

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.

C30B 29/06 (2006.01)

C30B 28/02 (2006.01)

H01L 21/34 (2006.01)



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200510016606.5

[43] 公开日 2006 年 2 月 1 日

[11] 公开号 CN 1727526A

[22] 申请日 2005.3.4

[21] 申请号 200510016606.5

[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 130031 吉林省长春市东南湖大路 16 号

[72] 发明人 黄金英 付国柱 荆海 凌志华

[74] 专利代理机构 长春科宇专利代理有限责任公司

代理人 李恩庆

权利要求书 2 页 说明书 4 页 附图 2 页

[54] 发明名称

制备微晶硅的方法

[57] 摘要

本发明属于半导体材料领域，是一种制备微晶硅的方法。本发明将直接沉积在玻璃基板上的非晶硅薄膜，用紫外光辅助热退火的方法使非晶硅薄膜转化成微晶硅。所用的紫外光辅助热退火的方法是将非晶硅薄膜置于真空退火炉中，进行真空热退火的同时辅以紫外光照射，非晶硅薄膜吸收紫外光能量转化为自身热能，紫外光的诱导作用不仅使非晶硅到微晶硅的相变温度降低，而且加速了相变过程。使用这种方法可以制备出结晶度较高的微晶硅薄膜，可以在普通玻璃上制备大面积均匀的微晶硅薄膜。

1、一种制备微晶硅的方法，其特征是将直接沉积在玻璃基板上的非晶硅薄膜，用紫外光辅助热退火的方法使非晶硅薄膜转化成微晶硅；所用的紫外光辅助热退火的方法是将非晶硅薄膜样品置于紫外光辅助热退火装置中，进行真空热退火的同时辅以紫外光照射，非晶硅薄膜吸收紫外光能量转化为自身热能，紫外光的诱导作用不仅使非晶硅到微晶硅的相变温度降低，而且加速了相变过程。

2、根据权利要求1所述的制备微晶硅的方法，其特征是紫外光辅助热退火时的真空度为2-10Pa；所用的紫外光波长为365nm，紫外光照度可调范围0~1.5 mW/cm²；转化温度为400°C，退火过程的温度从400°C到100°C。

3、根据权利要求2所述的制备微晶硅的方法，其特征是紫外光辅助热退火采用紫外光辅助热退火装置；紫外光辅助热退火装置由四部分组成，包括真空退火炉、加热板、匀光板和紫外光源。

4、根据权利要求3所述的制备微晶硅的方法，其特征是紫外光辅助热退火装置的加热板（2）水平安放在真空退火炉（1）的底部，其上放置待转化的非晶硅薄膜样品（6），温度设定调节范围为0~800°C；真空退火炉（1）上开有一个石英窗口（5），窗口（5）上设置一个不透光的盖，或用一个遮光物使紫外光透过或截止；真空退火炉（1）中的真空度由阻规真空计测得；紫外光源（4）置于真空退火炉（1）的外部，紫外光通过匀光板（3）匀光后进入窗口（5）从正面照射样品（6），紫外光照度由置于样品位置的照度计测得，并由电压调节紫外光照度大小，电压可调范围在0~1.5 mW/cm²。

5、根据权利要求3所述的制备微晶硅的方法，其特征是将氢化非晶硅薄膜样品（6）向上放置于真空退火炉（1）底部的加热板（2）上，将窗口（5）覆盖后，退火炉抽真空；待真空度达到2Pa时，开启加热板（2）的电

源进行加热，同时将紫外光源（4）打开；待样品（6）的达到设定温度 400°C 时，紫外光源（4）的紫外照度稳定在 $1\text{mW}/\text{cm}^2$ ，去掉窗口（5）覆盖物，使紫外光通过窗口（5）、经匀光板（3）照射到样品（6），并开始计时；到达设定的晶化时间 3 小时后，先覆盖窗口（5）并关掉紫外光源（4），然后关掉加热板（2）的加热电源，保持真空直至样品（6）温度降至低于 100°C 。

制备微晶硅的方法

技术领域

本发明属于半导体材料技术领域，涉及一种硅材料，具体地说是一种把非晶硅转化为微晶硅的方法。

背景技术

微晶硅迁移率、光电转换效率高于非晶硅，而与多晶硅相比制备工艺简单、成本低，所以广泛应用于薄膜晶体管的制备和太阳能电池制作。

目前，制备微晶硅的方法主要是直接淀积法，包括超高频等离子体增强化学气相沉积（VHF PECVD）、热丝化学气相沉积（HW CVD）和电子回旋共振化学气相沉积（ECR CVD）。

