

文章编号:1004-4213(2011)01-0009-4

# 直流磁控溅射制备 AlN 薄膜的结构和表面粗糙度\*

邹文祥, 赖珍荃, 刘文兴

(南昌大学 物理系, 南昌 330031)

**摘 要:**采用直流磁控反应溅射法,在 Si(111) 基底上成功制备了多晶六方相 AlN 薄膜.研究了溅射过程中溅射气压对薄膜结构和表面粗糙度的影响.结果表明:当溅射气压低于 0.6 Pa 时,薄膜为非晶态,在傅里叶变换红外光谱中,没有明显的吸收峰;当溅射气压不低于 0.6 Pa 时,薄膜的 X 射线衍射图中均出现了六方相的 AlN(100)、(110)和弱的(002)衍射峰,说明所制备的 AlN 薄膜为多晶态,在傅里叶变换红外光谱中,在波数为  $677\text{ cm}^{-1}$  处有明显的吸收峰;随着溅射气压的增大,薄膜表面粗糙度先减小后增大,而薄膜的沉积速率先增大后减少,且沉积速率较大有利于减小薄膜的表面粗糙度;在溅射气压为 0.6 Pa 时,薄膜具有最小的表面粗糙度和最大的沉积速率.

**关键词:**AlN 薄膜;溅射气压;结构;表面粗糙度

**中图分类号:**TB3

**文献标识码:**A

**doi:**10.3788/gzxb20114001.0009

## 0 引言

高质量的氮化铝薄膜正成为半导体材料产业中的一种多功能材料.氮化铝(AlN)是一种性能优良的宽能隙直接带隙结构 III-V 族化合物半导体材料.其具有很多优异的物理化学性质,如高击穿场强(10 kV/m)、高热导率[3.2 W/(cm·K)]、高电阻率、高化学和热稳定性<sup>[1-2]</sup>以及良好的光学及力学性能<sup>[3]</sup>,高质量的氮化铝还具有极高的声传输速率、较小的声波损耗、大压电耦合常数、与 Si 及 GaAs 相近的热膨胀系数等特点.氮化铝独特的性质使它在机械、微电子、光学、电子元器件以及声表面波(Surface Acoustic Wave, SAW)器件制造和宽带通信等领域有着广阔的应用前景<sup>[4]</sup>.

AlN 薄膜应用于 SAW 器件中,其结构和表面粗糙度对器件质量的影响非常大,要求其结构必须具有多晶择优取向,组成均匀,表面粗糙度小<sup>[5-6]</sup>.因此,对 AlN 薄膜的结构和表面粗糙度的研究就显得尤为重要.目前对 AlN 薄膜的实验研究报道已有不少<sup>[7-15]</sup>,但是对其结构和粗糙度方面的实验研究的报道并不多<sup>[13-15]</sup>.

薄膜结晶状况和表面粗糙度大小依赖于薄膜的制备,高质量的薄膜有利于器件应用的发展.常用制备氮化铝薄膜的方法有化学气相沉积(Cheical Vapor Deposition, CVD)<sup>[9]</sup>,反应溅射<sup>[1]</sup>,分子束外

延<sup>[7]</sup>,脉冲激光沉积(Pulsed Laser Deposition, PLD)<sup>[14]</sup>等.近年来,反应磁控溅射方法由于低成本且要求相对较低的生长温度而备受关注,已广泛应用于大面积沉积各种半导体材料,如 SiC 和 AlN.在沉积 AlN 薄膜时,溅射气压是重要的参量,它不仅可控制薄膜沉积速度,而且对薄膜的质量有很大影响.本文采用直流磁控反应溅射制备 AlN 薄膜,研究溅射气压对薄膜结构、表面粗糙度及沉积速率的影响,以探索溅射气压在整个制膜过程中的重要作用.

## 1 实验

### 1.1 AlN 薄膜的制备

利用 CKJ-500D 多靶磁控溅射镀膜设备,直接在 Si(111)基底上沉积 AlN 薄膜,以  $\phi 100\text{ mm}$  的金属 Al 为靶材,以氩气为工作气体,氮气为反应气体,靶材和气体的纯度均为 99.999%.腔体的本底真空度  $5.0 \times 10^{-4}\text{ Pa}$ ,溅射镀膜过程中氩气和氮气流量比为 1:3,基底温度为  $360\text{ }^\circ\text{C}$ ,溅射电流为 0.40 A,溅射时间为 180 min,溅射气压 0.5~1.0 Pa.

