# Структура и электропроводность пленок поликристаллического кремния, полученных молекулярно-лучевым осаждением с сопутствующей низкоэнергетической ионной бомбардировкой поверхности роста

© Д.А. Павлов, А.Ф. Хохлов, Д.В. Шунгуров, В.Г. Шенгуров

Нижегородский госуниверситет им. Н.И.Лобачевского, 603600 Нижний Новгород, Россия

Получена 12 марта 1996 г. Принята к печати 5 мая 1996 г.

Изучено влияние условий получения пленок поликристаллического кремния методом молекулярно-лучевого осаждения на их структуру и электропроводность. Показано, что приложение к подложке отрицательного относительно кремниевого источника напряжения в интервале от 50 до 300 В приводит к формированию более совершенных пленок по сравнению с пленками, полученными в обычных условиях. Они имеют также более высокую электропроводность. Полученные данные объясняются влиянием бомбардировки растущей пленки ионами легирующей плимеси.

#### Введение

Пленки поликристаллического кремния (ППК) широко используются в интегральных схемах и солнечных элементах [1,2]. Среди различных методов получения ППК метод молекулярно-лучевого осаждения (МЛО) привлекает внимание исследователей возможностью получения пленок при низких температурах, устранения фоновых примесей и контролируемого введения легирующей примеси [3]. Кроме того, условия осаждения пленок могут варьироваться в очень пироких пределах.

Дополнительное управление параметрами растущей пленки можно обеспечить при облучении поверхности роста низкоэнергетическими ионами [4–8]. Ранее это было продемонстрировано при наращивании в высоком вакууме пленок кремния [4,5] и металлов [6], где наблюдалось снижение температуры эпитаксиального роста и достижение сплошности пленок на более ранней стадии. Электроннолучевое напыление аморфных кремниевых пленок с приложением к подложке потенциала приводило к формированию больших кластеров (от 20 до 100 нм в диаметре) [7].

Для ППК практически отсутствуют аналогичные исследования. Вто же время существует потребность в дополнительном контроле параметров роста с целью получения таких пленок с заданными свойствами. Кроме того, установление связи между параметрами ионного пучка (плотность, энергия ионов) и свойствами пленок должно способствовать выявлению механизма роста пленок под воздействием низкоэнергетических ионов.

Цель работы — исследование структуры и электропроводности тонких ППК, полученных методом МЛО путем сублимации кремния с приложением к подложке отрицательного относительно кремниевого источника потенциала.

#### Методы исследования

Поликристаллические пленки были получены сублимацией кремния по методике, подробно описанной в работе [3]. В качестве источника паров кремния и легирующей примеси были использована прямоугольная пластина, вырезанная из монокристалла кремния, легированного галлием до концентрации  $\sim 5 \cdot 10^{19}$  см<sup>-3</sup>. Выбор легирующей примеси обусловлен тем обстоятельством, что ранее [4,5,9] было установлено наличие ионной составляющей в молекулярном потоке из сублимирующего монокристалла кремния, легированного галлием. Выращивание эпитаксиальных слоев с приложением к подложке отрицательного относительно источника потенциала приводило к увеличению концентрации легирующей примеси (Ga) в слое, а приложение положительного потенциала — к ее уменьшению [5]. В данной работе рост слоев проводился приложением к подложке отрицательного потенциала  $V_b = -(50 \div 300)$  В.

Схема эксперимента приведена на рис. 1. Подложкодержатель, как и источник, был вырезан из монокристалла кремния и нагревался пропусканием тока. Падение напряжения на концах пластин составляло  $\sim 10$  В. Толщина пленок составляла  $0.1 \div 0.5$  мкм. Температура подложки варьировалась от 300 до 600 °C.

Определение размеров зерен в пленках и расчет размеров блоков из размеров областей когерентного рассеяния (OKP) проводились по данным методов электронографии (дифракции проходящего электронного пучка) и электронной микроскопии на просвет. Морфология поверхности пленок исследовалась методом реклик.

