

# PECVD $\text{SiN}_x$ 薄膜应力的研究

赵永军 王民娟 杨拥军 梁春广

(电子部第 13 研究所 石家庄 050002)

**摘要** 等离子增强化学气相淀积 (Plasma-enhanced Chemical Vapor Deposition, PECVD)  $\text{SiN}_x$  薄膜在微电子和微机械领域的应用越来越重要。它的一个重要的物理参数——机械应力,也逐渐被人们所重视。本文研究了应力跟一些基本的淀积条件如温度、压力、气体流量等之间的关系。讨论了应力产生的原因以及随工艺条件变化的机理。通过工艺条件的合理选择,做出了 0.8~1.0 $\mu\text{m}$  厚的无应力的 PECVD  $\text{SiN}_x$  薄膜。

PACC: 6860, 6855, 8115H, 5290

## 1 引言

$\text{SiN}_x$  薄膜具有高介电常数,高绝缘强度,漏电低,对 Na 和水汽具有良好的阻挡能力等优良的物理性能。作为钝化、隔离、电容介质等,广泛应用于微电子工艺中。另外  $\text{SiN}_x$  膜还具有优良的机械性能和良好的稳定性,所以在新兴的微机械加工工艺中的应用也越来越广泛。

然而,多数化学气相淀积 (CVD)  $\text{SiN}_x$  膜都存在一个机械应力较大的问题。尤其是低压化学气相淀积 (LPCVD),  $\text{SiN}_x$  膜最厚只能淀积 300nm 左右,超过 300nm 薄膜就会开裂,甚至脱落。

等离子增强化学气相淀积 (PECVD)  $\text{SiN}_x$  薄膜的应力情况虽然比 LPCVD 要好一点,但它受工艺条件的影响非常明显。工艺条件适当,可得到无应力的  $\text{SiN}_x$  薄膜。工艺条件掌握不好,300nm  $\text{SiN}_x$  照样会出现开裂、脱落等现象。

对微电子工艺来说,机械应力可能是造成可靠性问题的一个重要的原因。包括器件的电参数的漂移、退化等。对于微机械工艺来说,机械应力问题就显得越发明显。因为许多微机械传感器的敏感部分就是用  $\text{SiN}_x$  薄膜本身做成的。机械应力会引起膜的翘屈,严重影响其机械性能,影响传感器的灵敏度和线性。甚至在膜的形成过程中扭曲或开裂,而导致膜的制作失败。

目前,专门研究工艺条件和应力之间关系的参考文献还不多。因此研究探索工艺条件和薄膜应力之间的关系,具有重要的实际意义。特别是对于 PECVD  $\text{SiN}_x$ ,因为其成膜温度比较低,一般低于 400 $^{\circ}\text{C}$ ,使得  $\text{SiN}_x$  的制备更加兼容于微电子和微机械工艺。工艺条件掌握适

赵永军 男,1968 年出生,工程师,从事等离子淀积刻蚀及 GaAs 微波功率器件和微机械电子器件的工艺研究  
王民娟 女,1970 年出生,助工,从事等离子淀积刻蚀及 GaAs 微波功率器件和微机械电子器件的工艺研究  
1997-11-19 收到,1998-02-23 定稿

当, 在 300 左右就能得到性能优良、低应力或无应力的  $\text{SiN}_x$  薄膜。这也正是本文的主要目的。

当前, 一个消除 PECVD  $\text{SiN}_x$  应力的方法是采用两套频率不同的功率源。高频源频率约几十 MHz, 低频源约几十到几百 kHz。因为低频 ( $< 4\text{MHz}$ ) 等离子产生压缩应力; 高频等离子产生张应力<sup>[1]</sup>。两个功率源交替工作。总的效果为, 压缩应力和舒张应力相互抵消, 从而形成无应力的  $\text{SiN}_x$  膜。但是, 此方法的局限性在于它受设备配置的限制, 必须有两套功率源; 另外应力的变化跟两个频率功率源作用的比率的关系很敏感, 压应力和张应力之间有一个突变<sup>[2]</sup>, 重复性不易掌握, 工艺条件难以控制。

人们还发现, PECVD  $\text{SiN}_x$  的应力跟工艺条件如: 温度、气体的流量比, 反应压力等有着密切的关系。反映在淀积的膜本身的物理参量上为膜的含 H 量、折射率、 $\text{Si/N}$  比、致密性等, 跟应力有着明显关系。

