

Doi:10.3969/j.issn.1003-5060.2012.11.014

# LPCVD 制备多晶 Si 薄膜的工艺和性能分析

胡佳宝, 何晓雄, 杨旭

(合肥工业大学 电子科学与应用物理学院, 安徽 合肥 230009)

**摘要:**文章利用低压化学气相沉积法(LPCVD),在单晶 Si 衬底上制备多晶 Si 薄膜。利用原子力显微镜观察薄膜厚度和镀膜温度对多晶 Si 薄膜表面形貌的影响,并利用 XRD 研究退火温度对多晶 Si 薄膜结晶性能的影响。结果表明:镀膜温度越高,薄膜越厚,薄膜的晶粒尺寸越大;退火温度越高,薄膜的结晶越好。

**关键词:**多晶硅薄膜;低压化学气相沉积;表面形貌;X 射线衍射

**中图分类号:**TN305.8 **文献标识码:**A **文章编号:**1003-5060(2012)11-1496-05

## Growth and properties of poly-Si thin film deposited by LPCVD

HU Jia-bao, HE Xiao-xiong, YANG Xu

(School of Electronic Science and Applied Physics, Hefei University of Technology, Hefei 230009, China)

**Abstract:** Poly-Si thin film is deposited on single crystalline silicon by low pressure chemical vapour deposition(LPCVD). The influence of the thickness of the film and the deposition temperature on the surface morphology of poly-Si thin film was studied by using the atomic force microscope, and the influence of the annealing temperature on the crystallinity of poly-Si thin film was studied by using X-ray diffraction(XRD). The results indicate that the higher the deposition temperature, the thicker the film and the bigger the grain size; the higher the annealing temperature, the better the crystallinity of the film.

**Key words:** poly-Si thin film; low pressure chemical vapour deposition(LPCVD); surface morphology; X-ray diffraction(XRD)

随着设备的发展和制备工艺的改进,多晶硅薄膜被广泛应用于微机电系统、半导体桥、大规模集成电路、晶体管、太阳能电池火工品等产品上<sup>[1-3]</sup>。多晶硅薄膜具有很多特点,如生长温度低、对衬底选择不苛刻、适合半导体工艺加工、同单晶硅有相近的敏感特性和机械特性等<sup>[4]</sup>。多晶硅薄膜的制备主要有真空蒸镀、离子镀、溅射镀膜和化学气相沉积(CVD)等方法<sup>[5]</sup>。

本文利用低压化学气相沉积法(LPCVD),在单晶 Si(100)衬底上制备能用于半导体火工桥的多晶硅薄膜。首先按照不同的气压、温度、沉积时间、退火温度等工艺参数制备出多晶硅薄膜;然后

用原子力显微镜(AFM)观察其表面形貌,用 X 射线衍射(XRD)研究退火温度对薄膜结晶性能的影响,用半导体特性测试仪测试其  $I-V$  曲线,用 XP-100 型台阶仪测量薄膜的厚度,最后对工艺参数与薄膜性能间的关系进行了分析。

### 1 LPCVD 法制备多晶硅薄膜

在 P 型(100)晶面单晶硅衬底上氧化一层二氧化硅( $\text{SiO}_2$ ),厚度大约为 300 nm。氧化之前,硅片需要清洗,清洗步骤为:用丙酮浸泡 1 h;接着在丙酮中超声清洗 15 min;然后在无水乙醇中清洗 15 min;最后在去离子水中超声清洗

收稿日期:2012-03-12;修回日期:2012-04-15

基金项目:安徽省自然科学基金资助项目(11040606M63);安徽省高校省级自然科学研究重点资助项目(KJ2009A091)

作者简介:胡佳宝(1984-),男,安徽广德人,合肥工业大学硕士生;

何晓雄(1956-),男,安徽宿松人,合肥工业大学教授,博士生导师。

15 min;清洗完成后用电吹风把衬底吹干。

制备多晶硅薄膜所用装置为沈阳科学仪器有限公司生产的管式高温真空炉(3个温区)。气源为  $\text{SiH}_4$  和 Ar 的混合气体(体积比为 1:9)。保护气体使用的是氩气(Ar)。 $\text{SiH}_4$  在 400 °C 以上就能热分解。薄膜的生长过程<sup>[6]</sup>如下:

