

Nikkel vékonyréteg ellenállások előállítására kémiai redukciós eljárással

DR. BESSENYEI GÁBORNÉ —
DR. ZSOLDOS BÉLA — MEV
GESZTI TAMÁS — MFKI*



ÖSSZEFOGLALÁS

Áram nélküli leválasztással készült amorf Ni-P filmet készítettek. Vizsgálták a kerámia és üveg hordozóra leválasztott ellenállásrétegek elektromos tulajdonságait (négyzetes ellenállás és hőmérsékleti együttható). Vizsgálták a rétegek szerkezetét transzmissziós elektrodiffrakcióval. Összefüggést találtak a szerkezet és az elektromos tulajdonságok között. Vizsgálták továbbá a különböző hőmérsékleten végrehajtott hőkezelések hatását az ellenállásrétegek elektromos tulajdonságaira.

Bevezetés

Vékonyréteg ellenállások előállítására az autokatalitikus kémiai redukciót az utóbbi tíz évben kezdték alkalmazni. Ez az eljárás a vákuumtechnikai módszerekkel összehasonlítva kedvezőbb, mivel nem igényel költséges vákuumberendezést, a fémleválasztás oldatból történik előzetesen aktivált hordozó felületére [1]. Mivel ellenállások előállítására csak rövid ideje alkalmazzák, kevés adat található az ily módon készített ellenállások tulajdonságairól, és alkalmazási lehetőségeiről. Ellenállásanyagként elsősorban a magas (>7%) foszfortartalmú nikkeltötvözetet használhatók, mivel ezek amorf szerkezetük miatt viszonylag nagy ellenállásúak, s hőmérsékleti koeficiensük kicsi.

Bár az utóbbi években a nikkeltötvözetet kiterjedten vizsgálták, mégsem alakult ki általánosan elfogadott, egységes szemlélet fizikai tulajdonságaikról. Az irodalomban ellentmondások találhatók a kristályszerkezet, valamint a hőkezelések hatására végbemenő változások leírásában [2–6]. A kémiai redukcióval előállított nikkeltötvözetek homogenitása különböző lehet az előállítási körülményektől függően, s az inhomogén rétegek hőkezelés hatására történő átalakulása is eltérő [7].

Munkánk célja az autokatalitikus kémiai redukcióval előállított ellenállásrétegek tulajdonságainak és szerkezetének vizsgálata volt, a leválasztási körülmények, illetve a levegőn végzett hőkezelés függvényében.

A minta készítése

Az ellenállásrétegeket üveg- és kerámiahordozón alakítottuk ki. Üveghordozóként „Spiegelglass” típusú üveget alkalmaztunk, melyet leválasztás előtt freonos zsírtalanítóban tisztítottunk. Kerámiahor-

DR. BESSENYEI GÁBORNÉ

A Budapesti Műszaki Egyetem Vegyészmérnöki Karán 1973-ban végzett. 1978-ban korróziós szakmérnöki diplomát szerzett, 1982-ben védte meg

a nikkeltölvényréteg ellenállások előállításáról és vizsgálatáról írt doktori értekezését. 1976 óta a Híradástechnikai Ipari Kutató Intézetben, majd jogutódjánál a Mikroelektronikai Vállalatnál dolgozik.

dozóként 96% alumínium-oxidot tartalmazó vastagréteg áramkör gyártására használatos kerámialapka szolgált, melyet a leválasztás előtt lúgos eljárással tisztítottunk.

A hordozók aktiválását a hagyományos ón-klorid—palládium-klorid rendszerrel végeztük [1].

A nikkeltölvényréteget a következő összetételű fürdőben választottuk le:

$\text{NiCl}_2 \cdot 6 \cdot \text{H}_2\text{O}$	45 g/l
NH_4Cl	50 g/l
$\text{Na-citrát} \left(\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O} \right)$	10 g/l
$\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	11 g/l

A fürdő hőmérséklete 65 °C volt. A leválasztásokat üveghordozó esetén általában 30–45 s-ig, kerámiahordozón általában két percig végeztük, kivéve, mikor az idő volt a vizsgált paraméter.

A réteg elektromos tulajdonságainak vizsgálatára a lemezek felületén vizsgáló ellenállás-hálózatot készítettünk. A kontaktusokat vákuumpárologtatással alakítottuk ki a vékonyréteg ellenállásoknál szokásos módon maszkon keresztül történő párologtatással. A kontaktusréteg egy vákuumciklusban felvitt hármas szendvicsréteg volt: 40–60 nm Ti, 60–80 nm NiCr, 250 nm Au.

A kontaktusokkal ellátott lapkákon a vizsgálati ellenállás-hálózatot fotolitográfias úton alakítottuk ki.

A fürdő paramétereinek hatását hasonló módon készült mintalemezekben tanulmányoztuk, a kontaktusok azonban kémiai redukcióval leválasztott nikkeltölvényrétegek voltak.

Az oldat paramétereinek hatását úgy vizsgáltuk, hogy az adott fürdő egy jellemzőjének változtatása mellett a többi változatlanul az eredeti értéken tartottuk. A réteg leválasztását minden vizsgálatnál eredeti, használatlan fürdőben végeztük.

