

Installation et procédé de distribution d'un mélange de gaz pour le dopage de plaquettes de silicium

- 5 La présente invention concerne une installation de distribution d'un mélange de gaz destiné à être utilisé par une unité de dopage de plaquettes de silicium. L'installation permet une distribution du mélange directement sur le site d'utilisation ainsi qu'un ajustement du débit de mélange produit par l'installation en fonction du débit consommé par l'unité consommatrice. L'invention porte également sur un ensemble
10 de dopage de plaquettes de silicium comprenant une telle installation.

En particulier, une installation et un procédé selon l'invention sont destinés à distribuer des mélanges de gaz purs ou de de pré-mélanges de gaz, notamment à distribuer des mélanges de gaz dits porteurs et de gaz dits dopants.

- Notons que les termes « unité de dopage », peuvent s'entendre aussi bien d'une entité
15 de dopage unique que de plusieurs entités alimentées en parallèle par le mélange de gaz, notamment plusieurs entités agencées en aval d'un boîtier de dérivation.

La présente invention s'applique notamment au dopage des plaquettes de silicium dans le processus de réalisation de semi-conducteurs.

- Dans le processus de fabrication des circuits intégrés pour l'électronique, les
20 technologies de fabrication des semi-conducteurs sont basées principalement sur la modification intrinsèque de la matrice comportant les atomes de silicium en y insérant des éléments dits dopants, afin de rendre le silicium semi-conducteur. Les éléments dopants connus sont par exemple le germanium, le phosphore, l'arsenic, l'antimoine, le bore, le gallium, l'aluminium.

- 25 Dans les procédés les plus utilisés de dopage, au phosphore ou au bore par exemple, les plaquettes de Silicium sont introduites dans un four et portées à une température comprise généralement entre 800°C et 1200°C. Des mélanges de gaz dopants et de gaz porteurs sont apportés dans l'enceinte du four. Le gaz porteur a pour rôle de transporter le gaz dopant sur la surface de la plaquette de silicium.

- 30 Habituellement, les mélanges de gaz sont conditionnés sous forme comprimée ou liquéfiée dans des bouteilles de gaz. Le remplissage d'une bouteille de gaz s'effectue

en mode séquentiel, les constituants du mélange étant introduits les uns après les autres dans la bouteille. Pour chaque constituant, un contrôle de la quantité de gaz introduit dans la bouteille est réalisé, soit par suivi de la pression dans la bouteille pendant et après l'introduction du constituant, soit par pesée de la bouteille lors de l'introduction du constituant. Une telle installation de conditionnement de mélanges de gaz est notamment décrite dans le document WO2010/031940A1.

Afin de garantir à l'utilisateur la fiabilité et la reproductibilité des performances et/ou des résultats procurés par l'unité consommatrice de gaz, il est nécessaire de réaliser des mélanges de gaz offrant une grande précision sur les concentrations de chaque constituant. Selon les applications, la tolérance maximale de variation des valeurs effectives des concentrations par rapport aux valeurs cibles peut être inférieure à 1% (% relatif), voire inférieure 0,5% ou même inférieure à 0,1%. De telles tolérances sont d'autant plus difficiles à respecter que le nombre de constituants est grand et/ou que leurs teneurs sont faibles.

C'est le cas en particulier avec les mélanges dopants pour la fabrication des circuits intégrés qui mettent en jeu des débits de mélanges et des teneurs en gaz dopant relativement faibles. Cela nécessite d'améliorer encore le contrôle des teneurs en gaz dopants et d'en assurer la précision et la stabilité, contrôle qui s'avère encore plus critique du fait de la nature des gaz dopants dont les constituants sont potentiellement inflammables, pyrophoriques et/ou toxiques.

Selon la précision requise, les méthodes de conditionnement actuelles peuvent se révéler insuffisantes. En particulier, le conditionnement manométrique par contrôle de la pression offre une précision limitée intrinsèquement par la précision du capteur de pression et par les variations de la température qui influence le calcul de la quantité de gaz. A l'incertitude sur les valeurs de concentration du mélange de gaz fabriqué s'ajoute les écarts de concentrations entre les mélanges conditionnés dans différentes bouteilles. De tels écarts peuvent faire varier sensiblement les résultats produits par l'unité consommatrice à chaque changement de bouteille.

Le conditionnement gravimétrique par pesée des constituants offre une plus grande précision sur la composition du mélange mais impose toujours un procédé par étape avec remplissage de bouteilles.

Or, l'utilisation de bouteilles conduit à une autonomie limitée pour l'utilisateur avec un arrêt de la distribution difficilement prévisible lorsque la consommation du mélange de gaz varie. Les délais d'approvisionnement des mélanges de gaz pouvant être relativement longs, l'utilisateur doit gérer son stock de bouteilles afin d'assurer une

5 continuité de sa production.

De plus, la mise en bouteille des mélanges a lieu dans des centres de conditionnement aménagés spécifiquement pour ce type d'opérations. Les bouteilles doivent ensuite être acheminées vers leur site d'utilisation, ce qui impose une logistique dédiée. Des contraintes liées au transport de marchandises dangereuses se présentent aussi

10 lorsqu'il s'agit de transporter des mélanges de gaz à constituants inflammables, pyrophoriques, toxiques et/ou anoxiants.

Par ailleurs, les opérations de connexion/déconnexion des bouteilles sont fastidieuses pour les utilisateurs et augmentent le risque de contaminer le mélange de gaz avec de l'air ambiant. Les bouteilles nécessitent également une préparation spécifique avant

15 remplissage incluant des étapes de nettoyage, passivation, ...

L'invention a pour but de pallier tout ou partie des inconvénients mentionnés ci-dessus, notamment en proposant une installation de distribution d'un mélange de gaz destiné à être utilisé par une unité de dopage de plaquettes de silicium, ladite installation permettant de contrôler précisément la composition du mélange, tout en offrant une

20 continuité et une flexibilité de distribution, en fonction notamment des besoins au point de consommation du mélange.

A cette fin, la solution de l'invention est une installation Installation de distribution d'un mélange de gaz apte et destiné à être utilisée dans une unité de dopage de plaquettes de silicium, ladite installation comprenant :

- 25
- une source d'un gaz dopant,
 - une source d'un gaz porteur,
 - un dispositif mélangeur relié fluidiquement au récipient de gaz dopant et à la source de gaz porteur, ledit dispositif mélangeur étant configuré pour produire à une sortie un mélange de gaz comprenant le gaz dopant et le gaz porteur,
- 30
- un premier organe régulateur de débit et un deuxième organe régulateur de débit configurés pour réguler respectivement le débit du gaz dopant et le débit

du gaz porteur s'écoulant vers le dispositif mélangeur suivant une première consigne de débit et une deuxième consigne de débit définissant en fonctionnement, un débit de production du mélange de gaz à la sortie du dispositif mélangeur,

- 5 - une unité de commande configurée pour commander les premier et deuxième organes régulateurs de débit de façon à ajuster la première consigne de débit et la deuxième consigne de débit selon des proportions respectives par rapport au débit de production, lesdites proportions respectives étant déterminées en fonction d'au moins une teneur cible du mélange de gaz en le gaz dopant et/ou
- 10 le gaz porteur,
- un réservoir tampon relié par une canalisation de sortie à la sortie du dispositif mélangeur d'une part et à une ligne de distribution d'autre part, la ligne de distribution étant configurée pour distribuer le mélange de gaz vers une unité de dopage de plaquettes de silicium avec un débit de consommation
- 15 représentatif d'une consommation variable du mélange de gaz,
- au moins un capteur de mesure configuré pour mesurer une grandeur physique dont la variation est représentative d'une variation du débit de consommation distribué par la ligne de distribution et pour fournir un premier signal de mesure de ladite grandeur physique, l'unité de commande étant reliée au capteur de
- 20 mesure et configurée pour élaborer un premier signal de commande à partir du premier signal de mesure, les organes régulateurs de débit étant configurés pour ajuster la première consigne de débit et la deuxième consigne de débit en réponse audit premier signal de commande.

25 Selon le cas, l'invention peut comprendre l'une ou plusieurs des caractéristiques énoncées ci-après.

L'installation comprend une première unité d'analyse agencée en aval du réservoir tampon (et configurée pour analyser au moins une teneur respective en le gaz dopant et/ou le gaz porteur du mélange de gaz distribué par la ligne d'alimentation.

30 L'installation comprend un premier conduit de prélèvement reliant la première unité d'analyse à la ligne d'alimentation en un premier point de prélèvement et un premier conduit de restitution reliant la première unité d'analyse à la ligne d'alimentation en un premier point de restitution, le point de restitution étant situé en aval du premier point

de prélèvement sur la ligne d'alimentation, un détendeur étant monté sur la ligne d'alimentation entre le premier point de prélèvement et le premier point de restitution, de préférence le détendeur est monté en amont du capteur de mesure.

