

离子源对中频反应磁控溅射 AlN 薄膜 结构和性能的影响

刘兰兰^{1,2}, 林松盛^{1,2}, 曾德长¹, 代明江², 胡 芳²

(1. 华南理工大学 材料科学与工程学院, 广州 510641; 2. 广州有色金属研究院 新材料研究所, 广州 510651)

摘 要: 采用离子源辅助中频反应磁控溅射技术在单晶硅及硬质合金基体上沉积 AlN 薄膜, 利用 X 射线衍射仪(XRD)、扫描电子显微镜(SEM)、显微硬度计、薄膜结合强度划痕试验仪等对薄膜结构及性能进行表征, 着重研究了离子源对中频反应磁控溅射 AlN 薄膜结构和性能的影响。结果表明: 离子源的辅助沉积有利于 AlN 相的合成, 当离子源功率大于 0.7 kW 时, AlN 沿(100)晶面择优取向明显, 当离子源功率为 1.3 kW 时, 所沉积膜层有向非晶化转变的趋势。同时, 随着离子源功率的增加, 所沉积的 AlN 薄膜致密度和膜/基结合力均显著提高, 而膜层沉积速率和硬度则呈先上升后降低的规律。

关键词: AlN 薄膜; 离子源; 中频反应磁控溅射; 非晶化

中图分类号: TG174.442

文献标识码: A

文章编号: 1007-9289(2012)06-0042-05

Effects of Ion Source on the Structure and Properties of AlN Thin Films Deposited by MF Reactive Magnetron Sputtering

LIU Lan-lan^{1,2}, LIN Song-sheng^{1,2}, ZENG De-chang¹, DAI Ming-jiang², HU Fang²

(1. School of Materials Science and Engineering, South China University of Technology, Guangzhou 510641;

2. Institute of Surface Engineering, Guangzhou Research Institute of Nonferrous Metals, Guangzhou 510651)

Abstract: AlN thin films were deposited by MF reactive magnetron sputtering with ion source on silicon wafer and cemented carbide. The structure and properties of AlN thin films were characterized by scanning electron microscope(SEM), X-ray diffraction instrument(XRD), micro-hardness tester and scratch tester. It mainly researches the effects of ion source on the structure and properties of AlN thin films deposited by MF reactive magnetron sputtering. Results show that the AlN phase increases with increasing power of the ion source. The AlN films obviously show (100) orientation when the ion source power is more than 0.7 kW, the AlN thin films have the trend to amorphous transition when the ion source power is 1.3 kW. Additionally, the density and adhesion strength of AlN thin films obviously increase, however, the film deposition rate and hardness first increase and then decrease with increasing ion source power.

Key words: AlN thin films; ion source; MF reactive magnetron sputtering; amorphous

0 引 言

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^[1]。它具有很多优异的物理、化学以及机械性能,如:高热导

率(300 W/(m·K))、高禁带宽度(6.2 eV)、高击穿场强(14×10^6 V/cm)^[2]以及良好的光学和力学性能^[3],且与 Si、GaAs 等常用半导体材料的热膨胀系数相近等。如此优异的性能使得 AlN 在光学、电子元器件、机械、微电子和高频宽带通信

收稿日期: 2012-09-29; 修回日期: 2012-11-16

作者简介: 刘兰兰(1986—), 女(汉), 河南开封人, 硕士生; 研究方向: 材料表面改性

网络出版日期: 2012-11-28 16:25; 网络出版地址: <http://www.cnki.net/kcms/detail/11.3905.TG.20121128.1625.015.html>

引文格式: 刘兰兰, 林松盛, 曾德长, 等. 离子源对中频反应磁控溅射 AlN 薄膜结构和性能的影响 [J]. 中国表面工程, 2012, 25(6): 42-46.

