

衬底温度对反应磁控溅射制备 AlN 压电薄膜的影响

王忠良, 刘 桥

(贵州大学, 贵州 贵阳 550025)

摘要: 采用反应磁控溅射法在 Si(111) 衬底上沉积了 AlN 薄膜。XRD 分析表明, 在 5 种温度下, AlN 均以 (100) 面取向, 衬底温度的提高有利于薄膜结晶性的改善, 在 600°C 以上时 AlN 中 Al—N₀ 键断裂, 仅出现 (100) 衍射峰。AFM 分析显示, 在 600°C 时平均晶粒尺寸 90 nm, Z 轴最高突起仅为 23 nm。

关键词: 无机非金属材料; AlN 压电薄膜; 反应磁控溅射; 择优取向

中图分类号: TM28 文献标识码: A 文章编号: 1001-2028 (2005) 07-0047-03

AlN Piezoelectric Thin Film Prepared by Reactive Magnetron Reactive Sputtering

WANG Zhong-liang, LIU Qiao

(Guizhou University, Guiyang 550025, China)

Abstract: AlN thin films were successfully deposited on Si(111) substrates by reactive magnetron sputtering. XRD measurements detect AlN thin films with preferential orientations (100) at 5 different substrate temperature. The increase of substrate temperature will improve crystallizability. The Al—N₀ bond will break and only detect (100) peak when substrate temperature is over 600°C. AFM observations of the films deposited at 600°C reveal fine grains with size of 90 nm, topmost protuberance of 23 nm.

Key words: inorganic non-metallic materials; AlN piezoelectric thin film; reactive magnetron sputtering; preferential orientation

AlN 属六方晶系, 6 mm 点群, 无对称中心, 具有较高的机电耦合系数、低的传输损耗以及良好的热稳定性, 在微电子器件中有着广泛的应用前景^[1]。同时, AlN 薄膜的声表面波速度是所有无机非铁电性压电材料中最高的, 几乎是声表面波器件常用压电薄膜 ZnO 和 CdS 的 2 倍。这样, 采用 AlN 薄膜在不减小叉指电极宽度的情况下, 就可将中心频率提高 1 倍^[2], 达到当前通讯业发展所需要的 GHz。

AlN 薄膜可以用许多方法制备, 如: 化学气相沉积^[3], 脉冲激光沉积^[4], 反应磁控溅射^[5]以及离子束增强沉积^[6]等, 不同晶面取向的 AlN 薄膜其理化性质和用途不同。一般来说, AlN 薄膜在压电器件中的应用多以 c 轴垂直于基片的(002)面为主; 但由于声波在 AlN 薄膜中沿 c 轴传播速度最快, 所以以(100)面择优取向的 AlN 薄膜更能满足声表面波装置的要求^[7]。笔者采

用直流磁控反应溅射的方法, 在 Si(111)片上成功地制备了(100)面择优取向的 AlN 薄膜。用 X 射线衍射的方法研究了衬底温度对薄膜晶面取向的影响。结果表明, 衬底温度对 AlN 薄膜的择优取向有较大的影响。

1 实验

采用法国 Alliance Concept 公司制造的 DP650 型多靶磁控溅射台, 靶材为高纯铝 (99.999%), 直径为 $\phi 200$ mm, 厚度为 6.35 mm, 靶到基片的距离为 100 mm。采用纯氮 (99.999%) 溅射。溅射时背景真空为 8.71×10^{-5} Pa, 溅射气压为 0.09 Pa, 气体流量为 1.17×10^{-6} m³/s。直流溅射功率为 800 W, 电压 291 V, 电流为 2.77 A。共制备 5 块样品, 衬底温度分别为 300、400、500、600、650°C, 基片为 P 型 Si (111)。实验前将单面抛光后的硅片放入 1:10 的 HF 溶液中浸泡 30

