

离子束辅助沉积 Al₂O₃ 薄膜的微观状态及其物理特性研究

张庆瑜* 赵文军 王平生

(大连理工大学三束材料改性国家重点实验室 大连 116024)

王亮 徐久军

朱剑豪

(大连海事大学材料工艺研究所 大连 116024)

(香港城市大学物理与材料科学系等离子体实验室)

Microstructures and Physical Properties of Al₂O₃ Films Synthesized by Ion Beam Assisted Deposition

Zhang Qingyu*, Zhao Wenjun, Wang Pingsheng

(State Key Laboratory for Materials Modification by Laser, Ion and Electron Beams, Dalian University of Technology, Dalian, 116024, China)

Wang Liang, Xu Jiujun

(Institute of Materials Technology, Dalian Maritime University, Dalian, 116024, China)

Chu Paul K.

(Department of Physics and Materials Science, City University of HongKong, 83 Tat Chee Avenue, Kowloon, HongKong, China)

Abstract Al₂O₃ films have been synthesized by ion beam assisted deposition (IBAD). Electron microscopy, atomic force microscopy, and X-ray diffraction analysis have been applied to characterize the microstructures, morphologies, and compositions of the films and their annealing behaviors. We have found that the films synthesized by IBAD are stoichiometrical Al₂O₃ films. When the substrate temperatures are lower than 500 °C, the films are dominated by amorphous phase α -Al₂O₃ and the surface roughness, refraction index, and micro-hardness increase with the increase of substrate temperature. The adhesion property of the film to substrate, however, will go bad when the substrate temperature is higher than 200 °C. The change of film morphology is related with the microstructures of the films during annealing. The process of phase transition of film is α -Al₂O₃ $\xrightarrow{800\text{ }^\circ\text{C}}$ γ -Al₂O₃ $\xrightarrow{1000\text{ }^\circ\text{C}}$ γ -Al₂O₃ + α -Al₂O₃ $\xrightarrow{1200\text{ }^\circ\text{C}}$ α -Al₂O₃.

Keywords Ion beam assisted deposition, Al₂O₃ film, Microstructure, Physical properties

摘要 本文利用透射电子显微镜、原子力显微镜、X光电子能谱等微观分析手段,系统研究了氧离子束辅助离子束沉积方法制备的 Al₂O₃ 薄膜的化学成分、微观结构、表面形貌及其随退火温度的变化,并对 Al₂O₃ 薄膜折射率、显微硬度和膜基结合强度等物理特性及其随沉积温度的变化进行了详细研究。研究发现:用离子束辅助沉积制备的薄膜基本满足 Al₂O₃ 的标准成分比;在沉积温度低于 500 °C 制备的 Al₂O₃ 薄膜以非晶 Al₂O₃ 相 α -Al₂O₃ 为主;Al₂O₃ 薄膜的表面粗糙度、折射率、显微硬度随沉积温度的增加而增加;当沉积温度高于 200 °C 时,薄膜与基体间的膜基结合强度将随沉积温度的增加而下降。分析表明:薄膜表面形貌与晶体内部的结构相变有关,薄膜的退火相变途径为 α -Al₂O₃ $\xrightarrow{800\text{ }^\circ\text{C}}$ γ -Al₂O₃ $\xrightarrow{1000\text{ }^\circ\text{C}}$ γ -Al₂O₃ + α -Al₂O₃ $\xrightarrow{1200\text{ }^\circ\text{C}}$ α -Al₂O₃。

关键词 离子束辅助沉积 Al₂O₃ 薄膜 微观结构 物理特性

中图分类号:O484.1 O484.4 文献标识码:A 文章编号:0253-9748(2003)02-0123-06

收稿日期:2002-08-02

基金项目:国家自然科学基金资助项目(No.69878002)

* 通讯联系人:116024,大连理工大学物理系;Email:qy Zhang@dlut.edu.cn

Al_2O_3 薄膜具有很多优异的物理特性,如:高介电常数、高热导率、抗辐照损伤能力强、抗碱离子渗透能力强以及在很宽的波长范围内透明^[1-4],所以,在微电子器件、电致发光器件、光波导器件以及抗腐蚀涂层等众多领域有着广泛的应用^[5-9]。目前,有很多薄膜制备技术可以制备 Al_2O_3 薄膜,如:射频磁控溅射、反应磁控溅射、分子束外延(MBE)、化学气相沉积(CVD)、脉冲激光沉积(PLD)、原子层沉积(ALD)等^[10-15]。离子束辅助沉积(IBAD)技术可以在低衬底温度下合成化合物薄膜,所制备的薄膜具有膜基结合强度高、薄膜密度大等特点,在结构薄膜材料和功能薄膜材料制备方面均有广泛的应用。