等领域有着广泛的应用^[1,4]。

目前,大部分的成膜方法均可用来制备 AlN 薄膜,如:化学气相沉积法^[5]、反应分子束外延法^[6]、磁控溅射法^[7-8]等。虽然化学气相沉积法制备的 AlN 薄膜质量高,但其要求反应温度高,基体材料范围受限制;反应分子束外延法也存在系统复杂、生长速度慢、生长面积小等问题;磁控溅射法应用的最为广泛,但由于磁控溅射技术离子化率低,所制备的 AlN 薄膜综合性能不佳。

李朝阳等人^[9]对离子源辅助磁控溅射 Cu 基镀 Cr 层机械性能的研究表明,运用离子源辅助沉积之后,膜层附着性能良好,铬膜硬度有了明显增强,附着力、硬度等力学性能提高 10% 以上。文中采用中频反应磁控溅射结合阳极型气体离子源技术制备 AlN 薄膜^[10],通过中频反应磁控溅射法可解决因“靶中毒”引起的“打火”和沉积速率大幅度下降的问题,同时利用离子源提高离子化率进行辅助沉积,以期获得综合性能良好的 AlN 薄膜,并重点研究了离子源功率对薄膜结构和性能的影响。

1 试验部分

试验采用 ASM600MTG 多功能离子镀膜设备。利用中频反应磁控溅射结合阳极层流型矩形气体离子源进行 AlN 薄膜沉积,其装置结构如图 1 所示。该装置有 4 个尺寸为 720 mm×120 mm 的非平衡磁控溅射靶 (Unbalanced Magnetron, UBM),其中 2 个靶装 Al 靶;2 个长 720 mm 的阳极层流型气体离子源 (Ion Beam Source, IBS),

利用与靶同侧的离子源通入反应气体(N₂)离子化后辅助沉积 AlN 膜。

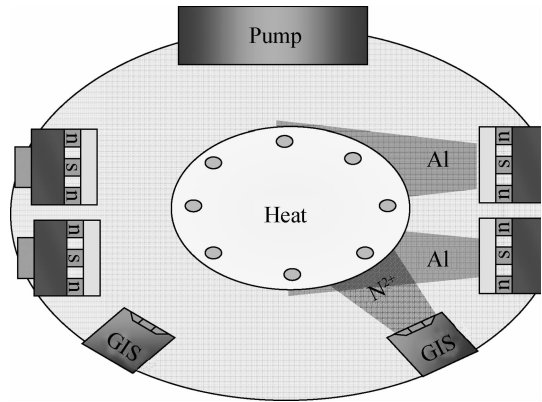


图 1 设备截面示意图

Fig. 1 Schedule cross - section of combined UBM - IBS PVD unit

试验所用气体为 99.99% 的高纯氩和高纯氮气,靶材用 99.5% 的金属 Al。基体采用抛光的 (100) 单晶硅片 (用于微观结构分析) 和 YG6 硬质合金 (用于力学性能测试)。分别用金属清洗液及无水乙醇超声波清洗,烘干后放入真空室,抽真空至 5×10^{-3} Pa,通氩气至 5×10^{-1} Pa,用离子源结合偏压溅射清洗样片表面。所采用制备工艺如表 1 所示。

分别采用 Philips X'Pert MPGD X 射线衍射仪 (XRD) 分析膜层相结构,Zeiss supra 40 型场发射扫描电子显微镜观察膜层表面及截面形貌,MH-5 型显微硬度计测量膜/基硬度,HH-3000 薄膜结合力划痕试验仪测量膜基结合力。

表 1 AlN 薄膜的制备工艺

Table 1 Deposition parameters of AlN thin films

Ion source power/kW	Target power/kW	N ₂ flow/(mL · min ⁻¹)	Bias/V	Work pressure/Pa	Temperature/℃
0	6	50	100	0.5	200
0.4	6	50	100	0.5	200
0.7	6	50	100	0.5	200
1.0	6	50	100	0.5	200
1.3	6	50	100	0.5	200

