

新型等离子束源 CVD 制备 a-Si:H 薄膜特性的研究

王 堃,黄 霞,张 月,黄惠良

(上海交通大学 电子信息与电气工程学院,上海 200240)

摘 要:采用等离子束源化学气相沉积(CVD)设备制备氢化非晶硅薄膜。使用台阶仪、UV-Vis-NIR 分光光度计、X 线衍射仪(XRD)及扫描电子显微镜(SEM)等手段表征样品。分析了该设备沉积的薄膜均匀度,并比较了本设备与普通电子束蒸发设备制备的薄膜表面形貌。实验结果表明,当设备功率为 300 W,硅烷/氢气流量比为 15:10,设备腔室气压为 7×10^{-5} MPa,上、下线圈电流比为 6:2 时,薄膜沉积速率最大。

关键词:等离子束源;氢化非晶硅;沉积速率;X 线衍射;反射光谱

中图分类号:TN384;O484.2 **文献标识码:**A

Study on the Characteristics of a-Si:H Film Deposited by Novel Plasma Beam Source CVD

WANG Kun, HUANG Xia, ZHANG Yue, HUANG Huiliang

(School of Electronic Information and Electrical Engineering, Shanghai Jiaotong University, Shanghai 200240, China)

Abstract: The hydrogenated amorphous silicon thin films were fabricated by the plasma source CVD equipment. The samples were characterized by step profiler, UV-Vis-NIR spectrophotometer, XRD and SEM. The uniformity of the deposited film was analyzed, and the surface morphology of the film prepared by the equipment and the conventional electron beam evaporation equipment was compared. The experimental results show that the film deposition rate is the highest when the power is 300 W, the silane/hydrogen flow ratio is 15:10, the chamber pressure is 7×10^{-5} mbar, and the upper and lower coil current ratio is 6:2.

Key words: plasma beam source; hydrogenated amorphous silicon; deposition rate; X-ray diffraction(XRD); reflection spectrum

0 引言

硅是地壳中含量仅次于氧的常见元素,因此,工业界硅薄膜的应用广泛,作为光伏太阳能电池及新型 pin 结构医疗影像系统感测面板的材料,硅薄膜可以有效降低成本,同时简化工艺流程^[1]。氢化非晶硅薄膜有良好的光电导性,光吸收率高,禁带宽度可控,能在低温(<400 °C)条件下进行大面积沉积,生产工艺简单且对衬底种类不限等突出特点^[2-4]。非晶硅面板可以在很低的温度下通过气相沉积的方式在玻璃或金属的基板上形成。人眼对光线的感应波段在 400~700 nm。非晶硅对光线的感应波段恰好也包括这一区间,这就决定了作为 X 光医疗影像感测面板材料的非晶硅同样具有感光能力。本文利

用新型等离子束源 CVD 设备制备用于氢化非晶硅(a-Si:H)X 光医疗影像感测面板的氢化非晶硅薄膜^[5-6],通过改变设备工艺功率、工艺气压、硅烷与氢气流量比等因素,利用 X 线衍射(XRD)仪、扫描电子显微镜(SEM)及紫外可见近红外分光光度计表征分析制备的薄膜样品。

1 实验

1.1 实验设备介绍

等离子束源 PBS 300 是由德国 FHR 公司生产的一种利用自偏压效应的等离子化学气相沉积(PECVD)设备。源会释放低能、高电流的中性等离子束,使其可以应用于多种领域。等离子体通过设备射频(RF)电压的电容耦合产生,其频率既可以是

收稿日期:2016-11-09

基金项目:国家自然科学基金资助项目(61310306053)

作者简介:王堃(1992-),男,安徽芜湖人,硕士生,主要从事医疗影像系统与 X 光感测器件的研究。通信作者:黄惠良(1946-),男,中国台湾人,博士生导师,教授,主要从事在大面积电子学(包括太阳能电池、平面显示器及医学影像等组件)及 ULSI 的研究。已发表论文逾 400 篇。

13.56 MHz,也可以是 27.12 MHz,同时也可以手动调节。设备利用“双磁场线圈”结构将等离子体约束在其中,即设备腔体上、下方各有一个电磁线圈用于控制腔体内的磁场,从而控制实验等离子束。其基本参数如表 1 所示。

表 1 等离子束源 CVD 设备参数

RF 功率	40 MHz,68 MHz,最大 4 kW
电源	220 V,100 W AC 匹配网络 2×40 V DC 磁场线圈要求
源尺寸	ca. h 305,5 mm
电子束尺寸	最大 Ø300 mm
离子能量	100~1 000 eV
磁场	达到 25 mT 每线圈
气体压强	$10^{-7} \sim 10^{-4}$ MPa

