

DOI: <https://doi.org/10.30898/1684-1719.2024.10.8>

УДК: 538.975

**ИССЛЕДОВАНИЕ ПЬЕЗОЭЛЕКТРИЧЕСКИХ СВОЙСТВ
ПЛЕНОК НИТРИДА АЛЮМИНИЯ,
СФОРМИРОВАННЫХ НА СЛОЯХ АЛЮМИНИЯ И МОЛИБДЕНА
ДЛЯ СОЗДАНИЯ МИКРОЭЛЕКТРОННЫХ ОАВ-РЕЗОНАТОРОВ**

А.Ю. Куклев^{1,2,3}, В.И. Струнин^{1,3}, Л.В. Баранова^{1,3},
Н.А. Давлеткильдеев^{1,3}, Н.А. Чириков^{1,2}

¹ Омский научный центр СО РАН (Институт радиофизики и физической электроники)
644024, Омск, пр. Карла Маркса, 15

² Омский научно-исследовательский институт приборостроения
644071, Омск, ул. Масленникова, 231

³ Омский государственный университет им. Ф.М. Достоевского
644077, Омск, пр. Мира, 55-А

Статья поступила в редакцию 22 октября 2024 г.

Аннотация. В работе представлены результаты АСМ-измерений продольного пьезомодуля d_{33} в пленках нитрида алюминия, полученных методом вакуумного магнетронного распыления в реактивной газовой смеси аргона и азота. Представлены зависимости пьезомодуля d_{33} от технологических параметров напыления пленок AlN, таких как температура подложки, мощность магнетронного разряда и соотношение потоков азота и аргона и вакуумной камере. На основании анализа полученных данных определены оптимальные технологические режимы формирования пленок нитрида алюминия для формирования пьезоэлектрического слоя ОАВ-резонатора.

Ключевые слова: магнетронное напыление, нитрид алюминия, ОАВ-резонатор, пьезомодуль d_{33} , тонкие пленки.

Финансирование: Исследование выполнено при поддержке гранта Российского научного фонда (проект № 23-12-20010).

Автор для переписки: Куклев Александр Юрьевич, alexanderkuklev@mail.ru

Введение

В настоящее время актуальна проблема создания тонкопленочных микроэлектронных устройств на основе пьезоэлектрических пленок, получаемых газопламенными способами, обеспечивающих стабильную работу в СВЧ-диапазоне [1]. В частности, актуальна проблема создания тонкопленочного резонатора с Брэгговским отражателем [2, 3].

Слои отражателя формируются из металлов, которые должны обладать разными показателями акустического импеданса и близкими значениями скорости распространения акустической волны [3]. Конструкция устройства состоит из ситалловой подложки (СТ-50), на которой формируется многослойная структура Брэгговского отражателя, обеспечивающая акустическую изоляцию электроакустического преобразователя с нижним и верхним электродом от подложки.

Слои Брэгговского отражателя выполняются из пар слоев алюминия (Al) и молибдена (Mo). Данные материалы обладают требуемыми характеристиками [3]. Поэтому основной интерес обусловлен характеристиками пленок AlN, сформированных на слоях Al и Mo на ситалловых подложках. В работе исследовались пленки AlN полученные методом вакуумного магнетронного распыления в атмосфере аргона и азота.

Целью данной работы является исследование зависимости значений продольного пьезомодуля d_{33} от технологических режимов формирования пленок AlN и материала зародышевого слоя.

1. Методика эксперимента

В качестве способа контроля получаемых пленок нитрида алюминия использовался метод сканирующей силовой микроскопии пьезоотклика (ССМП). Данный метод основывается на явлении обратного пьезоэффекта. Контакт микроскопа контактирует с металлическим слоем пленочной структуры подложка-Al (или Mo)-AlN-, а кантилевер с поверхностью пленки AlN (рис. 1). При подаче переменного электрического поля в пленке AlN возникают

механические колебания, которые получаются зафиксировать как изменение амплитудного контраста поверхностного слоя исследуемого образца. В нескольких точках определяется сигнал пьезоотклика в виде амплитуды и фазы колебаний кантилевера, что позволяет определить значение пьезомодуля в выбранной точке. Исследования проводились в двух режимах измерения сигнала пьезоотклика: одночастотном и режиме Dual AC Resonance Tracking (DART) [4].

