

# Au/NiCr/Ta 多层金属膜的表面粗糙度和 纳米压入硬度的研究 \*

唐 武 徐可为

王 平 李 弦

(西安交通大学金属材料强度国家重点实验室, 西安 710049) (西安空间无线电技术研究所, 西安 710000)

**摘 要** 采用磁控溅射方法在 Si-(111) 基片上沉积 Au/NiCr/Ta 多层金属膜. 利用 XRD 分析晶体取向, SEM 观察表面和断面形貌, AFM 研究表面粗糙度, 纳米压入研究薄膜硬度. 结果表明薄膜表面粗糙度依赖于基体沉积温度, 并且影响薄膜电阻和纳米硬度.

**关键词** Au/NiCr/Ta 多层膜, 表面粗糙度, 纳米压入

**中图分类号** TB302

**文献标识码** A

**文章编号** 0412-1961(2002)05-0449-04

## CHARACTERIZATION OF THE SURFACE ROUGHNESS AND NANOINDENTATION HARDNESS OF Au/NiCr/Ta MULTILAYERS

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)2668914, Fax: (029)3237910, E-mail: kwxu@xjtu.edu.cn

Supported by National Natural Science Foundation of China (No.59991010) and the Advanced Joint Research Program of China-France (PRA MX 9906)

Manuscript received 2001-07-09, in revised form 2001-12-24

**ABSTRACT** Au/NiCr/Ta multilayers were deposited on Si-(111) substrate by magnetron sputtering. The crystal orientations, morphologies of both surface and cross-section, surface roughness and nanoindentation hardness of films were examined by X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), atomic force microscopy (AFM) and nanoindentation. It was clarified that the surface roughness depends on the substrate temperature, and affects resistivity and hardness of the film. The surface roughness decreases when substrate temperature changed from 100 to 200 °C, and then increases when substrate temperature was above 200 °C. The change of resistivity is approximately a linear relation with surface roughness.

**KEY WORDS** Au/NiCr/Ta multilayer, surface roughness, nanoindentation

Au/NiCr/Ta 多层金属膜广泛用于微波集成电路 (MIC), 薄膜生长表面的形貌与粗糙问题一直是人们关注的研究课题<sup>[1-5]</sup>, 它的重要性不仅在于制备高质量薄膜电路的实际需要, 而且还在于这一问题与统计物理中的一些基本问题有关. 在不同的薄膜制备工艺下, 薄膜粗糙度会发生变化, 薄膜的过度粗糙化及晶粒尺寸分布不均会影

响到集成电路后续加工及各方面的性能. 比如在光性能方面, 粗糙的薄膜表面会导致额外的信号产生; 在电性能方面, 对于电路的电阻影响很大. 因此, 薄膜的表面粗糙度在集成电路中是一个非常重要的问题, 它对于优化工艺参数起着重要的作用<sup>[6,7]</sup>. 近年来扫描隧道显微镜 (STM) 和原子力显微镜 (AFM) 的发展和普及, 已经可以从实验角度研究薄膜的原子级信息. 同时, 薄膜硬度也是影响薄膜电路的电学和光学性能的基本参数<sup>[8,9]</sup>, 纳米压入技术的应用, 可以在一定的压入深度范围内忽略基体对金属薄膜硬度的影响, 从而可用来研究薄膜真实或本征硬度与薄膜其它性能的关系.

\* 国家自然科学基金项目 59931010 和科技部中法先进研究计划项目 PRA MX9906 资助

收到初稿日期: 2001-07-09, 收到修改稿日期: 2001-12-24

作者简介: 唐 武, 男, 1975 年生, 博士生

## 1 实验方法

### 1.1 试样制备

基体材料为单晶 Si-(111) 片, 在美国 VS-24C 磁控溅射台上依次连续溅射 Ta(50 nm), NiCr(50 nm), Au(500 nm) 几层金属。溅射靶直径为 150 mm, Au 纯度是 99.99%, 沉积系统真空度优于  $10^{-4}$  Pa, 溅射气体为 99.999% 的氩气, 基体保持水平并采用负偏压。溅射前, 先预溅射 2 min 去除靶材表面的污染物。在沉积过程中, 基体温度分别为 100, 150, 180, 200 和 250 °C。

