

溅射功率对 AlN/ZnO 薄膜结构形貌的影响

付伍君,孟祥钦,朱 博,张 遥,刘浩瀚,杨成韬

(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)

摘 要:采用直流反应磁控溅射法以 ZnO 为缓冲层在 Si 衬底上制备了 AlN/ZnO 薄膜。利用台阶仪、X 线衍射(XRD)仪和原子力显微镜(AFM)对不同溅射功率下制备的 AlN/ZnO 薄膜的厚度、结构及表面形貌进行测试表征。结果表明,不同溅射功率下生长的 AlN 薄膜都沿(002)择优生长,且随着功率的增大,薄膜的沉积速率增加,晶粒长大,AlN 薄膜的(002)取向性变好。同时还利用扫描电子显微镜(SEM)对在优化工艺下制得 AlN/ZnO 薄膜断面的形貌进行表征,结果显示 AlN 薄膜呈柱状生长。

关键词: AlN/ZnO 薄膜;溅射功率;择优生长;结构;表面形貌

中图分类号: O484 **文献标识码:** A

Effect of Sputtering Power on Structural Properties and Morphology of AlN/ZnO Thin Film

FU Wujun, MENG Xiangqin, ZHU Bo, ZHANG Yao, LIU Haohan, YANG Chengtao

(State Key Lab. of Electronic Thin Films and Integrated Devices, University of Electronic Science and Technology of China, Chengdu 610054, China)

Abstract: AlN thin films with ZnO buffer layer were prepared by direct current reactive magnetron sputtering technique on Si substrates. The profile-system, X-ray diffraction(XRD) and atomic force microscope (AFM) were employed to characterize the thickness, structure and morphology of the films which were deposited at different sputtering power. The results show that the (002) oriented AlN thin films are observed in different sputtering power, and as the increase of the power, the rate of deposition increases, the grains size become larger and the (002) orientation is changed for the better. In addition, scanning electron microscopy (SEM) was applied to characterize the section's morphology of the AlN/ZnO film. Columnar structure of AlN film is shown in our sample.

Key words: AlN/ZnO film; sputtering power; preferred growth; structure; surface morphology

0 引言

AlN 是 III-V 族化合物,六角纤锌矿结构,具有较大的禁带宽度(约 6.2 eV),是重要的蓝光和深紫外光的发光材料,且具有较大的机电耦合系数,较好的热稳定性^[1],在已知的无机非铁压电材料中,具有最大的瑞利波速度^[2](约为 6 000 m/s),可用于通信领域的高频声表面波(SAW)器件;高熔点,大击穿电压及较大的热导率,常用于大功率耐高温器件中^[3]。目前,制备 AlN 常见的方法有金属有机气相外延(MOCVD)^[3-5]、磁控溅射法^[6-7]、脉冲激光沉积(PLD)^[2,8]等。所用的衬底材料大多是蓝宝石,但蓝宝石价格贵,且是绝缘体,不适合工业的生产与器件的集成,与蓝宝石相比,Si 不仅价格便宜,且是现代半导体集成工艺的核心材料。但 Si 和 AlN 存在

着严重的晶格失配(大于 19%)^[4],为了解决这个问题,本文引入了 ZnO 作为缓冲层,ZnO 和 AlN 具有相同的晶体结构,都为六角纤锌矿,同时晶格常数相近,二者的晶格失配度仅为 5%^[5]。

本文采用直流反应磁控溅射法以(002)ZnO 为缓冲层在(100)Si 衬底上制备了(002)择优取向的 AlN 薄膜,系统研究了溅射功率对 AlN 薄膜的结构、表面形貌的影响。

1 实验

本实验采用腾工米尼制造的磁钢旋转的单靶磁控溅射系统来制备 ZnO 和 AlN 薄膜。靶和基板的距离可调,磁钢旋转速度为 3 r/min。在溅射前 Si 衬底分别用丙酮、酒精和去离子水各超声清洗 10 min,去除表面杂质,并用氮气吹干,再送入沉积

