

硅基 AlN 薄膜制备技术与测试分析*

于 毅 任天令 刘理天

(清华大学微电子学研究所, 北京 100084)

摘要: 采用直流磁控反应溅射法,在 Si(100)、Al/Si(100)和 Pt/Ti/Si(100)等多种衬底上制备了用于 MEMS 器件的 AlN 薄膜.用 XRD 和 AES 对薄膜的结构和组分进行了分析,通过优化工艺参数,得到了提高薄膜择优取向的方法,并分析了不同衬底上 AlN 晶粒生长的有关机理.制备的 AlN 薄膜显示出良好的 002 择优取向性,摇摆曲线的半高宽达到 5.6° .

关键词: AlN 薄膜; 直流磁控反应溅射; 择优取向; 半高宽

PACC: 6150J; 7755; 8115C

中图分类号: TN405

文献标识码: A

文章编号: 0253-4177(2005)01-0042-04

1 引言

AlN 作为一种重要的压电材料,具有很高的声波传播速度,其薄膜材料是制作 RF MEMS 器件的一种优选材料.本文主要研究如何制备可应用于 RF MEMS 体声波(BAW)滤波器的 AlN 薄膜,同时该研究对于制作其他 MEMS 器件也有重要意义.体声波滤波器主要利用声波在压电薄膜中传播时所产生的压电和逆压电效应产生谐振,来实现滤波.一般为电极-压电薄膜-电极的三明治结构,提高其性能的关键在于选择合适的压电薄膜和衬底电极材料,并优化薄膜制备工艺,使材料的品质得到最大发挥.

用于体声波滤波器的压电材料有 AlN, PZT 和 ZnO 等. PZT 具有高机电耦合能力 ($K^2 > 25\%$), 具有优于其他材料的压电性能.但其存在高频电容耦合和热处理温度高等问题.同时,如何精确控制其成分仍是一个难题.而 AlN 和 ZnO 均能在较低的温度下制备,组成成分较少,能较好控制薄膜性能.对于 ZnO 来说,尽管广泛应用于 MEMS 器件,但其制备与 CMOS 工艺不兼容, Zn 的引入会减小硅中少数载流子的寿命. AlN 作为一种替代 ZnO 和 PZT 的压电材料,显示出其特有的优势. AlN 具有所有已知压电材

料中最高的声波波速,能提高滤波器工作的中心频率;而且, AlN 的低温制备技术可以得到化学性质稳定的薄膜,其机电耦合系数接近 ZnO.此外, AlN 的制备和刻蚀过程均与 CMOS 工艺兼容,这对于将 MEMS 器件和 IC 电路集成在同一芯片上十分重要^[1].

AlN 晶体中声波的传播速度沿 002 方向最快,因此其体声波滤波器应用,要求薄膜以 c 轴垂直于基片的 002 取向为主,具有多晶择优取向性.当薄膜沿 002 方向垂直衬底表面生长,各个晶粒的 c 轴彼此平行时,得到的耦合因子可高达块状单晶体的 90%.可见对 AlN 薄膜 002 晶面择优取向的研究有重要的意义.

近年来,人们通过物理和化学的淀积方法^[2-4],在不同的衬底材料上得到了 AlN 薄膜,其中溅射是最常用的制备方法之一.国际上已采用此法制备了性能较好的 AlN 薄膜^[1],但溅射参数的变化对薄膜的质量及取向的影响并没有统一的定论,同时和溅射设备自身的状况也有较大关系.

本文采用直流磁控反应溅射法来制备 AlN 薄膜,通过优化溅射的工艺参数,分别研究了氧含量和衬底对 002 择优取向 AlN 薄膜质量的影响,讨论了其作用机理,并对薄膜的相结构和成分进行了分析.

*国家重点基础研究发展规划(批准号:G1999033105),国家高技术研究发展计划(批准号:2002AA404500)资助项目

于 毅 男,1979 年出生,硕士研究生,主要从事硅基 RF-MEMS 器件研究.

2003-11-27 收到,2004-03-30 定稿

2 实验

制备 AlN 薄膜的过程中,溅射靶采用高纯 Al (99.999 %),高纯 N₂ (99.995 %) 作为反应气体和溅射气体通入溅射腔内,两者反应后在衬底上形成 AlN 薄膜.

实验的溅射设备为 PERKIN-ELMER 4400 溅射系统,其本底真空度约为 5.3×10^{-5} Pa. 溅射使用的高纯铝靶直径为 200mm. 实验中选择溅射功率范围为 1.19 ~ 2.5kW,溅射时 N₂ 气压为 0.2 ~ 0.8Pa,靶和衬底的间距是 43mm. 溅射过程中不加热,使其自然升温.

