

## Deposição e caracterização de nitreto de alumínio obtido por *magnetron sputtering* reativo visando sua aplicação em MEMS

RUBENS MARTINS CUNHA JUNIOR

Escola Politécnica da Universidade de São Paulo - SP - Brasil  
rubensmartins92@usp.br

MARCUS VINICIUS PELEGRINI

Escola Politécnica da Universidade de São Paulo - SP - Brasil  
marcuspelegrini@hotmail.com

INÉS PEREYRA

Escola Politécnica da Universidade de São Paulo - SP - Brasil  
ipereyra@lme.usp.br

**Resumo** - Neste trabalho é apresentado um estudo sobre a fabricação e caracterização do nitreto de alumínio (AlN) obtido por Magnetron Sputtering reativo. O principal objetivo é estudar os efeitos dos parâmetros de deposição nas propriedades morfológicas e estruturais dos filmes de AlN visando sua otimização para aplicação em MEMS. Foram realizados estudos sobre os modos vibracionais pela técnica de Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) e as orientações cristalográficas por difração de raios-X. Este estudo nos permitiu produzir filmes finos de AlN com uma alta orientação [002] com uma potência de r.f. de  $1,23 \text{ W/cm}^2$ , uma temperatura de deposição de  $200^\circ\text{C}$  e uma pressão de processo de 2 mTorr.

**Palavras-chave:** Nitreto de alumínio, MEMS, Magnetron Sputtering reativo.

**Abstract** - *In this work we present a study about the fabrication and characterization of aluminum nitride (AlN) obtained by Reactive Magnetron Sputtering. The main goal is to study the effects of the deposition parameters on the morphological and structural properties of AlN films aiming to optimize them for MEMS applications. In this work we have performed studies concerning the vibrational modes by Fourier Transform Infrared Absorption technique (FTIR) and the crystallographic orientations by X-ray diffraction. This study allowed us to produce high oriented [002] AlN thin films with a r.f. power density of  $1.23 \text{ W/cm}^2$ , a deposition temperature of  $200^\circ\text{C}$  and a process pressure of 2 mTorr.*

**Keywords:** Aluminum nitride, MEMS, Reactive Magnetron Sputtering.

## 1. Introdução

Sistemas Microeletrômecânicos (MEMS) são microestruturas que permitem a aplicação de dispositivos em diversas áreas como médica, automotiva e comunicações. Na medicina, por exemplo, sensores MEMS de pressão são amplamente utilizados [1]. Estruturas MEMS podem ser divididas em sensores e atuadores. Sensores são dispositivos que detectam uma quantidade física e a convertem em um sinal mensurável, geralmente elétrico. Há muitas aplicações de sensores MEMS tais como sensores de pressão, temperatura, fluxo e outros.

Atuadores são dispositivos que produzem movimento controlado por sinais elétricos. Eles podem ser baseados em eletrostática, piezoeletricidade e forças térmicas ou magnéticas. Microbombas e *cantilevers* são exemplos de atuadores.

Piezoeletricidade vem chamando a atenção da comunidade científica devido a requisitos de baixa potência, baixa histerese, alta sensibilidade e resposta em alta frequência [2].

Há muitos materiais piezoelétricos, como, por exemplo, PZT, polímeros, cerâmicas policristalinas e cristalinas e até o osso humano [3]. Porém as altas temperaturas de deposição e o requerimento de produção de dispositivos *lead free* tornam difícil a utilização destes materiais, forçando o desenvolvimento de novos materiais.

A família de materiais III-V, em especial a do III-nitretos é muito interessante devido à possibilidade de ser produzida a baixa temperatura. Entre os materiais desta sub-família, o nitreto de alumínio (AlN) é o que apresenta maior coeficiente piezoelétrico além de alta dureza, resistência à corrosão e alta resistividade [4].

Filmes de AlN podem ser produzidos por várias técnicas como deposição química a vapor (CVD), epitaxia de feixe molecular (MBE), deposição por laser pulsado (PLD) e magnetron sputtering reativo (RMS) [5]. Neste trabalho foi utilizada a técnica de RMS, que permite produzir filmes finos a baixa temperatura (abaixo de 300 °C), o que a torna compatível com processos CMOS.