(1) 反应气体和非反应气体经过输运进入炉内。

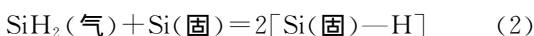
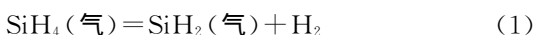
(2) 反应物分子到达衬底表面并吸附在表面上。

(3) 吸附的反应物分子被加热分解,生成 Si 原子和副产物。

(4) Si 原子在衬底表面成核,并最终形成 Si 薄膜。

(5) 副产物从衬底表面脱离并被排出。

上述过程经历的反应<sup>[7]</sup>有:



其中,  $\text{Si}(\text{固})$  表示沉积在衬底表面上的 Si 原子; H 表示吸附在衬底表面上的氢原子。上述(1)和(2) 2个反应进行得很快,第3个反应是一个化学键合过程,也是表面反应控制过程,决定了多晶 Si 薄膜的沉积速率。

多晶硅薄膜沉积的工艺流程如下:

(1) 往炉内通氩气,直到炉内气压和大气压相同,打开炉门,装入清洗好的硅片,关好炉门。

(2) 用氩气清洗气路和炉子的腔体 3 遍。

(3) 关闭氩气,开始抽真空。

(4) 当炉内真空度达到  $1.2 \times 10^{-2}$  Pa 后,通入氩气,调节氩气流量和旁抽阀,使炉内压强达到 20 Pa,然后升温。

(5) 温度升到实验温度(610 °C/620 °C/630 °C)时,关闭氩气,通入  $\text{SiH}_4$ ,调节  $\text{SiH}_4$  流量和旁抽阀,使炉内压强保持在 20 Pa,开始薄膜沉积。

(6) 达到实验时间(1.0 h/1.5 h/2.0 h)后,关闭  $\text{SiH}_4$  和温度控制器,通入氩气,10 min 后,关闭氩气。

(7) 待炉内温度降到室温后将样品取出。

LPCVD 法制备多晶 Si 薄膜的温度一般在 600~660 °C 范围。低于 600 °C 时,沉积速率低且以非晶 Si 为主;高于 660 °C 时,以气相反应为主,沉积的薄膜粗糙、疏松<sup>[8]</sup>。一般用低压化学气相沉积法制备多晶硅薄膜时,典型的工艺参数为:压力 13.33~26.66 Pa,温度 580~630 °C。

多晶 Si 薄膜的质量直接决定了它能否用于之后的器件制作。装片时,保持硅片的圆心和石

英炉管的轴心在同一位置,这样可以保证片内的均匀性;使炉尾的温度比中心区域和前部区域高 5~15 °C,较高的温度提高了薄膜的沉积速率,补偿了前面  $\text{SiH}_4$  的损耗;温度和膜厚会影响晶粒的尺寸,温度越高,薄膜越厚,晶粒尺寸越大;衬底表面的划痕和沾污、系统密封性差、薄膜沉积速率过快等会造成薄膜表面泛白,即“发雾”。

## 2 多晶 Si 薄膜性能研究

观察多晶 Si 薄膜表面形貌所用仪器为本原纳米仪器有限公司的 CSPM4000 型扫描探针显微镜;XRD 所用仪器为日本理学制造的 D/MAX2500V 型 X 射线衍射仪;测量薄膜 I-V 特性所用仪器为 KEITHLEY 公司的 4200-SCS 型半导体特性测试仪。

