

3532 860901
陳海翔 北京才学研
高鹏 北京物理研

沈火
860903
860918
中国激光

第14卷 第11期

OLD 诊断 SiH_4 的 LPCVD 动力学过程

傅广生 李晓菁 韩理 张连水 董丽芳 吕福润 薛春银

(河北大学物理系)

提要: 用光声激光偏转(OLD)测量了强 TEA CO_2 脉冲激光辐照 $\text{SiH}_4\text{-H}_2$ 系统产生等离子体淀积(LPCVD)硅薄膜过程中的激波效应,证明激光击穿 SiH_4 诱发的激波效应是 LPCVD 中基本的气体动力学过程,并讨论了激波对膜生长的影响。

Diagnosis of kinetic process in silane LPCVD by means of OLD

Fu Guangsheng, Li Xiaowei, Han Li, Zhang Lianshui, Dong Lifang, Lü Furun, Xue Chunyin

(Physics Department, Hebei University, Shijiazhuang)

Abstract: The shock wave in SiH_4 laser plasma chemical vapour deposition (LPCVD) are measured by optoacoustic laser deflection (OLD) technique. The result shows that the shock wave induced by laser gas breakdown is the basic gas kinetic process in LPCVD. Also discussed is its influence on thin film growth.

一、引言

激光等离子体化学气相淀积(LPCVD)作为材料研制和加工的新技术已受到人们重视,由于作用过程不受材料光学选择性吸收的限制,原则上可进行各种薄膜的淀积、蚀刻、材料的合成和表面加工等^[1]。我们用该方法已经成功地淀积了数平方厘米的均匀硅薄膜,并在 380°C 的低温基片上获得了多晶硅薄膜^[2]。然而人们对于该方法所关联的物理化学过程了解得并不多,迄今没有一个令人满意的理论模型,主要原因是缺少对于从激光击穿气体产生等离子体到材料生长整个

中间过程的直接观测研究。而弄清此过程对进一步控制实验条件以改善材料性能,发展 CVD 理论有重要作用。

二、实验方法和装置

对激波产生的密度跃变及其激波传播规律的测量一般采用光学干涉加高速摄影的方法。我们采用的 OLD 方法与上述方法相比简单易做,仅需一台较稳定的连续激光器及一只灵敏探测器,便可同时测量密度跃变及其传播规律。测量的原理是:脉冲光作用于物质,诱发声波在物质中传播,使其密度发生

收稿日期:1986年9月1日。

变化从而引起物质折射率变化，于是沿该物质传播的另一连续光束便发生偏转。我们用强 TEA CO₂ 脉冲激光击穿 SiH₄-H₂ 系统诱发激波，以连续 He-Ne 激光作为探测光束，偏转信号由灵敏探测器——硅四像限探测器监收。来自两个像限的信号输入到 SR-37 型二踪示波器，取二者之差作为观察信号。

图 1 为实验装置示意图。反应室为不锈钢制成的长方体容器，其六个表面各有一个 $\phi 55$ mm 的窗口，左右两个用 NaCl 密封，其余四个均用玻璃片密封。TEA CO₂ 激光器未作选频，输出的主要波长为 10P(20) 线，脉冲半宽度为 100 ns，有 2 μ s 的尾部。激光器输出能量可在 0.5~2J 内变化。CO₂ 激光从右窗口垂直入射，经 $f=7.5$ cm 的 Ge 透镜聚焦在诱发 SiH₄ 击穿的 Cu 靶前（放置 Cu 靶是为了保证在很大气压范围内使气体击穿）。He-Ne 激光先经焦距 $f=15$ cm 的透镜再垂直穿过反应室的前后窗口，光束在待探测区的直径小于 1 mm，光束的位置可通过 He-Ne 激光器底座的千分尺测微螺旋上下左右移动，以测定相对于击穿点不同位置处的激波信号。实验所用的光电倍增管为

