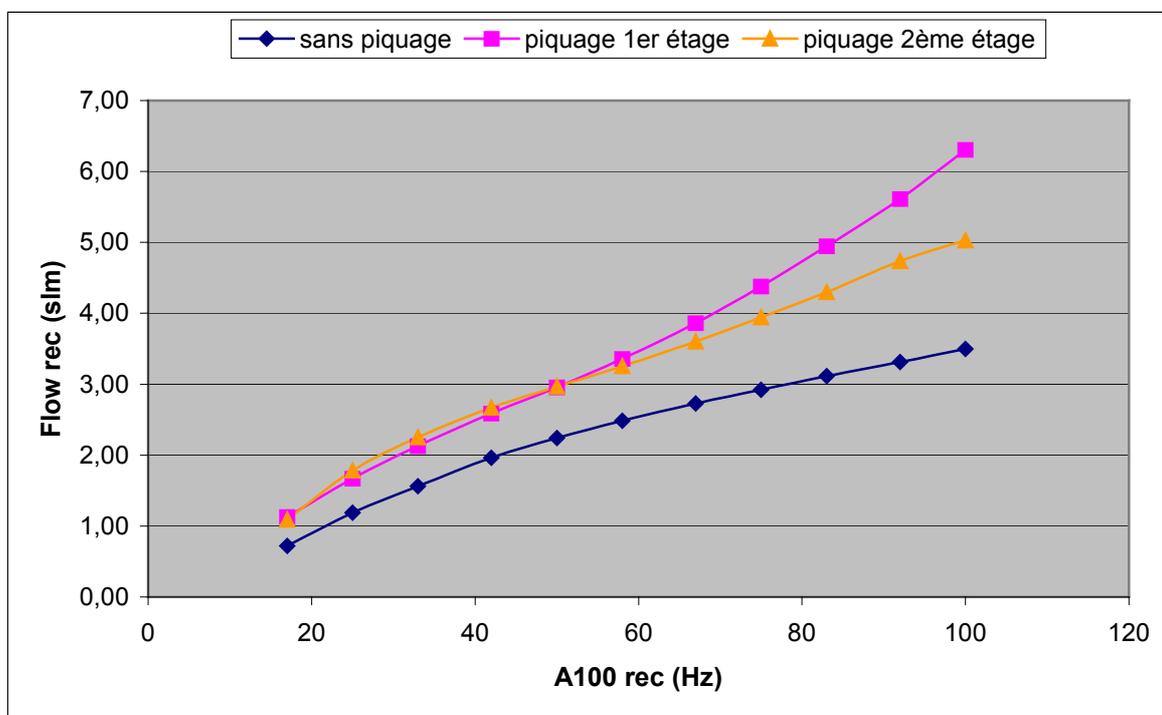


Figure 67 : flux recirculant en fonction de la vitesse de l'A100rec - comparaison entre trois configurations différentes autour de 3 Torr

On constate que le flux de recirculation par le premier dépasse 6 slm, ce qui est suffisant au regard des calculs ; mais cette expérience a été réalisée sans filtre et sans piège, éléments qui limitent forcément le flux en diminuant la conductance de la ligne de retour. Cette valeur de 6 slm sera fatalement revue à la baisse.

Le meilleur résultat est en fait obtenu en divisant par trois l'arrivée du flux sur A100rec, comme représenté en Figure 68.

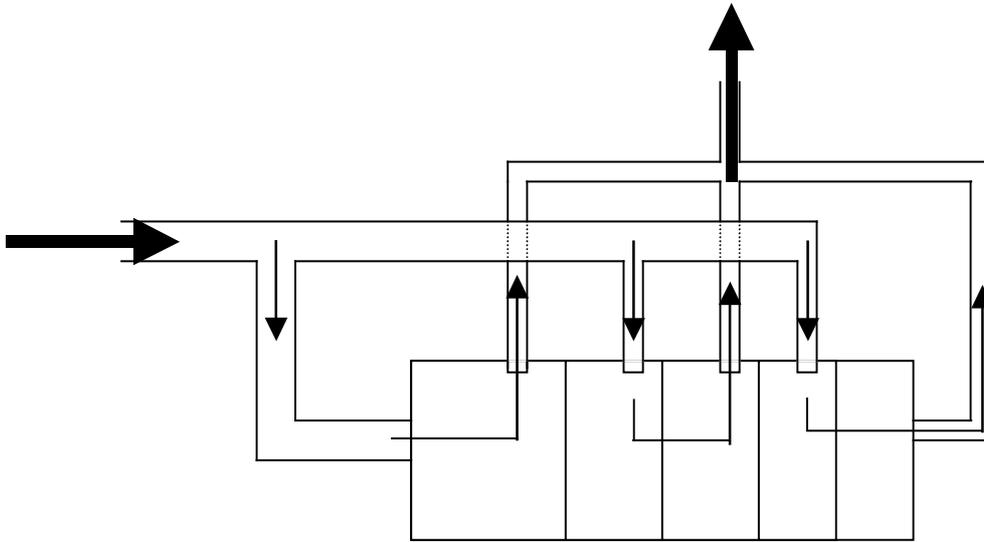


Figure 68: séparation du flux en trois branches sur A100rec

Mais le faible gain par rapport à la configuration du piquage unique sur le premier étage ne justifie pas toutes les modifications que ce montage impose.

Enfin il a fallu résoudre le problème des produits issus de la régénération du piège cryogénique.

L'idée la plus simple est d'utiliser A100pomp pendant la phase de dépôt d'oxyde, c'est à dire pendant que le système de recyclage est inactif. Ainsi A100pomp remplirait deux fonctions en parallèle, l'évacuation des gaz du procédé de dépôt et celle des gaz issus de la régénération du piège. Cependant cette solution présente un risque de perturbation du procédé, via la pression au refoulement de la pompe turbo : si la régénération du piège est irrégulière (sublimation de sous produits condensés) cela peut entraîner des perturbations de pression dans la chambre, ce qui n'est pas acceptable. On peut même envisager le scénario catastrophe d'une remontée dans la chambre d'espèces issues de la régénération.

Or, le fait d'utiliser une autre pompe primaire pour la recirculation permet d'éviter ces inconvénients et de régénérer le piège pendant le dépôt d'oxyde, et indépendamment du pompage de la chambre ; trois vannes sont pour cela nécessaires.

La Figure 69 montre les deux différents modes de fonctionnement du recyclage, le mode isolement qui permet la régénération du piège pendant le dépôt d'oxyde, et le mode recyclage qui fonctionne pendant le nettoyage de la chambre.

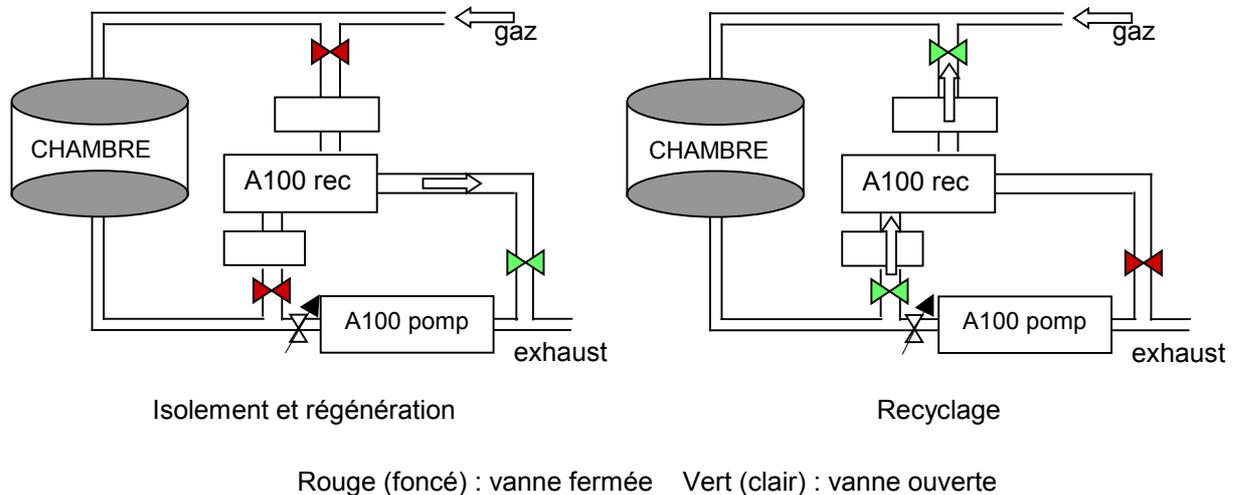


Figure 69 : les deux modes de fonctionnement du prototype

Ainsi, A100rec fonctionne comme une pompe lorsqu'elle est isolée du système client, au sens où elle comprime et évacue par son refoulement les gaz issus de la régénération, et comme un circulateur pendant le nettoyage, étape durant laquelle A100rec comprime très peu les gaz.

C2 - Le piégeage cryogénique

Le modèle théorique exposé précédemment a été construit en supposant que le piégeage est cryogénique, que les espèces piégées sont le tétrafluorure de silicium et l'acide fluorhydrique, et que les espèces non piégées sont le fluor, l'oxygène et l'azote moléculaires. On a aussi considéré l'avantage que constitue le placement du piège cryogénique avant la pompe A100rec, ainsi préservée grâce au froid de l'attaque chimique.

Les flux calculés par ce modèle valent, dans la ligne de recirculation et avant le piégeage, un flux de SiF_4 de 138 sccm, et un flux de HF de 109 sccm, pour un flux total de 3538 sccm. La pression partielle de ces deux espèces vaudra donc la pression totale - prenons encore 3 torr pour l'exemple numérique - multipliée par le rapport des flux au flux total. Le résultat est de 117 mtorr pour le SiF_4 et 92 mtorr pour HF. Le Tableau 17 rend compte des flux massiques horaires et des proportions de gaz dans la boucle de recirculation, pour 10 nettoyages de chambre LP-CVD par heure, et dans le cas pessimiste où il y aurait aussi un peu d'eau. Les éléments écrits en rouge doivent être condensés.

On souhaite que les flux de SiF_4 , HF ou H_2O disparaissent du flux total. SiF_4 est le plus difficile à piéger. Si on estime qu'une pression partielle en SiF_4 de 1 mtorr est suffisamment basse pour que

le piégeage soit considéré comme satisfaisant, et si on se réfère au graphe des pressions de vapeur saturante (cf Figure 55), on en déduit que le piège doit avoir une température de 100°K.

	Nom	Débit (gramme/h)	Concentration (% vol)
Constituant 1	Eau	7	3
Constituant 2	Oxygène	60	15
Constituant 3	Acide fluoridrique	7	3
Constituant 4	Tetrafluorure de Silicium	50	4
Constituant 5	Fluor moléculaire	195	45
Constituant 6	Azote	100	30

Tableau 17 : débit massique horaire et concentrations des gaz passant par le piège

Puissance de froid nécessaire pour faire passer le flux recirculant de la température ambiante à celle de 100°K :

- 3538 sccm correspondent à 59 scc par seconde
- 59 scc, c'est 59 cm³ à pression atmosphérique et température ambiante, cela correspond donc, selon la formule des gaz parfaits, à $n = 101300 \cdot 59 \cdot 10^{-6} / (300R)$ moles.
- considérant que le refroidissement est isochore (les canalisations ne bougent pas), l'énergie que doivent perdre ces 59 scc vaut $Q = nC_v \Delta T$
- considérant que le gaz est composé par plusieurs gaz tous diatomiques (ce qui est presque vrai), on a $C_v = 5R/2$
- alors la puissance de froid Pf nécessaire pour refroidir 59 scc / sec vaut :
 $Pf = 101300 \cdot 59 \cdot 10^{-6} / (300R) \cdot 5R/2 \cdot (300-100) = 10 \text{ Watt}$

Un test a été réalisé avec une pompe cryogénique dont la puissance de froid à 100°K vaut 14 Watt ; mais avec un tel flux (3.5 slm) et à cette pression, ce piège est incapable d'atteindre 100°K. De plus, la tête froide n'offre pas une surface d'échange suffisamment importante pour que toutes les molécules de SiF₄ ou de HF entrent à coup sûr en contact avec elle.

Le section suivante présente en détails le piège cryogénique qui a été choisi ; fonctionnant avec de l'azote liquide, sa puissance de froid et sa surface d'échange sont beaucoup plus grandes.

