

Ta/Al 合金薄膜 TCR 的方差分析

贾宇明* 杨邦朝

(电子科技大学信息材料工程学院 成都 610054)

【摘要】 在用直流共溅射法制备 Ta/Al 合金电阻薄膜的工艺中,研究了主要工艺参数,例如靶基距、气压、溅射电压和热处理时间等对薄膜电阻温度系数 (TCR) 的影响。采用方差分析和正交试验方法获取薄膜的最佳工艺条件和 TCR 值。结果表明只要适当选取和很好控制四种主要工艺参数就可以制出 TCR 性能优良的 Ta/Al 合金薄膜,同时证实了方差分析法行之有效。

关键词 方差分析; Ta/Al 合金薄膜; 电阻; 电阻温度系数; 溅射
中图分类号 TN604

通常的微电子电路总是希望所采用的薄膜电阻的温度系数 (TCR) 尽量接近于零,以保证电路的热稳定。但是,由于在薄膜电阻的制作过程中受各种条件的限制和影响,这种理想状况很难达到。以溅射 Ta/Al 合金薄膜电阻为例,其 TCR 与靶材、组分以及工艺因素有着直接关系。在靶材和组分确定的情况下,工艺因素起着决定作用。在 Ta/Al 薄膜电阻的制作工艺中,影响 TCR 的重要因素有靶距、溅射气压、溅射电压和热处理时间等,各因素之间不仅相互影响、相互联系,而且相互制约、相互促进或抑制。我们采用正交表来安排这种多因素试验,用统计数学原理进行数据的方差分析^[1-4],不仅选取了最佳工艺条件,而且获得了好的 TCR 结果。

1 实验方法

采用钽铝面积比约为 1:1 的平面靶材,直流共溅射制备 Ta/Al 合金电阻薄膜。选定靶距 A 、溅射气压 B 、溅射电压 C 和热处理时间 D 等薄膜工艺为本试验的四个试验因素,每个因素分别取三种水平。选用 $L_9(3)^4$ 正交表做九种试验,每种试验重复两次。所制作出的 Ta/Al 薄膜样品方阻为 $100\Omega/\square \sim 200\Omega/\square$ 。用惠斯顿电桥和电热恒温干燥箱在 $25^\circ\text{C} \sim 125^\circ\text{C}$ 范围内测量样品的 TCR,然后对测试结果进行方差分析。试验方案及测试结果见表 1。

2 方差的计算

用 $L_a(b^c)$ 正交表进行试验,其中 a 为总试验号数, b 为因素水平数, c 为所选因素个数。如果每号试验重复 T 次,则有

1) 数据总偏差平方和 S 及其自由度 f 为

$$S = \sum_{i=1}^a \sum_{t=1}^T (y_{it} - \bar{y})^2 = \sum_{i=1}^a \sum_{t=1}^T y_{it}^2 - \frac{1}{aT} \left(\sum_{i=1}^a \sum_{t=1}^T y_{it} \right)^2$$
$$f = aT - 1$$

表 1 试验方案及结果

试验号	A /cm	B /Pa	C /kV	D /h ^o °C ⁻¹	$\dot{y}_i = y_{it} + 100 \frac{y_{it}^2}{y_{i1}^2}$				$y_{iE} = \sum_{t=1}^T y_{it}$	y_{iE}^2
					y_{i1}	y_{i2}	y_{i1}^2	y_{i2}^2		
1	A ₁ (7)	B ₁ (2.0)	C ₁ (4)	D ₁ (3/300)	- 79	- 72	6 241	5 184	- 151	22 801
2	A ₁	B ₂ (2.4)	C ₂ (4.5)	D ₂ (4/300)	- 4	- 23	16	529	- 27	729
3	A ₁	B ₃ (2.8)	C ₃ (5)	D ₃ (5/300)	+ 29	- 4	841	16	+ 25	625
4	A ₂ (8)	B ₁	C ₂	D ₃	- 13	- 22	169	484	- 35	1 225
5	A ₂	B ₂	C ₃	D ₁	0	- 3	0	9	- 3	9
6	A ₂	B ₃	C ₁	D ₂	- 1	- 22	1	484	- 23	529
7	A ₃ (9)	B ₁	C ₃	D ₂	- 14	- 13	196	169	+ 1	1
8	A ₃	B ₂	C ₁	D ₃	- 2	- 18	4	324	- 20	400
9	A ₃	B ₃	C ₂	D ₁	- 3	- 3	9	9	- 6	36

式中 y_{it} 为第 i 号试验的第 t 次重复试验结果;
 \bar{y} 为试验数据总平均值.