Az oldat hőmérsékletét termosztáttal szabályoztuk $\pm 0,1$ °C-on belül. A fürdő pH-ját Radelkis gyártmányú OP–208 típusú pH-mérővel,

Beérkezett: 1984. II. 1. (Λ)

* Angol nyelven megjelent a „Vacuum” c. folyóirat 33. kötetében (1/2. sz. 35. o.)

OP-08083 típusú pH érzékeny üvegelektroddal mértük.

A leválási sebességet számítással határoztuk meg az egy óra alatt leválasztott réteg tömegének és a felület nagyságának ismeretében.

A réteg foszfortartalmát kétféle módszerrel határoztuk meg. A JEOL-JSM 35 típusú pásztázó elektronmikroszkópra kidolgozott foszformeghatározási módszerrel történt a réteg felületi foszfortartalmának meghatározása. A koncentrációt különböző korrekciókat figyelembe vevő számítógépes program segítségével határoztuk meg, mintegy $1 \mu\text{m}^3$ gerjesztett térfogatban.

A minták átlagos foszfortartalmának meghatározása kolorimetriás módszerrel, Labor MIM gyártmányú Contiflo folyamatos automata analizáló műszerrel történt.

A foszfortartalom meghatározásához a réteget egy órán keresztül választottuk le a kerámiahordozó felületére. Az oldatból történő meghatározáshoz a réteget 1:1 salétromsavban oldottuk fel.

Vizsgálati módszerek

Az ellenállásmérést „SOLATRON 7065 MICRO-PROCESSOR VOLTMETER” típusú műszerrel végeztük. A mért értékből a négyzetes ellenállást az

$$R_{\square} = R \frac{1}{d}$$

összefüggés alapján számítottuk.

A hőmérsékleti koefficiens meghatározásához az ellenállást állítható hőmérsékletű, fűthető mintatartóban mértük. Az oldat paramétereinek hatását 250°C -on 5 órás hőkezelés után az elektromos paraméterek mérésével határoztuk meg.

A réteg szerkezetének vizsgálatát JEOL-100U típusú transzmissziós elektronmikroszkóppal 100 kV gyorsító feszültség mellett végeztük. Ebben az esetben nikkelrétegeket platina rostélyra párologtatott amorf SiO_x rétegre választottunk le.

A hőkezelés hatására létrejövő változások vizsgálatára 120°C -tól 300°C -ig terjedő tartományban különböző hőmérsékleteken levegőn hőkezeltük a korábban ismertetett módon készített ellenállásokat, s folyamatosan mértük a réteg ellenállását. Valamennyi vizsgálatnál a hőkezelési hőmérsékletre fel-fűtött kemencébe helyeztük a vizsgálati mintát.

Kísérleti eredmények és értékelésük

A fürdő paramétereinek hatását kerámiahordozón vizsgáltuk. Az ellenállás tulajdonságait a leválasztási paraméterek közül elsősorban a hőmérséklet, a pH és a leválasztás ideje befolyásolták.

A fürdő pH-jának változása sósav, illetve ammónium-hidroxid oldat adagolásával történt. $\text{pH} < 3$ -nál összefüggő réteget nem tudtunk leválasztani, $\text{pH} = 6$ és $\text{pH} = 8$ között az ellenállásréteg leválasztására alkalmazott két perc alatt összefüggő réteg nem vált le, hosszabb idő alatt kékes színű, porszerű, rosszul tapadó bevonat jött létre. Az előbbi oka valószínűleg az, hogy savas közegben a réteg feloldódik, míg $\text{pH} = 6$ -nál csökken a nikkel-foszfit oldhatósága, s ez



DR. ZSOLDOS BÉLA

1969-ben végzett az ELTE TTK vegyész szakán. 1970-ben védte meg egyetemi doktori disszertációját. A Híradástechnikai Ipari Kutató Intézetnél, majd jogutódjánál a Mikroelektronikai Vállalatnál dolgozott félvezetők, nyomtatott huzalozású lemezek, majd vékonyréteg hibrid integrált áramkörök anyagvizsgálatai és technológiai problémáin. Jelenleg a MEV Hibridáramkör

Szakágazat, vékonyréteg technológiai főosztályán osztályvezető.

GESZTI TAMÁS NÉ

A Moszkvai Állami Lomonosov Egyetemen végzett 1969-ben fizikusként. Először az Egyesült Izzólámpa és Vili. Rt. Kutató Intézetében, majd 1977-től az MTA Műszaki Fizikai Kutató Intézetében dolgozik tud. munkatársként. Szakterülete a vékonyrétegek elektronmikroszkópos vizsgálata.



részben az oldat bomlását okozhatja, részben durva bevonathoz vezet. Amikor a pH értéke 8 fölé emelkedett, intenzív rétegleválás indult meg. A következőkben bemutatjuk az ellenállásréteg elektromos tulajdonságait az oldat pH-jának függvényében. A réteg leválasztása kerámiahordozón, 65°C -on, két percig történt az ismertetett összetételű fürdőben.