L'efficacité du piégeage à azote liquide a été testé avec un RGA. Le RGA est connecté à l'enceinte tenant lieu de chambre de procédés ; le flux injecté dans le système est composé d'argon et de SF₆ :

- l'argon représente le fluor F₂, car il a quasiment la même courbe de pression de vapeur saturante que ce gaz trop dangereux pour être utilisé dans cette expérience
- Le SF₆ joue le rôle du SiF₄, bien que le SF₆ soit plus difficile à condenser puisque sa courbe est au-dessus de celle du SiF₄ pour les pression partielles inférieures à 1 torr (cf Figure 55), ce qui est le cas (on régule toujours à 3 torr et il n'y a dans cette expérience qu'un septième de SF₆, soit une pression partielle de 400 mtorr).

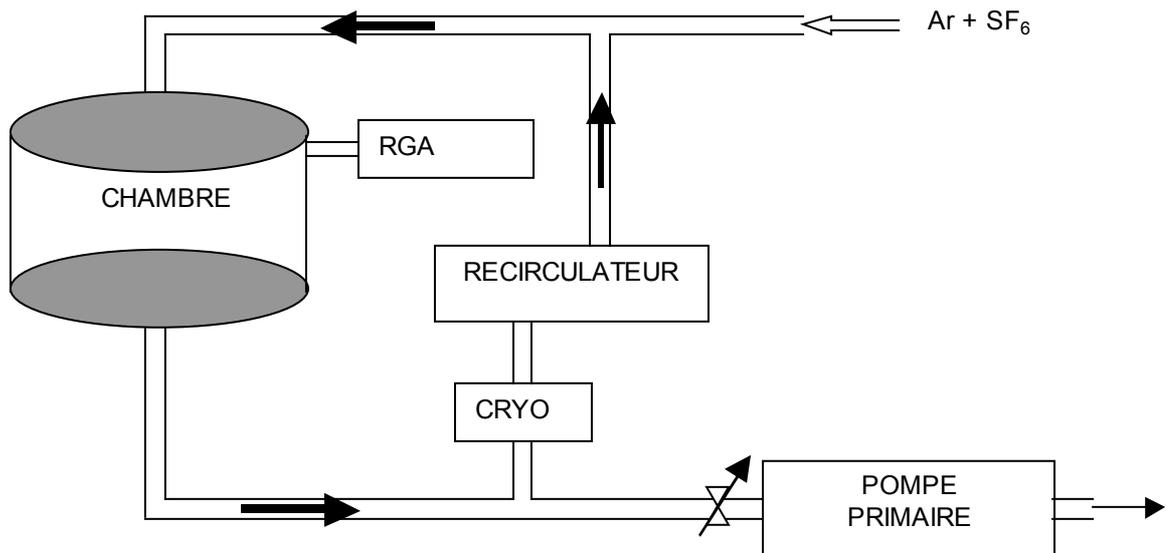


Figure 70 : Mesure des concentrations d'espèces avec piégeage cryogénique

Le but de cette expérience est de montrer qu'il est possible d'obtenir les mêmes concentrations d'espèces A et B dans l'enceinte, qu'il y ait ou non recirculation et piégeage, et cela malgré la diminution de l'injection de l'espèce non piégée quand on recircule.

La démarche est la suivante : on établit d'abord deux références pour la mesure par RGA, en l'absence de recirculation et piégeage :

- à 1500 sccm d'argon et 250 sccm de SF₆ injectés (référence 1)
- à 500 sccm d'argon et 250 sccm de SF₆ injectés (référence 2)

Puis le système de recyclage est mis en route, avec l'injection réduite de la référence 2. La valeur du flux recirculant, déterminée par le modèle, est telle que les concentrations d'espèces dans la chambre doivent égaler celles obtenue dans le cas standard, c'est à dire la référence 1.

La Figure 71 montre les concentrations d'argon et de SF₆ pour les deux références puis pour la recirculation et piégeage.

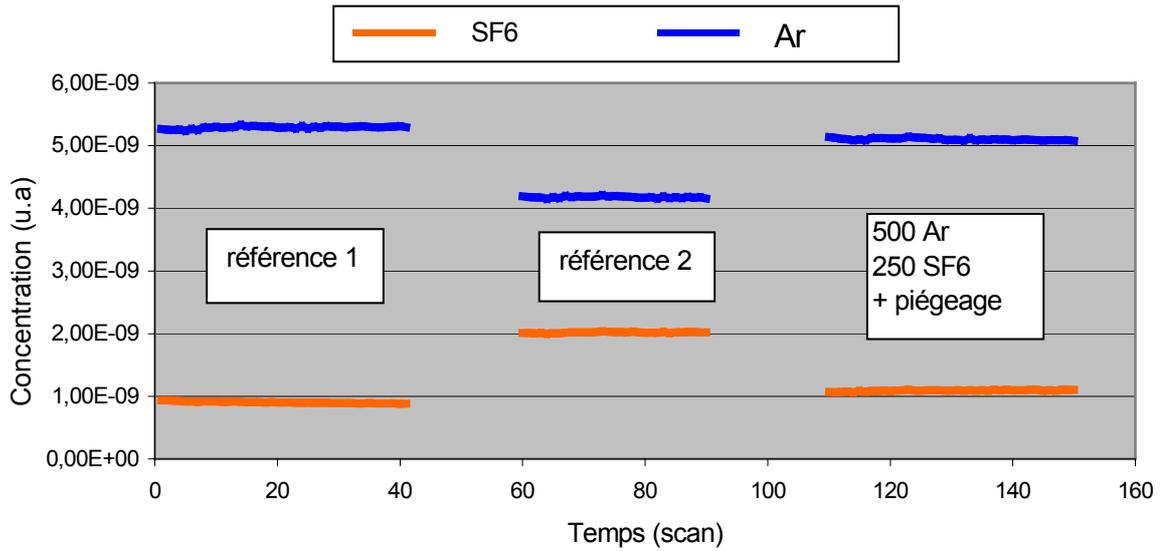


Figure 71: Démonstration de l'efficacité du piégeage cryogénique

Ce résultat est important et positif. En effet, la différence entre la référence 1 et le résultat en recirculation et piégeage est faible. Ainsi, en injectant 3 fois moins d'Argon, mais en établissant le flux de recirculation adéquat, on obtient grâce au piégeage les mêmes concentrations d'espèces qu'avec une injection 3 fois supérieure sans recyclage.

Cela prouve l'efficacité du piège à azote liquide – d'autant plus que le SF₆ est plus difficile à piéger que le SiF₄ – et valide le modèle théorique.

D Réalisation du prototype

Ayant choisi les principes techniques du recyclage, l'étape suivante est la réalisation d'un prototype capable de fonctionner sur une machine de dépôt cliente. Les éléments du système ont été intégrés dans une "black box", conçue à l'origine pour la régulation de pression et le traitement des gaz, et destinée à être utilisée en salle blanche. La réalisation du prototype a été effectuée avec le concours d'un élève-ingénieur stagiaire, qui a notamment entièrement automatisé le système.

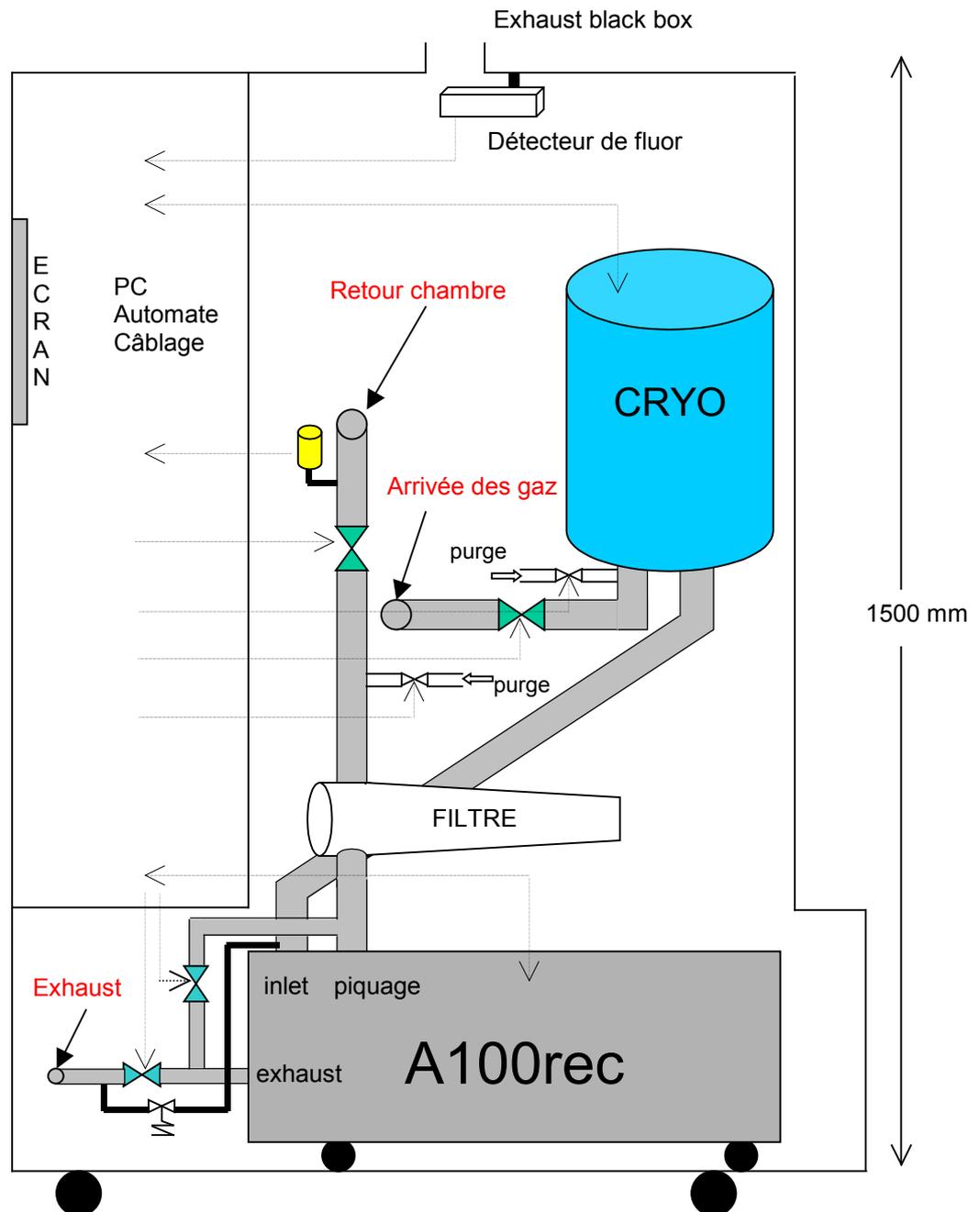


Figure 72 : le prototype vu de côté

D1 - Fonctionnement du prototype

D1-1 Calibrage des canalisations et de la pompe A100rec

On a vu que le système de recyclage du fluor doit être relié au système client de dépôt en trois endroits (en rouge sur la Figure 72) :

- le refoulement de l' A100rec communique avec la ligne d'évacuation générale destinée au scrubber,
- l'arrivée des flux est reliée à la canalisation entre la chambre et le pompage primaire, où se fait la séparation des flux pendant le nettoyage,
- le retour à la chambre est connecté au RPS pour que le flux recirculant y soit craqué.

Les trois canalisations assurant la connexion entre le prototype et le système client sont représentées sur la Figure 73 et notée 1,2 et 3.

