

文章编号: 1000-324X(2003)02-0490-05

氮化铝薄膜织构的极图法研究

许小红^{1,2}, 武海顺², 马文瑾², 段静芳², 李佐宜¹

(1. 华中科技大学电子科学与技术系, 武汉 430074; 2. 山西师范大学化学与材料科学学院, 临汾 041004)

摘 要: 在 X 射线衍射结果的基础上, 采用极图法研究了 AlN 薄膜以 (002) 和 (100) 面的取向分布, 发现在一定条件下制备的 AlN(002) 有很强的织构, 并通过极图法来确定 X 射线衍射所无法确定的 AlN(100) 面择优取向薄膜中各晶粒 *c* 轴间的关系.

关 键 词: 氮化铝薄膜; 极图; 织构

中图分类号: TB 43 **文献标识码:** A

1 引言

AlN 是一种无机非铁性压电材料, 具有宽的带隙、高的电阻率、高的抗击穿电压、高的声传播速率和低的传输损耗, 在微电子器件中有着广泛的应用前景^[1~3]. 由于 AlN 薄膜的声速在整个无机非铁性压电材料中最高, 因而成为 GHz 级声表面波器件的首选材料^[4]. 要实现 AlN 薄膜的声表面波器件应用, 要求其结构必须具有多晶择优取向^[5,6]. 目前已有许多文献报道采用 X 射线衍射方法来研究薄膜的择优取向结构^[5~8], 其中对 AlN(002) 薄膜的取向分布研究较多^[9,10], 而对 AlN(100) 薄膜的取向分布研究甚少, 一般认为采用磁控溅射等 PVD 方法难以制备 AlN(100) 取向薄膜^[8]. 我们已通过优化实验条件, 在 Si(111) 等基片上制备出以 (002) 和 (100) 面择优取向的 AlN 薄膜, 并且得到制备 (002) 和 (100) 面的最佳择优取向的实验条件^[11].

由于声表面波沿 *c* 轴方向的传播速度最快, 因而以 (100) 面取向的 AlN 薄膜更适合高频声表面波器件的应用. 采用 X 射线衍射无法从真正意义上确定 AlN(100) 择优取向薄膜中各晶粒的 *c* 轴在基片面内的相互关系, 只有通过极图才能确定这一问题. AlN(100) 面取向分布的好坏, 各晶粒的 *c* 轴是否相互平行直接影响着声表面波器件的质量. 本文采用极图法研究了 AlN(100) 面的取向分布, 对该薄膜的高频声表面波器件应用有着重要的指导意义.

2 实验方法

采用自行设计的直流磁控反应溅射系统制备 AlN 薄膜^[11,12]. 实验中选用的 Al 靶材纯度为 99.999%, 工作气体 Ar 和反应气体 N₂ 的纯度均为 99.995%. 所选用的基片为抛光 Si(111) 片, 基片自然升温, 不另加热. 选择最佳工艺参数^[11], 制备以 (002) 面取向的样品 1 和以

收稿日期: 2002-01-29, 收到修改稿日期: 2002-03-18

基金项目: 教育部高等学校骨干教师资助计划项目; 山西省青年科学基金 (20011011); 湖北省科技攻关计划项目

作者简介: 许小红 (1966-), 女, 博士后, 教授. E-mail: xuxh@dns.sxtu.edu.cn

(100) 面取向的样品 2. 样品 1 的工艺参数: 靶基距为 4cm, N_2 气浓度为 50%, 靶功率为 50W, 溅射气压为 0.3Pa; 样品 2 的工艺参数: 靶基距为 6cm, N_2 气浓度为 50%, 靶功率为 50W, 溅射气压为 0.5Pa.

采用德国西门子公司的 D5000X 射线织构衍射仪对薄膜织构进行测试, 测试时选用 Cu 靶, 电压为 35kV, 电流为 28mA.

3 结果和讨论

3.1 AlN(002) 薄膜的织构分析

AlN 属六方晶系, 其 c 轴方向与基片表面的关系可分为垂直、平行和倾斜三种情况. 理想的 c 轴垂直于基片的 AlN 单晶薄膜是由首尾相接的规则排列的六方晶胞构成的, 如图 1(a) 所示^[13]. 这种组织结构反映在 X 射线衍射谱图上, 是一条 (002) 面的特征谱线, 反映在 X 射线极图上是圆中心的一个点^[14]. 实际的 AlN(002) 多晶择优取向薄膜的组织结构如图 1(b)^[13] 所示. 从该图看出, 各微晶的 c 轴取向并非严格一致, 有一定的分散性, 有相当多的微晶 c 轴不是严格垂直于基片表面, 因此导致这种薄膜的 X 射线衍射谱线展宽, 极图不是一个点.