### 2.1 薄膜厚度和镀膜温度对薄膜形貌的影响

630 °C、20 Pa 下不同镀膜时间(即薄膜厚度不同)的多晶硅薄膜的表面形貌,如图 1 所示。

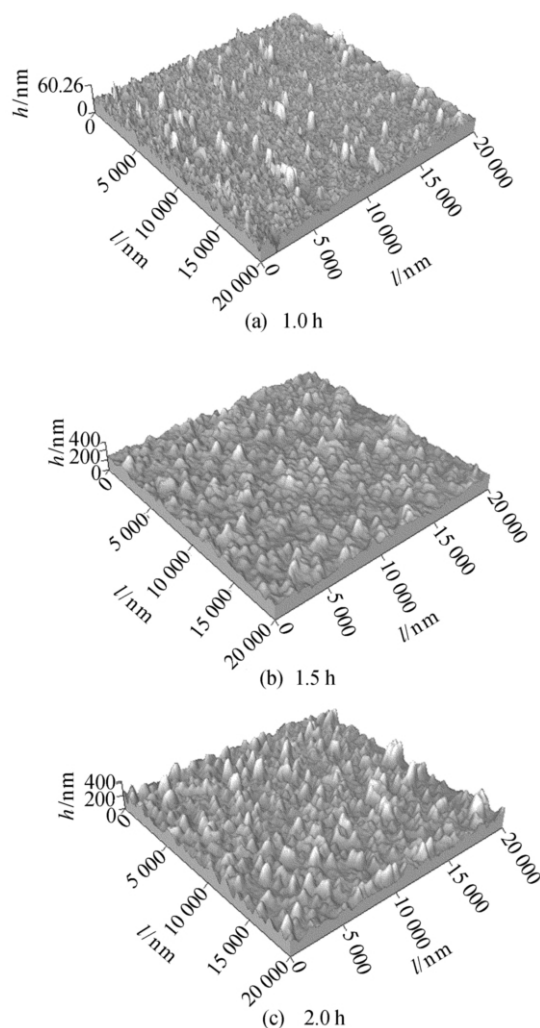


图 1 630 °C 时不同镀膜时间下的表面形貌

图 1a、图 1b 和图 1c 薄膜的表面粗糙度分别为 3.97、10.4、19.3 nm, 晶粒的平均尺寸分别为 34.6、126.0、151.0 nm。

随着薄膜厚度增加, 薄膜的表面粗糙度和晶粒尺寸都在增大。图 1a 中的薄膜虽然粗糙度要优于图 1b 和图 1c, 但图 1a 中的薄膜表面颗粒较少, 生长得很不均匀, 也不致密; 图 1b 和图 1c 中的薄膜虽然表面粗糙, 但生长得均匀、致密, 而且薄膜厚度稍大的图 1c 比图 1b 更致密。

20 Pa 条件下 2 h 后不同镀膜温度的多晶 Si 薄膜表面形貌, 如图 2 所示。图 2a、图 2b 和图 2c 薄膜的表面粗糙度分别为 11.3、14.8、19.3 nm, 晶粒的平均尺寸分别为 96.7、106.1、151.0 nm。

从图 2 可见, 在 3 种温度下制备的多晶硅薄膜的表面都有一定的颗粒起伏。在 610 °C 时制备的多晶硅薄膜表面粗糙度要好一些, 晶粒尺寸也要小, 但长出的薄膜明显不致密; 630 °C 时制备的薄膜比 620 °C 时的薄膜表面粗糙, 晶粒更大。

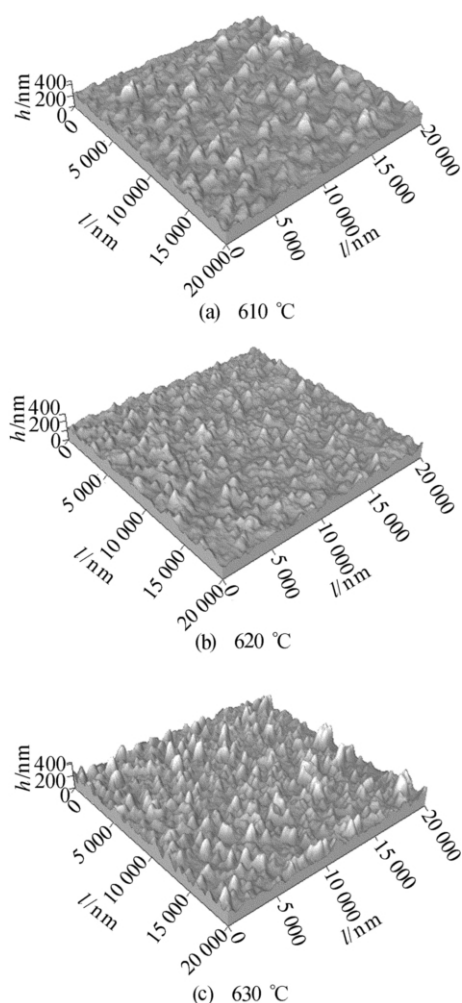


图 2 2 h 后不同镀膜温度下的表面形貌

多晶硅薄膜由许多小晶粒组成, 这些晶粒尺寸不同、内部原子排列不同, 因此每个晶粒的晶向也不同。2 个晶粒之间的区域称为晶界, 这些晶界存在悬挂键和缺陷, 能俘获载流子, 并使所掺杂质在晶界处聚集。所以, 薄膜粗糙度和晶粒大小会影响到载流子迁移率和电学特性<sup>[9]</sup>。薄膜粗糙度还会影响薄膜内部的应力<sup>[10]</sup>。在制备多晶 Si 薄膜时, 应恰当地选取制备时的工艺参数, 使得制备出的多晶 Si 薄膜的粗糙度和晶粒尺寸能符合使用要求。