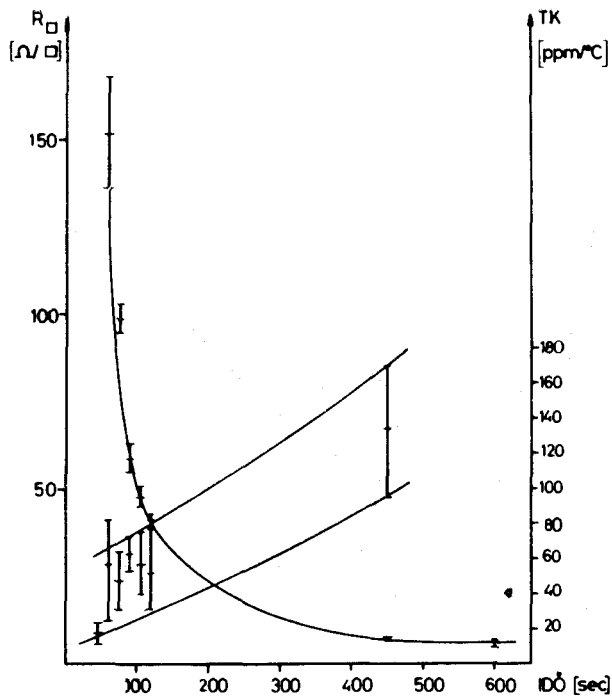
Az oldat pH-jának hatása az ellenállásréteg tulajdonságaira (65°C , 2 perc, kerámiahordozó)

pH	Négyzetes ellenállás (Ω/\square)	Hőmérsékleti együttható ($\text{ppm}/^{\circ}\text{C}$)
3,4	$95,8 \pm 9$	27 ± 8
4,3	$38,3 \pm 3$	75 ± 17
5,3	$21,8 \pm 1,6$	182 ± 57
8,2	$1,8 \pm 0,08$	1799 ± 200
8,9	$1,8 \pm 0,18$	1539 ± 200

Látható, hogy a réteg ellenállása a pH növekedésekor csökken. Ennek oka a leválási sebesség növekedése lehet, mivel autokatalitikus kémiai redukció esetén a leválási sebesség a pH növekedésével nő [1].

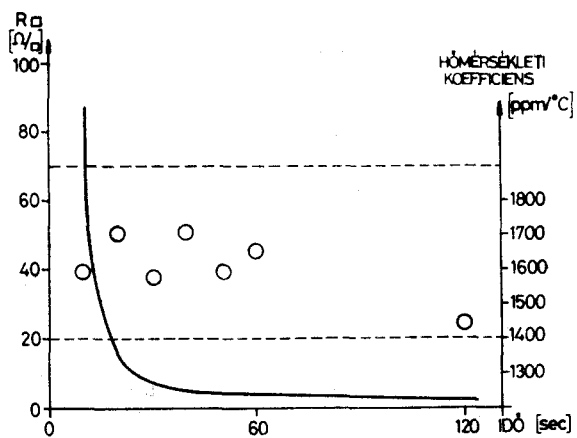
Meglepő a hőmérsékleti koefficiens nagymértékű emelkedése, amely a $\text{pH} = 9$ környékén leválasztott réteg esetén már a fémek hőmérsékleti koefficiensének tartományában van. A kisebb ellenállásrétegek esetén a hőmérsékleti koefficiens mérésének hibája nagyobb, ezért különböző ideig végzett leválasztásokkal vizsgáltuk, hogy a hőmérsékleti koefficiens változása csak a rétegvastagság növekedésének tulajdonítható-e.

Az 1. ábrán mutatjuk be a $\text{pH} = 4,3$; a 2. ábrán pedig a $\text{pH} = 8,2$ esetén leválasztott ellenállásrétegek elektromos paramétereinek változását a leválasztási idő függvényében. Mind savas, mind lúgos oldat ese-



H950-1

1. ábra. Nikkel ellenállásrétegek elektromos ellenállása és hőmérsékleti együtthatója a leválasztási idő függvényében pH = 4,3 esetén