При измерениях слоевого сопротивления использовалась компланарная конфигурация контактов с зазором 1 мм. Нарпяженность электрического поля при измерениях не превышала 10<sup>2</sup> В/см.



Рис. 1. Схема получения кремниевых пленок методом сублимации кремния с облучением поверхности роста низкоэнергетическими ионами: 1 — подложкодержатель, 2 — подложка, 3 — экран, 4 — источник.

#### 1. Результаты исследования

Структура пленок. Проведенные нами исследования показали, что размер зерна ППК линейно растет с повышением температуры осаждения (рис. 2, *a*). При температуре подложки  $T_s \ge 500$  °C он приближается к величине, сравнимой с толщиной пленки. При таких температурах размер OKP<sup>1</sup> достигает насыщения (рис. 2, *b*).

О влиянии температуры подложки и величины потенциала на структуру пленок можно судить по изменению картин дифракции. На рис. 3 приведены дифрактограммы пленок, выращенных при температурах 300, 400 и 450 °C с приложением к подложке потенциала  $V_b = -300$  В. Здесь же приведены дифрактограммы от пленок, выращенных без приложения потенциала.

В том случае, когда потенциал прикладывался при низких температурах осаждения ( $T_s \leq 300$  °C), структура пленок оставалась аморфной. При этом отмечалось лишь некоторое обострение дифракционных максимумов (рис. 3, кривые 3, *a*, *b*). При приложении к подложке отрицательного потенциала  $V_b = -300$  В размер ОКР возрастает от 2.8 до 3.3 нм. Поскольку этот параметр для аморфного материала характеризует область распространения ближнего порядка, можно заключить, что облучение низкоэнергегическими ионами в процессе формирования аморфной структуры приводит к ее упорядочению.

На рис. 3 представлены также дифрактограмы пленок, выращенных при  $T_s = 450$  °C. Обе пленки (кривые 1, с и 2, с) являются поликристаллическими. Влияние потенциала на подложке проявляется в том, что дифракционные пики становятся более узкими и имеют большую интенсивность. В пленках, полученных с приложением потенциала, размер ОКР, который в данном случае следует отождествлять с размером блоков внутри зерна, увеличивается от 10 до 12 нм. Таким образом и здесь можно говорить о положительной роли дополнительного облучения в процессе формирования структуры пленок.

Самый интересный, на наш взгляд, результат получается при температуре роста  $T_s = 400$  °С. В этом случае, в отсутствие смещения структура пленки оказывается аморфной (рис. 3, кривая 1, b), в то время как со смещением формируется поликристаллическая структура (кривая 2, b). Отличия в структуре материала можно наглядно проиллюстрировать с помощью микрофотографии угольных реплик от поверхности этих пленок. Поверхность аморфной пленки (рис. 4, a) характеризуется слабой шероховатостью, в то время как на поверхности поликристаллической пленки мы видим хорошо развитый рельеф зерен (рис. 4, b).

Следует отметить, что изменение величины отрицательного потенциала в пределах от 50 до 300 В не выявило дополнительного различия в структуре пленок. Более важен, по-видимому, сам фактор дополнительного облучения, чем энергия бомбардирующих ионов.



**Рис. 2.** Зависимость размера зерна (a) и блоков (b) от температуры осаждения пленок поликремния.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Размер области когерентного рассеяния в поликристаллах часто оказывается меньше размеров зерен и обычно отождествляется с усредненным размером блоков, на которые они разбиты. Это размер D вычислеяется исходя из углового уширения дифракционных максимумов  $\Delta s$  по формуле Шеррера  $D = 4\pi k/\Delta s$ , где k — константа Шеррера ( $\approx 1$ ).