2 结果与分析

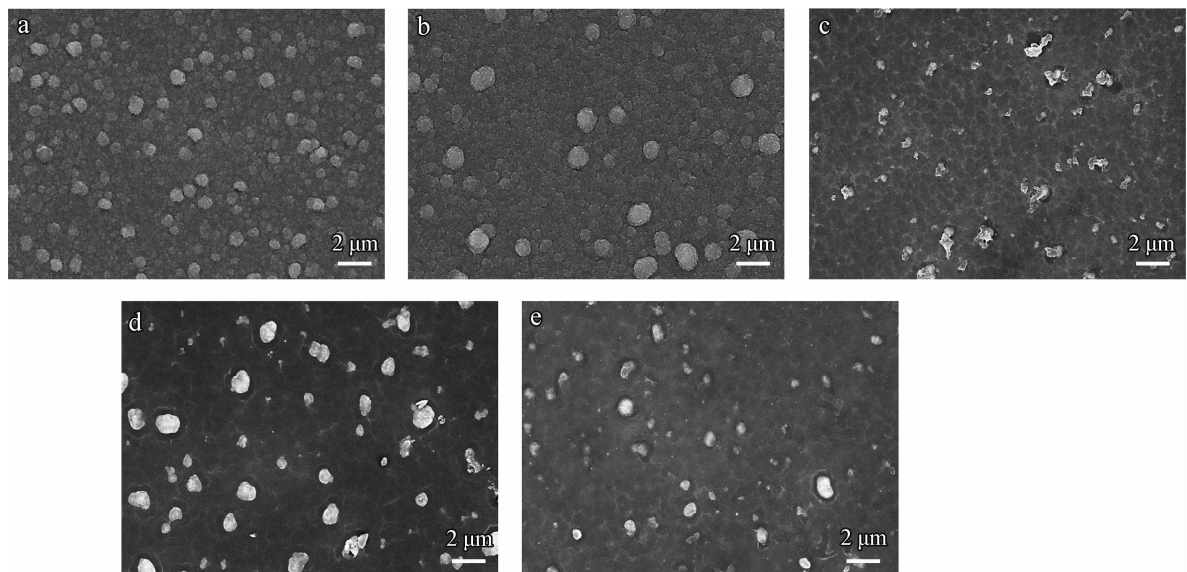
2.1 薄膜的形貌及厚度

图 2 是不同离子源功率下所沉积薄膜的表面形貌图。经检测,图中白色颗粒为富氮的

AlN。在离子源功率小于 0.7 kW 时,膜层较为疏松,随着离子源功率的提高,膜层致密度明显增加;当离子源功率达到 0.7 kW 后继续增大,薄膜晶粒逐渐长大,膜层致密度增加;当离子源功率达到 1.3 kW 时,晶粒非晶化趋势较为明显,在

其表面看不出薄膜生长柱状晶的截面，并且膜层非常致密。从图 3 不同离子源功率下膜层截面形貌也可证实以上结果。离子源功率小于 0.7 kW 时，膜层柱状晶明显，并且排列不紧密，随着离子源功率的逐步提高，膜层变得越来越致密细腻；当离子源功率增加至 1.0 kW 时，晶粒长大，出现

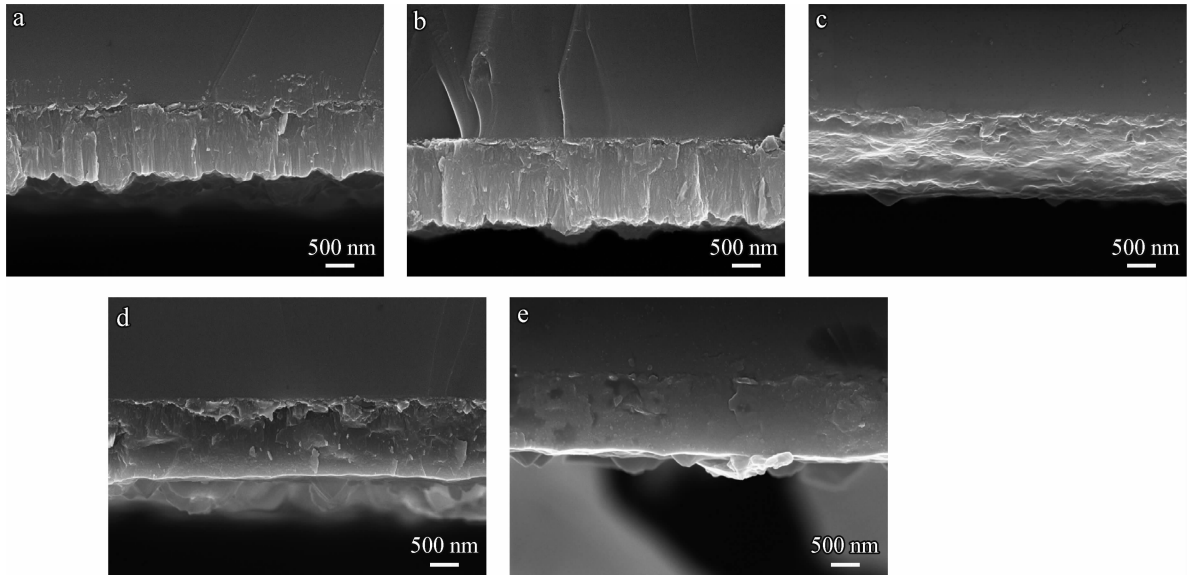
了片状的晶形；当离子源功率达到 1.3 kW 时，膜层更加致密，连成一片。这主要是由于离子源功率的增加，有效地提高了离化率，为沉积粒子提供更多的能量，致使沉积在薄膜表面的颗粒逐渐变大，当离子源功率大于一定程度后，膜层向非晶化转变。



