

ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ СЛОЕВ ТОНКОПЛЕНОЧНЫХ ДАТЧИКОВ СОПРОТИВЛЕНИЯ

FEATURES OF THE FORMATION OF FUNCTIONAL LAYERS OF THIN-FILM RESISTANCE SENSORS

А.Д.Купцов, И.В.Михайлова, С.В.Сидорова, К.М.Моисеев, Д.Д.Васильев / alex-
kouptsov@yandex.ru

A.D.Kuptsov, I.V.Mikhaylova S.V.Sidorova, K.M.Moiseev, D.D.Vasilev

МГТУ им. Н.Э.Баумана, Москва

В работе рассмотрена актуальность использования тонкопленочных датчиков различного назначения. Проведен анализ этапов для реализации технологии по созданию датчика. Обоснован выбор материалов элементов датчика. Экспериментальные исследования отражают появление проблем в характеристиках диэлектрических покрытий – низкого значения сопротивления. Рассмотрены и предложены методы борьбы с низким значением сопротивления диэлектрических покрытий.

The paper considers the relevance of using thin-film sensors for various purposes. The analysis of the stages for the implementation of the technology for the creation of the sensor is fulfilled. The choice of materials for the sensor elements is substantiated. Experimental studies reflect the emergence of problems in the characteristics of dielectric coatings - low resistance values. Methods for dealing with the low resistance value of dielectric coatings are considered and proposed.

ВВЕДЕНИЕ

В последние десятилетия с развитием самолетостроения, космонавтики и точного машиностроения появились насыщенные средствами автоматического контроля комплексы оборудования, которые необходимо контролировать при изготовлении и эксплуатации [1]. Датчики, как элемент контроля, используются в областях инженерии и науки. Вне зависимости от применения (атомный реактор, луноход) возможно контролировать, измерять и воздействовать на объект при помощи датчиков различного назначения.

Одной из разновидностей датчиков являются тонкопленочные датчики, создаваемые методами микро- и нанoeлектроники, имеющие малые размеры и широкие диапазоны параметров.

Тонкопленочные датчики традиционно изготавливают на плоской подложке [2]. Такая конструкция проста в реализации. Но существуют механизмы, где необходимо внедрение датчика непосредственно в исполнительные механизмы машины, такие как шестерни, подшипники качения, кулачки и элементы трансмиссии в тяговых приводах. То есть подложкой является деталь изделия, а ее поверхность отлична от плоской [3–5].

Тонкопленочный датчик с однокаскадной структурой состоит из: подложки; изоляционного слоя, предотвращающего электрический пробой; функционального слоя – материала, используемого для измерения характеристики датчика; контактных площадок, к которым припаиваются выводы для снятия характеристики. Вся структура покрывается еще одним изоляционным слоем.

Целью работы является отработка режимов технологии формирования тонкопленочного датчика сопротивления на цилиндрической подложке. В ходе работы необходимо сформировать структуру диэлектрик – функциональный слой – диэлектрик, и добиться требуемого сопротивления как функционального слоя, так и структуры в целом.

1 ВЫБОР МАТЕРИАЛОВ ЭЛЕМЕНТОВ ТОНКОПЛЕНОЧНОГО ДАТЧИКА

Изоляционные и защитные слои выполняют из диэлектрического покрытия. Наиболее распространенные материалы и значения их диэлектрической проницаемости [6] представлены в таблице 1.

Таблица 1.

Материалы изоляционного слоя

Материал	Диэлектрическая проницаемость, Ф/м
SiO ₂	от 3,82 до 4,50
Si ₃ N ₄	7,00
AlN	от 8,40 до 8,50
Al ₂ O ₃	от 9,00 до 10,00
GaN	от 9,50 до 9,95
MgO	9,65

Из таблицы 1 видно, что SiO₂ имеет лучшую электрическую изоляцию среди всех материалов. Таким образом, принято решение формировать диэлектрический слой из диоксида кремния.

Материалы функционального слоя различных датчиков [7, 8] представлены в достаточно широком спектре (таблица 2).

Таблица 2.