在传统的 IBAD 工艺中,氧化物薄膜的制备一般采用 Ar 离子辅助的电子束蒸发沉积方法。这一方法的沉积速率低、薄膜成分难于控制。本文采用了一种新型的 IBAD 方法,即低能氧离子束辅助离子束溅射沉积技术,在单晶硅和玻璃基片上制备出了具有高透明度的 Al_2O_3 薄膜。利用电子显微镜、X 射线衍射、原子力显微镜、X 射线光电子谱等微观分析技术,系统研究了 Al_2O_3 薄膜的化学组成、表面形貌、微观组织状态特征及其随退火条件变化的相变过程,详细探讨了 Al_2O_3 薄膜的物理特性随沉积温度的变化及其物理机制。

1 实验方法

1.1 薄膜制备

图 1 是制备 Al_2O_3 薄膜的离子束辅助沉积装置的原理简图。 Al_2O_3 薄膜的制备采用氧离子辅助的纯 Al 靶离子溅射沉积。真空系统的本底真空为 5×10^{-3} Pa,工作真空为 $(1.8 \sim 2.1) \times 10^{-2}$ Pa,氧气和氩气的分压比约为 0.8:1。溅射 Al 靶的纯度为 99.9%,面积为 $(85 \times 120) \text{mm}^2$ 。溅射氩离子束的电

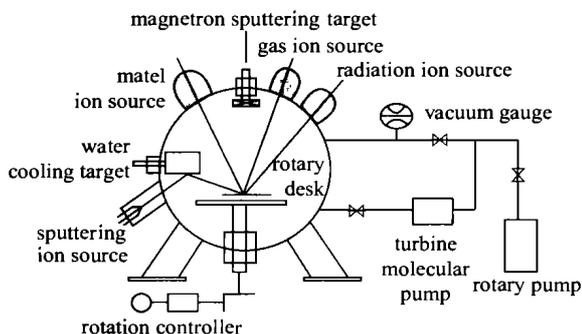


图 1 离子束辅助沉积装置的原理简图

Fig.1 Schematics of the ion beam assisted deposition

压为 3 kV、溅射束流为 30 mA;辅助氧离子束的加速电压为 500 V、离子束流为 50 mA。基片采用电阻丝加热,通过热电偶测定基片温度,实验所采用的基片温度分别为:70(未加温)、140、400、500 °C。镀膜完成以后,采用三种退火条件研究薄膜的退火行为,退火条件分别为 800、1000 °C/6 h 和 1200 °C/2 h。退火是在空气中进行的,然后随炉冷却至室温。采用(100)和(111)取向的单晶 Si 和光学玻璃作为 Al_2O_3 薄膜的衬底基片。在制备 Al_2O_3 薄膜之前,衬底基片采用超声波清洗和离子溅射清洗。

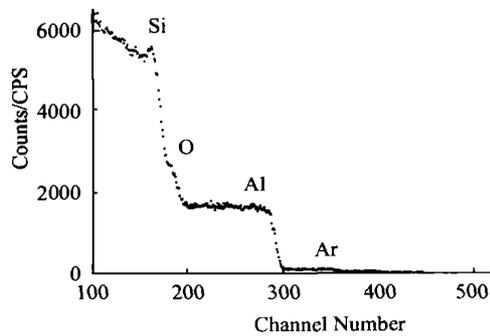
1.2 结构及性能表征

Al_2O_3 薄膜的微观结构以及随退火条件的变化研究主要是通过透射电子显微镜(TEM)和 X 射线衍射(XRD)分析完成的。TEM 分析是在 JEOL-100CX (加速电压为 100 kV)和 H800(加速电压为 175 kV)透射电子显微镜上进行的。X 射线衍射分析方面的工作是在 Philips X PERT 衍射仪上进行的。利用 Rutherford 背散射(RBS)和 X 光电子谱(XPS)测定薄膜的成分。采用 Digital NanoScope III a 原子力显微镜(AFM)对 Al_2O_3 薄膜的微观表面形貌进行表征和表面粗糙度测定。 Al_2O_3 薄膜的显微硬度和膜基结合强度表征分别是在 DMH-2LS 型显微硬度计和 CRS-01 型划痕实验机上进行的。显微硬度测定采用 Knoop 压头,载荷为 25g。利用椭圆偏振仪测定薄膜的折射率随沉积条件的变化。

