

低温下磁控溅射 AlN 薄膜择优取向研究

杨杰¹, 马晋毅², 杜波², 徐阳², 石玉¹

(1. 电子科技大学 电子薄膜与集成器件国家重点实验室, 四川 成都 610054; 2. 中国电子科技集团公司第 26 研究所, 重庆 400060)

摘要:研究了衬底温度从 $-20\sim 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下射频磁控溅射 AlN 薄膜的择优取向程度。利用 X 线衍射(XRD)、原子力显微镜(AFM)和场发射电子显微镜(FESEM)对 AlN 薄膜的晶体结构、粗糙度及表面和断面形貌进行了分析。研究表明,当衬底温度低于 $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,AlN 薄膜中的(100)衍射峰消失,AlN 薄膜以(002)面择优取向生长。当衬底温度降低时,AlN 薄膜的晶粒大小和表面粗糙度减小。AlN 薄膜在 $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下沉积具有最佳的择优取向程度和较低的表面粗糙度。

关键词: AlN 薄膜; 衬底温度; 结构; 形貌

中图分类号: TB43 **文献标识码:** A

Study on Preferential Orientation of RF Magnetron Sputtered AlN Films at Low Substrate Temperature

YANG Jie¹, MA Jinyi², DU Bo², XU Yang², SHI Yu¹

(1. State Key Lab. of Electronic Thin Films and Integrated Devices, University of Electronic Science and Technology of China, Chengdu 610054, China; 2. 26th Institute of China Electronics Technology Group Corporation, Chongqing 400060, China)

Abstract: The preferential orientation of aluminum nitride (AlN) thin films prepared by RF reactive magnetron sputtering method under the substrate temperature ranged from $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ to $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ have been studied. The crystal structure, surface roughness and the morphology of the films were analyzed by X-ray diffractometry (XRD), atomic force microscope (AFM) and field emission scanning electron microscopy (FESEM). The results showed that when the substrate temperature was dropped to $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ or lower, the AlN (100) peak disappeared and the film favored the formation of oriented (002) preferential plane. The grain size and the surface roughness decreased as the decrease of substrate temperature. The film showed low surface roughness and optimal crystalline quality when the substrate temperature was at $0\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Key words: AlN thin film; substrate temperature; structure; morphology

0 引言

氮化铝(AlN)薄膜是一种应用于薄膜体声波器件中的性能优秀的压电材料^[1]。由于沿 c 轴取向(即垂直于(002)晶面的方向)压电效应明显,在电极材料上制备 c 轴择优取向的 AlN 薄膜是获得高性能薄膜体声波器件的关键因素。AlN 薄膜通常采用金属化合物气相沉积(MOCVD)、脉冲激光沉积(PLD)、磁控溅射等方法制备。射频磁控溅射法具有成膜温度低,薄膜结合力好,对衬底的依赖性小,不易出现“靶中毒”^[2]和可大面积成膜等优点,是一种首选的 AlN 薄膜制备手段^[3]。

衬底温度是影响 AlN 薄膜择优取向的一个重要因素。Ohta^[4]和 Cong^[5]等在室温条件下制备了高 c 择优取向的 AlN 薄膜。Medjani 等^[6]发现当沉

积温度为室温时有利于 AlN(002)晶面的形成,衬底温度在 $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ 不仅导致 AlN(100)取向的出现,薄膜压应力也显著增加。Barshiha 等^[7]在衬底温度为 $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时制备了单一(002)取向的 AlN 薄膜,但当衬底温度升高到 $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 和 $350\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,AlN(100)、(101)和(102)峰相继出现,且(002)峰强度减弱。最近, Jin 等^[8]得出最佳 AlN 薄膜的衬底温度为 $430\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。由此可见,衬底温度与 AlN 薄膜结晶性能间并非呈简单线性关系。衬底温度在室温附近或加热到一定温度,均可能制备出高质量的 AlN 薄膜。过高的衬底温度会导致 AlN 薄膜质量下降,当衬底温度过低(低于室温)时,AlN 薄膜的结晶情况却很少报道。