Материалы функционального слоя датчика сопротивления

Материал	ТКС (1/°C) · 10 ⁴
Никель	58,66
Серебро	38,19
Платина	37,29
Золото	37,15
Кермет	от – 4,00 до 2,00
Медно-марганцевый сплав	–(240,00 ... 500,00)
Кобальто-марганцевый сплав	–(210,00 ... 430,00)
Полупроводниковый алмаз	–(20,00 ... 230,00)

Документами какими как: ГОСТ 6651-2009 и международный стандарт МЭК 60751 (2008) регламентируются номинальные статические характеристики (НСХ) – эквивалент ТКС температурных датчиков сопротивления. Эталонные датчики изготавливаются из платины высокой чистоты с температурным коэффициентом 0,003925 1/°C при 0 °C, это обусловлено тем, что платина имеет стабильную и хорошо изученную зависимость сопротивления от температуры и не окисляется в воздушной среде, что обеспечивает их высокую точность и воспроизводимость, но из-за ее дороговизны применяют альтернативные материалы там, где это возможно. Так, никель является хорошей заменой для формирования функционального слоя датчиков, работающих в менее широком диапазоне температур.

Технологический процесс осаждения покрытий проводится на установке МВТУ-11-1МС кафедры «Электронные технологии в машиностроении» МГТУ им. Н. Э. Баумана [9], в которой реализованы технологические источники магнетронного распыления и источник ионов. Мишени для выбранных материалов слоев тонкопленочного датчика (диоксид кремния и никель) возможно использовать в существующем источнике магнетронного распыления.

Определение толщин наносимых покрытий осуществляется по оценке скоростей осаждения методом микровзвешивания с использованием кварцевого резонатора.

2 ОТРАБОТКА СКОРОСТЕЙ ОСАЖДЕНИЯ ПОКРЫТИЙ

Покрyтия формируются методом ионно-плазменного осаждения [10, 11]. Одна мишень никелевая, которая является магнитным материалом, благодаря чему, имеет плотный контакт с крышкой магнетрона и хорошо охлаждается, что позволяет не использовать дополнительную оснастку в виде прижимных колец, которые вносят примеси и ухудшают качество наносимой пленки. Однако при этом толщина мишени никеля должна быть не более 3 мм, чтобы существенно не уменьшать магнитное поле магнетрона.

Скорости осаждения покрyтий изоляционного и резистивного слоев определяются во время проведения процесса роста пленки прибором – толщиномером на основе кварцевого резонатора.

Расстояние от источника распыления до подложки и до кварцевого резонатора составляет 60 мм, диаметр мишени 50,8 мм, рабочее давление в вакуумной камере 0,6 Па, мощность ВЧ разряда – 50 и 60 Вт соответственно для SiO₂ и Ni. Подложка и резонатор располагаются строго над магнетроном по осевой линии.

Метод микровзвешивания на кварцевом резонаторе заключается в определении скорости осаждения через массу нанесенного материала. Уменьшение собственной частоты колебаний кварцевого резонатора, согласно уравнению Зауэрбрея [12], прямо пропорционально массе нанесенного на кварцевый резонатор слоя. Скорость осаждения пленок вычисляется из выражения (1), $\frac{\text{нм}}{\text{мин}}$. В формуле учитываются поправки на то, что формирование цилиндрического столба пленки 3 (см. рис. 1) происходит через диафрагму 4 диаметром 2 мм, установленную непосредственно перед кварцевым резонатором 2.

$$V_0 = \frac{-\Delta F \cdot A_{\text{электрода}} \cdot \sqrt{\rho_{\text{кварца}} \cdot \mu_{\text{кварца}}}}{2 \cdot F_1^2 \cdot \rho_{\text{пленки}} \cdot A_{\text{цилиндра}} \cdot 10^{-7} \cdot t'} \quad (1)$$

