



Ref : SPEC/2025-078/PR/pa

Cahier des charges pour l'acquisition d'un équipement de dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma (PECVD : Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition)

Date : 22/04/2025

Rédacteur : Patrick Abgrall

A handwritten signature in blue ink, appearing to be 'PA', is written over a faint, light blue rectangular stamp.

1. Objet du marché

Situé à Gif-sur-Yvette sur le plateau de Saclay, le Service de Physique de l'Etat Condensé (SPEC) est une unité mixte de recherche (UMR 3680) dépendant à la fois du CEA et du CNRS. Dans le cadre de ses activités, le SPEC cherche à acquérir un équipement de dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma (PECVD). Cet équipement sera installé au sein de l'Atelier de Nanofabrication du SPEC (AdN), dont les activités seront déménagées dans une salle blanche ISO6 de 400m² à l'intérieur d'une nouvelle construction rattachée à l'unité (projet MagiQ dont la fin des travaux est prévue T4 2026).

Notre objectif à travers cet investissement est d'avoir à disposition i) un équipement suffisamment versatile pour répondre aux besoins variables d'un laboratoire de recherche académique, tout en répondant ii) aux besoins spécifiques de nos projets actuels.

En particulier, l'équipement devra être capable de déposer des films de silicium amorphe hydrogéné (a-Si :H) d'une épaisseur de 100 à 1000 nm présentant des faibles pertes diélectriques dans le régime qui nous intéresse (fréquences micro-ondes, faible puissance, températures cryogéniques de l'ordre de 10 à 100 mK). Ces propriétés d'intérêt pour nos projets ont été reportées au cours des 10 dernières années sur une variété d'équipements PECVD, dans plusieurs laboratoires (un tableau résumant une partie de ces essais est fourni dans l'annexe 2).

Une grande importance sera accordée non seulement à la qualité des dépôts de l'équipement, mais également à sa facilité d'utilisation, de maintenance, à sa robustesse, et à sa versatilité dans un environnement de recherche académique. Une attention particulière sera portée au nettoyage de l'équipement, de manière à éviter toute contamination croisée liée à l'utilisation multi-projet envisagée. Toute précision dans la réponse à cet appel d'offres permettant de mieux appréhender cette problématique sera grandement appréciée (nettoyage et combinaisons de matériau à éviter).

Enfin, ce cahier des charges porte également sur les prestations associées à l'équipement (telles que le délai de fabrication, les tests d'acceptation à l'usine et après installation, les conditions de livraison, d'installation, de formation, d'intervention en cas de panne, de garantie, et le contrat de maintenance). La mise à disposition de recettes de dépôt prêtes à l'emploi, la connaissance des caractéristiques des films résultants, la capacité à ajuster ces caractéristiques et l'accompagnement lors de l'éventuel développement de nouveaux procédés seront également des éléments appréciés dans l'évaluation.

En résumé, le marché porte sur les prestations suivantes :

- Acquisition de la PECVD ;
- Fourniture de la documentation ;
- Fourniture d'un catalogue de procédés, incluant les caractéristiques des films résultant des dits procédés, réalisés avec la configuration proposée en réponse à ce marché;
- Installation de l'équipement ;
- Formation ;
- Garanties.

2. Description de l'équipement

2.1. Caractéristiques minimales

L'équipement de PECVD permettra a minima le dépôt de SiOx, SiNx, a-Si:H et a-SiC:H, stable, reproductible, uniforme sur des échantillons de diverses natures (Si, saphir) de tailles et de géométries différentes, allant de petits coupons (3x10 mm) jusqu'à au moins 4 pouces de diamètre.

L'équipement sera composé :