实验中对比了 AlN 薄膜在三种不同的衬底材料 Si(100), Al/Si(100) 和 Pt/Ti/Si(100) 上的生长情况. 后两者是在 100 晶向的单晶硅片上,通过磁控溅射法分别生长 Al 或 Pt 和 Ti,形成底电极. 金属 Pt 是良好的电极材料,热稳定性好,又可以作为衬底和 AlN 薄膜间的扩散阻挡层. Ti 层主要是为了增加 Pt 层对于硅片的附着力.

在溅射底电极和 AlN 薄膜之前,先对 Si 片进行清洗,除去其表面的氧化层. 在溅射 AlN 开始时,先关上挡板,对 Al 靶进行预溅射,除去靶表面的 Al₂O₃ 和 AlN,同时稳定溅射状态.

采用 XRD (Cu K_α, 40kV, 100mA) 来分析各种薄膜样品的结构和生长晶向. 扫描俄歇微探针 (SAM PHF-610) 对薄膜的成分进行分析.

3 结果与分析

3.1 氧含量对 AlN 薄膜质量的影响

图 1(a) 是在 1.5kW 和 0.8Pa 条件下制备厚度约为 250nm 的 AlN 薄膜,其 002 峰的半高宽 (FWHM) 为 11.41°. 通过对该样品的 AES 分析,显示其组分约为 Al:38%,N:47%,O:15%. 实验结果表明该薄膜大部分结构为非晶态,仅有少部分为 002 取向. 考虑到该薄膜中的氧含量很高,氧极易和铝反应,进入 AlN 薄膜的晶格结构中形成缺陷,因此薄膜的择优取向生长受到很大的影响.

为了减小氧对薄膜结构的影响,在本项研究中尝试采取了许多方法降低薄膜的含氧量. 首先增加了 Si 片进入溅射腔后的抽真空时间,使溅射前溅射

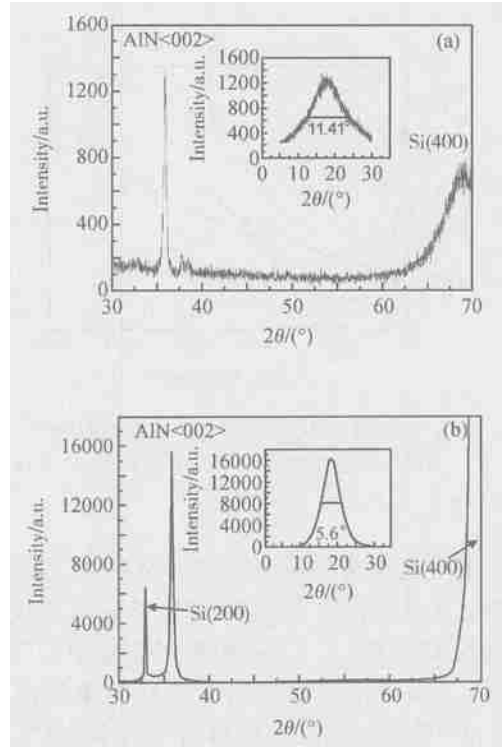


图 1 不同氧含量的 AlN 薄膜的 XRD 图 (a) 1.5kW, 0.8Pa, O: 15%; (b) 1.44kW, 0.27Pa, O:5%
Fig. 1 XRD patterns of AlN thin films with different oxygen concentrations (a) 1.5kW, 0.8Pa, O: 15%; (b) 1.44kW, 0.27Pa, O:5%

腔内的真空度接近设备的极限真空度. 其次,更换了有关的气路,实验前先对气路中的管道抽真空,使其在溅射前的真空度达到 10^{-3} Pa 量级. 同时,反应时 N₂ 的气压也被降低,以减小由氮气不纯而引入的其他杂质气体. 此外,在每次溅射前,先在溅射腔的侧壁和载片盘上溅射覆盖上一层纯铝,利用铝和氧极易反应的特性,吸收腔内残余的氧,降低溅射气氛中的氧含量. 通过这一系列的措施及工艺参数的优化,得到了 XRD 结果如图 1(b) 所示的样品,其制备条件为 1.44kW 和 0.27Pa. 图中可见,其 002 峰的 FWHM 为 5.6°. AES 分析结果显示其组分约为 Al:50%,N:45%,O:5%,这说明采取上述措施有效降低了膜中的氧杂质含量. 从 XRD 结果也可以看到该薄膜 002 衍射峰强度比前个样品增加 10 多倍,FWHM 下降为原来的 1/2. 这表明通过降低 AlN 薄膜中的氧含量,极大地提高薄膜质量,使晶粒 002 取向生长的比例大大增加.

图 2 是图 1(b) 样品的 AES 实验结果. 由图可见,薄膜的成分主要为 Al 和 N,其中杂质氧的峰很

弱.

