

基板表面粗糙度对电阻薄膜微观形貌及电学性能的影响

杨翌^{1,2,3}, 李保昌^{1,2}, 王焯^{1,2}, 罗俊尧^{1,2}, 陆忠成^{1,2}, 杳世我^{1,2*}, 宁洪龙^{3*}

(1. 广东风华高新科技股份有限公司, 广东肇庆 526060; 2. 新型电子元器件关键材料与工艺国家重点实验室, 广东肇庆 526060; 3. 华南理工大学材料科学与工程学院, 广东广州 510641)

摘要: 不同表面粗糙度的基板显著影响其溅射膜层的微观形貌、电阻以及残余应力, 同时其本身的制备成本也相差甚远。选择表面粗糙度适合的基板, 能够在保证产品性能良好、可靠性高的同时, 兼顾生产成本的有效调控。基于实际生产考量, 通过磁控溅射工艺制备两种 Ti、Ta₂N 功能薄膜, 系统性评估了表面粗糙度大范围梯度 ($R_a=20-1000$ nm) 变化的氧化铝基板对溅射膜层的影响, 包括镀膜前后表面粗糙度、室温电阻率以及电阻温度系数 (TCR)。结果表明: 当基板表面粗糙度 $R_a < 350$ nm, 镀膜后 R_a 无显著变化; 当 $R_a > 350$ nm, 随着基板 R_a 增加其镀膜后 R_a 显著降低; 不同于 R_a , 镀膜后功能薄膜层 R_2 明显低于基板值; Ti、Ta₂N 薄膜电阻率, 随基板 R_a 的增加而增大; Ta₂N 功能薄膜 TCR 随基板 R_a 值的增加先增大后减小, 负偏明显并保持在 $-500 \times 10^{-6} - -550 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ 区间。

关键词: 表面粗糙度; 电阻率; 磁控溅射; 电阻温度系数; 功能薄膜

中图分类号: TB302.1

文献标志码: A

文章编号: 1673-9981(2022)04-0505-06

引文格式: 杨翌, 李保昌, 王焯, 等. 基板表面粗糙度对电阻薄膜微观形貌及电学性能的影响[J]. 材料研究与应用, 2022, 16(4): 505-510.

YANG Zhao, LI Baochang, WANG Ye, et al. Effect of Substrate Surface Roughness on the Morphology and Electrical Properties of Resistance Films[J]. Materials Research and Application, 2022, 16(4): 505-510.

薄膜集成电路技术及半导体微型化的趋势, 对精细制造提出了不同程度的挑战和机遇^[1-4]。在薄膜元器件制备中, 基板的特性与薄膜附着层之间的关系越来越受关注。基板表面粗糙度作为评估基板的重要指标^[5], 在大规模生产中成为了控制成本不可忽略的因素。合适表面粗糙度基板的选择不但能够保证产品性能及可靠性, 并且还能有效调控生产成本^[6-8]。

基板间的差异能够影响表面薄膜的各项性能。已有研究表明, 基板对于表面薄膜的粗糙度^[9]、电导率^[10]和择优取向^[11]等方面都会产生影响。唐武等^[12]在不同表面粗糙度的氧化铝基板上制备金电阻附着层薄膜, 探究了电阻率与残余应力之间的关

系, 结果显示电阻率与基板表面粗糙度呈正相关。Mosbah, A 等通过磁控溅射法进行了 ZnO 薄膜的制备, 得出电阻率主要影响因素为电子与薄膜表面的碰撞且碰撞模型符合 Fuchs-Sondheimer 理论^[13]。此外, 基板表面粗糙度对表面薄膜粗糙度的影响也被广泛地研究。潘永强等^[14]在不同表面粗糙度的 K9 玻璃 ($R_a=1.8-8.6$ nm) 上沉积二氧化钛 (TiO₂) 光学薄膜 (厚度为 51.6 nm), 光学薄膜的粗糙度随着基板表面粗糙度的增加而增加, 但薄膜表面粗糙度始终小于基板粗糙度, 说明 TiO₂ 薄膜具有平滑基板表面粗糙度的作用。