## 2.2 退火对薄膜晶体结构的影响

在单晶 Si(100) 衬底上的多晶硅薄膜的 XRD 曲线, 如图 3 所示, 镀膜条件为: 温度 630 °C, 压强 20 Pa, 时间 2 h。其中, a 曲线代表的多晶硅薄膜未经退火, b 和 c 曲线代表的多晶硅薄膜经过退火, 退火温度分别为 900 °C、1 100 °C, 退火时间都是 1 h。衍射角度对应的晶面如下: 28.4°, (111); 47.3°, (220); 56.1°, (311)。

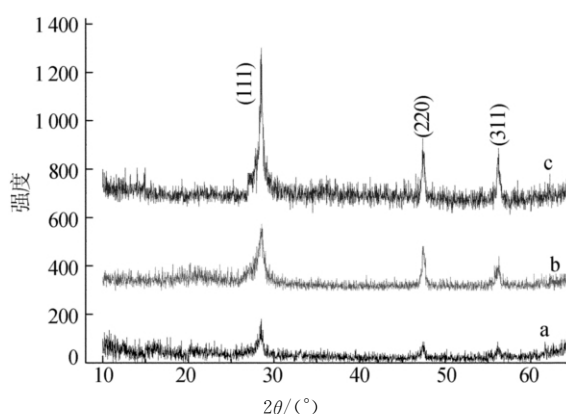


图 3 多晶硅薄膜的 XRD 曲线

从图 3 可以看到, 630 °C 时沉积的多晶硅薄膜未经退火时(曲线 a), 在 28.4°、47.3° 和 56.1° 3 个角度都出现了衍射峰, 但衍射峰强度都很小, 说明晶化不明显; 经过 900 °C 退火后(曲线 b), 3 个衍射峰都有所增强; 薄膜经过 1 100 °C 退火后(曲线 c), 3 个衍射峰继续增强, 尤其是(111)晶面的衍射峰增强非常明显。由此可以看出, 制备的多晶 Si 薄膜经过退火后, 结晶程度更好; 而且随着退火温度的增强, 呈现(111)择优取向。

## 2.3 多晶 Si 薄膜的 I-V 特性

制备的多晶硅薄膜的 I-V 特性曲线如图 4 所示。所测量的薄膜是在 630 °C、20 Pa 条件下镀膜 2 h 制备的, 尺寸为 15 mm×10 mm, 测量时, 2 个探针之间的距离为 1 mm。从图 4 中可以算出未经掺杂的薄膜的电阻值在 10<sup>7</sup> Ω 以上, 基本不

导电。要想把多晶 Si 薄膜应用在不同领域,就要对其进行不同程度的掺杂。比如,将多晶硅薄膜应用在半导体火工桥时,需要对其进行重掺杂,掺杂浓度在  $10^{19}/\text{cm}^3$  以上<sup>[11]</sup>。

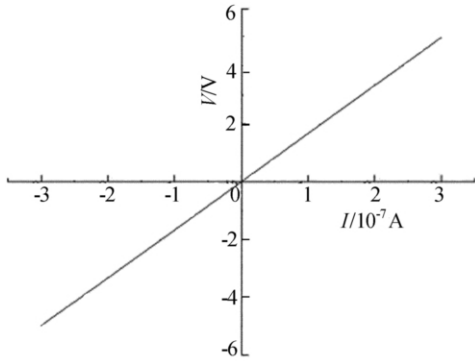


图 4 薄膜的 I-V 特性

### 2.4 多晶 Si 薄膜的厚度

要用台阶法测薄膜厚度,就必须在制备的过程中在薄膜与衬底之间做一个“台阶”。本文在制备多晶硅薄膜时,用一片单晶硅压在衬底上做出“台阶”,用台阶仪测量薄膜厚度的曲线如图 5 所示。其中,a 曲线代表镀膜时间 1.5 h,薄膜厚度约 250~350 nm;b 曲线代表镀膜时间 2 h,薄膜厚度约 400~450 nm。