- D'un sas de chargement permettant le transfert automatique d'échantillons tout en gardant la chambre de dépôt sous vide, afin de minimiser la contamination;
- D'une chambre de dépôt;
- D'un contrôle de température du substrat jusqu'à au moins 320°C;
- Toutes les pompes, manomètres, chauffages, vannes, débits massiques, coffrets de gaz nécessaires pour abaisser et maintenir de manière automatique les pressions appropriées dans les chambres aux différentes étapes des procédés. Sauf recommandation justifiée par le Soumissionnaire, les lignes de gaz suivantes seront installées : N₂O, O₂, SF₆, Ar, He, SiH₄ (dilué, typiquement 5% dans de l'Ar), CH₄ et NH₃ ;
- De générateurs radiofréquence RF (typiquement 13,56 MHz) / basse fréquence LF (typiquement inférieur à 1MHz), la basse fréquence permettant d'ajuster plus librement certaines caractéristiques du matériau déposé, telles que la contrainte ;
- D'une procédure de nettoyage par plasma de la chambre de dépôt, avec un système d'automatique de détection de fin de nettoyage, permettant de minimiser l'ouverture de la chambre de dépôt ;
- D'un rack électronique regroupant toute l'électronique nécessaire pour contrôler le système, ainsi qu'un ordinateur avec un logiciel de pilotage et d'exploitation.
- D'une documentation technique incluant les schémas électrique et mécaniques complet de l'équipement, les manuels des tiers des pièces intégrées par le fabricant;
- D'un catalogue de procédés, donnant les paramètres permettant de déposer les différents matériaux cités ci-dessus, avec les caractéristiques désirées (comme par exemple la vitesse de dépôt, le niveau de contrainte, la densité, la vitesse de gravure dans une solution d'acide fluorhydrique d'une concentration donnée, la tension de claquage pour une épaisseur donnée, ou l'indice de réfraction pour une longueur d'onde donnée). Ces recettes seront pré-chargées dans l'ordinateur, et accompagnées des rapports détaillant les caractéristiques des matériaux obtenus par le soumissionnaire grâce à ces procédés. Les recettes et les mesures fournies doivent être obtenues pour une configuration de l'équipement strictement identique à celle proposée par le fabricant. Si plusieurs configurations sont proposées, la configuration pour laquelle les valeurs sont données sera précisée.

L'équipement permettra de faire varier les épaisseurs, les vitesses des dépôts, les contraintes (compression, tension, low stress), les densités et l'indice de réfraction des couches déposées.

Etant donné son importance pour nos projets, toute information pertinente sur les pertes diélectriques à froid, dans le domaine micro-onde, des films de a:Si-H (obtenues avec la configuration proposée par le répondant) sera grandement appréciée. En particulier, nous sommes intéressés par la valeur du « tangente delta » obtenue à des températures inférieures au kelvin, pour des signaux micro-ondes dans une gamme de 1 à 10GHz de faible puissance (de l'ordre du photon unique). Des valeurs de « tangente delta » de l'ordre de $1E-4$ ou mieux sont attendues.

Le système sera placé entièrement en salle blanche, à l'exception des groupes de pompes placés en doigt gris. L'emprise au sol de l'équipement, ordinateur de contrôle compris, doit être inférieure à 200 cm x 160 cm, sans les systèmes de pompe qui seront placés dans un couloir technique de 2m de largeur). Une machine compacte serait un atout.

L'offre sera accompagnée de captures d'écran ou d'une vidéo de l'interface logicielle permettant d'évaluer l'ergonomie et le niveau d'automatisation de l'équipement. Si possible, une version d'essai du logiciel de contrôle sera fournie avec l'offre.

L'équipement ainsi que ses composants seront neufs, et les pièces de rechanges disponibles sur une durée d'au moins 10 ans. La garantie sera de 2 ans.

2.2.Prestations optionnelles

Il est demandé au soumissionnaire de fournir les éléments suivants dans sa réponse au CEA, qui aura le choix de lever ou pas l'option.

A- Système de suivi de dépôt

Un système permettant le suivi de l'épaisseur du dépôt est demandé en option.

B- Contrat de maintenance

Le soumissionnaire donnera le coût prévisionnel d'un contrat de maintenance annuel type de l'équipement une fois la garantie expirée. Le soumissionnaire détaillera le contenu du contrat de maintenance.

3. Livraison, installation, tests d'acceptation, formation

3.1.Livraison et installation

Le titulaire est chargé de livrer toutes les pièces, de les placer et de les assembler dans la salle blanche du site du CEA, à l'adresse suivante :

Service de Physique de l'Etat Condensé
Site de l'Orme des Merisiers
Bâtiment 772
91191 Cedex, Gif-sur-Yvette

La livraison se fera sur un quai de chargement situé au RDC du même groupe de bâtiments. L'appareil livré sera ensuite roulé sur une centaine de mètres à l'intérieur du bâtiment. Les différentes portes à

passer pour accéder au site d'installation ayant un dégagement maximum de 1.5m de largeur x 2m de hauteur, aucune caisse livrée ou élément séparé de l'équipement ne devra dépasser ces dimensions.