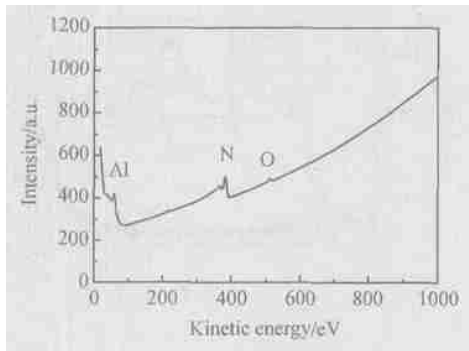


图 2 AlN 薄膜的 AES 结果(1.44kW,0.27Pa)

Fig. 2 AES spectrum of AlN thin film (1.44kW,0.27Pa)

上面分析中提到的半高宽(FWHM)是表征薄膜取向生长状况的一个重要参数.获得具有较小的摇摆曲线 FWHM 的 AlN 薄膜,对于本项研究十分重要.图 3 中显示的是多组实验样品单位厚度的 XRD (002) 峰衍射强度和摇摆曲线的 FWHM 之间的关系.从实验结果可以看出,随着 FWHM 的减小,衍射峰强度逐渐增加,表明薄膜中晶粒沿 002 晶向生长的比例增加,择优取向性增强.

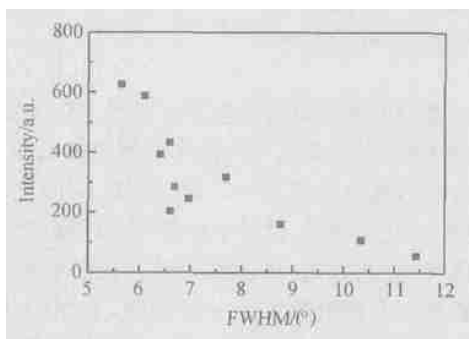


图 3 XRD 衍射强度和 FWHM 的关系

Fig. 3 Relationship of peak intensity and rocking curve FWHM of XRD

较小的 FWHM 对于今后 RF 滤波器的研究同样具有重要意义.对于 RF 薄膜滤波器应用来说,AlN 的机电耦合系数 k^2 是一个重要的材料参数,它决定了滤波器可能的最大带宽.Naik 等人^[5]的研究结果表明,AlN 沿 002 方向上的 k^2 为其在该方向上摇摆曲线 FWHM 的函数.FWHM 越小,机电耦合系数也就越高.当 FWHM 小于 4 时,多晶 AlN 薄膜材料的 k^2 能接近外延膜的水平,达到约 6.5%,此时薄膜滤波器可能的最大带宽约为 80MHz;当 FWHM

大于 4 时, k^2 值逐渐减小,在 FWHM 为 7.5 时约为 2.5%.他们采用 FWHM 约为 5.5 的 002 择优取向的 AlN 多晶膜,最终获得了 k^2 约为 5%,带宽约为 60MHz 的 BAW 滤波器.因此,从实验结果看,本研究得到的 AlN 薄膜的 FWHM 达 5.6°,能满足制作高性能滤波器的要求.

3.2 衬底材料对 AlN 薄膜质量的影响

由于 BAW 滤波器为三明治结构(如图 4 所示),下电极材料对 AlN 薄膜的生长及性能影响很大.为了找到合适的下电极材料,本文还对在 Si 和不同电极材料上 AlN 薄膜生长状况进行了比较.图 5 中所示的是在 1.44kW 和 0.25Pa 的条件下,Al/Si 和 Pt/Ti/Si 不同衬底上生长 AlN 薄膜的 XRD 衍射图.从图中可见,生长在 Si(100) 上的 AlN 薄膜的(002) 峰衍射强度最强,择优取向性最好;而在 Al 和 Pt 上生长的样品的衍射峰强度都要弱一些,取向性变差.这主要是由于 AlN 薄膜与衬底接口上的晶格失配造成的.当衬底表面状况较好,晶格失配较小时,可得到较高质量的薄膜.对于 Al,纯铝层表面上的自然氧化层可能会对薄膜的生长造成影响,同时溅射得到的 Al 的表面粗糙度也是需要考虑的因素.研究中曾尝试先在溅射腔内通入 Ar,制备下面的 Al 层,然后将溅射气体换成 N_2 ,接着生长 AlN 薄膜.这样得到的结果有了一定的改善,已接近在 Si(100) 上制备的水平.对于 Pt 来说,由于 AlN 的六方晶格结构($a = 0.311\text{nm}$)和 Pt(111) 晶面匹配得较好,所以从 Pt(111) 上生长的 AlN 应具有较好的性质^[6].但从图 5 中的 c 可以看到,溅射生长的 Pt 并不是(111) 单一取向,还存在(200) 等其他取向.这使得薄膜与衬底间的晶格失配增加,导致生长的薄膜取向性下降,衍射峰强度减弱.可见,AlN 薄膜生长的质量及(002) 取向受衬底的影响较大.因此,选择合适的衬底材料减小接口处的晶格失配,是获得高质量 AlN 薄膜的重要条件之一.

