

脉冲准分子激光沉积 AlN 薄膜的研究*

黄继颇 王连卫 高剑侠 林成鲁

(中国科学院上海冶金所信息功能材料国家重点实验室 上海 200050)

周艳萍

(中国科学院上海硅酸盐所 上海 200050)

摘要 采用 ArF 脉冲准分子激光沉积法并结合退火后处理工艺,在 Si(111)衬底上成功地制备了 AlN 晶态薄膜。X 射线衍射、扩展电阻与原子力显微镜等测试结果表明:薄膜具有(101)取向,平均晶粒大小为 200 nm;薄膜介电性能优异,扩展电阻在 $10^9 \Omega$ 以上。

关键词 氮化铝,脉冲激光沉积,介电性

1 引 言

氮化铝(AlN)是重要的 III-V 族宽禁带化合物半导体材料,它具有多种突出的物理性能^[1,2]。AlN 击穿场强大、热导率高、化学和热稳定性好,是优异的介电材料,可用于电子器件和集成电路的封装、介质隔离和绝缘,尤其适于高温高功率器件;AlN 属于直接带隙半导体,其禁带宽度为 6.2 eV,是重要的蓝光、紫外发光材料,还易与 GaN, InN 等重要发光材料形成固溶体实现由红光到紫外的全色显示。此外,AlN 还具有优良的压电特性和声表面波特性和声表面波传播速度高达 6~6.2 km/s,是 GHz 级声表面波器件的优选压电材料。

为实现 AlN 在上述各方面的应用,首要条件是制备高质量的 AlN 薄膜。目前,已经有化学气相沉积(CVD)^[3,4],脉冲激光沉积(PLD)^[5~7]和反应磁控溅射^[8]等方法用于 AlN 薄膜的生长。在这些方法中,PLD 方法由于其组分比容易控制、生长速率快、沉积参数易调等突出优点而成为制备 AlN 薄膜最好的方法之一。

本文报道了在 650°C 的生长温度下,采用 PLD 法结合后续热处理工艺在 Si(111)衬底上生长 AlN 薄膜,利用 X 射线衍射(XRD),傅里叶变换红外光谱(FTIR),扩展电阻测量技术(SRP)和原子力显微镜(AFM)等测试手段研究了薄膜结构、性质和微观形貌。

2 实 验

实验装置同文献[9],ArF 脉冲准分子激光器(Lamda Physik LPX120icc)输出波长为 193 nm,脉冲能量为 130 mJ,频率为 3 Hz,通过一焦距为 50 cm 的透镜将入射激光聚焦,并以 45°

* 国家自然科学基金资助项目(No. 69776003)。

收稿日期: 1998-04-02; 收到修改稿日期: 1998-05-18

角入射到 AlN 烧结陶瓷靶上。选用电阻率为 $8\sim 13\ \Omega\cdot\text{cm}$ 的 *p* 型 Si(111) 硅片为衬底,按标准的集成电路工艺清洗后放入沉积室中。实验时,先用分子泵抽真空至 $10^{-2}\ \text{Pa}$, 然后开始沉积,保持衬底温度在 $650\ ^\circ\text{C}$, 最后将沉积 30 min 的 AlN 薄膜在高纯氮气保护下进行后退火处理。AlN 薄膜的晶体结构采用 XRD 分析,红外吸收特性采用 FTIR 研究,厚度与电学性质由 SRP 测量,微观形貌用 AFM 观察。