где ΔF – изменение собственной частоты кварцевого резонатора, Гц; $A_{\text{электрода}}$ – площадь электрода резонатора, $A_{\text{электрода}} = 0,1256 \text{ см}^2$; $\rho_{\text{кварца}}$ – плотность кварца, $\rho_{\text{кварца}} = 2,648 \frac{\text{г}}{\text{см}^3}$; $\mu_{\text{кварца}}$ – модуль сдвига кварца, $\mu_{\text{кварца}} = 2,947 \cdot 10^{11} \frac{\text{г}}{\text{см} \cdot \text{с}^2}$; F_1 – собственная частота кварцевой пластины до нанесения, Гц; $\rho_{\text{пленки}}$ – плотность нанесенной пленки, $\frac{\text{г}}{\text{см}^3}$; $A_{\text{цилиндра}}$ – площадь цилиндра пленки, $A_{\text{цилиндра}} = 0,0314 \text{ см}^2$; t – время нанесения пленки, мин.

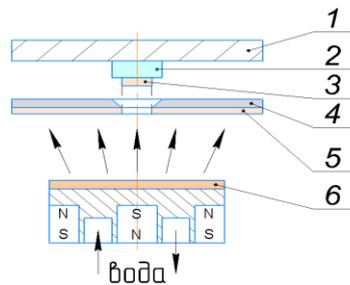


Рис. 1. Схема микровзвешивания. 1 – подложкодержатель; 2 – кварцевый резонатор; 3 – осаждаемая измеряемая пленка (цилиндр пленки); 4 – диафрагма-заслонка; 5 – осаждаемый материал; 6 – распыляемая мишень.

Предварительно оцениваются скорости осаждения Ni и SiO₂ – 44,604 нм/мин и 22,492 нм/мин соответственно. По этим значениям рассчитываются времена формирования покрyтий для заданных толщин: для изоляционного слоя от 1,5 до 2,0 мкм время осаждения составляет от 66 до 89 минут, для слоя датчика от 300 до 500 нм варьируется не только время проведения процесса, но и уменьшается сопротивление датчика, которое также необходимо контролировать.

3 ОТРАБОТКА ПРОЦЕССА ФОРМИРОВАНИЯ ИЗОЛЯЦИОННЫХ СЛОЕВ ЗАДАННОГО СОПРОТИВЛЕНИЯ

Значения от 1 МОм является удовлетворительными для обеспечения электрической прочности изоляционного слоя датчика сопротивления для диапазона температур от 90 °С до 450 °С.

Измерение сопротивления покрытий проводится с помощью мультиметра согласно схеме, представленной на рис. 2.

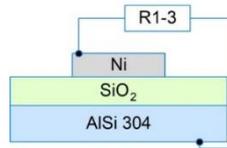


Рис. 2. Схема измерения сопротивления.

Проводится серия экспериментов для выявления диэлектрической характеристики слоя – сопротивления. Слой диэлектрика формируется при мощности ВЧ блока питания магнетрона 50 Вт, расстояние от мишени до подложки 60 мм, диаметр мишени 50,8 мм. Получаются толщины от 1,5 до 10,0 мкм, сопротивление составляет от 2 до 7 кОм, что является недостаточным для обеспечения стойкости к пробоям напряжения. Предположительно, незначительное изменение связано с проникновением припоя в слой диэлектрика от мишени SiO₂ т.к. мишень имеет сквозные трещины от перегрева.

В качестве методов повышения качества выходных характеристик покрытия изоляционного слоя существуют следующие варианты решений: активация и очистка подложки ионным пучком, нанесение затравочных слоев (Cr, Ti), нагрев подложки до температуры 300 °С. Использование источника ионов (ИИ) позволяет воздействовать на качество покрытий. ИИ повышает скорости осаждения металлических покрытий при ионном ассистировании [13], увеличивает плотность упаковки осаждаемой пленки [14], очищает и активирует поверхность перед нанесением покрытий [15–18].

3.1 ОТРАБОТКА ПРОЦЕССА ФОРМИРОВАНИЯ ИЗОЛЯЦИОННОГО СЛОЯ ЗАДАННОГО СОПРОТИВЛЕНИЯ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ИСТОЧНИКА ИОНОВ

В едином вакуумном цикле проводится нанесение изоляционного покрытия двух очищенных источником ионов и двух неочищенных подложек из AlSi 304. Толщина покрытий составляет 2 мкм. Очистка проходит при давлении в вакуумной камере 0,36 Па, расход аргона и азота 1,50 л/ч и 0,28 л/ч, ускоряющее напряжение 1000 В. Нанесение изоляционного покрытия происходит с мишени диаметром 101,6 мм, давление в вакуумной камере 0,6 Па, расстояние от мишени до подложки 80 мм. Результаты измерения предварительно обработанных образцов и образцов без обработки ИИ показаны на рис. 3.

