

# 椭圆偏振光谱实时在线监测与离线分析微晶硅薄膜的生长\*

李新利<sup>1)</sup> 谷锦华<sup>1)†</sup> 高海波<sup>1)</sup> 陈永生<sup>1)</sup> 郜小勇<sup>1)</sup> 杨仕娥<sup>1)</sup>  
卢景霄<sup>1)</sup> 李瑞<sup>1)2)</sup> 焦岳超<sup>1)</sup>

1) (郑州大学物理工程学院材料物理教育部重点实验室, 郑州 450052)

2) (河南工业大学, 郑州 450051)

(2011年1月13日收到; 2011年5月30日收到修改稿)

采用甚高频等离子体增强化学气相沉积技术高速沉积了有无籽晶层两个系列微晶硅薄膜. 通过椭圆偏振光谱、拉曼光谱和 XRD 对薄膜进行了分析, 发现采用籽晶层后, 在薄膜沉积初期有促进晶化的作用; 由于籽晶层减少了薄膜的诱导成核时间, 提高了薄膜的沉积速率. 对比了实时在线和离线椭圆偏振光谱两种测量状态对分析微晶硅薄膜的影响. 研究发现, 当薄膜较薄时, 实时在线测量得到的薄膜厚度小于离线下的数值; 当薄膜较厚时, 两种测量条件下得到的薄膜厚度差异较小; 实时在线条件下得到的表面粗糙度要大于离线条件下得到的数值, 这是由于薄膜暴露在大气中后表面有硅氧化物生成, 对表面有平滑作用.

**关键词:** 微晶硅薄膜, 籽晶法, 高速沉积, 实时在线椭圆偏振光谱

**PACS:** 68.55.ag, 68.55.jd, 52.80.Pi

## 1 引言

甚高频等离子体增强化学气相沉积 (very high frequency plasma enhanced chemical vapor deposition, VHF-PECVD) 方法沉积微晶硅 ( $\mu\text{c-Si:H}$ ) 薄膜<sup>[1-8]</sup> 已广泛应用于薄膜器件, 如太阳能电池、薄膜晶体管、传感器等. 由于本征  $\mu\text{c-Si:H}$  薄膜作为太阳能电池的吸收层, 所以提高其沉积速率已成为使其迅速实现工业化的重点. 但是在高速沉积本征  $\mu\text{c-Si:H}$  薄膜时, 初期沉积的非晶孵化层较厚, 并且薄膜的纵向均匀性较差. 为改善这一状况, 各研究小组在保持高速沉积的同时, 采取各种方法来提高  $\mu\text{c-Si:H}$  薄膜的质量, 如分步沉积<sup>[1]</sup>、氢稀释梯度<sup>[2]</sup>、功率梯度<sup>[3]</sup>、温度梯度<sup>[4]</sup> 以及硅烷滞后注入<sup>[5]</sup> 等. 本课题组对微晶硅薄膜的沉积也进行了许多研究<sup>[6-7]</sup>, 分步沉积通常先采用高压强再采用低压强<sup>[1]</sup>, 我们先采用低压强、低功率、小硅烷浓度低速沉积一薄层也称为籽晶层, 然后采用高压

强、高功率、高硅烷浓度的方法来提高薄膜沉积速率. 还采用椭圆偏振光谱研究籽晶层对薄膜晶化状况以及沉积速率的影响.

椭圆偏振光谱 (spectroscopic ellipsometry, SE) 是测量薄膜厚度和光学性质的重要手段之一, 是一种主动的、非破坏性的、无扰动的、非介入的方法. 此外还具有灵敏度高、方便快捷等优点<sup>[9,10]</sup>. SE 通过分析入射光和反射光偏振状态的变化进行测量, 也是表征非晶硅和  $\mu\text{c-Si:H}$  薄膜光学和微结构特性的有效手段. 如 Kurmar 等<sup>[11]</sup> 采用 SE 分析了辉光放电沉积非晶硅和  $\mu\text{c-Si:H}$  薄膜时微结构和生长状况; 谷锦华等<sup>[12,13]</sup> 采用离线 (*ex situ*) SE 研究了沉积气压以及沉积速率对  $\mu\text{c-Si:H}$  薄膜生长模式的影响. 实时在线椭圆偏振光谱 (real time SE, RTSE) 可以监测薄膜的生长过程, 如 Collins 等<sup>[14,15]</sup> 采用 RTSE 监测了薄膜生长过程中微结构和相转变. 离线椭圆偏振光谱的测量是在样品沉积结束后, 冷却到自然状态下在大气环境中进行的.

\* 国家重点基础研究发展计划 (批准号: 2006CB202601, 2011CB201606) 和国家自然科学基金 (批准号: 51007082) 资助的课题.

† E-mail: gujinh@zzu.edu.cn

而实时在线椭圆偏振光谱测量是在样品沉积结束后直接进行测量,能更真实地反映样品的结构和光学信息.若要监测薄膜的生长过程,采用动态响应时间较短的在线椭圆偏振光谱可以获得更加真实的薄膜生长信息.但动态响应时间较短的 SE 设备在成本上相对于离线的 SE 设备更加昂贵,而离线 SE 也可以获得薄膜的表面和微结构信息.为对比这两种测量状态之间的差异,我们对采用 VHF-PECVD 沉积的样品进行了实时在线和离线 SE 测量的比较,为采用离线 SE 分析薄膜性质时提供实验参考.