收稿日期: 2005-03-14 通讯作者: 刘桥

基金项目: 贵州省自然科学基金资助项目: 黔科合计 (2004) 3028 号

作者简介: 刘桥 (1955-) 男, 贵州贵阳人, 教授, 主要从事电子薄膜材料和电路系统的研究。Tel: (0851)3626141; E-mail: liuqiao1955@163.com; 王忠良 (1980-) 男, 安徽舒城县人, 研究生, 主要从事电子薄膜材料的研究。Tel: (0851)3625252; E-mail: asdwzl@sina.com。

s, 除去硅表面的氧, 然后用酒精和丙酮的混合液超声波清洗 10 min, 放入高纯水中煮沸 15 min, 除去表面的有机物。取出后表面不沾水珠, 然后放入净化室中烘干, 准备溅射。沉积前先将挡板挡上, 充入 Ar 气, 将 Al 靶材先预溅射 15 min, 以除去靶面的 Al_2O_3 层, 再关闭 Ar 气, 通入 N_2 气, 预溅射 10 min, 待靶的电流和电压充分稳定后再打开挡板, 露出基片, 以保证薄膜初始沉积就有良好的取向。

为了制备出声表面波器件中有重要应用价值的高质量 AlN(100)膜, 实验结果采用理学 D/MAX-2200 型 X 射线衍射仪 (XRD) 来表征 AlN 薄膜的结构, 用中科院化学所本原纳米仪器公司生产的 CSPM-3100 型原子力显微镜 (AFM) 来观察薄膜表面的形貌、颗粒大小及表面粗糙度。

2 结果与讨论

2.1 X 射线衍射结果分析

通常薄膜的沉积过程中, 基底总被加热到一定的温度, 要求制备高取向性或外延膜时需要的温度更高。对于膜的生长而言, 基底温度是非常重要的。较高的基底温度有助于附着于基底表面的粒子的迁徙成核, 有利于高取向或外延膜的形成。图 1 是在实验条件下, 5 种衬底温度 300、400、500、600、650℃ 下试样的 XRD 图谱。结果表明, 随着衬底温度的升高, 薄膜的沉积速率有所降低, 这说明在反应磁控溅射中, AlN 分子到达衬底表面时, 随着衬底温度的提高, 二次蒸发几率增加, AlN 分子吸附在衬底表面的几率减少。

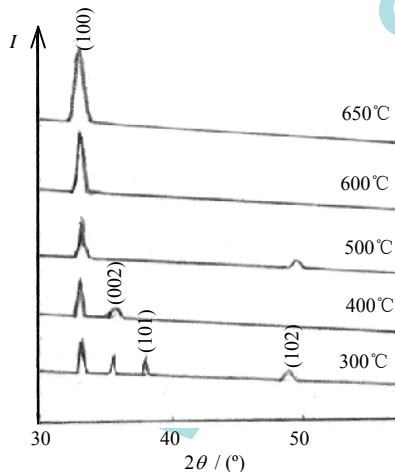


图 1 不同衬底温度下 AlN 薄膜的 XRD 图
Fig.1 XRD spectra of AlN thin films at different substrate temperature

从图 1 可以看出, 所有样品在 2θ 为 33.2° 左右出现 AlN (100) 衍射峰, 但在不同的温度下, 衍射峰强度不同。300℃ 时, 出现 (100)、(002)、(101)、(102) 择优取向共存。在 400℃ 时 (100)、(002) 共存, 500℃ 时 (100)、(102) 共存。在 600℃ 时仅有 AlN (100) 择优取向。600℃ 下薄膜与 650℃ 下薄膜相比, 衍射峰没有明

显改变, 说明薄膜结晶性已基本趋于稳定。从图中可以看出衬底温度的提高有利于薄膜结晶性的改善。

AlN 属六方纤锌结构, 6 mm 点群, 其晶格常数 $a=0.3110\text{ nm}$, $c=0.4980\text{ nm}$ 。如图 2 所示, Al 原子与周围的 4 个 N 原子形成一个四面体, 其中 3 个 Al-N ($i=1,2,3$) 键, 称为 B1 键, 键长为 0.1885 nm ; 沿 c 轴方向的 Al-N₀ 键长为 0.1917 nm , 称之为 B2 键。N₀-Al-N₁ 的键角为 107.7° , N₁-Al-N₂ 的键角为 110.5° 。