Este trabalho apresenta a correlação entre a pressão de deposição, temperatura e potência de r.f. com as propriedades dos filmes finos de AlN produzidos.

## 2. Referencial Teórico

Nitreto de alumínio vem sendo utilizado em algumas aplicações eletrônicas no mercado, como por exemplo, ressonadores acústicos (FBAR). Inovações e melhoras futuras podem ser aplicadas em sensores e atuadores, tais como, sensores inerciais para navegação, osciladores e filtros para aplicações sem fio, microatuadores para aplicações em RF, sistemas de análise química em escala micrométrica, entre outros [6].

Filmes de nitreto de alumínio apresentam boas propriedades para as aplicações citadas acima, porém estes filmes exibem pequenos coeficientes piezoelétricos que restringem o seu uso [6].

As propriedades piezoelétricas dependem criticamente da morfologia dos materiais e precisam do controle dos seus processos de crescimento, nucleação e cristalização, por isso o objetivo deste trabalho é a variação dos parâmetros de

deposição na obtenção do AlN por sputtering reativo visando otimizar suas propriedades morfológicas e estruturais para a fabricação de dispositivos MEMS.

### 3. Metodologia

Os filmes de AlN foram produzidos por rf-Magnetron Sputtering reativo, utilizando um alvo de alumínio (99,99%) em atmosfera de argônio e nitrogênio. Uma relação de 70sccm de argônio e 30sccm de nitrogênio foi usada como mistura de gás. A distância do alvo para a amostra foi 53 mm. Três séries de deposição foram produzidas, variando: a temperatura de deposição, a pressão de processo e a potência de r.f., como pode ser visto na tabela 1.

**Tabela 1** - Dados dos parâmetros das amostras

<i>Amostras</i>	<i>Potência de r.f. (W/cm<sup>2</sup>)</i>	<i>Temperatura (°C)</i>	<i>Pressão (mTorr)</i>	
IC1	1,23	250	2	Série de Temperatura
IC2	1,23	200	2	
IC3	1,23	300	2	
IC1	1,23	250	2	Série de pressão de processo
IC4	1,23	250	0,5	
IC5	1,23	250	5	
IC1	1,23	250	2	Série de potência de r.f.
IC6	0,86	250	2	
R1	1,60	250	2	

Para evitar a contaminação do sistema, a pressão vácuo base foi menor que  $7 \times 10^{-10}$  mbar.

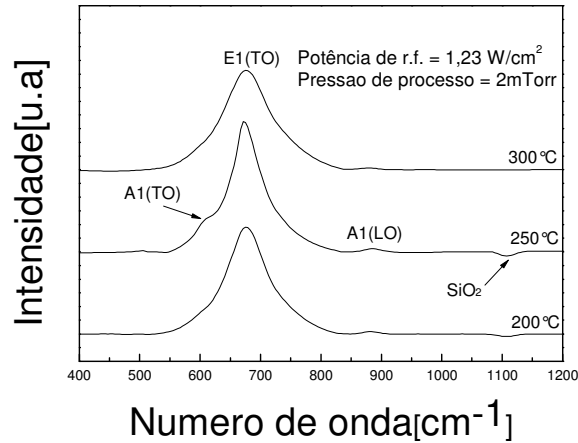
Os filmes foram depositados em substratos de silício (100) tipo P. Para remover qualquer contaminação orgânica e inorgânica da superfície, os substratos de silício passaram pelo processo de limpeza padrão RCA. A caracterização dos filmes obtidos foi realizada por: difração de raios-X (Rigaku modelo Ultima<sup>+</sup>) com radiação Cu K $\alpha$  de 1,5418Å e espectroscopia FTIR (modelo Bio Rad QS 300).