本文采用 VHF-PECVD 技术沉积了有无籽晶层的两个系列  $\mu\text{c-Si:H}$  薄膜.通过 SE、拉曼光谱和 X 射线衍射 (XRD) 手段分析了籽晶层在薄膜沉积中对薄膜晶化和沉积速率的作用.采用 RTSE 技术监测了薄膜的生长过程,在薄膜沉积结束后采用 *ex situ* SE 进行了再次测量,比较了 RTSE 和 *ex situ* SE 两种测量状态对分析  $\mu\text{c-Si:H}$  薄膜的影响.

## 2 实验

采用沈阳科学仪器厂研制的星形高真空 PECVD 系统的本征室沉积  $\mu\text{c-Si:H}$  薄膜.籽晶层采用低压低功率的方法沉积,沉积条件为 200 Pa 反应压强,200 sccm 气体总流量,衬底温度为 220 °C,硅烷浓度为 2%,辉光功率为 5 W,沉积时间为 5 min,极板间距为 1 cm.第二步的沉积采用高压高功率技术,沉积条件为 900 Pa 反应压强,160 W 辉光功率,硅烷浓度为 5%,其他沉积参数保持不变.改变第二步的沉积时间得到不同厚度的薄膜,甚高频的激发频率为 75 MHz,玻璃衬底在沉积前依次采用洗洁精、丙酮、酒精和去离子水超声波清洗,然后用高纯  $\text{N}_2$  吹干.薄膜结晶状况采用 Renishaw-2000 型拉曼散射光谱仪分析,氦氖激光器波长为 532 nm,激光功率为 5.27 mW.薄膜的 XRD 图谱采用荷兰 Philips 型 X 射线衍射仪测试.采用美国 J. A. Woollam 公司生产的 VASE 型椭圆偏振光谱仪对薄膜沉积进行实时在线监测和离线测量.实时在线监测薄膜生长时,在腔室两侧安装有入射和接收偏振光信息的探头,当辉光放电结束薄膜沉积终止时,在真空状态下对薄膜进行测量,得到的光谱即为在线椭圆偏振光谱,当样品冷却至

室温后,从腔室中把样品取出后再次对样品进行测量,得到的为离线状态下的椭圆偏振光谱.对样品进行实时在线和离线椭圆偏振光谱测量时,均保持 70° 入射角和 10 nm 的测量步长,以及波长范围从 240 nm 到 1100 nm 不变.根据 WVASE32 软件,对测量得到薄膜的椭圆偏参数进行拟合分析.

## 3 结果与讨论

### 3.1 模型与原理

椭圆偏振光谱参数  $\psi$  和  $\Delta$  可以描述反射前后光波偏振态的变化,其取值范围分别为  $0 \leq \psi < \pi/2$ ,  $0 \leq \Delta \leq 2\pi$ ,总反射系数的比值  $\rho$  与  $\psi$  和  $\Delta$  的关系为 [11,16]

$$\rho = R_p/R_s = \tan \psi e^{i\Delta} \quad (1)$$

其中,  $R_p$  与  $R_s$  分别表示与入射面平行和垂直方向的菲涅耳反射系数,  $\tan \psi$  表示光波反射前后平行、垂直两分量的振幅衰减比,  $\Delta$  表示光波平行、垂直两分量因反射而引起的相位变化.而参数  $\psi$  和  $\Delta$  的变化与薄膜的厚度、性质、表面粗糙度等有关 [12].椭圆偏振光谱技术测量薄膜已得到广泛应用,如测量薄膜的厚度和光学参数等 [17].椭圆偏振光谱表征薄膜性质的关键是选择合适的拟合模型,采用 Bruggeman 有效介质近似模型 (Bruggeman effective medium approximation, BEMA) 进行椭圆偏振光谱拟合是计算具有一定结晶度硅材料结构特性的有效方法 [17].氢化微晶硅薄膜是微晶粒、晶粒边界、空洞和非晶硅共存的复合相材料,采用有效介质模型 EMA 描述介电函数 [18]:

$$f_{\text{mc}} \frac{\epsilon_{\text{mc}} - \epsilon^{\text{eff}}}{\epsilon_{\text{mc}} + 2\epsilon^{\text{eff}}} + f_{\text{aSi}} \frac{\epsilon_{\text{aSi}} - \epsilon^{\text{eff}}}{\epsilon_{\text{aSi}} + 2\epsilon^{\text{eff}}} + f_v \frac{1 - \epsilon^{\text{eff}}}{1 + 2\epsilon^{\text{eff}}} = 0, \quad (2)$$