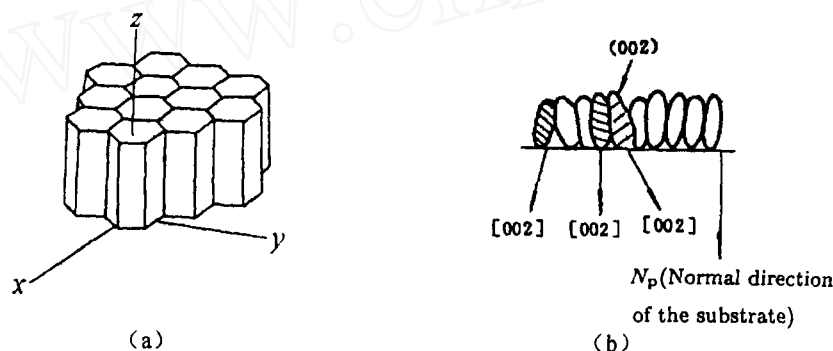


图 1 AlN(002) 薄膜的组织结构示意图

Fig. 1 Texture schematic drawing of AlN (002) films

(a) Perfect single-crystal film; (b) Practical poly-crystal film

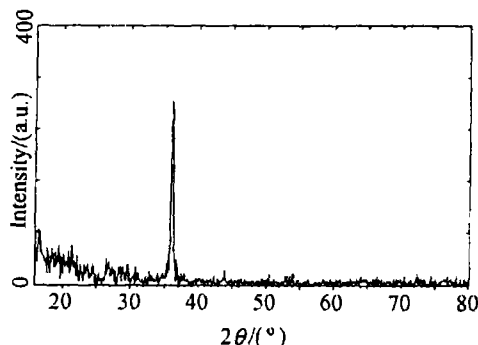


图 2 样品 1 的 X 射线衍射图

Fig. 2 X-ray diffraction pattern of sample 1

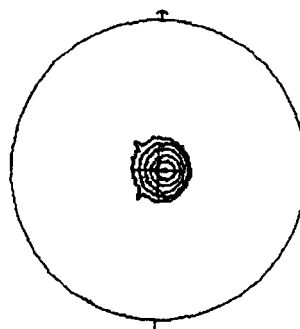


图 3 样品 1 的极密度分布图

Fig. 3 Pole-figure profile of sample 1

图 2 是样品 1 的 X 射线衍射图. 其半峰宽为 0.26° , 衍射强度为 310, 晶面间距为 0.2490nm,

2θ 为 36.02° , 所对应的晶面指数为 (002), 表明样品 1 以 (002) 面择优取向.

为了进一步研究 AlN(002) 面的织构, 我们采用 X 射线反射法测量薄膜极密度. 图 3 是该样品的极密度分布图, 它可以定量给出择优取向方向和偏离理想状态的角度范围^[14]. 从图 4 可以看出, 随着 c 轴偏离度的增大, 具有这种偏离度的微晶数目就越来越少, 并得出该样品的偏离度 $\sigma \leq 0.3$; 分散度 $\theta \leq 4.0$, 完全满足声表面波或体波器件对 AlN(002) 压电薄膜的要求^[4,13]. 可见, 样品 1 具有很高的 (002) 面织构, 即大多数晶粒的 c 轴平行于基片的法线方向.

3.2 AlN(100) 薄膜的组织结构分析

图 4(a) 示出了理想的 c 轴平行于基片表面的 AlN(100) 单晶薄膜的组织结构. 图 4(b)(c) 分别示出了各晶粒 c 轴方向相互平行和随机分布的实际 AlN(100) 多晶薄膜的组织结构. (b) 和 (c) 两种组织结构反映在 X 射线衍射谱图上, 都是一条 (100) 面的衍射谱线. 可见 X 射线衍射无法确定 AlN(100) 薄膜中各晶粒 c 轴在基片面内的取向关系, 只有借助于极图.