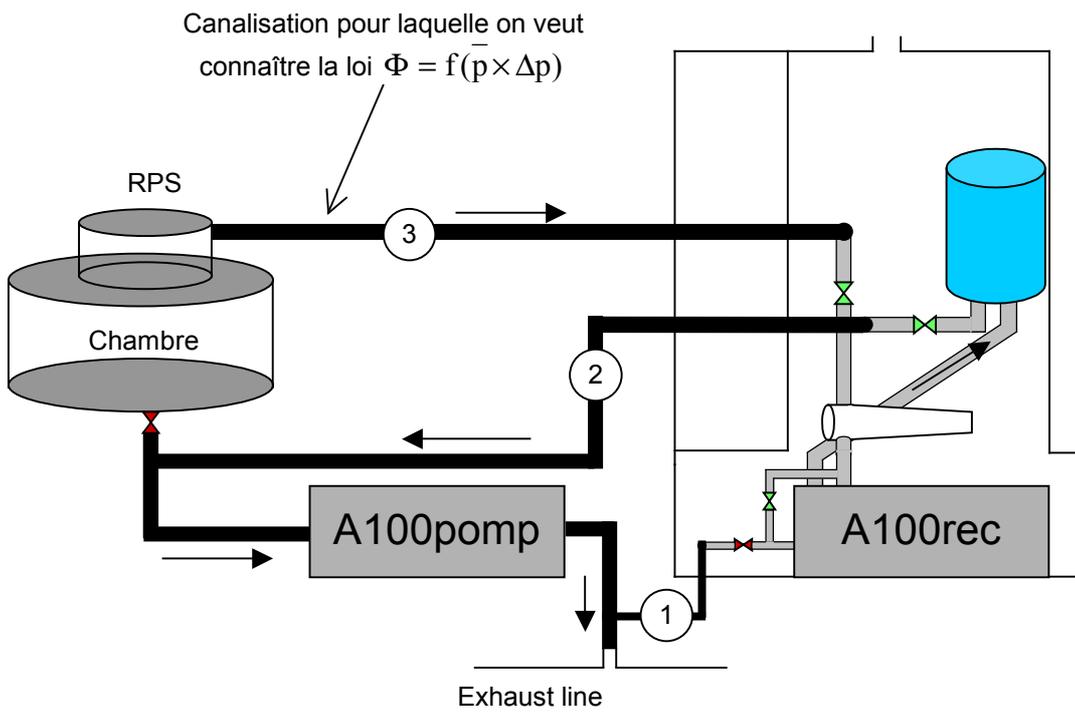


Figure 73: fonctionnement du système pour l'apprentissage de la canalisation

La canalisation 3 fait l'objet de l'étalonnage expliqué en B2 -. Il faut pour cela que l'équipement client soit à l'arrêt pendant quelques minutes. L'opérateur injecte un gaz dans le RPS, ferme la vanne de la chambre de procédé, et fait fonctionner la pompe A100rec en sens inverse (les flèches de la Figure 73 représentent le sens du flux). La pompe évacue alors par son aspiration un flux connu et elle le rejette dans la canalisation 2 entre la chambre et le pompage primaire, la vanne de la canalisation 1 étant fermée. Grâce à la jauge présente sur la chambre et à celle présente dans le

prototype (représentée en Figure 72), on a accès à la pression aux deux extrémités de la canalisation 3. Comme le flux est connu, on en déduit la loi $\theta = f(\bar{p} \times \Delta p)$. Cette étape est gérée automatiquement, via l'écran d'interface utilisateur.

Une fois que la canalisation 3 de retour à la chambre est étalonnée, il faut établir l'aptitude de A100rec à recirculer des gaz, en fonction de sa vitesse, afin de contrôler le flux de recirculation. On procède de la façon suivante :

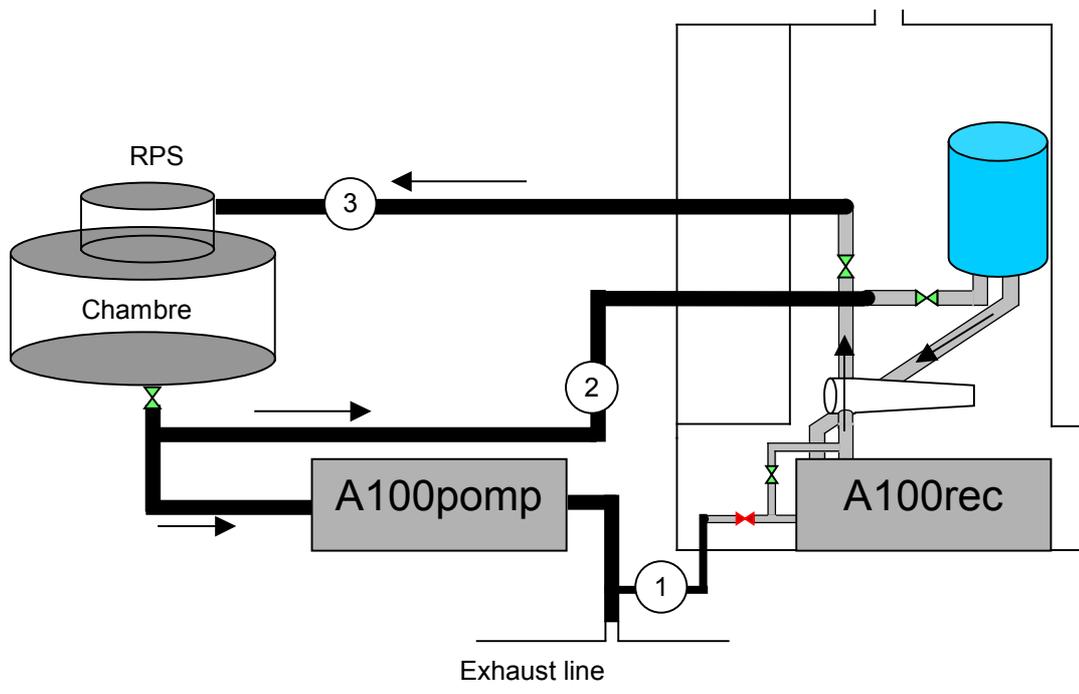


Figure 74 : fonctionnement du système pour l'apprentissage de A100rec

La vanne de la canalisation 1 est toujours fermée. Le flux dépend de la conductance des canalisations 2 et 3 reliant le prototype à la chambre. Il dépend également des pressions exigées par les recettes : plus la pression dans le système est haute, et plus il est facile de recycler un flux, comme le montre le graphe de la Figure 75.

Comme on peut le voir sur ce graphique, la capacité de recirculation à 3 torr exigée pour le nettoyage des chambres de LP-CVD est assurée par une fréquence de 50 Hz environ (soit 3000 tour/min). Pour la deuxième phase du nettoyage, à 1.8 Torr, une fréquence de 60 Hz est nécessaire pour faire recirculer les 1620 scm donnés par le modèle.

La partie logicielle est en mesure d'enregistrer les points de la fonction $\theta = f(\bar{p} \times \Delta p)$ et d'en déduire les interpolations linéaires, puis d'enregistrer les courbes de flux en fonction de la vitesse de A100rec pour les différentes pressions de l'étape de nettoyage.

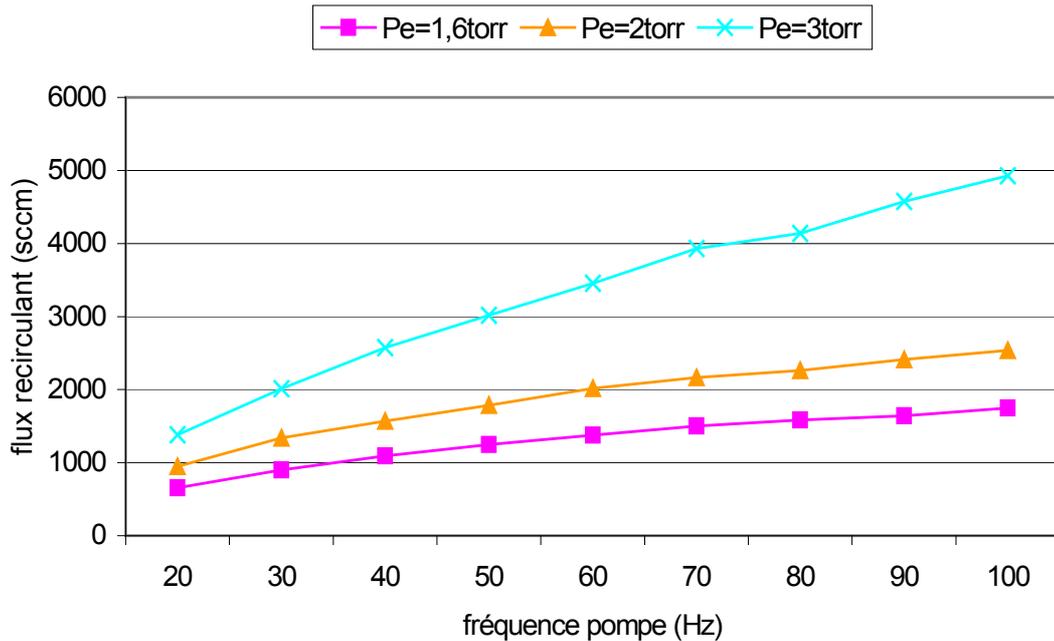


Figure 75 : flux recirculant en fonction de la fréquence A100rec pour différentes pressions chambre

Cet apprentissage dure environ 15 minutes et est fait une fois pour toutes après l'installation du prototype.

D1-2 Le nettoyage

C'est l'étape clé. La configuration est celle de l'apprentissage de A100rec, présentée en Figure 74. Le flux sortant de la chambre est partiellement redirigé dans le RPS, après piégeage d'une partie de ses composants, et filtrage.

La quantité de flux recirculant nécessaire est obtenue grâce à l'apprentissage de la pompe. La connaissance de la conductance de la canalisation donne la mesure du flux pendant le nettoyage, ce qui permet de le réguler avec correcteur PI en jouant sur la vitesse de A100rec.

D1-3 Régénération et isolement

Quand le nettoyage est terminé, il faut profiter du temps disponible pendant la phase de dépôt pour régénérer le piège cryogénique. Pendant cette étape, le prototype ne doit avoir aucun effet sur les phénomènes ayant lieu dans l'équipement client. On l'isole donc complètement en fermant les vannes, sauf celle qui permet d'évacuer les produits de la régénération et la purge qui les accompagne (celle de la canalisation 1). Dans ce mode de fonctionnement, A100rec se comporte comme une pompe normale à ceci près que une partie de l'aspiration est effectuée par le piquage du premier étage, qui reçoit la purge injectée dans le filtre. La Figure 76 résume cette description.

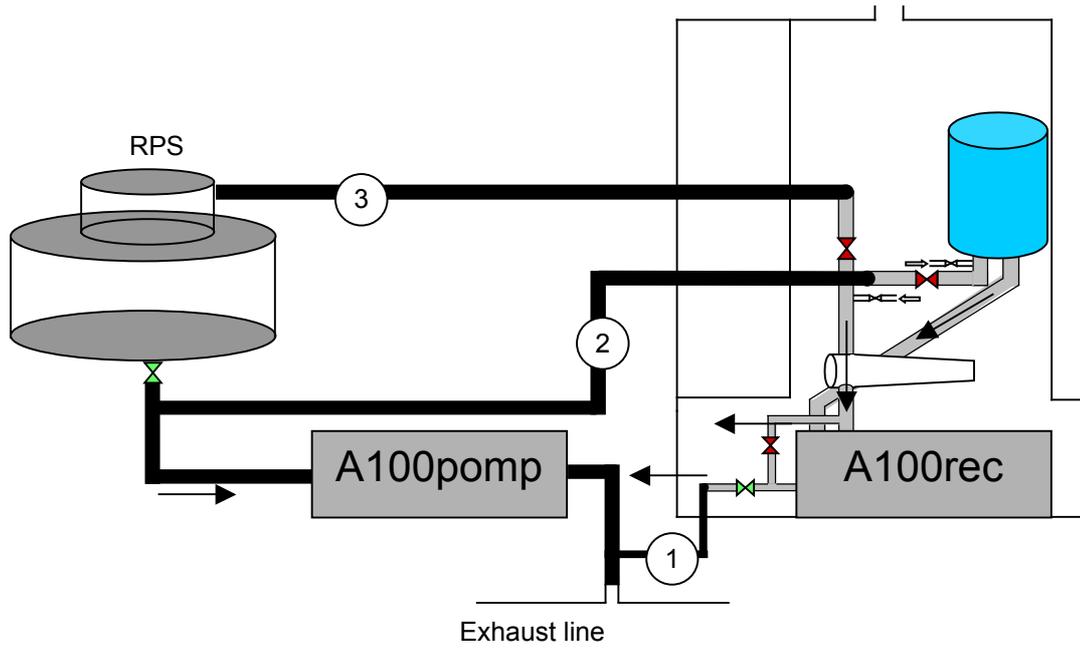


Figure 76 : fonctionnement du système pour la régénération et l'isolation

D2 - Choix du matériel

D2-1 Description et autonomie du piège cryogénique

Le piège cryogénique à azote liquide a été réalisé par une société sous-traitante pour Air Liquide. On a demandé une solution à grande conductance, pour ne pas limiter le flux, et malgré cela un bon échange entre gaz et surface froide. La solution doit, lors de chaque nettoyage, condenser 6 grammes environ de SiF_4 et HF. Si la surface de piégeage est suffisamment grande, cette faible quantité se répartira sous forme d'une buée ; on évite ainsi que ces produits ne coulent jusqu'à l'extérieur du piège.