L'offre devra comprendre toutes les dimensions et poids de l'appareil et de ses utilités (pompes, chiller, rack électronique, PCs), ainsi que les recommandations générales pour son installation (besoins en électricité, air comprimé, azote, extraction pour le cabinet de distribution des gaz procédés, lignes de gaz procédés, etc.). Le CEA sera en charge de fournir cet environnement. Le soumissionnaire sera en charge de l'installation de l'équipement.

Le titulaire est aussi chargé d'évacuer tout le matériel inutile, et de connecter la machine à ses fluides avec l'aide des ingénieurs de la salle blanche.

3.2. Tests d'acceptation

3.2.1. Recette usine

Avant livraison, l'équipement sera entièrement testé par le titulaire dans son usine pour vérifier l'ensemble des spécifications. En complément des tests habituellement réalisés par le titulaire, les tests spécifiquement demandés par le CEA, décrits en annexe 2, seront réalisés. Le titulaire communiquera par email au contact du CEA un rapport avec l'ensemble des résultats. Une première démonstration du système avec le CEA aura ensuite lieu dans l'usine.

Si les résultats des tests avant livraison sont hors spécifications, le titulaire devra effectuer les modifications appropriées de l'équipement et réitérer l'ensemble des tests jusqu'à démontrer la conformité de l'équipement avec l'offre.

3.2.2. Recette utilisateur

Après l'installation complète de l'équipement, les tests décrits en annexe 2 seront réalisés sur le site du CEA, avec l'interlocuteur du CEA. A nouveau, le titulaire communiquera par email à l'interlocuteur du CEA un rapport avec l'ensemble des résultats. Si certaines spécifications ont été perdues depuis le test en usine, le titulaire sera responsable de mettre en œuvre les corrections nécessaires afin de rétablir la conformité à l'offre. Lorsque toutes les spécifications seront remplies, l'équipement sera accepté et réceptionné.

3.2.3. Cas particulier : retard de livraison de la nouvelle salle blanche

L'équipement sera installé au sein d'une salle blanche dont la livraison est prévue T4 2026.

Dans l'éventualité où il serait impossible de connecter l'équipement à une ligne de silane à cause d'un retard dans la livraison de la salle blanche, il sera demandé de réaliser i) une recette usine plus complète, incluant une partie de la recette utilisateur et ii) une recette utilisateur réduite, telle que décrite en annexe 2.4.

3.3. Formation

Enfin, le titulaire organise une session de formation d'une journée complète pour un groupe de jusqu'à 6 utilisateurs, sur le site du CEA, concernant le fonctionnement de la machine dans tous les modes.

4. Garanties, délai d'intervention, délai de réparation

Le marché inclut une garantie de 2 ans (à compter de la date de signature de réception de l'équipement) couvrant les pièces, la main-d'œuvre et les déplacements.

Une visite de maintenance préventive sera incluse, à prévoir au milieu de la période de garantie.

Pendant la période de garantie, le CEA doit informer le titulaire par téléphone, confirmé par e-mail ou uniquement par e-mail de tout dysfonctionnement de l'équipement.

Si une intervention du titulaire est nécessaire pour diagnostiquer le dysfonctionnement, le délai d'intervention maximum garanti est de 3 jours ouvrés (après une demande par e-mail du CEA).

Après diagnostic, et si l'équipement ne peut être réparé immédiatement, le délai maximum de remise en service de l'équipement est de 10 jours ouvrés. La période de garantie est automatiquement prolongée du temps pendant lequel l'équipement est hors service en raison d'un problème couvert par la garantie.

De plus, le titulaire s'engage à garantir la disponibilité de toutes les pièces de rechange de l'équipement, ou de leurs équivalents, pendant 10 ans faisant suite à la réception de l'équipement.