为了验证用台阶法测量的薄膜厚度的准确性,采用扫描电子显微镜测量了 630 °C、20 Pa 条件下,镀膜时间为 2 h 的薄膜的厚度,如图 6 所示,薄膜厚度约 650 nm,大于图 5 所示厚度。

在用台阶法测量薄膜的厚度时,薄膜与衬底间的“台阶”应呈 90°,如图 7a 所示;而本文所做“台阶”由于采用硅片压在衬底上,所以不是 90°,而是呈缓变的趋势,如图 7b 所示。因此,台阶仪所测数据与 SEM 图片数据有差异。

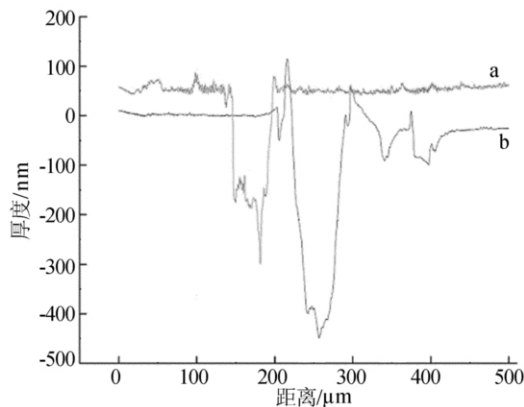


图 5 台阶仪法测量的多晶硅薄膜的厚度

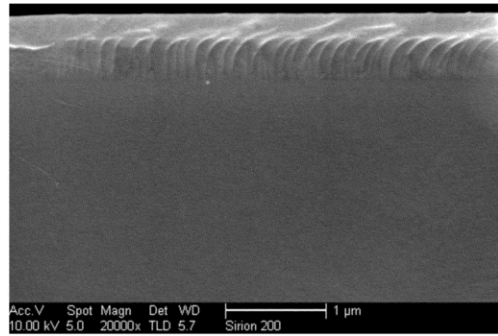
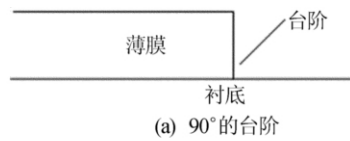
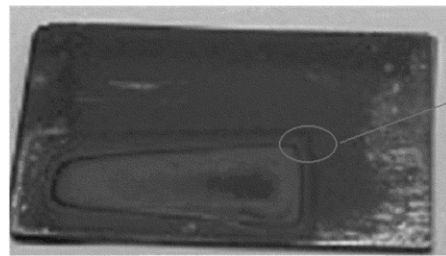


图 6 SEM 测量的多晶硅薄膜的厚度



(a) 90°的台阶



(b) 缓变的台阶

图 7 “台阶”

### 3 结 论

(1) 利用低压化学气相沉积法,在 20 Pa,采用 610、620、630 °C 加热温度,保温 1.5 h 和 2.0 h,在单晶 Si 衬底上制备了多晶 Si 薄膜。多晶 Si 薄膜的晶粒尺寸随着薄膜厚度和镀膜温度的增加而增加。

(2) 未经退火的多晶 Si 薄膜,X 射线衍射峰强度小,薄膜的结晶性较差;经退火后,X 射线衍射峰强度增加,结晶性变好,而且,退火温度越高,结晶性越好,并呈现出一定的择优取向。

(3) 薄膜的 I-V 特性说明未经掺杂的多晶 Si 薄膜电阻很大,如果用于半导体火工桥,就必须进行掺杂。

(4) 用台阶法测量薄膜的厚度,需要在薄膜与衬底之间做出 90°的台阶,这样测出的薄膜厚度才精确。

### [参 考 文 献]

[1] Mahfoz-Kotb H, Salaun A C, Mohammed-Brahim T. Polycrystalline silicon thin film for MEMS applications[J]. Thin Solid Films, 2003, 427: 422-426.