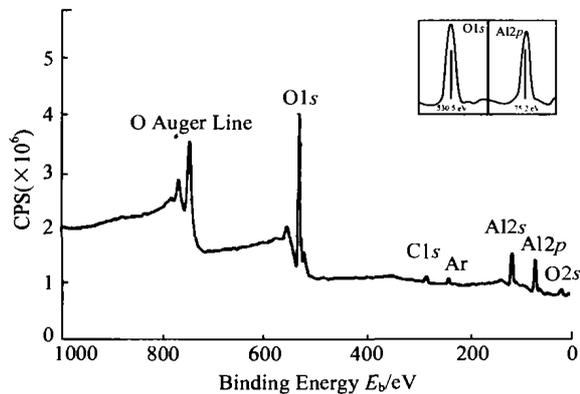
2 实验结果及讨论

2.1 Al_2O_3 薄膜的成分分析

图 2 和图 3 分别是 Al_2O_3 薄膜的 Rutherford 背散射谱和 X 光电子谱。从 RBS 谱和 XPS 谱中可以看出:除有少量的 Ar 和 C 杂质的存在以外,离子束辅助沉积所合成的薄膜主要由 Al 和 O 组成。薄膜中 Ar 原子的存在,可能是薄膜合成过程中 Ar 原子入射所致。实验发现:随着薄膜合成时基片温度的提高,薄膜中 Ar 原子含量逐渐减少。C 杂质的存在,则可能是真空室和靶材表面污染所造成的。通过拟合 RBS 谱得到薄膜中 Al 和 O 的原子比为 2:3.09,非常接近 Al_2O_3 的标准成分。XPS 定量分析表明:扣除 C 的污染,薄膜的成分与 Al_2O_3 的标准成分基本是一致的,Al 和 O 的原子比为 1.99:3.0。从图 3 的插图中可以看出:薄膜中 $\text{Al}2p$ 和 $\text{O}1s$ X 光电子峰呈单一的化合状态,其结合能分别为 75.2 eV 和 530.5 eV,与 XPS 标准手册中 Al_2O_3 的结合能基本一致。

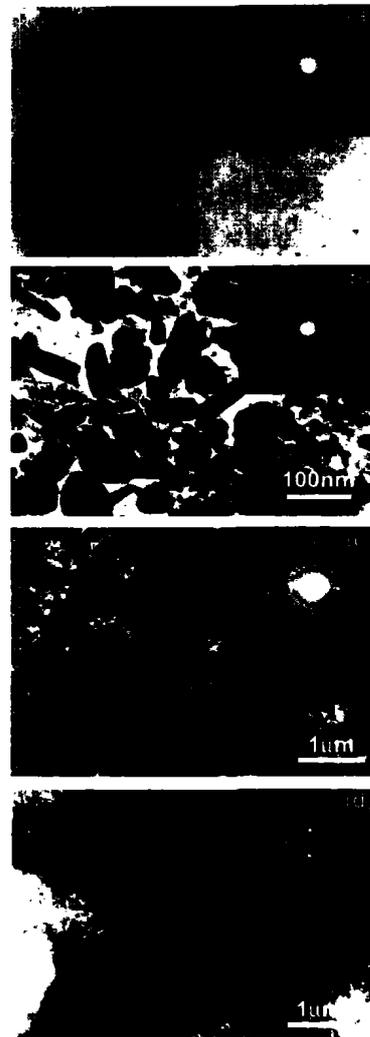
图 2 Al_2O_3 薄膜的 RBS 谱Fig.2 RBS spectrum of the Al_2O_3 film

薄膜成分的分析说明:利用离子束辅助沉积制备的 Al_2O_3 薄膜是满足化学分配比的,而且我们发现:薄膜的成分在较大的 Ar 、 O_2 气体分压比的范围内保持稳定。