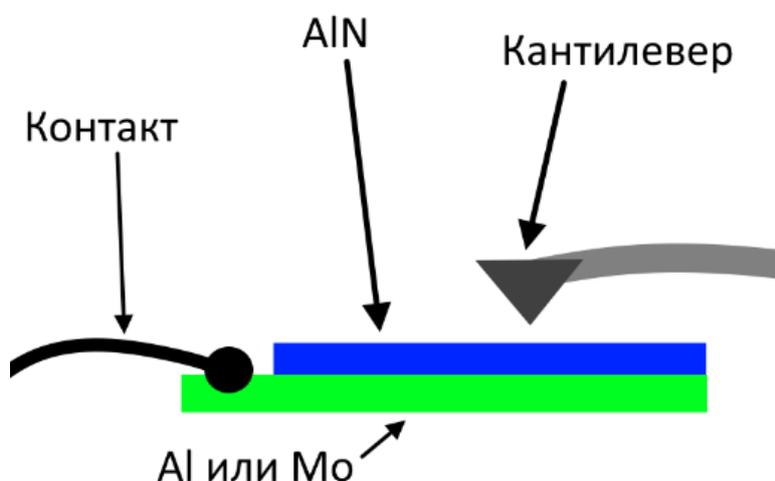


Рис. 1. Принцип работы ССМП измерений.

Пленки AlN были получены методом вакуумного магнетронного распыления алюминиевой мишени в реактивной газовой смеси аргона и азота. Вакуумная камера предварительно откачивалась турбомолекулярным насосом (ТМН) до давления $5 \cdot 10^{-5}$ Па. Рабочее давление вакуумной камеры в процессе магнетронного формирования при различных потоках азота и аргона регулировалось положением шиберной заслонки ТМН, и составляло – 0,07 Па. Температура подложки в процессе напыления поддерживалась с помощью ИК-излучения в диапазоне.

2. Результаты и обсуждение

Параметры технологических режимов формирования и результаты измерения пьезомодуля d_{33} для пленок AlN, сформированных при различных температурах подложки представлены в таблице 1.

Таблица 1. Характеристики пленок, полученных при различных температурах подложки.

Образец	Подслой	Температура подложки, °C	Толщина, мкм	<d33>, пм/В	$\Delta d33$, пм/В	<d33>, пм/В	$\Delta d33$, пм/В
				Одночастотный	DART		
№ 208	V-Mo	250	0,64	0,764	0,184	1,330	0,760
	V-Al			1,072	0,215	0,863	0,781
№ 209	V-Mo	300	0,62	1,343	0,190	1,990	0,590
	V-Al			1,107	0,245	1,413	0,720
№ 211	V-Mo	350	0,60	1,353	0,251	2,043	0,931
	V-Al			1,003	0,266	0,993	0,890
№ 212	V-Mo	400	0,54	1,098	0,315	1,323	0,770
	V-Al			1,065	0,312	0,967	0,631

Как известно из литературных данных, наибольшее значение продольного пьезомодуля $d33$ имеют пленки с преимущественной ориентацией кристаллитов вдоль оси (002) - [5], т.к. спонтанная поляризация вюрцитной решетки нитрида алюминия происходит по оси с [6].

Исходя из данных, представленных в таблице, построены графики зависимости пьезомодуля $d33$ от температуры подложки для подслоев Al и Mo (рис. 2).