3 结果与讨论

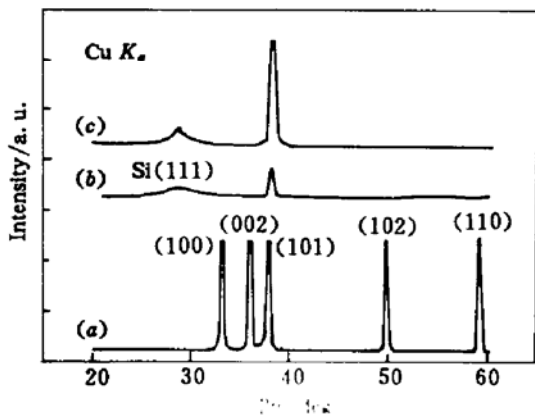


图 1 AlN 陶瓷靶与 PLD 沉积 AlN 薄膜的 XRD 谱
(a) 靶; (b) 沉积; (c) 1000°C 氮气氛下退火 30 min
Fig. 1 XRD patterns of the AlN prepared by pulsed laser deposition
(a) target; (b) as-deposited; (c) after annealing at 1000°C for 30min with high purity nitrogen

图 1 是所用 AlN 陶瓷靶与 $650\ ^\circ\text{C}$ 时 PLD 沉积 AlN 薄膜及经过 $1000\ ^\circ\text{C}$ 氮气氛下退火 30 min 的 XRD 谱。显然, AlN 陶瓷靶除 (101) 取向外,还包含有 (100), (002) 和 (110) 等多种取向,是典型的多晶粉末结构。从图还可看出,退火前后 AlN 薄膜都是 (101) 取向,没有出现 2θ 为 36.04° 的 (002) 衍射峰,尽管从结晶学的角度, (002) 取向比 (101) 更易于在 Si(111) 衬底生长。薄膜衍射峰位置较之陶瓷靶相应衍射峰位稍有偏移,这可能是由于 AlN 和 Si 的晶格失配与薄膜生长过程中产生的内应力引起晶格扭曲而造成的。P. Verardi 等认为 PLD 沉积 AlN 薄膜的结晶取向取决于衬底温度、激光能量等沉积参数,并在实验中也获得了 (101) 取向的 AlN 薄膜^[7]。同时我们看到,样品经过 $1000\ ^\circ\text{C}$ 30min 高纯氮气氛下退火^[6], 衍射峰明显增强并尖锐化,表明晶粒在长大,薄膜的结晶质量显著提高。

图 2 是经过 $1000\ ^\circ\text{C}$ 30 min 氮化处理后样品的 FTIR 透射谱。图中谱线已经扣除了 Si 衬底的影响,可以清楚地看到在 $667.8\ \text{cm}^{-1}$ 处存在一个强烈的吸收峰,对应于 Al—N 键的横光

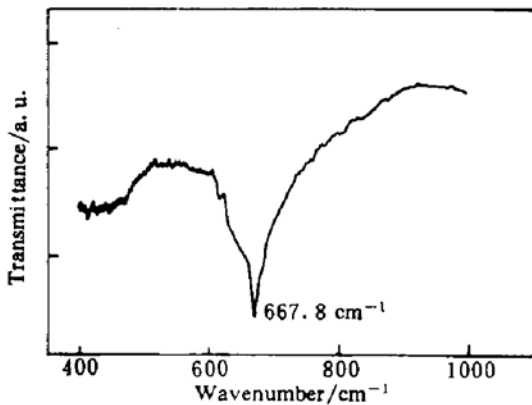


图 2 PLD 沉积 AlN 薄膜的 FTIR 谱
Fig. 2 FTIR spectrum of an AlN film on Si substrates prepared by PLD

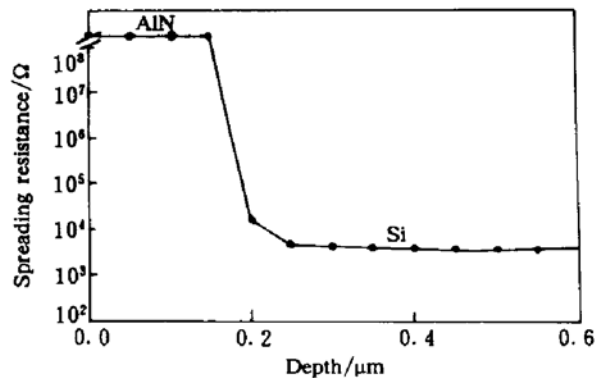


图 3 PLD 沉积 AlN 薄膜的扩展电阻测试
Fig. 3 SRP of the AlN films on Si substrates prepared by PLD

