

NiPt60%合金靶材磁控溅射前后形貌及结构观察

王传军, 闻 明, 张俊敏, 沈 月, 易 伟, 管伟明, 谭志龙*

(1. 昆明贵金属研究所, 贵研铂业股份有限公司 稀贵金属综合利用国家重点实验室, 昆明 650106)

摘 要: 镍合金和铂合金靶材是电子半导体行业重要的镀膜材料。研究镍合金和铂合金靶材对于改善薄膜质量和提高器件性能有重要意义。采用 2 种不同工艺制备了 NiPt60%合金溅射靶材。使用金相显微镜(OM), 扫描电子显微镜(SEM)和 X 射线衍射仪(XRD)观察并分析了磁控溅射前后靶材表面的形貌及结构。结果表明, 采用热轧-热处理制备的靶材晶粒粗大但均匀, 平均晶粒尺寸约为 100 μm ; 采用温轧-热处理制备的靶材细小但不均匀, 平均晶粒尺寸约为 50 μm 。溅射后的靶材形貌与晶粒尺寸和分布息息相关。

关键词: 金属材料; NiPt 合金; 形貌; 结构; 靶材; 晶粒尺寸

中图分类号: TG146.3⁺3 **文献标识码:** A **文章编号:** 1004-0676(2015)S1-0057-04

The Morphology and Microstructure of NiPt60% Alloy Targets Before and After Sputtering

WANG Chuanjun, WEN Ming, ZHANG Junming, SHEN Yue, YI Wei, GUAN Weiming, TAN Zhilong *

(State Key Laboratory of Advanced Technologies for Comprehensive Utilization of Platinum Metals, Sino-Platinum Metals Co. Ltd., Kunming Institute of Precious Metals, Kunming 650106, China;)

Abstract: Ni and Pt based alloys sputtering targets are important materials for film manufacture in electronic and semiconductor industry. Research on Ni and Pt based alloys are very important to improve the performance of related film and units. The morphology and microstructure of NiPt60% targets manufactured by two different methods before and after sputtering are observed by OM, SEM and XRD. The results show target processed by hot rolling and heat treatment has coarse but uniform microstructure, the average grain size of which are about 100 μm ; target processed by warm rolling and heat treatment has small and less uniform microstructure, the average grain size of which are about 50 μm . The morphology of targets after sputtering is decided by the microstructure of alloy before sputtering.

Key words: metal materials; NiPt alloy; morphology; microstructure; sputtering target; grain size

随着国内电子半导体行业的飞速发展, 对靶材的需求量不断增大, 靶材生产已成为支撑半导体行业发展的新的重要产业。由镍及镍合金(主要是 NiPt)靶材制备的镍硅化物具有无线宽效益、无桥连现象、薄层电阻小、低温退火消耗更少的硅原子和 Ni 硅化物应力小等优点, 在深亚微米浅结工艺, 特别是 65 纳米技术节点后, 取代钴硅化物, 成为最常用的硅化物, 广泛应用于肖特基二极管(SBD)、互补金属

氧化物半导体器件(CMOS)等分立元件及集成电路等领域^[1-2]。靶材的微观结构对薄膜的结构和性能影响较大, 如何制备具有优异结构的靶材, 对于提高所制备的薄膜的结构和性能具有重要意义。本文通过两种不同方法制备了具有不同晶粒尺寸和分布的 NiPt60%溅射靶材, 研究了磁控溅射前后表面形貌和结构变化规律。

收稿日期: 2015-08-29

基金项目: 云南省对外科技合作计划项目(2014IA037)、云南省战略性新兴产业发展专项资金项目。

第一作者: 王传军, 男, 工程师, 研究方向: 贵金属靶材及功能膜。E-mail: cjw@ipm.com.cn

*通讯作者: 谭志龙, 男, 工程师, 研究方向: 贵金属功能材料。E-mail: tzl@ipm.com.cn

1 实验

1.1 实验材料及仪器

本文以 4N 铂和镍作为原料,通过真空感应熔炼制备 NiPt60%合金铸锭。分别采用热轧-1250℃热处理(工艺 A)和温轧-400℃热处理(工艺 B)制备了 NiPt60%合金溅射靶材。对靶材进行溅射镀膜,镀膜后分别观察溅射前后靶材表面形貌和结构。采用光学显微镜和扫描电子显微镜观察材料的微观形貌;采用 X 射线衍射分析溅射前后合金的物相组成。

