

PECVD 生长氮化硅介质膜的工艺研究

张 顾 万 , 龙 飞

(重庆光电技术研究所,重庆 400060)

摘 要: 对 PECVD 生长氮化硅介质膜的工艺条件进行了实验研究,获得了生长氮化硅介质膜的最佳工艺条件,制作出了高质量的氮化硅介质膜。对样品进行了湿法腐蚀和超声实验,在显微镜下观察无膜脱落现象发生。阐述了几种工艺参数对介质膜生长的影响。

关键词: PECVD; 氮化硅; 薄膜

中图分类号: TN304.055; O484.1

文献标识码: A

Research on Technology for Si_3N_4 Thin Film Grown by PECVD

ZHANG Gu-wan, LONG Fei

(Chongqing Optoelectronics Research Institute, Chongqing 400060, China)

Abstract: Research on growth technology for Si_3N_4 thin film by PECVD is carried out experimentally. Optimum process condition is obtained, and high quality Si_3N_4 thin film is successfully developed. Through wet etching and ultrasonic experiment, no film falling is observed with microscope. Effect of some process parameters on the growth of the film is described.

Key words: PECVD; Si_3N_4 ; thin film

1 引言

在集成电路的制造过程中,一方面,表面钝化对集成电路可靠性及稳定性有着重要的作用;另一方面,随着集成度的提高,单元尺寸不断下降,对结深等工艺参数的控制要求更加精确。而高温工艺难以做到这一点。此外高温工艺的热应力对器件的寿命和可靠性影响很大,随着硅片尺寸的增大,这一问题更加突出。因此微细加工技术的发展趋势是工艺低温化。

等离子体增强化学汽相淀积(PECVD)技术是近几年来极受重视的制备介质膜的先进工艺技术^[1]。它允许衬底保持在较低温度(一般在 300~450)下生长介质薄膜。由于 A1 是在 400~500

进行退火的,因而蒸 A1 后的器件制作钝化介质膜需要在低温下进行。PECVD 除了有优越的低温

沉积特性外,与热反应相比,它还能增强淀积速率,获得均匀组分和特性的介质膜。

PECVD 沉积技术除了用于制作器件的钝化膜、增透膜外,它还可以用于制作光电器件扩散工艺的阻挡层,以形成所需的 PN 结^[2]。氮化硅膜特性好,但生长难度大。本文着重叙述 PECVD 法淀积氮化硅膜中各类工艺参数对淀积氮化硅膜特性的影响。

2 实验

2.1 实验装置

实验所用装置为从美国 VSM 公司引进的 PECVD 设备,其结构框图如图 1 所示。舟为 8 块石墨板通过电隔离组装而成,由人工推入石英管反应室。舟电极与反应管入口处电极要接触良好。舟的满载量为 10.16 cm(4 英寸)硅片 96 片。晶体管射频功率发生器功率为 2 500 W,它的负载能力低于舟的满载量。

在真空压力下,加在舟极板上的射频电场,使反应室气体发生辉光放电,在辉光放电区域产生大量的电子。这些电子在电场的作用下获得充足的能量,其本身温度很高,它与气体分子相碰撞,使气体分子活化。它们吸附在衬底上,并发生化学反应生成新的介质膜,附产物从衬底片上解吸,随主流由真空泵抽走。

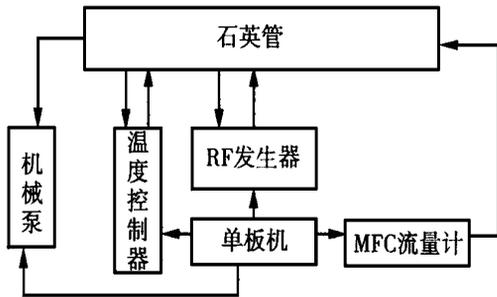
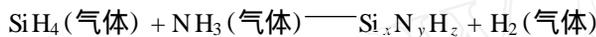