La surface à 77K du piège cryogénique valant 2000 cm^2 , la répartition massique de produit piégé vaut 3 mg.cm^{-2} , ce qui semble peu propice à l'écoulement. Si on estime la masse volumique du SiF_4 égale à celle de l'eau [50], alors un volume de 3 mm^3 est déposé sur 1 cm^2 , soit une hauteur équivalente de liquide de $30 \text{ }\mu\text{m}$ sur la paroi froide : on peut parler de buée.

Le piège est représenté en Figure 77. Les parties en contact avec le fluor sont en inox 316L. Une sonde de température est installée, ainsi qu'une résistance chauffante pour régénérer le piège. Malheureusement, la résistance trempe dans l'azote liquide pour l'évaporer, alors qu'il aurait mieux valu que la puissance de chauffe soit intégrée à la surface piégeante, pour une régénération plus réactive. Cela dit, un bon flux de purge à 300K devrait apporter suffisamment d'énergie pour évaporer les quelques dizaines de μm de SiF_4 condensés. Des tests devront être menés sur site client afin de s'en assurer.

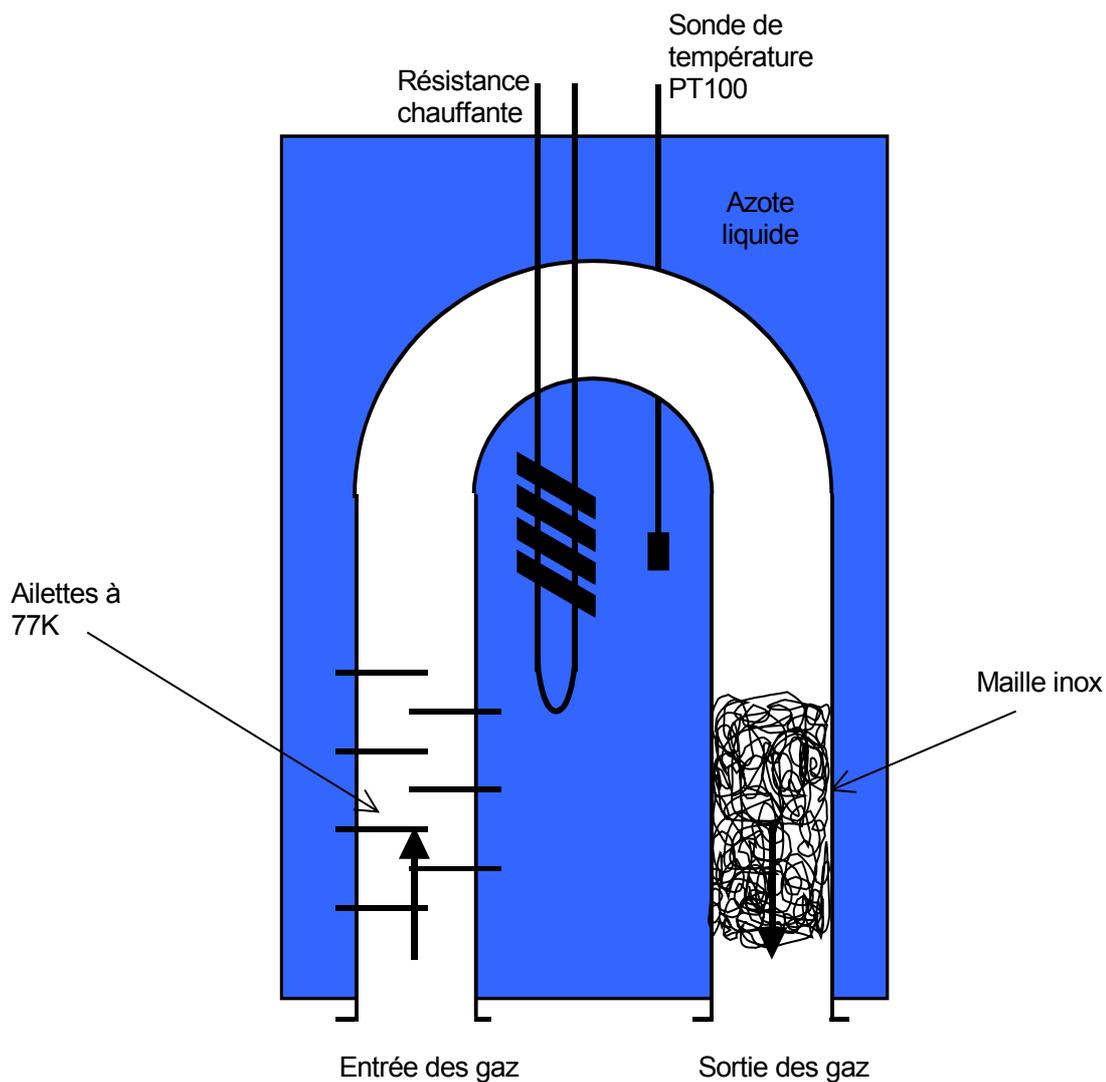


Figure 77 : schéma du piège cryogénique

Enfin on s'est occupé de l'isolation du piège. Un support a été fabriqué, support qui n'entre en contact qu'avec la matière isolante qui entoure le piège. La durée de froid, à 3 torr et avec 3 slm de flux, est représentée sur la Figure 78.

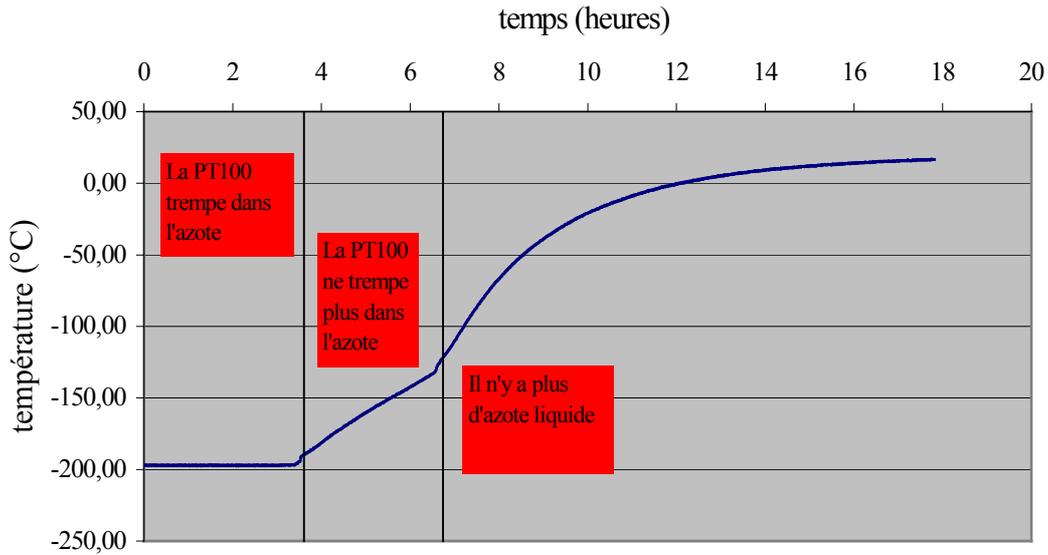


Figure 78 : Remontée en température du piège cryogénique pour 3 torr et 3 slm

Cette expérience montre que l'azote liquide reste dans le piège pendant plus de six heures, après quoi il est entièrement évaporé.

D2-2 Filtre à particules

Trouver le bon filtre à particules n'a pas été immédiat. En effet, les filtres pour gaz de l'industrie du semi-conducteur fonctionnent avec des gradients de pression importants, en sortie des bouteilles de gaz comprimés par exemple. Dans le cas du recyclage, c'est l'inverse qui est recherché. La solution retenue est un filtre PALL, prévu pour d'importants flux de liquides corrosifs.

La conductance de ce filtre est grande ; son seuil de filtration, le plus important de cette gamme de produits, vaut $1\mu\text{m}$ dans les liquides, ce qui correspond à 50 nm pour les gaz, du fait des mouvements browniens des particules dans un gaz. Sa conductance est estimée à $20\text{ l}\cdot\text{sec}^{-1}$ pour une pression de 3 torr.

Le corps du filtre est en inox 316L et la cartouche (le filtre lui même) représente une surface de 4 m^2 en téflon. Comme ce type d'équipement n'est pas prévu pour l'industrie du semi-conducteur, les raccords ne correspondent pas à ses normes ; il a fallu faire usiner sur le corps de filtre des embouts spécifiques pour pouvoir le raccorder aux canalisations.

D2-3 Canalisations et sécurité

La réalisation du prototype a nécessité la fabrication sur mesure d'une dizaine de pièces de canalisations et raccords, comme celle du corps de filtre, toutes en inox 316L.

Les joints ont aussi été réalisés sur mesure, au sein d'ADIXEN, car il n'existait pas de solution pour toutes les dimensions présentes dans le prototype. On a fait modifier des supports de joints standards, afin de pouvoir placer entre le support de joint et le joint une barrière en PTFE, fabriquée spécialement pour ce prototype. De même, il a fallu modifier légèrement la canalisation d'arrivée sur l'aspiration de la pompe pour placer une barrière PTFE.

Une soupape de sécurité a été placée entre le piège et la ligne d'évacuation (en noir en bas à gauche sur la Figure 72) dans le cas où le piège isolé ne serait accidentellement pas régénéré, et où une montée en température occasionnant l'évaporation des espèces piégées aurait lieu.

Les petites vannes qui contrôlent l'injection d'une purge lors de la régénération ne sont pas résistantes au fluor, contrairement aux vannes qui contrôlent le sens du flux selon les étapes. Des clapets anti-retour (ne figurant pas sur le schéma) isolent les deux petites vannes de l'atmosphère fluorée à laquelle elles auraient été soumises pendant l'étape de recirculation. Ces clapets anti-retour sont résistants au fluor ; ils proviennent d'un groupe de pompage primaire, l'ADS série 2.

Enfin, un détecteur de fluor (en haut sur la Figure 72), assure la détection de toute fuite accidentelle du système de recyclage. Il est placé dans le flux d'aspiration générale de la black box.

E Compétition et avenir

E1 - Brevets

L'écriture d'un brevet sur le recyclage du fluor a été démarrée fin 2002, bien avant que le prototype n'ait été mis au point. Le but était de présenter les idées générales, une recherche d'articles scientifiques et de brevets écrits sur le sujet n'ayant rien donné d'intéressant.

Par la suite on a découvert, grâce entre autres à un logiciel performant de recherche de brevets, que le sujet est en fait très concurrentiel. La majeure partie de ce qui avait d'abord été écrit dans le brevet devenait caduque, car AMAT a déposé son propre brevet, ressemblant à celui d'ADIXEN, quelques mois auparavant.

Au cours de l'année 2003, d'autres brevets ont été déposés par d'autres entreprises, comme par exemple le Fluorine Study Center, mis en place par un consortium de neuf entreprises japonaises liées étroitement ou faisant partie de l'industrie du semi-conducteur, et dont le but est justement de trouver une solution pour recycler le fluor.

Plutôt que d'abandonner la procédure, on a réécrit un nouveau brevet, qui propose une amélioration à la solution proposée par la concurrence. Cette amélioration repose sur les quatre points suivants :

- une configuration de pompe particulière qui permet de faire circuler un flux de l'ordre de 4 slm tout en maintenant en tout point une pression avantageusement inférieure à 20 torr environ
- un jeu de vannes permettant d'isoler la pompe de recyclage pendant qu'il n'y a pas de nettoyage, et de se servir de la pompe pour régénérer le piège
- un calcul de la concentration d'espèces nettoyantes
- un contrôle de la concentration d'espèces nettoyantes par vitesse variable de la pompe dédiée à la recirculation.

Ce brevet, qui met l'accent sur la solution de vide, a été déposé sous le titre « Dispositif pour la génération et la commande du flux d'agents de nettoyage dans une chambre de procédés / contrôle de la concentration d'agents de nettoyage dans une chambre de procédés » (Johann Parrochon, Jean-Pierre Desbiolles).