### 1.2 测试方法

用 Rigaku/max-3C 型 X 射线衍射仪 ( $\text{CuK}\alpha$ ) 检测薄膜的物相结构, 管压 40 kV, 管流 35 mA, 石墨单色器滤波,  $2\theta$  从  $20^\circ$  到  $90^\circ$  扫描。用 JSM5800 型扫描电镜观察试样表面和断面; AFM 研究薄膜表面形貌。采用方均根粗糙度 ( $R_{ms}$ ) 来衡量薄膜表面粗糙度的大小<sup>[10]</sup>。用四点探针测量电阻, 用纳米压入仪测定薄膜硬度<sup>[11]</sup>。

## 2 实验结果及分析

### 2.1 XRD 分析

不同基体温度沉积的 Au/NiCr/Ta 薄膜的 XRD 图谱见图 1, 可以看出: 在所有的基体温度条件下沉积的薄膜, 仅出现 Au 的 (111) 一级和二级衍射峰, 强度高, 半高宽范围小, (111) 择优取向非常明显。Au 的晶体生长很好, 不存在非晶态, 因为 Au 层较厚 (500 nm), 所以在该实验所使用的 X 射线强度下, 没有检测到其他相。

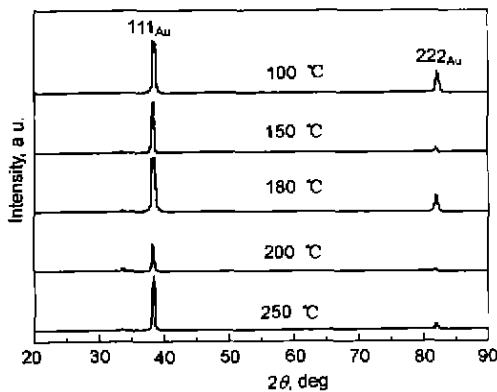


图 1 不同基体温度沉积的 Au/NiCr/Ta 薄膜的 XRD 图谱

Fig.1 XRD patterns of Au/NiCr/Ta films at different substrate temperatures

### 2.2 SEM 分析

SEM 结果见图 2(图中直线为能谱分析长度), 可以看出薄膜厚度均匀, 达到了磁控溅射工艺的要求。薄膜与基体结合良好; 薄膜生长连续而且致密。

### 2.3 AFM 分析

SEM 难以定量分析表面粗糙度, 图 3 为不同基体温度下沉积薄膜的 AFM 三维轮廓图, 从中可以看出表面形

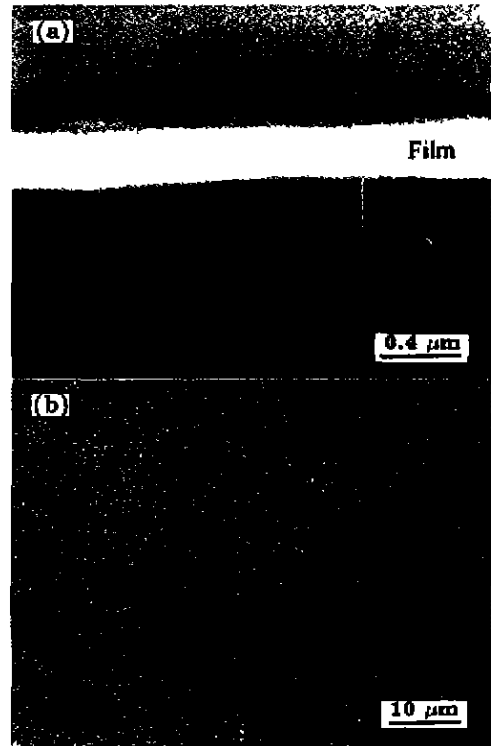


图 2 Au/NiCr/Ta 薄膜断面和表面 SEM 形貌

Fig.2 SEM morphologies of cross-section(a) and surface(b) of Au/NiCr/Ta films at substrate temperature 250 °C

