

衬底温度对 ScAlN 薄膜结构及电阻率的影响

杨健苍, 孟祥钦, 付伍君, 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,利用 ScAl 合金靶(含 Sc 质量分数 10%)制备了一系列不同衬底温度的 Sc 掺杂 AlN(ScAlN)薄膜。利用 X 线衍射仪、原子力显微镜和铁电测试仪的电流-电压(I - V)模块研究了衬底温度对薄膜微观结构、表面形貌及电阻率的影响。结果表明,随着衬底温度升高,薄膜的(002)择优取向愈发明显,在 650 °C 时达到最佳;薄膜的表面粗糙度随着衬底温度的升高而减小,在 650 °C、700 °C 时分别达到 3.064 nm 和 2.804 nm,但当温度达到 700 °C 时,薄膜表面局部开裂,因此,650 °C 为获得最佳结晶质量薄膜的适当温度。ScAlN 薄膜电阻率随制备时衬底温度呈先增大后减小的趋势。

关键词:ScAlN 薄膜;磁控溅射;微观结构;表面形貌;电阻率

中图分类号:TN65;TM135

文献标识码:A

Influence of Substrate Temperature on Crystal Structure and Resistivity of ScAlN Thin Film

YANG Jiancang, MENG Xiangqin, FU Wujun, YANG Chengtao

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

Abstract: The scandium-doped Aluminum nitride alloy (ScAlN) thin films were prepared using DC reactive magnetron sputtering method with a scandium aluminum alloy target on n-type silicon substrates at different substrate temperatures. The influence of substrate temperature on the crystalline structure, the surface morphology and the resistivity of ScAlN thin films was investigated by XRD, AFM and a standard I - V module of the ferroelectric test system. It was statistically proved that the (002) oriented peak intensity of ScAlN thin film first increased and then decreased, reaching the best crystalline state at 650 °C. The RMS value of films decreased with the temperature increasing, reaching 3.064 nm and 2.804 nm respectively at 650 °C and 700 °C. The film surface was cracked locally when temperature was up to 700 °C. So, 650 °C was regarded as the most proper temperature. The resistivity of ScAlN film first increased and then decreased with the temperature increasing.

Key words:ScAlN thin film; magnetron sputtering; crystalline structure; surface morphology; resistivity

0 引言

AlN 压电薄膜具有高声波波速(沿 c 轴声速达 10.4 km/s),低介质损耗(1 GHz 衰减仅 800 dB/m),高热导率(3.2 W/(cm·K)),优异的化学及温度稳定性,可与 CMOS 工艺兼容等优点,因此 AlN 成为制备高频、高功率及高集成化声表面波(SAW)、体声波(BAW)器件的理想材料^[1-3]。与压电薄膜材料 PZT 和 ZnO 相比,AlN 薄膜的机电耦合系数偏低($k_{\text{t}}^2(\text{AlN}) = 6.5\%$, $k_{\text{t}}^2(\text{PZT}) = 10\% \sim 20\%$,

$k_{\text{t}}^2(\text{ZnO}) = 7.5\%$),这限制了 AlN 薄膜的应用,因此,如何提升 AlN 薄膜的压电性能成为研究热点^[4]。M. Akiyama 等^[5-6]率先利用 Al、Sc 双靶材共溅射法制备了掺钪氮化铝薄膜($\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$),发现掺入 Sc 元素可提升 AlN 薄膜的压电性能,且当 Sc 的摩尔分数达 43%时,薄膜压电系数 d_{33} 达 27.6 pC/N,相比于未掺杂 AlN 薄膜($d_{33} = 5.5$ pC/N),压电性能提高了 400%。Matloub, Wingqvist, Zukauskaitė 等^[7-8]的研究也证明 Sc 元素的掺入对 AlN 薄

收稿日期:2013-03-28

基金项目:中央高校基本科研业务费专项资金资助项目

作者简介:杨健苍(1990-),男,江苏徐州人,硕士生,主要从事压电薄膜及器件的研究。

膜的压电性能有很大改善。而对于磁控溅射工艺参数对掺铈氮化铝(ScAlN)结晶质量及电阻率影响的研究报道较少,国内对于 ScAlN 薄膜的基础研究很少。衬底温度是磁控溅射制备薄膜的一个重要影响因素,其对薄膜的结构取向、表面形貌及电学性能均有着不可忽视的影响。本文选取了 6 组不同的衬底温度,分别制备出 ScAlN 样品,并进行测试分析,对衬底温度对于 ScAlN 压电薄膜微观结构、表面形貌及电阻率的影响进行了系统研究。

1 实验

1.1 ScAlN 薄膜样品的制备

1) 采用单晶 Si(111)作为衬底,实验前,对 Si 衬底进行清洁处理,其目的是为薄膜生长提供具有原子量级洁净的衬底表面。将 Si 衬底分别用丙酮、无水乙醇和去离子水依次超声清洗 10 min,再用高纯氮气吹干待用。