E2 - Perspectives

Recycler le fluor intéresse particulièrement les fabricants de CI qui utilisent la technologie *Remote NF₃ Chamber Clean*.

E2-1 Préoccupations des fabricants vis-à-vis du système

Des clients auxquels ADIXEN a proposé un partenariat pour tester le prototype sur équipement réel ont répondu par une série de questions. Ces questions révèlent leurs préoccupations concernant l'apport de ce nouveau matériel dans leurs unités de fabrication :

- Quels types de gaz sortiront du RPS? Quelle est la concentration en F₂? Y a-t-il des impuretés?

La réponse est donnée par le modèle théorique. Concernant les impuretés, le filtre est sensé les arrêter.

- Quel type d'analyse effectuez-vous dans le RPS?

Il a fallu être clair sur le fait qu'aucun test sur équipement client n'avait été réalisé, mais que les analyses à venir devaient être déterminées avec le partenaire, mieux placé pour ce sujet là.

- Temps de clean : votre présentation parle d'un clean plus long. Ce n'est pas envisageable! Le temps de clean doit être le même ou inférieur.

Sur ce point là, il serait effectivement difficile d'être plus rapide qu'un nettoyage normal, à moins peut-être d'augmenter le flux d'atomes de fluor. Mais si on fixe comme valeur de référence le flux d'atomes du nettoyage standard, alors la concentration (qui n'est pas le flux) est forcément plus faible, à cause de la dilution par N₂ et O₂ qui ne sont pas piégés.

- Que faire avec les produits de réaction accumulés sur le piège? Doit-on le nettoyer régulièrement?

La solution que propose ADIXEN permet un nettoyage du piège régulier, fréquent et en temps masqué.

- Quel est son coût?

Il est estimé à 40k\$. Sur une machine HDP-CVD, l'économie réalisée sur un an serait de 50k\$ si le système est réglé pour économiser 70% de NF₃, sans parler des avantages en termes environnementaux.

E2-2 Améliorations

Les tests sur équipement client n'ont pas encore été réalisés. Il sera possible d'en tirer parti pour améliorer le système tel qu'il est présenté dans le brevet, pour plus de sécurité et de performance.

Il est ainsi souhaitable d'injecter une petite purge d'argon dans la pompe de recyclage A100_{rec} afin de protéger le moteur, au niveau du passage de l'arbre. Etant donné les irrégularités de pression au cours d'un cycle dépôt et nettoyage, on peut craindre qu'un peu de fluor passe dans la partie moteur de la pompe et la dégrade, ou même dans le pire des cas que des traces d'huile du moteur remontent dans la chambre de procédés. Une purge de quelques dizaines de sccm d'argon serait utile à cet égard, sachant que de l'argon est injecté dans le RPS pour entretenir le plasma.

On pourra aussi tester l'impact du SiF₄ sur le nettoyage. Il semble logique de le stopper dans la boucle de recirculation ; cependant il n'est pas sûr que sa réinjection dans le RPS diminuerait de beaucoup l'efficacité du nettoyage. Il est concevable qu'en passant par le RPS, le SiF₄ soit dissocié par le plasma, puis qu'il se reforme tout de suite en sortie de chambre. Cela n'affecterait pas le flux d'atomes de fluor issu des molécules de F₂. Si le retour de SiF₄ n'est pas gênant, cela dispenserait le système de recyclage du piégeage cryogénique, et réduirait son coût et son encombrement.

Le recyclage du fluor a été envisagé pour d'autres cas que celui du nettoyage de chambre de dépôt. Mais ce système de recyclage a été conçu pour un procédé grossier, et ne peut fonctionner qu'à des pressions assez hautes. Cela exclu tous les procédés de gravure fine, pour lesquelles une récupération des espèces chimiques n'ayant pas servi, serait envisageable. Il existe cependant d'autres nettoyages que le *Remote NF₃ Chamber Clean*, utilisant aussi le NF₃, et pour lesquels le principe peut être appliqué.

Enfin, la dernière technologie développée par les entreprises Fluorine On Call et British Oxygen Corporation permet de générer directement par électrolyse du F₂ à côté de la machine de dépôt. Adapté à cette application, le système de recyclage du fluor fonctionnerait au mieux : il n'y aurait plus l'azote issu du NF₃ pour diluer le fluor.

F Conclusion

Le projet de recyclage du fluor pour l'étape de nettoyage au NF₃ des chambres de dépôt d'oxyde de silicium a abouti à la réalisation d'un prototype automatisé et à même de fonctionner en salle blanche.

Le système permet de réutiliser le fluor n'ayant pas servi au nettoyage des parois de la chambre de procédés, et pour cela il extrait une partie des gaz en sortie de chambre et la réinjecte dans le *Remote Plasma Source*, après avoir piégé les sous-produits de réaction et filtré le flux gazeux.

La quantité de flux réinjecté est contrôlée par la vitesse de rotation de la pompe primaire du système de recyclage. Celle-ci est modifiée de façon à créer un flux de recyclage important, mais sans avoir besoin d'élever la pression dans le système de recyclage à plus de quelques torr. La valeur du flux de recyclage est calculée selon un modèle théorique qui prend appui sur des données expérimentales provenant d'équipements clients.

Un jeu de vannes commandées en automatique permet de configurer le système de recyclage selon que l'équipement client est en phase de dépôt ou de nettoyage. Pendant le dépôt, le système est isolé de l'équipement client, et il s'auto-régénère grâce à sa pompe primaire, qui dans cette configuration évacue les sous-produits du nettoyage piégés pendant le recyclage.

Cette conception du recyclage du fluor a fait l'objet d'un dépôt de brevet.

CONCLUSION GENERALE

A la fin des années 90, les fabricants de pompes à vide, et les équipementiers en général, se sont intéressés de plus près aux préoccupations de leurs clients de l'industrie de la microélectronique. Tout en continuant à développer ses produits pour les rendre plus fiables et plus performants, ADIXEN s'est ouvert à de nouvelles applications, à de nouvelles façons d'utiliser ses propres produits, dans le but de proposer à ses clients des solutions inédites pour améliorer leur productivité.

Ainsi en est-il de la régulation de pression par vitesse variable de pompe, dont le but est de remplacer les vannes de régulation. La vitesse variable a été explorée dans un précédent travail de thèse mené entre 1999 et 2002 ; il concernait une étape particulière dans la fabrication d'un circuit intégré, et a abouti à l'industrialisation d'un produit. L'idée est ensuite venue d'adapter ce produit à toutes les recettes et tous les équipements, et cette idée est à l'origine du travail présenté dans ce rapport.

L'étude réalisée se distingue donc de la précédente par son caractère exhaustif. Il s'agit là d'anticiper le plus de situations clientes possibles pour lesquelles peut s'appliquer la vitesse variable. Cela implique d'élargir tout en l'affinant la connaissance que l'on a du comportement dynamique de la pression, afin d'en construire la régulation robuste et performante (correcteur – planification de trajectoire – inversion dynamique).

On a dans un premier temps cherché une méthode pour identifier de façon automatique le comportement dynamique de la pression. A cette fin, un banc de test a été construit, qui reproduit les conditions d'un équipement client. Les variables d'actions qui agissent directement sur la pression sont la vitesse de rotation de la pompe, et le flux injecté. Ces deux commandes du système sont appliquées sous la forme de Séquences Binaires Aléatoires, et le traitement du signal de réponse en pression est assuré par le logiciel Matlab, qui effectue une identification selon le modèle de Box-Jenkins. La réponse à l'échelon expérimental est utilisée comme complément et pour valider les modèles obtenus. La structure choisie pour les modèles dynamiques est un second ordre retardé.

Dans un second temps, on a étudié la dynamique de la pression dans l'espace paramétrique associé à l'équipement. Cet espace paramétrique est construit à partir des variables et des

paramètres géométriques ayant une influence connue sur la valeur en statique de la pression, mais dont on ignore l'effet sur le comportement dynamique.

Six variables et paramètres ont été retenus pour construire le modèle global de la dynamique de la pression : la vitesse de la pompe primaire, le flux injecté dans l'enceinte, le flux de dégradation de la pompe primaire, la longueur de la canalisation, sa section, et le volume de l'enceinte. Le modèle global est composé de deux parties : une partie concerne le pompage primaire uniquement, l'autre concerne le pompage secondaire et s'appuie sur la connaissance du pompage primaire. On a ainsi pu prendre en compte certains facteurs géométriques qu'il aurait techniquement été impossible d'étudier directement dans le cas du pompage secondaire.

La Méthode des Plans d'Expériences a été largement mise à contribution pour réaliser ces modèles, étant donné le nombre important de variables à étudier, et le temps nécessaire pour faire une identification, ne serait-ce que celui de mise à l'équilibre du banc de test.

Finalement, on a établi une procédure d'adaptation du modèle global à tout type d'équipement client, ce qui correspond à la volonté d'ADIXEN d'étendre la régulation de pression par vitesse variable à des procédés autres que celui de gravure aluminium. Ainsi, les futures installations du système chez des clients pourront bénéficier des solutions de régulation plus performantes, prenant appui sur les modèles construits ; l'étape suivante concerne donc la construction du système d'asservissement lié aux modèles.

Le second sujet abordé au cours de cette thèse concerne le recyclage des gaz fluorés utilisés pour le nettoyage des chambres de dépôt d'oxyde de silicium. La vitesse variable est là aussi utilisée, non plus pour réguler la pression, mais pour réguler la quantité d'effluents gazeux.

La partie concernant le recyclage du fluor s'inscrit dans un contexte concurrentiel : plusieurs brevets ont été déposés par différentes entreprises au cours des trois dernières années. ADIXEN possède aujourd'hui un brevet qui se différencie des autres car la solution de recirculation des gaz qu'il propose n'induit pas de forte augmentation de pression, contrairement aux solutions concurrentes. Or le maintien du système à basse pression garantit la sécurité vis-à-vis du danger que représentent les gaz fluorés produits au cours des réactions de nettoyage.

De plus, la pompe dédiée à la recirculation permet d'évacuer les sous-produits de réaction indésirables qui ont été piégés par le froid pendant le nettoyage de la chambre. Cette étape de régénération peut avoir lieu en "temps masqué", pendant que se fait le dépôt, car elle n'aura aucune influence sur ce procédé.

Afin d'approcher au mieux les caractéristiques physico-chimiques d'un nettoyage standard, c'est à dire sans système de recyclage associé, on a conçu un modèle mathématique dont le résultat est le flux de recirculation nécessaire pour garantir un flux d'atomes de fluor identique à celui mesuré

pour un nettoyage standard. Ce flux de recirculation est contrôlé par vitesse variable de la pompe de recirculation.

Le prototype est prêt à être testé sur équipement client et ces tests en conditions réelles de procédés permettront de valider la viabilité du système, ainsi que le modèle mathématique de calcul du flux d'atomes de fluor. En outre, il sera possible de savoir si la réinjection des sous-produits du nettoyage est interdite ; si ce n'est pas le cas, le piégeage cryogénique deviendrait inutile, ce qui permettrait de réduire le coût du système de recyclage.

ANNEXE 1 : Equation différentielle de la pression

On considère une enceinte de volume V , à l'intérieur de laquelle on suppose que la pression $P(t)$ est uniforme et dans laquelle un flux $\theta(t)$ de gaz est introduit en permanence. L'équation différentielle qui régit le comportement de la pression $P(t)$ en dynamique est la suivante :

$$\theta dt - P.S dt = V dP$$

Dans le cadre de cette étude, on s'intéresse à des variations de la pression $P(t)$ dues à des variations de la vitesse de pompage $S(t)$ ou à des variations de flux $\theta(t)$. Pour des variations de vitesse de pompage, l'équation précédente s'écrit :

$$\frac{dP(t)}{dt} = -\frac{P(t).S(t) - \theta}{V} \quad \text{avec } \theta(t) = \theta \text{ constant.}$$

Cette équation différentielle est linéaire car on connaît $S(t)$:

$$V \cdot \frac{dP(t)}{dt} + S(t).P(t) = \theta \quad \text{avec } P(0) = \frac{\theta}{S(0)}$$

La solution de cette équation peut s'écrire comme la somme d'une solution de l'équation sans second membre (P_1) et d'une solution particulière de l'équation avec second membre (P_2) :

$$V \cdot \frac{dP_1(t)}{dt} + S(t).P_1(t) = 0 \quad \text{ESSM avec } P_1(0) = P(0)$$

$$V \cdot \frac{dP_2(t)}{dt} + S(t).P_2(t) = \theta \quad \text{EASM avec } P_2(0) = 0$$

$P(t) = P_1(t) + P_2(t)$ est bien solution de l'équation.