5 L'installation comprend une deuxième unité d'analyse configurée pour mesurer au moins une teneur en le gaz dopant et/ou le gaz porteur du mélange de gaz produit à la première sortie du dispositif mélangeur et pour fournir en conséquence au moins un deuxième signal de mesure, l'unité de commande étant reliée à la deuxième unité d'analyse et configurée pour élaborer un deuxième signal de commande à partir du deuxième signal de mesure et pour modifier la proportion de la première consigne de débit et/ou la proportion de la deuxième consigne de débit par rapport au débit de production en réponse audit deuxième signal de commande.

15 L'installation comprend un deuxième conduit de prélèvement reliant la deuxième unité d'analyse à la canalisation de sortie en un deuxième point de prélèvement et un deuxième conduit de restitution reliant la deuxième unité d'analyse à la canalisation de sortie en un deuxième point de restitution, le point de restitution étant situé en aval du premier point de prélèvement sur la canalisation de sortie, un déverseur étant monté sur la canalisation de sortie, entre le deuxième point de prélèvement et le deuxième point de restitution.

20 L'installation est configurée pour distribuer un mélange ayant une teneur en le gaz dopant comprise entre 0,0001 et 50%, de préférence comprise entre 0,05 et 30% (% en volume).

La source de gaz dopant contient du tétrahydure de germanium (GeH_4), de la phosphine (PH_3), de l'arsine (AsH_3) et/ou du diborane (B_2H_6) et/ou la source de gaz porteur contient de l'hydrogène (H_2), de l'azote (N_2) et/ou de l'argon (Ar).

25 La source de gaz dopant contient un pré-mélange gazeux formé de gaz dopant et de gaz porteur.

L'installation comprend une première boucle d'asservissement des première et deuxième consignes de débit sur le premier signal de mesure fourni par le capteur de mesure, ladite première boucle comprenant :

30

- un premier comparateur agencé au sein de l'unité de commande et configuré pour élaborer au moins un premier signal d'erreur à partir du premier signal de mesure,
- 5 - un premier correcteur agencé au sein de l'unité de commande, en particulier du type proportionnel, intégral et dérivé, et configuré pour élaborer le premier signal de commande à partir du premier signal d'erreur,
- 10 - des actionneurs des premier et deuxième organes régulateurs de débit reliés au premier correcteur configurés pour recevoir le premier signal de commande et déplacer les premier et deuxième organes régulateurs de débit dans des positions respectives dans lesquelles la première consigne de débit et la deuxième consigne de débit sont conformes au premier signal de commande.

L'installation comprend une deuxième boucle d'asservissement des proportions respectives de la première consigne de débit et/ou de la deuxième consigne de débit par rapport au débit de production sur le deuxième signal de mesure fourni par la
15 deuxième unité d'analyse, la deuxième boucle comprenant :

- un deuxième comparateur agencé au sein de l'unité de commande et configuré pour élaborer au moins un deuxième signal d'erreur à partir d'une comparaison du deuxième signal de mesure avec au moins un paramètre choisi parmi : une teneur cible en le gaz dopant, une teneur cible en le gaz porteur,
- 20 - un deuxième correcteur agencé au sein de l'unité de commande, en particulier du type proportionnel, intégral et dérivé, et configuré pour élaborer le deuxième signal de commande à partir du deuxième signal d'erreur,
- 25 - les actionneurs des premier et/ou deuxième organes régulateurs de débit reliés au deuxième correcteur et configurés pour déplacer les premier et/ou deuxième organes régulateurs de débit dans des positions respectives dans lesquelles les proportions des première consigne de débit et/ou de deuxième consigne de débit par rapport au débit de production sont conformes au deuxième signal de commande.

Le capteur de mesure comprend un capteur de débit ou débitmètre configuré pour
30 mesurer le débit de consommation.

Le premier comparateur est configuré pour élaborer au moins un premier signal d'erreur représentatif d'une variation du débit de consommation et le premier

correcteur est configuré pour élaborer un premier signal de commande commandant un déplacement des premier et deuxième organes régulateurs de débit de sorte que les première et deuxième consignes de débits varient dans le même sens que celui de la variation du débit.

- 5 Le capteur de mesure comprend un capteur de pression configuré pour mesurer la pression régnant dans le réservoir tampon.

Le premier comparateur est configuré pour élaborer un premier signal d'erreur représentatif d'une variation de la pression dans le réservoir tampon et le premier correcteur est configuré pour élaborer au moins un premier signal de commande
10 commandant un déplacement des premier et deuxième organes régulateurs de débit de sorte que les première et deuxième consignes de débits varient dans un sens opposé à celui de la variation de la pression.

En outre, l'invention concerne un ensemble comprenant une unité de dopage de plaquettes de silicium comprenant un four doté d'une enceinte associée à des moyens
15 de chauffage et d'un support agencé dans ladite enceinte sur lequel des plaquettes sont installées, le four comportant des moyens d'introduction d'un mélange de gaz dopant et de gaz porteur dans l'enceinte, caractérisée en ce qu'elle comprend en outre une installation selon l'invention, lesdits moyens d'introduction étant reliés fluidiquement à la ligne d'alimentation de ladite installation.

- 20 L'invention va maintenant être mieux comprise grâce à la description détaillée suivante faite à titre illustratif et non limitatif en référence aux figures annexées décrites ci-après.

Fig. 1 schématise le fonctionnement d'une installation selon un mode de réalisation de l'invention.

- Fig. 2 schématise une première boucle d'asservissement selon un mode de réalisation
25 de l'invention.

Fig.3 représente un exemple d'évolution dans le temps de la pression régnant dans le réservoir tampon et du débit de production de l'installation.

- Fig. 4 représente un exemple d'évolution contrôlée de la teneur en un constituant du mélange de gaz distribué par une installation selon un mode de réalisation de
30 l'invention.

Fig. 5 représente un exemple d'évolution dans le temps du débit de mélange de gaz distribué par une installation selon un mode de réalisation de l'invention avec la teneur en un constituant du mélange mesurée au cours de cette évolution.

La figure 1 représente une installation selon l'invention comprenant une source de gaz dopant 1 et une source de gaz porteur 2. Ces gaz peuvent être des corps purs, simples ou composés, ou des pré-mélanges de plusieurs corps purs, en particulier un corps pur dilué avec un autre.

Par « dopant », on entend un gaz apte et adapté au dopage du silicium dans le domaine des semi-conducteurs, c'est-à-dire un gaz permettant d'introduire dans la matrice de silicium des atomes d'un autre matériau afin de modifier les propriétés de conductivité du silicium. En tant que gaz dopant, on pourra notamment utiliser du tétrahydure de germanium (GeH_4), de la phosphine (PH_3), du diborane (B_2H_6), de l'arsine (AsH_3).

Par « porteur » on entend un gaz apte et adapté à transporter le gaz dopant jusqu'à la matrice de silicium, de préférence un gaz formé d'un ou plusieurs corps purs inertes tels l'hydrogène (H_2), l'azote (N_2) ou l'argon (Ar).

Notons que les termes « gaz dopant » peuvent couvrir un corps pur dopant, un mélange de plusieurs corps purs dopants ou un pré-mélange comprenant un corps pur dopant dilué dans un corps pur non dopant. Avantageusement, le gaz dopant est formé d'un corps pur dopant dilué dans un autre corps pur qui est de même nature que celui formant le gaz porteur. Les dopants étant très réactifs, certains sont habituellement stockés à très basse température, typiquement -30°C , à l'état liquide, afin d'en assurer la stabilité. En utilisant un pré-mélange de gaz dopant dilué dans du gaz porteur, le dopant est stocké sous forme de mélange gazeux, ce qui assure la stabilité du dopant ainsi qu'une meilleure homogénéité.

Ainsi, on pourra utiliser un gaz dopant composé d'un corps pur dopant, en particulier de 1 à 30% de corps pur dopant, de préférence de 1 à 15%, et de gaz porteur pour le reste, pour fournir au final des mélanges dopants ayant des teneurs en gaz dopant allant de 0,0001% à 30 % dans le gaz porteur. Par exemple, le gaz dopant pourra comprendre en tant que corps pur dopant du B_2H_6 avec une teneur de 10% dans H_2 , mélangé ensuite avec du H_2 , pour fournir des mélanges dopants avec des teneurs de B_2H_6 dans H_2 allant de 0,05% à 5%.