超高频等离子体化学气相沉积（VHF PECVD）法是以 H_2 稀释的 SiH_4 气体为源气体，衬底温度在 $250^{\circ}C-400^{\circ}C$ 之间，使用传统的等离子体增强化学气相沉积（PECVD）设备，提高等离子体的激发频率直接淀积形成微晶硅。这种方法制备微晶硅 $\mu c-Si$ 材料中存在的问题是其生长速率较低（ $<1A$ ）不利于降低制造成本。

热丝化学气相沉积（HW CVD）法是 H_2 稀释的 SiH_4 或 Si_2H_6 气体先通过高温的金属丝（通常用金属 W），被分解后淀积在基板上形成微晶硅。这种方法制备的微晶硅材料金属离子污染问题还没解决。

电子回旋共振化学气相沉积（ECR CVD）法以 H_2 稀释的 SiH_4 气体为源气体，利用高密度离子流在 ECR 等离子区附近的基板上淀积 Si 原子并形成微晶硅薄膜。

上述用直接淀积法制备微晶硅薄膜，在不同程度上存在着以下问题：生长速率低，不利于降低制造成本；结晶度较低，约 50%；迁移率低，光电转换效率低。

发明内容

为了克服上述直接淀积制备微晶硅方法的缺点，本发明以直接淀积的非晶硅薄膜为前身，通过紫外光辅助热退火将非晶硅薄膜转化为微晶硅薄膜，目的是提供一种制备微晶硅的方法。

本发明利用已有的非晶硅薄膜的沉积成熟工艺在普通玻璃基板上制备非晶硅薄膜。然后，用紫外光辅助热退火的方法，将玻璃基板上制备非晶硅薄膜转化为微晶硅薄膜。

本发明所述的紫外光辅助热退火的方法，是通过紫外光辅助热退火装置实现的。

本发明所述的紫外光辅助热退火装置由四部分组成，包括真空退火炉、加热板、匀光板和紫外光源。加热板水平安放在真空退火炉的底部，用于放置待转化的非晶硅薄膜样品，温度由可设定的控温系统进行调节，温度设定调节范围为 $0\sim 800^{\circ}\text{C}$ 。真空退火炉上开有一个石英窗口，能使紫外光透过，为控制紫外光的透过，可以在石英窗口上设置一个不透紫外光的盖，或用一个遮光物使紫外光透过或截止。真空退火炉中的真空度由阻规真空计测得，真空度在 $1\sim 10\text{Pa}$ 范围。紫外光源（ 365nm ）置于真空退火炉外部，紫外光通过匀光板匀光后进入窗口从正面照射样品，紫外光照度由置于样品位置的照度计测得，并由电压调节紫外光照度大小。电压可调范围在 $0\sim 1.5\text{ mW/cm}^2$ 。

本发明首先利用已有的非晶硅薄膜的沉积成熟工艺在普通玻璃基板上沉积一层非晶硅薄膜，然后将非晶硅薄膜样品水平放置于真空退火炉内的加热板上（如图1所示）。将窗口覆盖后，真空退火炉抽真空。待真空度达到 $1\sim 10\text{Pa}$ 时开启加热板电源进行加热，同时将紫外光源打开。此时真空退火炉窗口被覆盖，使紫外光无法照射到样品上。待加热板达到设定温度 $400\sim 800^{\circ}\text{C}$ ，并紫外灯已经稳定工作，紫外照度恒定时，去掉窗口覆盖物，使紫外光通过窗口照射到样品，并开始计时。到达设定晶化时间 $1\sim 20$ 小时

后，先覆盖窗口并关掉紫外光源，然后关掉加热电源，保持真空直至样品温度降至低于 100°C ，这样防止样品氧化。退火时间可控制在 $1\sim 20$ 小时。

热退火是一种简单、基本的由多晶硅向微晶硅转化晶化方法。使非晶硅薄膜转化为微晶硅甚至多晶硅，转化温度较高，温度 $\geq 600^{\circ}\text{C}$ ，这种转化温度不适于玻璃衬底。通过紫外光辅助热退火将多晶硅转化为微晶硅时，由于紫外光的诱导作用，降低了转化温度 ($\sim 400^{\circ}\text{C}$)。非晶硅材料具有大量的隙态和深能级，无辐射跃迁是主要的复合过程，因而具有较高的光热转换效率；非晶硅对 365nm 波长的紫外光有较强的吸收，非晶硅薄膜吸收紫外光子能量，激发了不平衡的电子—空穴对，增加了自由电子在导带的能量，热电子—空穴对用无辐射复合的热途径将自己的能量转给晶格，将光能转换为热能，故而使非晶硅转化为微晶硅的相变温度降低，可以在普通玻璃上制备大面积均匀的微晶硅薄膜。