图1 实验设备结构框图

Fig. 1 Diagram of experiment equipment

2.2 工艺条件的分析

等离子体化学汽相淀积是一个非化学计量组分的反应方程式,其反应方程式为



在这里,硅烷和氨气反应是在 200~400 °C 的等离子体中发生的。薄膜的淀积速率与射频功率、气体流量、反应室压力和射频频率有关。与热反应 LPCVD 相比,PECVD 参数变化多。LPCVD 在反应速率限下,生长薄膜的淀积速率与温度和真空度有关,且温度对生长薄膜淀积速率的影响很大。对于 PECVD,温度对生长薄膜淀积速率的影响较小,而射频功率和射频频率对生长薄膜淀积速率的影响是主要的。下面分别讨论各类工艺参数对薄膜淀积速率及薄膜特性的影响。

2.2.1 温度对生长薄膜的影响

PECVD 淀积介质膜有两种方法:一种是在常温下,也就是不给衬底加热来淀积介质膜。使用这种方法,对淀积介质膜厚度的可控性比较差。开始时,衬底没有加热,淀积速度慢。随着淀积时间的增加,衬底在等离子体气氛中被加热,淀积速度随时间的增加而有限度地上升。因此对淀积介质膜厚度的控制是不精确的;另一种方法是给衬底加热,由于衬底有一定温度,淀积速度比较稳定,因而对介质膜厚度的可控性较好。淀积氮化硅介质膜比淀积二氧化硅介质膜难度大,在常温下,用 PECVD 淀积的介质膜除了氮化硅膜的特性发生变化外,其薄膜的稳定性也很差。表 1 的实验条件为:真空压强为 200 Pa, $q_v(\text{SiH}_4)/q_v(\text{NH}_3) = 1/10$, 占空比 $t_{\text{OFF}}/t_{\text{ON}} = 13$, 平均功率等于 71.5 W。从表 1 可以看出,温度在

300~500 °C 每变化 20 °C,薄膜的淀积速率变化小于 1%。温度低于 300 °C 时,氮化硅膜的特性发生了变化。温度高于 450 °C 时,在显微镜下观察,发现有氮化硅薄膜龟裂区域出现。选取生长温度为 380 °C。

表 1 温度对生长薄膜的影响

Tab. 1 The effect of temperature on characteristic of thin film

| 温度 / °C | 淀积速率 / (nm·min ⁻¹) | 折射率 | 缓冲 HF 刻蚀速率 / (nm·min ⁻¹) |
|---------|--------------------------------|------|--------------------------------------|
| 25 | 2.0 | 0.50 | 410 |
| 100 | 3.5 | 0.65 | 400 |
| 200 | 5.8 | 0.83 | 320 |
| 250 | 8.7 | 1.00 | 104 |
| 300 | 10.8 | 1.79 | 30 |
| 350 | 11.0 | 1.85 | 20 |
| 380 | 11.2 | 1.95 | 10 |
| 400 | 11.2 | 1.96 | 10 |
| 450 | 11.5 | 1.96 | 9.8 |
| 480 | 11.5 | 1.98 | 9.0 |

2.2.2 压力, SiH₄/NH₃ 对生长薄膜的影响

本设备真空系统最大真空压强可调节值为 666 Pa,它是通过控制蝶阀来实现对真空压强的调节的。由于本设备所使用的质量流量计量程大,而质量流量计的流量低于 10% 时,其控制精度变低。因此,在真空压强低于 106 Pa 时,通过控制蝶阀不能控制反应室真空压强。表 2 为压强对生长薄膜的影响,它的实验条件为:温度 $T = 380$ °C, 生长时间 $t = 20$ min, $q_v(\text{SiH}_4)/q_v(\text{NH}_3) = 1/10$, 占空比 $t_{\text{OFF}}/t_{\text{ON}} = 13$ 和平均功率等于 71.5 W。