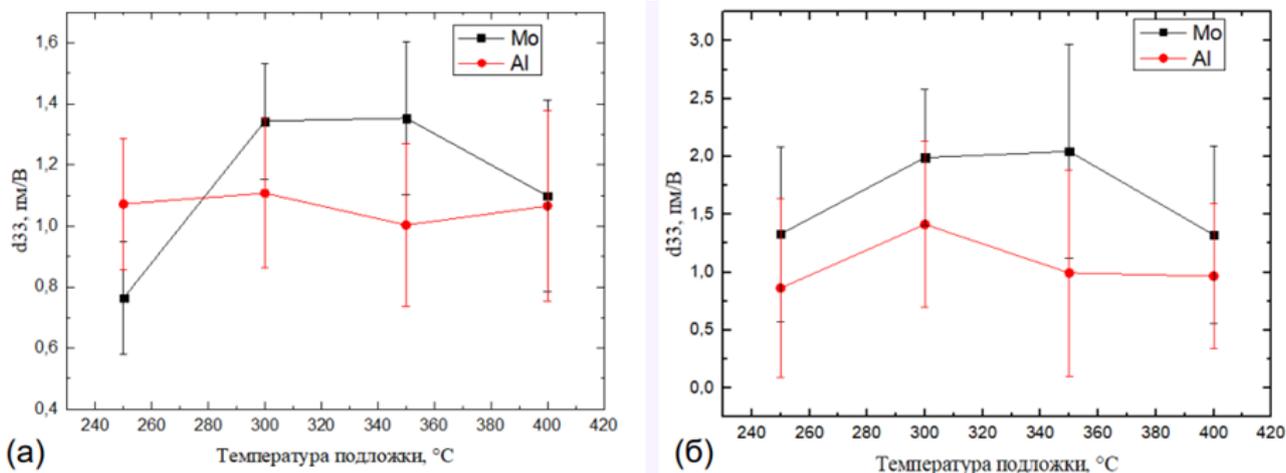


Рис. 2. Зависимость пьезомодуля $d33$ от температуры подложки: (а) – одностотный метод, (б) – метод DART.

Как показано на рисунке 2 (а, б), значение $d33$ возрастает с увеличением температуры подложки от 250 °C до 350 °C для подслоя из Mo и при температуре от 250 °C до 300 °C для подслоя Al, после чего значение пьезомодуля начинает

уменьшаться. Это связано с влиянием температуры подложки на энергию осаждаемых на поверхность подложки атомов алюминия и азота. При температуре подложки от комнатной до 200 °С в поликристаллической пленке AlN формируются плоскости с низкой энергией формирования, такие, как (100). При увеличении температуры подложки, энергии становится достаточно для формирования плотноупакованной плоскости (002), вследствие чего происходит рост значения d_{33} [7,8]. Снижение пьезомодуля при температуре подложки 360 °С для пленки с подслоем из Mo может быть связано с изменениями текстуры поверхности [9, 10].

Для пленок AlN на подслое Al характерно появление механических напряжений пленки из-за разницы коэффициентов линейного температурного расширения между пленкой AlN ($4,6 \cdot 10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}$) пленкой Al ($25 \cdot 10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}$). Это подтверждается данными работ [8, 9], в которых пик доли плоскости (002) в пленках AlN, полученных при различных условиях напыления, наблюдался в диапазоне температур от 200-400 °С. Более низкие значения коэффициента d_{33} пленок нитрида алюминия на подслое Al связаны с рекристаллизацией, происходящей в пленке Al вследствие низкой температуры плавления Al (660 °С), в отличие от тугоплавкого Mo (2600 °С), что при температуре формирования пленки AlN равной 250-400 °С вызывает изменение структуры самого подслоя Al и осажденного на нем AlN [10].

Технологические параметры напыления пленок AlN при различных соотношениях рабочего газа и температуре 390 °С представлены в таблице 2.

Таблица 2. Характеристики пленок, полученных при различных потоках рабочего газа.