图 3 Al_2O_3 薄膜的 XPS 谱Fig.3 XPS spectrum of Al_2O_3 film

2.2 Al_2O_3 薄膜的微观结构分析

图 4 是未退火及不同退火条件下 Al_2O_3 薄膜的 TEM 形貌和电子衍射图。从图中可以看出:未退火的 Al_2O_3 薄膜的电子衍射图主要由漫散射环和较弱的衍射环构成,说明未退火的 Al_2O_3 薄膜基本是以非晶态为主。我们分析了不同沉积温度下的 Al_2O_3 薄膜的微观结构。实验发现:在 $70\text{ }^\circ\text{C} \sim 500\text{ }^\circ\text{C}$ 的沉积温度下, Al_2O_3 薄膜的 TEM 形貌像没有明显的变化。经过 $800\text{ }^\circ\text{C}$ 退火处理 6 h 以后, Al_2O_3 薄膜的电子衍射图中基本不再有漫散射环存在,说明此时的薄膜已经转变成为以晶体相为主。通过标定电子衍射图发现此时的 Al_2O_3 薄膜主要是具有面心立方结构的 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$,晶格常数 $a = 0.790\text{ nm}$ 。通过 TEM 形貌像可以看出,此时薄膜的晶粒尺寸为 $50\text{ nm} \sim 100$

图 4 不同条件下 Al_2O_3 薄膜的 TEM 形貌像和电子衍射图 (a)未退火;(b) $800\text{ }^\circ\text{C}$,6 h;(c) $1000\text{ }^\circ\text{C}$,6 h;(d) $1200\text{ }^\circ\text{C}$,2 hFig.4 TEM images and electron diffraction patterns of Al_2O_3 films at various treatment conditions(a) as deposition; (b) $800\text{ }^\circ\text{C}/6\text{h}$;(c) $1000\text{ }^\circ\text{C}/6\text{h}$; (d) $1200\text{ }^\circ\text{C}/2\text{h}$

nm。在 $1000\text{ }^\circ\text{C}$ 退火处理 6 h 以后, Al_2O_3 薄膜的晶粒进一步长大,晶粒尺寸在亚微米量级,大致在几百个 nm。此时薄膜仍是以 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 相为主,只是薄膜的电子衍射环不再连续。薄膜经过 $1200\text{ }^\circ\text{C}$ 退火 2 h 以后,所有的 Al_2O_3 晶粒得到异常的长大,出现了尺寸为几个至十几个微米的晶粒。通过标定利用双倾法获得的电子衍射全谱发现: Al_2O_3 薄膜在 $1200\text{ }^\circ\text{C}$ 退火 2 h 以后绝大部分转变为单一的 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 。

图 5 是 Al_2O_3 薄膜的 X 射线衍射谱,其中 33° 附近的 Si 峰是因为单晶 Si 的 (200) 晶面掺杂所导致的衍射。从图中我们可以发现:在沉积温度为 $500\text{ }^\circ\text{C}$

的情况下, XRD 呈现出典型的非晶漫散峰, 说明薄膜主要是由非晶组成的。当 Al_2O_3 薄膜经过 $800\text{ }^\circ\text{C}$ 退火处理以后, 非晶漫散峰已经消失, 出现了 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 的衍射峰, 说明此时 Al_2O_3 薄膜已经由非晶相转变为多晶的 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 相, 这与透射电子显微镜的分析结果是一致的。经过 $1000\text{ }^\circ\text{C}$ 退火处理以后, $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 相的衍射峰有所增强, 说明 Al_2O_3 薄膜中 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 相的晶粒有所长大。同时可以看到 XRD 中出现了 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 相的衍射峰, 说明此时薄膜中的部分 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 相开始转变成 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 相。由于我们的透射电子显微镜没有观察到 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 相, 说明此时薄膜中 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 相的含量比较少, 而且此时 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 相的晶粒尺寸也不是很大。