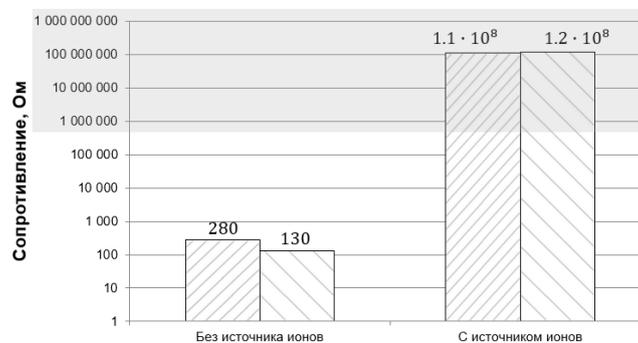


Рис. 3. Отработка сопротивления покрытий с источником ионов.

Предварительная обработка подложки ионным пучком повышает сопротивление покрытия в 10^6 раз.

3.2 ОТРАБОТКА ПРОЦЕССА ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРЫ ДАТЧИКА ИЗ РАЗЛИЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ ФУНКЦИОНАЛЬНОГО СЛОЯ

После нанесения изоляционного покрытия на металлических подложках проводится процесс формирования датчика на основе меди и никеля при мощности ВЧ блока питания магнетрона 70 и 60 Вт, расстояние от мишени до подложки 60 мм, диаметр мишени 50,8 мм. Разные материалы выбираются для понимания причины уменьшения сопротивления после нанесения функционального слоя. Предварительно составляется гипотеза о том, что материал датчика диффундирует в слой диэлектрика и из-за этого при эксплуатации изделия и подаче на него номинального значения напряжения происходит электрический пробой. Для подтверждения или опровержения этого предположения формируется датчик из двух разных материалов.

Толщины пленок меди и никеля составляют 350 и 200 нм. Результаты измерения сопротивления диэлектрического слоя через функциональный слой приведены в таблице 3.

Таблица 3.

Формирование функционального слоя из меди и никеля

Образец	Сопротивление (Ом)	
	Никель	Медь
1 (обработка ИИ)	5 700	1 800
2	3 710	650
3 (обработка ИИ)	1 255	8
4	33	7

Анализируя результаты, можно сделать вывод о том, что гипотеза о диффузировании материала датчика в слой диэлектрика однозначно не отвергается. Вынести решение по данной гипотезе поможет проведение измерения полученной структуры методом ИК-спектроскопии [19]. Покрытие со значениями сопротивления в 33, 8 и 7 Ом работает, как обычный проводник.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

На данный момент сопротивление изоляционного слоя составляет 7 кОм вместо требуемых 1 МОм. Предварительная обработка подложек ионным лучом повышает сопротивление покрытия изоляционного диэлектрического слоя в 10^6 раз за счет увеличения энергии осаждаемых частиц, очистки поверхности подложки, а также активации поверхности, что удовлетворяет требованиям электрической прочности слоев. Предположительно, материал функционального слоя при формировании проникает в изоляционный слой, в результате чего сопротивление структуры уменьшается до значений от 1 до 5 кОм. Проведение процесса формирования изоляционного слоя и датчика необходимо осуществлять с варьированием режимов работы ИИ для получения требуемых значений сопротивления. А также важно изучить активность материалов к диффузированию в оксиды кремния и алюминия.

ЛИТЕРАТУРА

1. Волохов И. В. Технологические методики повышения стабильности параметров тонкопленочных тензорезистивных датчиков давления: дис. – Волохов ИВ–Пенза, 2008. – 21 с, 2008.