2) 部分 Si 衬底采用日本 ULVAC MPS-5000 磁控溅射系统喷 Pt 2000S,形成导电层,作为电阻率测试时的底电极。

3) 采用腾工米尼公司生产的单靶磁控溅射系统制备 ScAlN 薄膜,靶材为直径 $\varnothing 110$ mm、厚 4 mm 的圆形 ScAl 合金靶(Sc 质量分数为 10%)。将处理好的 Si 衬底送入腔室,抽真空达到 5×10^{-4} Pa 以上,靶基距为 6.5 cm,溅射时间为 90 min。具体工艺参数如表 1 所示。

表 1 ScAlN 薄膜的制备工艺参数

衬底温度/℃	400, 500, 550, 600, 650, 700
溅射功率/W	110
氮氩比例	3.3 : 7.0
溅射气压/Pa	0.5

1.2 ScAlN 薄膜的测试

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-300HV 型原子力显微镜分析薄膜的表面形貌;采用美国 Radiant 公司生产的 Precision LC 2000 型铁电测试仪的电流-电压(I-V)模块测量薄膜的电阻率。

2 实验结果及讨论

2.1 ScAlN 薄膜的结晶取向分析

图 1 为不同衬底温度下制备的 ScAlN 薄膜的 XRD 图。由图 1(a)可见,随着衬底温度的升高,ScAlN 薄膜的(002)择优取向愈发显著,在 650 ℃

时达到最佳;当温度继续升高至 700 ℃ 时,ScAlN 的(002)择优取向呈减弱趋势。

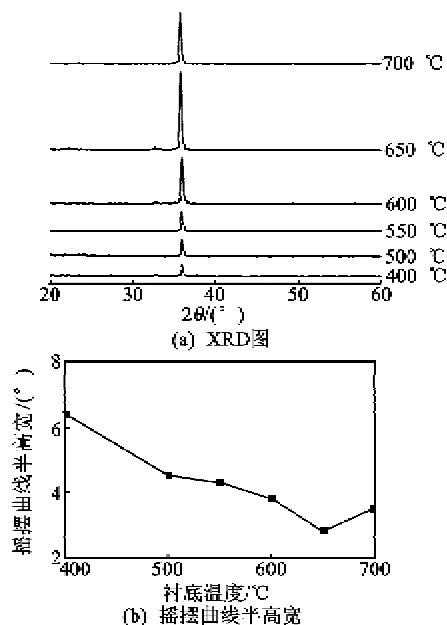


图 1 不同衬底温度下,ScAlN 薄膜的 XRD 图和摇摆曲线半高宽

这是因为在 ScAlN 薄膜中,Sc 的含量较低,因此 ScAlN 的结晶取向与 AlN 基本保持一致。而对于 AlN 晶胞而言,Al—N 化学键含有两种不同的键和方式,一种是由 Al 的半满轨道和 N 的半满轨道形成,记为 B_1 键;另一种是由 Al 的空轨道与 N 的满轨道形成,记为 B_2 键。形成 B_2 键所需能量要大于形成 B_1 键的能量,而 AlN 的(002)晶面由高能的 B_2 键构成,即当 Al、Sc 溅射粒子具有高能量时,更有利于(002)晶面的生长^[9-10]。

当衬底温度较低时,粒子从衬底获得的能量较少,因此其(002)取向峰较弱;随着衬底温度的升高,粒子从衬底获得的能量增多,满足薄膜沿(002)取向生长所需的能量,有利于薄膜沿(002)取向择优生长,特别是当衬底温度为 650 ℃ 时,薄膜的(002)取向结晶达到最佳状态;当温度继续增加,达到 700 ℃ 时,部分形成的 B_2 键断裂,导致(002)峰强减弱。

2.2 ScAlN 薄膜的表面形貌分析

当压电薄膜应用于 SAW 器件中时,其结构和表面粗糙度对器件质量影响大。因 SAW 仅在表面传播,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 无法通过。一般要求薄膜表面粗糙度小于 30 nm^[11-12]。

图 2 为不同衬底温度下 ScAlN 薄膜的 AFM

图。图3为ScAlN薄膜的表面粗糙度随衬底温度的变化曲线。由图2、3可见,不同衬底温度下制备的ScAlN薄膜表面形貌差异较大。当温度较小(400℃)时,薄膜晶粒细小,表面粗糙度大;随着衬底温度的升高,薄膜晶粒逐渐长大,晶粒变得均匀致密,表面粗糙度减小;当衬底温度为700℃时,尽管其表面粗糙度最低,但薄膜局部出现开裂脱落现象。