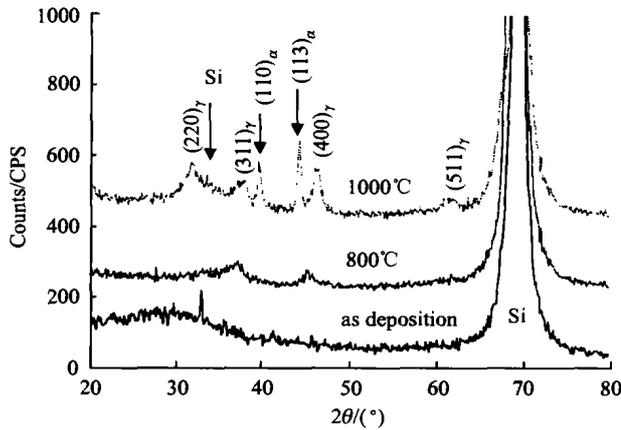


图 5 Al_2O_3 薄膜的 X 射线衍射谱
Fig.5 XRD spectra of Al_2O_3 films

根据 TEM 和 XRD 的分析结果, 我们认为: 离子束辅助沉积在沉积温度低于 $500\text{ }^\circ\text{C}$ 的条件下所制备的 Al_2O_3 薄膜主要是非晶 Al_2O_3 薄膜, 非晶 Al_2O_3 薄膜的退火相变过程是: $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3 \xrightarrow{800\text{ }^\circ\text{C}} \gamma\text{-Al}_2\text{O}_3 \xrightarrow{1000\text{ }^\circ\text{C}} \gamma\text{-Al}_2\text{O}_3 + \alpha\text{-Al}_2\text{O}_3 \xrightarrow{1200\text{ }^\circ\text{C}} \alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 。表 1 列出了不同物理气相沉积方法制备 Al_2O_3 薄膜的结构和退火特性。从表中可以看出: 不同方法制备的 Al_2O_3 薄膜的相结构差异很大, 而且退火相变途径和最终相结构也不尽相同。但总体上看: 除个别情况外, 在小于 $500\text{ }^\circ\text{C}$ 沉积的薄膜一般是以非晶结构为主, 经过 $1200\text{ }^\circ\text{C}$ 退火以后出现 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 相是非晶 Al_2O_3 和 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 的中间过渡相。从我们的透射电子显微镜结果上看, 作为从非晶 Al_2O_3 到 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 的中间过渡相, $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 相的晶粒尺寸很难长

大, 我们认为这可能与 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 相的复杂晶体结构有关。

表 1 不同物理气相沉积方法制备的 Al_2O_3 薄膜的结构和退火特性

Tab.1 Structures and annealing behaviors of Al_2O_3 films synthesized by various PVD methods

沉积方法	沉积结构 \Rightarrow 退火特性
射频反应溅射 ^[16]	$\alpha + \gamma (< 60\text{ }^\circ\text{C}) \Rightarrow \gamma (800\text{ }^\circ\text{C}/2\text{ h}) \Rightarrow \gamma + \alpha (800/24\text{ h}) \Rightarrow \gamma + \alpha (1000\text{ }^\circ\text{C}/2\text{ h}) \Rightarrow \gamma + \alpha (1200\text{ }^\circ\text{C}/2\text{ h})$
直流反应溅射 ^[17]	$\alpha (100\text{ }^\circ\text{C}) \Rightarrow \gamma (1150\text{ }^\circ\text{C}/164\text{ h})$ $\gamma (500\text{ }^\circ\text{C}) \Rightarrow \gamma (1200\text{ }^\circ\text{C})$
射频磁控溅射 ^[18]	$\alpha (150\text{ }^\circ\text{C}) \Rightarrow \alpha (1200\text{ }^\circ\text{C}/2\text{ h})$ $\alpha (500\text{ }^\circ\text{C}) \Rightarrow \theta (1200\text{ }^\circ\text{C}/2\text{ h})$
加热蒸发镀膜 ^[19]	$\alpha (< 150\text{ }^\circ\text{C}) \Rightarrow \gamma + \alpha (570\text{ }^\circ\text{C}/8\text{ h}) \Rightarrow \gamma + \theta (< 670\text{ }^\circ\text{C}/32\text{ h}) \Rightarrow \gamma + \delta + \theta (825\text{ }^\circ\text{C}/2\text{ h}) \Rightarrow \delta + \theta + \alpha (870\text{ }^\circ\text{C}/32\text{ h}) \Rightarrow \alpha (1170\text{ }^\circ\text{C}/17\text{ h})$

2.3 Al_2O_3 薄膜的微观表面形貌分析

图 6 是利用原子力显微镜获得的 Al_2O_3 薄膜在不同退火温度下的表面形貌。从 AFM 像中我们可以看到: 未经过退火处理的 Al_2O_3 薄膜的表面没有明显的晶体相特征, 而且薄膜表面比较平滑; Al_2O_3 薄膜经过 $800\text{ }^\circ\text{C}$ 退火处理以后, 薄膜表面的粗糙度略有上升, 但仍没有表现出明显的晶体相特征, 与未退火处理时的表面形貌相比, 没有明显的变化; 当经

