

# [12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 01138795.5

[43]公开日 2002年8月14日

[11]公开号 CN 1363717A

[22]申请日 2001.12.7 [21]申请号 01138795.5  
 [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 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 低温下用磁控溅射技术制备无应力氧氮硅薄膜

[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。在 $\text{Si}_3\text{N}_4$ 薄膜中掺入适量的 $\text{SiO}_2$ ,再利用磁控溅射技术,通过调节射频功率、气压和 $\text{N}_2/\text{O}_2$ 的气体流速比,在低温条件下制备出无应力 $\alpha\text{-SiO}_x\text{N}_y$ 薄膜。本发明实现超厚保护膜的生成,以满足光电子器件绝缘层、保护层等方面的需要。 $\text{SiON}$ 薄膜折射率变化范围从1.5到1.6。薄膜厚度为40-50nm条件下,平均电击穿电场在8-10MV/cm范围变化。低温制备无应力介电薄膜在微电子超大规模集成电路制造技术中具有重要应用。本发明还可以在其它有机高分子基片上制备 $\alpha\text{-SiON}$ 薄膜。

ISSN 1008-4274

# 权 利 要 求 书

---

1、低温下用磁控溅射技术制备无应力氧氮硅薄膜，其特征在于：在  $\text{Si}_3\text{N}_4$  薄膜中掺入适量的  $\text{SiO}_2$ ，再利用磁控溅射技术，通过调节射频功率、气压和  $\text{N}_2/\text{O}_2$  的气体流速比，在低温条件下制备出无应力  $\text{a-SiO}_x\text{N}_y$  薄膜：首先是将清洗好的衬底片和旋涂在玻璃基片上的 PPV 薄膜放入磁控溅射设备生长室的基座板上，由外部向基板加热，使基板上的衬底片得到  $50\text{ }^\circ\text{C}$ -  $100\text{ }^\circ\text{C}$  温度，由机械泵和分子泵将本底抽真空，通入高纯氩气 Ar 流量为 35 sccm，加射频功率至 300 W- 400 W，产生辉光等离子体轰击高纯硅靶表面 30 分钟；关闭射频功率后，通入高纯  $\text{O}_2$  和  $\text{N}_2$ ，调整  $[\text{O}_2]/[\text{N}_2]$  的气体流速比到 0.04-0.056，气压从 0.5 到 1.0 Pa 范围，利用射频等离子体溅射高纯硅靶可进行无应力 SiON 薄膜的生长，薄膜厚度可通过生长时间控制。



# 说 明 书

## 低温下用磁控溅射技术制备无应力氧氮硅薄膜

**技术领域:**本发明属于材料技术领域, 涉及制备微电子介电层、光电子材料与器件保护层的生长方法。

**背景技术:**  $\text{SiO}_2$  和  $\text{Si}_3\text{N}_4$  薄膜材料是微电子介电层、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。近年来有机光电子材料与器件得到了迅速的发展, 然而空气中氧气和水蒸汽严重影响有机光电子器件性能, 迫切需要制备超厚的  $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Si}_3\text{N}_4$  保护层。然而由于  $\text{SiO}_2$  和  $\text{Si}_3\text{N}_4$  薄膜分别存在着压和张应力, 因而难于在低温下制备超厚的保护膜。

**详细内容:**为了解决上述  $\text{SiO}_2$  和  $\text{Si}_3\text{N}_4$  薄膜存在内应力而不易制备厚保护膜的缺点, 本发明利用我们制备的  $\text{SiO}_2$  和  $\text{Si}_3\text{N}_4$  薄膜绝缘特性好和针孔密度小的优点, 及  $\text{SiO}_2$  和  $\text{Si}_3\text{N}_4$  具有相反性质的应力特性, 在  $\text{Si}_3\text{N}_4$  薄膜中掺入适量的  $\text{SiO}_2$ , 再利用磁控溅射技术, 通过调节射频功率、气压和  $\text{N}_2/\text{O}_2$  的气体流速比, 在低温条件下制备出无应力  $\text{a-SiO}_x\text{N}_y$  薄膜:

首先是将清洗好的衬底片和旋涂在玻璃基片上的 PPV 薄膜放入磁控溅射设备生长室的基板上, 由外部向基板加热, 使基板上衬底片的温度升至  $50\text{ }^\circ\text{C}$ -  $100\text{ }^\circ\text{C}$  温度, 由机械泵和分子泵将本底抽真空, 通入高纯氩气 Ar 流量为 35 sccm, 加射频功率至 300 W- 400 W, 产生辉光等离子体轰击高纯硅靶表面 30 分钟; 关闭射频功率后, 通入高纯  $\text{O}_2$  和  $\text{N}_2$ , 调整  $[\text{O}_2]/[\text{N}_2]$  的气体流速比到 0.04-0.056, 气压