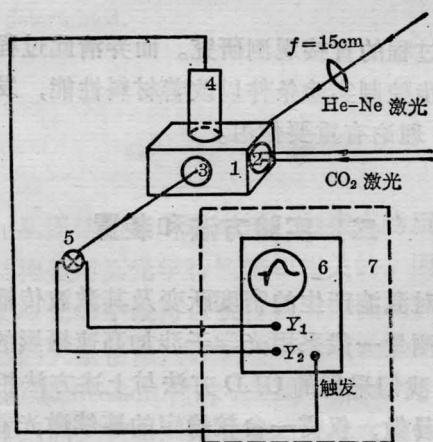


图 1 实验装置示意图

- 1—反应室；2—NaCl 镜片；3—玻璃镜片；
4—光电倍增管；5—硅四像限探测器；
6—示波器；7—屏蔽室

GDB-333 型(国营华东电子管厂)；硅四像限探测器为 GT III 型(永川光电技术研究所)，样品是含 2.5% SiH₄ 的 SiH₄-H₂ 混合气体；真空度为 5×10^{-2} Torr。整个接收系统作了仔细的光电屏蔽。

三、实验结果及讨论

实验测定了诱发激波在 SiH₄-H₂ 中的传播；激波强度与样品气压和激光能量的关系。图 2 为一典型的激波信号照片。实验条

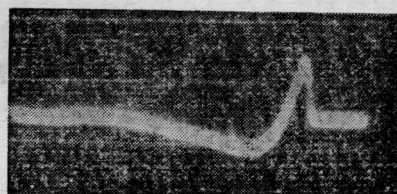


图 2 激波信号

件为激光器输出能量 1J，样品气压 280 Torr，观测点距焦点 6 mm，示波器选用的档位为 10 mv/div 和 2 μ s/div。从照片上我们可以看出，从击穿开始经过 1.8 μ s 后光束开始偏转，说明在该条件下激波经 1.8 μ s 传到距波源 $R=6$ mm 的地方。信号的形状反映了该点密度的变化：急剧下降部分表示着密度陡然增大，使光束位置迅速偏向一个像限。尔后的上升表明密度又逐渐减小使光束逐渐偏向探测器的中心，经过初始密度后继续变小使光束偏向另一像限，以后又缓慢增大，最后恢复到初始密度，光束又回到探测器中心位置。改变 He-Ne 光束的入射位置 R (R 为光束距焦点的距离)，测定激波到达时间，得到图 3 所示的传播曲线。经数据处理发现在 $R < 10$ mm 范围内其传播满足 $R \propto t^{0.4}$ 关系，与爆炸波传播规律一致。改变样品气压，测定传播时间对气压的依赖关系，结果发现满足 $t \propto \sqrt{P_0}$ 的关系 (P_0 为初始气压)。例如在同一位置测量气压分别为 240 Torr 及 150 Torr 时的激波传播时间，分别得到 2.0 μ s 和

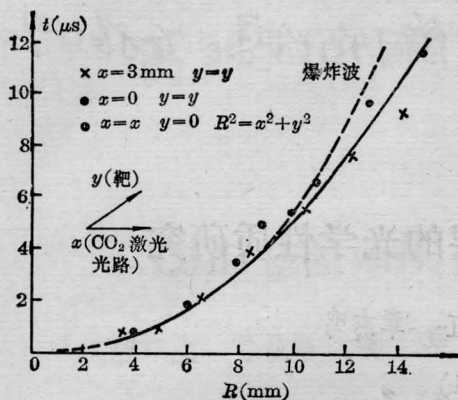


图3 激波传播曲线

样品气压: 280Torr; 激光器电源电压: 17.5kV

1.6 μs, 较好地满足 $t_1/t_2 = \sqrt{P_1/P_2}$ 的关系, 与爆炸波规律一致。考虑到 Ge 透镜、NaCl 窗口的损耗及光路上 SiH₄ 气体对激光能量的吸收, 此时实际到达焦点处的能量 $E = 0.2\text{J}$ 。为了进一步与爆炸波相比较, 在图 3 中画出了在相应实验条件下按 [3] 的理论算出的曲线。由图可以看出, 在 $R < 10\text{mm}$ 范围内为爆炸波。由于该波的作用, 气体被高度压缩从而温度迅速升高。表 1 列出为 $E =$