本发明所用的高品质非晶硅薄膜的淀积方法很多，包括低压化学气相沉积 (LPCVD)、等离子体增强化学气相沉积 (PECVD)、热丝化学气相沉积 (HW CVD)、电子回旋共振化学气相沉积 (ECR CVD) 等等。这些方法，工艺成熟，淀积速率快，膜质致密，克服了微晶硅淀积速率低的缺点，降低了成本。

附图是本发明制备出的微晶硅紫外诱导法 Raman 谱图。从拉曼 (Raman) 测试结果可以看出，使用本发明能在较低温度下 ($\sim 400^{\circ}\text{C}$)、较短时间 ($\sim 3\text{hours}$) 内制备出结晶度较高 ($\geq 80\%$) 的微晶硅薄膜。

附图说明

图 1 为本发明所用的紫外光辅助热退火装置结构示意图。图中 (1) 为真空退火炉，(2) 加热板，(3) 匀光板，(4) 紫外光源，(5) 窗口，(6) 样品。

图 2 为用本发明获得的微晶硅紫外诱导法 3 小时的 Raman 谱图，是本发明制备的微晶硅的 Raman 测试结果与分析。样品制备条件：PECVD 法在玻璃基板上沉积非晶硅薄膜，厚度为 50nm ，波长为 365nm 、照度为 $1\text{mW}/\text{cm}^2$

紫外光辐照下，衬底温度 400°C 下真空退火 3 小时。从拉曼谱图分析可知结晶度为 88%。

图 3 为本发明获得的微晶硅紫外诱导法的 Raman 谱图，是本发明不同退火时间制备的微晶硅的 Raman 测试结果对比。样品制备条件：非晶硅薄膜（50nm），波长为 365nm、照度为 $1\text{mW}/\text{cm}^2$ 紫外光辐照下，衬底温度 400°C 下真空退火，退火时间分别为 a 是 1 小时、b 是 2 小时、c 是 3 小时、是 d 是 6 小时。

具体实施方式

下面结合具体实施方式进一步说明本发明。

用等离子体增强化学气相沉积（PECVD）法在玻璃上沉积 50nm 厚的氢化非晶硅薄膜（a-Si:H），衬底温度为 220°C ，射频功率密度为 $0.03\text{W}/\text{cm}^2$ ，气体流量为 15sccm，反应室气压为 80Pa。

上述氢化非晶硅薄膜样品 6 薄膜向上放置于图 1 所示真空退火炉 1 底部的加热板 2 上，将窗口 5 覆盖后，退火炉抽真空；待真空度达到 2Pa 时，开启加热板 2 的电源进行加热，同时将紫外光源 4 打开；待样品 6 的达到设定温度 400°C 时，紫外光源 4 的紫外照度稳定在 $1\text{mW}/\text{cm}^2$ ，去掉窗口 5 上覆盖物，使紫外光通过窗口 5、经匀光板 3 照射到样品 6，并开始计时；晶化时间为 3 小时，到达设定晶化时间后，先覆盖窗口 5 并关掉紫外光源 4，然后关掉加热板 2 的加热电源，保持真空直至样品 6 温度降至低于 100°C 。对样品进行拉曼（Raman）测试。

