研究与试制

中频磁控溅射AIN 薄膜的电学性能研究

贾 贞,翁卫祥,袁军林,张 杰,李 昱,郭太良

(福州大学物理与信息工程学院,福州 350002)

摘 要:利用中频反应磁控溅射在玻璃衬底上沉积了不同溅射功率的A № 薄膜。采用X 射线 衍射仪、原子力显微镜和电击穿场强测试系统研究了薄膜的结构和电学性能,并对该介质薄膜的导 通机制进行了分析。结果表明,所制备的薄膜呈非晶态,5 kW 溅射功率下制备的薄膜具有较好的 表面结构,并具有较高的耐击穿场强,约为2.1 M V /m;结合理论分析发现,A N 在不同的场强条 件下以某一种导通作为主要的导通机制:低场强区服从欧姆定律,随着场强升高,在不同的阶段分 别以肖特基效应,普尔-弗兰凯尔效应和F-N 效应为主。

关键词: A N 薄膜; 中频反应磁控溅射; 电学性能; 导通机制 中图分类号: O 484 **文献标识码**: A **文章编号:** 1005-488X (2010) 02-0122-05

Electrical Properties of AN Films Deposited by Middle Frequency Magnetron S puttering

Jia Zhen, Weng Weixiang, Yuan Junlin, Zhang Jie, Li Yu, Guo Tailiang (College of Physics and Information Engineering, Fuzhou University, Fuzhou, 350002, CHN)

Abstract A lum inum nitride thin films were deposited on glass substrates at different sputtering powers by medium-frequency reactive magnetron sputtering. The structure and electrical properties of A N thin films were characterized by X-ray diffraction, atom ic force m icroscopy and electrical breakdown field strength measurement system, and the conduction mechanisms of these dielectric films were analyzed. The result indicates that the prepared thin films are amorphous, and the thin film deposited at 5 kW sputtering power has better surface and higher breakdown field strength which is 2.1 MV/cm. It is found that A N thin films have different conduction mechanisms of various field strengths combined with theories. The conduction mechanism follows O hm s law in the low-field area; then as the field strength increases, the Schottky Effect, Poole-Fulankaier Effect and F-N Effect are respectively regarded as the main mechanism at different stages

Key words: A N thin film; medium frequency magnetron reaction sputtering; electrical proprety; conduction mechanism

收稿日期: 2010-01-29

基金项目: 国家"863 "计划重大专项(200&AA 03A 313); 福建省重大科技专项(2004HZ01-2) 作者简介: 贾 贞(1987—), 男, 硕士研究生, 主要从事平板显示技术光电功能薄膜的研究; (Email: jiazhen1sfy@163 cm) 翁卫祥(1982—), 男, 硕士, 实习研究员, 主要从事薄膜物理的研究; 袁军林(1980—), 男, 博士, 助理研究员, 主要从事功能材料薄膜研究。

引 言

近年来, 氮化铝(A N)的受关注度逐渐升温。由 于A N 薄膜自身优异的物理和化学性质, 比如热导 率高、电阻率大、击穿场强高、化学稳定性好和低热 膨胀系数等特点^[1-2], 使其在光学、电子和机械等领 域都得到广泛的研究, 并在这些领域有着广阔的应 用前景^[3]。

很多方法可以用来制备AN薄膜,比如金属有机物化学气相沉积法(MOCVD)^[4]、分子束外延(MBE)^[5]和磁控溅射^[67]等。在这些方法中,磁控溅射是最广泛使用的一种薄膜制备方法,有着工作温度低、成本廉价和环境友好无污染的独特优势。其中直流磁控溅射和射频磁控溅射是目前制备AN薄膜主要采用的方法。但前者存在靶中毒、阳极消失等问题,后者的射频电源结构复杂且沉积速率偏低。中频磁控溅射是以两个靶交替作为阴极,既能彻底消除阳极消失现象,同时又能提高沉积速率,是应用于大面积玻璃镀膜的一种理想制备方法。