表 1 波阵面温度

R (m)	4	6	8
T (K)	2700	800	390

0.6J、 $P = 200\text{Torr}$ 条件下不同位置的波阵面上的温度。注意到 SiH₄ 的热解温度为 800 K^[4], 则在该条件下由于爆炸波的作用使 SiH₄ 的离解区域半径比击穿区半径 (约 3mm) 大 6mm, 预示着在基片上可获得数平方厘米的均匀硅薄膜淀积。此外由图 3 的实验结果按 [2] 给出的波阵面速度 D :

$$D = \frac{2}{5} R/t \quad (1)$$

及波阵面上粒子携带的动能:

$$E_k = \frac{3(r-1)}{2\pi(3r-1)} mE/\rho_0 \frac{1}{R^3} \quad (2)$$

可算得在该区域内波阵面的传播速度 $D > 3.2 \times 10^3\text{ m/s}$, 分解碎片可携带着大于

0.26eV 的能量到达基片, 使膜生长温度降低。上述结果与膜淀积实验^[2]中得到的大面积淀积以及在 380°C 低温基片上获得多晶硅薄膜的结果一致。

激波波阵面上气体压缩程度取决于激波的强弱, 故 OLD 信号的大小反映了激波的强弱。实验测量了诱发激波在 SiH₄-H₂ 系统传播过程中激波强度随激光能量及样品气压的变化关系。图 4 表明当样品气压为 100~180 Torr 时激波较强; 图 5 表明激波强度随激光能量的增加而变大。上述结果与 SiH₄ 的 LPCVD 过程中 SiH₄ 的分解量及膜生长面积在气压为 100~180Torr 时较大, 以及二者均随激光能量的增加而变大的结果一致^[2]。其原因是激波越强, 同一位置的波阵面上温度越高, 于是 SiH₄ 的离解范围越大, 相应的均匀硅薄膜淀积面积越大。

此外在激光脉冲作用时间内 (100ns), 观察到击穿区沿光路方向的半径为 3mm, 而垂直于光路方向上满足爆炸波传播规律, 从

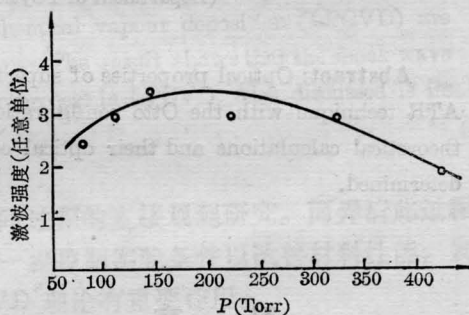


图 4 激波强度与气压关系

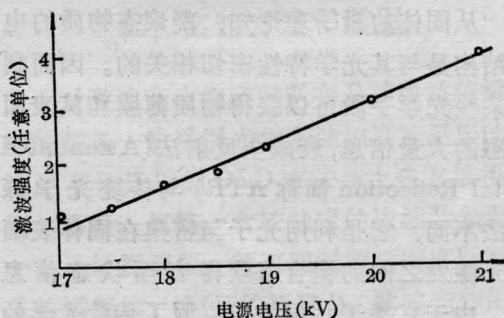


图 5 激波强度与激光电源电压的关系

(下转第 661 页)