综上, 对不同表面粗糙度的基板表面形貌、薄膜的表面形貌及其电学和物理性能方面获得了广泛地

收稿日期: 2022-01-11

作者简介: 杨翌 (1985-), 女, 云南昆明人, 博士, 主要研究方向为电子功能薄膜及元器件, E-mail: Yangzhao@china-fenghua.com。

通信作者: 杳世我 (1977-), 男, 广东云浮人, 硕士, 教授级高工, 主要研究方向为电子元器件及材料方向, E-mail: tashiwo@china-fenghua.com。

宁洪龙 (1971-), 男, 湖南株洲人, 博士, 研究员, 主要研究方向为信息显示用电子材料相关薄膜晶体管阵列结构设计赫尔工艺研究, E-mail: ninghl@scut.edu.cn。

关注,然而大范围变化的基板表面粗糙度对于表面溅射薄膜的形貌及电学性能影响的相关研究未见报道。本文采用磁控溅射法,在表面粗糙度梯度变化的氧化铝(Al_2O_3)陶瓷基板上制备两种不同的功能薄膜(Ti、TaN),通过显微形貌和电学测试,对比分析不同表面粗糙度氧化铝陶瓷基板对于制备薄膜的影响,对实际生产具有一定的指导意义。

1 实验部分

1.1 试样及方法

试样为表面粗糙度 $R_a=20\text{--}1000\text{ nm}$ 的 Al_2O_3 陶瓷基板(纯度 96%),由福建华清电子材料科技有限公司生产。

利用定制型磁控溅射设备(沈阳科学仪器有限公司),在 Al_2O_3 陶瓷基板上分别制备 Ti 和 TaN 薄膜。采用 Ti 金属靶材(纯度 99.99%),溅射功率 100 W(DC),本底真空 $6.3\times 10^{-4}\text{ Pa}$,工作气压 0.3 Pa、溅射时间 11 min、转速 $8\text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$ 。采用 TaN 靶

材(纯度 99%),溅射功率 100 W(RF),保持本底真空、工作气压、转速不变,溅射时间 40 min。将镀膜后的 TaN、Ti 薄膜按照 R_a 从小到大的排序,结果列于表 1。

1.2 表征

基板表面粗糙度、薄膜层粗糙度及厚度,分别通过三维光学轮廓仪(Bruker Contour GT-K)和台阶仪(Veeco Dektak 150)进行测试。薄膜表面微观形貌,用德国 Zeiss 公司的扫描电子显微镜(Supra 55 Sapphire)和原子力显微镜(AFM, Bruker Dimension ICON)进行表征。用苏州晶格公司的四探针方阻测试仪和 GDH-0506 超高精度恒温油槽,分别对 TaN 膜层的方阻及电阻温度系数进行测试。

2 分析与讨论

2.1 粗糙度 ΔR_a 、 ΔR_z

在不同粗糙度的 Al_2O_3 陶瓷基板上制备 TaN 和 Ti 薄膜,研究前后样品的 R_a 及 R_z 的变化率情况。 ΔR_a 表示轮廓算术平均偏差,即反映整个样品轮廓峰高绝对值的算数平均数; ΔR_z 表示微观不平度十点高度,即五个最大轮廓峰高平均值与五个最大轮廓谷深平均值之和,反映短小平面内的最大变化幅度。

图 1 为镀膜后样品表面粗糙度梯度 ΔR_a 和 ΔR_z 的变化情况。从图 1 可见:随着样品粗糙度 R_a 的升高,镀膜前后 ΔR_a 与 ΔR_z 整体呈现下降的趋势;随着基板 R_a 和 R_z 的增大, ΔR_a 和 ΔR_z 的下降趋势逐渐减缓。当基板 $R_a < 350\text{ nm}$ 时粗糙度变化在 $\pm 10\%$ 内, $R_a > 350\text{ nm}$ 时粗糙度变化幅度增加, ΔR_a 最高可达

表 1 TaN、Ti 薄膜样品编号

Table 1 Sample code of TaN, Ti films

TaN 膜	Ti 膜	基板 R_a/nm
TaN-1	Ti-1	23.1
TaN-2	Ti-2	33.3
TaN-3	Ti-3	50.9
TaN-4	Ti-4	142.6
TaN-5	Ti-5	228.2
TaN-6	Ti-6	357.0
TaN-7	Ti-7	585.6
TaN-8	Ti-8	806.4
TaN-9	Ti-9	976.3