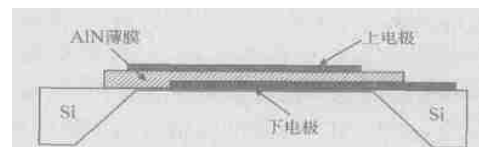


图 4 体声波谐振器的三明治结构

Fig. 4 Sandwich structure of bulk acoustic wave resonator

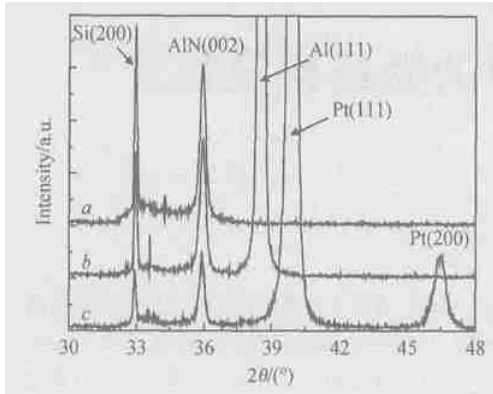


图 5 不同衬底 AlN 薄膜的 XRD 衍射图 a: AlN/ Si, b: AlN/ Al/ Si; c: AlN/ Pt/ Ti/ Si

Fig. 5 XRD patterns of AlN thin films with different substrates a: AlN/ Si; b: AlN/ Al/ Si; c: AlN/ Pt/ Ti/ Si

4 结论

采用直流磁控反应溅射法,通过降低薄膜含氧量,成功地在多种衬底材料上制备了较高质量的 AlN 薄膜,得到 002 择优取向的薄膜相结构.同时,对薄膜的结构、组分及衬底的影响等进行了分析.实验结果表明,在 Al 层上用优化的反应溅射工艺条件制备的 AlN 薄膜已达到 RF MEMS BAW 滤波器应用

的性能要求,这为下一步制作高性能 AlN 薄膜体声波滤波器奠定了良好的材料和工艺技术基础.

参考文献

- [1] Hsieh P Y. DC reactive sputtering of low stress AlN piezoelectric thin films for MEMS application. Master Thesis, MIT, 1996
- [2] Cao Xin, Luo Jinsheng, Chen Tangsheng, et al. Study of dc reactive sputtering deposition AlN films used for GaAs MESFET passivation. Chinese Journal of Semiconductors, 1999, 20(8): 644 (in Chinese) [曹昕, 罗晋生, 陈堂胜, 等. 直流磁控溅射制备用于 GaAs MESFET 钝化的 AlN 的工艺研究. 半导体学报, 1999, 20(8): 644]
- [3] Hwang B H, Chen C S, Lu H Y, et al. Growth mechanism of reactively sputtered aluminum nitride thin films. Mater Sci Eng, 2002, A325: 380
- [4] Tomabechi S, Wada K, Saigusa S, et al. Development of high quality AlN epitaxial film for 2.4GHz front-end SAW matched filter. IEEE Ultrasonics Symposium, 1999: 263
- [5] Naik R S, Lutsky J J, Reif R, et al. Measurements of the bulk, c-axis electromechanical coupling constant as a function of AlN film quality. IEEE Trans Ultrason Ferroelectr Freq Control, 2000, 47(1): 292
- [6] Löbl H P, Klee M, Milsom R, et al. Materials for bulk acoustic wave (BAW) resonators and filters. Journal of the European Ceramic Society, 2001, 21: 2633

Deposition and Characterization of AlN Thin Films on Silicon*

Yu Yi, Ren Tianling, and Liu Litian

(Institute of Microelectronics, Tsinghua University, Beijing 100084, China)

Abstract: Aluminum nitride (AlN) thin films for MEMS devices have been successfully deposited on Si(100), Al/ Si(100) and Pt/ Ti/ Si(100) by DC magnetron reactive sputtering. X-ray diffraction (XRD) and Auger electron spectroscopy(AES) are used to analyze crystalline orientation and components of the films. The influence of different processing parameters on the film preferential orientation is investigated. The growth mechanism of AlN crystallites on different substrates is also discussed. These films show a excellent preferred orientation of 002 with a rocking curve FWHM of 5.6°.

Key words: AlN thin film; DC magnetron reactive sputtering; preferential orientation; FWHM

PACC: 6150J; 7755; 8115C

Article ID: 0253-4177(2005)01-0042-04

*Project supported by State Key Development Program for Basic Research of China (No. G1999033105) and National High Technology R&D Program of China (No. 2002AA404500)

Yu Yi male, was born in 1979, master candidate. His research interests are in silicon-based RF MEMS devices.

Received 27 November 2003, revised manuscript received 30 March 2004