本文通过射频磁控溅射法在钼(Mo)膜上制备

收稿日期:2012-10-01

作者简介:杨杰(1981-),男,湖南宁乡人,博士生,主要从事氮化铝压电薄膜及薄膜体声波器件的研究。

AlN 薄膜,研究了当衬底温度从 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 变化到室温($20\text{ }^{\circ}\text{C}$)时对 AlN 薄膜结构和形貌的影响。

1 实验

采用沈阳科仪 JGP-450A 射频磁控溅射系统制备 AlN 薄膜。基片材料为 Si(100),硅衬底表面通过射频磁控溅射沉积了厚 100 nm 的 Mo 膜。AlN 的溅射靶材是直径 $\varnothing 60\text{ mm}$ 的高纯 Al(99.999%),靶基距 6 cm。工作气体为 99.999% 的 Ar 和 99.999% 的 N_2 。衬底温度通过半导体制冷部件进行控制。基片使用丙酮、乙醇和去离子水依次超声 15 min。当系统本底真空达 $2\times 10^{-4}\text{ Pa}$ 后,通入 Ar 调节气压到 3 Pa,在样品挡板关闭时起辉,且对基片施加 150 V 的负偏压,利用粒子轰击清洗基片 5 min。打开控温系统,调节衬底温度到指定值后,设置工作气压为 0.5 Pa,溅射功率和氮气含量分别恒定在 200 W 和 30%,预溅射 15 min 后保持工艺参数不变时正式镀膜。镀膜 2 h。

AlN 薄膜的晶体结构通过 X 线衍射(XRD, BEDE D1) θ - 2θ 扫描模式进行分析。薄膜的表面形貌和粗糙度通过原子力显微镜(AFM)进行分析。薄膜的断面特征通过场发射电子显微镜(FESEM)进行分析。

2 实验结果与讨论

2.1 AlN 薄膜的晶体结构分析

图 1 是衬底温度分别为 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ 和室温($20\text{ }^{\circ}\text{C}$)时 AlN 薄膜的 XRD 图。由图可看出,在所有温度条件下 AlN 薄膜均存在明显的(002)峰,且在衬底温度为 $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,(002)峰的强度最高;当衬底温度低于室温时,AlN 薄膜中仅存在(002)峰;当衬底处于室温条件时,薄膜中同时出现了(100)峰和(002)峰。这说明在较低温度条件下镀膜,衬底温度为 $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,AlN 薄膜的结晶性能最好。