表 2 压力对生长薄膜的影响

Tab. 2 The effect of pressure on characteristic of thin film

| 压强 / Pa | 厚度 / nm | 淀积速率 / (nm·min ⁻¹) | 折射率 | 片间均匀性 |
|---------|---------|--------------------------------|------|-------|
| 66 | 180 | 9.0 | 1.83 | 较好 |
| 106 | 200 | 10.0 | 1.86 | 较好 |
| 133 | 210 | 10.5 | 1.88 | 较好 |
| 200 | 300 | 15.0 | 1.96 | 好 |
| 267 | 310 | 15.5 | 1.97 | 好 |
| 334 | 310 | 15.5 | 1.96 | 好 |
| 400 | 400 | 20.0 | 1.95 | 差 |
| 533 | 450 | 22.5 | 1.96 | 差 |

从表 2 可以看出,真空压力在 200~334 Pa 内,压力对生长薄膜淀积速率和折射率的影响很小。真空压力低于 200 Pa 时,生长薄膜的淀积速率较慢,薄膜的折射率也较低,而对片之间的均匀性影响最小。真空压力高于 334 Pa 时,生长薄膜的淀积速率较快,片之间的均匀性差,有干涉条纹存在。在 SiH₄/NH₃ 比例很小且一定时,增大硅烷

流量也就是提高了硅烷的分压,对薄膜的淀积速率及片之间薄膜的均匀特性有轻微影响。当硅烷流量增加到 250 sccm 时,薄膜的折射率和均匀特性达到最佳。薄膜的折射率和相对特性由 SiH_4/NH_3 的相对比例来调节,氨气流量的变化几乎不影响淀积速率及前后片之间的均匀特性。表 3 为 SiH_4/NH_3 相对比例对生长薄膜的影响。

表 3 SiH_4/NH_3 相对比例对生长薄膜特性的影响Tab. 3 The effect of ratio of SiH_4/NH_3 on characteristic of thin film

| $q_v(\text{SiH}_4)$ | $q_v(\text{NH}_3)$ | 厚度 / nm | 折射率 | 缓冲 HF 腐蚀速率 | 片间均匀性 |
|---------------------|--------------------|---------|------|------------|-------|
| 1 | 2 | 340 | 2.10 | 慢 | 差 |
| 1 | 5 | 340 | 2.05 | 慢 | 差 |
| 1 | 8 | 360 | 1.99 | 较慢 | 较好 |
| 1 | 10 | 380 | 1.96 | 较慢 | 好 |
| 1 | 12 | 390 | 1.85 | 块 | 好 |

从表 3 知道, $q_v(\text{SiH}_4)/q_v(\text{NH}_3) = 1/10$ 时,生长的氮化硅薄膜特性最佳;低于 1/10 时,氮化硅薄膜的折射率偏高,生长过程中产生的机械应力问题更为突出,因而氮化硅薄膜生长得愈厚,薄膜的龟裂现象就愈容易发生;高于 1/10 时,薄膜中的氢含量就高,造成对器件的可靠性的危害。

2.2.3 射频功率、频率对生长薄膜的影响

射频功率、射频频率是影响氮化硅薄膜生长的重要因素,其功率和频率调整不好,会生长出一些有干涉条纹的薄膜,片内薄膜的均匀性非常差,缓冲 HF 腐蚀速率快。在负载量一定的情况下,淀积速率与 RF 功率呈线性关系,淀积速率在 10 ~ 50 nm/min 变化。

射频发生器有两种工作方式,一种是脉冲工作方式,另一种是连续工作方式。连续方式为舟和反应管刻蚀使用,脉冲方式为生长薄膜使用。起初使用连续模式生长薄膜,只长出了有一些干涉条纹的薄膜,无论怎样改变功率,始终不能消除片上的干涉条纹。用缓冲 HF 腐蚀,腐蚀速率快,且可以看到片子上有的区域薄膜迅速腐蚀掉,有的区域腐蚀速率要慢些,片子的边缘某些地方最后腐蚀掉,因此片内薄膜的厚度均匀性差。使用脉冲方式,涉及到脉冲的开关时间调整问题。表 4 列出了 RF 功率对生长 Si_3N_4 薄膜特性的影响。