国内外已经有为数不少的人在利用中频磁控溅 射制备A N 薄膜。董浩^[8]等人采用中频脉冲磁控溅 射在不同基底上沉积了(002) 取向的A N 薄膜,研 究了薄膜的结构及光电性质。任克飞^[9]等人设计了 一套阳极层离子源辅助中频磁控溅射装置,并在Si (111)衬底上制得了A N 薄膜,分析了薄膜的结构 形貌和成分。但很少有人涉猎中频磁控溅射A N 薄 膜电学性能的研究,此外,到目前为止文献尚未报道 对A N 介质薄膜导通机制方面的探讨。本文在前人 工作的基础上着重对A N 薄膜的电击穿场强及其 导通机制进行研究。

1 实 验

镀膜系统采用北京仪器厂的JPGD-1200 型磁 控溅射镀膜机,中频电源选择德国H ttering 公司生 产的T IG20/100PSC 型电源。两块A1 靶的纯度为 99.99%,靶面尺寸为 600 mm × 120 mm,靶与基片 间的距离为8 cm。工作气体为纯度 99.999% 的Ar, 反应气体为纯度99.99% 的N₂,Ar 通过质量流量计 调节流量,N₂ 经由压电陶瓷阀导入真空室。

玻璃基片清洗是在深圳和科达超声设备有限公司生产的HKD-14732 玻璃超声清洗机中完成, 之后 放入洁净烘箱烘干。用机械泵和分子泵将镀膜室的 本底真空抽至2.0×10⁻³ Pa, 而基片需要在130 ℃ 下烘烤0 5 h。正式镀膜前先通入一定量的Ar,开启 中频电源对两块A1靶预溅射15 m in,目的是清除靶 表面的污染物和氧化层。再充入一定量的N₂,直到 辉光颜色由粉色变成橘红色,表示已经进入化合物 溅射模式。将基片正向对准靶面溅射,30 m in 后停 止并自然冷却。选择在不同的工艺条件下制备三块 样品,工艺参数见表1。

表1 AIN 薄膜的制备工艺条件

Tab 1	Process	cond it ion s	of	deposit	ing A	IN	th in	f ilm s	5
-------	---------	---------------	----	---------	-------	----	-------	---------	---

	样品	Ar流量	N 2 流量	溅射功率	工作气压		
	序号	$(\text{cm}^3/\text{m in})$	$(\text{cm}^3/\text{m in})$	(kW)	(Pa)		
	1	160	60	1	0.6		
	2	160	60	3	0.6		
	3	160	60	5	0.6		

采用V eeco 公司Dektek 6M 台阶仪测量A N 薄膜的厚度;采用Philips X Pert Pro X 射线衍射仪分析薄膜的晶向结构;采用本原纳米仪器公司的 CSPM 3000 型原子力显微镜及其图像分析软件 Im-ager4.0 对A N 薄膜的表面形貌进行表征;采用自 组装的电击穿测试系统分析样品的电学性能。

2 结果与讨论

2.1 AIN 薄膜的微观结构与表面形貌

图1为1 kW、3 kW 和5 kW 三种溅射功率下反 应溅射沉积A N 薄膜的X 射线衍射(XRD)谱图。从 XRD 图中可以看出,当N₂流量恒定为60 cm³/m in 时,三种不同溅射功率下薄膜的XRD 谱图上没有尖 锐的衍射峰,说明在三种溅射功率下沉积的薄膜是 非晶的。本文认为是受沉积薄膜时的基片温度的影 响,由于基片的温度较低,溅射粒子沿着玻璃表面的 迁移能力较弱,来不及运动到能量最低的位置,未能



图1 不同溅射功率条件下AN 薄膜的XRD 图

Fig 1 XRD patterns of A N films deposited at different sputtering powers

形成晶态结构的薄膜。然而, 文献有报道, 晶态薄膜 中的晶界会对其绝缘性能有影响, 对于非晶态的薄 膜, 反而具有较好的绝缘特性^[10-11]。

124

图2为1 kW、3 kW 和5 kW 三种溅射功率下反 应溅射沉积A N 薄膜的A FM 图,图(a)、(b)、(c)依 次对应功率1 kW、3 kW 和 5 kW。从三种不同溅射 功率下A N 薄膜的表面形貌可以看出:当溅射功率 为1 kW 时,表面均方根粗糙度(R_{MS})为0.833 nm, 当溅射功率为3 kW 时,表面均方根粗糙度为0.411 nm,当溅射功率为5 kW 时,表面均方根粗糙度为 0.294 nm。可见,随着溅射功率增加,A N 薄膜表面 逐渐光滑,膜层的缺陷减少,薄膜变得致密,表面粗 糙度下降。