从 0.5 到 1.0 Pa 范围, 利用射频等离子体溅射高纯硅靶可进行无应力 SiON 薄膜的生长, 薄膜厚度可通过生长时间控制。

**本发明的积极效果:** 近年来有机光电子器件得到快速的发展, 由于有机光电子材料熔点较低, 要求在低温条件下制备有机光电子器件的隔离层、绝缘层和保护层。

本发明的主要特点是实现了在低温下制备无应力 SiON 薄膜, 克服了有机材料熔点低不易在高温基板下制备保护膜的问题。本发明正是利用了我们在制备的 SiO<sub>2</sub> 薄膜内存在压应力和 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 薄膜内存在张应力的性质, 在 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 薄膜中掺入适量的 SiO<sub>2</sub> 形成无应力的 a-SiON 薄膜。解决了由于 SiO<sub>2</sub> 和 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 薄膜内存在应力而易使较厚的薄膜龟裂, 因而不宜制备较厚的保护膜的问题, 实现超厚保护膜的生成, 以满足光电子器件绝缘层、保护层等方面的需要。SiON 薄膜折射率变化范围从 1.5 到 1.6。薄膜厚度为 40-50 nm 条件下, 平均介电击穿电场在 8-10 MV/cm 范围变化。这对于制备有机光电子器件的保护层具有实际意义。此外低温制备无应力介电薄膜在微电子超大规模集成电路制造技术中具有重要应用。本发明还可以在其它有机高分子基片上制备 a-SiON 薄膜。

**具体实施方式:** 本发明首先将清洗好的衬底片放入磁控溅射设备生长室的基板上; 由机械泵和分子泵抽真空; 通入一定流量的高纯氩气; 调整射频功率、气压、氧气与氮气的气体流速比至一定范围; 则制得无应力 a-SiON 薄膜, 薄膜厚度可通过生长时间控制。

本发明的实施例 1: 无应力 a-SiON 薄膜生长



衬底片的温度选择为 50 °C；衬底片选择：n-Si 单晶衬底片，射频功率为 300 W，频率为：13.56 MHz；磁控溅射设备所用的高纯硅靶的尺寸为 275×135×8.5 mm<sup>3</sup>；靶与衬底片间距为 50 mm。由机械泵和分子泵将本底真空度抽至 2×10<sup>-4</sup> Pa,高纯 Ar 气流量为 35 sccm; [O<sub>2</sub>]/[N<sub>2</sub>]为 0.04; 气压为 0.5 Pa。生长时间为 30 分钟，可制得无应力 a-SiON 薄膜的膜厚为 300 nm, 折射率为 1.58, 内应力为零。

#### 本发明的实施例 2：无应力 a-SiON 薄膜生长

衬底片的温度为 80 °C；生长衬底片选择：n-Si 单晶衬底片；射频功率为 350 W，频率为：13.64 MHz；磁控溅射设备所用的高纯硅靶的尺寸为 275×135×8.5 mm<sup>3</sup>；靶与衬底片间距为 50 mm。由机械泵和分子泵将本底真空度抽至 2×10<sup>-4</sup> Pa,高纯 Ar 气流量为 35 sccm; [O<sub>2</sub>]/[N<sub>2</sub>]为 0.052; 气压为 0.6 Pa。生长时间为 30 分钟，可制得无应力 a-SiON 薄膜的膜厚为 260 nm, 折射率为 1.55, 内应力为零。

#### 本发明的实施例 3：无应力 a-SiON 薄膜生长

衬底片衬底温度为 100 °C；衬底片选择：n-Si 单晶衬底片；射频功率为 400 W，频率为：13.56 MHz；磁控溅射设备所用的高纯硅靶的尺寸为 275×135×8.5 mm<sup>3</sup>；靶与衬底片间距为 50 mm。由机械泵和分子泵将本底真空度抽至 2×10<sup>-4</sup> Pa,高纯 Ar 气流量为 35 sccm; [O<sub>2</sub>]/[N<sub>2</sub>]为 0.056; 气压为 10 Pa。生长时间为 30 分钟，可制得无应力 a-SiON 薄膜的膜厚为 240 nm, 折射率为 1.53, 内应力为零。

按以上 3 个实施例条件可以生长出无应力 a-SiON 薄膜，其膜厚可随沉积时间的增加而增加。