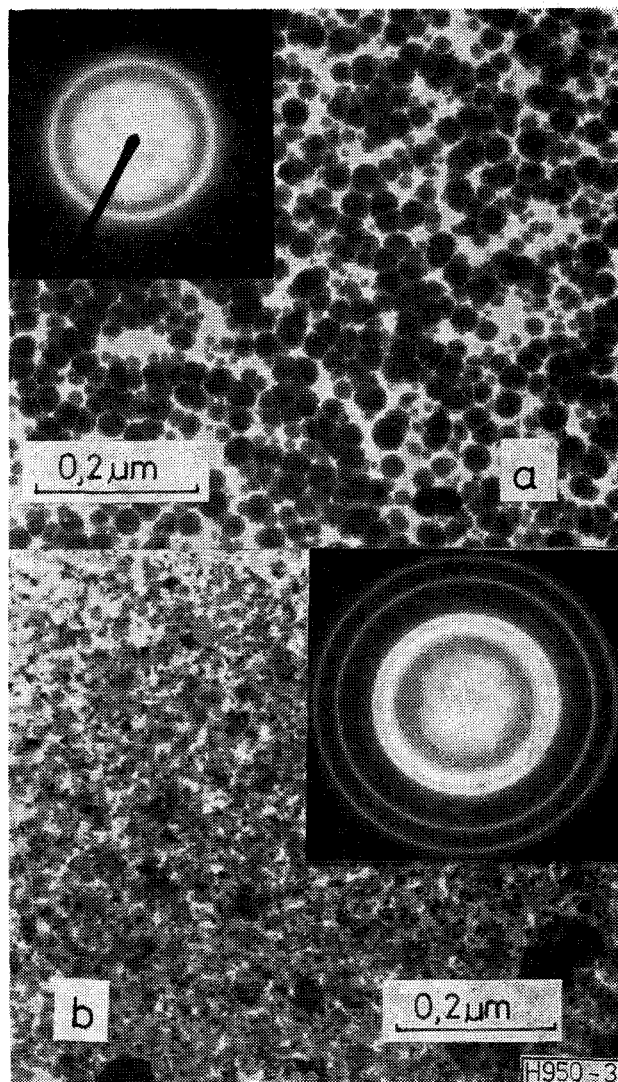


H950-2

2. ábra. Nikkel ellenállásrétegek elektromos ellenállása és hőmérsékleti együtthatója a leválasztási idő függvényében pH = 8,2 esetén

tén a leválasztott ellenállás nagysága a leválasztás idejének növelésével csökken. Az értékek szórása rövidebb idők, azaz nagyobb ellenállások esetén nagyobb. Ez a rétegépülés mechanizmusával jól értelmezhető. Autokatalitikus kémiai redukció esetén az aktiválás során göcök jönnek létre, amelyek a réteg kialakulása folyamán növekszenek, fokozatosan egybeolvadnak és összefüggő réteggé alakulnak.

Az 1. és 2. ábra összehasonlítása azt mutatja, hogy a lúgos tartományban leválasztott ellenállásrétegek nagy hőmérsékleti együtthatója a nagyobb ellenállásértékekénél is a fémek hőmérsékleti együtthatójának tartományában marad, a savas közegben



H950-3

3. ábra. Savas (a) és lúgos (b) pH-tartományban leválasztott ellenállásrétegek TEM felvétele és elektron-diffrakciója (150 000×-es nagyítás)

leválasztott ellenállásrétegek esetén viszont nem éri el ezt a tartományt, még egészen alacsony ellenállások esetén sem.

A savas és lúgos oldatokból leválasztott rétegek transzmissziós elektronmikroszkóppal végzett vizsgálatakor a rétegek szerkezete eltérőnek bizonyult. A savas tartományban leválasztott réteg amorf, míg a lúgos tartományban leválasztott réteg kristályos jellegűt mutat, amint az a 3. ábrán látható.

Annak meghatározására, hogy mi okozza ezt a szerkezeti különbséget, megvizsgáltuk a réteg foszfortartalmát az oldat pH-jának függvényében. A foszfortartalom mindkét meghatározási módszerrel azonosnak adódott.

A rétegek foszfortartalmának változása az oldat pH-jának függvényében (65 °C, kerámiahordozó)

pH	Foszfortartalom (%)
3,5	10,7
4,4	10,3
5,9	5,1
8,2	2,5

Látható, hogy a foszfortartalom a pH növelésekor csökken. A foszfortartalom hatása nagyon jelentős az ellenállás hőmérsékleti koeficiensének kialakulásában, mivel a réteg szerkezetét, s így az ellenállás tulajdonságait ez határozza meg. Eredményeink összhangban vannak az irodalmi adatokkal, amelyek szerint a 7%-nál több foszfort tartalmazó réteg amorf jellegű, míg a kevesebb foszfort tartalmazó rétegek polikristályosak [8]. Ez a szerkezeti különbség ad magyarázatot a hőmérsékleti koeficiens eltérésére is. A polikristályos fémes jellegű rétegek nagy pozitív hőmérsékleti koeficiense van, míg az amorf rétegben az elektronok vándorlása nehezebb, ezért a hőmérséklet emelésének hatására kevésbé változik meg az ellenállásuk, kisebb a hőmérsékleti koeficiens.

Az elektromos tulajdonságokat a leválasztás hőmérséklete is befolyásolja. A leválasztás hőmérsékletének hatását 55 °C és 90 °C között vizsgáltuk. 55 °C alatt összefüggő réteg nem volt leválasztható.

Az ellenállásértékek a hőmérséklet emelkedésével csökkennek, amint ezt a 4. ábra mutatja. Az autokatalitikus kémiai redukció sebessége — mint a kémiai folyamatoké általában — erősen függ a hőmérséklettől. Az ellenállás-csökkenés ezért a leválási sebesség növekedésének tulajdonítható.