貌的立体结构, 表面结晶完整, 颗粒清晰可见。

表面粗糙度随基体温度的变化见图 4, 当基体温度从 100 到 200 °C 变化时, 薄膜  $R_{ms}$  从 3.123 nm 逐渐下降到 1.517 nm, 当基体温度为 250 °C 时,  $R_{ms}$  突然增大到 6.624 nm, 薄膜表面发生了一个从粗糙 → 光滑 → 粗糙的变化过程。

基体温度的升高对粗糙度的影响有两个方面: 一方面是增加原子的表面扩散长度, 促进晶化, 从而使表面平滑, 这主要体现在基体温度 100—200 °C 区间; 另一方面是促使小晶粒聚合, 而降低总的表面能, 而这一过程将使表面粗糙, 这在基体温度 250 °C 时得到体现。在我们所研究的 Au 薄膜体系中,  $R_{ms}$  是由这两种因素的相对强弱决定的, 在 100—200 °C 区间, 晶粒聚合的作用很小, 因此随着温度上升, 表面逐渐平滑; 在基体温度 250 °C 时, 小晶粒开始聚合, 则平滑的表面又开始粗糙, 并且随着温度的升高, 晶粒聚合的程度越大, 表面也越来越粗糙, 也就是说高温 ( $T > 200$  °C) 时, 粗糙度主要由一种机制决定。于是我们得出, 在所研究的中温区 (100—200 °C) 内, 表面扩散是造成薄膜表面平滑的主要原因, 高温时 (250 °C) 晶粒聚合是表面粗糙化的主要原因。