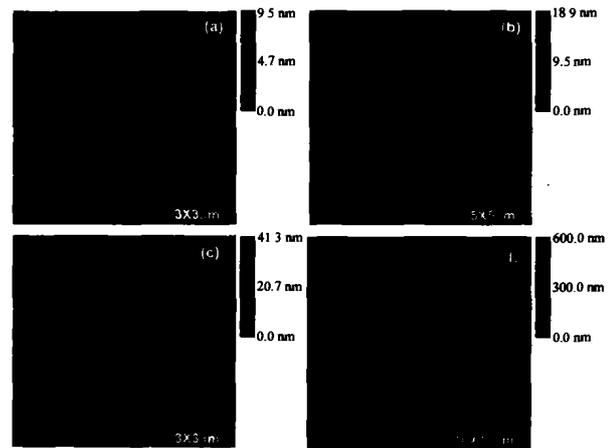


图 6 不同条件下的 Al_2O_3 薄膜表面形貌的原子力显微镜像
(a)未退火(b) $800\text{ }^\circ\text{C}$, 6 h(c) $1000\text{ }^\circ\text{C}$, 6 h(d) $1200\text{ }^\circ\text{C}$, 2 h
Fig.6 AFM images of Al_2O_3 films at various treatment conditions (a)as deposition (b) $800\text{ }^\circ\text{C}/6\text{ h}$ (c) $1000\text{ }^\circ\text{C}/6\text{ h}$ (d) $1200\text{ }^\circ\text{C}/2\text{ h}$

过 1000 °C 退火处理以后, Al₂O₃ 薄膜的表面呈现出明显的具有规则形状的晶体相特征, 晶粒的尺寸在 100 nm 左右, 同时表面粗糙度也有较大的增加; 经过 1000 °C 退火处理以后, 薄膜表面所具有的规则形状的晶体相特征减弱, 出现了尺寸更大、形状不规则的晶粒。此时的晶粒尺寸在 μm 量级, 而且表面粗糙度明显上升。以上有关 Al₂O₃ 薄膜表面形貌的 AFM 分析结果与 TEM 有关薄膜微观组织结构分析的结果基本上是一致的。根据 AFM 有关 Al₂O₃ 薄膜表面形貌的分析结果, 我们认为: Al₂O₃ 薄膜从非晶相向 γ-Al₂O₃ 相转变时, 晶体的体积或密度的变化不大; 而薄膜从 γ-Al₂O₃ 相向 α-Al₂O₃ 相转变时, 晶体的体积或密度发生显著的变化。这一结论可以从薄膜的表面粗糙度的定量表征的结果(见图 7)中得到证明。

图 7 是 Al₂O₃ 薄膜的表面粗糙度随退火温度的变化情况 (R_{RMS} 是均方根面粗糙度, R_a 是算术平均面粗糙度): 沉积的 Al₂O₃ 薄膜的表面粗糙度小于 0.8 nm, 说明薄膜比较平滑均匀; 而经过 800 °C 退火处理后, 表面粗糙度上升到 1 nm 左右; 由于 γ-Al₂O₃ 相的形成和长大, 经过 1000 °C 退火处理以后, Al₂O₃ 薄膜的表面粗糙度在 3 nm ~ 4 nm; 经过 1200 °C 退火处理以后, 由于晶体结构发生了从 γ-Al₂O₃ 相到 α-Al₂O₃ 相的相变, 而且 α-Al₂O₃ 相的晶粒尺寸可以达到 μm 量级, 所以此时的薄膜表面粗糙度增加幅度较大, 薄膜的粗糙度达 60 nm ~ 80 nm。

