

# ТЕХНОЛОГИЯ ПРИБОРОСТРОЕНИЯ INSTRUMENTATION TECHNOLOGY

УДК 621.382

doi:10.21685/2307-5538-2023-1-7

## ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫЙ ОТЖИГ МНОГОСЛОЙНЫХ РЕЗИСТИВНЫХ СТРУКТУР

Е. А. Печерская<sup>1</sup>, С. А. Гурин<sup>2</sup>, М. Д. Новичков<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Пензенский государственный университет, Пенза, Россия

<sup>2,3</sup> Пензенский научно-исследовательский институт электронно-механических приборов, Пенза, Россия

<sup>1</sup>pea1@list.ru, <sup>2</sup>teslananoel@rambler.ru, <sup>3</sup>novichkov1998maks@gmail.com

**Аннотация.** *Актуальность и цели.* Актуальность темы исследования обусловлена развитием радиоэлектронной аппаратуры, требующей повышения уровня электрических параметров электронно-компонентной базы. Целью работы является исследование и поиск оптимальных режимов высокотемпературного отжига многослойных тонкопленочных резистивных структур. *Материалы и методы.* Многослойные тонкопленочные резисторы получены методом термического вакуумного напыления нихрома Х20Н75Ю и кермета К-20С на установке УВН-71. *Результаты.* Представлены результаты исследования процессов, происходящих в структуре и на границе раздела пленок в многослойных тонкопленочных резисторах в результате воздействия высоких температур в вакууме и на воздухе, их влияние на необратимое изменение сопротивления и температурный коэффициент сопротивления. *Выводы.* Получены технологические режимы высокотемпературного отжига, расширяющие подгоночный ресурс многослойных тонкопленочных резисторов до 20 %, при нестабильности сопротивления не превышающей 0,4 %.

**Ключевые слова:** тонкопленочный резистор, высокотемпературный отжиг, термостабилизация, сопротивление, температурный коэффициент сопротивления

**Для цитирования:** Печерская Е. А., Гурин С. А., Новичков М. Д. Высокотемпературный отжиг многослойных резистивных структур // Измерение. Мониторинг. Управление. Контроль. 2023. № 1. С. 56–61. doi:10.21685/2307-5538-2023-1-7

## HIGH-TEMPERATURE ANNEALING OF MULTILAYER RESISTIVE STRUCTURES

E.A. Pecherskaya<sup>1</sup>, S.A. Gurin<sup>2</sup>, M.D. Novichkov<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Penza State University, Penza, Russia

<sup>2,3</sup> Penza Scientific Research Institute of Electronic and Mechanical Devices, Penza, Russia

<sup>1</sup>pea1@list.ru, <sup>2</sup>teslananoel@rambler.ru, <sup>3</sup>novichkov1998maks@gmail.com

**Abstract.** *Background.* The relevance of the research topic is due to the development of radio-electronic equipment, which requires an increase in the level of electrical parameters of the electronic component base. The aim of the work is to study and search for optimal modes of high-temperature annealing of multilayer thin-film resistive structures. *Materials and methods.* Multilayer thin-film resistors were obtained by thermal vacuum spraying of nichrome X20CrNi75Al and kermet K-20S at the UVN-71 installation. *Results.* The results of the study of processes occurring in the structure and at the interface of films in multilayer thin-film resistors as a result of exposure to high temperatures in vacuum and in air, their effect on the irreversible change in resistance and temperature coefficient of resistance are presented. *Conclusions.* Technological modes of high-temperature annealing have been obtained that extend the fitting life of multilayer thin-film resistors up to 20 %, with resistance instability not exceeding 0,4 %.

**Keywords:** thin-film resistor, high-temperature annealing, thermal stabilization, resistance, temperature coefficient of resistance

**For citation:** Pecherskaya E.A., Gurin S.A., Novichkov M.D. High-temperature annealing of multilayer resistive structures. *Izmerenie. Monitoring. Upravlenie. Kontrol' = Measuring. Monitoring. Management. Control.* 2023;(1):56–61. (In Russ.). doi:10.21685/2307-5538-2023-1-7

### Введение

Тонкопленочные резисторы, полученные вакуумным напылением, содержат большое количество структурных дефектов, обуславливающих квазиравновесное состояние тонкой пленки [1], приводя к временной и температурной нестабильности электрических сопротивлений. Для стабилизации параметров используют методы высокоэнергетической обработки, направленные на изменение структуры тонких пленок, путем отжига на воздухе и в вакууме [2].