先将 Si 基底分别用 HF 酸、丙酮、酒精和去离子水在超声波中各清洗 10 min;将清洗好的基底试件放入溅射室,用机械泵和分子泵将腔体的本底真空度抽到  $5.0 \times 10^{-4}\text{ Pa}$ ;将基底温度加热到  $360\text{ }^\circ\text{C}$ ,溅射电流为 0.40 A;然后通入 Ar 气和  $\text{N}_2$  气(流量比 1:3);打开溅射靶对应电源,起辉后预溅射

基金项目:国家自然科学基金重点项目(No. 50730007)和中国科学院红外物理国家重点实验室开放基金(No. 201005)资助

第一作者:邹文祥(1985-),男,硕士研究生,主要研究方向为光电功能材料制备及其性能.

导师:赖珍荃(1963-),男,教授,主要研究方向为光电功能材料. Email: zqlai@ncu.edu.cn

收稿日期:2010-07-07;修回日期:2010-08-20

10 min, 打开挡板, 开始溅射基底试样, 所有试样都溅射 180 min; 到达溅射时间后断开电源, 待溅射室温度降至室温时把制备好的薄膜试样取出。

## 1.2 测试方法

采用英国 Bede-D1 型 X 射线衍射仪 (X-ray Diffraction, XRD) 来表征 AlN 薄膜结构. NICOLET380 傅里叶变换红外光谱仪 (Fourier Transformation Infrared Spectra, FTIR) 测量薄膜红外吸收光谱. DEKTAK 6M 台阶仪测量薄膜厚度, 以计算薄膜的沉积速率. AJ-III 型原子力显微镜 (Atomic Force Microscopy, AFM) 对薄膜的表面形貌、表面粗糙度进行分析。

## 2 结果与讨论

### 2.1 溅射气压对 AlN 薄膜结构的影响

图 1 为 AlN 薄膜的结晶状况与溅射气压的关系图. 当溅射气压为 0.5 Pa 时, AlN 薄膜的 XRD 图上没有明显的 AlN 衍射峰, 说明在此气压下 AlN 薄膜呈非晶态. 当溅射气压不低于 0.6 Pa 时, 薄膜的 XRD 图中均出现六方相的 AlN(100)、AlN(110) 和很弱的 AlN(002) 衍射峰, 说明所制备的 AlN 薄膜为多晶态, 且无明显择优取向; 随着溅射气压的增大, AlN(100) 和 AlN(110) 衍射峰强度逐渐减小, 半高峰宽逐渐增大. 这是由于工作气压继续增大, 增加了溅射原子与 Ar+N<sub>2</sub> 气原子碰撞几率, 减小了溅射原子的平均动能, 这使得薄膜的结晶性变差,

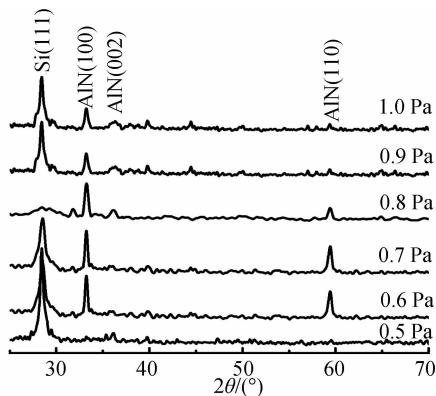
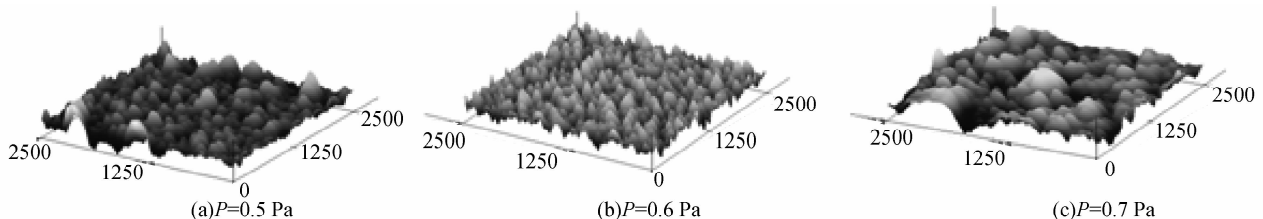


图 1 AlN 薄膜随溅射气压变化的 XRD 图  
Fig. 1 The XRD of AlN thin films with the change of the sputtering pressure



所以图中薄膜衍射峰强度逐渐变弱了. 本组实验结果与 Figueroa<sup>[10]</sup> 等人的实验结果接近. 可见在氩气和氮气流量比为 1:3, 基底温度为 360 °C, 溅射电流为 0.40 A 的情况下, 溅射气压应不低于 0.6 Pa 且不应过大时, AlN 薄膜的结晶性较好。