其中  $\epsilon^{\text{eff}}$  表示有效介电函数.另外,  $\epsilon_{\text{mc}}(f_{\text{mc}})$ ,  $\epsilon_{\text{aSi}}(f_{\text{aSi}})$ ,  $\epsilon_v(=1)(f_v)$  分别是晶硅、非晶相和空隙的介电函数,文献 [12] 在拟合  $\mu\text{c-Si:H}$  薄膜时采用 2 层光学模型,把  $\mu\text{c-Si:H}$  薄膜看作由硅薄膜体和表面粗糙层构成,其介电常数也采用 BEMA 描述.我们采用图 1 所示的 3 层光学模型 [19] 拟合.由于硅薄膜在初始生长过程中存在非晶孵化层 [20],且非晶孵化层对薄膜性质影响很大.为了接近实际情况,在体层下面增加了薄膜初始生长时形成的非晶孵化层  $d_i$ ,如图 1 所示.  $d_i$  为非晶孵化层厚度,  $d_b$

为体层厚度,  $d_s$  为表面粗糙层厚度, 其中表面粗糙层看作由 50% 的硅薄膜和 50% 的空洞组成. 薄膜总厚度  $d_t$  为  $d_i + d_b + 0.5d_s$ . 假设非晶相和晶相均为三维空间研究对象, 每层的厚度和体积比均采用线性反演使  $\delta^2$  最小即可, 这也是用来辨别是否得到较好拟合的一个标准 [11].

$$\delta^2 = \frac{1}{N - m - 1} \sum_{i=1}^N \left[ (\tan \psi_{\text{exp}} - \tan \psi_{\text{calcu}})^2 + (\cos \Delta_{\text{exp}} - \cos \Delta_{\text{calcu}})^2 \right], \quad (3)$$

其中下标 **exp** 和 **calcu** 分别表示实验值和计算值,  $N$  是实验数据的个数,  $m$  是拟合参数的个数, 我们拟合时采用的参数是  $d_i$ ,  $d_b$ ,  $d_s$ , 通过优化拟合使  $\delta$  最小, 从而得到各层厚度的最佳值.

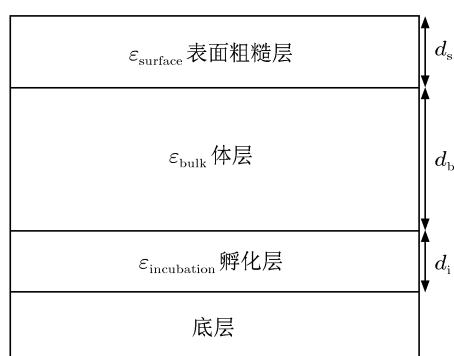


图 1 椭圆拟合时采用的 3 层光学模型 [22]

### 3.2 籽晶层的作用

为研究籽晶层对薄膜沉积的作用, 首先采用低压低功率条件制备了籽晶层. 图 2 为籽晶层的拉曼光谱图和介电函数图谱. 对籽晶层的拉曼光谱进行高斯三峰拟合后得到其晶化率为 64.3%. 采用 3 层光学模型对籽晶层的椭圆偏振光谱进行拟合, 得到薄膜总厚度  $d_t$  为 5.40 nm, 表面粗糙层厚度  $d_s$  为 1.96 nm. 从椭圆偏振光谱中可以得到薄膜的介电函数 [6],  $\epsilon = \langle \epsilon_1 \rangle + i \langle \epsilon_2 \rangle$ , 当薄膜是非晶态时, 其介电函数虚部  $\langle \epsilon_2 \rangle$  没有尖锐的峰, 只是一条光滑的带, 这是由于非晶硅的无序性造成的. 对于晶体硅来说, 在能量为 3.5 eV 和 4.2 eV 附近会有特征峰出现 [21], 这是由于晶体硅的精细能带结构造成的. 从图 2(b) 看出, 籽晶层的介电函数在 3.5 eV 和 4.2 eV 附近出现了特征峰, 表示籽晶层具有一定的晶化, 这与采用拉曼光谱测量得到的结果是一致的.

为对比籽晶层在薄膜沉积中的作用, 分别沉积了有无籽晶层的两组样品. 图 3 为采用籽晶层前

后薄膜沉积 30 s 和 180 s 时的介电函数图谱, 图中虚线是拟合值实线是测量值, 从两条曲线的重合程度可以看出拟合值和实验值还是相符的. 根据介电函数图谱可以直接判断薄膜的晶化情况, 从图 3(a) 中看出, 在没有籽晶层时薄膜沉积 30 s 时其介电函数  $\langle \epsilon_2 \rangle$  没有特征峰出现, 只是一条光滑的曲线, 表明薄膜没有晶化, 是非晶态; 而增加籽晶层后在 3.5 eV 和 4.2 eV 处已有峰出现, 说明薄膜发生了晶化. 图 3(b) 是薄膜在沉积 180 s 时的介电函数图, 可以看出在 3.5 eV 和 4.2 eV 处均有特征峰出现, 薄膜晶化. 由于介电函数图谱不能对薄膜的晶化进行量化表征, 仍采用传统的拉曼光谱和 XRD 对薄膜的晶化进行定量表征.