### 2.4 纳米压入硬度

纳米压入典型的加载卸载曲线见图 5, 硬度值根据

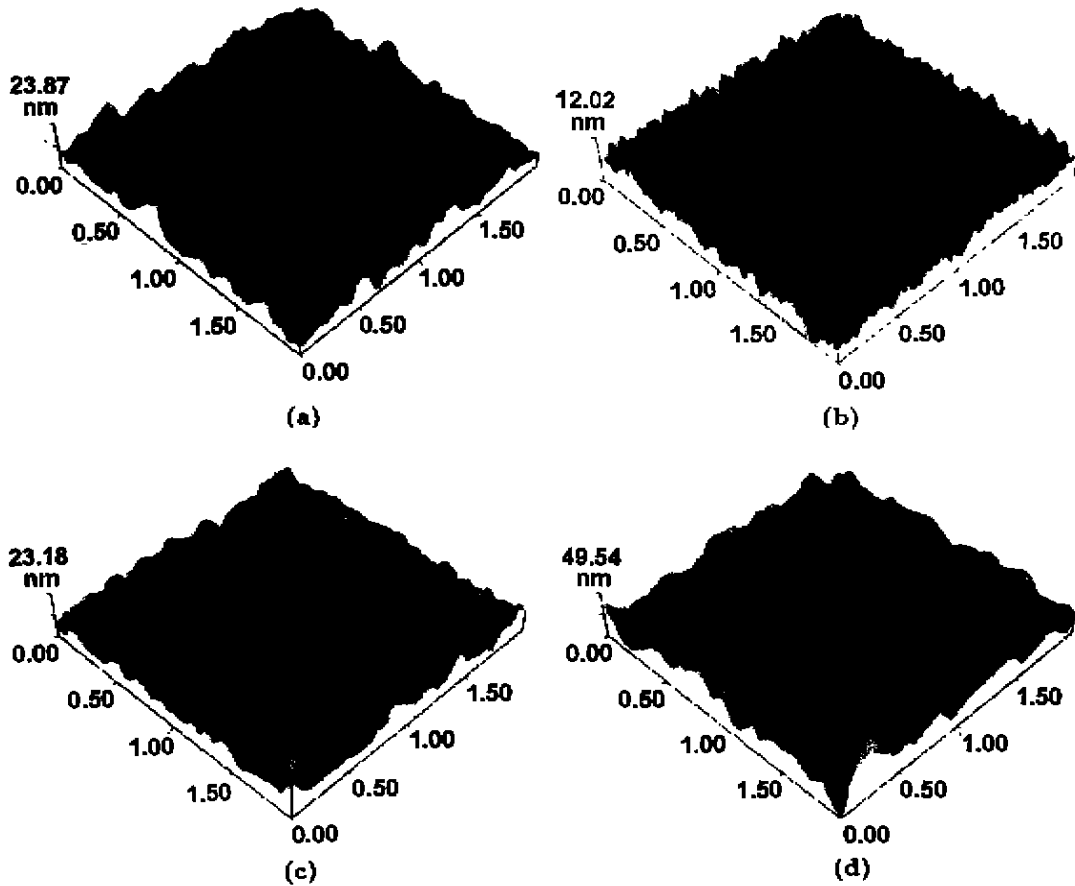


图 3 不同基体温度下 Au/NiCr/Ta 薄膜的 AFM 三维轮廓图

Fig.3 AFM morphologies of Au/NiCr/Ta films at different substrate temperatures

(a) 100 °C;  $R_{rms}$ : 3.123 (b) 150 °C;  $R_{rms}$ : 1.517 (c) 200 °C;  $R_{rms}$ : 2.935 (d) 250 °C;  $R_{rms}$ : 6.624

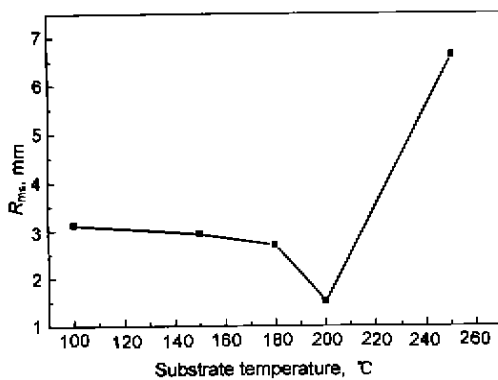


图 4 表面粗糙度随基体温度的变化

Fig.4 Surface roughness of Au/NiCr/Ta film vs substrate temperature of silicon

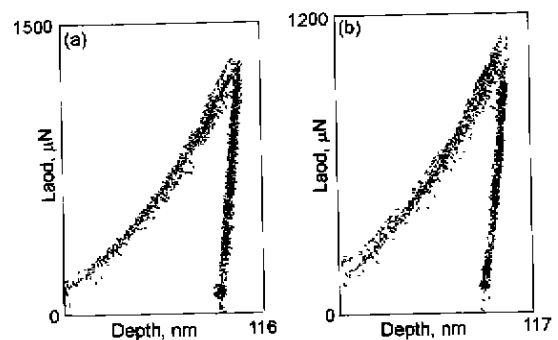


图 5 纳米压入加载卸载曲线

Fig.5 Nanoindentation curves of Au/NiCr/Ta films (a) 100 °C (b) 250 °C

Oliver 和 Pharr 的方法予以确定<sup>[11]</sup>, 不同基体温度的纳米压入硬度见图 6.

一般认为, 为了得到薄膜的真实硬度、压头压入的深度要小于薄膜厚度的 1/10<sup>[12]</sup>, Ranjana 等人<sup>[13]</sup>对玻璃基体上铝膜的实验研究表明、压入深度  $h \geq t/4$  (t

为膜厚), 薄膜硬度不受基体影响. 我们采用类似准则进行测量, 并认为其对于软硬膜基体是可行的.

### 2.5 表面粗糙度的影响

Au/NiCr/Ta 薄膜的电阻用四点探针法在室温下测量、对应于薄膜的表面粗糙度, 我们发现, 薄膜表面粗糙

度增加时,电阻几乎呈线性增长,电阻与表面粗糙度的关系见图7.