2) 第 j 列的列偏差平方和 S_j 及自由度 f_j 为

$$S_j = \frac{aT}{b} \sum_{k=1}^b (y_{jk} - \bar{y})^2 = \frac{b}{aT} \sum_{k=1}^b y_{jk}^2 - \frac{1}{aT} \left(\sum_{k=1}^a \sum_{t=1}^T y_{it} \right)^2 = Q_j - P$$

$$f_j = b - 1$$

3) 试验误差的偏差平方和 S_e 及其自由度 f_e 为

$$S_e = S_{e1} + S_{e2}$$

$$f_e = f_{e1} + f_{e2}$$

式中 S_{e1} 是空列的列偏差平方和; f_{e1} 为 S_{e1} 的自由度; S_{e2} 是纯试验误差的偏差平方和; f_{e2} 为 S_{e2} 的自由度. S_{e1} 、 f_{e1} 、 S_{e2} 、 f_{e2} 的一般公式为

$$S_{e1} = \sum_{C_{\text{空}}} S_j \quad f_{e1} = \sum_{C_{\text{空}}} f_j$$

$$S_{e2} = \sum_{i=1}^a \sum_{t=1}^T (y_{it} - \bar{y}_i)^2 = \sum_{i=1}^a \sum_{t=1}^T y_{it}^2 - \frac{1}{T} \sum_{i=1}^a \left(\sum_{t=1}^T y_{it} \right)^2$$

$$f_{e2} = a(T - 1)$$

式中 \bar{y}_i 是第 i 号试验的平均值, 即

$$\bar{y}_i = \frac{1}{T} \sum_{t=1}^T y_{it}$$

本试验使用 $L_9(3)^4$ 正交表, 即 $a=9, b=3, c=4$, 且重复次数 $T=2$ 为使计算过程简便, 减少计

表 2 方差分析表

	A	B	C	D
y_{j1}	- 153	- 185	- 194	- 160
y_{j2}	- 61	- 50	- 68	- 49
y_{j3}	- 25	- 4	+ 23	- 30
y_{j1}^2	23 409	34 225	37 636	25 600
y_{j2}^2	3 721	2 500	4 624	2 401
y_{j3}^2	625	16	529	900
Q_j	4 625.8	6 123.5	7 131.5	4 816.8
S_j	1 452.4	2 950.1	3 958.1	1 643.3
F_j	4.34	8.81	11.82	4.91
T_j	0.05	0.01	0.01	0.05

算量,将试验指标 TCR 的测量数据进行线性变换 $y'_i = y_i + 100$ 以 y'_i 进行方差分析不会影响分析结果 计算分析结果见表 1 和表 2

3 因素的显著性检验

利用 F 表作显著性检验的标准,以判断因素水平的变化对 TCR 指标的影响程度

3.1 计算 F

对于因素 A 有

$$F_1 = \frac{S_1 / f_1}{S_e / f_e} = \frac{1\ 452 / 2}{1\ 507 / 9} = 4.34$$

同理可求出 F_2, F_3, F_4 , 并列于表 2 中。

3.2 查 F 表

根据自由度 f_i, f_e 以及指定的显著性水平 α 查 F 表,确定临界值 $F_{\alpha}(f_i, f_e)$ 对于 $\alpha = 0.05$ 和 $\alpha = 0.01$ 分别查出: $F_{0.05}(2, 9) = 4.26, F_{0.01}(2, 9) = 8.02$

3.3 比较 F_i 与 F_{α}

将各因素的 F_i 与查出的 F_{α} 比较,作出显著性判断: $F_1 = 4.34 > F_{0.05}(2, 9)$, 因此 A 因素是显著的; $F_1 = 4.34 < F_{0.01}(2, 9)$, 不能认为 A 是高度显著的。同理可以分析出 F_2, F_3 是高度显著的, 而 F_4 是显著的