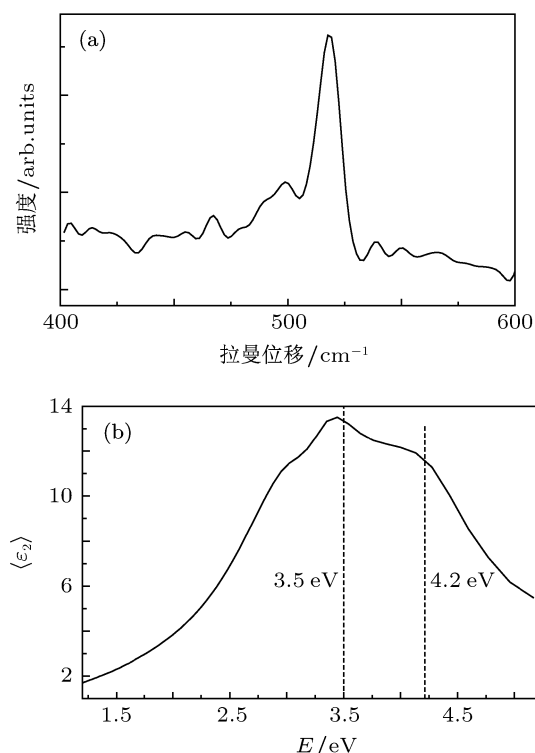


图 2 籽晶层的 (a) 拉曼光谱图和 (b) 介电函数图谱

图 4 所示为有无籽晶层薄膜的拉曼光谱和 XRD 图谱. 可以看出无籽晶层时沉积 30 s 的薄膜在拉曼光谱中  $480 \text{ cm}^{-1}$  有一个非晶包, 且在  $520 \text{ cm}^{-1}$  处没有晶化峰出现, 在 XRD 图谱中也没有衍射峰出现, 这表示薄膜是非晶态, 即薄膜在异质衬底上初始生长时形成非晶孵化层 [22]. 采用籽晶层后薄膜的晶化率迅速提高, 衍射峰强度增加, 这与从介电函数图谱分析得到的信息是一致的, 从 XRD 图谱中看出衍射峰分别对应于 (111)、(220) 和 (311) 三个峰位 [23], 从峰强度上

看出薄膜在 (111) 方向上呈现择优取向 [24], 有籽晶层沉积 30 s 的薄膜, 在 (111) 方向有衍射峰出现, 晶粒尺寸为 17.16 nm, 这表明籽晶层对诱导薄膜成核结晶有很大作用. 沉积时间为 180 s 时, 没有籽晶层薄膜的 (111) 峰的晶粒大小为 25.74 nm, 有籽晶层时 (111) 峰的晶粒大小为 29.41 nm. 因为随沉积时间的增加薄膜厚度增加, 薄膜中的晶粒开始生长、长大, 所以薄膜的拉曼信号增强, 薄膜的晶化率增加, 晶粒尺寸增加.

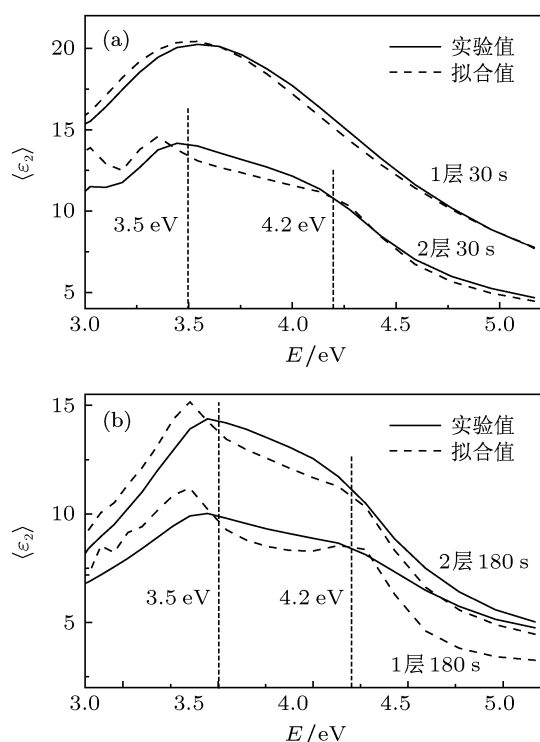


图3 有无籽晶层时不同沉积时间下硅薄膜的介电函数图谱 (a) 30 s 和 (b) 180 s, 1 层表示没有籽晶层, 2 层表示有籽晶层 (下同)

对沉积的有无籽晶层薄膜的椭圆偏光谱进行拟合得到薄膜的厚度. 图 5 给出有无籽晶层时薄膜总厚度随沉积时间的演化. 从薄膜总厚度来看, 增加籽晶层后在沉积初期薄膜厚度明显增加, 但随沉积时间的增加, 薄膜厚度差异变小. 在最初沉积的 30 s 内, 采用籽晶层后薄膜的沉积速率由原来的 2.67 nm/s 提高到 3.70 nm/s, 沉积速率提高接近 1 nm/s. 在薄膜沉积 60 s 时, 采用籽晶层后薄膜的沉积速率提高了 0.23 nm/s, 随沉积时间的延长, 籽晶层对提高薄膜沉积速率的优势不再明显. 晶粒的成核时间受到衬底的状态以及等离子体对衬底的处理情况等条件的影响 [25]. 在相同的沉积条件下, 有籽晶层的薄膜其晶化率会提高 [26], 已经存在