2 结果与讨论

2.1 微观形貌

图 1 是采用工艺 A 制备的 NiPt60%靶材溅射前的金相形貌。从图 1 可以看出,通过热轧+热处理的制备工艺,所制备的合金靶材晶粒以近等轴晶为主,大部分晶粒尺寸较大,同时含有少量的小尺寸晶粒,平均晶粒尺寸在 100 μm 左右。在某些晶粒中可以看见明显的退火孪晶,这是在面心立方金属及合金退火加热过程中较易出现的现象。

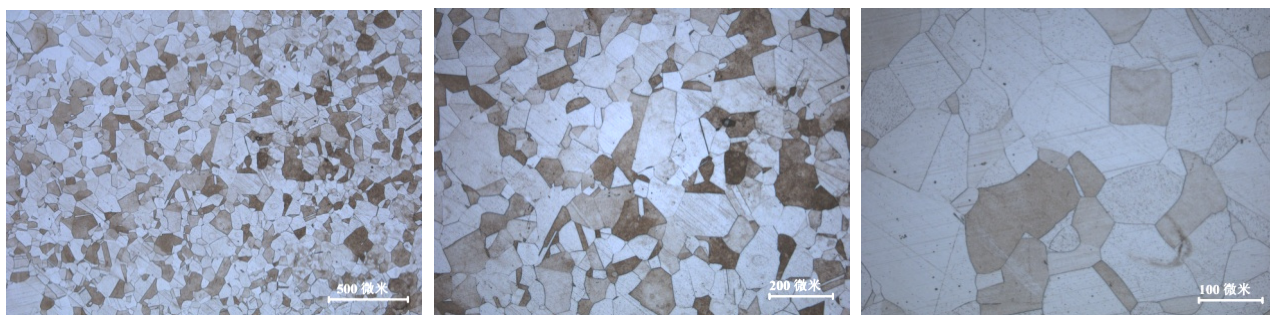


图 1 采用工艺 A 制备的 NiPt60%靶材溅射前金相形貌

Fig.1 OM morphology of NiPt60% alloy processed by routine A before sputtering

图 2 是采用工艺 B 制备的 NiPt60%靶材溅射前的金相形貌。与工艺 A 相比,所制备的合金靶材晶粒尺寸较小,尺寸分布相对不均匀,粗大晶粒和细

小晶粒共存。晶粒尺寸大小不一,平均晶粒尺寸在 50 μm 左右。



图 2 采用工艺 B 制备的靶材溅射前微观形貌

Fig.2 OM morphology of NiPt60% target processed by routine B before sputtering

图 3 为采用工艺 A 制备的 NiPt60%靶材溅射后扫描电镜形貌。从图 3 可以看出,靶材在溅射过程

中被剥离,留下凹坑和凸起相连的形貌,且凹坑和凸起的尺寸分布比较均匀。

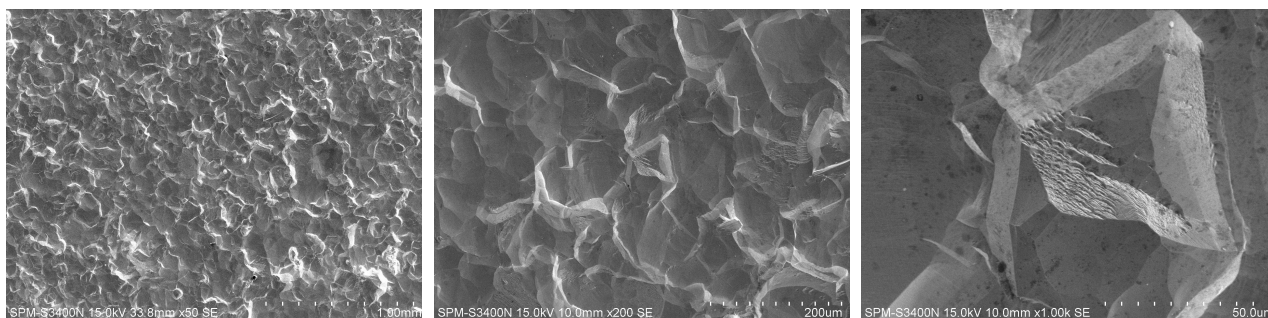


图3 采用工艺 A 制备的 NiPt60%靶材溅射后扫描电镜形貌

