

# Au/NiCr/Ta 多层金属膜退火后的电阻率异常增大 \*

唐 武 徐可为

(西安交通大学金属材料强度国家重点实验室, 西安 710049)

王 平 李 弦

(西安空间无线电技术研究所, 西安 710000)

**摘 要** 用磁控溅射方法在  $Al_2O_3$  基片上沉积 Au/NiCr/Ta 多层金属膜, 通过 X 射线衍射技术研究退火前后薄膜晶体取向的变化, Auger 电子能谱分析退火前后薄膜沿深度方向的元素分布, 四点探针测试退火前后薄膜表面电阻率. 结果表明: 退火后  $111_{Au}$  与  $200_{Au}$  衍射强度相对比值减小; 薄膜表面电阻率异常增大; 退火温度越高, 薄膜表面电阻率越大. 分析认为主要是由于 Ni, Cr 元素向金膜表层扩散导致薄膜表面电阻率异常增大.

**关键词** Au/NiCr/Ta, 多层金属膜, 电阻率, 扩散

**中图分类号** TB383

**文献标识码** A

**文章编号** 0412-1961(2003)02-0172-03

## ABNORMAL INCREASE OF THE RESISTIVITY OF Au/NiCr/Ta MULTILAYER AFTER ANNEALING

TANG Wu, XU Kewei

State Key Laboratory for Mechanical Behavior of Materials, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049

WANG Ping, LI Xian

The Xi'an Institute of Space Radio Technology, Xi'an 710000

Correspondent: XU Kewei, professor, Tel: (029)2668614, Fax: (029)3237910,

E-mail: kwxu@mail.xjtu.edu.cn

Supported by National Natural Science Foundation of China (No.59931010) and Backbone Teacher Foundation of Ministry of Education

Manuscript received 2002-04-16, in revised form 2002-07-08

**ABSTRACT** Au/NiCr/Ta multilayer was deposited on  $Al_2O_3$  substrate by magnetron sputtering technology. The crystal orientation, resistivity, and element distribution in films were examined by X-ray diffraction (XRD), four-point probe technology and Auger electron spectroscopy (AES). It is observed that the  $200_{Au}$  diffraction intensity increases and an abnormal increase of the film resistivity occurs with increasing annealing temperature from 300 °C to 500 °C, in addition, the resistivity also increases with increasing deposition temperature, which can be explained by the diffusion of Ni and Cr elements into Au film surface layer.

**KEY WORDS** Au/NiCr/Ta, multilayer, resistivity, diffusion

Au/NiCr/Ta 多层金属膜作为微波集成电路 (MIC) 的基本组成单元, 作者在前期工作中对其残余应力、结合强度等力学性质做了研究<sup>[1,2]</sup>. 为了保证薄膜电路能够长期可靠的工作, 作为薄膜电学性质之一的电阻率是一个重要的参数, 通过改变工艺参数如沉积温度<sup>[3]</sup>、杂质元

素的含量<sup>[4]</sup>、以及热处理工艺<sup>[5]</sup>等都可以使薄膜电阻率发生变化. 热处理对单层薄膜电阻率的影响<sup>[6,7]</sup>已有许多报道, 而与多层合金膜表面电阻率之间的关系尚未见系统的研究, 本文将对 Au/NiCr/Ta 多层金属膜退火后的电阻率变化进行详细研究.

### 1 实验方法

试样在美国 VS-24C 磁控溅射台上制作, 基体材料为 A99 氧化铝单面抛光陶瓷片, 依次连续溅射 Ta(50 nm)、NiCr(50 nm) 和 Au(500 nm). 溅射金靶纯度 99.99%, 沉积系统真空度优于  $10^{-4}$  Pa, 溅射气体为高纯氩气, 基

\* 国家自然科学基金 59931010 和教育部骨干教师基金及大连理工大学三束改性国家重点实验室资助项目

收到初稿日期: 2002-04-16, 收到修改稿日期: 2002-07-08

作者简介: 唐 武, 男, 1975 年生, 博士生

体采用负偏压. 溅射前, 先预溅射 2 min 去除靶材表面的污染物. 沉积过程中, 基体温度控制在 100—250 ℃之间. 所得试样分别在 300, 400 和 500 ℃, 氩气保护下退火 1 h, 升温速度为 4 ℃ /min.