的籽晶层扮演着微晶硅薄膜生长的成核地点, 所以一方面提高了其晶化率, 另一方面减小了诱导成核时间, 从而使得薄膜的沉积速率提高. 当微晶硅薄膜直接的非晶态玻璃这种异质衬底上沉积时, 需要更长的诱导成核时间, Fang 和 Drevillon [27] 采用实时在线研究了当微晶硅薄膜在 TCO 衬底上沉积时需要 30 s—60 s 的诱导成核时间. 籽晶层加速了薄膜的晶化过程, 减小了薄膜中的非晶层.

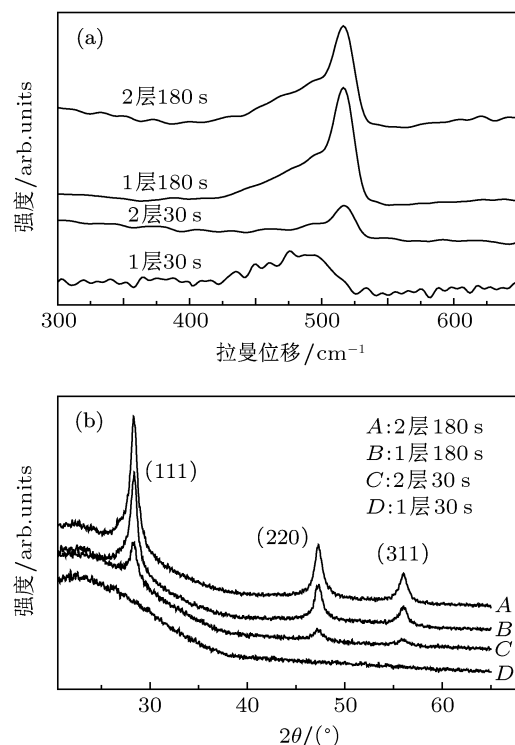


图4 有无籽晶层时硅薄膜的 (a) 拉曼光谱图和 (b) XRD 图谱

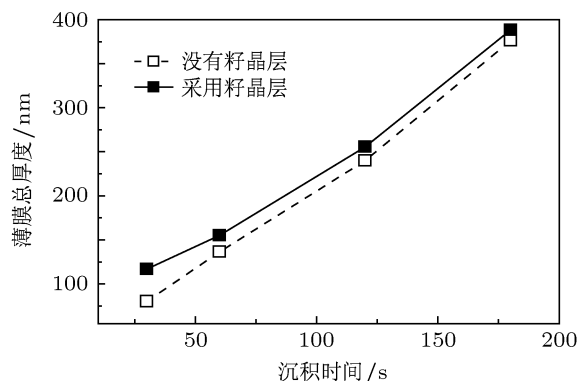


图5 有无籽晶层时薄膜厚度随沉积时间的变化

### 3.3 实时在线与离线椭圆偏振光谱的比较

我们沉积了一系列样品, 对比了实时在线 RTSE 和离线 *ex situ* SE 两种测量状态下对

分析微晶硅薄膜的差异. 图 6 为 RTSE 和 *ex situ* SE 两种测量状态下不同厚度样品的介电函数图谱, 虚线为离线条件下测量得到的椭圆偏振光谱, 实线是实时在线条件下得到的图谱. 可以看出薄膜在 3.5 eV 和 4.2 eV 处出现特征峰, 薄膜晶化. 还可以看出, 在能量低于 3 eV 处有干涉峰存在, 当薄膜厚度增加时, 低能量处的干涉峰数目增加 [28]. 通常认为介电函数  $\langle \epsilon_2 \rangle$  的振幅强度与薄膜表面粗糙度以及薄膜体内的空位等缺陷有关 [29], 从图 6 中看出在低能量