(a)0 kW (b)0.4 kW (c)0.7 kW (d)1.0 kW (e)1.3 kW

图 2 AlN 薄膜试样表面形貌的 SEM 图

Fig. 2 SEM micrographs of AlN thin films surface with different ion source power



(a)0 kW (b)0.4 kW (c)0.7 kW (d)1.0 kW (e)1.3 kW

图 3 AlN 薄膜试样截面形貌的 SEM 图

Fig. 3 SEM micrographs of AlN thin films section with different ion source power

图 4 为不同离子源功率条件下所对应的膜层厚度。当离子源功率小于 0.7 kW 时,膜层厚度随着离子源功率的增加而呈明显的上升趋势;而当离子源功率超过 0.7 kW 时,膜层厚度基本上随着离子源功率的增加而降低。这主要是由于离子源功率的增加,有利于提高气体离化率,能够提供充足的 N^{3-} 与溅射出的 Al^{3+} 进行结合生成 AlN,从而提高沉积速率,使得膜层厚度增加。然而随着离子源功率的继续增加,沉积粒子流的密度和能量都得到进一步提高^[11],具有高能量的粒子以很快的速度沉积到膜层表面,沉积粒子与薄膜表面发生碰撞,使粒子之间排列更加紧密,形成膜层致密的薄膜,或者沉积粒子将能量转移到薄膜表面的粒子上,使已沉积的粒子发生再溅射^[12];同时,由于 N^{3-} 的增加,使靶毒化加重,在同一功率条件下溅射速率也会有所下降,进而薄膜厚度变薄。故薄膜沉积是在上述原因共同作用下发生的,前者在离子源功率较低时起主导作用,后者在离子源功率较高时起主导作用。

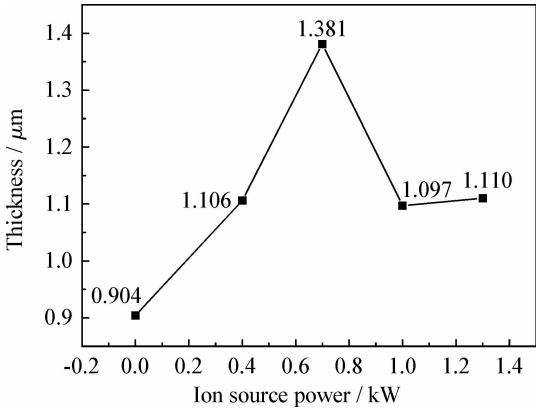


图 4 AlN 膜层厚度与离子源功率的关系图
Fig. 4 Thickness of AlN thin films with different ion source power

2.2 薄膜的硬度

图 5 为 AlN 膜层硬度随离子源功率的变化曲线,从图中可知,随着离子源功率的增加,薄膜硬度逐渐增大,当离子源功率超过 0.7 kW 时,膜层硬度变化不大。这主要是由于当离子源功率在 0.7 kW 以内时,随着功率的提高,沉积粒子的能量增加,沉积时,粒子与基体表面的碰撞增加,使得沉积粒子与基体表面粒子的排列致密,使其硬度提高;当离子源功率大于 0.7 kW 时,膜层致密度及结构变化不大,硬度值基本稳定。