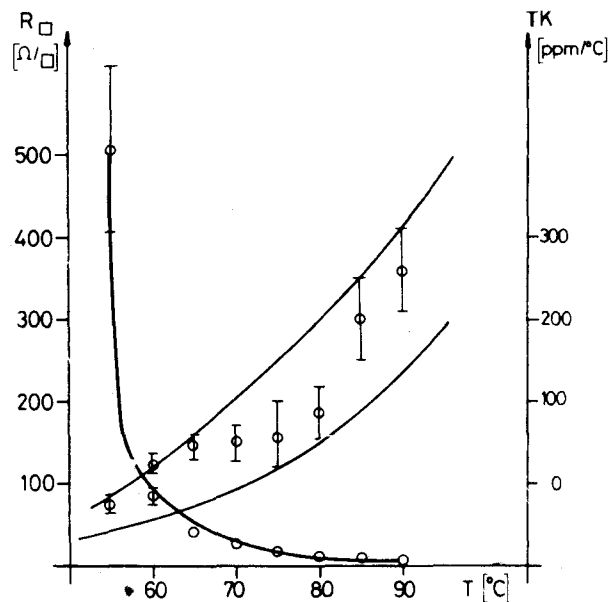
A 4. ábrából jól látszik, hogy a hőmérsékleti koeficiens kezdetben negatív, majd pozitív értékű lesz, s a leválasztás hőmérsékletének emelésével növekszik. A hőmérsékleti koeficiens kezdeti negatív értékét okozhatja az is, hogy a réteg még nem teljesen összefüggő, hanem szigetes szerkezetű, s a szigetes szerkezetű rétegek esetén tapasztalható negatív hőmérsékleti koeficiens [9]. A rétegek foszfortartalmának vizsgálata azt mutatta, hogy a foszfortartalom kis mértékben csökken (12,5%-ról 9%-ra) a hőmérséklet növekedésével. A foszfortartalom csökkenése is okozhatja a hőmérsékleti koeficiens növekedését, bár állandó foszfortartalom mellett a rétegvastagság növekedése is pozitív irányba tolja el a hőmérsékleti koeficiens értékét, amint ezt a savas pH-nál különböző ideig leválasztott rétegek esetén láthatuk.

Vékonyréteg ellenállások jellemzésére az elektromos terhelés és hőkezelés hatására létrejövő változásokat szokták mérni. Vizsgálataink során különböző hőmérsékleteken (150 °C, 200 °C, 250 °C és 300 °C-on) különböző ideig hőkezeltük az ellenállásokat, és folyamatosan mértük a hőkezelés során tapasztalható ellenállás-változást.

Az 5. ábrán mutatjuk be az üveghordozóra leválasztott nikkel ellenállásréteg hőkezelés hatására létrejövő ellenállás-változását a hőkezelési idő függvényében. A hőkezelés 150 °C, 200 °C, 250 °C, 300 °C-on történt. Az ordinátán a relatív ellenállás-változás látható ($R/R_0\%$), az abszcisszán pedig a hőkezelés ideje logaritmikus léptékben.

A különböző hőmérsékleten végzett hőkezelések során kapott görbék összehasonlításából látható, hogy a hőkezelés hatására létrejövő változások jellege hasonló.

A hőkezelés első öt–tíz percében a minta felveszi a hőkezelő tér hőmérsékletét. Ebben a periódusban, melynek időtartama a hőmérséklet emelésével csök-



H950-4

4. ábra. Az ellenállásréteg elektromos tulajdonságai a leválasztás hőmérsékletének függvényében

ken, a minta pozitív hőmérsékleti együtthatója miatt ellenállás-növekedés tapasztalható. Ezt a rövid szakaszt, amely a logaritmikus időtengely következtében nem mindegyik görbén jelenik meg, ellenállás-csökkenéssel járó szakasz követi. Egy minimum elérése után az ellenállás ismét emelkedni kezd. Később újra ellenállást csökkentő folyamat kerül előtérbe, s az ellenállás-maximum elérése után ismét csökkenni kezd, s végül közel állandó értéket ér el.

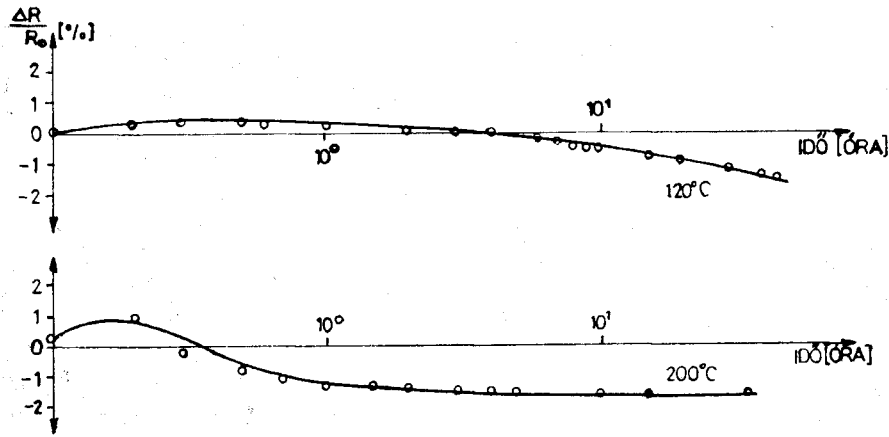
A 200 °C-os, vagy annál alacsonyabb hőmérsékletű hőkezelések esetén csupán a hőkezelési görbe első két szakasza (a kezdeti ellenállás-emelkedés és -csökkenés) tapasztalható, a harmadik, illetve negyedik szakasz csupán a 250 °C és 300 °C-os hőkezelés esetén jelentkezett a 100 óránál rövidebb hőkezelési periódusokban.