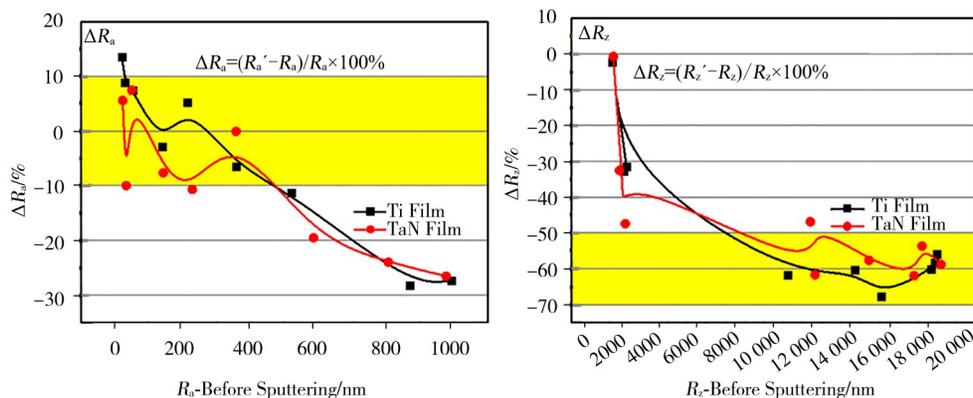


图 1 表面粗糙度梯度变化的基板镀膜后 ΔR_a 和 ΔR_z 的变化情况

Figure 1 Changes in ΔR_a and ΔR_z after coating of substrates with gradient changes in surface roughness

—30%,这主要是沉积原子在基板表面的扩散所致。薄膜沉积对基板的表面粗糙度出现了明显的补偿现象,基板表面沉积原子的扩散能够有效提高薄膜的致密度,降低薄膜粗糙度^[15-16]。当基板 $8000\text{ nm} < R_z < 20\ 000\text{ nm}$,薄膜的 ΔR_z 能够控制在—50%—70%之间。该现象的出现,一方面是由于基板表面沉积原子的扩散^[7],另一方面是有限的薄膜沉积厚度对表面粗糙度的补偿。

2.2 表面形貌

图 2 为 Ti 薄膜在粗糙度梯度变化的 Al_2O_3 基板

上沉积的显微形貌图及 Ti-4 和 Ti-8 样品的 EDS 面扫谱图。从图 2 显微形貌可见:随着基板表面粗糙度的增加,样品表面出现裂纹、沟壑并逐渐变深、增大;高粗糙度基板表面沉积的薄膜平整度、致密性都较差,并且呈现出明显的不连续。从图 2 样品 Ti-4 和 Ti-8 的 EDS 面扫谱图可见,基板表面粗糙度的增加并没有造成 Ti 元素的分布不均。主要是由于溅射离子受到电场与磁场的共同作用,以一种无规则的运动轨迹从多角度沉积在基板表面,不容易受到基板表面粗糙度的影响,薄膜整体均匀度仍能保持较高水平。