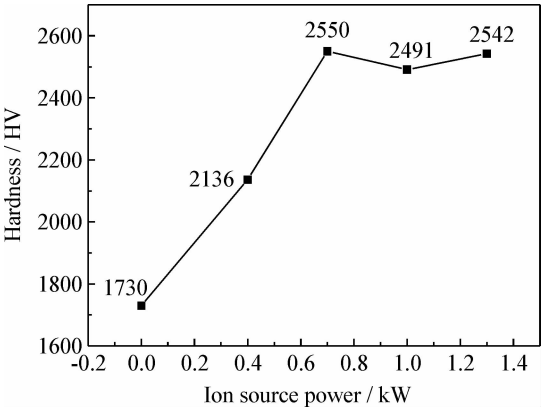


图 5 AlN 膜层硬度随离子源功率的关系曲线
Fig. 5 Hardness of AlN thin films with different ion source power

2.3 薄膜的膜/基结合力

薄膜的膜/基结合力(如图 6 所示)随着离子源功率的增加而增加。这主要是由于离子源功率的增大,使得轰击基材表面的粒子具有越来越高的能量,为已经附着在基材表面的原子与基材反应提供能量,借助于级联碰撞导致界面原子混合,在薄膜初始形成阶段,形成原子混合过渡区,提高镀层与基材的结合力^[13-17],同时为成膜粒子提供了能量,使其表面迁移能力得到提高,粒子的注入效应得以增强,所以离子源功率越大,薄膜的膜/基结合力越好。

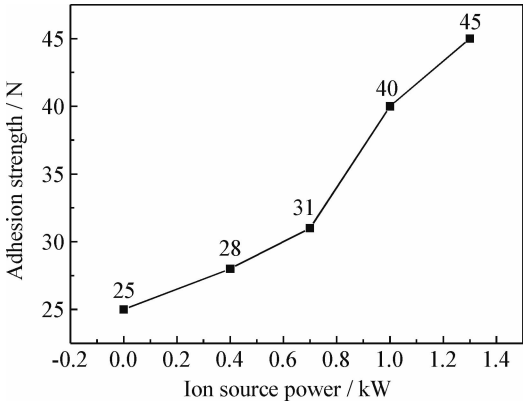


图 6 膜/基结合力与离子源功率的关系
Fig. 6 Adhesion of AlN thin films vs ion source power

2.4 薄膜的相组成

图 7 为不同离子源功率下所制备膜层的 XRD 图谱。从图 7 可知,随着离子源功率的不同,AlN 薄膜样品的 XRD 图谱也发生了一定的

变化。当没有离子源辅助沉积时(离子源功率为 0 kW),膜层中含有大量的 Al 相,而施加离子源辅助沉积(离子源功率为 0.4 kW),AlN 相含量显著提高,在(100)、(002)和(110)晶面均呈现良好的结晶性。随着离子源功率的提高(离子源功率大于 0.7 kW),AlN 相择优取向明显,沿(100)晶面生长,并且峰形宽化,馒头峰的趋势明显,AlN 的衍射峰普遍左移。这可能是由于离子源功率的增加使得沉积粒子的能量增大,使膜层的内应力提高;结合图 2 和图 3 薄膜样品表面及截面形貌图,晶界逐渐的模糊,说明也有向非晶转化的趋势。

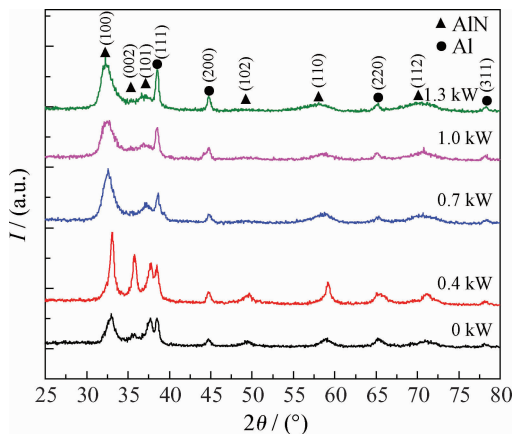


图 7 不同离子源功率下所制备膜层的 XRD 图谱

Fig. 7 XRD spectra of AlN thin films with different ion source power

3 结 论

(1) 随着离子源功率的增加,所沉积的 AlN 薄膜致密度和膜/基结合力均显著提高,而膜层沉积速率和硬度则呈先上升后降低的规律。

(2) 离子源的辅助沉积,有利于 AlN 相的合成,当离子源功率大于 0.7 kW 时,AlN 沿(100)晶面择优取向明显,并且随着离子源功率的提高,所沉积膜层有向非晶化转变的趋势。