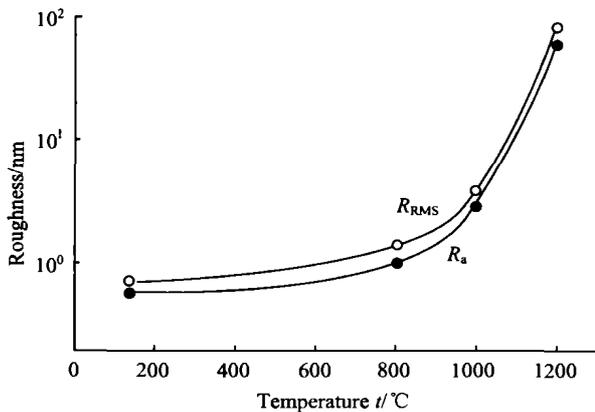


图 7 Al₂O₃ 薄膜的表面粗糙度随退火温度的变化, 其中 R_{RMS} 是均方根面粗糙度, R_a 是算术平均面粗糙度
Fig. 7 Change of roughness of Al₂O₃ films with annealing temperature, where R_{RMS} is root-mean-square roughness and R_a is arithmetic average roughness

2.4 Al₂O₃ 薄膜的物理特性表征

由于所分析的 Al₂O₃ 薄膜的物理特性, 如: 折射率、显微硬度、膜基结合强度等物理量只能在玻璃基体上完成, 因此我们只能探讨 Al₂O₃ 薄膜的物理特性随沉积温度的变化。图 8 给出了 Al₂O₃ 薄膜的折射率、显微硬度、膜基结合强度随沉积温度的变化。从图中可以看到: 利用离子束辅助沉积方法所制备的 Al₂O₃ 薄膜具有比较高的折射率, 在 1.65 ~ 1.74 之间。随沉积温度的增加, Al₂O₃ 薄膜的折射率逐渐上升。这是因为: 随沉积温度的增加, 薄膜生长过程中, 表面原子的扩散能力增强, 减少了薄膜中的生长缺陷, 提高了薄膜密度, 从而导致薄膜折射率的上升, 因为材料的折射率正比于材料密度。

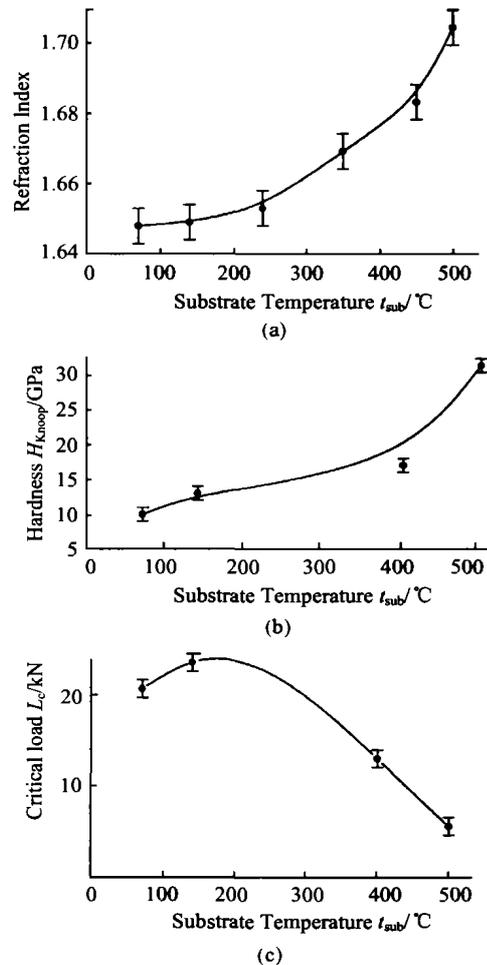


图 8 Al₂O₃ 薄膜的物理特性随沉积温度的变化
(a) 折射率, (b) 努氏显微硬度
(c) 膜基结合强度的临界载荷

Fig. 8 Change of properties of Al₂O₃ films with annealing temperature
(a) refractive index, (b) Knoop's hardness
(c) adhesion of film to substrate

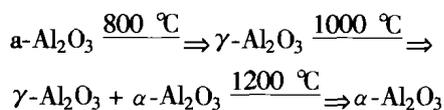
从 Al_2O_3 薄膜的显微硬度随沉积温度的变化关系上看:用离子束辅助沉积方法制备的 Al_2O_3 薄膜的显微硬度对沉积温度比较敏感,是随沉积温度的升高而显著增加。基片未加温时的薄膜显微硬度为 10 GPa;当沉积温度为 500 °C 时,薄膜的显微硬度达到 32 GPa,增加约 200%。薄膜显微硬度随沉积温度的这种变化原因,仍然与表面原子的扩散能力增强而减少薄膜的生长缺陷和增加薄膜密度有关。