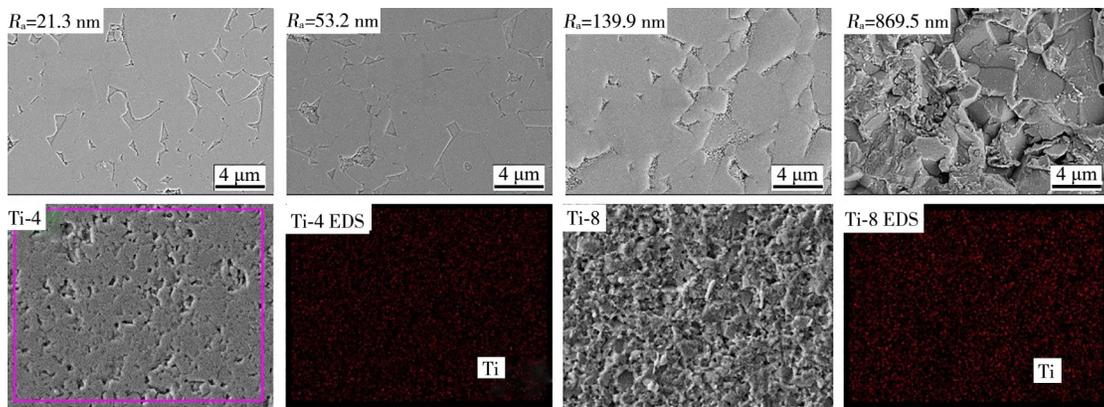


图 2 Ti 薄膜的表面形貌及 EDS 面扫谱图

Figure 2 Microscopic morphology and EDS scanning spectrum of Ti films

图 3 为 TaN 薄膜在表面粗糙度梯度变化 Al_2O_3 基板沉积的显微形貌图及对应的 AFM 三维测试图。从图 3 可见:TaN 薄膜的表面形貌与 Ti 薄膜的一致,随着基体表面粗糙度的升高出现了平整度、致

密性的下降,并且呈现出明显的不连续;随着基板粗糙度的升高,薄膜表面开始出现明显的大范围凹陷和凸起,AFM 测试的表面变化规律与 SEM 的一致。

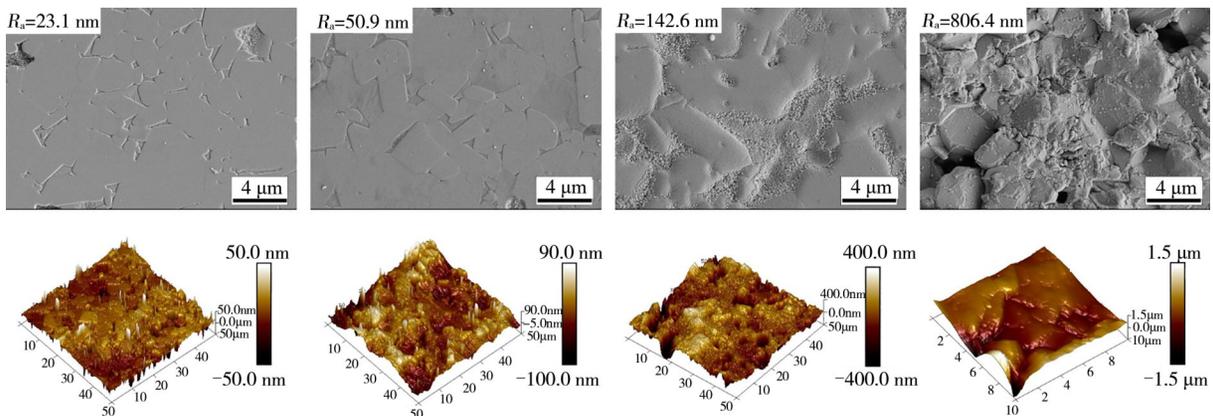


图 3 TaN 薄膜的显微形貌及对应的 AFM 三维图片

Figure 3 Microscopic morphology of TaN films and corresponding AFM 3D images

表 2 为表面粗糙度梯度变化的 Al_2O_3 基板 TaN 溅射层的 AFM 测试参数,其中 R_q 为区域内轮廓峰

高的均方根、 R_s 为轮廓峰高绝对值的平均数、 $R_q - R_s$ 为轮廓峰高绝对值相对于 R_s 的离散程度,而 $R_q - R_s$

通过公式可得。式(1)–(4)中: N 表示为AFM测试区域内轮廓峰高数量,即求和符上界; R_q 表达为*i*表示的求和符下界, R_a 表达为*j*表示的求和符下界; Z 则表示为轮廓峰高度。当任意 $|Z_j|$ 与 $|Z_i|$ 的差值增大,表明样品轮廓峰高 R_q 相对 R_a 离散的程度越大, R_q 与 R_a 的差值越大。

$$R_q - R_a = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N Z_i^2}{N}} - \frac{1}{N} \sum_{j=1}^N |Z_j| \geq 0 \quad (1)$$