De préférence, chacune des sources de gaz est un récipient contenant ledit gaz, en particulier une bouteille de gaz, typiquement une bouteille pouvant présenter un volume en eau jusqu'à 50 L, ou un ensemble de bouteilles raccordées entre elles pour former un cadre de bouteilles ou un réservoir de plus grande contenance, notamment
5 une contenance jusqu'à 1000 L, tel un réservoir de stockage cryogénique ou un réservoir agencé sur un camion-remorque.

En particulier, la source de gaz dopant est un récipient contenant un gaz dopant et la source de gaz porteur est un récipient contenant un gaz porteur.

De préférence, les sources distribuent des fluides à l'état gazeux. Avant distribution,
10 les fluides peuvent être stockés à l'état gazeux, à l'état liquide, i. e. de gaz liquéfiés, ou diphasique liquide/gaz. De préférence, dans le cas d'un pré-mélange dopant, celui-ci sera stocké à l'état gazeux.

La figure 1 illustre le cas où l'installation est configurée pour produire un mélange de gaz binaire, i. e. à deux constituants, à partir de deux récipients de gaz. Bien entendu,
15 une installation selon l'invention pourra comprendre plus de deux sources de gaz et produire des mélanges à plus de deux constituants, en particulier des mélanges de gaz ternaires ou quaternaires.

Chacun des récipients de gaz dopant 1 et de gaz porteur 2 est relié par une première canalisation 21 et une deuxième canalisation 22 à des premier et deuxième organes
20 régulateurs de débit respectifs 41, 42. Ceux-ci sont prévus pour réguler les débits de gaz dopant et de gaz porteur s'écoulant vers le dispositif mélangeur de gaz 3. De préférence, les canalisations 21, 22 se rejoignent en un point de raccordement 31 situé en amont du dispositif mélangeur 3 pour former une portion commune de canalisation reliée à une entrée 32 du dispositif mélangeur. Un mélange des gaz dopant et gaz
25 porteur entre ainsi dans le dispositif 3 pour y être encore mélangé et homogénéisé. Notons qu'il est aussi envisageable que les canalisations 21, 22 débouchent dans deux entrées distinctes 32a, 32b du dispositif mélangeur 3.

De préférence, chacune des canalisations 21, 22 est munie d'un détendeur et d'un capteur de pression afin de mesurer et de contrôler la pression régnant dans ces
30 canalisations. Les pressions des gaz dopant et gaz porteur peuvent être chacune maintenue constantes, typiquement à une valeur comprise entre 1 et 10 bar.

Chaque organe régulateur de débit 41, 42 peut être tout moyen configuré pour régler, réguler, ajuster le débit d'écoulement d'un fluide pour l'amener à une valeur de débit la plus proche de la valeur souhaitée.

Typiquement, les organes régulateurs de débit 41, 42 comprennent chacun un capteur
5 de débit, ou débitmètre, associé à un organe de détente, tel une vanne, par exemple une vanne à réglage proportionnel. La vanne peut être pneumatique ou piézoélectrique, analogique ou numérique. La vanne comprend une partie mobile, typiquement au moins un obturateur, qui est placé dans le débit de fluide et dont le déplacement permet de faire varier la section de passage, et ainsi faire varier le débit
10 pour l'amener à la valeur de consigne. En particulier, les organes régulateurs de débit 41, 42 peuvent être des régulateurs de débit massique comprenant un capteur de débit massique et une vanne de contrôle proportionnelle. Notons que même si la régulation est basée sur une mesure de masse de fluide, les valeurs de débits de consigne et mesurées ne sont pas nécessairement exprimées en masse. Ainsi, une consigne de
15 débit volumique peut être exprimée en pourcentage d'ouverture de la vanne de contrôle proportionnelle, auquel correspond une valeur de tension à appliquer à la vanne de contrôle de l'organe régulateur. La conversion entre pourcentage d'ouverture en valeur de débit massique ou volumique se fait en connaissant la valeur nominale du débit régulé pour une ouverture à 100%.

20 Selon une réalisation avantageuse, la vanne est piézoélectrique. Ce type de vanne offre une grande précision, une bonne reproductibilité permettant la surveillance de la tension appliquée à la vanne. De telles vannes sont aussi peu sensibles aux champs magnétiques et au bruit radiofréquence. Leur consommation d'énergie est faible avec une génération de chaleur minimale. La surface de contrôle métal sur métal réduit,
25 voire élimine, les réactions avec le gaz. Enfin, du fait d'un volume de cavité de contrôle de débit relativement faible, notamment par rapport à celui d'une électrovanne, il est possible d'avoir un remplacement rapide du gaz et une excellente réponse dynamique.

En pratique, les premier et deuxième organes régulateurs de débit 41, 42 permettent de réguler respectivement le débit du gaz dopant et le débit du gaz porteur entrant
30 dans le mélangeur 3 suivant une première consigne de débit D1 et une deuxième consigne de débit D2. A la sortie 33 du dispositif mélangeur 3 le mélange de gaz dans une canalisation de sortie 23 avec un débit de production DP qui correspond, dans le cas d'une installation à deux sources de gaz, à la somme des deux débits D1 et D2 de

gaz dopant et gaz porteur. Si l'installation comprend par exemple une source d'un troisième gaz, le débit DP sera la somme de débits D1, D2, D3 régulés par des organes régulateurs de débit 41, 42, 43 correspondants en direction du dispositif mélangeur 3.

5 L'installation selon l'invention comprend en outre une unité de commande 5 qui est reliée aux premier et deuxième organes régulateurs de débit 41, 42 de façon à commander leur fonctionnement, en particulier de façon à ajuster les valeurs de consigne D1, D2 pour les amener à des valeurs qui sont déterminées et adaptées en fonction de conditions de fonctionnement de l'installation.

10 Pour ce faire, les organes régulateurs de débit 41, 42 comprennent chacun avantageusement un système à boucle fermée qui se voit donner des consignes de débit par l'unité de commande 5. Ces consignes sont ensuite comparées par le système à boucle fermée avec les valeurs mesurées par les organes régulateurs de débit 41, 42 et leurs positions sont ajustées par ledit système en conséquence pour envoyer les débits les plus proches possibles de D1, D2 vers le dispositif mélangeur 3.

Avantageusement, l'unité de commande 5 comprend un automate programmable, également appelé système « PLC » pour « Programmable Logic Controller » en anglais, c'est-à-dire un système de contrôle d'un procédé industriel comprenant une interface homme-machine pour la supervision et un réseau de communication numérique. Le système PLC peut comprendre plusieurs contrôleurs modulaires qui commandent les sous-systèmes ou équipements de contrôle de l'installation. Ces équipements sont configurés chacun pour assurer au moins une opération parmi : l'acquisition des données d'au moins un capteur de mesure, le contrôle d'au moins un actionneur relié à au moins un organe contrôleur de débit, la régulation et l'asservissement de paramètres, la transmission de données entre les différents équipements du système.

25 L'unité de commande 5 peut ainsi comprendre au moins l'un parmi : un microcontrôleur, un microprocesseur, un ordinateur. L'unité de commande 5 peut être reliée aux différents équipements de contrôle de l'installation, notamment aux organes régulateurs de débit 41, 42, au capteur 8, et communiquer avec lesdits équipements par des liaisons électriques, Ethernet, Modbus... D'autres modes de liaisons et/ou

transmission d'informations, sont envisageables pour tout ou partie des équipements de l'installation, par exemple par liaisons radiofréquence, WIFI, Bluetooth...

Dans un premier temps, la logique électronique 5 calcule une proportion prédéterminée du débit D1 par rapport à un débit de production DP et/ou une
5 proportion prédéterminée du débit D2 par rapport à DP, i. e. des ratios $D1/DP$ et/ou $D2/DP$ prédéterminés, en fonction d'une teneur cible C1 du mélange de gaz en le gaz dopant et/ou d'une teneur cible C2 du mélange de gaz en le gaz porteur.

De préférence, la logique électronique 5 n'effectue pas de calcul du débit du gaz porteur D2 à partir d'une teneur cible C2 en gaz porteur mais règle D2 par déduction
10 à partir de D1. D2 correspond alors à DP auquel on soustrait D1. De préférence, la logique électronique 5 calcule une proportion prédéterminée du débit D1 par rapport à DP à partir d'une teneur cible C1 qui est celle du gaz minoritaire du mélange.

Notons que pour un mélange ternaire par exemple, le réglage de D1 et D2 pourra se faire à partir de teneurs cibles respectives C1, C2, la troisième consigne de débit D3
15 en le troisième gaz étant déduite des valeurs de D1 et D2.

Selon une possibilité de mise en œuvre, l'unité de commande 5 comprend une interface homme-machine 300 comprenant une interface de saisie, par exemple un écran tactile, permettant la saisie par un utilisateur de ladite au moins une teneur cible du gaz dopant et/ou du gaz porteur dans le mélange de gaz. Par exemple, les teneurs
20 peuvent être exprimées en pourcentage volumique de premier ou gaz porteur présent dans le mélange de gaz. De façon plus générale, l'interface homme-machine 300 peut permettre à l'utilisateur de donner des instructions à l'unité de commande 5.