收稿日期:2012-07-13

作者简介:付伍君(1988-),女,湖南邵阳人,硕士生,主要从事压电薄膜材料的研究。E-mail:fuwujun17120@sina.com。杨成韬,男,教授,博士生导师。E-mail:ctyang@uestc.edu.cn。

室。生长 AlN 和 ZnO 的靶材分别是 99.999% 金属 Al 和 99.99% 金属 Zn, 直径为 $\varnothing 10.16$ cm, ZnO 采用射频反应溅射, 在 Ar 和 O₂ 的混合气氛中制备, 而制备 AlN 使用的是直流反应溅射, 在 Ar 和 N₂ 混合气氛中生长得到, 溅射气体的纯度均为 99.999%, 通过调整气氛流量比、气压、溅射功率、溅射温度等工艺参数来得到最佳制备工艺。表 1 为 ZnO 和 AlN 薄膜的制备工艺参数, 其中 ZnO 缓冲层需进行 600 °C 快速退火。

表 1 ZnO 和 AlN 薄膜的制备工艺参数

	ZnO	AlN
靶基距/cm	10	8
衬底温度/°C	400	650
V(氧)/V(氮)	5:2	7:3
溅射气压/Pa	0.65	0.44
溅射功率/W	110	70, 90, 110, 130

用铂锐仪器有限公司生产的 Dektak XT 型台阶仪来测量薄膜的厚度, 计算薄膜的沉积速率; 采用英国 Bede 公司生产的 Bede D1 型 X 线衍射 (XRD) 仪分析薄膜的结构取向; 采用日本 Seiko Instrument 公司生产的 SPA-300V 型原子力显微镜 (AFM) 分析薄膜的表面形貌; 使用 FEI 公司生产的 Inspect F50 型电子微探针系统 (SEM) 来分析薄膜断面的形貌。

2 结果与讨论

2.1 溅射功率对 AlN 薄膜沉积速率的影响

图 1 为 AlN 薄膜沉积速率随溅射功率的变化曲线。由图可知, 薄膜的沉积速率随功率的增大而近似线性的增大。溅射功率为 70 W、90 W、110 W、130 W 对应的沉积速率分别为 11.7 nm/min, 13.9 nm/min, 16.8 nm/min, 20.9 nm/min。

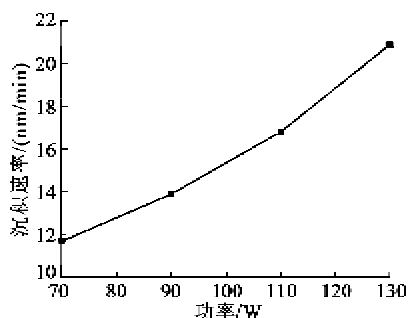


图 1 AlN 薄膜的沉积速率随溅射功率的变化曲线

由图 1 可见, 沉积速率随溅射功率增大呈线性增长的主要原因为:

1) 溅射功率和靶材的溅射率呈正相关性, 随着功率增大, 靶材的溅射率也增大, 使沉积速率增大。

2) 溅射功率增大, 使大部分溅射粒子具有高能量, 这些粒子会在撞击点位上产生缺陷, 由于衬底表面这些缺陷区域的结合能比邻近高, 故优先成为成核点位, 加快薄膜的生长。