A görbe különböző szakaszainak megfelelő folyamatok tanulmányozása céljából 300 °C-on különböző ideig végzett hőkezelések után transzmissziós elektronmikroszkóppal felvételeket készítettünk. A réteget 45 sec alatt választottuk le (6. ábra). (A betűjelek a hőkezelési görbe megfelelő pontjaival azonos ideig végzett hőkezeléseket jelentik.)

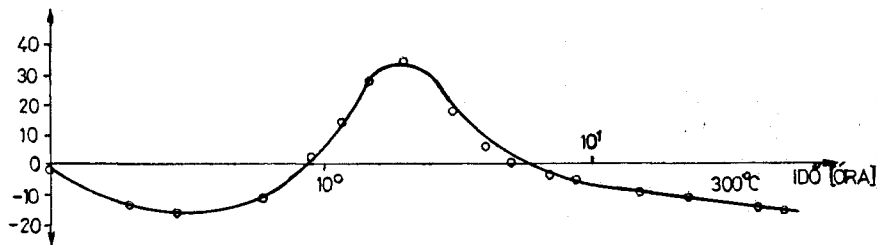
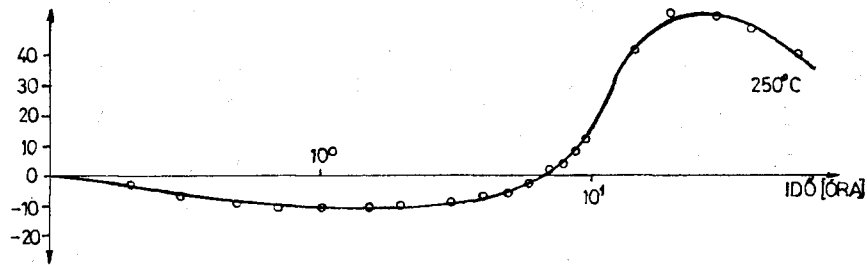
A TEM és az elektrondiffrakciós felvételek alapján a hőkezelési görbe különböző szakaszain lezajló folyamatokat azonosítani lehetett.

A kiindulási réteg amorf szerkezetű, ahol a réteg szabálytalan alakú, mintegy 20–24 nm átmérőjű szigetektől áll, a szigetek sűrűsége nem egyenletes. Kezdetben semmi nem utal vegyületfázis jelenlétére.

A hőkezelés első két szakaszában (kezdeti ellenállás-emelkedés, majd ellenállás-csökkenés) nem figyelhető meg szerkezeti változás.