Les organes régulateurs de débit 41, 42 reçoivent pour consigne de l'unité de commande 5 de réguler l'écoulement des gaz dopant et gaz porteur aux consignes respectives D1, D2 déterminées à partir de la composition cible pour le mélange de
25 gaz. C'est avec ces débits que le gaz dopant et le gaz porteur entrent dans le dispositif mélangeur 3.

Typiquement, le dispositif mélangeur 3 comprend un volume mélangeur commun dans lequel débouchent l'entrée 32 et la sortie 33 et dans lequel le mélange est
30 homogénéisé. On pourra par exemple utiliser un mélangeur 3 du type mélangeur statique permettant un mélange en continu des fluides entrant dans le mélangeur. Ce type de mélangeur comprend généralement au moins un élément perturbateur, telle

une plaque, une portion de tuyau, un insert, apte à perturber l'écoulement des fluides, générer des pertes de charges et/ou des turbulences pour favoriser le mélange des fluides et son homogénéisation.

Un mélange des gaz dopant et gaz porteur est donc produit à la sortie 33 du dispositif
5 mélangeur 3 avec un débit de production DP. Les débits D1 et D2 sont conditionnés par le débit DP et par les teneurs C1, C2 souhaitées en gaz dopant et gaz porteur.

Un problème qui se pose concerne la distribution d'un mélange de gaz vers une unité consommatrice 10 dont la demande en mélange de gaz est fluctuante. Il s'ensuit que le débit d'acheminement du mélange de gaz vers le point 10 va varier.

10 Afin d'adapter le débit de mélange de gaz produit en sortie du dispositif mélangeur au débit de gaz consommé, la présente invention propose de relier la sortie 33 du mélangeur 3 à l'entrée d'un réservoir tampon 7 par la canalisation de sortie 23. Une ligne de distribution 6 est reliée fluidiquement à une sortie du réservoir tampon 7 et permet, en fonctionnement, de distribuer le mélange vers l'unité consommatrice 10.

15 Notons que l'installation peut comprendre une ligne de mise à l'air 25 reliée fluidiquement au réservoir tampon 7 avec un évent 15 associé à une soupape, utile en cas de surpression, et à une vanne contrôlant le passage du mélange vers une unité de retraitement de gaz. La vanne permet, au cours des phases de démarrage de la distribution à l'unité consommatrice, de purger les canalisations de l'installation et le
20 réservoir tampon 7.

La distribution du mélange de gaz à l'unité consommatrice 10 a donc lieu à partir du réservoir tampon 7 avec un débit de consommation DC correspondant à la consommation en mélange par l'unité consommatrice 10. Si le débit DC varie au cours du fonctionnement de l'installation de distribution, le débit de production DP en amont
25 du réservoir tampon 7 peut ne plus correspondre à la demande en mélange. Le réservoir tampon 7, grâce au volume supplémentaire qu'il procure sur le circuit de fluide, permet d'assurer une distribution au débit DC même s'il ne correspond pas au débit DP. En particulier, si DP est supérieur à DC, le réservoir 7 évite que le mélange de gaz ne soit forcé vers la ligne de distribution et absorbe ainsi la surproduction. Et si
30 DP est inférieur à DC, le réservoir tampon 7 forme une réserve de mélange dans laquelle l'utilisateur peut puiser, par exemple lorsqu'une consommation débute trop

rapidement avec un débit de consommation élevé, ce qui permet d'assurer la distribution au débit DC même en situation de sous-production.

En outre, l'installation comprend un capteur de mesure 8 qui mesure une grandeur physique dont la variation est représentative d'une variation du débit de consommation DC s'écoulant dans la ligne de distribution 6 et fournit un premier signal de mesure correspondant à l'unité de commande 5. En particulier, le premier signal de mesure peut comprendre plusieurs mesures successives réalisées par le capteur 8. L'unité 5 le reçoit et élabore un premier signal de commande qui est transmis aux organes régulateurs de débit 41, 42 de façon à ajuster la première consigne de débit D1 et la deuxième consigne de débit D2 conformément au premier signal de commande.

La présente invention permet ainsi de recalculer les consignes de débit D1, D2 paramétrées initialement pour les adapter à une variation du débit de consommation DC et donc à la demande de l'utilisateur. Le dispositif mélangeur 3 produit un débit de mélange dont le contrôle est associé au débit consommé.

Notons qu'en parallèle, l'unité de commande 5 continue de contrôler les ratios D1/DP et D2/DP de manière à ce qu'ils soient conformes aux teneurs en gaz dopant et gaz porteur souhaitées pour le mélange de gaz.

Le procédé selon l'invention met avantageusement en œuvre une phase dite de démarrage lors du début d'une consommation de mélange par l'unité consommatrice, alors qu'aucune consommation n'était détectée avant. Pendant cette phase de démarrage, on passe d'un débit de production DP nul à une production d'un mélange des gaz dopant et gaz porteur avec un débit de production DP prédéterminé.

En pratique, en phase de démarrage, l'utilisateur peut démarrer la production de mélange de gaz avec un débit DP prédéterminé qui peut être fixé à une valeur minimale dite de démarrage correspondant à un pourcentage prédéterminé du débit de production maximal pouvant être produit. Ce débit de production maximal correspond à la somme d'une première valeur maximale de débit et d'une deuxième valeur maximale de débit que les premier et deuxième organes régulateurs 41, 42 sont conçus pour distribuer. Avantageusement, le pourcentage prédéterminé est d'au moins 25%, de préférence au moins 35 % et de préférence encore au moins 50% du débit de production maximal. Cela permet d'utiliser le capteur qui mesure le débit dans

les régulateurs de débit D1, D2 dans sa plage de fonctionnement optimale et la plus précise.

Notons que pendant la distribution à l'unité consommatrice, le mélange de gaz produit peut être distribué à l'évent 15, dans le cas notamment où la composition du mélange ne serait pas conforme à la composition cible.

L'utilisateur peut éventuellement dans un premier temps paramétrer un débit de production plus élevé que le débit de consommation DC attendu afin de remplir le réservoir tampon 7 et y constituer une réserve de mélange.

Après la phase de démarrage de la consommation, suit une phase de régulation de la production au cours de laquelle le débit de production DP est ajusté en fonction du débit de consommation DC. Au cours de la phase de régulation, l'unité de commande 5 surveille le débit de consommation DC via les mesures reçues du capteur de mesure 8. Si une modification du débit de consommation DC est détectée, l'unité de commande 5 élabore un premier signal de commande pour adapter les débits D1, D2 distribués en amont du mélangeur afin d'amener le débit DP en adéquation avec le débit DC modifié.

De préférence, le capteur de mesure 8 réalise des mesures en continu ou quasi-continu. De préférence, l'unité de commande 5 est configurée de sorte que l'élaboration du premier signal de commande et/ou la transmission du premier signal de commande aux organes régulateurs de débit n'a lieu qu'à un intervalle de temps prédéterminé, en particulier un intervalle de l'ordre de l'ordre de 1 à 60 secondes. Dit autrement, les consignes de débit sont maintenues pendant cet intervalle de temps, sans qu'un ajustement des consignes ne soit commandé par l'unité de commande 5. Cela permet d'éviter une réaction de l'installation suite à des fluctuations intempestives du débit DC ou bien d'éviter de générer des variations trop rapides du débit DP qui pourraient donner lieu à des erreurs de fonctionnement.

Eventuellement, selon l'amplitude et/ou la vitesse de variation du débit DC, l'unité de commande 5 peut être configurée pour, au moins temporairement, maintenir le débit de production DP. Par exemple, si le débit de consommation DC augmente, l'unité consommatrice 10 peut puiser dans le réservoir tampon 7 pour palier la sous production du mélangeur 3. Si le débit de consommation DC diminue, le réservoir tampon 7 peut se remplir pour amortir la surproduction du mélangeur 3.

De préférence, l'unité de commande 5 est configurée de façon à arrêter les flux de gaz lorsque la grandeur physique mesurée par le capteur 8 est représentative d'un débit de consommation DC nul. Ainsi, en l'absence de demande, l'installation ne produit pas de mélange de gaz. L'unité de commande 5 peut aussi être configurée pour arrêter les flux de gaz si la grandeur physique mesurée par le capteur 8 est représentative d'un débit de consommation DC est faible, i. e. inférieur à un seuil de débit bas donné, afin d'éviter une surpression dans le réservoir tampon 7. L'unité de commande 5 peut aussi être configurée pour générer un signal d'alarme lorsque la grandeur physique mesurée par le capteur 8 est représentative d'un débit de consommation DC supérieur à un seuil de débit haut donné.