2.2 溅射功率对 AlN 薄膜结构的影响

图 2 为不同溅射功率下以 ZnO 为缓冲层制备的 AlN 薄膜的 XRD 图谱。由图可知, 4 组样品中 ZnO 薄膜都沿 *c* 轴高度择优生长, 随着溅射功率的增大, AlN(002) 的衍射峰强度呈先增大后减小变化规律。溅射功率为 70 W 时, 制备的 AlN 薄膜具有较微弱的单一的 (002) 衍射峰, 这是由于在较低的溅射功率下, Ar 溅射出来的 Al 原子能量较小, 使沉积在衬底表面的粒子迁移能力较弱, 成核密度小, 制备的薄膜较薄且有大量的晶界形成, 所以衍射峰较弱^[9]。随着溅射功率的增加可看出 AlN(002) 衍射峰明显增强, 尤其当功率增大到 110 W 时, 制备的 AlN 薄膜呈现较强的 (002) 衍射峰, 且具有较小的半高宽, 由此说明在此功率下制备的薄膜结晶质量较优; 当功率继续增大到 130 W 时, AlN(002) 取向的衍射峰变弱, 并且出现了 AlN(100) 方向的衍射峰, 产生这种现象的原因有两个方面, 即

1) 由于大的溅射功率导致溅射出过多的 Al 原子无法及时和 N 反应, 造成过多 Al 间隙原子, 破坏薄膜的 (002) 取向。

2) 在 AlN 晶胞中, Al 和 N 原子均形成 4 个 sp³ 杂化轨道, Al 原子有 3 个半满和 1 个空轨道, 而 N 原子有 3 个半满和 1 个全满轨道。Al 原子的半满轨道与 N 原子的半满轨道形成的 B₁ 键, Al 原子的空轨道与 N 原子的全满轨道形成 B₂ 键, B₂ 的键能比等性的 B₁ 的键能相对要小, 易断裂^[10]。(100) 晶面只含有 B₁ 键, (002) 晶面则同时含有 B₁、B₂ 键,

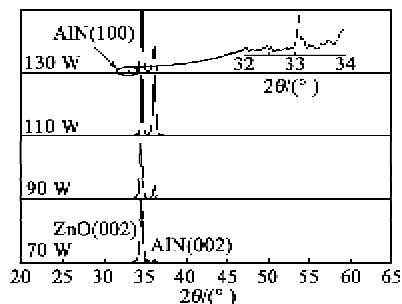


图 2 不同溅射功率下的 AlN/ZnO 的 XRD 图

所以,功率和能量增大,有利于 AlN 薄膜沿(002)择优生长;但当功率过大时,已形成的 B₂ 键在高能量作用下易断裂,导致 AlN 沿(002)取向生长难。

2.3 溅射功率对 AlN/ZnO 薄膜表面形貌的影响

图 3 为不同溅射功率下沉积 AlN/ZnO 薄膜的 AFM 图谱,取样范围为 $2\ \mu\text{m} \times 2\ \mu\text{m}$ 。由图可知,在溅射功率为 70 W 时,样品晶粒尺寸细小,生长不完全,并伴有晶粒团聚现象,因功率较小时,溅射出的 Al 原子的能量较低、N 原子活性较小,在衬底的迁移率能力小,从而导致晶粒成核的密度低。当功率增加到 90 W 时,样品晶粒明显,但仍不均匀。当功率继续增大到 110 W 时,晶粒生长饱满,晶粒大小均匀,无团聚现象,结晶质量得到改善;但当功率继续增大到 130 W,过高的功率使晶粒过快的不规则生长,晶粒异常长大,薄膜的表面质量下降。