$$\left(\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N Z_i^2}{N}} \right)^2 - \left(\frac{1}{N} \sum_{j=1}^N |Z_j| \right)^2 \geq 0 \quad (2)$$

$$\sum_{j=1, i=1}^N \left[(Z_j)^2 + (Z_i)^2 - 2|Z_j||Z_i| \right] \geq 0 \quad (3)$$

$$\sum_{j=1, i=1}^N (|Z_j| - |Z_i|)^2 \geq 0 \quad (4)$$

由表2可知:样品 TaN-3 的 $R_q - R_a$ 值较 TaN-1 的小,但粗糙度 R_a 却比 TaN-1 的大,而在 $50 \mu\text{m} \times 50 \mu\text{m}$ 的测试范围内 TaN-3 的轮廓峰高绝对值的平均数大于 TaN-1,但轮廓峰高相对 R_a 的离散程度小于 TaN-1;镀膜后薄膜表面的 R_a 明显低于 Al_2O_3 基板, TaN-8 样品镀膜前后的 R_a 差值显著。这一结果说明,基板表面粗糙度越大,沉积原子的扩散对于表面粗糙度的补偿效果越明显。

表2 表面粗糙度梯度变化的 Al_2O_3 基板 TaN 溅射层的 AFM 测试参数

Table 2 AFM test parameters of TaN sputtered layer on Al_2O_3 substrate with a gradient in surface

样品编号	基板 R_a/nm	薄膜 R_q/nm	薄膜 R_a/nm	薄膜 $R_q - R_a/\text{nm}$
TaN-1	23.1	16.8	9.9	6.9
TaN-3	50.9	25.6	19.9	5.7
TaN-4	142.6	118.0	85.1	32.9
TaN-8	806.4	360.3	273.3	87

2.2 电学性能

图4为在表面粗糙度梯度变化的 Al_2O_3 基板上制备的 TaN 薄膜的电阻率及 TCR 变化曲线。从图4可见, TaN 薄膜电阻率随基板表面粗糙度 R_a 增大而增大。这主要是粗糙度的增加导致基板及薄膜的表面呈现大面积的不平整和不连续,从而使电子传导受到阻碍,因此难以形成连续的通路,最终导致电阻率增大^[17-19]。从图4还可见, TCR 随着 R_a 的增加

呈现出负偏增强的趋势,该现象的出现主要是因为 R_a 的增大,基板表面的不平整导致靶材粒子的沉积不连续,电子在薄膜不连续处的传导涉及到电子的发射与接收,根据 Mathiessen 法则,电阻率增加,入射电子在薄膜表面和薄膜到衬底界面上镜面散射的比例增加,电子在缺陷处的散射明显受到表面粗糙度的影响,从而导致 TCR 的进一步负偏^[20-21]。因此,基板表面粗糙度的上升会影响溅射薄膜的连续性,进而影响电阻的温度稳定性。

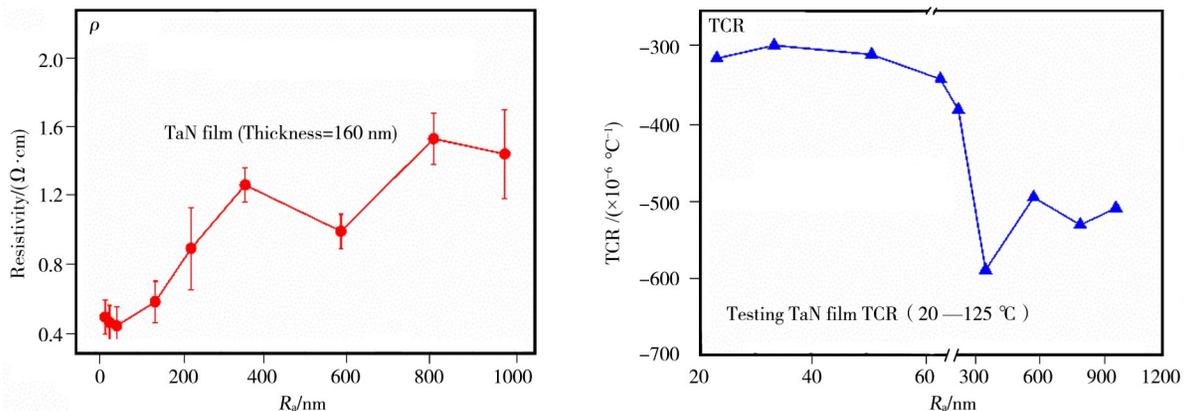


图4 TaN 薄膜的电阻率 ρ 和 TCR 随基体 R_a 变化的曲线

Figure 4 Curves of resistivity and temperature coefficient of resistance (TCR) with substrate R_a