用 Rigaku D/max-3C 型 X 射线衍射仪 (CuK $\alpha$ ) 测定薄膜择优取向, 管压 40 kV, 管流 35 mA, 石墨单色器滤波. 所有实验均在室温下进行.

## 2 实验结果及分析

### 2.1 退火后 Au/NiCr/Ta 多层膜电阻率异常增大

由图 1 看出, 对沉积态薄膜, 随着沉积温度的升高, 电阻率先降后升, 在沉积温度 180 ℃时达到最小值; 在 300, 400 和 500 ℃, 氩气保护下退火 1 h 后, 电阻率均比沉积态的薄膜大, 而且, 沉积温度越高, 电阻率越大. 在 500 ℃退火后薄膜电阻率受基体沉积温度影响较小. 在相同条件下, 退火温度越高, 薄膜电阻率越大. 一般来说, 退火可以减小薄膜生长中存在的缺陷, 薄膜电阻率一般应有所降低, 可是对于 Au/NiCr/Ta 多层膜来说, 在高于沉积温度退火后薄膜电阻率都出现了异常增大.

### 2.2 退火后 Au/NiCr/Ta 多层膜晶体取向的变化

由于钽膜和 NiCr 膜很薄, 退火前后只观察到 Au 的衍射峰. 由沉积温度 200 ℃的 Au/NiCr/Ta 薄膜经过 400 ℃退火处理后的 X 射线衍射图谱 (图 2) 看出, 111<sub>Au</sub> 衍射峰强度较强, 而 220<sub>Au</sub> 和 311<sub>Au</sub> 峰强度很弱, 说明薄膜存在很强的织构, 退火后 111<sub>Au</sub> 和 200<sub>Au</sub> 峰的相对强度发生了变化, 退火使 200<sub>Au</sub> 取向大幅增强. Tseng 等人<sup>[8]</sup>通过对铝膜和钨膜的微观结构研究发现, 面心立方结构薄膜的电阻率与晶体取向有关, 当 111 取向减弱时, 薄膜电阻率相应减少, 也即 200 取向增强时, 薄膜电阻率减小. 对比图 1 和图 2 看出, 本文 Au/NiCr/Ta 多层膜, 当 200 取向增强时, 电阻率反而增大.

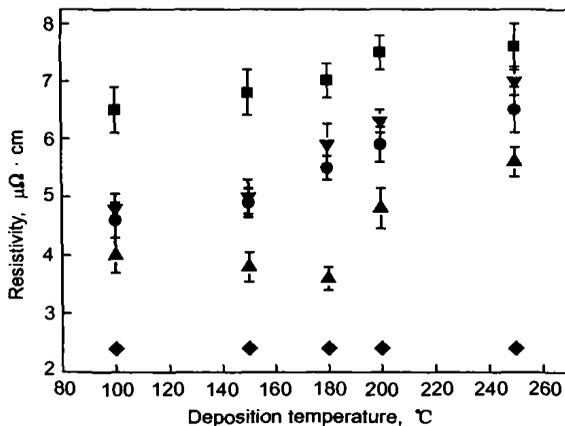


图 1 不同退火温度 Au/NiCr/Ta 多层膜电阻率

Fig.1 Resistivity vs deposition temperature of Au / NiCr / Ta films at different annealing temperatures  
 ■ 500 ℃ ▼ 400 ℃ ● 300 ℃ ▲ Deposited  
 ◆ Bulk gold

### 2.3 金膜退火后电阻率减小

为了考察合金元素在薄膜退火过程中的影响, 选择在 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 基体上直接沉积 500 nm 厚金膜, 与 Au/NiCr/Ta 多层金属膜进行对比, 400 ℃退火前后金膜的电阻率示于图 3.

由图 3 可见, 对于纯金膜来说, 在沉积态, 随着沉积温度的升高, 电阻率下降, 当沉积温度在 180 ℃以上, 电阻率随沉积温度变化不大. 退火后, 金膜电阻率均下降, 在实验范围内趋于一稳定值 2.6 μΩ·cm, 接近块体金的电阻率. 此结果和 Tseng 的研究结果一致.