Образец	Подслой	Ar/N ₂	Толщина, мкм	<d33>, пм/В	Δd33, пм/В	<d33>, пм/В	Δd33, пм/В
				Одночастотный	DART		
№ 213	V–Mo	4/6	0,53	0,530	0,051	0,750	0,290
	V–Al			0,480	0,089	0,567	0,320
№ 214	V–Mo	5/6	0,65	0,867	0,195	1,267	0,595
	V–Al			0,531	0,246	0,600	0,455
№ 218	V–Mo	6/6	0,61	0,617	0,120	1,000	0,700
	V–Al			0,535	0,123	0,700	0,050
№ 219	V–Mo	7/6	0,65	1,320	0,122	2,043	0,825
	V–Al			0,817	0,240	1,350	0,885

Увеличение концентрации аргона в газовой смеси Ar/N₂ от 4/6 к 5/6 при постоянной мощности разряда 650 Вт приводит к увеличению значения коэффициента d33 (рис. 3). Это связано с тем, что потенциал ионизации аргона выше, чем азота, именно атомы аргона ответственны за передачу энергии атомам алюминиевой мишени [11, 12].

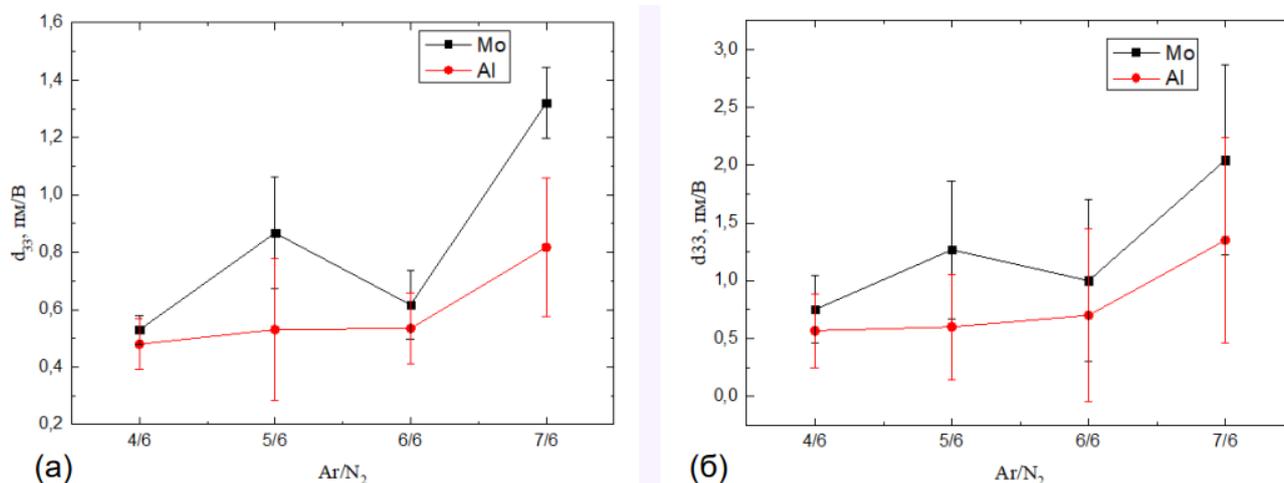


Рис. 3. Зависимость пьезомодуля d33 от концентрации аргона в газовой смеси: (а) – одночастотный метод, (б) – метод DART.

Таким образом, чем больше концентрация аргона в газовой смеси, тем больше кинетической энергии передается от атомов аргона к атомам алюминия, что позволяет формироваться на поверхности плоскости (002) в объеме AlN, вследствие чего возрастает значение пьезомодуля d33 в диапазоне изменений концентрации Ar/N₂ от 4/6 до 5/6 и от 6/6 к 7/6 sccm.