### 2.2 AlN 薄膜的红外光谱分析

傅里叶变换红外光谱 (FTIR) 可以反映薄膜的晶格振动状态。

图 2 为不同溅射气压为下 Si(111) 基底上制备的 AlN 薄膜在 (500~2 900 cm<sup>-1</sup>) 红外波段的透射谱, 图中已扣除了 Si 片的本底. 从图中可以看出, 0.5 Pa 时, 在红外波段没有明显的吸收峰, 说明此时薄膜中没有 Al-N 的形成, 这与薄膜的 XRD 结果相吻合. 而当气压达到 0.6 Pa 时, 在 677 cm<sup>-1</sup> 处有强烈的吸收峰, 这是由于入射光与光学横模的耦合导致了光被强烈吸收, 不能透过薄膜, 这与文献[11]对 AlN 薄膜的研究结果一致, 可以判断所制备薄膜的确为 AlN 薄膜

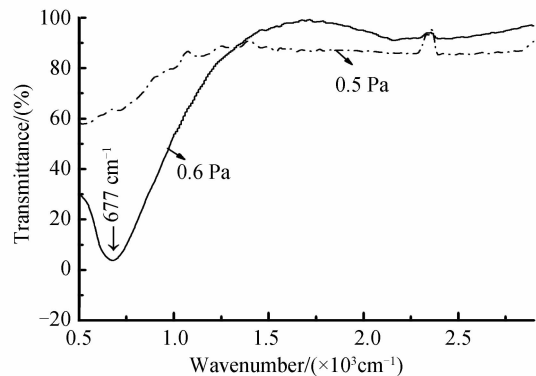


图 2 不同溅射气压下 AlN 薄膜的 FTIR 曲线  
Fig. 2 FTIR curve of the AlN thin films with different sputtering pressure

### 2.3 溅射气压对 AlN 薄膜的表面粗糙度的影响

AlN 薄膜应用于 SAW 器件中, 由于 SAW 仅在表面传播, 全部的能量几乎只在从表面向内部一个波长之内, 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<sup>[6]</sup>. 如图 3 为不同溅射气压制备 AlN 薄膜 AFM 三维视图, 扫描范围为 2 500 nm. 由 AFM 的离线软件可分别得到扫描区域内最大高度  $h$ 、表面

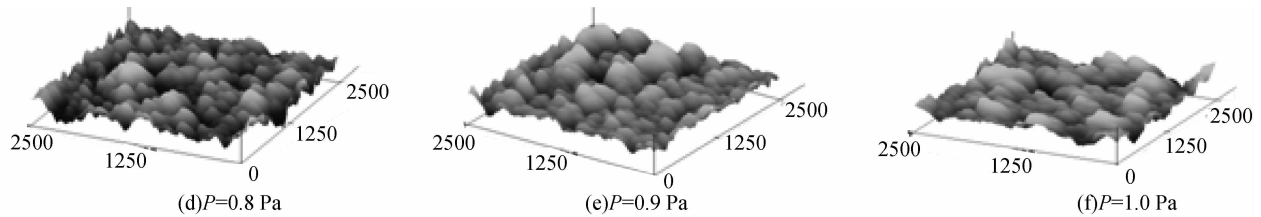


图 3 不同溅射气压制备 AlN 薄膜的 AFM 形貌

Fig. 3 The AFM morphologies of AlN thin films at different sputtering pressure

表 1 不同溅射气压下 AlN 薄膜的表面粗糙度、平均粒径和扫描区域内最大高度

Table 1 The surface roughness, average grain diameter and maximal height of scanning area of AlN thin films at different sputtering pressure

Sputtering pressure/Pa	RMS/nm	$d$ /nm	$h$ /nm
0.5	4.2	104.8	22.0
0.6	3.2	64.1	16.6
0.7	8.7	92.9	29.9
0.8	9.1	103.1	30.6
0.9	9.4	136.0	36.8
1.0	12.2	148.4	40.8