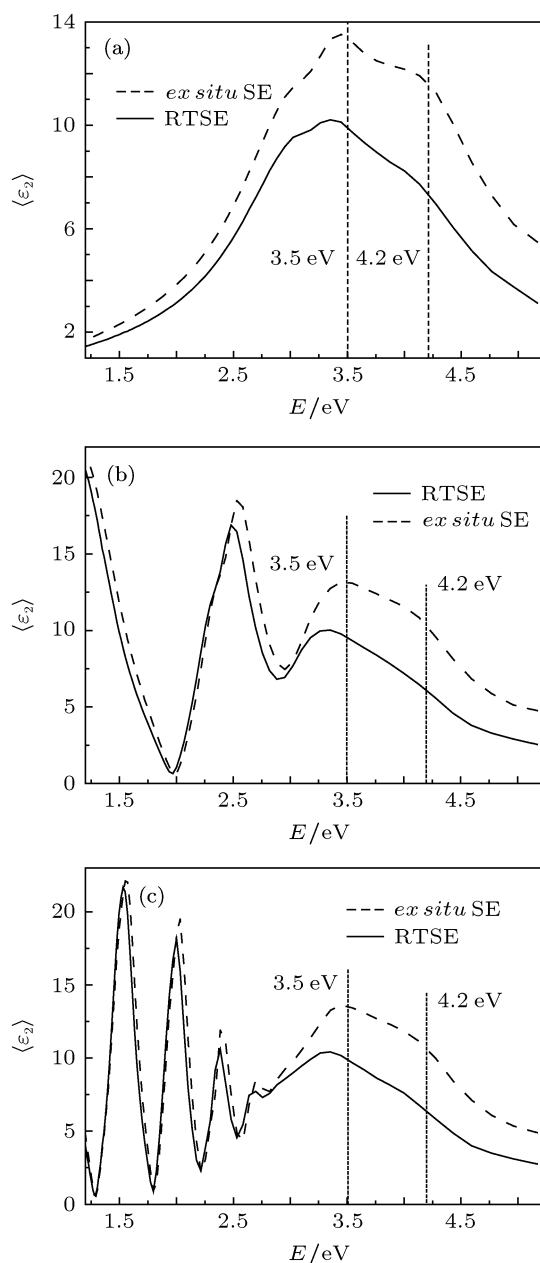


图 6 RTSE 与 *ex situ* SE 条件下测量不同厚度硅薄膜的介电函数图谱 (a) 低压低功率沉积 5 min; (b) 高压高功率沉积 30 s; (c) 高压高功率沉积 150 s

部分两条曲线的差异较小, 但是 RTSE 条件下  $\langle \epsilon_2 \rangle$  的峰位向低能量部分发生了红移, 同时在高能量部分  $\langle \epsilon_2 \rangle$  的振幅发生了下降, 这表明薄膜的表面粗糙度发生了增加 [30,31].

从介电函数的变化我们定性得到了两种测量状态下薄膜表面粗糙度的差异, 为进一步研究两种测量状态下的差异, 分析了薄膜的厚度和表面粗糙度数值. 对图 6(a) 中厚度较薄的薄膜来说, 拟合得到 RTSE 下总厚度为 4.32 nm, 表面粗糙层为 2.59 nm; *ex situ* SE 条件下薄膜总厚度为 5.40 nm, 表面粗糙层为 1.96 nm. 对比 RTSE 和 *ex situ* SE 两种测量条件下的数据, 发现薄膜的总厚度是 *ex situ* SE 状态下较大, 但薄膜表面粗糙度仍为 RTSE 下较大. 这是因为在线测量时薄膜处于真空状态, 薄膜表面没有被氧化; 当样品从真空环境转移到大气中时薄膜表面被氧化, 这样薄膜表面一部分空隙被二氧化硅所替代, 导致薄膜表面粗糙度下降. 为进一步研究两种测量状态的差异, 分析了薄膜厚度较大时两种测量状态下薄膜的差异.

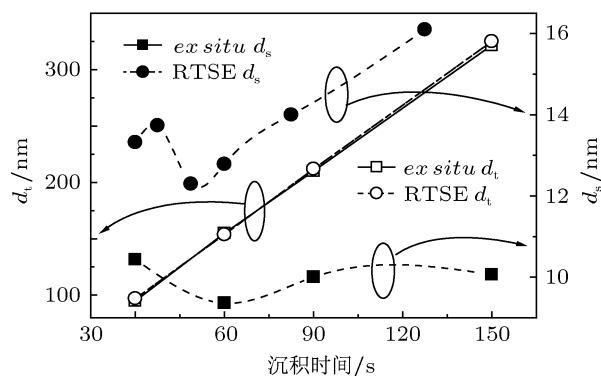


图 7 RTSE 和 *ex situ* SE 下薄膜总厚度与表面粗糙度随沉积时间的演化

图 7 所示为薄膜厚度较大时分别在 RTSE 和 *ex situ* SE 两种测量状态下得到的薄膜厚度和表面粗糙度等信息. 薄膜总厚度受 RTSE 和 *ex situ* SE 两种测量状态的影响较小; 而两种测量状态下表面粗糙度则有较大的差异, RTSE 下得到的表面粗糙度总体上大于 *ex situ* SE 下得到的数值. 这与从图 6 中分析介电函数变化得到的薄膜表面粗糙度数值的变化情况是一致的. 由于 RTSE 可以动态反映薄膜的生长过程, 从图 7 可以得到薄膜的表面粗糙层的演化: 随沉积时间的增加, 薄膜表面粗糙度呈现出先增加再减小, 然后再次增加的过程, 这种变化趋势与文献 [5,32] 采用 AFM 表征的结果是

相吻合的. 对研究薄膜的表面粗糙层随生长时间的变化来说, RTSE 不失为一个较好的手段.