本文的研究重点就放在这些关系的探索上。通过各个参数的试验, 找出普遍规律, 最终制备出无应力的  $\text{SiN}_x$  膜。

## 2 应力的测量方法

薄膜应力的测量方法, 绝大多数是通过测量膜的或由膜引起的弯曲程度而计算出来的。本文试验中应力的测量是在美国产的 SM Si-3800 三维应力测量系统上完成的。膜引起的翘曲率是用激光光杠杆测量得到的。然后根据公式

$$S = \frac{E(D)^2}{6(1-\nu)RT}$$

就可算出膜的应力  $S$ 。其中  $E$ 、 $\nu$ 、 $D$  分别为试验用 Si 衬底的杨氏模量、泊松比和厚度, 为常数;  $R$  为计算出来的曲率半径;  $T$  为  $\text{SiN}_x$  膜的厚度, 由美国产的 L 116C 型椭偏仪测量得到。同时, 用美国产的 Alpha-step 200 型台阶仪进行校正。每次试验的结果, 都取自 5 次测量的平均值。

$S$  为正, 应力为张应力;  $S$  为负, 应力为压应力。

## 3 实验方法

试验是在我所加工中心的生产线上完成的。淀积台为美国 Plasma-therm 公司生产的 PECVD-790 型等离子  $\text{SiN}_x$  淀积台。其结构简图如 1 所示。

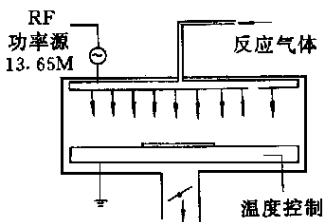


图 1 PECVD-790 型等离子  $\text{SiN}_x$  淀积台结构简图

它是一个典型的平行板式等离子淀积台。淀积  $\text{SiN}_x$  使用的反应气体为  $\text{SiH}_4$  (由 He 或 Ar 稀释到 10%) 和纯  $\text{NH}_3$  气。功率源频率为 13.56 MHz。

(1) 我们首先考察了温度对应力的影响。反应压力固定为 120 Pa, 射频功率固定为 20 W, 温度变化范围为 100~400。淀积速率均为 6~8 nm/min。

(2) 在不同的温度下, 考察折射率跟应力的关系。这里, 需要说明的是, 折射率并不是一个直接的工艺条件的控制参

数 但它是  $SiN_x$  膜的一个最基本的, 也是一个最易测量的重要物理参数 通常工艺结果的好坏都是由它和厚度来监控的 同时, 它主要决定于工艺参数中的  $SiH_4/NH_3$  气体流量比, 近似呈线性关系 如图 2 所示

在不同的温度下, 固定反应压力 120Pa, 功率 20W. 通过调节  $SiH_4/NH_3$  气体流量比, 来调节折射率 折射率是在用椭圆仪测量厚度时, 同时得到的

(3) 考察反应压力对应力的影响, 固定温度为 250 , 折射率 2.0, 功率 20W.

### 4 试验结果与讨论

(1) 温度和应力的关系见图 3 从图可以看出, 从低温到高温, 应力的变化趋势是从压应力变为张应力 一种理论认为, 应力主要跟膜的致密性和 H 含量以及 H 的脱附有关<sup>[1,2]</sup>. 膜致密说明膜中原子间的相互排列比较紧密, 原子间产生相互的斥力. 膜就会膨胀, 引起压应力 相反, 膜疏松, 原子间的相互作用力表现为引力, 膜就会收缩, 引起张应力 至于 H 含量以及 H 的脱附对应力的影响, 目前还没有一个明确的, 一致的结论

另一理论认为<sup>[4]</sup>, 压应力是由于在膜的沉积过程中, 到达膜表面的离子的横向移动的速度太小, 来不及到达其“正常”的晶格位置, 就被后来的离子覆盖, 这样离子就相当于被阻塞

在某一位置, 最终就会膨胀, 形成压应力 张应力的形成是由于在膜的形成过程中, 由于反应中间产物的气化脱附, 而参加沉积的原子, 由于其迁移率不够大而来不及填充中间产物留下的空位 最后形成的膜就会收缩, 产生张应力

以上两种理论都能较好地解释试验中得到的温度和应力的关系

对于第一种理论, 因为 PECVD  $SiN_x$  膜中 H 的含量直接决定于沉积温度 H 含量某种程度上影响了膜的致密性 在温度低时, H

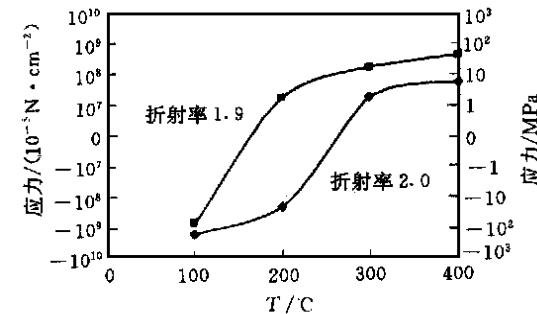


图 3 温度和应力的关系图  
压力为 120Pa, 功率为 20W.