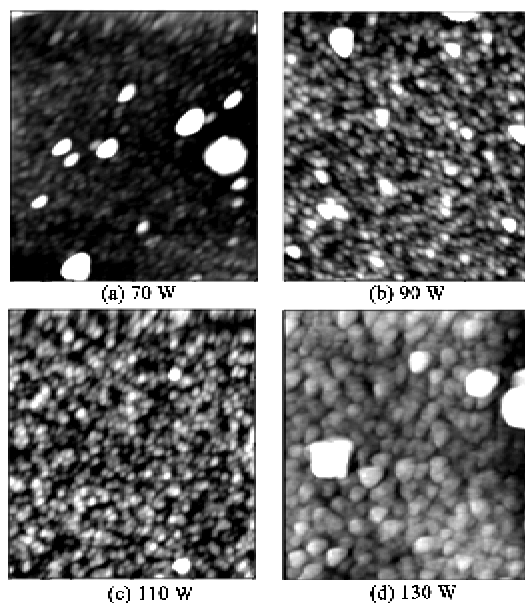


图 3 不同溅射功率下的 AlN 薄膜的 AFM 图

图 4 为 AlN/ZnO 薄膜表面的均方根粗糙度随溅射功率的变化关系。溅射功率较小时,晶粒较小,表现为薄膜粗糙度较小;随着功率的增大,晶粒变

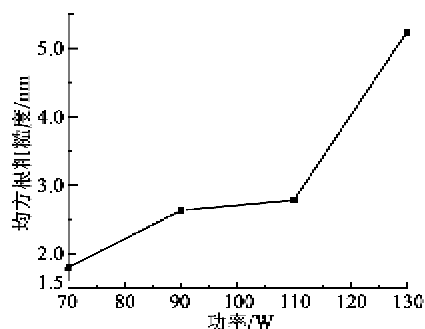


图 4 不同溅射功率下 AlN/ZnO 薄膜的均方根粗糙度图

大,大的晶粒周围的空隙随着晶粒尺寸的增大而变深,导致其表面粗糙度增加。

2.4 AlN/ZnO 薄膜的断面分析

由图 2、3 可看出,在溅射功率为 110 W 时,AlN 薄膜的结晶质量最好。图 5 为功率在 110 W 下制备的 AlN/ZnO 的断面 SEM 图。由图可知,ZnO 和 AlN 薄膜的界面清晰、平整,薄膜与衬底结合的很好。AlN 和 ZnO 都呈柱状生长,柱状体排列整齐连贯,无明显缺陷,AlN 薄膜在 ZnO 上完美的外延,归功于这两种晶体相似的晶体结构和晶格常数。

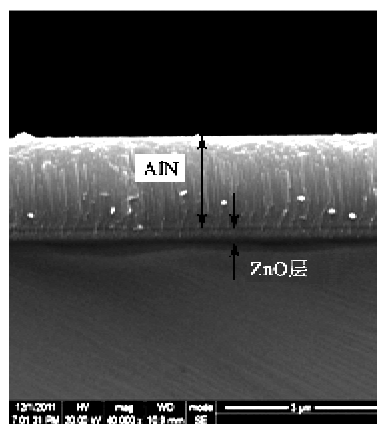


图 5 AlN/ZnO 的断面 SEM 图

3 结束语

使用直流反应磁控溅射法以 ZnO 为缓冲层在 Si 衬底上制备了(002)择优取向的 AlN 薄膜,随着溅射功率的增大,薄膜的沉积速率加快,AlN 沿(002)取向生长更明显,晶粒逐渐长大,结晶质量变好;但功率过大时,薄膜过度结晶,晶粒异常长大,薄膜取向混乱;当功率为 110 W 时,得到的薄膜的结晶质量最好。对薄膜断面的形貌分析表明,AlN 和 ZnO 呈柱状生长,柱体均匀连贯。

参考文献:

- [1] HU T L, MAO S W, CHAO C P, et al. Deposition characteristics of AlN thin film prepared by the dual ion beam sputtering system[J]. Journal of Electronic Material, 2007, 36(1): 81-87.
- [2] CHAKKRABARTI K, CHATTOPADHYAY K K, CHAUDHURDURI S, et al. Optical characterization of AlN films: measurement of stress[J]. Mater Chem Phys, 1997, 50(1): 50-56.
- [3] PADUANO Q S, WEYBUME D W, JASINSKI J, et al. Effect of initial process conditions on the structural properties of AlN films[J]. Journal of Crystal Growth, 2004, 261(2/3): 259-265.

(下转第 422 页)