Слоевое сопротивление кремниевых пленок, полученных при разных режимах осаждения

№	$T_s$ , °C	d, мкм	$V_b$ , B	$R_s, \operatorname{Om}/\Box$
256	400	0.1	300	$2.9\cdot 10^9$
257	450	0.1	300	$1.1 \cdot 10^8$
258	450	0.1	0	$9.3\cdot 10^9$
259	400	0.1	0	$1.2\cdot 10^{10}$
260	400	0.1	150	$3.5\cdot 10^9$
262	400	0.1	0	$3.0\cdot10^{10}$
263	450	0.5	300	$5.7\cdot 10^7$

Электропроводность пленок. Результаты измерений слоевого сопротивления пленок  $(R_s)$  при комнатной температуре в зависимости от температуры осаждения, величины прикладываемого к подложке потенциала и толщины пленки приведены в таблице. Видно, что с повышением температуры подложки сопротивление понижается. Пленки, выращенные с приложением отрицательного потенциала, имеют сопротивление на 1 или 2 порядка величины меньше, чем при выращивании без потенциала.

#### Обсуждение результатов

Влияние температуры подложки на структуру ППК. Анализ полученных экспериментальных результатов позволяет заключить, что повышение температуры роста улучшает структуру пленок. Это согласуется с существующей моделью роста ППК как при вакуумном, так и при газотранспортном методах осаждения [10]. Согласно этой модели, при низкой температуре роста подвижность адатомов мала и пленка растет практически из жестко закрепленных



Рис. 3. Дифрактограммы кремниевых пленок при различных температурах  $T_s$ : a = 300, b = 400, c = 450 °C. 1 — без смещения на подложке,  $2 = V_b = -300$  В.

зародышей. С повышением температуры роста подвижность адатомов кремния повышается и возрастает коалесценция зародышей. В результате пленки растут с более крупным размером зерна. На оголенных участках подложки происходит зарождение новых зародышей, которые либо мигрируют к более крупным, либо разрастаются самостоятельно.

Влияние приложения к подложке потенциала на структуру ППК. Наши экспериментальные результаты показывают, что приложение к подложке отрицательного потенциала в процессе наращивания пленок, как и повышение температуры, улучшает их структуру. Приложение отрицательного потенциала ускоряет движение ионов, имеющихся в молекулярном потоке, по направлению к подложке. Из имеющихся в литературе качественных соображений о механизмах воздействия ионной бомбардировки на структуру осажденных пленок можно выделить усиление поверхностной диффузии адатомов [11]. На ранних стадиях роста пленки падающие на поверхность ионы приводят к формированию зародышей (кластеров) бо́льших размеров по сравнению с осаждением без воздействия ионов. Увеличение размера кластера вызвано, вероятно, как увеличением подвижности адатомов, так и разрушением или распадом меньших зародышей вследствие ионной бомбардировки. Кластеры с некоторым субкристаллическим размером будут распадаться на свободные адатомы под воздействием падающих ионов [12]. Само увеличение поверхностной диффузии адатомов может быть вызвано формированием небольших поверхностных каскадов соударений. Наблюдаемый в наших опытах рост пленки с однородными по размеру зернами при воздействии ионов на поверхность роста, повидимому, обусловлен тем, что на межкластерных участках практически не происходит зарождение новых зародышей.

Возможны также и другие механизмы влияния ионной бомбардировки на структуру пленок, менее существенные в наших экспериментах. Например, тепловой эффект от воздействия потока ионов на поверхность роста, который обычно учитывают, если приносимая ионами энергия превышает 1 Вт/см<sup>2</sup>·с [11].

Влияние приложения к подложке потенциала на электропроводность пленок. Наблюдаемое в эксперименте уменьшение сопротивления пленок при выращивании их с приложением к подложке потенциала связано, на наш взгляд, с изменением механизма захвата легирующей примеси (галлия) растущим слоем кремния. При наращивании пленок без приложения к подложке потенциала, как и в случае наращивания эпитаксиальных слоев кремния, галлий сегрегирует на его поверхности роста и лишь небольшая его часть внедняется в растущий кристалл [13]. Приложение к подложке потенциала усиливает бомбардировку поверхности роста низкоэнергетическими ионами. При



**Рис. 4.** Микрофотография угольных реплик от поверхности пленок кремния, выращенных при  $T_s = 400^{\circ}$ С без смещения на подложке (*a*) и при  $V_b = -300$  В. Увеличение — 16000.