a,



b,

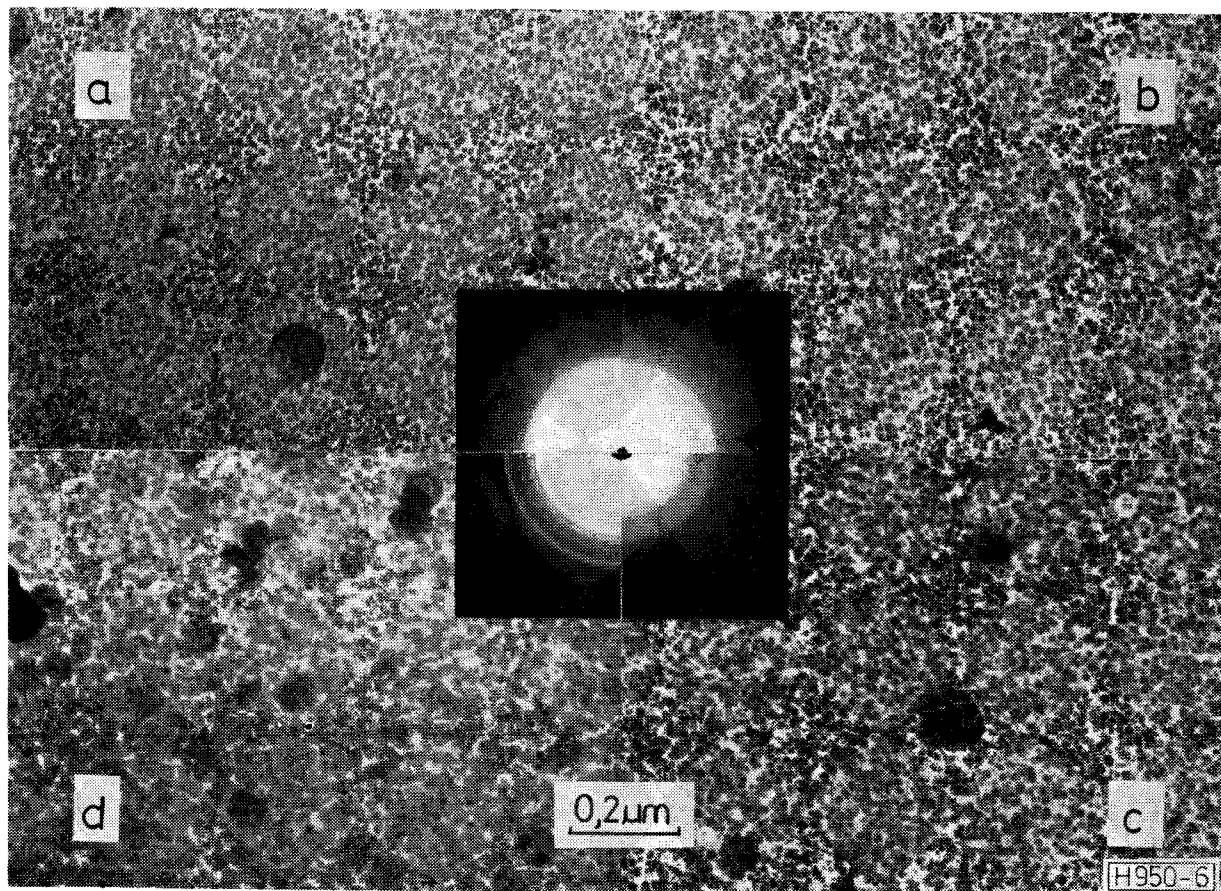
H950-5

5. ábra. Üveghordozóra leválasztott ellenállásrétegek relatív ellenállásváltozása a hőkezelési idő függvényében

Az ellenállás-csökkenés valószínűleg a leválasztás során kialakult feszültségek csökkenésének, a hibahelyek átrendeződésének következménye, ami transzmissziós elektronmikroszkóppal nem mutatható ki.

Az ellenállásgörbén a következő emelkedő szakaszt a réteg oxidálódása okozza (6b ábra). A réteg továbbra is szigetes szerkezetű, de részben oxidálódott. Ezt a diffrakciós felvételen az oxidfázis megjelenése mutatja. A diffrakciós felvételen még egy harmadik fázisra utaló halvány pontozott reflexió is megjelenik a nikkell és a nikkell-oxid fázisoknál nagyobb szemcséjű kristályok formájában. Ez azt mutatja, hogy az

oxidáció mellett megindul egy másik folyamat is, a Ni—P kristályos vegyületfázis kiválása. A vegyületfázis kiválása ellenállás-csökkenést okoz [10], s e folyamat előtérbe kerülése miatt az ellenállásgörbe ismét csökkenni kezd. A hőkezelés idejének további növelésével az amorf nikkell fázis mennyisége fokozatosan csökken (6c ábra), a másik két fázis mennyisége pedig növekszik, s végül a réteg nikkellből és a korábban harmadik fázisként megjelent (6d ábra) kristályos fázisból áll. Az ellenállásgörbén ez a folyamat az ellenállás-csökkenés lassulásában mutatkozik meg. A hőkezelés folyamán az amorf



6. ábra. Nikkelréteg TEM felvétele és elektrondiffrakciója 300 °C-on különböző ideig végzett hőkezelések után (a, b, c, d). A hőkezelések ideje: a) 20 perc, b) 70 perc, c) 100 perc, d) 20,5 óra (150 000×-es nagyítás)

nikkel fázis fokozatosan átalakul nikkel-oxiddá és Ni–P vegyületfázissá. A görbe utolsó vizsgált szakaszán, ahol az ellenállás-változás már csak kismértékű, nem mutatható ki amorf nikkel fázis, csak aprószemcsés kristályos nikkel-oxid és nagyobb kristályok formájában jelenlevő Ni–P vegyületfázis. Ez azt jelenti, hogy az ellenállás-csökkenés addig folytatódik, míg az amorf nikkel fázis el nem használódik a fenti folyamatokra.

A hőkezelés utolsó szakaszán (6d ábra) a diffrakciós felvételeken az összefüggő, kicsit diffúz gyűrűkből álló rendszer felel meg az aprószemcsés, kristályos nikkel-oxid fázisnak.

A pontozott — tehát kevés nagyobb szemcséjű kristályokra utaló — gyűrűkből kapott rácsállandók alapján nem határozható meg egyértelműen a kialakult kristályos fázis összetétele, mivel a különböző összetételű vegyületek, pl. a Ni_3P , a Ni_5P_2 és a Ni_7P_3 rácsállandói az elektrondiffrakció pontatlanságát figyelembe véve nagyon közel esnek egymáshoz. Hasonló módon előállított rétegek vákuumban végzett hőkezelése során Ni_3P és Ni_5P_2 egykristályok alakultak ki [11]. Ennek alapján valószínűsíthető, hogy levegőn végzett hőkezeléskor is ez a két kristályos vegyületfázis jelenik meg az oxid mellett.