1.2 实验方法

实验首先需要对氧化铟锡(ITO)玻璃衬底进行

初步处理,以达到实验要求。ITO 玻璃衬底首先利用丙酮超声清洗 15 min,清除表面油渍等有机杂质,然后使用乙醇超声清洗 15 min 去除丙酮,接着用去离子水反复清洗 10 min 并使用吹扫氮气吹扫,最后在真空烘箱内烘干^[7-9]。

实验使用氩气(Ar)作为设备起辉气,起辉后先通入流量比为 15:5 的 SF₆ 和 O₂ 对腔室进行清洗,清洗时设备气压保持在 5.2×10^{-5} MPa,功率 200 W,温度 20 ℃,清洗时间 15 min。清洗的目的是去除腔室四壁及腔体内网上附着的之前实验产生的硅颗粒等杂质。清洗完成后通氢气和硅烷作为气源,实验温度均控制在 250 ℃。通过改变硅烷/氢气(SiH₄/H₂)在设备中的气体流量比、实验腔体工艺气压、设备功率(工艺功率)以及上下线圈电流制备多组非晶硅薄膜(见表 2)。

表 2 非晶硅薄膜制备参数

序号	工艺功率/W	工艺气压/ (10^{-5} MPa)	SiH ₄ 气体流量/ (cm ³ /min)	H ₂ 气体流量/ (cm ³ /min)	Ar 气体流量/ (cm ³ /min)	上/下线圈 电流/A	
第一组	1	200	5.2	15	0	55	6/2
	2	200	5.2	15	5	50	6/2
	3	200	5.2	15	10	45	6/2
	4	200	5.2	15	15	40	6/2
	5	200	5.2	15	20	35	6/2
第二组	6	250	5.0	15	10	45	6/2
	7	300	5.0	15	10	45	6/2
	8	350	5.0	15	10	45	6/2
第三组	9	200	5.0	15	10	45	6/2
	10	200	5.0	15	10	45	6/3
	11	200	5.0	15	10	45	6/4
	12	200	5.0	15	10	45	6/5
第四组	13	200	3.0	15	10	45	6/2
	14	200	7.0	15	10	45	6/2
	15	200	9.0	15	10	45	6/2

第一组实验(1~5)是在其他设备工艺参数不变情况下,改变硅烷和氢气的气体流量比,其中氩气(Ar)量随着硅烷和氢气量变化而变化,保持总流量不变。第二组实验(6~8)是在其他参数不变情况下改变设备的工艺功率,第三组(9~12)是在其他参数不变情况下改变上下线圈的电流比,第四组(13~15)改变的是设备工艺气压参数。

实验样品使用 Bruker DektakXT 台阶仪测量薄膜厚度,使用 Perkin Elmer Lambda950UV/VIS/NIR 紫外可见近红外分光光度计测量样品反射光谱,使用 Bruker 公司的 D8 ADVANCE DA VINCI

多功能 XRD 测量氢化非晶硅薄膜 XRD 衍射光谱,使用 Carl Zeiss Ultra 55 SEM 观察薄膜表面。

2 实验结果与分析

2.1 薄膜沉积速率与不同工艺关系

计算薄膜沉积速率为

$$V_h = \Delta d / \Delta t \quad (1)$$

式中: V_h 为薄膜沉积速率; Δd 为薄膜厚度; Δt 为沉积时间。我们使用台阶仪对各样品的厚度进行测量,分别在每个样品上选取 5 个点,测出各点厚度取平均值。然后利用式(1)求得薄膜的沉积速率。

图 1 为沉积速率与硅烷氢气流量比关系。由图

可知,随着硅烷氢气气体流量比增加(0~20 cm³/min),薄膜沉积速率先增大、后减小。其原因主要是在初期氢气量较少,限制了氢化非晶硅薄膜的沉积速率,薄膜沉积速率随着氢气量的增加而增加。但是当氢气浓度达到一定后,氢气量增加造成活性基团在反应腔室内停留时间缩短,不能充分在玻璃衬底表面附着,从而降低了沉积速率。

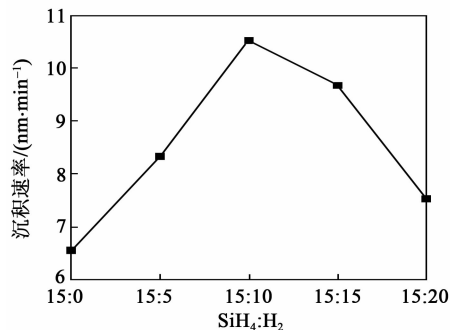


图1 沉积速率与硅烷氢气流量比关系

图2为功率与沉积速率的关系图,在一定范围内随着功率的增加,薄膜沉积速率随之增加。这主要是由于功率增加加强了硅烷的分解作用,腔室内活性基团数量增多,从而使到达衬底粒子数量增加,薄膜沉积速率随之增大。当功率增大到一定程度后,过多的活性基团使互相复合以及碰撞增加,降低了粒子到达衬底的数量,从而沉积速率随之下降。