粗糙度 RMS、平均粒径  $d$ ，相应数据如表 1。从图 3 和表 1 可以发现，随着溅射气压的增大，AlN 薄膜表面形貌发生了明显的变化。当溅射气压为 0.5 Pa 时，AlN 薄膜表面起伏较大(22 nm)；当溅射气压增大到 0.6 Pa 时，薄膜表面起伏减小，表面光滑，表面粗糙度最小(3.2 nm)；随着溅射气压继续增大，表面由致密结构向多孔结构转变，起伏和粗糙度都逐渐增大，最大起伏和粗糙度分别可达 40.8 和 12.2 nm，薄膜平均粒径也逐渐增大，颗粒变得不均匀，大的颗粒由数个直径不一的小颗粒组成。其原因是在沉积 AlN 薄膜的过程中，溅射气压较大时，溅射原子(Al 原子)与气体粒子的碰撞几率增加，Al 原子能量在碰撞过程中有所损失，原子的扩散减少，促进了膜层的岛状生长，有颗粒团聚的现象，所以表面的粗糙度变大；同时溅射气压较大时，薄膜的孔隙度增大<sup>[12]</sup>；此外薄膜的吸附气体增多，缺陷增大，结晶状况也随之变差。这与图 1 薄膜的 XRD 结果相吻合，当薄膜结晶性较好时，薄膜表面光滑，粗糙度较小；当薄膜结晶性变差，对应的表面粗糙度变大。

#### 2.4 薄膜的沉积速率和表面粗糙度与溅射气压的关系

图 4 为 AlN 薄膜的沉积速率和表面粗糙度与溅射气压的关系图。从图中可以看出：随着溅射气压增大，薄膜单位时间的沉积速率先增大后减小，而薄膜表面粗糙度先减小后增大。在沉积速率较大时，薄膜的表面粗糙度较小；在溅射速率很小时薄膜的表面粗糙度较大；在溅射气压为 0.6 Pa 时，薄膜的沉

积速率最大，而对应的表面粗糙度最小(3.2 nm)。由此可见，在沉积 AlN 薄膜时，薄膜表面粗糙度很大程度上取决于薄膜的沉积速率，薄膜沉积速率较大有利于减小薄膜表面粗糙度。

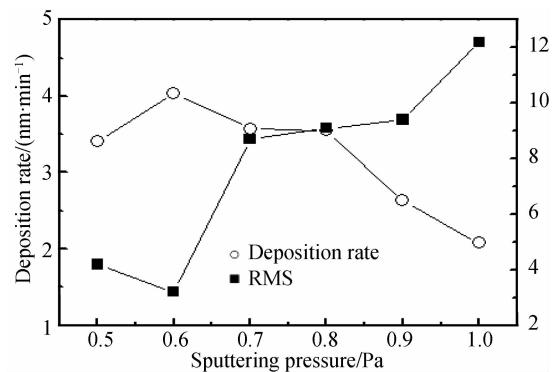


图 4 溅射气压对薄膜沉积速率和表面粗糙度的影响

Fig. 4 The influence of the sputtering pressure on the deposition rate and RMS of thin films

### 3 结论

采用直流反应磁控溅射法成功制备了 AlN 薄膜，研究了溅射气压对薄膜的结构、表面粗糙度的影响，研究发现：溅射气压较低时制备的 AlN 薄膜为非晶态薄膜，随着气压的增大，AlN 薄膜均出现了六方相的 AlN(100)、(110)和弱的(002)衍射峰；当薄膜结晶性较好时，薄膜表面光滑，表面粗糙度较小；随着薄膜结晶性变差，对应的薄膜表面粗糙度变大；在溅射气压为 0.6 Pa 时，薄膜的结晶性最好，表面粗糙度最小，薄膜的沉积速率最大；在沉积 AlN 薄膜时，沉积速率较大有利于减小薄膜的表面粗糙度。

#### 参考文献

- [1] JOO H Y, KIM H J, KIM S J, *et al.* The optical and structural properties of AlN thin films characterized by spectroscopic ellipsometry[J]. *Thin Solid Films*, 2000, **368**(1): 67-73.
  - [2] LÜ Hui-min, CHEN Guang-de, YE Hong-gang, *et al.* Photoluminescence of hexagonal AlN nanowire with native defect and oxygen impurity[J]. *Acta Photonica Sinica*, 2008, **37**(8): 1599-1602.
  - [3] QIAO Bao-wei, LIU Zheng-tang, LI Yang-ping. Effect of technical parameters on deposition rate of AlN films prepared by magnetron reactive sputtering[J]. *Journal of Northwestern Polytechnical University*, 2004, **22**(2): 260-263.
- 乔保卫,刘正堂,李阳平. 工艺参量对磁控反应溅射 AlN 薄膜沉积速率的影响[J]. 西北工业大学学报, 2004, **22**(2): 260-