этом часть атомов галлия, находящихся на поверхности роста, внедряется в зерно как атомы отдачи [5]. Кроме того, вероятность встраивания легирующей примеси в кристалл повышается и за счет усиления поверхностной диффузии адатомов галлия. Активация процесса захвата примеси возможна и за счет генерации дефектов при бомбардировке поверхности пленки падающими ионами.

## Заключение

1. Аморфные и поликристаллические пленки кремния, выращенные при сублимации легированного галлием монокристалла кремния на подложке с небольшим отрицательным смещением, имеют более совершенную структуру, чем пленки, выращенные без смещения. При этом понижается граничная температура роста, определяющая переход от формирования аморфной струткруы к поликристаллической. Улучшение структуры пленок в бо́льшей степени связано с усилением поверхностной диффузии адатомов под воздействием ионной бомбардировки поверхности роста.

2. Наблюдаемое в экспериментах увеличение электропроводности ППК, выращенных с приложением к подложке отрицательного потенциала, можно объяснить увеличением вероятности захвата галлия растущим слоем под действием ионов и улучшением структурных характеристик материала.

## Список литературы

- [1] Ф.Л. Эдельман. Структура компонентов БИС (Новосибирск, Наука, 1980).
- [2] В.М. Колешко, А.А. Ковалевский Поликристаллические пленки полупроводников в микроэлектронике (Минск, Наука, 1978).
- [3] Д.А. Павлов, В.Г. Шенгуров, Д.В. Шенгуров, А.Ф. Хохлов. ФТП, **29**, 286 (1995).
- [4] П.В. Павлов, В.Н. Шабанов, В.Г. Шенгуров, А.В. Кожухов. Поверхность, № 11, 153 (1990).
- [5] В.Г. Шенгуров, В.Н. Шабанов. Поверхность, № 12, 98 (1993).
- [6] В.С. Постников, И.В. Золотухин, В.Н. Моргунов, В.М. Иевлев. ФММ, 29, 441 (1970).
- [7] R.V. Kruzelecky, D. Racansky, S. Zukotynski, Y.C. Koo, J.M. Peza. J. Non-Cryst. Sol., **104**, 237 (1988).
- [8] Ф.С. Лютович. Рост кристаллов, 14, 34 (1983).
- [9] А.В. Кожухов, Б.З. Кантер, С.И. Стенин, Б.М. Туровский, С.А. Чесноков. Поверхность, № 3, 160 (1989).
- [10] Ю.Д. Чистяков, И.В. Коробов, В.О. Филипенко и др. Электрон. техн., № 9, 38 (1975).
- [11] M. Marinov. Thin Sol. Films, 46, 267 (1977).
- [12] H.R. Kaufmann, R.S. Robinson. J. Vac. Sci. Tech., 16, 179 (1979).
- [13] G.E. Beoker, J.C. Bean. J. Appl. Phys., 48, 3395 (1977).

Редактор В.В. Чалдышев

## Structure and electroconductivity of polycrystalline silicon films deposited by molecular beams with accelerating voltage

D.A. Pavlov, A.F. Khokhlov, D.V. Shengurov, V.G. Shengurov

University of Nizhni Novgorod, 603600 Nizhni Novgorod, Russia

**Abstract** Polycrystalline silicon (poly-Si) films have been prepared by silicon sublimation method with a negative potential  $V_b = 50-300$  V on substrate. The electron diffraction shows that the structure of poly-Si improves using  $V_b = -300$  V. Conductivity of films prepared using negative substrate bias is higher than that in case  $V_b = 0$  V.

E-mail: rector@nnucnit.nnov.su (A.F.Khokhlov)