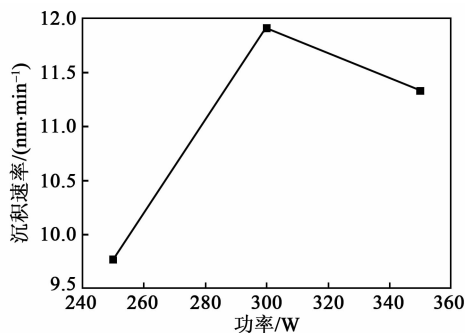


图2 沉积速率与功率关系

图3为设备上、下线圈电流比与薄膜沉积速率的关系。设备的上、下两个线圈主要控制腔室内的磁场强度,上线圈电流大小不变,下线圈电流增大。当上、下线圈电流比值为6:2时薄膜沉积速率最高,主要是由于此时腔室内磁场有利于等离子体的波束成型,从而使更多的等离子体活性基团到达衬底表面。图中,随着上、下线圈电流比值进一步增大,等离子体波束由于磁场作用向四周散开导致衬底表面获得的有效等离子体减少,薄膜沉积速率下降。操作时上线圈电流不能小于下线圈,否则会造成等离

子体损坏进气管。

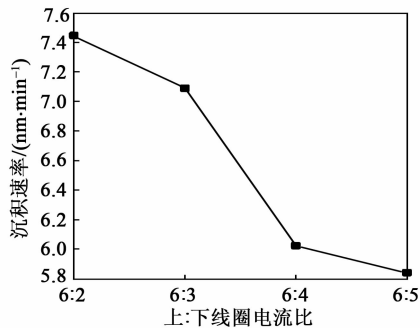


图3 沉积速率与上、下线圈电流比的关系

图4为气压与薄膜沉积速率关系。由图可知,在温度250℃,功率200W,硅烷氢气流量比3:2的情况下,薄膜沉积速率随着气压增大先增大后减小。这是由于随着气压增大,设备腔室内的活性基团密度随之增大,之后会达到饱和。饱和后继续增大压强会使活性基团复合作用加强,同时粒子扩散距离变短,很多粒子因此无法正常到达衬底表面,从而使沉积速率降低。

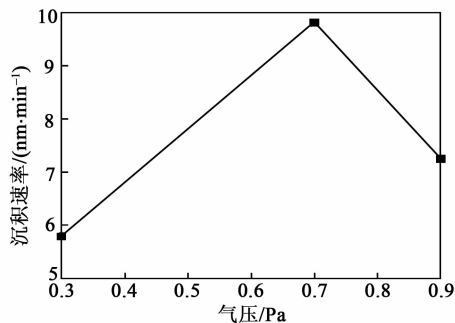


图4 沉积速率与气压的关系

2.2 UV/VIS/NIR 分光计反射率分析

反射率测量使用 Perkin Elmer Lambda950UV/VIS/NIR 紫外可见近红外分光光度计,设定扫描波长范围300~1 000 nm,步长1 nm/步。图5为从可见光到近红外(300~1 000 nm)波长范围内第二组样品(6-8)薄膜的反射率图。由图可见,波长大于500 nm的反射光谱具有周期性变化的干涉峰,这主要是由于入射光在氢化非晶硅薄膜层的多光束干涉造成的。同时在波长860 nm处各个样品的反射光谱发生小幅突变主要是由于设备在此时更换照射灯头。如果制备的薄膜厚度不均匀,入射光在不同厚度薄膜经过反射或透射,干涉峰会相互叠加,光谱中的干涉峰不明显或没有干涉峰。图5中3个样品干涉峰都较明显,并且干涉峰振幅变化明显,说明制备的样品薄膜厚度较均匀。

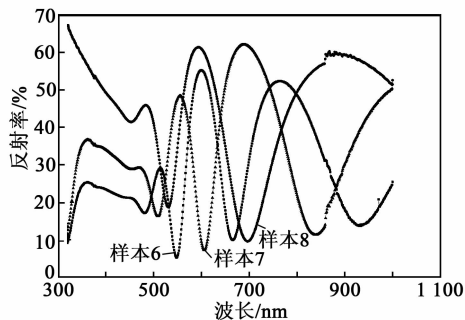


图 5 上、下线圈电流比不同时,样品薄膜反射光谱

XRD 主要用于测量和表征物相、微观畸变以及晶粒大小等特性。为了证实制备的样品薄膜非晶态,我们用 XRD 对薄膜进行鉴别测试。图 6 为样品 9 的非晶硅薄膜 XRD 衍射图。图中无明显的硅晶化特征峰,从而证实沉积的薄膜是氢化非晶硅。