学声子振动模式特征峰^[5]。这表明样品包含纯 AlN 相。

SRP 技术是利用探针测量方法绘制尺度在微米量级的薄膜电阻随厚度变化情况。图 3 为经过 1000℃ 30 min 氮气氛下退火后 AlN 薄膜的扩展电阻测试结果。由图可看出, AlN 薄膜为高阻绝缘层, 扩展电阻大于 $10^8 \Omega$ (超出了仪器的测量范围), 表明薄膜具有优异的介电性; 衬底 Si 是半导体, 电阻在 $10^3 \Omega$ 量级。薄膜与衬底的界面清晰、陡直, 薄膜厚度约为 150 nm。

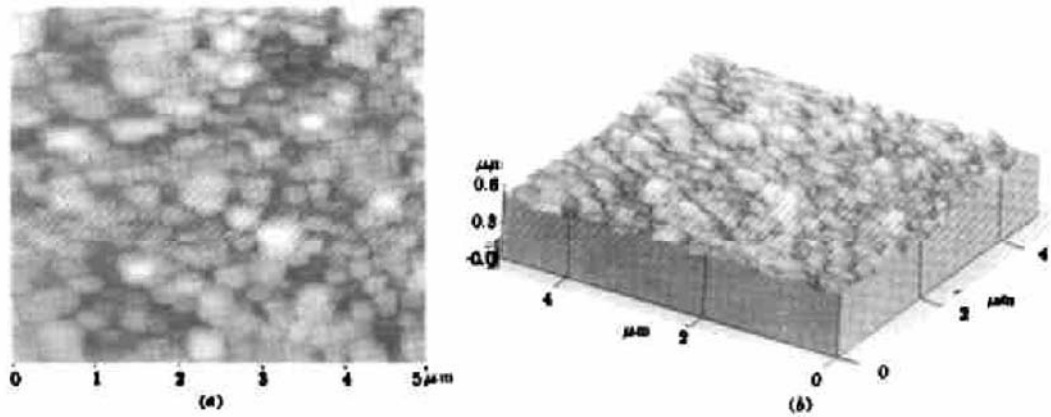


图 4 PLD 沉积 AlN 薄膜的原子力显微图像平面视图 (a) 和三维视图 (b)

Fig. 4 AFM of the AlN films on Si substrates prepared by PLD

(a) plane-view image, (b) three-dimensional image

650℃ 沉积的 AlN 薄膜经过 1000℃ 30 min 氮气氛下退火后, 用 AFM 观察了其微观形貌, 如图 4 所示。由平面图可看出薄膜致密, 晶界清晰, 平均晶粒大小为 200 nm。仔细观察图 4 (b) AFM 三维视图, 发现薄膜呈柱状结构, 由此可推断 PLD 沉积 AlN 薄膜的生长机制以往状生长为主。而薄膜较大的粗糙度可能是退火过程中晶粒进一步长大的缘故。

参 考 文 献

- 1 S. Strite, H. Morkoc. GaN, AlN, and InN: A review. *J. Vac. Sci. Technol. B.*, 1992, 10(4):1237~1266
- 2 Max N. Yoder. Wide bandgap semiconductor materials and devices. *IEEE Trans. Electron Devices*, 1996, 43(10): 1633~1636
- 3 A. H. Khan, J. M. Messe, T. Stacy *et al.*. Electrical characterization of aluminum nitride films on silicon grown by chemical vapor deposition. *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, 1994, 339:637~642
- 4 K. Kaya, H. Takahashi, Y. Shibata *et al.*. Synthesis and surface acoustic wave properties of AlN thin films fabricated on (001) and (110) sapphire substrates using chemical vapor deposition of AlCl₃-NH₃ system. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 1997, Pt. 1, 36(5A):2837~2842
- 5 R. D. Vispute, H. Wu, J. Narayan. Epitaxial growth of AlN thin films on silicon (111) substrates by pulsed laser deposition. *Appl. Phys. Lett.*, 1995, 67:1549~1551
- 6 T. Ogawa, M. Okamoto, H. Yagi *et al.*. AlN thin films grown by pulsed laser deposition-effect of growth ambient. *Diamond Films Technol.*, 1996, 6:87~93
- 7 P. Verardi, M. Dinescu, C. Gerardi *et al.*. AlN thin films deposition by laser ablation of Al target in nitrogen reactive atmosphere. *Applied Surface Science*, 1997, 109/110:371~375
- 8 S. Muhl, J. A. Zapien, J. M. Mendez *et al.*. Aluminum nitride films prepared by reactive magnetron sputtering. *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 1997, 30(15):2147~2155
- 9 Yang Pingxiong, Zheng Lirong, Wang Lianwei *et al.*. SBT ferroelectric thin films prepared by pulsed excimer laser deposition. *Chinese J. Lasers (中国激光)*, 1997, A24(5):397~400 (in Chinese)