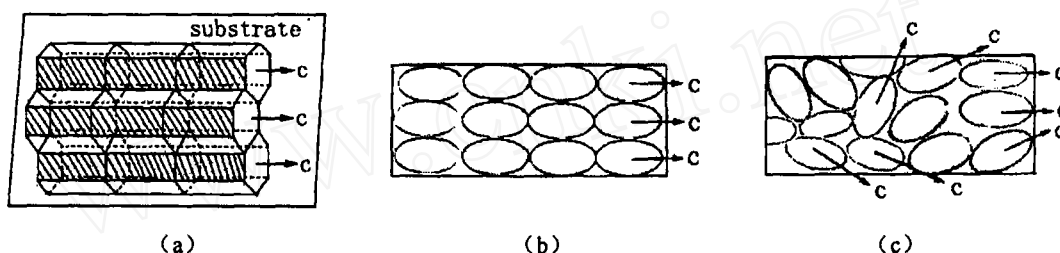


图 4 AlN(100) 薄膜的组织结构示意图

Fig. 4 Texture schematic drawing of AlN (100) films

(a) Perfect single-crystal film; (b) Practical poly-crystal film (c -axis with good parallel properties); (c) Practical poly-crystal film (c -axis with bad parallel properties)

图 5(a)~(c) 示出了图 4(a)~(c) 薄膜组织结构所对应的极图. 对于 AlN(100) 单晶薄膜, 其极图为圆中垂直于 c 轴方向直径上的三个点, 正好反映了六方晶胞中的三个 (100) 面; 各

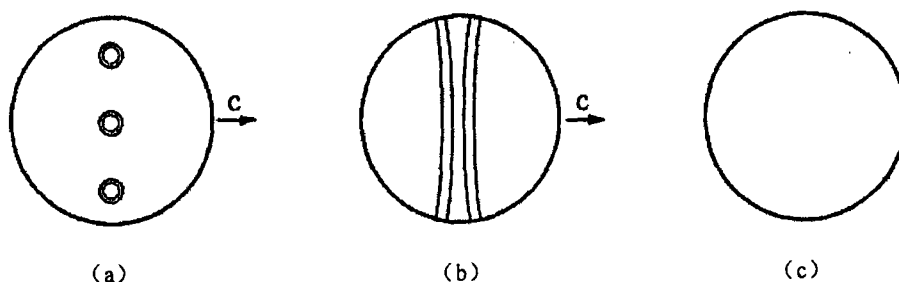


图 5 AlN(100) 薄膜的极图

Fig. 5 Pole-figure profile of AlN (100) films

(a) Perfect single-crystal film; (b) Practical poly-crystal film (c -axis with good parallel properties); (c) Practical poly-crystal film (c -axis with bad parallel properties)

晶粒 c 轴相互平行的多晶薄膜, 其极图圆中呈现出垂直于 c 轴方向的直径带; 若各晶粒 c 轴随机分布, 在极图上不能显现出明显的密度分布峰, 则极图为一个空白圆^[14].

图 6 是样品 2 的 X 射线衍射图, 其半峰宽为 0.32° , 衍射强度为 290, 晶面间距为 0.2702, 2θ 为 33.12° , 所对应的晶面指数为 (100), 表明样品 2 以 (100) 面择优取向.

