

硅表面溅射氮氧铝膜的实验研究

王德煌 郭良

(北京大学物理系) (中国科学院半导体研究所,北京)

1989年11月16日收到

本文报道在氮氧混合气体中用射频反应溅射法在硅表面成功淀积氮氧铝膜的实验研究结果。给出膜淀积工艺、膜的原子组元和浓度、含有不同氧原子浓度的膜的折射率和击穿电场强度以及膜的 X-光衍射谱。

主题词 硅表面,氮氧铝膜

一、引 言

氧化铝 (Al_2O_3) 膜已经研究多年^[1-3], 因其电学绝缘性能良好等而应用于半导体光电器件工艺, 但其折射率较低(波长 633nm 处是 1.63 左右^[3])。氮化铝 (AlN) 膜也被研究^[4-6]。它的折射率较高(波长 633nm 处是 2.15^[4])。导热性能良好 (320W/mK)^[7], 但它的电学绝缘性能远不如 Al_2O_3 膜而限制它的应用。因此制备同时兼有 Al_2O_3 和 AlN 膜优点, 去掉各自缺点的薄膜, 这是值得实验研究的课题。我们成功地用射频反应溅射法在硅 (Si) 单晶表面淀积一种氮氧铝膜, 本文报道膜淀积工艺及构成组元和原子浓度、膜的折射率和击穿电场强度以及膜的 X-光衍射谱的实验结果, 预测此种溅射膜可能的应用前景。

二、实 验

薄膜是用射频反应溅射方法在 Si 表面淀积而得。Si 表面经标准方法抛光处理并去掉自然氧化层, 固定于通水冷却的铜制夹具。溅射铝靶纯度 99.999%、厚 0.5 厘米、直径 10 厘米。靶与 Si 片相距 3 厘米。预抽真空室真空度 $(5\sim7) \times 10^{-6}$ 托, 通入以不同体积比例混合的高纯氮 (含 2% 氩) 和氧气的混合气体, 其压强可控变化范围 $(1.0\sim8.0) \times 10^{-2}$ 托, 溅射放电电压在 2000~2500 伏特范围内选定, 每次淀积只选定一种氮氧混合气体, 固定一种压强和一定溅射放电电压, 改变淀积时间得到不同厚度淀积薄膜。淀积过程以水冷方式控制 Si 片温度低于 200℃。用 PHI-550 型俄歇电子能谱仪测定淀积膜的俄歇谱图, 确定膜内含有的氮、氧和铝等组元和各自的原子浓度。用 α -Step 台阶仪测量淀积膜厚度。用 TP-77 型激光(波长 633nm) 椭圆偏振仪测量膜的折射率。用标准的电流-电压法测量淀积膜的击穿电场强度。此外还用 BR-84 型 X-射线衍射仪测定淀积膜的 X-光衍射谱图。

三、结果与讨论

图 1 是 Si 表面淀积膜的典型俄歇谱图。该膜淀积条件：氮氧混合气体由 75% 氮气和 25% 氧气体积构成；真空室内该氮氧混合气体压强 1.5×10^{-2} 托；溅射放电电压 2000 伏特；淀积 20 分钟。测量该膜厚 74nm。从图可见该淀积膜是由氮(N)、氧(O)和铝(Al)诸组元构成，故叫做氮氧铝膜，简称 AION 膜。此膜内 N、O 和 Al 的原子浓度 (A.C.) 分别是 25.7%、31.4% 和 41.4%。图 1 的俄歇谱线还表示此膜内含 1.5% 原子浓度的 Si，这可能是来源于 Si 表面。该膜内 O 原子浓度 31.4% 不等于淀积过程氮氧混合气体内氧气体积所占比例值 25%。同样，膜内 N 原子浓度也不是氮氧混合气体内氮气体积所占比例值。这是因为 O 比 N 更强烈地与 Al 反应缘故。所有实验结果表明淀积过程控变氧气含量很敏感。改变溅射条件，包括氮氧混合气体内氮气和氧气体积比、真空室内氮氧混合气体压强、溅射放电电压和淀积时间，淀积不同厚度薄膜。用俄歇谱确定每片淀积膜内所含各组元的原子浓度，确认是 AION 膜后，再测其折射率和击穿电场强度。