对比图4和图6,薄膜表面粗糙度在基体温度为200℃时达到最小值1.5 nm,对应的薄膜硬度为最大值4.2 GPa;薄膜表面粗糙度在基体温度250℃时达到最大值6.6 nm,薄膜硬度为最小值2.4 GPa.说明至少表

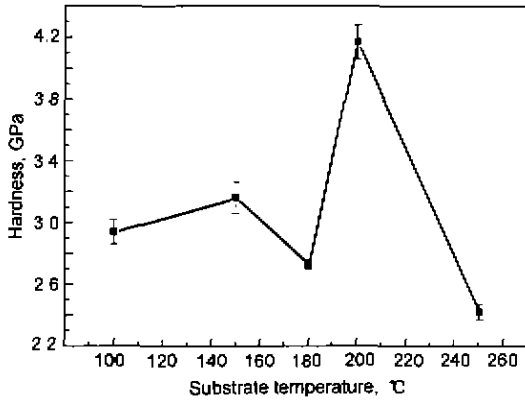


图6 不同基体温度对硬度的影响

Fig.6 Effect of the deposition temperature on the nano-hardness of Au/NiCr/Ta film

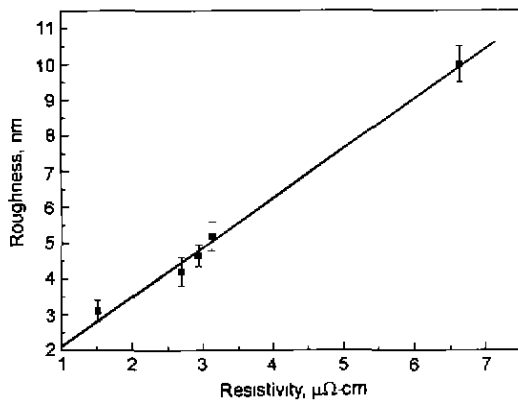


图7 电阻随表面粗糙度的变化

Fig.7 Resistivity vs surface roughness of Au/NiCr/Ta film

观上纳米表层的硬度与表面粗糙度有关,薄膜电阻率和纳米硬度是否与表面粗糙度有本质联系,其物理内涵及差异有待进一步研究.

### 3 结论

本文采用磁控溅射方法,通过对Si-(111)基体不同温度下沉积的多层金属膜Au/NiCr/Ta的XRD,SEM,AFM以及纳米压入硬度的研究,得到以下结论:

(1) Au-(111)择优取向非常明显,晶体生长良好,X射线衍射未观察到合金相出现.

(2) 薄膜表面的粗糙度依赖于基体的温度,随着沉积温度升高,薄膜表面发生粗糙→光滑→粗糙的变化过程.原子表面扩散是造成薄膜表面平滑的主要原因,晶粒聚合则是高温时(250℃)表面粗糙化的主要原因.

(3) 表观上,薄膜电阻和纳米硬度与表面粗糙度有关.粗糙度增加,电阻几乎呈线性增长;粗糙度最大时,硬度测量值最小,粗糙度最小时,硬度测量值最大.

### 参考文献

- [1] Bartelt M C, Evans J W. *Phys Rev Lett*, 1995; 75: 4250
- [2] Luijten E, Van Beijeren H, Blöte H W J. *Phys Rev Lett*, 1994; 73: 456
- [3] Den N M. *Phys Rev Lett*, 1990; 64: 435
- [4] Meakin P, Ramanlal P, Ball R C. *Phys Rev*, 1986; A34: 5091
- [5] Family F, Vicsek T. *J Phys*, 1985; A18: 175
- [6] Lacquaniti V, Monticone E, Picotto G B. *J Microelectron*, 1997; 28: 875
- [7] Randall N X, Schmutz C J, Hollander E. *Surf Coat Technol*, 1998; 99: 111
- [8] Armstrong R W, Shin H, Ruff A W. *Acta Metall Mater*, 1995; 43: 1037
- [9] Tsang C F, Jasmine W. *Mater Charact*, 2000; 45: 187
- [10] Hou J G, Wang Y, Xu W T. *Appl Phys Lett*, 1997; 70: 3110
- [11] Oliver W C, Pharr G M. *J Mater Res*, 1992; 7: 1564
- [12] Amar G J. *Phys Rev Lett*, 1990; 64: 543
- [13] Rajjana S, Xue Z Y, Huang Y, Nix W D. *J Mech Phys Solids*, 2001; 49: 1997