Fig.3 SEM morphology of NiPt60% target processed by routine A after sputtering

图4为工艺B制备的NiPt60%靶材溅射后扫描电镜形貌。在溅射过后也留下凹凸相连的形貌,与工艺A制备的靶材相比,该凹坑和凸起的尺寸不均

匀且差异较大,平均尺寸比工艺A制备的靶材的更细小。

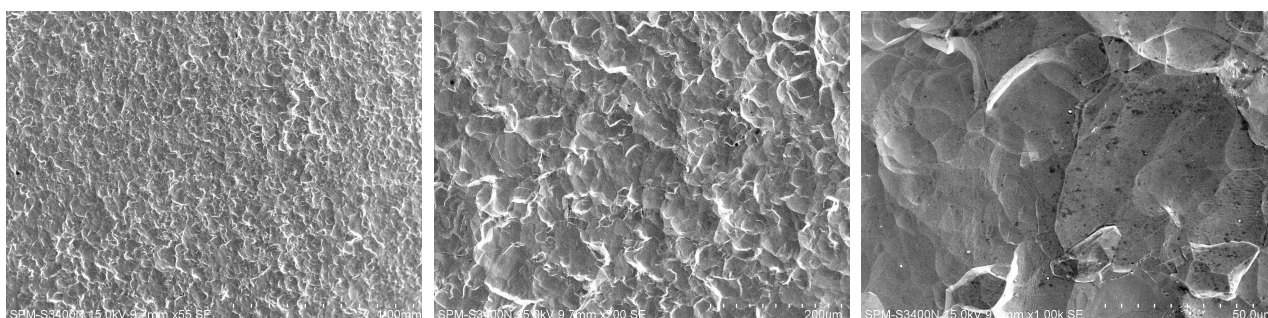


图4 采用工艺 B 制备的 NiPt60%靶材溅射后扫描电镜形貌

Fig.4 SEM morphology of NiPt60% target processed by routine B after sputtering

对比图1、2的靶材晶粒尺寸大小和分布及图3、4中的溅射后靶材表面形貌可知,在溅射过程中,靶材表面的材料以原子为单位被不断剥离,由于晶粒与晶界处原子结合力不同,导致溅射后靶材表面部分区域仍可辨认出溅射前晶界和晶粒的位置,因此,晶粒的尺寸和分布直接影响了溅射后靶材表面形貌的尺寸和分布。

2.2 XRD

图5是采用不同工艺制备的NiPt60%靶材溅射前后XRD衍射图。根据Pt-Ni合金相图,低温出现Ni₃Pt和NiPt有序相,其中NiPt有序相为L1₀-CuAu型结构,临界温度T_c=645℃。NiPt有序相区复盖较宽的成分范围,Pt-40%Ni(镍原子分数:68.9%)合金处在有序相区成分范围的边缘,经过较长时间的时效处理可以发现较弱的有序转变^[3-4]。采用本文中2种工艺制备的靶材在溅射前后其物相组成均为镍铂固溶体,未见有明显的有序相和第二相生成。