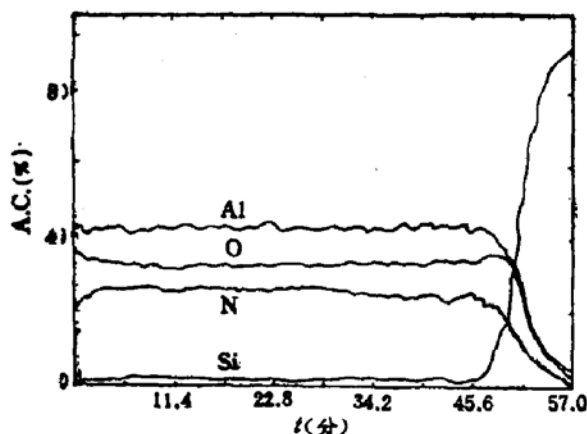


图 1 Si 表面淀积膜的俄歇谱图

图 2 给出含不同 O 原子浓度的 AION 膜的折射率 (波长 633nm) 的实验数据。图中还用标记 (Δ) 表示 Al_2O_3 和 AlN 的数据^[3,4]。测量数据表明 AION 膜的折射率随膜内 O 原子浓度增加而减少，大致分为两个准线性变化区：0~35% 和 35%~100% O 原子浓度区。在此两区间，O 原子浓度每

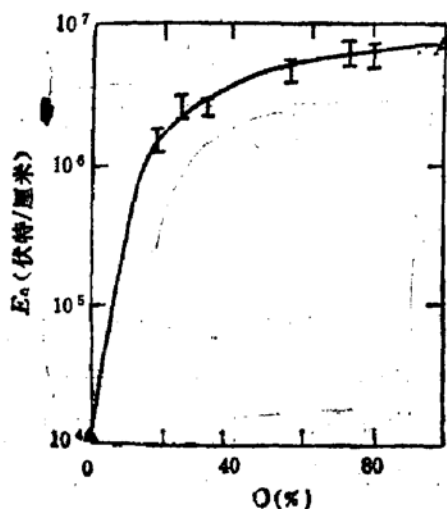


图 2 AION 膜折射率 (n) [波长 633nm] 与膜内 O 原子浓度关系图。数据点 (Δ) 取自文献 [3,4]。

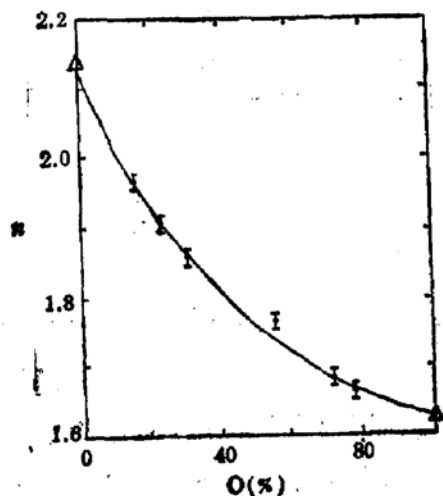


图 3 AION 膜击穿电场强度 (E_b) 与膜内 O 原子浓度的关系图。数据点 (Δ) 取自文献 [3,4]。

增加 1%，AlON 膜折射率约分别减少 0.10 和 0.03。第二个区间内膜折射率下降速率缓慢。如图所示，如果准确控制溅射条件来控变 AlON 膜内 O 原子浓度，可以在 1.63~2.15 范围内淀积等于设计要求折射率大小的薄膜。

图 3 是含不同 O 原子浓度的 AlON 膜击穿电场强度测量结果。图中 (Δ) 标记数据分别取自文献[3,4]。图 3 表示 AlON 膜击穿电场强度随膜内 O 原子浓度呈非线性变大，O 原子浓度约超过 20%，膜的击穿电场强度均已大于 1.0×10^6 伏特/厘米，已接近 Al_2O_3 膜而远大于 AlN 膜值，说明此时 AlON 膜已是一种电学绝缘性能良好的介质膜。

我们还用 X-射线衍射能谱仪测量 Si 表面淀积 AlON 膜前后的 X-光衍射谱图，典型结果如图 4 所示。图 4(a) 是 Si(100) 面的 X-光衍射谱。这是一幅典型的 Si 单晶结构的 X-光衍射强度谱图。图 4(b) 是在该 Si(100) 面淀积厚 116nm 的 AlON 膜后的 X-光衍射强度谱图。该膜淀积条件：氮和氧气体积在混合气体内各占 50%；真空室内氮氧混合气体压强 1.4×10^{-2} 托；溅射放电电压 2400 伏特；淀积 20 分钟。图 4(a) 与 (b) 比较可见它们明显不同。该 AlON 膜的 X-光衍射谱线是一种衍射角 (2θ) 为 $20 \sim 40$ 度的弥散包络曲线，有多个明显衍射强度峰，说明该溅射 AlON 膜不具有单晶结构，这符合用溅射法制备薄膜一般不具有单晶结构的结论。