3 结论

利用磁控溅射法在表面粗糙度为20—1000 nm大范围梯度变化的 Al_2O_3 基板上制备了Ti和TaN薄膜,通过对溅射薄膜进行微观形貌及电学性能方面的表征,得出以下结论。

(1)溅射离子扩散能够对 Al_2O_3 基板表面粗糙度产生补偿。

(2)对于相同制备工艺的Ta_xN和Ti_xN溅射薄膜,当 ΔR_a 需控制在 $\pm 10\%$ 以内,可选择 $20 \text{ nm} < R_a < 350 \text{ nm}$ 的基板。当薄膜的 ΔR_z 需控制在 $-50\% - -70\%$ 之间时, $8000 \text{ nm} < R_z < 20\,000 \text{ nm}$ 的基板可符合要求。

(3)SEM和AFM结果显示,随着 Al_2O_3 基板粗糙度的增加,薄膜表面致密度降低,不连续性增强导致难以形成通路,电导率升高。粗糙度升高引起的表面缺陷增多会导致TCR的进一步负偏。

参考文献:

- [1] LI C, PAULITSCH J, DU Y, et al. Thermal stability and oxidation resistance of Ti-Al-N coatings [J]. Surface & Coatings Technology, 2012, 206-318 (11-12): 2954-60.
- [2] CONTRERAS E, BEJARANO G, GÓMEZ M. Synthesis and microstructural characterization of nanoscale multilayer TiAlN/TaN coatings deposited by DC magnetron sputtering [J]. International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 2019, 101 (1-4): 663-673.
- [3] MA W H, CAI C L. Influence of magnetron sputtering technique parameters on resistance-temperature characteristic of Ti-W alloy Films [J]. Surface Technology, 2011, 40(5): 85-87.
- [4] OGWU A A, DARMA T H, BOUQUEREL E. Electrical resistivity of copper oxide thin films prepared by reactive magnetron sputtering [J]. Journal of Achievements of Materials and Manufacturing Engineering, 2007, 24(1): 172.
- [5] CLIMENT-PASCUAL E, HAMES B C, MORENO-RAMÍREZ J S, et al. Influence of the substrate on the bulk properties of hybrid lead halide perovskite films [J]. Journal of Materials Chemistry A, 2016, 4(46): 18153-18163.
- [6] HAMADA K, OGAWA T, OKUMURA H, et al. The effect of substrate roughness on the properties of RF sputtered AZO thin film [J]. MRS Communications, 2019, 9(2): 697-701.
- [7] LIN S S, ZHOU K S, DAI M J, et al. Effects of surface roughness of substrate on properties of Ti/TiN/Zr/ZrN multilayer coatings [J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2015, 25 (2): 451-456.
- [8] MILLER C, CHOUDHURY D, ZOU M. The effects of surface roughness on the durability of polydopamine/PTFE solid lubricant coatings on nitinol 60 [J]. Tribology Transactions, 2019, 62(5): 919-929.
- [9] LEE S H, YAMASUE E, OKUMURA H, et al. Effect of substrate roughness and working pressure on photocatalyst of N-doped TiO_x films prepared by reactive sputtering with air [J]. Applied Surface Science, 2015, 324: 339-348.
- [10] WENG X, TANG W, YUTAO W U, et al. Microstructure and resistivity of low temperature deposition ITO films on PET substrate by magnetron sputtering [J]. Key Engineering Materials, 2007, 353-358(Pt3): 1867-1870.
- [11] KIM Y J, KIM Y T, YANG H K, et al. Epitaxial growth of ZnO thin films on R-plane sapphire substrate by radio frequency magnetron sputtering [J]. Journal of Vacuum Science & Technology a Vacuum Surfaces & Films, 1997, 15(3): 1103-1107.
- [12] 唐武, 邓龙江, 徐可为, 等. 金属薄膜电阻率与表面粗糙度、残余应力的关系 [J]. 稀有金属材料与工程, 2008, 37(4): 617-20.
- [13] MOSBAH A, ABED S, BOUHSSIRA N, et al. Preparation of highly textured surface ZnO thin films [J]. Materials Science & Engineering B, 2006, 129(1-3): 144-149.
- [14] 潘永强, 杨琛. 二氧化钛薄膜表面粗糙度研究 [J]. 应用光学, 2018, 227(3): 110-114.
- [15] 崔江涛, 田修波, 杨士勤. 偏压对磁控溅射沉积铌膜表面性能的影响 [J]. 真空科学与技术学报, 2008, 28 (1): 67-71.
- [16] YAN J, ZHOU J. Elemental diffusion in Ni-Cr films fabricated by double-targets magnetron sputtering [J]. International Journal of Modern Physics B, 2007, 21 (12): 1981-1996.
- [17] SINNAMON L J, SAAD M M, BOWMAN R M, et al. Exploring grain size as a cause for “dead-layer” effects in thin film capacitors [J]. Applied Physics Letters, 2002, 81(4): 703-705.
- [18] 范平, 易葵, 邵建达, 等. Co和Cu薄膜电学特性和连续性特征的判据 [J]. 中国有色金属学报, 2006, 16 (4): 651-656.
- [19] 范平, 伍瑞锋, 赖国燕. 连续金属薄膜的电阻率研究 [J]. 真空科学与技术学报, 1999, 19(6): 445-451.