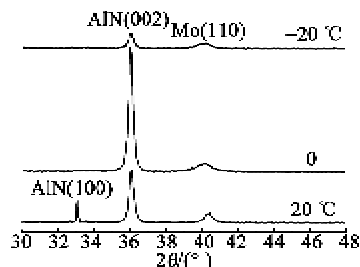


图 1 不同衬底温度下 AlN 的 XRD 图谱

AlN 是六方铅锌矿结构。在 AlN 的晶胞中,存在由 3 个 Al 原子半满轨道与 N 原子半满轨道形成

的 B_1 键和 1 个由 Al 原子空轨道与 N 原子全满轨道形成的 B_2 键组成。 B_1 键的键长为 0.188 5 nm, B_2 键的键长为 0.191 7 nm, B_2 键的键能比 B_1 键的键能低。AlN(002)面中只有 B_1 键,而(100)面同时含有 B_1 和 B_2 键。因此,高成核密度和高沉积能量有利于密堆积面的(002)晶面生成,而低成核密度和低沉积能量有利于高表面能的(100)晶面的形成。当衬底温度较低时,AlN 的成核密度增加,使得 AlN 以(002)取向择优生长,但是过低的沉积温度会影响溅射原子在基片表面的动能,从而影响结晶质量,所以 AlN 在 $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ 和 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下生长时,薄膜均为(002)面择优取向,且 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下生长的 AlN 薄膜的结晶质量比 $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下生长的 AlN 薄膜结晶质量要差。当 AlN 薄膜在室温条件下生长时,由于没有制冷系统散热,溅射粒子轰击到基片表面时会产生温升,使成核密度降低,促进(100)晶面的 AlN 晶粒生长。此外,当溅射过程中的衬底温度升高,使原本吸附在基片中的杂质气体释放出来。从基片中释放的氧原子等杂质原子参与了和活性 Al 原子的反应,这些占位原子增加了 AlN 薄膜内部晶格间的失配度,故而导致以(002)面择优取向的 AlN 晶粒被破坏。为降低失配度,AlN 薄膜中形成了以面密度较低的(100)面平行于衬底表面的晶粒结构。

2.2 AlN 薄膜的表面形貌和粗糙度分析

图 2 为不同衬底温度下 AlN 薄膜的表面形貌图和相应的表面粗糙度分析结果。

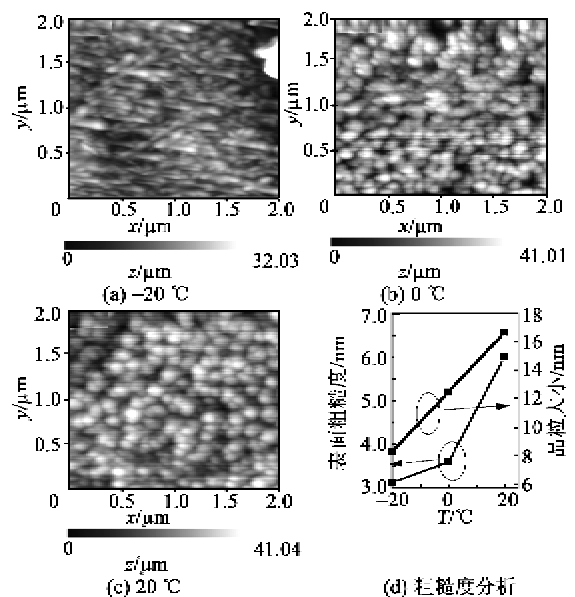


图 2 衬底温度不同时 AlN 的 AFM 图和粗糙度分析

由图 2 可看出,随着衬底温度的升高,AlN 薄膜晶粒大小逐渐增大,且薄膜的表面粗糙度也逐渐增大。因此,在 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时 AlN 薄膜的成核密度最大,当衬底温度升高时,晶粒逐渐长大形成大晶粒。与此同时,可观察到在 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下生长的 AlN 晶粒呈方向杂乱的椭球状,而在 $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ 和室温下生长的 AlN 薄膜均呈现为规则的球状晶粒,这说明在极低的生长温度条件下,溅射粒子到达基片表面后动能急剧下降,迁移范围被严重束缚,使得溅射原子成键后不再移动,晶粒的成核密度极高。随着薄膜厚度的增加,AlN 晶粒只是随机和相邻晶粒融合,最终导致形成椭球状、排列紧密且表面粗糙度低的表面。当衬底温度为 $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,基片表面的溅射原子已具有足够的动能促使相邻的晶粒融合到一起,因此形成的 AlN 晶粒呈均匀的球状,并且由于在低温下原子的迁移能力仍很弱,这种相邻晶粒的融合只是在小范围内进行,这使得表面粗糙度增大并不明显。当衬底温度处于室温条件时,由于溅射原子轰击导致的温升使晶粒间的融合加剧,从而晶粒间的界限变得更明显,且表面粗糙度显著增加。