(下转第 1540 页)

## [参 考 文 献]

- [1] 程少为,刘 方,曹 梅,等.北京地区人群对防晒霜的认知及使用情况[J].中国皮肤性病学杂志,2008,22(9):566-569.
- [2] 高立雪,张丽霞.防晒化妆品中防晒剂使用量分析[J].中国公共卫生,2011,27(6):785-786.
- [3] 程 艳,董益阳,白 桦,等.QSAR 技术对化妆品中防晒剂成分经皮暴露评估[J].香料香精化妆品,2009(3):28-32.
- [4] 赵 玥,李 琼,吴晓剑,等.我国防晒剂发展概况[J].日用化学品科学,2010,33(12):14-16,31.
- [5] 孙凤娇,廖克俭,丛玉凤,等.黄芩苷防晒霜制备工艺的研究[J].日用化学工业,2009,39(4):257-259.
- [6] 白建华,赵二芳,郭青枝.虎杖中防晒成分的提取与脱色研究[J].光谱实验室,2010,27(3):850-853.
- [7] 郭青枝,白建华,赵二芳.吴茱萸中防晒成分的提取及其稳定性研究[J].北方园艺,2009(10):101-102.
- [8] 李友师.一种新型的植物防晒剂:中国,1081102[P].1994-01-26.
- [9] 郭媛媛,赵 骏.天然植物防晒作用的筛选研究[J].天津中医药,2008,25(1):69-70.
- [10] 胡念芳,钟建桥,李 利.植物防晒剂研究进展[J].中国现代应用药学,2011,28(2):104-107.
- [11] 徐 鹏,章克昌,王玉红,等.紫外光谱法评价 27 种中药的防晒效果[J].精细化工,2006,23(4):375-377,385.
- [12] 俞晨秀,俞成飞,吴 剑,等.中草药防晒剂的筛选研究[J].日用化学品科学,2011,34(7):33-36.
- [13] 王建义.几类防晒剂性能的比较及其应用[J].日用化学工业,1987(3):25-26.
- [14] 王岳飞,梁善珠,张士康,等.茶多酚抗辐射制剂安全毒理学研究[J].茶叶科学,2011,31(5):405-410.
- [15] 沈 强,司辉清,于 洋.苦丁茶化学成分研究进展[J].茶叶通报,2010,32(1):21-24.
- [16] 孙 怡,张 鑫,张文芹,等.苦丁茶冬青苦丁茶中多酚类物质的分离纯化与结构解析[J].食品科学,2011,32(11):60-63.
- [17] 杨 阳,孙世群,崔康平,等.基质固相分散萃取测定茶叶中农药多残留初探[J].合肥工业大学学报:自然科学版,2010,33(7):1062-1065,1089.
- [18] 吴 晔.苦丁茶的生化成分与保健功能[J].现代农业科技,2011(10):351-352.

(责任编辑 闫杏丽)

## (上接第 1499 页)

- [2] 胡剑书.半导体桥多晶硅工艺优化[J].微电子学,2010,40(4):601-603.
- [3] 赵晓峰,温殿忠,王天琦,等.SiO<sub>2</sub> 层上沉积的纳米多晶硅薄膜及其特性[J].纳米技术与精密工程,2011,9(3):256-259.
- [4] 王善慈.多晶硅敏感技术[J].传感器技术,1994(1):56-57.
- [5] 田民波.薄膜技术与薄膜材料[M].北京:清华大学出版社,2006:272-276.
- [6] 谭 刚,李仁峰.LPCVD 多晶硅薄膜成膜质量分析与控制[J].现代电子技术,2006(Z1):231-232,235.
- [7] 王胜强,刘玉奎,黄 磊,等.LPCVD 多晶硅薄膜缺陷的形成及消除措施[J].微电子学,2006,36(4):484-487.
- [8] 王立峰,贾世星,陆 乐,等.LPCVD 生长结构层多晶硅和掺 P 多晶硅的工艺[J].功能材料与器件学报,2008,14(2):372-375.
- [9] Modreanu M, Tomozeiu N, Gartner M, et al. Microstructural and optical properties of as-deposited LPCVD polysilicon films[J]. Thin Solid Films, 2001, 383: 254-257.
- [10] 何建波,何百林,朱云贵.薄膜表面粗糙度对内应力测量的影响初析[J].合肥工业大学学报:自然科学版,2001,24(1):85-89.
- [11] Benson D A, Larsen M E, Renlund A M, et al. Semiconductor bridge: a plasma generator for the ignition of explosives[J]. J Appl Phys, 1987, 62(5):1622-1632.

(责任编辑 张淑艳)