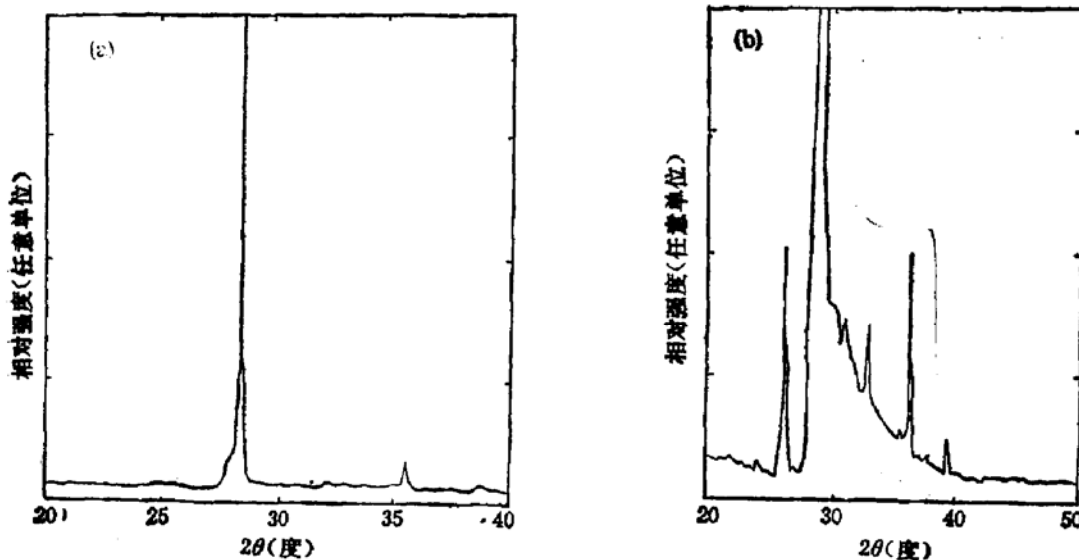


图 4 Si(100) 面淀积 AlON 膜 (厚 116nm) 前后的 X-光衍射谱图

(a) 淀积前, (b) 淀积后

由于折射率越大的介质膜越能耐高温和具有抗高辐射能力的优点，而介质膜击穿电场强度越大表示膜电学绝缘性能越好，以上所述溅射 AlON 膜实验数据表示它既有 AlN 膜高折射率的优点，又有 Al_2O_3 膜大击穿电场强度的优点，而且膜折射率大小可以控制，因此我们认为溅射 AlON 膜对薄膜光波导或半导体光电器件有潜在应用前景。

四、结 论

在不同体积比的氮氧混合气体中用射频反应溅射法成功地在 Si 表面淀积的薄膜, 俄歇谱分析表明膜内含有不同原子浓度的 N、O 和 Al 等诸组元, 说明该淀积膜是一种 AlON 膜。膜的折射率随膜内 O 原子浓度增加而减少, 存在两个准线性变化区间, 在 O 原子浓度较大的区间内折射率下降速率较小, 每增加 1% O 原子浓度折射率约减少 0.03。控制膜内 O 原子浓度可在 1.63~2.15 范围为控变膜的折射率。溅射 AlON 膜击穿电场强度随膜内 O 原子浓度增加而呈非线性增大, O 原子浓度超过 20% 的膜击穿电场强度大于 1.0×10^6 伏特/厘米, 与 Al_2O_3 膜值相近, 是一种电学绝缘性能良好的介质膜。溅射 AlON 膜的 X-光衍射谱表明它不具有单晶结构。实验结果表明溅射 AlON 膜既有 Al_2O_3 膜大击穿电场强度又有 AlN 膜高折射率的优点, 而且是折射率在 1.63~2.15 范围内可以控变的介质膜, 因此这种薄膜在半导体光电器件和薄膜光波导领域将有实际应用前景。

参 考 文 献

- [1] 梁鹿亭, 半导体纯化技术, 科学出版社, 468(1979).
- [2] J. Vanfleteren, A. V. Calster, *Thin Solid Films*, **139**, 89 (1986).
- [3] D. H. Wang, Proc. 172 nd Meeting of the Electrochemical Society, Inc., Hawaii, U. S. A., Oct. 18-23, Vol. 87-2, 575 (1987).
- [4] 日本产业技术振兴协会新材料技术委员会, 化合物半导体: テバイス, 東京出版社, 282(1973).
- [5] L. Xinjiao, X. Zechuan, et al., *Thin Solid Films* **139**, 261 (1986).
- [6] Wang Dehuang, Guo Liang, *Thin Solid Films*, **158**, L39 (1988).
- [7] K. Baba, N. Shohata, M. Yonezawa, *Appl. Phys. Lett.*, **54**(23), 2309 (1989).