## 4. Resultados e Discussão

### 4.1. Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)

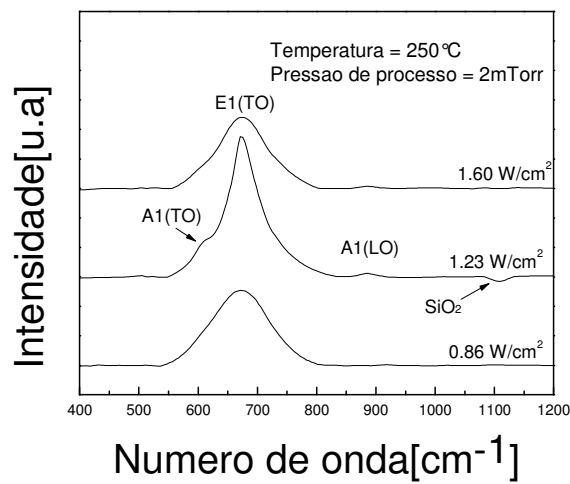
É reportado que o AlN cristalino exibe modos ativos no infravermelho centrados nos comprimentos de onda : 610, 670, 890 e 910  $\text{cm}^{-1}$  que correspondem aos modos vibracionais A1 (TO), E1 (TO), A1 (LO) e E1 (LO) respectivamente [7,8]. Todos os espectros do FTIR apresentados neste trabalho foram normalizados pela espessura dos filmes. Na figura 1 são mostrados os espectros de FTIR correspondentes à variação de temperatura. Duas bandas principais de absorção podem ser observadas, uma em  $676 \text{ cm}^{-1}$  e outra em  $885 \text{ cm}^{-1}$ , relativas aos modos E1 (TO) e A1 (LO) da ligação Al-N respectivamente.

Também se observa um pequeno ombro em  $607\text{ cm}^{-1}$  para a amostra obtida a  $250\text{ °C}$ , que é relacionado ao modo A1 (TO). Observa-se que a amostra produzida a  $250\text{ °C}$  apresenta menor largura a meia altura e maior intensidade relativa do pico em  $676\text{ cm}^{-1}$ .

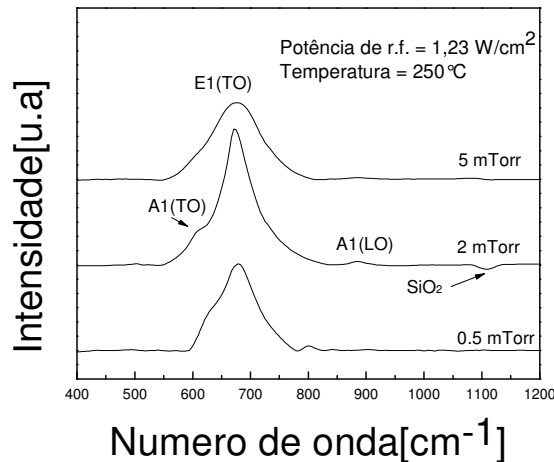


**Figura 1** – Espectro de FTIR para a variação de temperatura

Na figura 2 e 3 são apresentados os espectros de FTIR para as séries de potência de r.f. e de pressão de processo. É observado nestas duas figuras um comportamento muito similar com as séries de temperatura, ou seja, há uma maior absorção com uma potência de r.f. de  $1,23\text{ W/cm}^2$  e  $2\text{ mTorr}$  respectivamente.



**Figura 2** – Espectro de FTIR para a variação de potência de r.f.



**Figura 3** – Espectro de FTIR para a variação de pressão de processo

Analisando os resultados de FTIR das três séries de deposição foi verificado que os filmes de AlN com  $250^\circ\text{C}$ ,  $1,23 \text{ W/cm}^2$  e 2 mTorr apresentaram uma maior absorção E1 (TO).

#### 4.2. Difração de Raios-X

A difração de raios-X permite identificar quais as orientações cristalinas presentes no filme. Esta característica é muito importante, porque interfere diretamente no coeficiente piezoelétrico do material.

Os difratogramas foram obtidos com radiação Cu K $\alpha$  de  $1,5418\text{\AA}$  e seus resultados são apresentados de acordo com as séries de deposição.