从表 4 知道,在一定的负载片下,保持脉冲开关时间不变,要生长出特性好的氮化硅薄膜不是功率越大越好,而是向功率低端靠近。负载片逐渐增加,

射频发生器的射频功率逐渐增加。当负载片增加到 50 片时,射频发生器不能产生辉光放电,说明射频发生器因使用时间长而带负载能力变差。表 5 为脉冲占空比 $t_{\text{OFF}}/t_{\text{ON}}$ 对生长薄膜特性的影响。

表 4 RF 功率对生长 Si_3N_4 薄膜特性的影响

Tab. 4 The effect of RF power on characteristics of thin film

| 功率 / (%) | 厚度 / nm | 折射率 | 缓冲 HF 腐蚀时间 | 均匀性 |
|----------|---------|------|------------|-------|
| 80 | — | — | — | 有干涉条纹 |
| 40 | — | — | — | 有干涉条纹 |
| 20 | 450 | 1.97 | 长 | 差 |
| 10 | 350 | 1.96 | 短 | 好 |

表 5 脉冲占空比对生长薄膜特性的影响

Tab. 5 The effect of pulse duration ratio on characteristics of thin film

| $t_{\text{OFF}}/t_{\text{ON}}$ | 厚度 / nm | 折射率 | 缓冲 HF 腐蚀速率 | 片内均匀性 |
|--------------------------------|---------|------|------------|-------|
| 3 | — | — | 快慢不等 | 有干涉条纹 |
| 5 | — | — | 快慢不等 | 有干涉条纹 |
| 7 | — | — | 快慢不等 | 有干涉条纹 |
| 10 | 380 | 1.94 | 较好 | 好 |
| 13 | 370 | 1.93 | 好 | 好 |
| 16 | 300 | 1.94 | 好 | 好 |

通过实验发现,脉冲开关时间比例选择不恰当,也只能长出一些有干涉条纹的薄膜。其原因是:脉冲为高电平时产生气体辉光放电,形成了等离子体,脉冲为低电平时辉光放电停止,此时为薄膜生长阶段,激活的反应物分子发生反应,在衬底表面迁徙成核而生长,附产物从衬底片上解吸,随主气流由真空泵抽走。在低功率源下,等离子体中的离子被多变的电场加速,到达衬底的速率要比高频交变电场中的大,对样品表面的轰击作用也就更明显,造成压应力,出现干涉条纹^[3]。在高频功率源下,脉冲的开关时间选取不当,也会产生张应力,使样品产生干涉条纹。从表 5 可以看出,在高频功率源条件下,脉冲的开关时间的选取在 $t_{\text{OFF}}/t_{\text{ON}} < 7$ 时,片内薄膜的均匀性差。在 $t_{\text{OFF}}/t_{\text{ON}} > 16$ 时,由于平均功率低,生长时间长,因而不利于缩短工艺时间。在 $t_{\text{OFF}}/t_{\text{ON}} = 13$ 时,我们生长出了最佳的氮化硅薄膜,其均匀特性小于 $\pm 6\%$ 。

2.2.4 平均功率的计算

平均功率可按式进行计算^[4]:

$$\bar{P} = P \cdot c \cdot [t_{\text{ON}} / (t_{\text{ON}} + t_{\text{OFF}})] \quad (1)$$

式中: \bar{P} 为平均功率, P 为总功率, t_{ON} 为脉冲开时间, t_{OFF} 是脉冲关时间, c 为设定功率百分数。该射频发生器总功率为 2 500 W,若设定功率为 40%, $t_{\text{OFF}}/t_{\text{ON}} = 13$ 时,则平均功率为 71.5 W。

(下转第 217 页)