Avantageusement, l'installation selon l'invention met en œuvre une première boucle d'asservissement des première et deuxième consignes de débit D1, D2 sur le premier signal de mesure. Par « boucle d'asservissement » on entend généralement un système de contrôle d'un procédé dans lequel une grandeur réglante agit sur une grandeur réglée, i. e. une grandeur à asservir, pour l'amener le plus rapidement possible à une valeur de consigne et l'y maintenir. Le principe de base d'un asservissement est de mesurer, en permanence, l'écart entre la valeur réelle de la grandeur à asservir et la valeur de consigne que l'on désire atteindre, et de calculer la commande appropriée à appliquer à un ou plusieurs actionneurs de façon à réduire cet écart le plus rapidement possible. On parle également de système commandé en boucle fermée.

Dans la première boucle d'asservissement, la grandeur réglante est la grandeur physique mesurée par le capteur de mesure 8, la grandeur réglée est le débit de production DP, via le réglage des débits D1 et D2 de gaz dopant et gaz porteur. La consigne est variable selon les conditions de consommation du mélange.

Outre le capteur 8, la première boucle d'asservissement comprend un premier comparateur 11A agencé au sein de l'unité de commande 5 et configuré pour élaborer au moins un premier signal d'erreur à partir du premier signal de mesure. Le premier signal d'erreur peut être représentatif d'une variation de la grandeur physique mesurée. Il est avantageusement obtenu par comparaison avec au moins une mesure de ladite grandeur physique effectuée à un autre instant.

De plus, la première boucle comprend un premier correcteur 12A agencé au sein de l'unité de commande 5 et configuré pour élaborer le premier signal de commande à partir du premier signal d'erreur.

Le premier correcteur 12A envoie le signal de commande à des actionneurs qui commandent un déplacement, en réponse au premier signal de commande, des premier et deuxième organes régulateurs de débit 41, 42 dans des positions respectives dans lesquelles la première consigne de débit D1 et la deuxième consigne de débit D2 sont ajustées conformément au premier signal de commande. Typiquement, les actionneurs commandent le déplacement de parties mobiles au sein des organes régulateurs, lesquelles font varier les débits D1, D2 envoyés au dispositif mélangeur 3 dans un sens tendant à réduire l'écart entre les débits DP et DC.

De préférence, le premier correcteur 12A est du type proportionnel, intégral et dérivé (PID), ce qui permet d'améliorer les performances d'un asservissement grâce à trois actions combinées : une action proportionnelle, une action intégrale, une action dérivée.

De préférence, et comme évoqué précédemment, l'action correctrice de la première boucle d'asservissement n'est appliquée aux consignes D1, D2 qu'à un intervalle de temps prédéterminé, de préférence un intervalle compris entre 1 et 60 s, de préférence encore de l'ordre de 20 s, afin d'éviter des variations trop rapides du débit de production qui peuvent créer des erreurs. Cet intervalle de temps peut être un paramètre du premier correcteur 12A.

Le premier correcteur 12A peut comporter notamment un microprocesseur, des registres de mémoire, des instructions de programmation pour traiter le premier signal d'erreur et élaborer par calcul numérique les termes proportionnel, intégral, et dérivé de la boucle d'asservissement. Ces termes, qui peuvent être déterminés par calcul et/ou expérimentalement, sont combinés pour fournir le signal de commande des organes régulateurs 41, 42. Le terme dérivé du D peut éventuellement être nul.

La figure 1 illustre un mode de réalisation dans lequel le signal de mesure est obtenu par un capteur de débit 8, également appelé débitmètre, agencé sur la ligne de distribution 6 de façon à mesurer directement le débit de consommation DC distribué à l'unité consommatrice 10. Les signaux reçus et envoyés aux différents éléments de l'installation sont schématisés par les lignes en tirets référencées « A ».

Typiquement, si le débit DC augmente, le signal de commande ordonne une augmentation des première et deuxième consignes de débits D1, D2 et une diminution des première et deuxième consignes de débits D1, D2 si le débit DC diminue.

Notons que dans le cadre de l'invention, chacun des premier et deuxième organes régulateurs de débit 41, 42 peut se déplacer entre une position fermée dans laquelle la première consigne de débit D1 ou la deuxième consigne de débit D2 est nulle et une position totalement ouverte dans laquelle la première consigne de débit D1 ou la deuxième consigne de débit D2 présentent respectivement une première valeur maximale de débit ou une deuxième valeur maximale de débit.

Les premier et deuxième organes régulateurs de débit 41, 42 peuvent éventuellement occuper au moins une position intermédiaire entre la position fermée et la position ouverte. De préférence, ladite position intermédiaire correspondant à une première consigne de débit D1 ou une deuxième consigne de débit D2 supérieure ou égale à une première valeur minimale de débit ou une deuxième valeur minimale de débit. De préférence, la première valeur minimale de débit et/ou la deuxième valeur minimale de débit est égale à au moins 25%, de préférence encore au moins 35%, voire au moins 50%, de la première ou deuxième valeur maximale respective. Cela permet de travailler sur des plages de débit où la précision des organes régulateurs 41, 42, plus précisément la précision des capteurs de débit mis en œuvre dans les organes régulateurs, est meilleure.

Eventuellement, ces positions peuvent être prédéfinies, pour augmenter de façon incrémentale et contrôlée les débits dans la plage souhaitée, ce qui permet de mieux contrôler la précision du mélange, grâce à la première boucle d'asservissement.

Selon une variante de réalisation, l'installation met en œuvre un capteur de pression 8 mesurant la pression régnant dans le réservoir tampon 7 en tant que grandeur physique représentative du débit de consommation DC. Les fluctuations de débit de consommation DC sont ainsi déterminées de façon indirecte, via la détermination de fluctuations de pression dans le réservoir tampon 7. La représentation de la figure 1 reste applicable hormis que le signal de mesure est produit par le capteur 8 relié au réservoir tampon et non par le capteur 8 relié à la ligne 6.

Notons que l'installation selon l'invention peut comprendre deux capteurs 8, l'un de débit et l'autre de pression. Ces capteurs sont tels que décrits précédemment et

produisent chacun un premier signal de mesure respectif. En fonction de critères de choix prédéterminés, l'unité de commande 5 est configurée pour élaborer le premier signal de commande à partir du signal de mesure provenant de l'un ou l'autre des capteurs 8. De préférence, l'unité de commande 5 choisit d'utiliser le premier signal de mesure provenant de celui des deux capteurs de mesure 8 qui mesure une valeur de grandeur physique représentative du débit le plus élevé.

En pratique, si le débit de consommation DC augmente, le débit de production DP produit en sortie du dispositif mélangeur 3 va commencer à devenir insuffisant. L'installation consommatrice 10 va puiser dans le réservoir tampon 7 pour compenser la sous-production du mélangeur 3, entraînant une diminution de la pression dans le réservoir 7.

Le capteur de pression 8 envoie le premier signal de mesure au premier comparateur 11A qui élabore un premier signal d'erreur correspondant à l'information de baisse de pression et le transmet au premier correcteur 12A pour qu'il calcule un premier signal de commande appliqué aux premier et deuxième organes régulateurs de débit 41, 42 de sorte que les première et deuxième consignes de débits D1, D2 augmentent d'un facteur approprié, qui peut être déterminé par la première boucle de régulation.

Selon une possibilité de réalisation, le premier comparateur 11A est configuré pour élaborer au moins un premier signal d'erreur à partir d'une comparaison du premier signal de mesure avec au moins un paramètre choisi parmi : un seuil de pression bas, un seuil de pression haut. Ces seuils peuvent être ajustés en fonction des conditions opératoires, des caractéristiques de l'installation, ... Lorsque la pression dans le réservoir tampon 7 atteint le seuil de pression bas, le premier correcteur commande aux organes régulateurs de débit de réguler l'écoulement des gaz dopant et gaz porteur selon des consignes de débit D1, D2 données.

Ce mode de fonctionnement peut être mis en œuvre pendant les phases de régulation ainsi que pendant les phases de démarrage de la consommation. Dans le cas d'une phase de démarrage, dès que la pression dans le réservoir tampon 7 atteint le seuil de pression bas, on commande aux organes régulateurs de débit de réguler l'écoulement des gaz dopant et gaz porteur de manière à produire le mélange de gaz avec le débit DP fixé à la valeur de démarrage. En particulier, les consignes de débit D1, D2 peuvent correspondre respectivement à la première valeur minimale de débit

et à la deuxième valeur minimale de débit. Les organes régulateurs de débit 41, 42 commencent à produire chacun des débits minimaux conduisant à un débit DP égal à la valeur de démarrage jusqu'à atteindre le seuil de pression haut dans la réservoir tampon 7.