同理以 N 原子为中心也形成了一个四面体, 两个四面体形成具有 C_{3v} 对称的三棱柱。在 AlN 晶胞中, Al 和 N 原子均形成 4 个 SP^3 杂化轨道, Al 原子有三个半满和一个空轨道, 而 N 原子有三个半满和一个全满轨道。B2 键是由 Al 原子的空轨道与 N 原子的满轨道形成的。因此在 c 轴方向的 B2 键离子成分大, B2 键的键能比其他三个等性的 B1 键的键能相对要小, 易断裂。而 (100) 面是由 B1 键组成, (002)、(101) 和 (102) 是由 B1 和 B2 键共同组成, 当衬底温度升到 600℃ 时, B2 键断裂, (002)、(101) 和 (102) 衍射峰基本消失。

图 2 AlN 晶胞结构图
Fig.2 The crystal lattice graph of AlN

2.2 原子力显微镜结果分析

AlN 薄膜应用于声表面波器件中, 其结构和表面粗糙度对器件质量的影响非常大^[8]。由于 SAW 仅在表面传播, 全部 SAW 的能量几乎只在从表面向内部一个波长内。当表面粗糙度超过一个波长时, SAW 显然无法通过, 一般要求薄膜表面粗糙度小于 30 nm ^[8]。图 3 (a) 和 (b) 分别是衬底温度 600℃ AlN 试样的原子

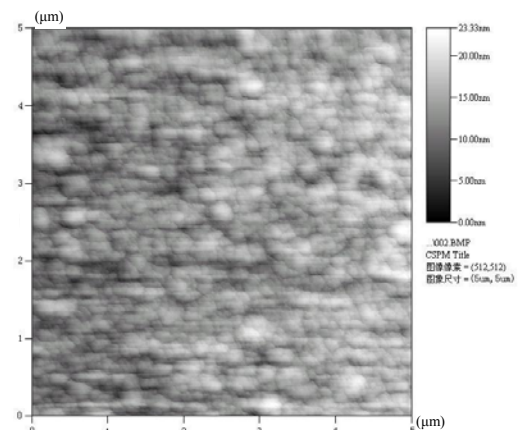


图 3(a) 600℃ AlN 薄膜 AFM 平面照片
Fig.3(a) AFM micrograph of the surface morphology of AlN thin films at 600°C

力显微镜 (AFM) 平面视图和三维视图。由平面视图可知, 薄膜呈圆球密堆结构, 平均晶粒尺寸约为 90 nm。这样紧密的微结构获得与反应磁控溅射技术“高温低速”的特点有关, 由图 3(b) 三维视图可知, 薄膜呈柱状生长, 表面粗糙度较小, Z 轴方向最高突起为 23 nm, 满足声表面波器件粗糙度小于 30 nm 的标准。