La solution générale de l'ESSM est

$$P_1(t) = K \cdot e^{-\int_0^t \frac{S(\epsilon)}{V} d\epsilon}$$

et il existe une unique solution $P_1(t)$ telle que $P_1(0) = P(0)$ donc $K = P(0)$ d'où

$$P_1(t) = P(0) \cdot e^{-\int_0^t \frac{S(\epsilon)}{V} d\epsilon}$$

On trouve une solution particulière de l'EASM par la méthode de variation de la constante :

$$P_2(t) = K(t) \cdot e^{-\int_0^t \frac{S(\epsilon)}{V} d\epsilon}$$

$$P_2'(t) = K'(t) \cdot e^{-\int_0^t \frac{S(\epsilon)}{V} d\epsilon} - K(t) \cdot \frac{S(t)}{V} \cdot e^{-\int_0^t \frac{S(\epsilon)}{V} d\epsilon}$$

$P_2(t)$ vérifie l'EASM :

$$V \cdot \left(K'(t) \cdot e^{-\int_0^t \frac{S(\epsilon)}{V} d\epsilon} - K(t) \cdot \frac{S(t)}{V} \cdot e^{-\int_0^t \frac{S(\epsilon)}{V} d\epsilon} \right) + S(t) \cdot K(t) \cdot e^{-\int_0^t \frac{S(\epsilon)}{V} d\epsilon} = \theta$$

$$\Leftrightarrow V \cdot K'(t) \cdot e^{-\int_0^t \frac{S(\epsilon)}{V} d\epsilon} = \theta$$

$$\Leftrightarrow K'(t) = \frac{\theta}{V} \cdot e^{\int_0^t \frac{S(\epsilon)}{V} d\epsilon}$$

d'où

$$K(t) = \frac{\theta}{V} \cdot \int_0^t e^{\int_0^\alpha \frac{S(\epsilon)}{V} d\epsilon} d\alpha + K(0)$$

et

$$P_2(t) = \left(\frac{\theta}{V} \cdot \int_0^t e^{\int_0^\alpha \frac{S(\epsilon)}{V} d\epsilon} d\alpha + K(0) \right) \cdot e^{-\int_0^t \frac{S(\epsilon)}{V} d\epsilon}$$

avec $K(0)=0$ car $P_2(0)=0$, et la solution générale de l'équation avec second membre :

$$P(t) = \left(\frac{\theta}{V} \cdot \int_0^t e^{\int_0^\alpha \frac{S(\epsilon)}{V} d\epsilon} d\alpha + P(0) \right) \cdot e^{-\int_0^t \frac{S(\epsilon)}{V} d\epsilon}$$

Cette équation est vérifiée dans le cas d'un échelon de S (c'est à dire S constant) :

$$P(t) = \left(\frac{\theta}{V} \cdot \int_0^t e^{\frac{S}{V}\alpha} d\alpha + P(0) \right) \cdot e^{-\frac{S}{V}t} = \left(\frac{\theta}{V} \cdot \left[\frac{V}{S} e^{\frac{S}{V}t} \right]_0^t + P(0) \right) \cdot e^{-\frac{S}{V}t} = \frac{\theta}{S} + \left(P(0) - \frac{\theta}{S} \right) \cdot e^{-\frac{S}{V}t}$$

Dans le cas où c'est le flux qui varie, la méthode reste la même:

$$V \cdot \frac{dP(t)}{dt} + S \cdot P(t) = \theta(t)$$

avec les SGESSM et SPEASM

$$V \cdot \frac{dP_1(t)}{dt} + S \cdot P_1(t) = 0$$

$$V \cdot \frac{dP_2(t)}{dt} + S \cdot P_2(t) = \theta(t)$$

$$P_1(t) = P(0) \cdot e^{-\frac{S}{V}t}$$

$$P_2(t) = K(t) \cdot e^{-\frac{S}{V}t}$$

$$P_2'(t) = K'(t) \cdot e^{-\frac{S}{V}t} - K(t) \cdot \frac{S}{V} \cdot e^{-\frac{S}{V}t}$$

$P_2(t)$ vérifie l'EASM :

$$V \cdot \left(K'(t) \cdot e^{-\frac{S}{V}t} - K(t) \cdot \frac{S}{V} \cdot e^{-\frac{S}{V}t} \right) + S \cdot K(t) \cdot e^{-\frac{S}{V}t} = \theta(t)$$

$$\Leftrightarrow V \cdot K'(t) \cdot e^{-\frac{S}{V}t} = \theta(t)$$

d'où

$$K(t) = \frac{1}{V} \int_0^t \theta(\alpha) e^{\frac{S}{V}\alpha} d\alpha + K(0)$$

et

$$P_2(t) = \left(\frac{1}{V} \int_0^t \theta(\alpha) e^{\frac{S}{V}\alpha} d\alpha + K(0) \right) \cdot e^{-\frac{S}{V}t}$$

avec $K(0)=0$ car $P_2(0)=0$, et la solution générale de l'équation avec second membre :

$$P(t) = \left(\frac{1}{V} \int_0^t \theta(\alpha) e^{\frac{S}{V}\alpha} d\alpha + P(0) \right) \cdot e^{-\frac{S}{V}t}$$

Cette équation est vérifiée dans le cas d'un échelon de θ (c'est à dire θ constant) de la même façon que précédemment, pour un échelon de vitesse de pompage.

ANNEXE 2 : L'élément Fluor et le Silicium

Le fluor occupe la 9^{ème} case de la Classification Périodique des Eléments selon Mendeleïev. C'est un non-métal du groupe VII A (avant-dernière colonne). Il contient 9 protons, autant de neutrons et sa masse vaut 19 u.m.a. Sa structure électronique est $1s^2, 2s^2, 2p^5$, il lui manque donc un électron pour avoir la structure électronique du gaz rare le plus proche, le néon, $1s^2, 2s^2, 2p^6$. C'est pourquoi l'atome de fluor est monovalent : il n'établit qu'une seule liaison avec les autres atomes auxquels il s'associe pour former des molécules.

Le fluor, comme le chlore, le brome et l'iode, appartient à la famille des halogènes, qui sont les éléments les plus électronégatifs de leur ligne dans le tableau de Mendeleïev.

L'électronégativité, définie selon Pauling, est une grandeur basée sur la valeur expérimentale des énergies de liaison des électrons au noyau atomique. Cette grandeur caractérise la tendance des atomes à gagner ou perdre des électrons. Plus elle est forte, plus un élément tend à conserver ses électrons et, éventuellement, à en capter d'autres.

La Figure 79 présente l'électronégativité des éléments classé selon l'ordre du tableau de Mendeleïev. On y voit la place de premier du fluor, suivi par l'oxygène, puis l'azote et le chlore.

Le silicium, quant à lui, appartient au groupe IV A, et il est tétravalent comme le carbone. C'est pourquoi ces deux éléments forment avec le fluor les molécules de SiF_4 et CF_4 (entre autres).

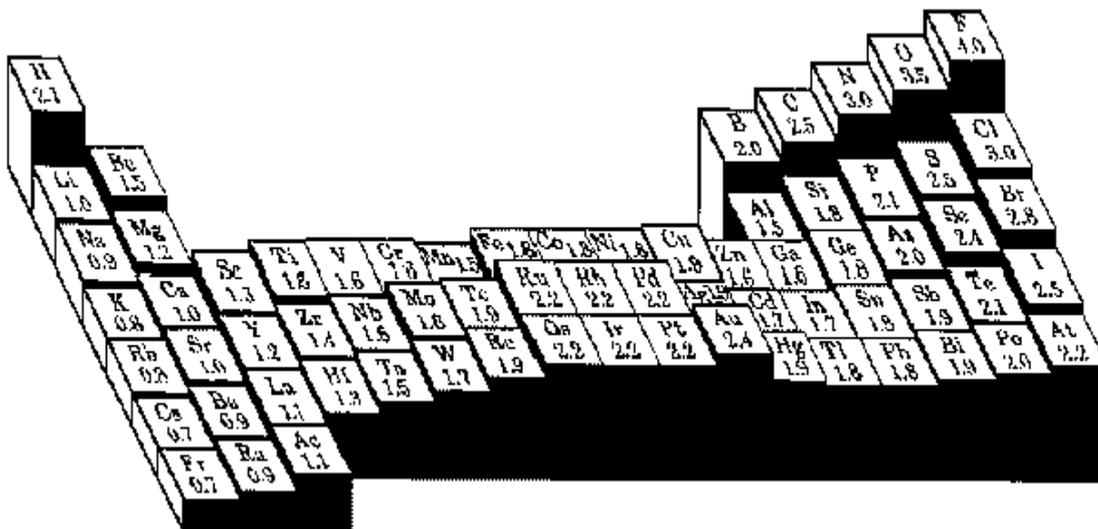


Figure 79: électronégativité des éléments classés selon le tableau périodique[52]

La gravure du silicium et du polysilicium

Le silicium, à l'état de cristal, possède la structure du diamant. Il s'agit d'une structure cubique face centrée. Le motif de base est un doublon d'atomes de silicium, le premier à l'origine du cube de côté a et le second à la distance $a/4$ dans les trois directions de l'espace. Le polysilicium (ou poly-Si) correspond à un amalgame de morceau de silicium localement cristallins (de l'ordre de 100 nm) séparés par des grains.

Pour graver le silicium ou le polysilicium, on peut compter sur l'attaque chimique de l'atome de fluor (ou de l'atome de chlore). L'électronégativité peut être vue comme la force qu'aura l'espèce attaquante pour casser la liaison Si-Si.

Flamm [53] décompose cette attaque en trois phases :

- la chimisorption : c'est une adsorption du fluor par les atomes de silicium en surface qui possèdent deux doublets non liants, pour donner SiF_2
- la physisorption : un atome de fluor incident prend place sous la molécule de SiF_2 en rompant la liaison entre l'atome de Si et un autre atome sous-jacent
- la désorption : c'est la conséquence directe de la physisorption ; comme l'énergie de liaison entre le fluor et le silicium est supérieure à celle entre deux atomes de silicium (54 kcal/mol contre 140 kcal/mol), le remplacement de Si par F dans une liaison Si-Si est exothermique, ce qui suffit à éjecter la molécule SiF_2 en surface; on peut aussi envisager qu'il faille que la deuxième liaison entre l'atome de Si de surface et un deuxième Si sous-jacent soit elle aussi cassée par un atome F pour que la molécule SiF_2 passe en phase gazeuse.

Nous en ajoutons une quatrième :

- la recombinaison : c'est en phase gazeuse que le SiF_2 se combine avec deux atomes F pour donner SiF_4 .

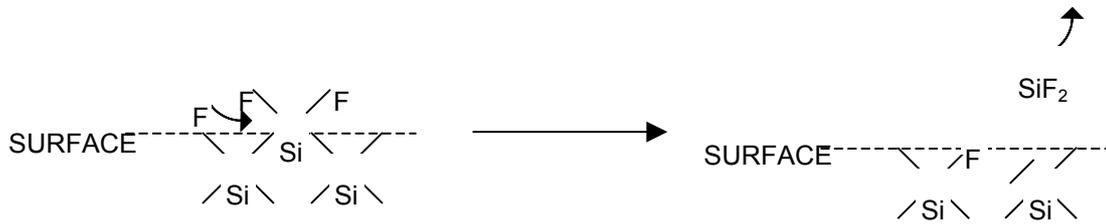
La proposition de Winters et Coburn [54] diffère en cela que le SiF_4 est formé par trois physisorptions consécutives dont la dernière entraîne la désorption.