Os principais picos de absorção de AlN ocorrem em  $33,2^\circ$ ,  $36,0^\circ$ ,  $37,9^\circ$ ,  $49,8^\circ$ ,  $59,3^\circ$ ,  $66,0^\circ$ ,  $71,4^\circ$ , relacionados às orientações [100], [002], [101], [102], [110], [113] e [112] respectivamente [9]. O difratograma do alumínio puro pode apresentar picos em  $38,4^\circ$ ,  $44,7^\circ$ ,  $65,1^\circ$  e  $78,2^\circ$ , relacionados às orientações [111], [200], [220] e [311] respectivamente [9]. Os picos de difração para ângulos ( $2\theta$ ) maiores que  $60^\circ$  tem baixa intensidade e não foram detectados, assim neste trabalho os difratogramas são mostrados até  $60^\circ$ . Analisando a posição dos picos de AlN e Al, é observado que não há sobreposição dos picos.

Na figura 4 são apresentados os difratogramas para série de variação de temperatura. É observado picos em  $36^\circ$ ,  $37,9^\circ$ ,  $49,8^\circ$ , relacionados às orientações [002], [101] e [102] do AlN respectivamente. Embora em  $33,2^\circ$  ocorra a difração (100) do AlN, o pico observado é relacionado a segunda ordem de reflexão do substrato de silício (100).

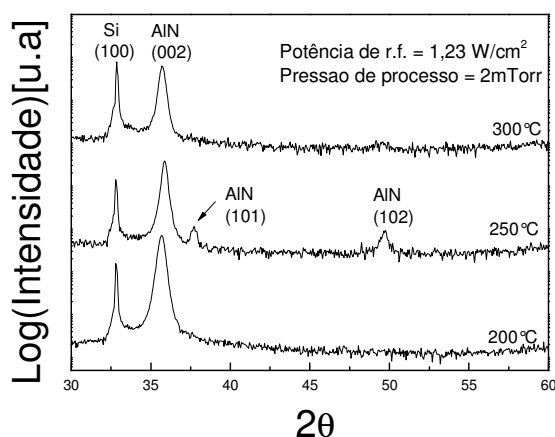


Figura 4 – Difratoograma para a variação de temperatura

Como se sabe a energia de formação do plano (002) para a estrutura Wurtzite do AlN é maior do que as (101) ou (100) [5, 10], portanto maiores condições de energia vão cooperar com o crescimento do plano (002). Isto pode explicar o porquê não há orientação [002] para uma potência de r.f. de 0,86 W/cm<sup>2</sup> e filmes com alta orientação são crescidos para maiores potências de r.f., como observado na figura 5. Na figura 6 é mostrado o mesmo comportamento, a redução do grau de cristalização (002) para amostra obtida com 5 mTorr comparada com a obtida a 2 mTorr. Aumentando a pressão de processo reduz a energia com que as partículas chegam à superfície do substrato, enquanto o livre caminho médio de partículas ejetadas do alvo é na ordem de 30 mm para 2 mTorr (distância do alvo para a amostra é de 53 mm).

A estrutura *Wurtzite* hexagonal do AlN tem dois tipos de ligações Al-N, chamadas B1 e B2, com a energia da ligação B2 relativamente menor. Nesta estrutura o plano (100) é composto por ligações B1, enquanto os planos (002) e (101) consistem em uma mistura de ligações B1 e B2 [2]. É acreditado que energia excessiva no sistema da deposição quebre a ligação mais fraca, como a B2. Isto explica a redução do pico de difração (002) para temperaturas de deposição mais elevadas e para potência de r.f. maiores que 1,23W/cm<sup>2</sup>.

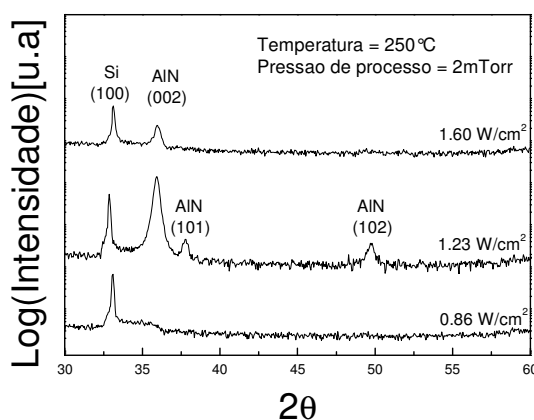


Figura 5 – Difratoograma para a variação da potência de r.f.