含量大, 多的可达 20~ 30at%<sup>[3]</sup>. 因为 N-H 和 Si-H 键的键长远远小于 N-Si-N-N 和 Si-Si 的键长 所以 H 含量越高, 生成的膜就越致密, 引起膜膨胀, 表现为压应力 而温度高时 N-H 和 Si-H 键容易断裂, H 就会逸出正在沉积的  $SiN_x$  膜, H 含量就相应减少 同时 在一定程度上留下空位 生成的膜就疏松, 引起膜收缩, 表现为张应力 但这种理论却跟我们以下将要讨论的应力和折射率之间的关系有所矛盾

对于第二种理论, PECVD  $SiN_x$  膜在生长过程中, 到达膜表面的离子的横向移动速率正比于样品表面的温度 样品的温度低, 膜表面的离子的移动速率就相应趋小 而离子到达样品的速度主要决定于离子的密度, 决定于射频功率的大小, 跟温度基本无关 这样, 一方面,

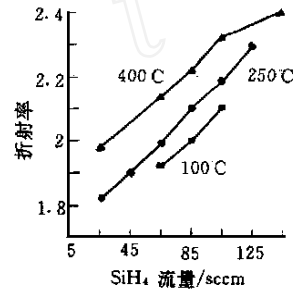


图 2  $SiH_4/NH_3$  气体流量比  
跟折射率的关系  
 $NH_3$  固定为 10sccm, 调节  
 $SiH_4$  流量, 以调节折射率

外部离子不断地大量涌到样品表面,而另一方面,由于温度低,离子的横向迁移率小,离子来不及横向移到其“正常”的晶格位置就被后来的离子覆盖,必然造成阻塞。成膜后,阻塞处膨胀,形成压应力。

高温时,由于样品表面的温度比较高,吸附在表面的离子和它们生成的中间产物以及附属产物等就比较容易脱附而逃离表面,返回到反应室中重新生成气体分子,被真空泵抽走,排出反应室。结果在样品的表面产生较多的空位。最终,生成的  $SiN_x$  膜中由于空位较多,就会引起膜的收缩,从而易产生张应力。

我们认为,第二种解释更具说服力。

(2) 应力和折射率的关系见图 4。从图可以看出,从低折射率到高折射率,应力的变化趋势是,从张应力变为压应力。

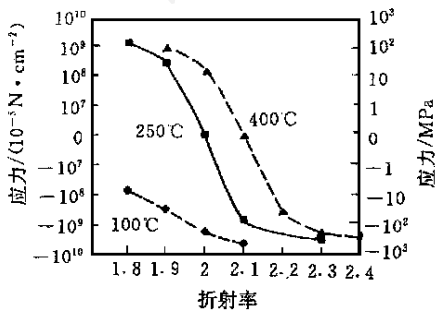


图 4 应力和折射率的关系  
压力为 120Pa, 功率为 20W.

折射率的高低主要决定于膜中 Si/N 比或 Si - H/N - H 键的比率。富 Si 则折射率高,反之,折射率就低。同时,富 Si 含 H 量必然减小。这是因为约 95% 的 H 是跟 N 结合的<sup>[5]</sup>。这样就跟前面提到的第一种理论有所矛盾。但试验数据确实说明了折射率高,应力趋向于压应力。我们的设想如下:即 Si 原子多于其化学配比时,就会多余出一部分 Si - Si 键,形成 Si 晶(cluster)<sup>[6]</sup>。又因为 Si - Si 键是 PECVD  $SiN_x$  膜中最长的键,就会引起膜的膨胀,引起压应力。

(3) 应力跟反应压力的关系见图 5。从图可以看出,反应压力从低到高,应力的变化趋势是,压应力由大变小。这是因为,在低压力下,离子对样品表面的轰击作用变得较明显。离子能量达到一定程度就会打破生成过程中的膜的原子键,造成膜膨胀,引起压应力。这跟在低功率源下产生压应力的根本原因是一样的,在低功率源下,等离子中的离子,被交变的电场加速,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。造成压缩应力<sup>[1]</sup>。

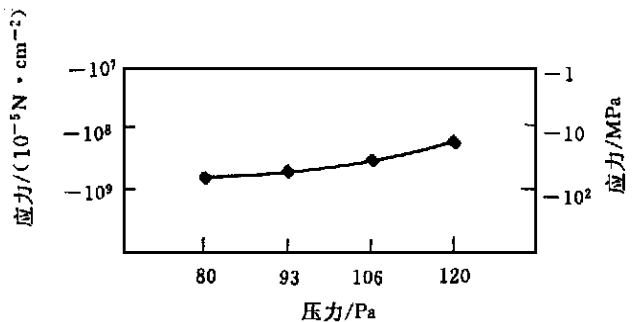


图 5 应力和反应压力的关系图  
温度为 250 , 功率为 20W.