Chimisorption :

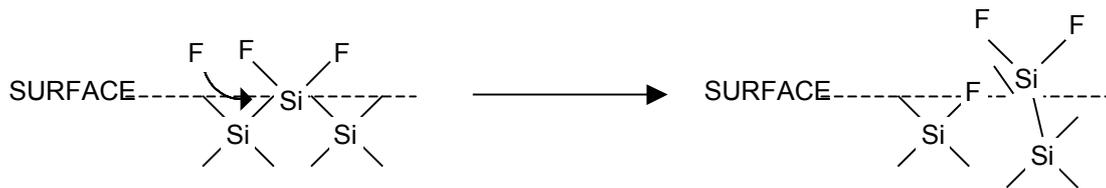


Physisorption et désorption selon Flamm:

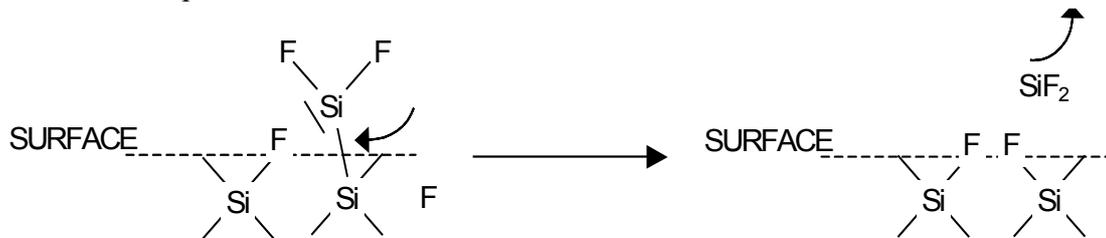
- si la réaction est suffisamment exothermique :



- sinon :



puis selon Flamm :



ou selon Winters :

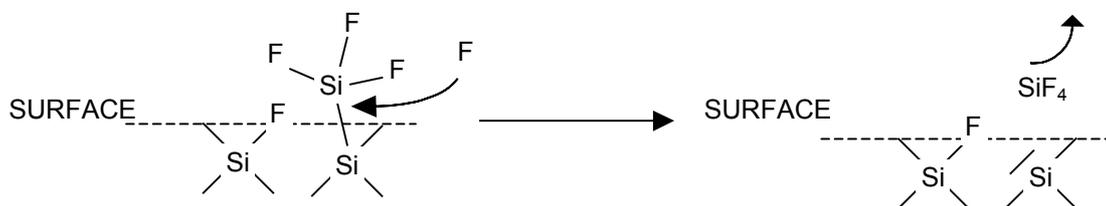
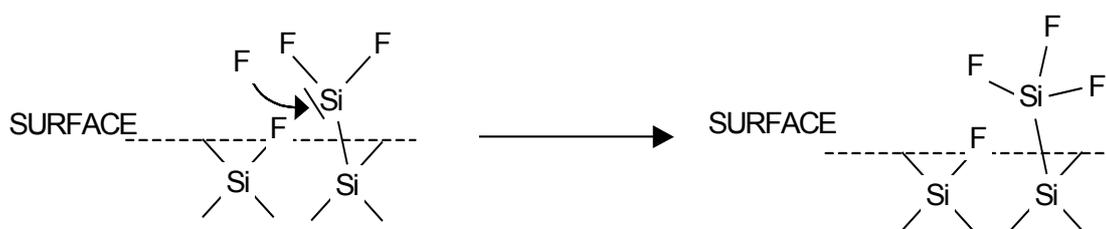


Figure 80 : Les mécanismes de la gravure du silicium

Les réactions ci dessus peuvent être effectuées avec du fluor moléculaire (F_2), mais encore faut-il qu'il se dissocie. La vitesse de gravure avec F_2 n'est que de 3 Å/min, soit 1000 fois plus faible qu'avec une attaque par atomes de fluor. L'attaque chimique par le chlore est aussi possible, mais moins virulente (l'électronégativité du chlore est inférieure à celle du fluor). Elle n'est utilisée que pour la gravure du polysilicium, et avec l'aide d'une attaque physique : le bombardement ionique.

D'une manière générale, on peut améliorer tout procédé de gravure en effectuant un bombardement ionique, ce qui requiert l'entretien d'un plasma dans la chambre de procédés. Le bombardement a pour effet de fournir de l'énergie à la surface, ce qui fragilise les liaisons entre les atomes du solide à graver, et aide ainsi à la désorption.

De plus, le bombardement ionique permet de graver le silicium de manière anisotrope. On ne peut davantage entrer dans les détails sans sacrifier à de plus longues explications. Nous renvoyons le lecteur au *handbook* sur les semi-conducteurs [55].

La gravure de l'oxyde de silicium

A l'état amorphe, le nom courant pour l'oxyde de silicium (SiO_2) est la silice ; le quartz désigne un des états cristallins du SiO_2 . Dans les deux cas, le matériau peut être vu comme un arrangement de tétraèdres d'atomes d'oxygène avec un atome de silicium au centre [56].

La gravure du SiO_2 est plus difficile que celle du Si. En effet, la distance entre deux atomes Si dans le silicium est de 2.43 Å, alors que celle entre un atome Si et un atome O dans le SiO_2 vaut 1.62 Å. Or plus une liaison est courte, plus elle est forte. De plus l'électronégativité de l'oxygène étant supérieure à celle du silicium, on peut penser qu'il est plus difficile au fluor de remplacer l'oxygène d'une liaison Si-O que le silicium d'une liaison Si-Si. Le chlore, lui, en est incapable, à moins d'un bombardement ionique (son électronégativité vaut 3, celle de l'oxygène 3.5).

Flamm [53] a établi que le rapport entre la vitesse de gravure du Si et celle du SiO_2 est $4.74 + 0.49 e^{-0.055/kT}$ soit 26 à 100°C et 41 à 20°C.

Il existe cependant un moyen d'attaquer l'oxyde de silicium sans attaquer le silicium également présent sur un échantillon (situation fréquente où l'on a plusieurs matériaux sur une plaquette, et où il faut graver l'un sans graver les autres). Pour ce faire on crée un plasma de perfluorocarbures et de CH_4 . Des chaînes fluorocarbonnées recouvrent alors le substrat, et les atomes d'hydrogène accaparent les atomes de fluor pour former HF (l'acide fluorhydrique n'attaque la silice qu'à l'état liquide). Le plasma est dit appauvri en fluor, ce qui protège le silicium pur de l'attaque chimique. Alors intervient le bombardement ionique sur la couche de chaînes fluorocarbonnées. L'énergie transmise permet aux carbones de former CO_2 avec l'oxygène de SiO_2 , et le fluor localement libéré forme SiF_4 avec le silicium du SiO_2 . Ce phénomène n'a pas lieu sur le silicium pur à cause de l'absence d'oxygène, il n'est donc pas gravé.

ANNEXE 3 : la chaîne d'acquisition

Les premières identifications du comportement dynamique de la pression ont été réalisées avec le CPC pour l'application de la commande de vitesse, le simulateur pour l'application de la commande de flux, et le boîtier *Virtual Bench* pour l'acquisition des signaux. La démarche était la suivante:

- stockage préalable des valeurs de commande dans les automates, au moyen de l'interface PC-automate
- lancement de l'acquisition des signaux par *Virtual Bench* à une fréquence donnée
- exécution du programme automate pour appliquer la commande à la même fréquence.

Les premiers résultats ont été mauvais, on a donc cherché à comprendre puis améliorer le signal.

La possibilité d'interférences avec le secteur a été écartée, car l'ajout de la fonction de filtre à 50 Hz disponible sur *Virtual Bench* n'apporte pas d'amélioration. Les résultats ont ensuite montré que les acquisitions réalisées à la fréquence de 50 Hz ou ses sous-multiples sont aussi bonnes que celles réalisées à d'autres fréquences.

Les points aberrants et autres irrégularités ont été supprimés des fichiers de valeurs sans que cela apporte d'amélioration à la qualité de l'identification. L'utilisation d'un filtre numérique pour lisser le signal n'a pas été maintenue, car les fonctions d'identification utilisées sont assez robustes par rapport au bruit, ce qui a été confirmé par la suite.

De même, aucun filtre analogique n'a été utilisé, car selon le théorème de Shannon la fréquence d'acquisition est assez basse pour que le phénomène de repliement de spectre n'apparaisse pas, comme l'ont montré les résultats exposés plus loin.

Considérant que l'acquisition était certes, en principe, à la même fréquence que la commande, mais qu'on ne maîtrisait pas le moment exact de l'acquisition par rapport au début de l'application d'une valeur de commande, on a choisi de démultiplier l'acquisition par rapport à la commande. Le schéma suivant illustre l'idée :

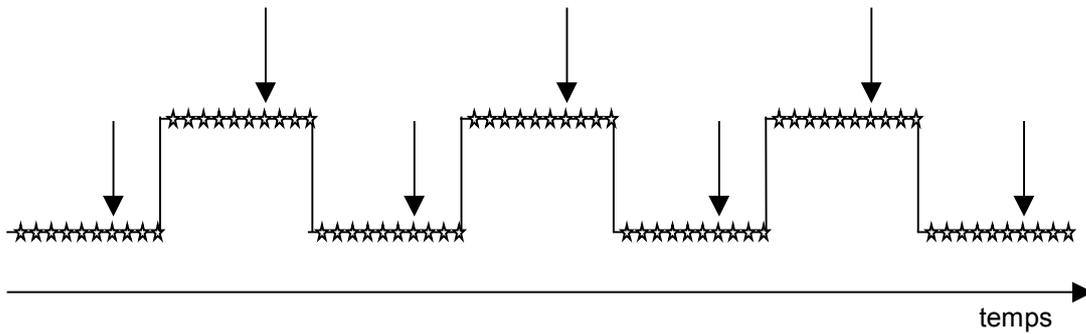


Figure 81 : superposition de la commande *Wago* et de l'acquisition *Virtual Bench*

Le signal en créneau est l'horloge de l'automate, et chaque front montant ou descendant correspond à une nouvelle valeur dans la série de commande implantée dans la mémoire de l'automate. Les petites croix représentent des acquisitions de vitesse et de pression. Il y a dix croix par valeur de commande, ce qui veut dire que dans cet exemple la fréquence d'acquisition est dix fois plus grande que celle de commande. On procède ensuite à la sélection d'un échantillon parmi dix (numéro 7 pointé par une flèche sur le schéma) et ce modulo dix, afin de créer la série de réponses.

Mais le résultat de l'identification n'est toujours pas meilleur. On s'intéresse alors à la précision de la temporisation de l'automate, et cela révèle un léger décalage entre les horloges, observable sur un horizon de temps suffisamment grand : la millième acquisition ne correspond pas à la millième valeur de commande, elle intervient un peu avant. Il y a donc un problème au niveau du programme de l'automate, que ce soit le simulateur ou le CPC, puisque l'horloge du logiciel d'acquisition, basée sur celle du PC, est la bonne.

Pour contourner ce problème, on s'est calé sur les fronts de l'horloge de l'automate pour être sûr de faire très exactement une acquisition par échantillon de commande. Le résultat de l'identification en a été très nettement amélioré. Néanmoins il n'était pas parfait, alors il a été décidé que l'acquisition serait prise en charge par les automates et non plus par *Virtual Bench*, choix cohérent avec la volonté d'intervenir facilement sur équipement client, où l'on dispose d'un PC industriel et d'automates *Wago*.

C'est donc le simulateur qui a été choisi pour capturer les signaux, afin de régler ce problème de synchronisation entre la commande et l'acquisition; ceci est logique dans la mesure où le simulateur recevait déjà les valeurs des pressions. Le problème de précision de l'horloge des automates a aussi été résolu, afin que la période d'acquisition indiquée au programme d'identification corresponde exactement à l'intervalle de temps entre deux valeurs. Le premier programme de l'automate comptait le temps d'application d'une valeur de commande en incrémentant le temps à chaque cycle de lecture de programme. Si par exemple la période de commande vaut 100 msec, et que le temps de lecture d'un cycle vaut 8 msec, il se passe 13 cycles avant que les 100 msec soient complètement

écoulées. Le 14^{ème} cycle initie la valeur de commande suivante. Le problème c'est que $13 \times 8 = 104$, donc 4 msec ont été en trop, et c'est ce phénomène répété à chaque fois qui est à l'origine du décalage observé. La solution adoptée consiste à créer une horloge indépendante des cycles d'exécution du programme, mais servant de référence. Ainsi les 4 msec en trop sont rattrapées par le 14^{ème} cycle qui commence son compteur à partir de 4 au lieu de 0.