2. Применение тонкопленочных термосопротивлений (Thin Film RTD) для измерения температуры и скорости потока. [Электронный ресурс]. – Режим доступа: [http://efosensor.ru/storage/design/articles/Primeneniye_tonkoplenochnykh_termosoprotivleniy_\(ThinFilmRTD\)_dlya_izmereniya_temperatury_i_skorosti_potoka.pdf](http://efosensor.ru/storage/design/articles/Primeneniye_tonkoplenochnykh_termosoprotivleniy_(ThinFilmRTD)_dlya_izmereniya_temperatury_i_skorosti_potoka.pdf) – Заглавие с экрана. – (дата обращения: 07.12.2019).

3. Kagerer E., Königer M. E. Ion beam sputter deposition of thin film sensors for applications in highly loaded contacts //Thin solid films. – 1989. – Т. 182. – №. 1-2. – С. 333-344.
4. Schmaljohann F. et al. Thin-film sensors with small structure size on flat and curved surfaces //Measurement Science and Technology. – 2012. – Т. 23. – №. 7. – С. 074019.
5. Ahn C. H. et al. Direct fabrication of thin film gold resistance temperature detection sensors on a curved surface using a flexible dry film photoresist and their calibration up to 450 C //Journal of Micromechanics and Microengineering. – 2013. – Т. 23. – №. 6. – С. 065031.
6. Диэлектрические пленки. [Электронный ресурс]. – Режим доступа: http://scask.ru/k_book_tse.php?id=68 – Заглавие с экрана. – (дата обращения: 07.05.2020).
7. Бондаренко И. Б. Электрорадиоэлементы. Часть 1. Резисторы //СПб: СПб НИУ ИТМО. – 2012.
8. Патент Японии № 63-37481, Н 01 С 7/02, G 01 К 7/18, ИСМ N 6, 1989
9. Моисеев К. М. Многопозиционные вакуумные технологические установки // Наноинженерия. – 2014. – №. 8. – С. 18-22.
10. Купцов А. Д. Металлические тонкопленочные покрытия для солнечных панелей. XXV Научно-техническая конференция с участием зарубежных специалистов. // «Вакуумная наука и техника». Судак, 16 – 22 сентября 2018 г. – С. 187-192.
11. Sidorova S V, Kouptsov A D and Pronin M A, Problems and Solutions of Automation of Magnetron Sputtering Process in Vacuum // Lecture Notes in Electrical Engineering, 2020.
12. Sauerbrey G. Verwendung von Schwingquarzen zur Wägung dünner Schichten und zur Mikrowägung // Zeitschrift fuer Physik. – 1959. – Vol. 155. – P. 206-222.
13. Бобрович О. Г., Ташлыков И. С., Тульев В. В. Влияние параметров ионно-ассистированного осаждения на формирование Me/si-структур //Труды БГТУ. Серия 3: Физико-математические науки и информатика. – 2014. – №. 6 (170).
14. Терещук О. И. и др. Ионное ассистирование при нанесении вакуумно плазменных электродуговых покрытий на эндопротезы. – 2016.
15. Kaufman H. R., Harper J. M. E. Ion-assist applications of broad-beam ion sources //Advances in Thin Film Coatings for Optical Applications. – International Society for Optics and Photonics, 2004. – Т. 5527. – С. 50-68.
16. Лучкин А. Г., Лучкин Г. С. Очистка поверхности подложек для нанесения покрытий вакуумно-плазменными методами //Вестник Казанского технологического университета. – 2012. – Т. 15. – №. 15.
17. Галяутдинов Р.Т. Аномальный тлеющий разряд в вакууме в процессе изготовления высокоотражающих стоматологических зеркал / Р.Т. Галяутдинов, М.В. Елхин, Н.Ф. Кашапов // Казань, Вестник КГТУ, № 2, 2010г. - С 335-339.
18. Luchkin G.S., Galyautdinov R.T. and N.F. Kashapov “Formation of protective coatings for aluminium mirrors by magnetron sputtering” Welding International, 2003, 17, (8) 655 - 658.
19. Пахомов П. М., Маланин М. Н., Хижняк С. Д. ИК-спектроскопический метод определения пористости полимеров //Высокомолекулярные соединения. Серия Б. – 2005. – Т. 47. – №. 6.