5. Considérations environnementales

Dans une démarche visant à minimiser l'impact environnemental lié à l'utilisation et à l'exploitation de l'équipement PECVD, plusieurs critères spécifiques sont exigés. Tout d'abord, l'équipement doit être conçu pour fonctionner avec du silane dilué à 5 % dans 95 % d'argon. Cette dilution permet de réduire significativement les risques liés à l'utilisation de gaz pyrophoriques, tout en limitant les rejets de gaz dangereux et en améliorant la sécurité des opérateurs. De plus, la machine doit intégrer une capacité d'auto-nettoyage par plasma de la chambre. Cela permettra d'éviter l'utilisation de produits chimiques agressifs pour le nettoyage manuel, tout en réduisant les temps d'arrêt et les besoins en maintenance, ce qui contribue à diminuer les consommables et les déchets associés.

Par ailleurs, pour limiter l'empreinte carbone liée à la fabrication et à la livraison de la machine, il est demandé que le transport de l'équipement soit effectué par des moyens terrestres ou maritimes, excluant le recours au transport aérien. Cette exigence vise à réduire les émissions de CO₂ liées à la logistique.

Enfin, la conception de l'équipement doit intégrer un faible niveau de maintenance et privilégier des composants durables et recyclables, afin de limiter la production de déchets et de prolonger la durée de vie de l'installation. De même, la possibilité de placer l'équipement en veille programmée, de manière à réduire la consommation électrique, sera appréciée.

Annexes 1 : Tableaux d'évaluation

Les tableaux suivants doivent être remplis par le soumissionnaire pour aider le CEA et ses partenaires à comparer les différentes offres. Le soumissionnaire est libre d'ajouter d'autres spécifications sous le tableau ou dans un autre document.

A1.1. Equipement

1. Sas de chargement	
pompe primaire (type, marque, modèle)	
pompe secondaire (type, marque, modèle)	
vide limite (mbar)	
temps de chargement d'un échantillon, jusqu'au début d'un dépôt à température ambiante(s)	
temps de déchargement d'un échantillon, après dépôt à température ambiante(s)	
temps de chargement d'un échantillon, jusqu'au début d'un dépôt à 300°C	
temps de déchargement d'un échantillon, après dépôt à 300°C	
2. Chambre de dépôt	
pompe primaire (type, marque, modèle)	
pompe secondaire (type, marque, modèle)	
vide limite (mbar)	
temps pour atteindre le vide limite depuis la pression atmosphérique (min)	
3. Régulation en température	
gamme de températures (°C)	
temps de montée ambiante à 300°C (min)	
temps de descente de 300°C à l'ambiante (min)	

4. Alimentations plasma	
RF (fréquence, puissance, marque, modèle)	
LF (fréquence, puissance, marque, modèle)	
6. Dimensions	
Empreinte au sol (m x m)	
Hauteur (m)	
Poids (kg)	
7. Raccordement nécessaires	
Lignes de gaz (si différentes de celles proposées par le CEA)	
fluides (nature et pression en bar)	
électricité	
vide	

A1.2. Bibliothèque de procédés

Le tableau ci-dessous sera complété avec les autres procédés développés et disponibles dans la bibliothèque de procédés du soumissionnaire:

	Materiau 1	Materiau 2	Materiau 3	Materiau 4	Materiau 5
Nom					
Recette fournie ? (O/N)					
Valeurs ci-dessous mesurées par le soumissionnaire sur l'équipement proposé ? (O/N)					
gamme d'épaisseurs accessibles (nm)					
gamme de cinétiques de dépôts (nm/min)					
Uniformité de l'épaisseur sur un wafer de 4 pouces, 5mm exclus du bord (%)					
gamme de contraintes (Mpa)					
Tangente delta, si disponible, notamment pour a :Si-H et a :SiC-H (préciser si possible l'épaisseur du film en nm, la température, la fréquence et la puissance de mesure)					
Autres informations, si pertinent					

Annexes 2 : Procédures de test

A2.1. Tests sur les dépôts de SiO₂ et de Si₃N₄

Pour ces tests, 4 substrats de 4 pouces de silicium seront fournis par le CEA.

Le titulaire procédera à 4 dépôts, soit 2 dépôts successifs de SiO₂ d'une épaisseur de 2µm et 2 dépôts successifs de Si₃N₄ d'une épaisseur de 400nm.