- 5 Selon une possibilité, si la pression dans le réservoir 7 n'augmente pas suffisamment, en particulier si le seuil de pression haut n'est pas atteint, ou si la pression n'augmente pas assez rapidement, les consignes de débit D1, D2 sont augmentées en suivant un schéma de régulation par le premier correcteur 12A, de préférence de type PID, dans lequel l'augmentation des débits est fonction de la baisse de la pression.
- 10 Si la pression dans le réservoir 7 atteint le seuil de pression haut, les organes régulateurs de débit 41, 42 peuvent être déplacés vers leur positions fermées respectives dans lesquelles les débits D1, D2 sont nuls.

La figure 2 schématise un exemple de l'effet d'une première boucle d'asservissement avec un premier correcteur de type PID dans lequel le débit de production DP, correspondant à la somme de D1 et D2, est corrigé en fonction de la variation de la
15 pression P7 dans le réservoir tampon 7. Le débit de production DP maximal de l'installation, correspondant à la somme des première et deuxième valeurs maximales de débit, est paramétré à 100 sL/min (litre standard par minute), i.e. 6 Nm³/h (normo mètre cube par heure). Le débit de production DP minimal de l'installation,
20 correspondant à la somme des première et deuxième valeurs minimales de débit, est paramétré à 25 sL/min (litre standard par minute), i.e. 1,5 Nm³/h. Les seuils de pression haute et basse sont paramétrés respectivement à 4 bar et 3,8 bar.

La figure 2 représente schématiquement différents cas de figures qui peuvent être rencontrés lors du fonctionnement de l'installation. Si DP=DC, la pression reste stable
25 à 4 bar (flèche grise en bas à droite de la figure 2). Par la suite, en supposant que DC>0 mais DP=0, la pression dans le réservoir tampon va baisser jusqu'à 3,8 bar (déplacement vers la gauche le long de la flèche grise). Cette pression est la pression de démarrage des régulateurs de débit. Le débit DP est à sa valeur minimale de démarrage, i. e. 25 sL/min. Dès que l'unité de commande a commandé les régulateurs
30 de débit pour produire un débit DP<DC, la pression va baisser jusqu'à ce qu'on atteigne un débit DC égal au débit DP maximal de l'installation, i. e. 100 sL/min (déplacement du bas vers le haut le long des flèches grises). Dès que DC diminue,

c'est-à-dire $DP > DC$, le réservoir tampon commence à se remplir et la pression augmente de 3,5 bar à 4 bar (en suivant les flèches avec traits noirs). 4 bar est la pression d'arrêt de remplissage du réservoir tampon.

Un exemple de ce qui se passe en pratique est représenté en figure 3 montrant l'évolution temporelle de la pression régnant dans le réservoir tampon (courbe en tirets) et du débit de production DP (courbe en trait plein). Au début du graphique (zone A) s'il n'y a pas de baisse de la pression, la consigne de débit reste à 0. Dès que la pression baisse (zone B), on donne des consignes de débit aux régulateurs de débit D1 et D2, qui sont incrémentés à un intervalle régulier si la pression ne se stabilise pas. Dès que la pression est stabilisée, on arrête de remplir le réservoir tampon (zone C). Si la pression chute de nouveau (zone D), les consignes des régulateurs de débit seront ajustées aux valeurs souhaitées afin de permettre de prévoir la consommation DC et maintenir la pression du réservoir tampon stable.

A noter que le normo mètre cube est une unité de mesure de quantité de gaz qui correspond au contenu d'un volume d'un mètre cube, pour un gaz se trouvant dans les conditions normales de température et de pression (0 ou 15 ou plus rarement 20°C selon les référentiels et 1 atm, soit 101 325 Pa). Pour un gaz pur, un normo mètre cube correspond à environ 44,6 moles de gaz.

Notons que le réservoir tampon présente avantageusement un volume interne égal à au moins la moitié du débit de production DP maximal DP de l'installation.

$$Volume\ tampon\ minimal = \frac{DP_{max}}{2}$$

Le respect de ce volume interne minimal permet d'absorber les variations de pression liées au caractère intempestif de DC. Le réservoir tampon peut présenter un volume interne d'au moins 1 L, voire au moins 50 L, voire encore 1000 L ou plus. De préférence, le volume interne du réservoir tampon sera compris entre 50 et 400 L. Le réservoir peut être formé d'un réservoir unique ou de plusieurs réservoirs reliés fluidiquement entre eux, le volume interne du réservoir tampon s'entendant alors de la somme des volumes des réservoirs.

Dans un mode de réalisation avantageux, visible sur la figure 1, l'installation peut comprendre en outre une première unité d'analyse 13 configurée pour analyser au moins une teneur en le gaz dopant et/ou le gaz porteur du mélange de gaz distribué

par la ligne d'alimentation 6. Cela permet notamment, au cours de la phase de démarrage de l'installation, de conditionner la distribution du mélange de gaz à la conformité des teneurs mesurées avec les teneurs cibles. Une tolérance de l'ordre de 0,01 à 5% (% relatif) par rapport aux teneurs cibles C1, C2 peut être fixée. Si le mélange produit n'est pas conforme, la production peut éventuellement être stoppée. De préférence, la première unité d'analyse 13 est configurée pour analyser la teneur en gaz dopant, qui peut être en particulier le gaz minoritaire dans le mélange de gaz.

Avantageusement, l'installation comprend un premier conduit de prélèvement 36 reliant la première unité d'analyse 13 à la ligne d'alimentation 6 en un premier point de prélèvement 36a. Une partie du mélange s'écoulant dans la ligne d'alimentation 6 depuis le réservoir 7 est ainsi prélevée par le premier conduit de prélèvement 36 pour être analysée dans la première unité d'analyse 13. Après passage dans la première unité d'analyse 13, le mélange prélevé retourne dans la ligne d'alimentation 6 par un premier conduit de restitution 37 raccordé à la ligne d'alimentation 6 en un premier point de restitution 37a qui est situé en aval du premier point de prélèvement 36a sur la ligne d'alimentation 6. Le mélange de gaz étant un gaz de dopage à haute précision et forte valeur ajoutée, ce schéma de recirculation évite le rejet et la perte du mélange. En outre, on s'affranchit d'un éventuel retraitement du mélange rejeté qui serait coûteux et complexe pour l'utilisateur au vu de la nature des gaz utilisés.

L'installation comprend en outre au moins un détendeur 51 monté sur la ligne d'alimentation 6 entre le premier point de prélèvement 36a et le premier point de restitution 37a. Le détendeur fonctionne en réducteur de pression aval et permet d'assurer le différentiel de pression nécessaire à l'écoulement du mélange de gaz dans les premiers conduits de prélèvement et de restitution 36, 37. En outre, le détendeur 51 est configuré pour réguler la pression du mélange de gaz distribué vers l'unité de dopage de plaquettes de silicium 10. On assure ainsi la stabilité de la pression au point d'utilisation du mélange afin de satisfaire aux exigences d'une unité de dopage au silicium en termes de précision et de stabilité des paramètres du mélange. En particulier, le détendeur 51 peut être monté en série sur la ligne d'alimentation 6.

L'installation selon l'invention peut aussi comprendre une deuxième unité d'analyse 14 agencée en amont du réservoir tampon 7 de façon à mesurer au moins une teneur en le gaz dopant et/ou le gaz porteur du mélange de gaz produit par le dispositif mélangeur 3. Selon le cas, l'invention peut comprendre l'une et/ou l'autre des première

13 et deuxième 14 unités d'analyse. La deuxième unité d'analyse 14 est configurée pour fournir en conséquence au moins un deuxième signal de mesure à destination de l'unité de commande 5, laquelle élabore un deuxième signal de commande à partir du deuxième signal de mesure. Le deuxième signal de commande est utilisé pour
5 commander l'un et/ou l'autre des organes régulateurs de débit 41, 42 de façon à ajuster l'une et/ou l'autre des proportions de la première consigne de débit D1 et de la deuxième consigne de débit D2 par rapport au débit de production DP de sorte que la composition effective du mélange de gaz sortant du dispositif mélangeur 3 se rapproche de la composition cible à teneurs C1, C2 (C2 étant de préférence déduit de
10 C1 et non mesurée). Les signaux reçus et envoyés aux différents éléments de l'installation dans le cadre du contrôle de la composition du mélange sont schématisés par les lignes en tirets « B ».