(4) 在压缩应力下我们比较了稀释气体 He 和 Ar 对应力的影响结果,在相同的生长条件下,He 气稀释生成的  $SiN_x$  膜的应力都比 Ar 气稀释生成的膜的应力小近一个数量级。说明 He 气应力明显小于 Ar 气作为稀释气体时的应力,这可能是因为:He 的原子量(4)远小于 Ar 的原子量(40),在基本相同的等离子直流偏压下(约 10V 左右),He<sup>+</sup> 轰击样品表面的动能比 Ar<sup>+</sup> 的小约一个数量级。这样,Ar<sup>+</sup> 离子对样品表面的轰击有可能打破生成过程中的膜的原子键,造成膜膨胀,引起较大的压应力。而在相同条件下,He<sup>+</sup> 轰击样品表面的动能不足以打破生成过程中的膜

的原子键 相反地,  $\text{He}^+$  对样品表面的较轻轰击, 可以增加样品表面和离子的活性, 使得沉积离子更便于达到正常的晶格位置, 从而减小应力

(5) 在我们研制红外电子隧穿传感器的实际应用中发现: 张应力膜优于压应力膜 并且, 应力只要小于  $10\text{MPa}$  就能满足需要 在折射率 2.0 时, 在  $300\sim 400$  之间正好有一个应力为满足此要求的平坦区 所以我们在  $350$  , 折射率为 2.05 左右条件下, 做出了厚度为  $0.8\sim 1.0\mu\text{m}$  的低张应力 PECVD  $\text{SiN}_x$  膜, 并用红外电子隧穿传感器上

## 5 结论

由以上结果可以看出, PECVD  $\text{SiN}_x$  膜的应力跟温度、 $\text{SiH}_4/\text{N}_2$  气体流量比和反应压力有着明显的关系 特别是跟温度和  $\text{SiH}_4/\text{N}_2$  气体流量比的关系最为密切 高温应力趋向为张应力; 低温趋向于压应力  $\text{SiH}_4/\text{N}_2$  气体流量比增大, 应力趋向于压应力; 流量比减小, 应力趋向于张应力; 从图 3 可以看出, 通过温度和  $\text{SiH}_4/\text{N}_2$  气体流量比两个工艺参数的相互配合, 在很宽广的工艺条件范围内都可得到无应力的  $\text{SiN}_x$  膜 我们已成功地吧低应力 PECVD  $\text{SiN}_x$  膜用于红外电子隧穿传感器上

## 参 考 文 献

- [ 1 ] W. A. P. Claassen, W. G. J. N. Valkenburg, J. Electrochem. Soc , 1985, **132**: 893~ 903
- [ 2 ] P. R. Scheeper, Sens Actuators, 1991, **B4**: 79~ 84
- [ 3 ] G. M. Samuelson and K. M. Mar, J. Electrochem. Soc , 1985, **129**: 1773~ 1778
- [ 4 ] Peter Singer, Semicond Internationa, 1992, October, 54~ 58
- [ 5 ] D. W. Hess, J. Vac Sci Technol , 1984, **A2**(2): 244
- [ 6 ] S. V. Nguyen, S. Fridmann, J. Electrochem. Soc , 1987, **134**: 2324

## Study on Stress of PECVD $\text{SiN}_x$ Film

Zhao Yongjun, Wang Minjuan, Yang Yongjun, Liang Chunguang

(Hebei Semiconductor Research Institute, Shijiazhuang 050002)

Received 19 November 1997, revised manuscript received 23 February 1998

**Abstract** The using of PECVD  $\text{SiN}_x$  film in the filed of microelectronics and MEMS has been becoming important more and more. The stress, one of the important character, of  $\text{SiN}_x$  film has also been paid more attention. This paper studied the relationship between stress and some deposition conditions, such as temperature, pressure, and gas flow, etc. The cause of the stress and the mechanism of the stress variation with the deposition conditions were discussed. The  $0.8\sim 1.0\mu\text{m}$  stress-free film of PECVD  $\text{SiN}_x$  was gotten by adjusting the deposition conditions.

**PACC:** 6860, 6855, 8115H, 5290