Na figura 6 são apresentados os difratogramas para filmes produzidos com potência de r.f. de  $1,23 \text{ W/cm}^2$  e temperatura de  $250^\circ\text{C}$ , de acordo com a variação da pressão de processo.

Analisando os difratogramas, observa-se o aparecimento dos mesmos picos que nos difratogramas anteriores.

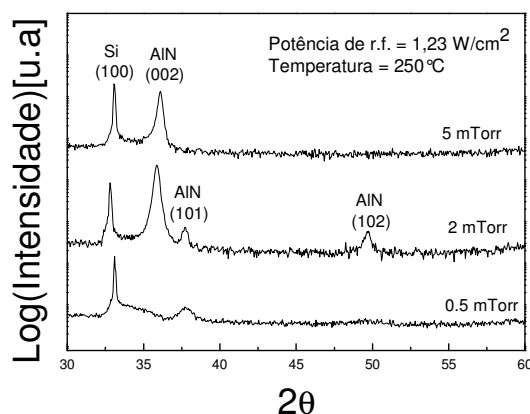


Figura 6 – Difratograma para a variação da pressão de processo

## 5. Conclusão

Filmes de AlN foram caracterizados por FTIR e difração de raios-x. Estas técnicas nos permitiram identificar os parâmetros de deposição que nos levam a filmes finos com a orientação cristalográfica apropriada para maximizar as propriedades piezoelétricas.

A análise de FTIR indica que os parâmetros de deposição que produzem um material com maior densidade de ligações químicas do tipo E1 (TO) são:  $250^\circ\text{C}$ ,  $1,23 \text{ W/cm}^2$  e 2 mTorr.

Os resultados da difração de raios-x mostraram que os filmes depositados a  $200^\circ\text{C}$ ,  $1,23 \text{ W/cm}^2$  e 2 mTorr tem uma maior orientação [002]. Esta orientação apresenta o maior coeficiente piezoelétrico. Podemos concluir que estes são melhores parâmetros a serem utilizados ao se buscar filmes com maior coeficiente piezoelétrico.

## Referências

- [1] Rebello, K. J. "Applications of MEMS in Surgery", Proceedings of the IEEE, n. 1, v. 92, 2004.
- [2] S. Trolier-Mckinstry, P. Muralt "Thin Film Piezoelectrics for MEMS", Journal of Electroceramics, 12, 7–17, 2004
- [3] Dennis L. Polla, Lorraine F. Francis, "Processing and characterization of piezoelectric materials and integration into Microelectromechanical Systems", Annu. Rev. Mater. Sci. 1998. 28:563–97

- [4] K. Tonisch, V. Cimalla, Ch. Foerster, H. Romanus, O. Ambacher, D. Dontsov, "Piezoelectric properties of polycrystalline AlN thin films for MEMS application", *Sensors and Actuators A* 132 (2006) 658–663.
- [5] Xiao-Hong Xu, Hai-Shun Wu, Cong-Jie Zhang, Zhi-Hao Jin, "Morphological properties of AlN piezoelectric thin films deposited by DC reactive magnetron sputtering", *Thin Solid Films* 388 2001 62-67.
- [6] S. Tadigadapa, K. Mateti, "Piezoelectric MEMS sensors: state-of-art and perspectives", *Measurement Science and technology*, 2009.
- [7] Carreño, M. N. P.; Lopes, A. T. "Self-Sustained Bridges of a-SiC:H films obtained by PECVD at low temperatures for MEMS applications", *Journal of Non. Crystalline Solids*, v. 338-340, p. 490-495, 2004.
- [8] Rehder, G.; Carreño, M. N. P. "Controlled motion in microbridges of silicon carbide obtained by PECVD, *Microelectronics Technology and Devices*", SBMICRO2004, Proceedings of Nineteenth International Symposium, Edited by The Electrochemical Society, Inc., Proceedings Vol. 2004-03 125. (2004).
- [9] Data base JCPDS – ICDD, 25, 1133
- [10] Z. Vashaei, T. Aikawa, M. Ohtsuka, H. Kobatake, H. Fukuyama, S. Ikeda, K. Takada, *Journal of Crystal Growth*, 311, pp. 459–462(2009).