On peut préciser que l'échange des valeurs entre automate et PC se fait suivant le protocole ethernet, qu'un paquet de valeurs est stocké dans l'automate pendant qu'un second paquet, précédent, est envoyé au PC, et qu'à ce titre la vitesse d'acquisition est limitée à 40 Hz environ.

En choisissant l'acquisition par l'automate, la numérisation du signal de pression est devenue plus précise que celle effectuée par *Virtual Bench*. L'installation d'une carte d'entrée analogique 16 bits a permis de faire passer l'incertitude sur la pression P_1 , lue par une jauge de calibre 100 mtorr de 0.05 à 0.003 mTorr, et celle de la pression entre les deux pompes P_2 , lue par une jauge de calibre 10 torr, de $5 \cdot 10^{-3}$ à $3 \cdot 10^{-4}$ Torr. Il s'agit là de précision relative et non absolue. La précision absolue d'une jauge vaut 0.1%, mais dans le cas de l'identification, on s'intéresse d'avantage aux variations du signal autour d'une valeur moyenne. C'est en cela que l'amélioration de la qualité du signal a été intéressante.

La dernière modification apportée au système de commande et d'acquisition a été de transférer les valeurs de commande en vitesse non plus du CPC vers la pompe primaire mais du simulateur vers la pompe primaire. En effet, le retour de commande du CPC vers le simulateur était accompagné d'une horloge dont les signaux marquaient les instants où le simulateur devait faire une acquisition. Mais quelques signaux étaient régulièrement manqué par le simulateur, ce qui a été résolu en faisant envoyer la commande de vitesse par le simulateur lui-même.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] J.M. Lafferty, « Foundations of Vacuum Science and Technology »
Wiley-Interscience publication - John Wiley & sons, INC. (1998)
- [2] E. Zakrezewski, « Developments in Vacuum Pumping Systems Based on Mechanical Pumps with an Oil Free Swept Volume »
Vacuum vol 38 8-10 (1988)
- [3] Y. Kanke, « The Performance of the Dry Roots Pump Drymac in LP-CVD Silicon Nitride Process »
Applied Surface Science 169-170, 777-780 (2001)
- [4] <http://www.mksinst.com/mdhome.html>
- [5] J. Delafosse, G. Mongodin, G.A. Boutry, « Les Calculs de la Technique du Vide »
Société Française des Ingénieurs et Techniciens du Vide
- [6] J. Millman, A. Grabel, « Micro-Electronique 2nd Edition »
McGraw-Hill (1988)
- [7] A.E. Braun, « Pressure Measurement and Control Keep Pace with Processing »
Semiconductor International (1998)
- [8] W.R.Clark, J.J. Sullivan, « Comparison of pump speed control techniques for pressure control in plasma / LPCVD systems »
Solid State Technology, Vol. 25, 3, 105-107 (1982)
- [9] R.Fisher, « Downstream pressure control : Calculation of the transfer function and optimisation of control parameters leading to a new controller design »
Journal of Vacuum Sci. and Tech. Vol. A4, 3, 314-316 (1986)
- [10] W.I. Jang, « Pressure control in a high vacuum multichambre system »
Solid State Technology, Vol. 40, 1, 67-76 (1997)
- [11] G.Sogan, « Développement d'un système de pompage avancé pour diminuer la contamination sur équipement de gravure aluminium »
Thèse de doctorat Université Grenoble 1 - Joseph Fourier (2002)
- [12] M. Nagase, « Precise Control of Gas Concentration Ratio in Process Chamber »
Japanese Journal of Applied Physics, Vol. 40, 5168-5172 (2001)
- [13] M. Rivoire, J.L. Ferrier, « Traitement du Signal – Systèmes »
Eyrolles (1995)
- [14] A. Johnson, « Reducing PFC Gas Emissions from CVD Chamber Cleaning »
Solid State Technology, Vol. 43, 12, 103-114 (2000)

- [15] W.T. Tsai, « A Review of Uses, Environmental Hazards and Recovery/Recycle Technologies of Perfluorocarbons Emissions from the Semiconductor Manufacturing Processes »
Journal of Loss Prevention in the Process Industries, Vol. 15, 2, 65-75 (2002)
- [16] F. Fracassi, « Evaluation and Reduction of the Contribution of SiO₂ Dry Etching to Global Warming »
Le Vide, Vol. 2, 292, 245-261 (1999)
- [17] D.Seif, S.Hermanns, « Progress and Challenges in PFC Reductions at AMD »
Proceedings of the SEMICON Southwest PFC Seminar, session 2 , paper 1 (2002)
- [18] L.Beau, P.T.Brown, « An Analysis of Fluorinated Compound Emissions Reduction Technologies and Emission Reduction Goals »
Electrochemical Society, Vol. 99, 8 (1999)
- [19] J.D. Williams, « Environmental Issues of Perfluorocompounds in the Semiconductor Industry»
Materials Research Society Symposia Proceedings, Vol. 447, 46-48 (1997)
- [20] K. Sakai, « PFC Emissions Reduction from Semiconductor PE-CVD Processes Using an Alternative Chamber Cleaning Gas COF₂ or F₂ »
Proceedings of the SEMICON Southwest PFC Seminar, session 1, paper 3 (2002)
- [21] K.Caldwell, M.Quinet, R.Bernard, « Integrated Vacuum and Post Pump Microwave Plasma Abatement Technology Suitable for 300 mm Dielectric Etch and Other Processes »
Proceedings of the SEMICON West 2002 STS Symposium, session 104, paper 5 (2002)
- [22] E.Timmermans, « In Situ Cleaning of LPCVD Furnaces Using Thermal NF₃ Etch Process »
Proceedings of the Semicon Southwest PFC Seminar, session 3, paper 1 (2002)
- [23] S. Shamouilian, « Semiconductor Device Fabrication Chamber Cleaning Method and Apparatus with Recirculation of Cleaning Gas »
Applied Materials, Brevet WO03101635 (dec. 2003)
- [24] E. Schumann, « A "Hot" Gas in the Battle against Global Warming »
Industry Research and Statistic, SEMI, <http://dom.semi.org> (2000)
- [25] R.G. Syvret, « Method for Nitrogen Trifluoride Production »
Air Prod & Chemicals, Brevet EP1433747 (2004)
- [26] T. Néel, « Système de Pompage Cryo-Turbo-Vanne Intégré Applicable aux Boucles de Recirculation de F₂/NF₃ sur Procédé de Nettoyage in situ de Réacteur CVD ou Gravure Sèche »
ADIXEN, Brevet EP1243795 (2002)
- [27] F.Stanek, J.Tesar, « Extending the Range of Pressure Generated Dynamically up to 100 Pa in a Calibration Chamber Pumped by a Turbomolecular Pump »
Vacuum, Vol. 67, 307-310 (2002)
- [28] <http://www.wago.com/wagoweb>

- [29] <http://www.ni.com>
- [30] The MathWorks Inc., Matlab User's guide
- [31] A. Oualouane, « The Design of Experiments in a Multiresponse Framework : a Review »
I3M2004, AVCS, Bergeggi, Italie (2004)
- [32] G.E.P.Box and G.M. Jenkins, « Time Series Analysis : Forecasting and Control »
Conférence Holden-Day, San Fransisco (1970)
- [33] Fluent 5, User's guide Vol 2, 8-3, (1998)
- [34] S.G. Bradley, « Flow and Transport Modeling of a Low Pressure Plasma Etching System »
Journal of Vacuum Sci. and Tech. A10, 4, 1113 (1992)
- [35] R.H. Middleton, G.C. Goodwin, « Digital Control and Estimation »
Prentice-Hall International Editions (1990)
- [36] Y. Sévely, « Systèmes et Asservissements Linéaires Echantillonnés »
Dunod Université (1981)
- [37] C.W. Koung, « Identification for Robust Multivariable Control : the Design of Experiments »
Automatica, Vol. 30, 10, 1541-1554 (1994)
- [38] H.Garnier, M.Mensler, « CONTSID : a Continuous-Time System Identification Toolbox for Matlab »
5th European Control Conference, Karlsruhe (1999)
- [39] H. Garnier, M. Mensler and A. Richard « Continuous-time model identification from sampled data: implementation issues and performance evaluation »
International Journal of Control, Vol. 76, 13, 1337-1357 (2003)
- [40] J. Goupy, « La Méthode des Plans d'Expériences »
Dunod (1988)
- [41] G. et M.C. Sado, « De l'Expérimentation à l'Assurance Qualité »
AFNOR Paris (2000)
- [42] J. Goupy, « Plans d'Expériences : les Mélanges »
Dunod (2000)
- [43] S. Vivier, « Stratégies d'Optimisation par la Méthode des Plans d'Expériences et Application aux Systèmes Electrotechniques Modélisés par Eléments Finis »
Thèse de Doctorat, Ecole Centrale de Lille (2002)
- [44] M. Pillet, « Les Plans d'Expériences par la méthode de Taguchi »
Les Editions d'Organisation (1997)
- [45] L. Ealey, « Les Méthodes de Taguchi dans l'Industrie Occidentale »
Les Editions d'Organisation (1990)

- [46] M. Sergent, R. Phan Tan Luu, société LPRAI, www.nemrodw.com
- [47] J. Parrochon, « Procédure d'Adaptation du Modèle de Comportement Dynamique de la Pression pour la Régulation par Vitesse Variable »
Document Interne ADIXEN (2005)
- [48] A. Jourdan, « Recent Developments in Fluorine Chemistry for Microelectronic Applications »
Journal of Fluorine Chemistry, Vol. 107, 2, 255-264 (2001)
- [49] W. Schwarzenbach, « Interactions des Atomes de Fluor et des Radicaux d'un Plasma de CF₄ avec une Surface de Polymère »
Thèse de doctorat, Université Grenoble 1 – Joseph Fourier (1999)
- [50] U. Haussermann, « On the closely related structures of SiF₄ and CuAl₂ »
Journal of Solid State Chemistry, Vol. 132, 151-155 (1997)
- [51] J. Parrochon, J.P.Desbiolles, « Dispositif pour la Génération et la Commande du Flux d'Agents de Nettoyage dans une Chambre de Procédés / Contrôle de la Concentration d'Agents de Nettoyage dans une Chambre de Procédés »
ADIXEN, Brevet n° FR 0314378 (2004)
- [52] Paul Arnaud, « Chimie Physique »
Dunod (1989)
- [53] D.L.Flamm, « The Reaction of Fluorine Atoms with Silicon »
Journal of Applied Physics, Vol. 52, 3633-3639, (1983)
- [54] H.F.Winters, J.W. Coburn, « Ion- and Electron-Assisted Gas-Surface Chemistry – an Important Effect in Plasma Etching »
Journal of Applied Physics, Vol. 50, 3189-3196 (1979)
- [55] Y. Nishi, R. Doering, « Handbook of Semiconductor Technology »
Editions Marcel Dekker (2000)
- [56] S.Wolf, R.N.Tauber, « Silicon Processing for the VLSI Era – Volume 1 – Process Technology – Second Edition »
Lattice Press (2000)

This work aims at improving equipments used for the microelectronics ; in this case, vacuum pumps manufactured by ADIXEN. Two subjects, which are both related to the use of a variable speed pump, have been studied : a) quality management during the fabrication of integrated circuits, by means of the process chamber pressure regulation, b) recycling of the fluorine gas used for the cleaning of Silicon Oxyde deposition chambers. The first subject deals with pressure regulation by variations in the pump speed, in contrast to the standard way of the regulation by mechanical movements of a valve. We tried to make the variable speed regulation adaptable to every kind of equipment and customer process, by systematising the identification procedure of the pressure dynamical behaviour, and use this procedure to model the whole system. The identification determines a local linear model by means of Random Binary Series, used with the Matlab's Box-Jenkins function. The global modelling relies on the Design of Experiments Method, which enables us to study a large amount of parameters and action variables, expected to have an impact on the pressure dynamics, and thereafter create a procedure to adapt the model to any customer equipment. The second subject aims at making a fluorine gas recycling system, dedicated to the SiO₂ deposition chamber clean. Actually, more than 80% of the cleaning species are not being used during the cleaning, and hence are lost. The idea is to recover this unused part at the chamber exhaust, and inject it back into the chamber, after trapping the chemical reaction by-products. This is a difficult task because as fluorine is a dangerous gas, we had to make the system such as to keep the pressure as low as possible, without preventing the flow control which is essential to match the clean standard conditions.