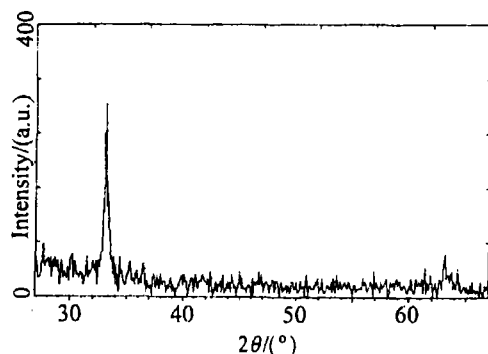


图 6 样品 2 的 X 射线衍射图

Fig. 6 X-Ray diffraction pattern of sample 2

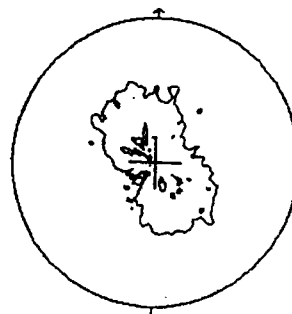


图 7 样品 2 的极密度分布图

Fig. 7 Pole-figure profile of sample 2

图 7 为样品 2 的极密度分布图. 与图 5(b) 相比其 c 轴不是完全相互平行的, 有一定的偏离度和分散度, 但与晶粒 c 轴随机分布的图 5(c) 显然不相同, 说明该条件下制备的薄膜, 不但在 X 射线衍射中显示了很好的 (100) 面择优取向峰, 而且在极图中也反映出晶粒 c 轴有较好的平行性. 由于压电薄膜的预极化工艺较难, 因而在制备 AlN 压电薄膜时, 不但要以 (100) 面多晶择优取向, 而且薄膜中各晶粒的 c 轴也应相互平行, 从而提高交换耦合系数和降低传输损耗. 可见, 研究 AlN(100) 薄膜的取向分布对其在声表面波器件中的应用具有重要意义.

4 结论

1. 采用极图法研究 AlN(002) 薄膜取向分布时, 发现在一定条件下制备的 AlN(002) 有着很强的织构, 其偏离度 $\sigma \leq 0.3$; 分散度 $\theta \leq 4.0$.

2. 采用极图法研究了 AlN(100) 薄膜的取向分布状况, 分析了以 (100) 面取向的 AlN 薄膜中各晶粒 c 轴取向和它们所对应的极图之间关系, 得到在一定条件下制备的 AlN(100) 具有较强的织构.

参考文献

- [1] Liufu D, Kao K C. *J. Vac. Sci. Technol. A*, 1998, **16** (4): 2360-2366.
- [2] Marc-Alexandre Dubois, Paul Muralt. *Appl. Phys. Lett.*, 1999, **74** (20): 3032-3034.
- [3] Wauk M T, Winslow D K. *Appl. Phys. Lett.*, 1968, **13**: 286-288.
- [4] Davis R F. *Proc IEEE*, 1991, **79** (5): 702-712.
- [5] Rodriguez-Clemente R, Aspar B, Azema N, et al. *J Cryst. Growth*, 1993, **133**: 59-70.
- [6] Yang D, Jonnalagadda R, Rogers B R. *Thin Solid Films*, 1998, **332**: 312-318.
- [7] Penza M, Riccardis M F D, Mirengi L, et al. *Thin Solid Films*, 1993, **259**: 154-159.
- [8] Ishihara M, Yumoto H, Tsuchiya T, et al. *Thin Solid Films*, 1996, **281-282**: 321-326.
- [9] Kaya K, Takahashi H, Shibata Y, et al. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 1997, **36**: 2837-2842.
- [10] Kaya K, Kanno Y, Takahashi H, et al. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 1996, **35**: 2782-2787.

- [11] Xu Xiao-Hong, Wu Hai-Shun, Jin Zhi-Hao. *Thin Solid Films*, 2001, **388**: 62-67.
- [12] 许小红, 张富强, 武海顺, 等 (XU Xiao-Hong, *et al*). 无机材料学报 (*Journal of Inorganic Materials*), 2001, **11** (6): 1161-1168.
- [13] 曲新喜, 杨帮朝, 姜节俭, 等. 电子薄膜材料, 北京, 科学出版社, 1997. 279-316.
- [14] 毛卫民, 张新明. 晶体材料织构定量分析, 北京: 冶金工业出版社, 1993. 1-17.

Study on the Texture of AlN Thin Films by Using the Pole-figure Method

XU Xiao-Hong^{1,2}, WU Hai-Shun², MA Wen-Jin², DUAN Jing-Fang², LI Zuo-Yi¹

(1. Department of Electronic Science and Technology, Huazhong University of Science and Technology, Wuhan 430074, China; 2. School of Chemistry and Materials Science, Shanxi Normal University, Linfen 041004, China)

Abstract: Based on the X-ray diffraction results, the textures of aluminium nitride films were investigated by using the pole-figure method. Aluminium nitride thin films prepared have a high (002) plane texture, and most of the *c*-axis of particles are parallel with the normal of the substrate. Aluminium nitride thin films with (100) orientation are necessary, as they are applied to surface acoustic wave devices, and the pole-figure results are very useful for determining the *c*-axis of particles direction in the AlN (100) thin films.

Key words aluminium nitride thin films; pole-figure method; texture