L'épaisseur de ces films sera ensuite cartographiée au CEA, par exemple par des méthodes d'interférométrie optique, ce qui permettra d'évaluer l'uniformité des dépôts. Celle-ci ne devra pas dépasser +/-3% dans les deux cas (Oxydes et Nitrures), sur un wafer et de wafer à wafer.

Les stress des films déposés seront mesurés par le CEA, à l'aide d'une mesure de courbure avant et après dépôt. Ceux-ci ne devront pas dépasser +/-100MPa dans les deux cas (Oxydes et Nitrures).

Les vitesses de gravure dans le KOH (40% w/w, à 70°C) pour les films de Si₃N₄ et dans le Buffer Oxide Etch (BOE 7 :1, à 21°C) pour les films de SiO₂ seront mesurées par le CEA.

Des images des échantillons seront prises au microscope, avant et après le dépôt, de manière à identifier d'éventuels défauts (par exemple le « blistering »).

A2.2. Test des pertes diélectriques d'un film mince de a-Si :H

Pour ce test, des wafers (2 pouces) ou des coupons de silicium seront fournis par le CEA, typiquement d'une taille de 1x1cm² ou 3x10mm² et d'une épaisseur de 300µm.

Sur ces échantillons seront présents des circuits résonants structurés dans un film mince supraconducteur (typiquement Nb, Ta ou NbTiN) présentant un facteur de qualité élevé. Ce facteur de qualité sera mesuré dans notre laboratoire, avant et après le dépôt d'une couche de 400 nm de a :Si-H par le fournisseur d'équipement.

Des images des échantillons seront prises au microscope, avant et après le dépôt, de manière à identifier d'éventuels défauts (par exemple le « blistering »).

Le tableau ci-dessous fournit les paramètres de dépôt utilisés pour obtenir des films de a :Si-H présentant des faibles pertes. Il est extrait de l'article suivant :

Defrance, F., Beyer, A. D., Shu, S., Sayers, J., & Golwala, S. R. (2024). Characterization of the low electric field and zero-temperature two-level-system loss in hydrogenated amorphous silicon. Physical Review Materials, 8(3), 035602.

Qui est librement accessible à cette adresse :

<https://arxiv.org/abs/2403.03534>

Ref / Facility	Process	Gas ratio	Temperature	Gas pressure	Gas flow	Deposition time	Thickness	δ_{TLS}^0
		(SiH ₄ /Ar)	(°C)	(mTorr)	(sccm)		(nm)	(×10 ⁻⁶)
Caltech KNI	PECVD	5% / 95%	350	800	250	27'11"	800	≈ 12
JPL MDL	ICP-PECVD	100% / 0%	350	10	30	26'06"	800	≈ 7
O'Connell <i>et al.</i> [23]	HD PECVD	66% / 33%	100	2	45	3'15"	Unknown	≈ 26
Mazin <i>et al.</i> [24]	HD PECVD	66% / 33%	100	2	45	3'15"	200	≈ 60
Bruno <i>et al.</i> [25]	PECVD	100% / 0%	250	200	Unknown	Unknown	Unknown	420
Molina-Ruiz <i>et al.</i> (no H) [29]	e-beam evap	N/A	50 / 225 / 450	< 5 × 10 ⁻⁶	N/A	19' – 106'	59–317	≥ 330 ± 350
Hähnle <i>et al.</i> [27]	PECVD	5% / 95%	350	1000	500	7'0"	250 ± 15	36 ± 5

A2.3. Calendrier des tests

Les test A2.1. et A2.2. seront demandés :

- A la fin de la production de l'équipement, avant expédition (recette d'usine),
- Après livraison, installation et formation de l'équipement (recette utilisateur).

A2.4. Recette utilisateur réduite

Dans l'éventualité où il serait impossible de connecter l'équipement à la ligne de silane à cause d'un retard dans la livraison de la salle blanche, la recette utilisateur consistera à montrer, dans la mesure du possible, que l'équipement n'a pas été endommagé lors de sa livraison. En particulier, il sera vérifié les fonctions suivantes :

- Génération de vide dans le sas et la chambre de dépôt (vide limite, temps pour atteindre le vide limite)
- Ouverture et fermeture des vannes automatisées
- Chargement et déchargement d'échantillons
- Régulation de température
- Allumage d'un plasma (Ar ou O₂, RF et LF)
- Bon fonctionnement des détecteurs