表1列出了不同工艺制备的NiPt60%溅射前后XRD数据对比。

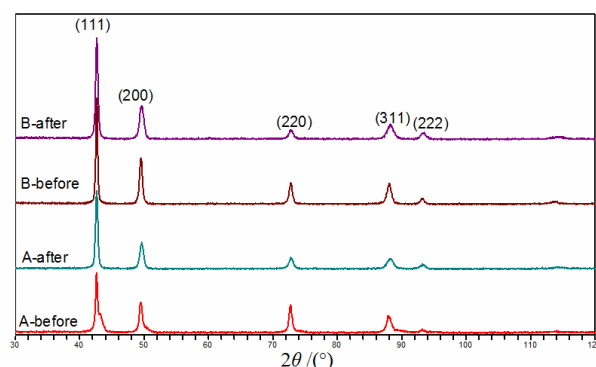


图5 采用不同工艺制备的 NiPt60%靶材溅射前后 XRD 衍射图

Fig.5 XRD pattern of NiPt60% processed by different methods before and after sputtering

表 1 不同工艺制备的 NiPt60%残靶不同面 XRD 数据对比

Tab.1 Comparison of XRD data of NiPt60% processed by different methods

项目	工艺 A-溅射前		工艺 A-溅射后		工艺 B-溅射前		工艺 B-溅射后	
	$2\theta /(^{\circ})$	$I/\%$	$2\theta /(^{\circ})$	$I/\%$	$2\theta /(^{\circ})$	$I/\%$	$2\theta /(^{\circ})$	$I/\%$
衍射角及强度	42.62	100	42.64	100	42.641	100	42.659	100
	49.439	51.9	49.678	36.7	49.599	46.1	49.662	31
	72.799	44.5	72.779	14.4	72.84	20.4	72.802	7.9
	88.079	27	88.26	11.8	88.059	20.4	88.18	13.6
	93.296	5.2	93.178	7	93.159	6.3	93.339	6.4
点阵常数/nm	0.36743		0.36703		0.36723		0.36696	

从表 1 可以看出，采用两种不同工艺制备的靶材，其溅射后的衍射 2θ 角均比溅射前有所偏移。具体来说代表(111)、(200)和(311)晶面的衍射角均向高角度偏移，而代表(220)和(222)晶面的衍射角向低角度偏移。在衍射峰强度方面，两种工艺制备的靶材溅射前后均有所变化，这说明随着溅射深度由表面向芯部深入，相应的晶面取向也略有差别。这从另一个方面证明了靶材溅射表面和芯部的成分及结构是有差别的。反应在点阵常数上则是中心面的点阵常数更低。同时，工艺 B 制备的靶材的衍射 2θ 角均比对应的工艺 A 靶材样品有所偏移，比如代表(111)晶面的衍射角均向高角度偏移。对应的点阵常数比工艺 A 的更小。这也说明了采用两种工艺制备的靶材其微观成分和结构存在细微差别。

3 结论

采用两种不同工艺制备了 NiPt60%合金溅射靶材，比较了溅射前后靶材的微观形貌和结构，结果表明：

(1) 采用热轧-1250℃制备的 NiPt 合金溅射靶材具有粗大但更均匀的晶粒分布，其平均晶粒尺寸

约为 100 μm 。

(2) 采用温轧-400℃制备的 NiPt 合金溅射靶材具有细小但晶粒尺寸更不均匀的晶粒分别，其平均晶粒尺寸约为 50 μm 。

(3) 溅射后靶材的表面形貌由靶材的晶粒尺寸和分布所决定。

(4) 采用不同的工艺制备的靶材，其微观组织和结构存在差别；采用同一工艺制备的靶材，其表面和芯部微观组织和结构存在差别。

参考文献：

[1] Breil N, Lavoie C, Ozcan A, et al. Challenges of nickel silicidation in CMOS technologies[J]. Microelectronic Engineering, 2015, 137(1): 79-87.

[2] Meng L, Li C, He X, et al. Innovatively composite hard mask to feature sub-30 nm gate patterning[J]. Microelectronic Engineering, 2014, 127(13): 7-13.

[3] Mukhopadhyay P K, Sanyal B, Eriksson O, et al. Experimental and theoretical study of annealed Ni-Pt alloys[J]. Physical Review B, 2006, 74(6): 064401.

[4] 郑云, 宁远涛, 周新铭. PtNi₄₀ 合金有序化转变及性能[J]. 贵金属, 1984, 5(4): 22-27.