Изменение характера зависимости значений d_{33} при потоках Ar/N_2 – от 5/6 до 6/6 scst связано с уменьшением на данном участке силы тока магнетронного разряда с 2,1 А до 1,87 А при поддержании постоянной мощности 650 Вт. При малом токе разряда преобладает процесс азотирования мишени, что приводит к увеличению концентрации азота в осаждаемой пленке. При увеличении тока возрастает скорость очистки поверхности мишени и концентрация азота в осаждаемых пленках уменьшается.

Технологические параметры напыления пленок AlN при разной мощности магнетронного разряда, температуре подложки 390 °С и соотношении потоков Ar/N_2 – 4/6 представлены в таблице 3.

Таблица 3. Характеристики пленок, полученных при разной мощности магнетронного разряда

Образец	Подслой	Мощность разряда, Вт	Толщина, мкм	$\langle d_{33} \rangle$, нм/В	Δd_{33} , нм/В	$\langle d_{33} \rangle$, нм/В	Δd_{33} , нм/В
				Одночастотный	DART		
№ 220	V–Mo	500	0,63	0,748	0,230	0,707	0,320
	V–Al			0,641	0,303	0,380	0,075
№ 221	V–Mo	550	0,61	1,957	0,288	1,693	0,250
	V–Al			0,770	0,254	0,383	0,250
№ 222	V–Mo	600	0,66	0,972	0,199	0,990	0,050
	V–Al			1,111	0,314	0,667	0,230
№ 213	V–Mo	650	0,53	0,530	0,051	0,750	0,290
	V–Al			0,480	0,089	0,567	0,320
№ 223	V–Mo	700	0,66	0,710	0,191	0,683	0,300
	V–Al			0,342	0,597	0,610	0,042

При увеличении мощности магнетронного разряда от 500 до 550 Вт для пленок нитрида алюминия с подслоем из Mo и мощности от 500 до 600 Вт для пленок с подслоем Al происходит увеличение числа атомов алюминия, а также рост кинетических энергий этих атомов, из-за чего происходит рост значений d_{33} . (рис. 4).

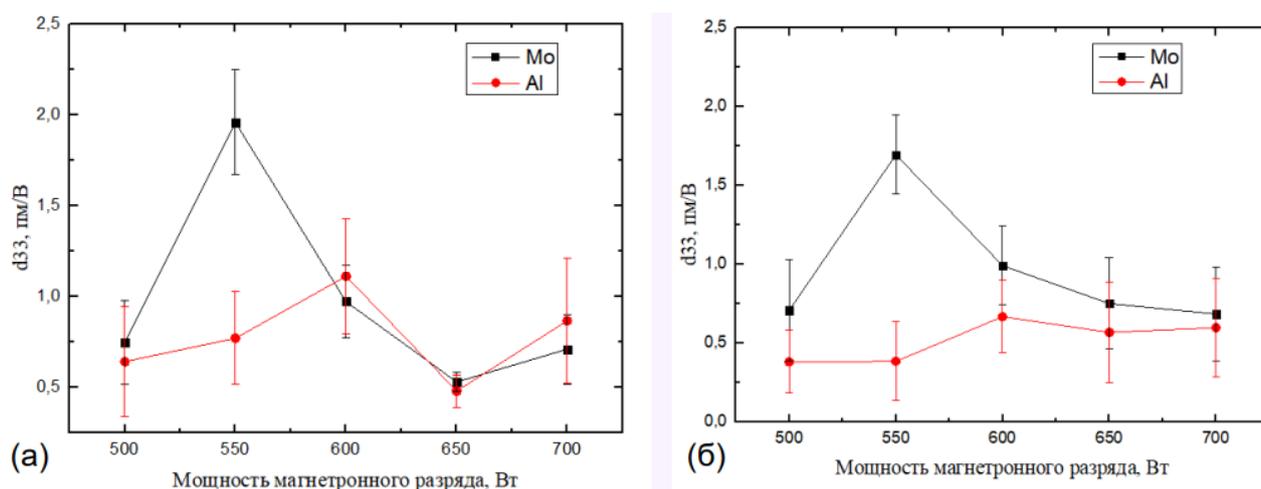


Рис. 4. Зависимость пьезомодуля d_{33} от мощности магнетронного разряда: (а) – одночастотный метод, (б) – метод DART.