A hőmérsékleti együttható változása a hőkezelési idő függvényében a következő:

A hőmérsékleti együttható (TK) változása a hőkezelési idő függvényében 250 °C-on és 300 °C-on végzett hőkezelés esetén

Hőkezelés ideje (óra)	Hőkezelés hőmérséklete	
	250 °C hőmérsékleti koefficiens (ppm/°C)	300 °C hőmérsékleti koefficiens (ppm/°C)
0	21	13
0,2	20	—
0,3	—	29
1	4	—
2,3	—	94
5	9	—
10	–13	—
17	–63	—
19	—	1248

A hőmérsékleti együttható változása jól alátámasztja a szerkezetvizsgálatokkal kimutatott változásokat. A hőkezelés kezdeti szakaszában a hőmérsékleti együttható csökken (ez a 250 °C-os hőkezelés esetén látszik jól), majd növekedni kezd. A hőmérsékleti koefficiens csökkenése az oxidáció hatásának tulajdonítható, a hőkezelési görbe maximumának elérése után tapasztalható növekedés pedig a szerkezetvizsgálatokkal kimutatott kristályos vegyületfázis kialakulásának következménye. Ebben a tartományban a hőmérsékleti együttható értéke eléri a kristályos anyagokra jellemző magas értéket.

Összefoglalás

Vékonyréteg ellenállások készítésére alkalmas módszert dolgoztunk ki kémiai redukciós eljárás alkalmazásával. Az e módszerrel kapott rétegek jól tapad-

nak üveg- és kerámiahordozón. Előállításuk viszonylag egyszerű és olcsó, mert vákuumberendezést nem igényelnek, ellentétben a legtöbb vékonyréteg előállítási módszerrel.

Kísérleteinkben az autokatalitikus kémiai redukcióval előállított nikkell ellenállásréteg tulajdonságait vizsgáltuk. Megállapítottuk, hogy az elektromos tulajdonságokat elsősorban a következő paraméterek határozzák meg: az oldat pH-ja, a leválasztás ideje és a leválasztási hőmérséklet.

A réteg szerkezete a leválasztás pH-jától — azaz a réteg foszfortartalmától függően változik, mégpedig savas oldatból magas (>7%) foszfortartalmú amorf réteg, lúgos oldatból pedig alacsony foszfortartalmú (<7%) polikristályos réteg válik le. A réteg szerkezete az elektromos tulajdonságokat is meghatározza.

A leválasztás ideje a réteg vastagságát, s így a négyzetes ellenállását határozza meg.

A leválasztás hőmérséklete a réteg leválási sebességét, valamint foszfortartalmát befolyásolja.

Vizsgáltuk az ellenállásrétegek viselkedését különböző hőmérsékleten végzett hőkezelések hatására. A hőkezelés során lejátszódó szerkezeti átalakulásokat transzmissziós elektronmikroszkóppal és elektron-diffrakcióval követtük. Az ellenállásgörbe a hőkezelés folyamán szakaszokra osztható, melyeken egyidejűleg különböző folyamatok játszódnak le.

Kezdetben csökken az ellenállás, ez a mechanikai feszültségek csökkenésének, a hibahelyek átrendeződésének következménye, az ezt követő ellenállás-növekedés oxidáció hatásának tulajdonítható.

Az oxidációval egyidejűleg a Ni—P kristályos vegyületfázis kialakulása is elkezdődik, s ennek túlsúlyba kerülésével az ellenállás ismételtelen csökkenni kezd. Ez a folyamat addig tart, míg az amorf nikkell fázis el nem használódik a fenti folyamatokra. Az ellenállás hőmérsékleti koefficiensének változása is magyarázható ezekkel a folyamatokkal.

I R O D A L O M

- [1] Goldie, W.: „Metallic Coating of Plastics”. Vol. I. p. 39. Electrochemical Publications Ltd. Middlesex (1968).
- [2] Bagley, B. G., Turnbull, D.: J. Appl. Phys. 39, 5681 (1968).
- [3] Randin, J. P., Maire, A. P., Saurer, E. and Hinterman, H. E.: J. Electrochem. Soc. 114, 442 (1967).
- [4] Schlesinger, M. and Marton, J. P.: J. Phys. Chem. Solids, 20, 188 (1968).
- [5] Vafaei-Makhsos, E., Thomas, E. and Tóth, L. E.: Metallurgical Transaction, 9A, 1449 (1978).
- [6] Vafaei-Makhsos, E.: J. Appl. Phys. 51, (12), 6366 (1980).
- [7] Cziráki Á., Fogarassy B., Bakonyi I., Tompa K., Bagi T., Hegedűs Z.: KFKI — 34 — (1980).
- [8] Marton, J. P., Schlesinger, M.: J. El. Chem. Soc. 115, 16 (1968).
- [9] Meissel, L. J., Glang, R.: Handbook of Thin Film Technology. McGraw-Hill Book Co. New York, 1970.
- [10] Cote, J. P., Meisel, L. V.: Phys. Rev. B.20, 3030 (1979).
- [11] Geszti O., Barna Á., Bessenyei E., Zsoldos B.: XII. Magyar Elektronmikroszkópos és Mikroanalízis Konferencia 1982. Eger.