Fig 2 AFM morphologies of AN films deposited at different sputtering powers

对于三种不同溅射功率沉积出的A № 薄膜,本 文将分别对其作电学性能测试,通过比较电学性能 的优劣选出最优的介质薄膜。

2.2 AIN 薄膜的电学性能

在M M (金属/绝缘体/金属)结构中,只要在上下电极间加上几十伏量级的电压就能在薄膜内部产生 $10^5 \sim 10^6 V/cm$ 的场强,因此M M 的电击穿场强是一个重要的电学性能参数。本文选择自组装的电击穿测试系统对其进行测量,电压和电流由A gilent 34401A 获得。测试方法是将要测试的样品置于真空腔体内,以防止外界电磁干扰,具体操作是在底电极加正电压,上电极加负电压。测试样品制作成所需要的M M 结构,具体成分为CrCuCr/A N /CrCuCr, 相应的厚度为190 nm /500 nm /190 nm。M M 结构的制作流程图如图 3 所示。



图3 M M 结构制备流程图



测试时先选一片作为预测样片,大致测出M M 结构的耐击穿电压,这样做目的是初步了解介质膜 的电压击穿点,有利于正式实验中对击穿场强的把 握,使得到的实验数据更加准确。采用步进升压法施 加电压:从0∨开始缓慢加大电压,因为绝缘层的击 穿是瞬间发生的,当电流突然增大时,意味着绝缘层 已经击穿。图4 是三种不同溅射功率沉积A N 薄膜 所制得M M 结构的*I-V* 特性曲线。分析曲线后发现 A N 薄膜分别在约88 V、94 V 和105 V 时被击穿, 经计算得到击穿场强依次为 1.76 MV/cm、1.88 MV/cm、2.1 MV/cm。显然在溅射功率为5 kW 时 所制得A N 薄膜的电击穿性能更加优越。

介质膜作为很好的绝缘体,并非真正意义上的 绝缘,在外加电场作用下仍会有一定的电流通过,并 且介质膜在不同的电场强度下存在着不同的导通机 制,而不同的导通机制又可以用来判定介质膜的优





3。下面就通过对溅射功率为5 kW 时所制得M M 结构的*J*-*E* 特性的分析, 来获得A N 薄膜的导通机 制。图5(a)是A N 为介质膜的M M 电容结构的*I*-*V* 曲线经过转换后得到的*J*-*E* 曲线。从图5(a)中截取 E < 0.4 MV/cm范围内的曲线, 如图5(b)所示, 从 图中看出在E < 0.4 MV/cm的范围内, 电流密度随 着场强增大呈现出线性增加, 体现出近似于准欧姆 特性。



测得的数据所制得的M M 结构电流密度的对 数 $\ln(I)$ 随场强的平方根 $E^{\frac{1}{2}}$ 的关系曲线如图6 所示。 在电场强度为0.4~1.2 M V /cm 范围内,曲线呈现 出很好的线性关系,参考肖特基效应的理论公式我 们发现,肖特基效应的电流密度对数 $\ln I = \sqrt{E}$ 成 线性关系。可以判定此时的导电方式是肖特基导通 机制,这时候所加的电场使电子逸出金属的势垒降 低,金属电极表面的电子向介质中发射变得容易,而 从曲线的范围来看它也是薄膜主要的导通方式。



Fig. 6 $\ln J = E^{1/2}$ cruve of the A N film

图7 是场强大于1.2MV/cm时的 $\ln(J/E)$ - $E^{1/2}$ 关系曲线。可看到在2.1MV/cm>E>1.2MV/cm 的场强范围内,曲线显示出很好的线性,符合普尔-费兰凯尔公式,此种情况下 $\ln(J/E)$ 同 $E^{1/2}$ 呈现线性 关系,从图中可以看出,对于制备的AN薄膜,此时 的导通机制主要是普尔-费兰凯尔效应在起作用,此 时电流主要来自于介质内部的价带与导带电子的受 激发。