4 最优组合及置信区间

4.1 最优组合

本试验因素 B, C 高度显著, A, D 因素显著, 分别选定其对 TCR 有利的水平。由表 1 可知, 最优组合应为 $A_3 B_3 C_3 D_3$, 即最佳工艺条件为: 靶距 9 cm, 溅射气压 2.8 Pa, 溅射电压为 5 kV, 热处理时间 5 h / 300°C。

4.2 工程平均

用变换后的数据 y'_i 计算最优组合条件下的工程平均值为

$$\bar{y}' = \bar{y} + \dot{a}_3 + \dot{b}_3 + \dot{c}_3 + \dot{d}_3 = 34$$

式中 \bar{y}' 为变换后数据的总平均, $\dot{a}_3, \dot{b}_3, \dot{c}_3, \dot{d}_3$ 分别为变换后数据 A_3, B_3, D_3, C_3 对应的效应。将 \bar{y}' 线性变换得到本试验的工程平均

$$\bar{y} = \bar{y}' - 100 = 34 - 100 = -66 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}$$

上式是在 A_3, B_3, C_3, D_3 最优条件下 TCR 可望达到的数值

4.3 计算误差限

误差限的一般计算公式是

$$X = \frac{F_{\alpha}(1, f_e + f_e^*) \left[(S_e + \dot{S}_e) / (f_e + f_e^*) \frac{N}{1 + f^*} \right]}$$

式中 f_e^* 为不显著因素的自由度之和; S_e 为不显著因素的偏差平方之和; N 为试验总次数; f^* 为显著因素自由度之和。本试验无不显著因素, $f_e^* = 0, \dot{S}_e = 0, S_e = 1\ 507, f_e = 9, N = 18, f^* = 8$, 可以查得 $F_{0.05}(1, 9) = 5.12$, 则

$$X_{0.05} = 5.12 \times \frac{1\ 507}{9} \times \frac{9}{18} = 21$$

因此若以组合 $A_3B_3C_3D_3$ 为最优组合, 则 TCR 真值将在 $(-66+21) \times 10^{-6} / ^\circ\text{C} \sim (-66-21) \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ 之间, 此时的置信度为 95%。多次试验的数据证实了这一结果。

5 结 论

溅射 Ta/Al 薄膜电阻 TCR 最佳工艺因素条件为: 靶距 9 cm, 溅射气压 2.8 Pa, 溅射电压 5 kV, 热处理时间及温度 5 h / 300 $^\circ\text{C}$ 。在该条件下制出的薄膜电阻 TCR 值可望达到的数值为 $-66 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$, TCR 极可能在 $-45 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C} \sim -87 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ 之间波动。

本研究得到了曲喜新教授的指导, 谨表感谢。

参 考 文 献

- 1 北京大学数学力学系概率统计组. 正交设计法. 北京: 石油工业出版社, 1976
- 2 中国科学院数学研究所统计组. 方差分析. 北京: 科学出版社, 1977
- 3 任露泉. 试验优化技术. 北京: 机械工业出版社, 1987
- 4 何 为, 陈际达. 优化试验设计法及其在化学中的应用. 成都: 电子科技大学出版社, 1994

TCR Square-error Analysis of Ta/Al Alloy Thin Films

Jia Yuming Yang Bangchao

(Inst. of Information Materials Eng., UEST of China Chengdu 610054)

Abstract In the process of preparing Ta/Al alloy resistance thin films with DC co-sputtering, the influence of the main technological parameters such as target-substrate distance, gas pressure, sputtering voltage and heat-treatment time etc. on the temperature coefficient of resistance (TCR) of the films is investigated. The methods of square-error analysis and orthogonal experiment are suggested for obtaining optimal process condition and TCR of the films. The results show that Ta/Al alloy thin films with ideal TCR characteristic can be prepared, as long as the four-part main technological parameter is selected and controlled properly. At the same time, the effectiveness of the method of square-error analysis is proved.

Key words square-error analysis; Ta/Al alloy thin films; resistance; temperature coefficient of resistance; sputtering

编辑 徐培红