由图 1 和图 3 可以发现, 不管是沉积态还是经过退火处理后薄膜的电阻率均比块体材料大, 这是由于薄膜表面积与体积之比很大, 晶粒边界多, 在薄膜生长过程中存在较多晶体缺陷所致. 退火可以减小薄膜生长中存在的缺陷, 电阻率会降低, 纯金膜的电阻率正好符合这种情况,

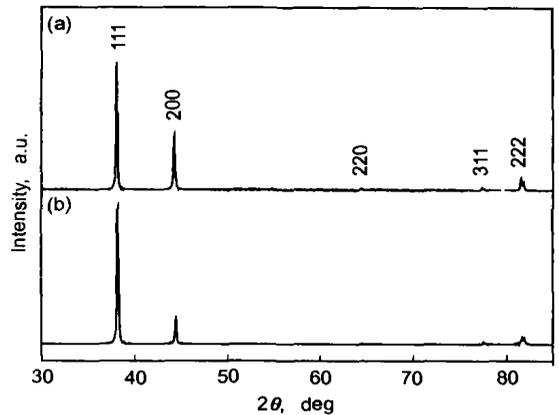


图 2 退火前后 Au/NiCr/Ta 薄膜的 XRD 图

Fig.2 XRD patterns of Au/NiCr/Ta film before and after annealing  
 (a) after annealing (b) as deposited

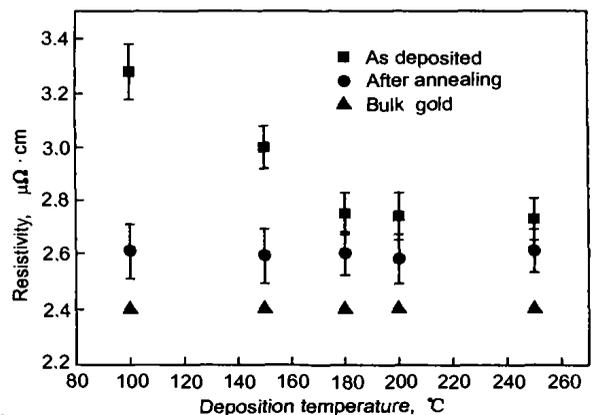


图 3 退火前后 Au 膜电阻率

Fig.3 Resistivity vs deposition temperature of Au films before and after annealing

可是对于 Au/NiCr/Ta 多层膜来说, 退火后薄膜电阻率却出现异常增大.

### 2.4 AES 分析

对 Au/NiCr/Ta 多层金属膜 400 °C 退火前后表面元素含量 AES 定量分析示于图 4, 可以发现, 除了 Au, Ni, Cr, Ta 元素外没有其它的杂质元素, 从而避免了杂质元素对薄膜电阻率的影响. 退火前, 薄膜表层 Au 元素含量(质量分数, %, 下同)在 90% 左右, Ni 和 Cr 元素含量各在 5% 左右, 退火后, 薄膜表层 Au 元素含量下降到 80% 左右, 而 Ni 和 Cr 元素含量则增至 20% 左右.

由此可以看出, 退火使得 Ni, Cr 元素向金膜表层发生了较明显的扩散. 合金元素的扩散是影响电阻率的一个重要因素, 合金元素对金电阻率的影响见图 5<sup>[9]</sup>. 可见金的电阻率随着 Cr, Ni 含量的增加呈直线上升, Cr 元素的影响较 Ni 元素明显. 对于沉积态 Au/NiCr/Ta 薄膜, 由于生长过程中过饱和度太大, 具有不太稳定的结构, 薄膜中的点缺陷, 特别是空位的密度较大, 退火处理一方面使金属原子的可动性大大加强, 薄膜结构将发生部分变化(如晶格缺陷减少, 晶粒长大等), 相应的薄膜电阻率降低; 另一方面, 退火使得合金元素的扩散增强, 合金元素对电阻率的影响变得突出. 在实验的退火温度下, 由于 Ni 和

