

[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 01138794.7

[43]公开日 2002 年 8 月 14 日

[11]公开号 CN 1363722A

[22]申请日 2001.12.7 [21]申请号 01138794.7
[71]申请人 中国科学院长春光学精密机械与物理研
究所
地址 130022 吉林省长春市人民大街 140 号
[72]发明人 刘益春 吕有明 刘玉学
张吉英 申德振 范希武

[74]专利代理机构 长春科宇专利代理有限责任公司
代理人 梁爱荣

权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图页数 0 页

[54]发明名称 用电子回旋共振微波等离子体制备超薄
氮化硅薄膜

[57]摘要

本发明涉及制备微电子介电层、光电子材料与器件保护层、介电层的生长方法。用电子回旋共振微波等离子体技术,适合于单晶 Si 衬底片,在一定微波功率条件下,通过调整[N₂]/[Ar]气体流速比,气压和生长时间控制薄膜厚度,在低温下生长超薄 SiN 薄膜。本发明对硅衬底片无需再加热,可实现低温生长,克服高温 CVD 易引起杂质再分布的缺点;本发明的薄膜厚度小于 10nm,可在 4nm-10nm 的范围变化,平均介电击穿电场在 3-5MV/cm 范围变化。本发明在低压下生长,条件可控,重复性好,可以在其它半导体基片形成氮化物薄膜,还可将本发明与溅射技术结合制备 Si/SiN 的超晶格和量子阱结构。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

权 利 要 求 书

1、用电子回旋共振微波等离子体制备超薄氮化硅薄膜，其特征在于：利用电子回旋共振微波等离子氮化，通过调节其微波功率、气压和 N_2/Ar 的气体流速比，在低温条件下制备出超薄 Si_3N_4 薄膜，其制备步骤如下：

首先是将清洗好的硅衬底片放入电子回旋共振微波等离子体设备生长室的基座上，由机械泵和分子泵将本底真空度抽至 $2 \times 10^{-4} Pa$ ，通入高纯氩气 Ar 流量为 15 sccm -30 sccm，再加 2.45GHz 微波，微波功率范围为 300 W 至 500 W，微波使氩气产生辉光等离子体轰击硅衬底片表面 5-10 分钟去氧化膜，使硅衬底片的温度为 $50^\circ C$ - $100^\circ C$ ；然后关闭微波，再通入高纯氩气 Ar 和氮气 N_2 ，调整 $[N_2]/[Ar]$ 的气体流速比从 0.25 到 0.65，气压从 $1.0 \times 10^{-1} Pa$ - $2.0 \times 10^{-1} Pa$ ，生长时间 20 分钟，则可制得超薄 Si_3N_4 薄膜。

说明书

用电子回旋共振微波等离子体制备超薄氮化硅薄膜

本发明属于材料技术领域，涉及制备微电子介电层、保护层的制备方法。

Si_3N_4 薄膜材料是微电子介电层和保护层最重要的材料，广泛应用于微电子和光电子材料与器件。在低温下制备高质量 Si_3N_4 薄膜是大规模集成电路和微电子材料发展的必然要求。为了在低温条件下在 Si 基片上制备高质量的 Si_3N_4 薄膜，人们用等离子增强化学气相沉积技术，磁控溅射技术，用电子回旋共振微波等离子体化学气相沉积技术，光化学气相沉积技术等方法制备 Si_3N_4 薄膜，但获得高质量超薄 Si_3N_4 介电膜仍存在一些困难。如各种气相沉积(CVD)过程中开始界面反应快，难于控制超薄膜厚度和质量。

详细内容：为了在低温条件下制备高质量超薄 Si_3N_4 介电膜，克服高温化学气相沉积制备高质量超薄 Si_3N_4 介电膜的缺点，本发明利用电子回旋共振微波等离子氮化技术，通过调节微波功率、气压和 N_2/Ar 的气体流速比，在低温条件下制备出超薄 Si_3N_4 薄膜，其制备步骤如下：