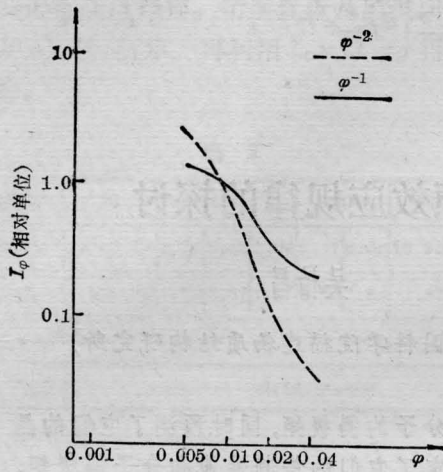


图4 I_ϕ 随 ϕ 变化的相对衰减曲线

上式表明强度相关的 I_ϕ 随角度因子 ϕ^{-1} 衰减。图4绘出 I_ϕ 随 ϕ 变化的相对衰减曲线。

参 考 文 献

- [1] A. Vander Lugt; IEEE Trans. Inform. Theory, 1964, IT-10, No. 2, 139.
- [2] J. D. Armitage, A. W. Lohmann; Appl. Opt., 1965, 4, No. 4, 461.
- [3] G. G. Mu; SPIE Proceedings, 1986,
- [4] D. Cassasent, A Furman; Appl. Opt., 1977, 16, No. 6, 1652

(上接第 673 页)

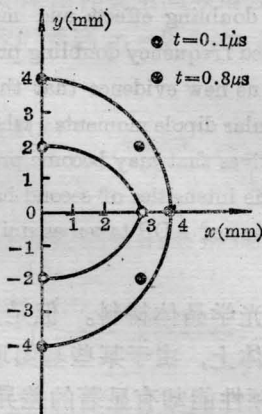


图6 波阵面的时空图象

图3得到激光脉冲结束时, 垂直于光路方向

附 录

证明一个实函数 $T(x)$ 可以表示为不同频率的余弦函数的迭加。

首先证明实函数 $T(x)$ 的傅里叶谱 $\tilde{T}(f)$ 的模是偶函数。由傅里叶变换式有

$$\tilde{T}(f) = \int_{-\infty}^{\infty} T(x) \exp(i2\pi fx) dx$$

对于实函数 $T(x)$, 有 $T^*(x) = T(x)$, 因此

$$\begin{aligned} \tilde{T}^*(f) &= \int_{-\infty}^{\infty} T^*(x) \exp(-i2\pi fx) dx \\ &= \int_{-\infty}^{\infty} T(x) \exp(-i2\pi fx) dx = \tilde{T}(-f) \end{aligned}$$

因此有 $|\tilde{T}(f)| = |\tilde{T}(-f)|$

再由逆傅里叶变换式有

$$\begin{aligned} T(x) &= \int_{-\infty}^{\infty} \tilde{T}(f) \exp(-i2\pi fx) df \\ &= \int_{-\infty}^{\infty} |\tilde{T}(f)| \exp[-i2\pi fx - i2\pi\phi(f)] df \end{aligned}$$

其中 $\tilde{T}(f) = |\tilde{T}(f)| \exp[-i2\pi\phi(f)]$

利用尤拉公式有

$$\begin{aligned} T(x) &= \int_{-\infty}^{\infty} |\tilde{T}(f)| \cos[2\pi fx + 2\pi\phi(f)] df \\ &\quad - i \int_{-\infty}^{\infty} |\tilde{T}(f)| \sin[2\pi fx + 2\pi\phi(f)] df \end{aligned}$$

由于 $|\tilde{T}(f)|$ 是偶函数, 上面积分中第一项的被积函数是偶函数, 第二项的被积函数是奇函数, 因此有

$$T(x) = 2 \int_0^{\infty} |\tilde{T}(f)| \cos[2\pi fx + 2\pi\phi(f)] df$$

命题得证。

上波阵面到达 2mm 处, 由此得到爆炸波的时空图象如图6所示: 在脉冲作用时间波阵面类似于椭球面, 脉冲结束后逐渐变为球面。

河北大学八六届毕业生赵滨华、李金岭参加了部分实验工作, 谨此致谢。

参 考 文 献

- [1] H. V. Boening; J. Low-Temperature Plasma Chemistry, 1985, 101.
- [2] 傅广生等; 中国光学学会 1985 年年会论文集, p. 159.
- [3] 泽尔道维奇·莱依捷尔著; 《激波和高温气体动力学现象物理学》, 上册, 张树林译, 科学出版社, 1980年.
- [4] “硅烷法制取高纯硅”, 国外资料汇编, 科学出版社, 1972.