Experimental Study of Sputtered Aluminum Oxynitride Film on Si Surface

Wang Dehuang

(Department of Physics, Peking University)

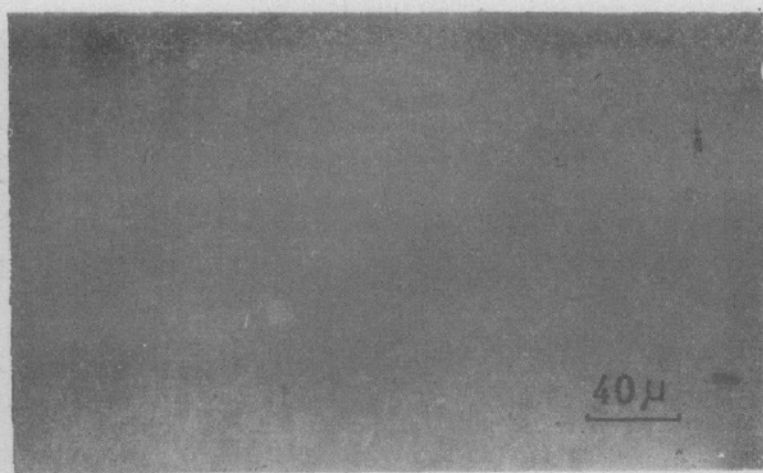
Guo Liang

(Institute of Semiconductors, Academia Sinica, Beijing)

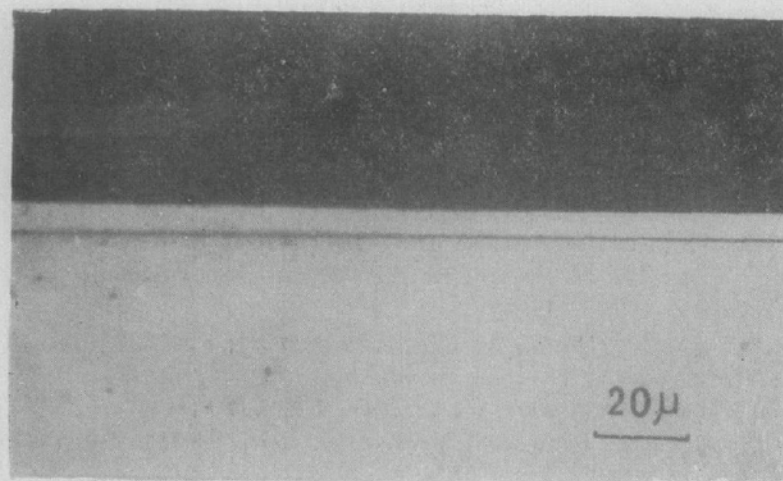
Abstract

The experimental study of aluminum oxynitride film deposited on silicon surface by radio frequency reactive sputtering method in a mixture of forming nitrogen and oxygen gases is reported. The depositing Process, atomic Components and its concentrations, refractive index and breakdown electric field of the deposited films with different oxygen atomic concentrations have been determined. The X-ray diffraction patterns of the film are also given.

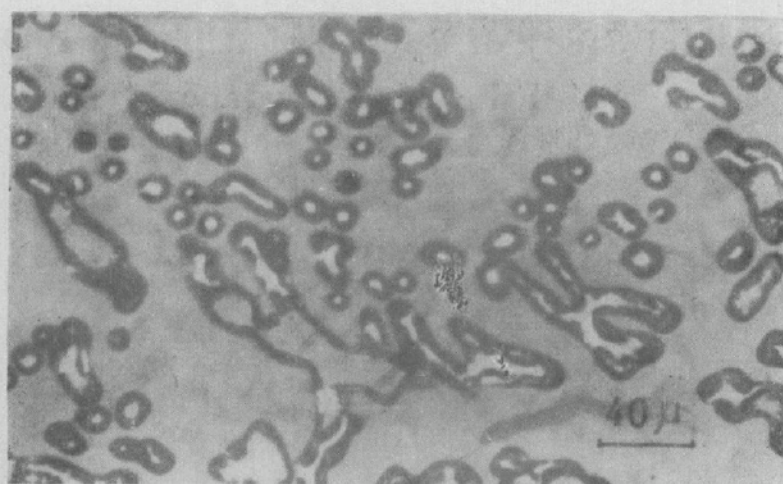
Key words Si surface, Aluminum oxynitride film



(a)



(b)



(c)

图 1 $\text{AlGaAsSb}/\text{GaSb}$ 的表面形貌 (a)、(c)和界面 (b) 的显微照片