4 讨论

这里我们对 BFOSC CCD 控制器和俄罗斯特殊天体物理台的控制器做一些简单的比较,以找出 BFOSC CCD 控制器的不足之处,为将来设计新系统时提供参数。BFOSC 系统的照相机部分(杜瓦)在机械结构上不够理想。BFOSC 系统杜瓦内部 CCD 芯片通过铜辫子和冷却框制冷,杜瓦电路盒(前置放大器)外挂在杜瓦上。而俄罗斯的系统的前置放大器固定在杜瓦瓶内部,CCD 底部和穿过前置放大器电路板的导热大铜棒截面直接接触,它的杜瓦电路盒内的电路相当于 BFOSC 系统的模拟电路板。BFOSC 杜瓦系统的冷却结构使得插上 CCD 之后还需要进行冷却框的固定工作,这增加了安装 CCD 时出现意外的概率。而且前置放大器置于杜瓦外面,当杜瓦电路盒同杜瓦分离时,连接着 CCD 放大器门电路的航空插头可能被意外碰到而出现 CCD 被静电击坏的可能性。如果将模拟电路板部分移到杜瓦电路盒中,前置放大器和模拟电路板之间的距离很短,系统就会具有更强的抗环境干扰能力,进一步减少系统噪声。

根据俄罗斯特殊天体物理台的资料,理论计算和实际测试都得出结论,CCD 输出门电路(CMOS)源极和漏极之间的电压恒定时,系统具有最好的线

性特性。源极是 CCD 输出的信号,它的电位取决于 CCD 转移出来的电荷大小,因此是一个变量。BFOSC 系统中漏极电位是个恒定偏置电位,这样漏极、源极的电位差就不恒定。如果在 BFOSC 系统电路设计上做一些改进,将可获得更好的线性性能。

参考文献:

- [1] Robert W L. Operating a digital signal processor CCD camera under unix[J]. Astronomical Society of the Pacific Conference Series, 1989, 8: 171 - 187.
- [2] Gilmore D K, Robinson L B, Stover R J, et al. Some experimental results with thinned 1 200 × 400 pixel reticon CCDs[J]. Astronomical Society of the Pacific Conference Series, 1989, 8: 116 - 125.

作者简介:



李耀华(1969 -),男,福建人,1991年毕业于福州大学,1994年于中科院北京天文台获理学硕士学位,1995年到1996年在美国 LICK 天文台做访问研究,高级工程师,目前主要从事 CCD 控制器的研制及计算机软硬件的开发工作。

E-mail: lyh @bao. ac. cn

(上接第 203 页)

3 结论

PECVD 生长氮化硅介质膜的工艺参数较多,在固定一个参数不变的情况下,其他参数的变化也是很复杂的,因而优化参数的调整是很困难的^[5]。我们在负载片恒定为 25 片时,通过多次实验,最后选取:反应管真空压强为 267 Pa,生长温度为 380 °C, $q_V(\text{NH}_3) / q_V(\text{SiH}_4) = 10 / 1$,占空比 $t_{\text{OFF}} / t_{\text{ON}} = 13$,设定功率为 40%,生长出了均匀性好、重复性好的氮化硅薄膜,做超声实验 3 h,在显微镜下观察没有发现膜脱落区域出现。

参考文献:

- [1] 王 锋. PECVD 法低温制备 SiO_xN_x 薄膜微观组分的分析研究[J]. 半导体技术, 1997, (1): 31 - 33.
- [2] Yu W F, Li B Z, Lik N, et al. PECVD silicoroxynitride thin film for gate insulate in InSb - MIS device[J].

Chinese Journal of Infrared & Millimeter Waves, 1989, 8(8): 491.

- [3] 赵永军. PECVD Si_3N_4 薄膜应力的研究[J]. 半导体学报, 1999, (2): 183 - 187.
- [4] Esaer D G, Efimov V M, Shklyayev. Effect of hydrogen on hot electric energy relaxation in SiO_2 and Si_3N_4 films [J]. Thin Solid Films, 1992, 221: 160.
- [5] 徐重阳. 基于神经网络 BP 算法 PECVD Si_3N_4 钝化工艺的模拟[J]. 半导体技术, 1997, (2): 36 - 39.

作者简介:



张顾万(1964 -),男,高级工程师,1986年毕业于吉林大学电子科学系半导体物理与器件专业,并获理学学士学位,毕业至今一直从事 LPCVD 和 PECVD 的工艺以及 CCD 处理电路的研究。