Ce contrôle des teneurs du mélange produit par le dispositif mélangeur permet de compenser d'éventuelles erreurs entre les débits effectivement réglés par les organes
15 régulateurs de débit 41, 42 et les consignes de débit D1, D2 qui leur sont appliquées. L'agencement d'un point de prélèvement situé entre la sortie du dispositif mélangeur et l'entrée du réservoir tampon 7 permet de détecter et de réagir plus rapidement à d'éventuelles variations de teneurs, évitant ainsi le risque de consommer un mélange non conforme.

20 Avantageusement, l'installation comprend un deuxième conduit de prélèvement 34 reliant la deuxième unité d'analyse 14 à la canalisation de sortie 23 en un deuxième point de prélèvement 34a et un deuxième conduit de restitution 35 reliant la deuxième unité d'analyse 14 à la canalisation de sortie 23 en un deuxième point de restitution 35a, le point de restitution 35a étant situé en aval du premier point de prélèvement 34a
25 sur la canalisation de sortie 23. Comme déjà expliqué, le mélange de gaz étant un gaz de dopage à haute précision et forte valeur ajoutée, ce schéma de recirculation évite le rejet et la perte du mélange. En outre, on s'affranchit d'un éventuel retraitement du mélange rejeté qui serait coûteux et complexe pour l'utilisateur au vu de la nature des gaz utilisés.

30 L'installation comprend en outre au moins un déverseur 52 monté sur la canalisation de sortie 23, entre le deuxième point de prélèvement 34a et le deuxième point de restitution 35a.

Lorsque la pression varie en amont, le déverseur modifie alors le débit dans la ligne de dérivation de manière à ce que sa pression d'entrée reste constante et ce qu'un débit constant traverse la canalisation de sortie 23. En fait, le déverseur 52 comprend un organe qui se ferme lorsque la pression en amont est supérieure à un seuil
5 prédéterminé. Le déverseur 52 s'ouvre et devient passant à un débit déterminé lorsque la pression amont est inférieure à ce seuil, ou en fonction d'un différentiel de pression entre les extrémités amont et aval du déverseur.

Selon un mode de réalisation, le déverseur peut comprendre une chambre montée en dérivation, un clapet piloté par une membrane de commande. Cette membrane est
10 équilibrée d'une part par un ressort taré prévu pour fermer et ouvrir un conduit relié au circuit du gaz et d'autre part par la pression à stabiliser en amont.

Le déverseur 52 assure plusieurs fonctions. Il fonctionne en régulateur de pression amont, c'est-à-dire qu'il est configuré pour réguler la pression du mélange de gaz dans le circuit de gaz en amont dudit déverseur 52, notamment à la sortie 33, dans le
15 mélangeur 3, à l'entrée 31 du mélangeur, au niveau des organes régulateurs 41, 42.

Au cours des phases de régulation de la production pendant lesquelles un débit DP est produit et ajusté en fonction du débit DC, le réservoir tampon 7 se remplit et la pression dans le réservoir 7 varie en fonction des variations de consommation. Ces fluctuations de pression se retrouvent également à l'entrée 31, dans les canalisations
20 21, 22 en communication avec le réservoir, ce qui peut fausser et/ou perturber les mesures de débit réalisées par les organes régulateurs de débit 41, 42. L'utilisation du déverseur 52 permet de maintenir constante la pression en amont, alors que la pression aval peut fluctuer. On améliore ainsi grandement la précision et la stabilité de la composition du mélange dopant.

Par ailleurs, lorsque la consommation cesse, la pression dans le réservoir 7 a tendance à augmenter. Dès que le débit DP s'arrête, le déverseur 52 enferme le mélange dans le circuit amont, ce qui permet de le maintenir à la pression souhaitée lorsque l'installation est à l'arrêt. Au démarrage, lorsque le mélangeur 3 commence à produire le mélange au débit DP, le déverseur permet de réduire le temps nécessaire pour que
30 les régulateurs de débit 41 42 atteignent leurs consignes, c'est à dire le temps de démarrage des organes régulateurs de débit 41, 42. Typiquement, on a pu obtenir des

temps de réponse des régulateurs 41, 42 inférieurs à 1 seconde, voire inférieurs à quelques millisecondes.

Le déverseur 52 permet aussi d'assurer le différentiel de pression nécessaire à l'écoulement du mélange de gaz dans les premiers conduits de prélèvement et de restitution 36, 37.

Notons que le deuxième conduit de prélèvement 34 prélevant le mélange et le conduisant dans l'unité d'analyse 14 a avantageusement une longueur la plus faible possible afin que l'analyseur fournisse une réponse très précise en temps réel ou quasi-réel. De préférence, la canalisation est telle que le décalage entre le moment où le mélange est prélevé en son point de prélèvement et le moment où l'unité d'analyse donne sa mesure est minimal, typiquement inférieur à 30 secondes, en particulier compris entre 1 et 30 secondes.

De préférence, le deuxième signal de commande est élaboré à partir d'un deuxième signal d'erreur contenant au moins une information sur l'écart entre une teneur mesurée et une teneur cible, pour le gaz dopant ou le gaz porteur. De préférence, seule la teneur en le gaz dopant est mesurée et comparée à sa valeur cible, le gaz dopant étant le gaz minoritaire du mélange. Cet écart peut être notamment exprimé comme :

$$\Delta C_1 = \frac{M_1 - C_1}{C_1}$$

où M_1 est la teneur mesurée pour le gaz dopant. L'écart relatif ΔC_1 peut être utilisé comme facteur de correction de la première consigne de débit D_1 .

Considérons l'exemple d'une installation configurée pour produire un mélange à deux gaz avec un débit de production DP en sortie du dispositif mélangeur 3 de 100 sL/min. Le mélange de gaz souhaité est un mélange formé du gaz dopant avec une teneur cible C_1 de 0,5% et du gaz porteur pour le reste, donc avec une teneur C_2 de 99,5% (% volumique). Un pré-mélange comprenant un corps pur dopant dilué à 30% en volume dans un gaz porteur est utilisé pour le débit D_1 . Une première consigne de débit D_1 de 1,667 sL/min (0,1 Nm³/h), correspondant à une proportion de 1,667% par rapport à DP, et une deuxième consigne D_2 de 98,333 sL/min (5,1 Nm³/h) correspondant à une proportion de 98,333 % par rapport à DP, sont donc appliquées aux organes régulateurs de débit 41, 42 respectifs. On suppose une précision de

réglage des organes 41, 42 de plus ou moins 1%. Une erreur de -1% sur D1 et de +1% sur D2 conduit à un débit réel de gaz dopant égal à 1,650 sL/min, à un débit réel de gaz porteur égal à 99,316 sL/min et à un débit de production réel de 100,967 sL/min. Une teneur en gaz dopant de 0,49% est mesurée en sortie du dispositif mélangeur 3, correspondant à un écart $\square C1$ de -1,95% (% relatif) par rapport à la teneur cible C1. L'unité de commande 5 élabore un deuxième signal de commande commandant aux organes régulateurs de débit 41, 42 un ajustement des proportions de débit D1 et D2 par rapport à DP de façon à compenser cet écart. La première consigne D1 est donc ajustée à D1=1,682 sL/min.

- 10 De préférence, seule la première consigne D1 est ajustée en fonction du deuxième signal de mesure, l'unité de commande 5 commandant le maintien de D2. Etant entendu qu'il est envisageable que D2 aussi soit ajusté en réponse au deuxième signal de commande. Dans l'exemple ci-dessus, D2 serait ajusté à 97,4 sL/min. Notons que la correction peut également être opérée via l'application d'un facteur de correction à
- 15 au moins une des teneurs cible enregistrée préalablement dans l'unité de commande 5, dans l'exemple ci-dessus une correction d'un facteur égal à 0,78%, ce qui a pour effet d'ajuster en conséquence D1 à 1,682 sL/min.

Optionnellement, l'installation peut comprendre une alarme configurée pour émettre un signal d'alarme si la première unité d'analyse et/ou la deuxième unité d'analyse

20 détecte des teneurs en dehors des plages de tolérance prévues.

La première unité d'analyse 13 et/ou la deuxième unité d'analyse 14 peuvent être choisies notamment parmi les types de détecteurs suivants : un détecteur de conductivité thermique, un détecteur de pression alternante paramagnétique, un détecteur à adsorption catalytique, un détecteur à absorption dans l'infrarouge non

25 dispersive, un spectromètre infrarouge, un analyseur de concentration de gaz à propagation d'onde acoustique ou photo-acoustique. On pourra adapter le type d'unité d'analyse selon la nature des gaz à analyser. On pourra éventuellement intervertir les première 13 et deuxième 14 unités d'analyses.

Selon un mode de réalisation, l'installation peut comprendre une deuxième boucle

30 d'asservissement des proportions respectives de la première consigne de débit D1 et/ou de la deuxième consigne de débit D2 par rapport au débit de production DP sur le deuxième signal de mesure fourni par la deuxième unité d'analyse 14.