Investigation of AlN Thin Films Prepared by Pulsed Excimer Laser Deposition

Huang Jipo Wang Lianwei Gao Jianxia Lin Chenglu

(State Key Laboratory of Functional Materials for Informatics, Shanghai Institute of Metallurgy,
The Chinese Academy of Sciences, Shanghai 200050)

Zhou Yanping

(Shanghai Institute of Ceramics, The Chinese Academy of Sciences, Shanghai 200050)

Abstract The (101) oriented AlN thin films have been successfully grown on Si(111) substrates by pulsed excimer laser deposition combined with following annealing. XRD, SRP, FTIR and AFM are employed to characterize the AlN films. Results indicate that the AlN films have fine grains with size of 200 nm and perfect dielectric property with the spreading resistance of above $10^8 \Omega$.

Key words aluminum nitride, pulsed laser deposition (PLD), dielectric property

钛宝石激光器泵浦 Yb:硼酸盐玻璃首次 实现 1.053 μm 激光输出

Yb^{3+} :激光材料能级简单,能量储量高,荧光寿命长,它的吸收波长范围能与 InGaAs 二极管的泵浦波长(900~1100 nm)有效耦合,在半导体列阵泵浦的高功率激光装置上具有很大发展潜力。另外它有较宽吸收和荧光光谱区,可作为飞秒级超短脉冲激光和可调谐激光的工作物质。目前国外已有用 LD 泵浦掺镱磷酸盐和硅酸盐获得飞秒级超短脉冲激光输出的报道。但到目前为止国外仅在掺镱磷酸盐、氟磷酸盐和硅酸盐玻璃中获得激光输出,在掺镱硼酸盐玻璃中尚无激光输出的报道。

我们最近进行了用钛宝石激光器泵浦 Yb:硼酸盐玻璃实验,并首次在这一玻璃系统中实现了激光输出。实验所用的 Yb 玻璃片厚度 1 mm, Yb_2O_3 掺杂浓度为 13.75 wt-%。用氩离子泵浦钛宝石激光器作为泵浦源,泵浦光波长为 940 nm,功率为 0.8 W,采用轴向泵浦方式,泵浦光经透镜后聚焦在玻璃薄片上。玻璃薄片作为激光共振腔的反射镜,膜直接镀在玻璃表面。输入端反射膜对 940 nm 泵浦光高透,在 1030nm 高反射。输出端反射膜在 940~1060 nm 范围全反射。样品贴在水冷铜片表面。经测定获得的激光波长为 1.053 μm ,线宽为 3.64 nm,激光阈值为 10 kW/cm²。由于输出耦合率几乎为零,光路也未调到最好,只测得 8 mW 激光输出。输出激光为准连续。斜效率有待腔结构和冷却系统改进后进一步测定。

此课题得到中国科学院上海光机所所长基金和国家高技术 863-416 激光青年基金(98-14)资助。

中国科学院上海光机所

胡丽丽 黄国松 戴世勋 姜中宏 程瑞华

收稿日期:1999-07-13;收到修改稿日期:1999-07-22