参考文献

- [1] 赖珍荃,邹文祥,李海翼,等.溅射气压对 DC 磁控溅射制备 AlN 薄膜的影响[J]. 南昌大学学报,2011,35(1): 52-55.
- [2] 张楼英,李朝林. LED 封装中的散热研究[J]. 电子与封装,2009,9(5): 1.
- [3] 乔保卫,刘正堂,李阳平,等. 工艺参数对磁控反应溅射 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, Lenoir B, Dauscher A. Optical and thermal characterization of AlN thin films deposited by pulsed laser deposition [J]. Applied Surface Science, 2002, 186: 507-512.
- [5] Huang A P, Wang G J, Xu S L, et al. Oriented AlN films prepared with solid AlCl₃ source by bias assisted Cat-CVD [J]. Materials Science and Engineering, 2004, B107(2): 161-165.
- [6] Zollner, Stefan, Konkar, et al. Dielectric function of AlN grown on Si (111) by MBE [J]. Materials Research Society Symposium-Proceedings. 1999, 572(38): 231-236.
- [7] Venkataraj S, Severin D, Drese R, et al. Structural, optical and mechanical properties of aluminum nitride films prepared by reactive DC magnetron sputtering [J]. Thin Solid Films, 2006, 502(1/2): 235-239.
- [8] 周滔,聂璞林,林铸国,等. 反应磁控溅射法制备(Ti, Al)N 薄膜的力学性能[J]. 中国表面工程, 2010, 23(1): 35-38.
- [9] 李朝阳,韩尔立,陈强,等. 离子源辅助磁控溅射 Cu 基镀 Cr 层机械性能研究[J]. 稀有金属, 2007, 31: 9-12.
- [10] 代明江,林松盛,侯惠君,等. 用离子源技术制备类金刚石膜研究[J]. 中国表面工程, 2005, 18(5): 16-19.
- [11] 卢春灿,聂朝胤,潘婧,等. 阳极线性离子源辅助磁控溅射沉积氮化钛薄膜的研究[J]. 材料导报, 2010, 24(25): 29-32.
- [12] 闫少健,王玲玲,林宝珠,等. 离子源辅助中频磁控溅射法在活塞环表面沉积 CrN 涂层[J]. 粉末冶金材料科学与工程, 2010, 15(6): 549-553.
- [13] Chen H W, Yang C R, Fu C L, et al. Ferroelectric and microstructural characteristics of Ba_{0.6}Sr_{0.4}TiO₃ thin films prepared by RF magnetron sputtering [J]. Materials Science & Engineering B, 2005, 121(1/2): 98-102.
- [14] Kim G, Lee S, Hahn J. Properties of TiAlN coatings synthesized by closed-field unbalanced magnetron sputtering [J]. Surface and Coatings Technology, 2005, 19(1/2/3): 213-218.
- [15] Baba K, Hatada R. Preparation and properties of metal containing diamond-like carbon films by magnetron plasma source ion implantation [J]. Surface and Coatings Technology, 2005, 196(1/2/3): 207-210.
- [16] West G T, Kelly P J. Improved properties of optical coatings through substrate pretreatment [J]. Thin Solid Films, 2006, 502(1/2): 55-58.
- [17] Li G Q, Liu C, Li J F, et al. Plasma-ion beam source enhanced deposition system [J]. Surface and Coatings Technology, 2005, 193(1/2/3): 112-116.

作者地址: 广州市天河区长兴路 363 号

510651

广州有色金属研究院新材料研究所

Tel: (020) 3723 8263

E-mail: lnn591558468@163.com