- [20] CHUANG N C, LIN J T, CHEN H R, et al. TCR control of Ni-Cr resistive film deposited by DC magnetron sputtering [J]. Vacuum: Technology Applications & Ion Physics: The International Journal & Abstracting Service for Vacuum Science & Technology, 2015, 119: 200-203.
- [21] XIUYU W, ZHISHENG Z, TIAN B, et al. Thin film chip resistors with high resistance and low temperature coefficient of resistance [J]. 天津大学学报 (英文版), 2010, 16(5): 348-353.

Effect of Substrate Surface Roughness on the Morphology and Electrical Properties of Resistance Films

YANG Zhao^{1,2,3}, LI Baochang^{1,2}, WANG Ye^{1,2}, LUO Junyao^{1,2}, LU Zhongcheng^{1,2}, TA Shiwo^{1,2*}, NING Honglong^{3*}
(1. Guangdong Fenghua Advanced Technology Holding Co., Ltd., Zhaoqing 526060, China; 2. State Key Laboratory of Advanced Materials and Electronic Components, Zhaoqing 526060, China; 3. School of Materials Science and Engineering, South China University of Technology, Guangzhou 510641, China)

Abstract: Substrates with different surface roughness significantly affect the microscopic morphology, resistance and residual stress of the sputtered films, and their preparation costs are also quite different. Choosing a substrate with suitable surface roughness can ensure good product performance and high reliability, meanwhile allow the effective control of production costs. In this paper, based on practical production considerations, two functional films of Ti and TaN were prepared by magnetron sputtering processes. The influence of alumina substrates with a wide gradient of surface roughness ($R_a=20-1000$ nm) on the sputtered films was systematically evaluated, including surface roughness before and after coating, room temperature resistivity, and temperature coefficient of resistance (TCR). Experiments showed that: when the surface roughness of the substrate $R_a < 350$ nm, R_a has no significant change after coating; when $R_a > 350$ nm, R_a decreased significantly after coating with the increase of substrate R_a ; different from R_a , the functional thin film layer after coating R_z was significantly lower than the substrate value; the resistivity of Ti and TaN films increased with the increase of substrate R_a ; the TCR of TaN functional films increased first and then decreased with the increase of substrate R_a value, and the negative bias was obvious and remained in the range of $-500 \times 10^{-6} - -550 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$.

Keywords: surface roughness; resistivity; magnetron sputtering; temperature coefficient of resistance; functional films

(学术编辑:褚欣)