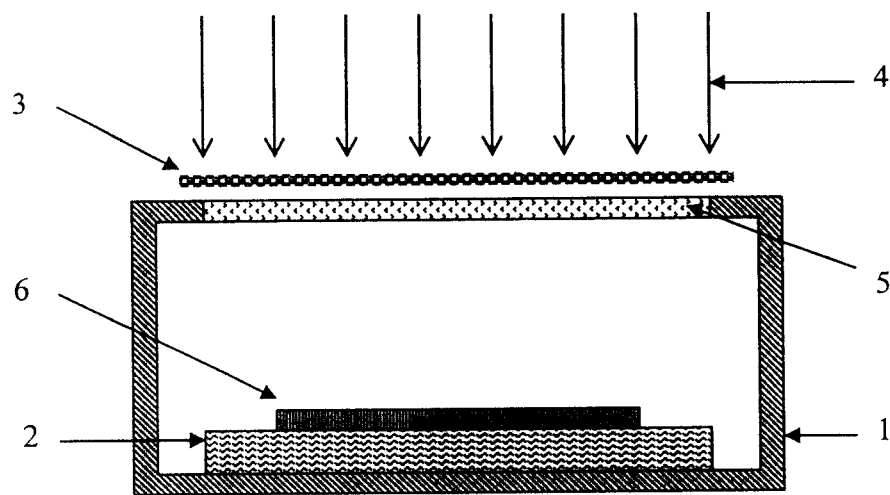


图 1

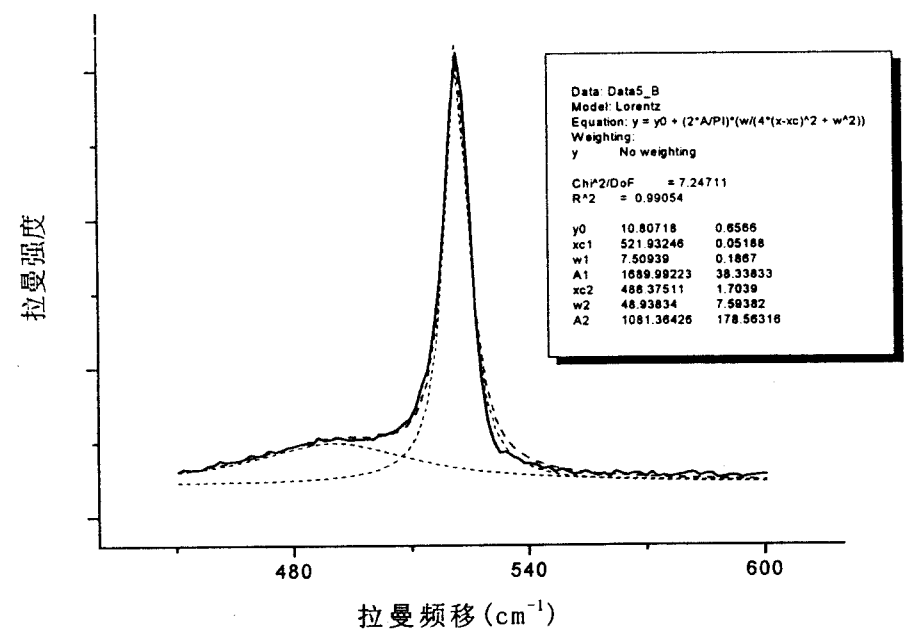


图 2

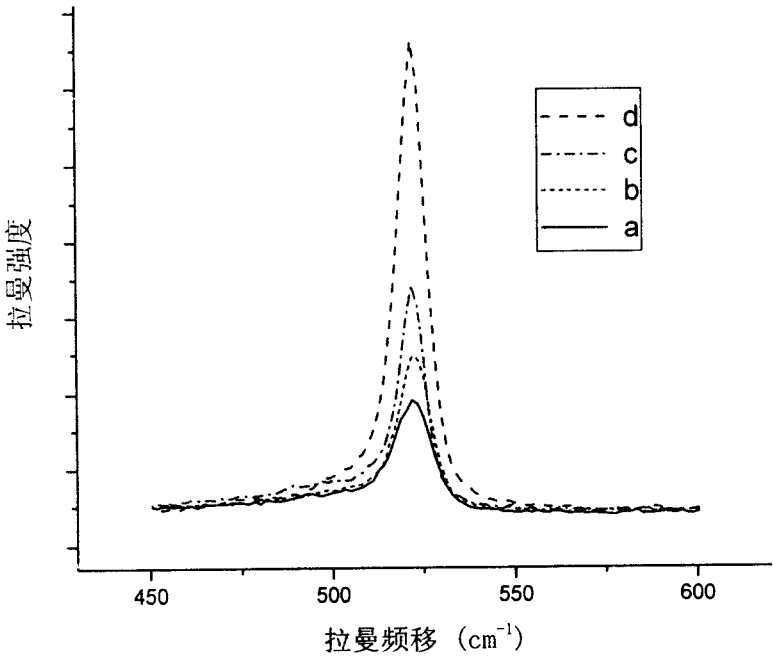


图 3