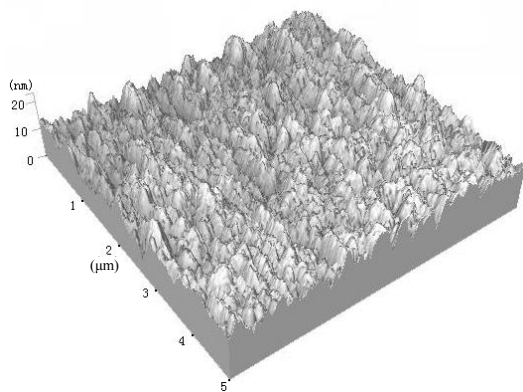


图 3(b) 600°C 下 AlN 薄膜 AFM 三维照片

Fig.3(b) AFM micrograph of three dimension morphology of AlN thin films at 600°C

3 结论

采用反应磁控溅射法在不同衬底温度下成功地制

备出了 AlN 压电薄膜, XRD 分析表明在 5 种温度下, AlN 均以 (100) 择优取向, 当衬底温度提高到 600°C 以上时, AlN 中 Al—N₀ 键断裂, 仅出现 (100) 衍射峰; 600°C 衬底温度下 AFM 结果表明, AlN 薄膜的晶粒间致密而且均匀, 平均晶粒尺寸为 90 nm, Z 轴最高突起为 23 nm, 说明所制备的 AlN 薄膜具有良好的结构。

参考文献:

- [1] Liufu D, Kao K C. Piezoelectric, dielectric and interfacial properties of aluminum nitride films [J]. *J Vac Sci Technol A*, 1998, 16(4): 2360-2366.
- [2] Davis R F. III-V nitrides for electronic and optoelectronic applications [J]. *Proc IEEE*, 1991, 79(5): 702-712.
- [3] Khan A H, Messe J M, Stacy T, *et al.* Electrical characterization of aluminum nitride films on silicon grown by chemical vapor deposition [J]. *Mat Res Soc Symp Proc*, 1994, 339: 637-642.
- [4] Verardi A, Dinescu M, Stanciu C, *et al.* A parameter study of AlN thin films grown by pulsed laser [J]. *Mater Sci Eng*, 1997, B50: 223-227.
- [5] Randriamora F, Bruyere J C, Deneuille A. Synthesis of AlN by reactive sputtering [J]. *Mater Sci Eng*, 1997, B50: 272-276.
- [6] He Xiang-jun, Yang Si-ze, Tao Kun, *et al.* Formation of AlN films by Al evaporation with nitrogen ion beam bombardment [J]. *Mater Chem Phys*, 1997, 51: 199-201.
- [7] Rodriguez-Clemente R, Aspar B, Azema N, *et al.* Morphological properties of chemical vapour deposition AlN films [J]. *J Cryst Growth*, 1993, 133: 59-70.
- [8] Xu C K, Meng L. *Acoustic Surface Wave Apparatus and Its Application* [M]. Beijing: Science Press, 1984. 99.

(编辑: 尚木)

综合信息

全国电子展率先列入政府品牌展会排期保护

在中电会展成为国内首家通过 ISO9001 认证的组展机构不久, 旗下的全国电子展 (春季) 率先列入政府品牌展会排期保护, 成为唯一一家入选的电子展会。

近日, 深圳市贸工局向深圳会展中心下发《关于实行品牌展会排期保护的通知》, 决定先期对该市 2004 年度展览面积达到 2 万 m² 以上的品牌展会予以排期保护。全国电子展 (春季) 凭借 3.5 万 m²、1 500 家参展商的庞大规模率先受到保护。通知要求, 要保证这些展会在会展中心、高交会馆现有排期的优先选择权。这些品牌展会举办前 60 日和举办后的 45 日内, 会展中心、高交会馆不得安排与其在名称、内容等方面相同或类似的其它展会。同时被列入展会排期保护的还有高交会、机械展等品牌展会。

全国电子展 (春季) 自 2004 年首度进入深圳以来, 持续两年在深圳高交会展馆举行, 以启用该展馆全部可用面积的磅礴气势震惊华南电子业界, 彻底改变深圳电子业展览多而不精的局面, 并一举确立其在华南的品牌优势和地位, 为深圳电子制造业的发展迈出重要的一步。品牌展会的形成实属不易, 克隆展会已成为会展业侵犯知识产权的一个表现, 同类展会同期举办或排期过近, 造成同类展会过多、过滥和无序竞争, 好的展会被分流, 差的展会被投诉。贸工局出台这样的通知, 旨在通过对品牌展会实行保护, 促进深圳会展业健康发展, 对重点展会和品牌展会给与支持和保护。