为了了解 Al_2O_3 薄膜与基体之间的结合情况及其随沉积温度的变化,采用划痕法对其进行了评价。通过临界载荷随沉积温度的变化关系可以发现:离子束辅助沉积所制备的 Al_2O_3 薄膜与基体的结合强度,在沉积温度为 (100 ~ 200) °C 时达到最大;此后随沉积温度的增加,膜基结合强度逐渐下降。对于 Al_2O_3 薄膜与基体的结合强度与沉积温度的这一变化关系,我们认为其原因是:当沉积温度比较低时,随着沉积温度的提高,有利于薄膜生长过程中表面原子的扩散,从而使得薄膜中各种缺陷减少,薄膜应力得到释放,所以有利于膜基结合强度的增加;当沉积温度比较高时,尽管沉积温度的提高有利于薄膜中各种缺陷减少和薄膜应力得到释放,可是,由于 Al_2O_3 薄膜与玻璃基体之间的热膨胀系数存在比较大的差异,所以在薄膜沉积后的冷却过程中导致薄膜与基体之间的应力增加,从而降低了 Al_2O_3 薄膜的膜基结合强度,此时薄膜与基体之间的应力是随着沉积温度的增加而增加的。

3 结论

除含有少量 Ar、C 杂质污染外,利用离子束辅助沉积制备的薄膜是满足化学成分配比的 Al_2O_3 薄膜,而且薄膜的成分在较大的 Ar、 O_2 气体分压比的范围内保持稳定。

在沉积温度低于 500 °C 下所制备的 Al_2O_3 薄膜主要是非晶 Al_2O_3 薄膜,薄膜的退火相变途径是:



Al_2O_3 薄膜的表面形貌随退火温度的变化与晶体内部的结构相变有关,随着退火温度的增加,薄膜表面粗糙度显著增加。

Al_2O_3 薄膜的折射率、显微硬度随沉积温度的增加而增加,其原因是薄膜生长过程中表面原子的扩散能力增强所导致的薄膜密度增加;当沉积温度比较高时,由于薄膜与基体间的热膨胀系数的差异,对 Al_2O_3 薄膜的膜基结合强度将产生不利影响。

作者感谢复旦大学周筑颖教授在 Rutherford 背散射实验分析方面给予的大力帮助;感谢大连理工大学王德和教授、大连海事大学黑祖昆教授在电子显微镜分析方面给予的大力帮助。

参 考 文 献

- 1 Abbott R A, Kamins T I. *Solid State Technol*, 1981, 24: 182
- 2 Dorre E, Hubner H. *Alumina* (Springer, Berlin, 1984)
- 3 Zaininger K H, Waxman A S. *IEEE Trans Electron Devices*, 1969, 16: 333
- 4 Aboaf J A. *J Electrochem Soc*, 1967, 114: 948
- 5 Kado Y, Arita Y. *J Appl Phys*, 1987, 61: 2398
- 6 Higashi G S, Fleming C G. *Appl Phys Lett*, 1989, 55: 1963
- 7 Paude K P, Nair V K, Gutierrez D. *J Appl Phys*, 1983, 54: 5436
- 8 Polman A. *J Appl Phys*, 1997, 82: 1
- 9 Lux B, Colombier C, Altena H. *Thin Solid Films*, 1986, 138: 49
- 10 Maniv S, Westwood W D. *J Vac Sci Technol*, 1980, 17: 743
- 11 Belkind A, Freilich A, Scholl R. *Surf Coat Technol*, 1998, 108 - 109: 558
- 12 Sawada K, Ishida M, Nakamura T *et al.* *Appl Phys Lett*, 1988, 52: 1672
- 13 Ishida M, Katakabe I, Nakamura T *et al.* *Appl Phys Lett*, 1988, 52: 1326
- 14 Serna R, Jimenez de Castro M, Chaos J A *et al.* *Appl Phys Lett*, 1999, 75: 4073
- 15 Ott A W, Klaus J W, Johnson J M *et al.* *Thin Solid Films*, 1997, 292: 135
- 16 Frieser R G. *J Electrochem Soc*, 1966, 113: 357
- 17 Thornton J A, Chin J. *Ceram Bull*, 1977, 56: 504
- 18 Salama C A T. *J Electrochem Soc* 1970, 117: 913
- 19 Dragoand A L, Diamond J. *J Am Ceram Soc*, 1967, 50: 568