Dans la deuxième boucle d'asservissement, les grandeurs réglantes sont la ou les teneurs mesurées par la deuxième unité d'analyse 14, les grandeurs réglées sont l'une et/ou l'autre des proportions $D1/DP$, $D2/DP$. La consigne est variable selon la ou les teneurs effectives mesurées.

- 5 La deuxième boucle comprend un deuxième comparateur 11B agencé au sein de l'unité de commande 5 et configuré pour élaborer au moins un deuxième signal d'erreur à partir d'une comparaison du deuxième signal de mesure avec au moins un paramètre choisi parmi : la teneur cible C1 en le gaz dopant, la teneur cible C2 en le gaz porteur. Un deuxième correcteur 12B est agencé au sein de l'unité de commande
- 10 5, en particulier du type PID, et configuré pour élaborer le deuxième signal de commande à partir du deuxième signal d'erreur. En réponse au deuxième signal de commande, les actionneurs des premier et deuxième organes régulateurs de débit 41, 42 commandent le déplacement des premier et deuxième organes régulateurs de débit 41, 42 dans des positions respectives dans lesquelles les proportions de D1 et/ou D2
- 15 par rapport à DP sont conformes au deuxième signal de commande. De préférence, seule la proportion de D1 est ajustée, la boucle de régulation ordonnant à D2 de rester fixe.

- Notons que le premier comparateur et le deuxième comparateur peuvent éventuellement former une même entité configurée pour recevoir en données d'entrée
- 20 à la fois les mesures du capteur 8, de la deuxième unité d'analyse 14 et produire en sortie les signaux d'erreur appropriés. Il en est de même pour les premier et deuxième correcteurs.

- L'installation selon l'invention peut servir à la distribution de mélanges de gaz utilisés dans différentes industries telles que les industries du semi-conducteur, du
- 25 photovoltaïque, des LED, des écrans plats ou toute autre industrie comme les industries minières, pharmaceutiques, spatiales ou aéronautiques.

- De préférence, l'installation comprend au moins une armoire à gaz (en anglais « gas cabinet ») dans laquelle sont installés au moins l'unité de commande 5, le dispositif mélangeur 3, les organes régulateurs de débit, le capteur de mesure 8, le réservoir
- 30 tampon 7. Les sources de gaz dopant et gaz porteur peuvent être situées dans ou en-dehors de l'armoire. De préférence, les sources sont situées en-dehors de l'armoire afin que celle-ci conserve un encombrement raisonnable. De préférence, l'unité de

commande 5 est agencée à l'extérieur de l'armoire, soit en étant fixée sur une des parois de l'armoire, soit positionnée à distance de l'armoire.

L'armoire à gaz peut comprendre un logement avec un mur arrière, des flancs, une paroi avant, un fond, et un plafond. Dans le logement, un ou plusieurs réservoirs tampons sont prévus qui se dressent sur le fond et peuvent être fixées dans le logement de manière connue dans l'état de la technique. Un système de conduites de gaz est arrangé dans ledit logement, de préférence contre le fond de l'armoire. L'armoire peut comprendre des moyens de contrôle et/ou de maintenance du système de conduites de gaz tels que des vannes, des détendeurs, des organes de mesure de pression,... permettant de réaliser les opérations telles que la distribution de gaz, l'ouverture ou la fermeture de certaines conduites ou portions de conduites, la gestion de la pression de gaz, la réalisation de cycles de purge, de tests de fuite,...

Le logement comprend des ouvertures d'entrée de gaz pour une alimentation avec les gaz dopant et gaz porteur et une ouverture de sortie de gaz pour la distribution du mélange de gaz. La ligne de distribution 6 est reliée à l'ouverture de sortie. En fonctionnement, l'armoire à gaz est raccordée à l'unité de consommation par la ligne de distribution 6. D'autres entrées de gaz peuvent être prévues, notamment pour un gaz de balayage ou un gaz qui crée le vide par effet venturi, et un gaz étalon pour la calibration des analyseurs.

L'installation selon l'invention peut notamment être utilisée pour produire des mélanges de gaz ayant les compositions suivantes :

- 2% de AsH₃ dans Ar,
- 1 à 10% de AsH₃ dans He, en particulier des teneurs de 1%, 2% ou 10% de AsH₃ dans He,
- 1 à 20% de AsH₃ dans H₂, en particulier des teneurs de 1%, 3%, 4%, 5%, 7%, 10%, 15% ou 20% de AsH₃ dans H₂,
- 1 à 10% de AsH₃ dans N₂, en particulier des teneurs de 1%, 2%, 5% ou 10% de AsH₃ dans N₂,
- 1 à 10% de B₂H₆ dans Ar, en particulier des teneurs de 1%, 2%, 3%, 4%, 5% ou 10% de B₂H₆ dans Ar,
- 1 à 10% de B₂H₆ dans H₂, en particulier 1% ou 10% de B₂H₆ dans H₂,

- 1 à 10% de B₂H₆ dans N₂, en particulier 1%, 2%, 3%, 4%, 5% ou 10% de B₂H₆ dans N₂,
- 1 à 15% de PH₃ dans Ar, en particulier 1%, 2%, 5%, 10% ou 15% de PH₃ dans Ar,
- 5 - 1 à 10% de PH₃ dans He, en particulier 1%, 2% ou 10% de PH₃ dans He,
- 1 à 15% de PH₃ dans H₂, en particulier 1%, 5%, 10% ou 15% de PH₃ dans H₂,
- 1 à 15% de PH₃ dans N₂, en particulier 1%, 2%, 3%, 4%, 5%, 10% ou 15% de PH₃ dans N₂.

De préférence, les teneurs cibles C1 en le gaz dopant sont comprises entre 0,0001 et
10 50%, de préférence entre 0,1 et 30%, le reste étant le gaz porteur.

Afin de démontrer l'efficacité d'une installation selon l'invention, on a procédé à la réalisation et la distribution sur site d'un mélange comprenant du diborane (B₂H₆) en tant que gaz dopant dans de l'hydrogène en tant que gaz porteur. Le gaz dopant était composé d'un pré-mélange de diborane à hauteur de 20% en volume dilué dans
15 l'hydrogène. L'installation comprenait une première boucle d'asservissement de type PID telle que décrite ci-dessus et une deuxième boucle d'asservissement.

Dans un premier essai, correspondant à la figure 4, on a procédé à la réalisation du mélange à des teneurs en B₂H₆ augmentées par paliers, ceci afin de montrer la précision et la résolution pouvant être obtenues dans la teneur en gaz dopant. Une
20 précision de 0,005% (% absolu) a pu être atteinte sur la teneur en B₂H₆.

Dans un deuxième essai, correspondant à la figure 5, on a procédé à la réalisation d'un mélange avec une teneur cible C1 en B₂H₆ de 0,5 % (% en volume) et on a mesuré cette teneur lors de fluctuations dans la consommation de l'unité de dopage. La figure 5 montre un enregistrement du débit de mélange de gaz DC distribué par la
25 ligne de distribution avec la teneur en B₂H₆ mesurées pendant cet enregistrement.

Un débit de mélange de gaz DC variable entre typiquement 0 et 30 sL/min a pu être produit avec une stabilité de la teneur en B₂H₆ se caractérisant par un écart-type relatif (Relative Standard Deviation en anglais) de l'ordre de 0,008% (% absolu) ou 80 ppm en absolu, soit 1,6 % en relatif. La teneur mesurée était de 0.494% en moyenne. Les
30 lignes horizontales indiquent les valeurs minimales et maximales atteintes par la teneur en B₂H₆ au cours de l'enregistrement.

Il est à noter que la présente description décrit un mélange de gaz à deux constituants mais qu'elle est transposable à tout mélange ayant un plus grand nombre de constituants. Par exemple, dans le cas d'un mélange de gaz ternaire, trois sources distribuent chacune un gaz dopant, un gaz porteur, un troisième gaz. Des organes

5 régulateurs de débit 41, 42, 43 reçoivent pour consigne de l'unité de commande 5 de réguler l'écoulement des premier, gaz porteur et troisième gaz à des consignes de débit respectives D1, D2, D3. Le dispositif mélangeur est configuré pour distribuer un mélange de débit DP égal à la somme de D1, D2, D3. Les proportions de premier, gaz porteur et troisième gaz par rapport à DP sont déterminées en fonction d'au moins

10 deux parmi trois teneurs cibles C1, C2, C3 du mélange de gaz en le gaz dopant, le gaz porteur et le troisième gaz respectivement. Tout ou partie des caractéristiques déjà décrites pour un mélange à deux gaz sont transposables à ce mélange à trois ou plus gaz.