Полученные результаты коррелируют с данными, представленными в работе [13]. Дальнейшее увеличение магнетронного разряда выше 600-700 Вт приводит к уменьшению значений пьезомодуля, что связано с увеличением скорости осаждения Al с поверхности мишени, вследствие чего не успевает формироваться плоскость (002). В пленках в основном формируется текстура с плоскостями (001) и (103) [14].

Еще одной особенностью является различие в величинах пьезомодуля d_{33} , полученных в одночастотном и двухчастотном режимах измерений. В основном различие в величинах наблюдается для пленок AlN, осажденных на подслои из молибдена. Пленки AlN на молибдене имеют более мелкозернистую структуру, что при измерении в одночастотном режиме с малым количеством точек измерения будет давать заниженное значение пьезомодуля d_{33} , за счет высокой вероятности попадания в межкристаллитный промежуток при установке зонда в точку измерения (рис. 5). При использовании двухчастотного режима измерений получают более усредненные значения d_{33} , т.к. в условиях измерения большого количества точек, вклад в сигнал пьезоотклика вносят как кристаллиты, так и межкристаллитные промежутки.

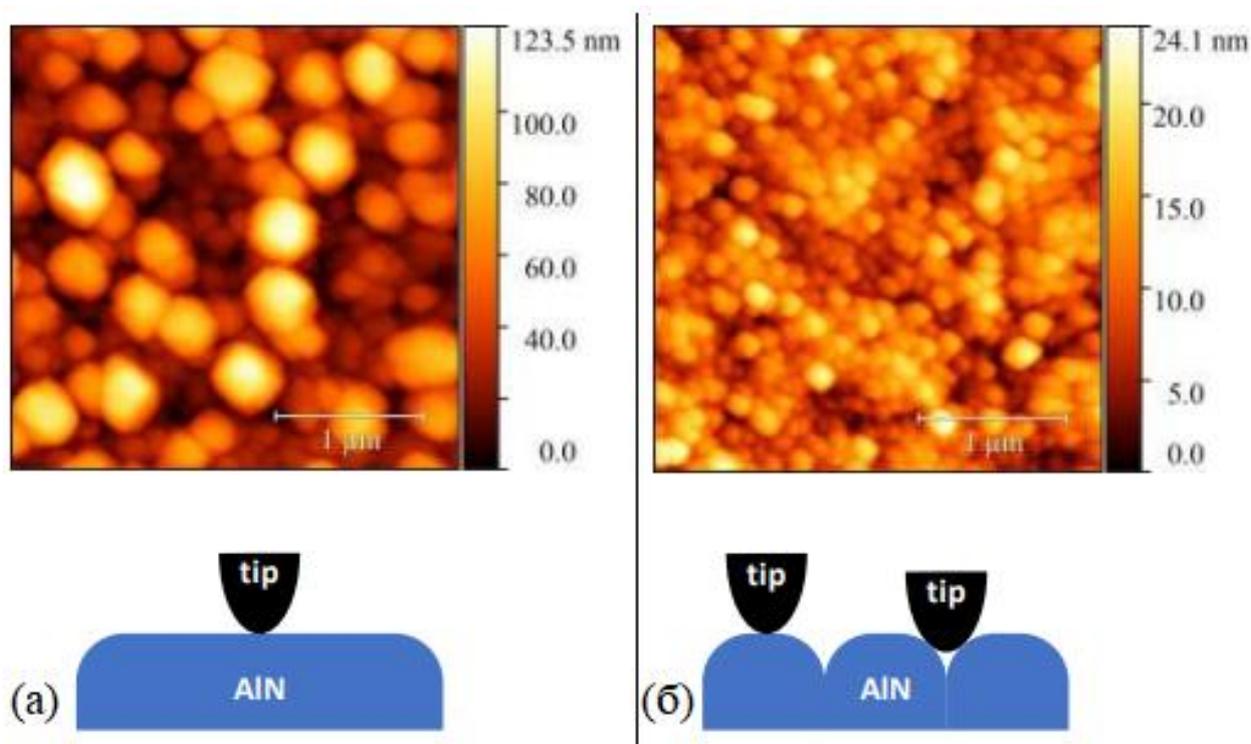


Рис. 5. Морфология поверхности AlN и схема контакта кантилевера с поверхностью образца:

(а) – AlN на подслое алюминия, (б) – AlN на подслое молибдена.

Полученные результаты измерений в двух режимах ССМП говорят о том, что значения d_{33} находятся в одном доверительном интервале величин. Это может говорить о применимости обоих режимов для контроля пьезоэлектрических свойств получаемых пленок.

Заключение

В результате проведенных исследований установлено, что пленки AlN, сформированные на подслое из молибдена, обладают большими значениями коэффициента d_{33} , чем пленки, сформированные на подслое из алюминия. Это объясняется различными коэффициентами линейного температурного расширения для AlN и Al, а также более мелкой зернистостью пленок, сформированных на подслое из Mo, чем на подслое из Al.

Увеличение температуры подложки приводит к увеличению значения d_{33} в диапазоне температур 250-350°C для подслоя Mo и температур 250 – 300 °C для подслоя Al. При температуре подложки 350 °C для пленки с подслоем Mo

происходит снижение значения пьезомодуля d_{33} , что происходит вследствие роста термического напряжения в пленке нитрида алюминия.

Увеличение концентрации аргона в газовой смеси Ar/N_2 приводит к увеличению кинетических энергий атомов алюминия и, тем самым, к увеличению доли плоскости (002) в объеме пленки AlN .

Увеличение мощности магнетронного разряда до 550 Вт для подслоя Mo и 600 Вт для подслоя Al приводит к увеличению значений пьезомодуля, что связано с увеличением кинетических энергий атомов алюминия, осаждаемых на поверхность подложки, однако, при значениях мощности выше 600-700 Вт происходит уменьшение значений пьезомодуля, что объясняется уменьшением кинетических энергий атомов алюминия вследствие увеличения частоты их столкновений, а также с увеличением скорости осаждения Al на поверхность пленки, в результате чего плоскость (002) на поверхности подложки не успевает формироваться.

Полученные результаты измерений в двух режимах ССМП говорят о том, что значения d_{33} находятся в одном доверительном интервале величин. Это может говорить о применимости обоих режимов для контроля качества получаемых пленок.

Финансирование: Исследование выполнено при поддержке гранта Российского научного фонда (проект № 23-12-20010).

Литература

1. Фещенко В.С., Зяблюк К.Н., Сенокосов Э.А., Чукита В.И., Киселев Д.А. Особенности получения пьезоэлектрических тонких пленок методом плазменного напыления из порошкообразного AlN . Российский технологический журнал. 2020;8(1):67-79. <https://doi.org/10.32362/2500-316X-2020-8-1-67-79>