2.3 AlN 薄膜的断面形貌分析

图 3 为在 0 °C 下 Mo 上生长的 AlN 薄膜断面 FESEM 照片。由图可看出, 0 °C 下沉积的 AlN 晶粒具有良好的柱状晶结构。随着薄膜厚度的增加, 晶粒逐渐长大。靠近初始生长界面时, AlN 晶粒大小约 53.3 nm, 而靠近表面处 AlN 晶粒大小为 131 nm。这说明即使沉积温度很低, AlN 薄膜仍能获得很好的晶体结构, 且在 0 °C 时 AlN 晶粒能获得足够的能量彼此融合形成大晶粒, 这与从 AFM 图像的分析中得出的结论一致。

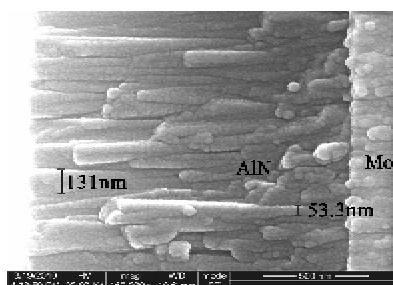


图3 0℃下 AlN 的断面形貌

3 结束语

利用射频磁控溅射方法,研究了一20~+20℃的衬底温度条件下,Mo表面生长AlN的晶体结构和形貌。结果表明,当衬底通过制冷部件冷却到

0 ℃ 以下时, AlN 薄膜呈(002)择优取向。衬底温度越低, 薄膜的晶粒大小和表面粗糙度越小, 但过低的衬底温度会导致结晶质量的下降。当在低温条件下沉积(002)择优取向的 AlN 薄膜时, 0 ℃ 是最优的衬底温度条件。

参考文献:

- [1] 高扬,许少俊,湛青青,等.溅射功率对 AlN 薄膜结构形貌的影响[J].压电与声光,2012,34(2):276-278.
GAO Yang, XU Shaojun, CHEN Qingqing et al. Effect of sputtering power on crustal structure morphology in AlN thin films[J]. Piezoelectrics & Acousto-optics, 2012, 34(2): 276-278.
- [2] 佟洪波,柳青.反应溅射制备 AlN 薄膜靶中毒机制的研究[J].真空科学与技术学报,2011,31(6):739-742.
TONG Hongbo, LIU Qing. Target poisoning mechanisms in growth of AlN films by reactive magnetron sputtering[J]. Chinese Journal of Vacuum Science and Technology, 2011, 31(6): 739-742.
- [3] 董树荣,王德苗. FBAR 用 AlN 薄膜的射频反应溅射制备研究[J].真空科学与技术学报,2006,26(2):155-158.
DONG Shurong, WANG Demiao. Growth of AlN films by RF reactive magnetron sputtering for film bulk acoustic wave resonator fabrication[J]. Chinese Journal of Vacuum Science and Technology, 2006, 26(2): 155-158.
- [4] OHTA J, FUJIOKA H, ITO S et al. Growth temperature dependence of structural properties for AlN films grown on (Mn, Zn)Fe₂O₄ substrates[J]. Thin Solid Films, 2003, 435: 218-221.
- [5] CONG G, LU Y, PENG W, et al. Design of the low temperature AlN interlayer for GaN grown on Si (111) substrate[J]. J Cryst Growth, 2005, 276: 381-388.
- [6] MEDJANI F, SANJINÉ S R, ALLIDI G, et al. Effect of substrate temperature and bias voltage on the crystallite orientation in RF magnetron sputtered AlN thin films[J]. Thin Solid Films, 2006, 515: 260-265.
- [7] BARSHIHA H C, DEEPTHI B, RAJAM K S. Growth and characterization of aluminium nitride coatings prepared by pulsed-direct current reactive unbalanced magnetron sputtering[J]. Thin Solid Films, 2008, 516(2): 4168-4174.
- [8] JIN H, FENG B, DONG S, et al. Influence of substrate temperature on structural properties and deposition rate of AlN thin film deposited by reactive magnetron sputtering[J]. J Electron Mater, 2012, 41: 1948-1954.