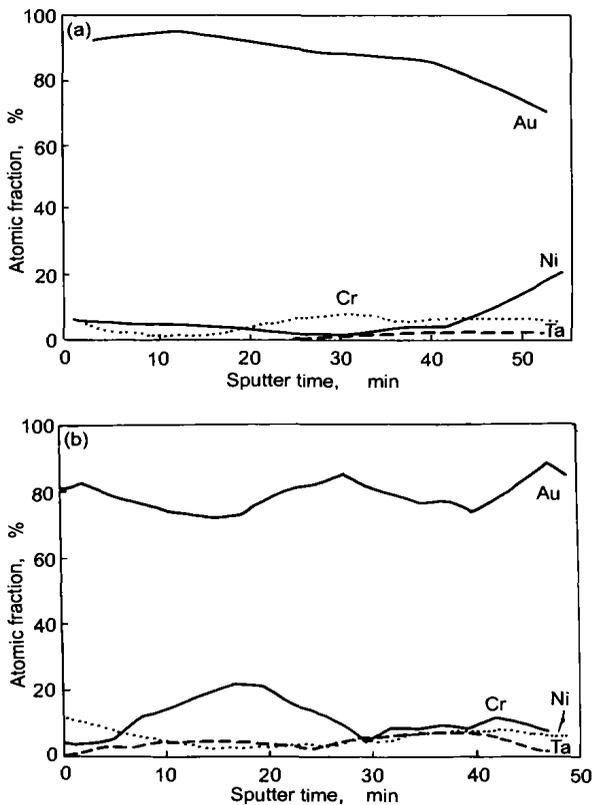


图 4 退火前后 Au/NiCr/Ta 多层膜 AES 图

Fig.4 Auger electron spectra of Au/NiCr/Ta films before (a) and after (b) annealing

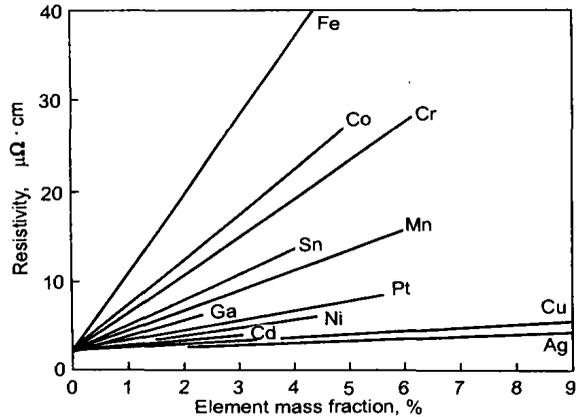


图 5 合金元素对金电阻的影响<sup>[9]</sup>

Fig.5 Effect of alloying element on resistivity of gold<sup>[9]</sup>

Cr 元素的扩散所造成的薄膜电阻率增大明显强于退火消除薄膜晶体缺陷所引起的薄膜电阻率减小. 所以对于 Au/NiCr/Ta 多层膜而言, 退火后 Ni 和 Cr 元素的扩散是造成多层金属膜电阻率异常增大的主要原因.

### 3 结论

(1) 对于 Au/NiCr/Ta 多层膜, 退火后电阻率异常增大; 退火温度越高, 电阻率越大. 对于金膜, 退火后薄膜电阻率比沉积态时小. 多层膜存在很强的织构, 退火处理使 111<sub>Au</sub>/200<sub>Au</sub> 衍射强度比值减小.

(2) Ni, Cr 向金膜表层扩散是造成 Au/NiCr/Ta 多层金属膜表面电阻率退火后异常增大的主要原因.

### 参考文献

- [1] Tang W, Xu K W, Wang P, Yang S Z. *The 4th Int Symp on Electronic Packaging Technology*, Beijing, 2001: 146
- [2] Tang W, Ma Y P, Xu K W, Wang P, Li X. *Acta Metall Sin*, 2002; 38: 407  
(唐武, 马幼平, 徐可为, 王平, 李弦. 金属学报, 2002; 38: 407)
- [3] Zinoviev K V, Zelaya-Angel O. *Mater Chem Phys*, 2001; 70: 100
- [4] Cho N I, Park D I. *Thin Solid Films*, 1997; 309: 465
- [5] Lima C A S, Oliva R, Cardenas T G, Silva E N, Miranda L C M. *Mater Lett*, 2001; 51: 357
- [6] Lilly A C, Deevi S C, Gibbs Z P. *Mater Sci Eng*, 1998; 258A: 42
- [7] Morgan D V, Aliyu Y H, Bunce R W, Salehi A. *Thin Solid Films*, 1998; 312: 268
- [8] Tseng W T, Wang Y L, Niu J. *Thin Solid Films*, 2000; 370: 96
- [9] The Staff of the Noble Metallic Materials Machining Handbook. *Noble Metallic Materials Machining Handbook*. Beijing: Metallurgy Industry Press, 1978: 37  
(贵金属材料加工手册编写组. 贵金属材料加工手册, 北京: 冶金工业出版社, 1978: 37)