## 4 结论

采用 VHF-PECVD 技术高速沉积了有无籽晶层两个系列  $\mu\text{c-Si:H}$  薄膜. 通过椭圆偏振光谱、拉曼光谱和 XRD 对结果进行了分析. 在薄膜沉积初期, 籽晶层对促进薄膜成核和晶化作用较为明显, 并且减少了薄膜的诱导成核时间, 使得薄膜的沉积

速率提高. 在薄膜厚度较厚时, 籽晶层的促进作用不再明显. 采用 RTSE 对薄膜的沉积过程进行了监测, 在薄膜沉积后采用 *ex situ* SE 再次对薄膜进行了测量, 对比了这两种测量状态对分析  $\mu\text{c-Si:H}$  薄膜的差异. 研究发现, 当薄膜厚度较薄时, RTSE 下测量得到的薄膜厚度小于 *ex situ* SE 下的数值; 当薄膜厚度较大时, 两种方法得到的薄膜的总厚度几乎相同. 对表面粗糙度来说, RTSE 条件下得到的薄膜表面粗糙度要大于 *ex situ* SE 条件下的数值, 这是由于薄膜暴露在大气中后表面被氧化, 并且生成的氧化物对薄膜表面有平滑作用.

- [1] Zhu X H, Chen G H, Liu G H, Ding Y, He B, Zhang W L, Ma Z J, Gao Z H, Li Z H 2006 *Journal of Synthetic Crystals* **35** 1203 (in Chinese) [朱秀红, 陈光华, 刘国汉, 丁毅, 何斌, 张文理, 马占洁, 郝志华, 李志华 2006 人工晶体学报 **35** 1203]
- [2] Yuan Y J, Hou G F, Zhang J M, Xue J J, Cao L R, Zhao Y, Geng X H 2009 *Scientia Sinica Technologica* **39** 1058 (in Chinese) [袁育杰, 侯国付, 张建军, 薛俊明, 曹丽冉, 赵颖, 耿新华 2009 中国科学 E 辑: 技术科学 **39** 1058]
- [3] Han X Y, Hou G F, Wei C C, Zhang X D, Dai Z H, Li G J, Sun J, Chen X L, Zhang D K, Xue J M, Zhao Y, Geng X H 2009 *Acta Phys. Sin.* **58** 4254 (in Chinese) [韩晓艳, 侯国付, 魏长春, 张晓丹, 戴志华, 李贵君, 孙建, 陈新亮, 张德坤, 薛俊明, 赵颖, 耿新华 2009 物理学报 **58** 4254]
- [4] Zhang X D, Zhang H, Yue Q, Wei C C, Sun J, Hou G F, Xiong S Z, Geng X H, Zhao Y 2010 *Phys. Status Solidi C* **7** 541
- [5] Chen Y S, Xu Y H, Gu J H, Lu J X, Yang S E, Gao X Y 2010 *Chin. Phys. B* **19** 087206
- [6] Chen Y S, Yang S E, Wang J H, Lu J X, Gao X Y, Gu J H 2010 *Chin. Phys. B* **19** 057205
- [7] Chen Y S, Wang J H, Lu J X, Zheng W, Gu J H, Yang S E, Gao X Y, Guo X J, Zhao S L, Gao Z 2008 *Chin. Phys. B* **17** 3464
- [8] Li T W, Liu F C, Zhu M F 2011 *Acta Phys. Sin.* **60** 018103 (in Chinese) [李天微, 刘丰珍, 朱美芳 2011 物理学报 **60** 018103]
- [9] Zhang J T, Li Y, Luo Z Y 2010 *Acta Phys. Sin.* **59** 186 (in Chinese) [张继涛, 李岩, 罗志勇 2010 物理学报 **59** 186]
- [10] Gao X Y, Feng H L, Ma J M, Zhang Z Y 2010 *Chin. Phys. B* **19** 090701
- [11] Kumar S, Pandya D K, Chopra K L 1988 *J. Appl. Phys.* **63** 1497
- [12] Gu J H, Ding Y L, Yang S E, Gao X Y, Chen Y S, Lu J X 2009 *Acta Phys. Sin.* **58** 4123 (in Chinese) [谷锦华, 丁艳丽, 杨仕娥, 郜小勇, 陈永生, 卢景霄 2009 物理学报 **58** 4123]
- [13] Ding Y L, Zhu Z L, Gu J H, Shi X W, Yang S E, Gao X Y, Chen Y S, Lu J X 2010 *Acta Phys. Sin.* **59** 1190 (in Chinese) [丁艳丽, 朱志立, 谷锦华, 史新伟, 杨仕娥, 郜小勇, 陈永生, 卢景霄 2010 物理学报 **59** 1190]
- [14] Collins R W, Ferlauto A S, Ferreira G M, Chen C, Koh J, Koval R J, Lee Y, Pearce J M, Wronski C R 2003 *Solar Energy Materials and Solar Cells* **78** 143
- [15] Collins R W, Koh J, Ferlauto A S, Rovira P I, Lee Y, Koval R J, Wronski C R 2000 *Thin Solid Films* **364** 129
- [16] Liu X M, Li B C, Gao W D, Han Y L 2010 *Acta Phys. Sin.* **59** 1632 (in Chinese) [刘显明, 李斌成, 高卫东, 韩艳玲 2010 物理学报 **59** 1632]
- [17] Li S B, Wu Z M, Yuan K, Liao N M, Li W, Jiang Y D 2008 *Acta Phys. Sin.* **57** 3126 (in Chinese) [李世彬, 吴志明, 袁凯, 廖乃钺, 李伟, 蒋亚东 2008 物理学报 **57** 3126]
- [18] Kang T D, Lee H, Park S J, Jang J, Lee S 2002 *J. Appl. Phys.* **92** 2467
- [19] Li X L, Lu J X, Wang Z Y, Gu J H, Li R, Yang S E 2010 *Journal of the Chinese Ceramic Society* **38** 1905 (in Chinese) [李新利, 卢景霄, 王志永, 谷锦华, 李瑞, 杨仕娥 2010 硅酸盐学报 **38** 1905]
- [20] Hou G F, Xue J M, Guo Q C, Sun J, Zhao Y, Geng X H, Li Y G 2007 *Chin. Phys.* **16** 553
- [21] He Y L, Chen G H, Zhang F Q 1989 *Amorphous Semiconductor Physics* (Beijing: Higher Education Express) pp312–313 (in Chinese) [何宇亮, 陈光华, 张仿清 1989 非晶态半导体物理学北京: 高等教育出版社第 312–313 页]
- [22] Song J, Guo Y Q, Wang X, Ding H L, Huang R 2010 *Acta Phys. Sin.* **59** 7378 (in Chinese) [宋捷, 郭艳青, 王祥, 丁宏林, 黄锐 2010 物理学报 **59** 7378]
- [23] Chen Y S, Yang S E, Wang J H, Lu J X, Gao X Y, Gu J H, Zheng W, Zhao S L 2008 *Chin. Phys. B* **17** 1394
- [24] Chung Y B, Lee D K, Lim J S, Hwang N M 2011 *Solar Energy Materials and Solar Cells* **95** 211
- [25] Losurdo, Giangregorio M M, Sacchetti A, Capezzuto P, Bruno G, Càrabe J, Gandia J J, Urbina L 2006 *Journal of Non-Crystalline Solids* **352** 906
- [26] Lee H C, Kim H B, Yrom G Y, Park I H, Kim Y W 2008 *Surface & Coatings Technology* **203** 799
- [27] Fang M, Drevillon B 1992 *Jap. J. Appl. Phys.* **71** 5445
- [28] Kang T D, Lee H, Park S J, Jang J, Lee S 2002 *J. Appl. Phys.* **92** 2467
- [29] Jia H J, Shirai H 2006 *Thin Solid Films* **506-507** 27
- [30] Hadjadj A, Pham N, Roca I Cabarrocas P, Jbara O, Djellouli G 2010 *J. Appl. Phys.* **107** 083509
- [31] Kumar S, Drevillon B, Godet C 1986 *J. Appl. Phys.* **60** 1542
- [32] Toyama T, Yoshida W, Sobajima Y, Okamoto H 2008 *J. Non-Cryst. Solids* **354** 2204