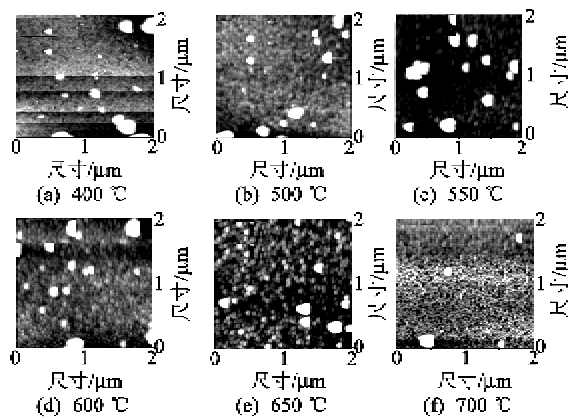


图2 不同衬底温度ScAlN薄膜的AFM图

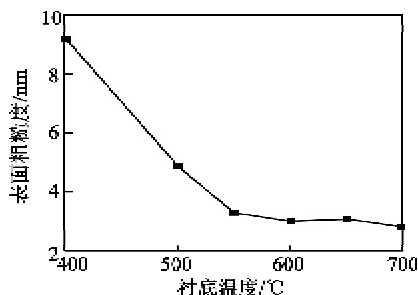


图3 ScAlN薄膜的表面粗糙度随衬底温度变化曲线图

这种规律出现的主要原因是:由异质成核理论所需满足的扩散条件^[18]可知,吸附在衬底上的粒子仅在一定温度范围内才能迁移到其成核位置。当衬底温度较低时,粒子在衬底所获得的能量低,迁移能力弱,无法到达成核位置,导致薄膜的缺陷较多,结晶性变差,表面粗糙度大;随着衬底温度的升高,薄膜内原子的扩散能力得以提高,从而可消除一些沉积时形成的缺陷,改善晶体质量,表面粗糙度变小。由于衬底温度除可改善晶体质量外,同时会导致薄膜产生热应力,当温度升至700℃时,薄膜内过大的热应力导致膜层开裂。因此,650℃应为最佳的薄膜制备衬底温度。

2.3 ScAlN薄膜的电阻率分析

电阻率是衡量压电薄膜性能的重要指标。电阻率越高,则压电薄膜的介质损耗和弛豫频率越低,有利于降低压电器件的插入损耗^[14]。图4为ScAlN

薄膜电阻率与衬底温度的关系。薄膜电阻率随衬底温度的升高而增大。这是因为,随着衬底温度的升高,薄膜结晶质量变高,致密均匀,缺陷变少,电阻率变大。

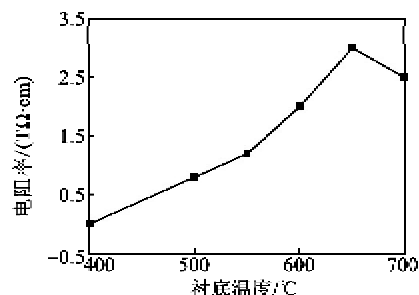


图4 ScAlN薄膜电阻率与衬底温度关系曲线图

3 结束语

借助ScAl合金靶(含Sc质量分数为10%),采用直流反应磁控溅射制备出了ScAlN薄膜。适当的衬底温度是获得具有优良结晶质量ScAlN薄膜的关键。随着衬底温度升高,薄膜的(002)择优取向愈发明显,在650℃时达到最佳;薄膜的表面粗糙度随着衬底温度的升高而减小,在650℃、700℃时分别达到3.064 nm和2.804 nm,但当温度达到700℃时,薄膜表面局部开裂,这是由于高温产生了过大的热应力,因此,650℃为获得最佳结晶质量薄膜的适当温度。Sc元素的掺入也提高了薄膜的电阻率,且电阻率随制备时衬底温度呈先增大后减小的趋势,这有利于降低声表器件的插入损耗。

参考文献:

- [1] MORTET V, VASIN A, TOUAN P Y, et al. Aluminum nitride films deposition by reactive triode sputtering for surface acoustic wave devices applications[J]. Surface and Coatings Technology, 2003, 176(1): 88-92.
- [2] ASSOUAR M B, ELMAZRIA O, BRIZOUAL L, et al. Reactive DC magnetron sputtering of aluminum nitride films for surface acoustic devices[J]. Diamond and Related Materials, 2002, 11(3/6): 413-417.
- [3] MATLOUB R, ARTIEDA A, SANDU C, et al. Electromechanical properties of $\text{Al}_{0.9}\text{Sc}_{0.1}\text{N}$ thin films evaluated at 2.5 GHz film bulk acoustic resonators[J]. Applied Physics Letters, 2011, 99: 092903.
- [4] PIAZZA G, FELMETSGER V, MURALT P, et al. Piezoelectric aluminum nitride thin films for microelectromechanical systems[J]. MRS BULLETIN, 2012, 37: 1051-1061.

(下转第914页)