 $E^{1/2} - 13$ $E^{$

图8 为A N 薄膜的 $\ln (J / E^2)$ - $\frac{1}{E}$ 曲线。从图8 中



可以看出, 当场强大于 2.1 MV / cm 时, $\ln(J/E^2)$ 和 $\frac{1}{E}$ 呈现出较好的线性关系, 根据富勒-诺德汉姆公 $\vec{x}^{[12-14]}$, 当薄膜的导通机制为F-N 效应时, $\ln(J/E^2)$ 和 $\frac{1}{E}$ 呈线性关系。这表明此时发生了F-N 隧道导通, 这是由于高场强下电子可能会由于隧道效应穿过势 垒, 产生隧道导通现象。由于发生F-N 导通时, 电流 密度J 随场强E 的变化是指数关系, J 随E 的变化 极其敏感, 即E 增大一点就会有很大的电流产生, 这 在实验中已得到验证; 在预测过程中当介质膜的外 加电压在这个范围内稍微变化, 电流就会突增到毫 安量级, 介质膜被击穿从而失去绝缘性, 并且这种击 穿是不可逆的。

3 结 论

126

利用中频磁控反应溅射在玻璃基底上制备了 A N 薄膜,发现溅射功率对薄膜的晶向结构和表面 形貌均有着显著的影响。分别对三种不同溅射功率 条件下制备的A N 薄膜进行电学性能测试,发现溅 射功率5 kW 时沉积A N 薄膜的电击穿场强最高, 约为2.1 M V /cm,且击穿场强在小于0.4 M V /cm、 0.4~ 1.2 M V /cm、1.2~ 2.1 M V /cm 和大于 2.1 M V /cm 范围内的导通机制分别为准欧姆特性、肖

特基效应、普尔-费兰凯尔效应和F-N 效应。

参考文献

- Bengtsson S, Bergh M, Choumas M, et al Applications of A lum inium N itride films deposited by reactive sputtering to silicon-on-insulator materials [J]. Jpn J Appl Phys, 1996, 35: 4175-4181.
- [2] Kuang J C, Zhang C R, Zhou X G, et al Synthesis of high them al conductivity nano-scale alum inum nitride by a new carbothernal reduction method from combustion precursor [J]. J Cryst Grow th, 2003, 256: 288-291.
- [3] Strite, Morkoc H. GaN, A N, and InN: a review [J]. J V ac Sci Technol B, 1992, 10: 1237-1266
- [4] Mastro M A, Eddy Jr C R, Gaskill D K, et al MOCVD grow th of thick A N and A lGaN superlattice structures on Si substrates[J] J Cryst Grow th, 2006, 287(2): 610-614
- [5] V ispute R D, Wu H, Narayan J. Epitaxial grow th of A N thin film s on silicon (111) substrate by pulsed laser deposition[J].
 Appl Phys Lett, 1995, 67(27): 4724-4728
- [6] Wu Long, Wu Sean, Song Hongtie Influence of sputtering pressure on physical structure of A N films prepared on Y-128 L NbO₃ by rf magnetron sputtering[J]. J V ac Sci Techno1A, 2001, 19(1): 167-170
- [7] O liveira IC, Grigorov K G, Maciel H S, et al High textured A N thin films grown by RF magnetron sputtering; composition, structure, morphology and hardness[J] V acuum, 2004, 75(4): 331-338
- [8] 董浩,黎明锴,刘传胜,等中频脉冲磁控溅射制备氮化铝薄
 膜[J],武汉大学学报,2002,48(3):339-342
- [9] 任克飞, 阴明利, 邹长伟, 等 中频磁控溅射制备AN 薄膜[J]. 核技术, 2009, 32(3): 169-172
- [10] Kwon DaeHyuk, Cho ByungWoog, Kin ChangSoo, et al Effects of heat treatment on TaO5 sensing membrane for low drift and high sensitivity pH-ISFET [J]. Sensors and Actuators B, 1996, 34: 441-445.
- [11] 马志伟,米仪琳,张 铭,等 氧气氛退火对磁控溅射Ta₂Os薄 膜结构,表面形貌及电学性能的影响[J].北方工业大学学报, 2007,19(3):58-61.
- [12] 金维芳. 电介质物理学[M]. 北京: 机械工业出版社, 1995: 41-120
- [13] 孙日珍 电介质物理基础[M] 广州: 华南理工大学出版社, 2000: 143-190
- [14] 科埃略 R. 阿拉德尼兹B. 电介质材料及其介电性能[M]. 张冶 文, 陈 玲, 译 北京: 科学技术出版社, 2000: 162-179.