# Real time and *ex situ* spectroscopic ellipsometry analysis microcrystalline silicon thin films growth\*

Li Xin-Li<sup>1)</sup> Gu Jin-Hua<sup>1)†</sup> Gao Hai-Bo<sup>1)</sup> Chen Yong-Sheng<sup>1)</sup> Gao Xiao-Yong<sup>1)</sup>  
Yang Shi-E<sup>1)</sup> Lu Jing-Xiao<sup>1)</sup> Li Rui<sup>1)2)</sup> Jiao Yue-Chao<sup>1)</sup>

1) (Key Laboratory of Material Physics of Ministry of Education, School of Physical Engineering and Material Physics Laboratory, Zhengzhou University, Zhengzhou 450052, China)

2) (Henan University of Technology, Zhengzhou 450051, China)

(Received 13 January 2011; revised manuscript received 30 May 2011)

## Abstract

Microcrystalline silicon thin films with and without a seed layer are deposited using very high frequency plasma enhanced chemical vapor deposition method at a high growth rate. The influence of the seed-layer method on the film growth and structure are investigated using spectroscopic ellipsometry (SE), Raman spectrum and X-ray diffraction. The results show that the seed-layer can not only increase the growth rate, but also promote crystalline nucleation at the initial growth stage. The deposition processes are monitored by real time spectroscopic ellipsometry (RTSE). The film is also measured by *ex situ* SE in the air. The differences between the RTSE and *ex situ* SE are studied in testing the microcrystalline silicon thin films. Results show that for the thin films the total thickness obtained by RTSE is smaller than that by *ex situ* SE, while for the thick films the measured total thicknesses by the two methods are almost the same. However, the surface roughness thickness detected by RTSE is larger than that by *ex situ* SE. The reason for this is due to the oxidation of the thin film exposed to the air which can smooth the film surface.

**Keywords:** microcrystalline silicon thin film, seed layer method, high rate deposition, real time spectroscopic ellipsometry

**PACS:** 68.55.ag, 68.55.jd, 52.80.Pi

\* Project supported by the National Basic Research Program of China (Grant Nos. 2006CB202601, 2011CB201606) and the National Natural Science Foundation of China (Grant No. 51007082).

† E-mail: gujinh@zzu.edu.cn