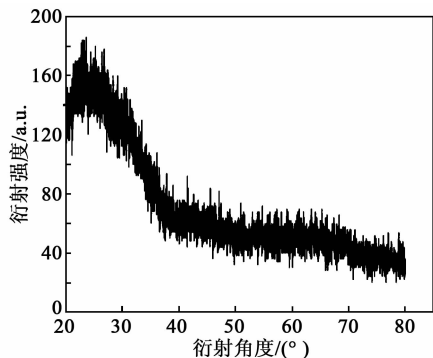
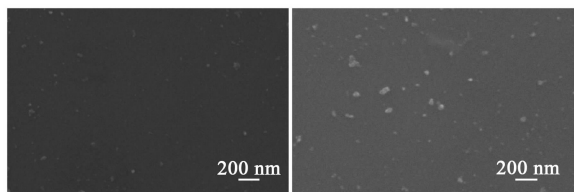


图 6 样品 9 XRD 衍射图

SEM 用于观察待测样片的表面和横截面的形貌,从 SEM 的测试结果中我们能够得到如成膜质量、表面形貌及薄膜厚度等特性。图 7(a)为制备的氢化非晶硅薄膜的表面 SEM 图,图 7(b)为普通电子束蒸发工艺制备的样品表面 SEM 图。由图可知,本实验制备的 a-Si:H 薄膜样品表面致密平整,而普通电子束蒸发工艺产生的膜表面具有明显的大颗粒物,粗糙度相对较高。



(a) 等离子束源设备样品 SEM 图 (b) 电子束蒸发工艺样品 SEM 图

图 7 等离子束源与电子束蒸发工艺制备的样品 SEM 表面对比图

3 结束语

本文利用一种新型 PECVD 设备(等离子束源 PBS300)以玻璃底片为衬底制备 a-Si:H 薄膜。通

过改变硅烷氢气流量比、设备工艺等实验参数得到不同条件下制备的氢化非晶硅薄膜。分析了包括工艺功率、工艺气压硅烷氢气流量比以及设备上、下线圈电流比对薄膜沉积速率的影响。利用 SEM、XRD 衍射等测试表征非晶硅薄膜结构与特性,分析不同参数对最终制备的薄膜材料性能的影响。从实验的结果分析来看,我们发现随着氢气与硅烷气体流量比增大,薄膜沉积速率先升高后下降,适当提高硅烷氢气流量比对薄膜沉积速率的提高很重要。同时,设备工艺压强以及工艺功率也有类似的趋势。而设备上、下线圈电流比(影响磁场)在 6:2 时有利于等离子体的波束成型,沉积薄膜速率最快。通过反射光谱以及 SEM 等表征方法进一步确认了设备制备的薄膜均匀性等特性。因此,在氢化非晶硅薄膜的制备过程中,各个参数的调整与优化对提高薄膜质量以及加快薄膜沉积速率十分重要。

参考文献:

[1] 黄仕华,董晶,沈佳露,等. PECVD 法制备氢化非晶硅薄膜材料[J]. 浙江师范大学学报(自然科学版),2014(2):121-125.
HUANG Shihua, DONG Jing, SHEN Jialu, et al. Hydrogenated amorphous silicon p-i-n multilayer thin film deposited by PECVD[J]. Journal of Zhejiang Normal University(Nat Sci), 2014(2):121-125.

[2] 丁文革,苑静,李文博,等. 基于反射和透射光谱的氢化非晶硅薄膜厚度及光学常量计算[J]. 光子学报,2011,40(7):1096-1100.
DING Wenge, YUAN Jing, LI Wenbo, et al. Thickness and Optical constants calculation of hydrogenated amorphous silicon film based on transmission and reflectance spectra[J]. Acta Photonica Sinica, 2011, 40(7):1096-1100.

[3] 袁俊宝,杨雯,陈小波,等. 沉积压力对氢化非晶硅薄膜特性的影响[J]. 光谱学与光谱分析,2016,36(2):326-330.
YUAN Junbao, YANG Wen, CHEN Xiaobo, et al. The influence of deposition pressure on the properties of hydrogenated amorphous silicon thin films[J]. Spectroscopy and Spectral Analysis, 2016, 36(2):326-330.

[4] 张娜,李海泉,周炳卿,等. 射频功率和沉积气压对非晶硅薄膜材料性能的影响[J]. 内蒙古师范大学学报(自然科学汉文版),2015(3):347-351.
ZHANG Na, LI Haiquan, ZHOU Bingqing, et al. Effect of RF power and deposition pressure on the amorphous silicon thin film material properties[J]. Journal of Inner Mongolia Normal University (Natural Science Edition), 2015(3):347-351.