2. Получение и исследование тонких пленок нитрида алюминия-скандия в составе пьезоэлектрических слоистых структур с подложками из синтетического монокристалла алмаза // Н.В. Лупарев, Б.П. Сорокин, В.В. Аксененков // Изв. вузов. Химия и хим. технология. 2020. Т. 63. Вып. 12, с. 77–84. <https://doi.org/10.6060/ivkkt.20206312.6312>.
3. Козлов А.Г., Торгаш Т.Н. Характеристики микрoэлектронного ОАВ-резонатора с пьезоэлектрическим слоем из нитрида алюминия, с электродами акустическим отражателем на основе пленок алюминия и молибдена // Техника радиосвязи. 2022. Выпуск 3 (54). С. 123–136.
4. Давлеткильдеев Н.А., Мосур Е.Ю., Никифорова А.О. Изучение пьезоэлектрических свойств ниобата лития методом сканирующей силовой микроскопии пьезоотклика // Техника радиосвязи. 2022. Выпуск 4 (55). С. 83–90.
5. Wang F., Xiao F., Song D., Qian L., Feng Y., Fu B., ... Zhang K. (2018). Research of micro area piezoelectric properties of AlN films and fabrication of high frequency SAW devices. *Microelectronic Engineering*, 199, 63–68. <https://doi.org/10.1016/j.mee.2018.07.016>
6. Nguyen T., Adjeroud N., Glinsek S., Fleming Y., Guillot J., Grysan P., & Polesel-Maris J. (2020). A film-texture driven piezoelectricity of AlN thin films grown at low temperatures by plasma-enhanced atomic layer deposition. *APL Materials*, 8(7), 071101. <https://doi.org/10.1063/5.0011331>
7. Fang L., Jiang Y., Zhu S., Ding J., Zhang D., Yin, A., & Chen P. (2018). Substrate Temperature Dependent Properties of Sputtered AlN: Thin Film for In-Situ Luminescence Sensing of Al/AlN Multilayer Coating Health. *Materials*, 11(11), 2196. <https://doi.org/10.3390/ma11112196>
8. Yang J., Jiao X. Zhang R., Zhong H., Shi Y., Du B. Growth of AlN films as a function of temperature on Mo films deposited by different techniques. *J. Electron. Mater.* 2014, 43, 369–374. <https://doi.org/10.1007/s11664-013-2867-6>

9. Iqbal A., & Mohd-Yasin F. (2018). Reactive Sputtering of Aluminum Nitride (002) Thin Films for Piezoelectric Applications: A Review. *Sensors*, 18(6), 1797. <https://doi.org/10.3390/s18061797>
10. Liu H.Y., Tang G.S., Zeng F., & Pan F. (2013). Influence of sputtering parameters on structures and residual stress of AlN films deposited by DC reactive magnetron sputtering at room temperature. *Journal of Crystal Growth*, 363, 80–85. <https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2012.10.00>
11. Takeuchi H., Ohtsuka M., & Fukuyama H. (2015). Effect of sputtering power on surface characteristics and crystal quality of AlN films deposited by pulsed DC reactive sputtering. *Physica Status Solidi (b)*, 252(5), 1163–1171. <https://doi.org/10.1002/pssb.201451599>
12. Iqbal A., Walker G., Iacopi A., Mohd-Yasin F. Controlled sputtering of AlN (002) and (101) crystal orientations on epitaxial 3C-SiC-on-Si (100) substrate. *J. Cryst. Growth* 2016, 440, 76–80. <https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2016.01.037>
13. Mironova M.I., Kapishnikov A.V., Hamoud G.A., Volodin V.A., Azarov I.A., Yushkov I.D., Kamaev G.N., Suprun E.A., Chirikov N.A., Davletkildееv N.A., et al. Characterization of Structure, Morphology, Optical and Electrical Properties of AlN–Al–V Multilayer Thin Films Fabricated by Reactive DC Magnetron Sputtering. *Coatings* 2023, 13, 223. <https://doi.org/10.3390/coatings13020223>.
14. Лузанов В.А. Особенности формирования наклонной текстуры в пленках нитрида алюминия. *РАДИОТЕХНИКА И ЭЛЕКТРОНИКА*, 2017, том 62, № 10, с. 1018–1020.

Для цитирования:

Куклев А.Ю., Струнин В.И., Баранова Л.В., Давлеткильдеев Н.А., Чириков Н.А. Исследование пьезоэлектрических свойств пленок нитрида алюминия, сформированных на слоях алюминия и молибдена для создания микроэлектронных ОАВ-резонаторов. // *Журнал радиоэлектроники*. – 2024. – №. 10. <https://doi.org/10.30898/1684-1719.2024.10.8>