- 263.
- [4] JACQUOT A, LENIOR B, DAUSCHER A, *et al.* Optical and thermal characterization of AlN thin films deposited by pulsed laser deposition[J]. *Appl Surf Sci*, 2002, **186**(1-4):507-512.
- [5] LIUFU D, KAO K C. Piezoelectric, dielectric, and interfacial properties of aluminum nitride films[J]. *Vac Sci Technol A*, 1998, **16**(4):2360-2366.
- [6] XU X H, WU H S, ZHANG C J, *et al.* Morphological properties of AlN piezoelectric thin films deposited by DC reactive magnetron sputtering [J]. *Thin Solid Films*, 2001, **388**(1-2):62-67.
- [7] YAN Guo-jin, CHEN Gauang-de, QIU Fu-sheng, *et al.* The optical properties of AlN thin film[J]. *Acta Photonica Sinica*, 2006, **35**(2):221-223.  
颜国君, 陈光德, 邱复生, 等. 氮化铝薄膜的光学性能[J]. 光子学报, 2006, **35**(2):221-223.
- [8] LÜ Hui-min, CHEN Guang-de, YE Hong-gang, *et al.* Synthesis and violet luminescence mechanism of hexagonal monocrystal aluminum nitride films[J]. *Acta Photonica Sinica*, 2007, **36**(9):1687-1690.  
吕惠民, 陈光德, 耶红刚, 等. 六方单晶氮化铝的合成与紫外发光机理[J]. 光子学报, 2007, **36**(9):1687-1690.
- [9] MORTET V, ELMAZRIA O, NESLADEK M, *et al.* Surface acoustic wave propagation in aluminum nitride-unpolished freestanding diamond structures[J]. *Appl Phys Lett*, 2002, **81**(9):1720-1722.
- [10] FIGUEROA U, SALAS O, OSEGUERA J. Deposition of AlN on Al substrates by reactive magnetron sputtering[J]. *Surf Coat Tech*, 2005, **200**(5-6):1768-1776.
- [11] PROKOFYEVA T, SEON M, VANBUSKIRK J, *et al.* Vibrational properties of AlN grown on (111)-oriented silicon [J]. *Phys Rev B*, 2001, **63**(125313):1-7.
- [12] LEE H C, KIM G H, LEE KY, *et al.* Influence of sputtering pressure on the microstructure evolution of AlN thin films prepared by reactive sputtering[J]. *Thin Solid Films*, 1995, **261**(1-2):148-153.
- [13] HUANG Rong-dong, DONG Chuang, GONG Jun, *et al.* Effect of bias on AlN thin films by cathodic arc ion plating[J]. *Chinese Journal of Materials Research*, 2001, **15**(6):675-680.  
黄美东, 董闯, 宫骏, 等. 偏压对阴极电弧离子镀 AlN 薄膜的影响[J]. 材料研究学报, 2001, **15**(6):675-680.
- [14] SHUKLA G, KHARE A. Dependence of N<sub>2</sub> pressure on the crystal structure and surface quality of AlN thin films deposited via pulsed laser deposition technique at room temperature[J]. *Appl Surf Sci*, 2008, **255**(5):2057-2062.
- [15] PIGEAT P, MISKA P, BOUGDIRA J, *et al.* Surface roughness of AlN films deposited on negatively biased silicon and diamond substrates[J]. *Diamond and Related Materials*, 2009, **18**(11):1393-1400.

## Structure and Surface Roughness of AlN Thin Films Grown Processing by Direct Current Magnetron Sputtering

ZOU Wen-xiang, LAI Zhen-quan, LIU Wen-xing

(Department of Physics, Nanchang University, Nanchang 330031, China)

**Abstract:** Polycrystalline hexagonal AlN thin films were prepared by DC magnetron reactive sputtering on Si(111) substrates. The influences of sputtering pressure on structure and surface roughness of the AlN thin films were investigated. The results show that: when the sputtering pressure is less than 0.6 Pa, the AlN thin films are amorphous and there is no obvious absorption in the Fourier transformation infrared spectra; when the sputtering pressure is no less than 0.6 Pa, the thin films are polycrystalline structure with the hexagonal phase (100), (110) and weak (002) peaks and an intense absorption exists at  $677\text{ cm}^{-1}$  of wavenumber in the Fourier transformation infrared spectra; when the sputtering pressure increases, the surface roughness of the thin films decreases firstly then increases, while the deposition rate increases firstly then decreases, and the higher deposition rate can help to reduce the surface roughness of thin films; it has the minimum surface roughness and the maximum deposition rate when the sputtering pressure is 0.6 Pa.

**Key words:** AlN thin films; Sputtering pressure; Structure; Surface roughness