首先是将清洗好的硅衬底片放入电子回旋共振微波等离子体设备生长室的基座上，由机械泵和分子泵将本底真空度抽至 $2 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ ，通入高纯氩气 Ar 流量为 15 -30 sccm，再加 2.45GHz 微波，微波功率范围为 300 W 至 500 W，微波使氩气产生辉光等离子体轰击硅衬底片表面 5-10 分钟去氧化膜，使硅衬底片的温度为 50°C - 100°C ；然

后关闭微波，再通入高纯氩气 Ar 和氮气 N_2 ，调整 $[N_2]/[Ar]$ 的气体流速比从 0.25 到 0.65，气压从 $1.0 \times 10^{-1} \text{ Pa}$ - $2.0 \times 10^{-1} \text{ Pa}$ ，生长时间 20 分钟，则可制得超薄 Si_3N_4 薄膜。

本发明利用了电子回旋共振可在低压下产生高密度等离子体和等离子体中离子和电子质量的差别，在等离子体流方向上其扩散速度不同而在空间形成自建电场对氮离子和氩离子的加速作用（能量为几十电子伏），轰击 Si 表面，在 Si 表面层进行等离子体诱导下的界面扩散反应形成致密的超薄 Si_3N_4 薄膜，以满足微电子材料与器件的需要。

本发明的积极效果：随着超大规模集成电路和微电子材料的发展，低温条件下在硅衬底片上制备高质量的超薄 Si_3N_4 薄膜的方法，是人们不断地探索的主题。本发明利用等离子体氮化技术，硅衬底片无需再加热，实现低温生长，克服高温 CVD 易引起杂质再分布的缺点；本发明的薄膜厚度小于 10 nm，可在 4 nm-10 nm 范围变化，平均介电击穿电场在 3-5 MV/cm 范围变化。本发明在低压下生长，条件可控，重复性好，本发明的薄膜生长技术可在不同衬底片上进行，特别适合于单晶 Si 衬底片，也可以在其它半导体基片形成氮化物薄膜，可通过改变氮气与氩气的气体流速比 $[N_2]/[Ar]$ ，气压和生长时间控制薄膜厚度。还可将本发明与溅射技术结合制备 Si/SiN 的超晶格和量子阱结构。

具体实施方式：

本发明的实施例 1：

衬底片温度为 50 °C; 生长衬底片选择: n-Si 单晶衬底片, 微波(2.45 GHz)功率为 500 W, 微波等离子体腔磁场: 875 Gauss; 衬底片与等离子腔间距为 100 mm; 高纯氩气 Ar 气流量为 15 sccm (或 30 sccm); $[O_2]/[N_2]$ 为 0.25; 气压为 1.0×10^{-1} Pa; 生长时间为 20 分钟, 可制备出的膜厚为 6 nm、折射率为 1.96、平均介电击穿电场在 3-5 MV/cm 范围变化的超薄 Si_3N_4 薄膜。

本发明的实施例 2: 低温电子回旋共振微波等离子体制备超薄 SiN 薄膜的方法: 衬底片温度为 100 °C; 生长衬底片选择: n-Si 单晶衬底片, 微波(2.45 GHz)功率为 300 W, 微波等离子体腔磁场: 875 Gauss; 衬底片与等离子腔间距为 100 mm; 高纯 Ar 气流量为 25 sccm; $[N_2]/[Ar]$ 为 0.48; 气压为 1.5×10^{-1} Pa。生长时间为 20 分钟, 可制备出的膜厚为 5 nm, 折射率为 1.96。平均介电击穿电场在 3-5 MV/cm 范围变化。

本发明的实施例 3: 低温电子回旋共振微波等离子体制备超薄 SiN 薄膜的方法: 衬底片温度为 70 °C; 生长衬底片选择: n-Si 单晶衬底片, 微波(2.45 GHz)功率为 500 W, 微波等离子体腔磁场: 875 Gauss; 衬底片与等离子腔间距为 100 mm; 高纯 Ar 气流量为 30 sccm; $[N_2]/[Ar]$ 为 0.65; 气压为 2.0×10^{-1} Pa。生长时间为 20 分钟, 可制备出的膜厚为 4 nm, 折射率为 1.96。平均介电击穿电场在 3-6 MV/cm 范围变化。

按以上 3 个实施例条件可以生长出超薄 SiN 薄膜, 其膜厚可由气压和气体流速比 $[N_2]/[Ar]$ 控制。