Основные процессы, протекающие в тонкой пленке при высокотемпературном отжиге, можно условно разделить на две группы: 1) отжиг дефектов, рекристаллизация, коалесценция, уплотнение; 2) окисление поверхности и на границах зерен [3–5]. Все эти процессы повышают стабильность выходных параметров тонкопленочных резистивных структур, однако влияние на сопротивление и температурный коэффициент сопротивления (ТКС) оказывают противоположное. Так, процессы, относящиеся к первой группе, ведут к росту металлической проводимости, а следовательно, снижению сопротивления и смещению ТКС в сторону положительных значений. Окисление же приводит к росту сопротивления и смещению ТКС в сторону отрицательных значений вследствие увеличения доли туннельного механизма проводимости [6].

Добавление дополнительных слоев тонких пленок (контактных, компенсационных, диэлектрических) в значительной степени уменьшает либо полностью исключает свободную площадь резистивного слоя, доступную для проникновения активных газов, в том числе кислорода, что резко снижает вклад окисления в стабильность электрических параметров [7]. В многослойных тонкопленочных структурах процессы деградации в большей степени наблюдаются из-за взаимной диффузии и образования новых соединений на границе раздела пленок [8].

Принимая во внимание необратимое изменение сопротивления и ТКС при выполнении высокотемпературного отжига, операции термообработки можно разделить на две группы в зависимости от решаемой задачи: стабилизирующий отжиг и формирующий требуемое значение сопротивления и ТКС. Исходя из этого, данная работа преследовала цель получить технологические режимы высокоэнергетической обработки многослойных тонкопленочных резисторов (ТПР), расширяющие подгоночный ресурс резистора и обеспечивающие температурную и временную стабильность электрических сопротивлений за счет достижения термодинамического равновесия и устойчивых соединений в структуре и на границе раздела пленок.

### Методика эксперимента

При формировании многослойной тонкопленочной резистивной структуры для получения технологических режимов высокотемпературного отжига на первом этапе разработки определялись материалы ТПР. Предпочтение при выборе пары материалов отдавалось следующим критериям: металлургическая совместимость, разнонаправленность кривых старения, противоположность знаков и близость значений ТКС по модулю. Наиболее полно удовлетворяющей всем требованиям парой материалов являются металлосилицидный сплав К-20С и нихром Х20Н75Ю, параметры которых приведены в табл. 1.

Таблица 1

Параметры материалов ТПР

Материал	$R$ , Ом/□	$\alpha$ , $K^{-1} \cdot 10^{-6}$	$P_0$ , Вт/см <sup>2</sup>	$\% R_{ст.}^*$
К-20С	200–700	–100...0	2	–1
Нихром	20–300	0...+50	2	1

Примечание: \* – после 1000 ч работы под нагрузкой 1 Вт/см<sup>2</sup> при 85 °С.

Слабым звеном нихромовых пленок является их чувствительность к влаге, в результате воздействия которой резистивные дорожки вытравливаются за счет электрохимической кор-

розии [9]. На рис. 1 представлен процесс растворения резистивного слоя под действием электролитической коррозии в области положительного контакта с образованием электроизолирующих продуктов.

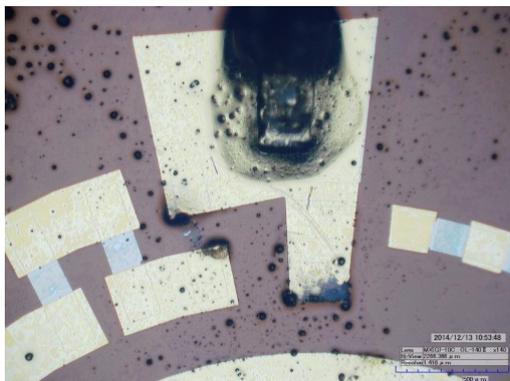


Рис. 1. Растворение части ТПР под действием электролитической коррозии в результате влаги и загрязнений на поверхности сформированной схемы

Чтобы избежать показанных дефектов, пленка из нихрома была напылена первой. Таким образом, пленка из К-20С, формируемая вторым слоем и полностью закрывающая доступ влаги и загрязнений к тонкой пленке Х20Н75Ю, помимо компенсационной функции, являлась также и пассивирующим слоем по отношению к нихрому. Резистивные пленки были получены на установке вакуумного напыления УВН-71ПЗ в едином технологическом цикле по режимам, представленным в табл. 2.

Таблица 2

Режимы напыления многослойного ТПР

Слой	Ток испарителя $I_{\text{испар}}, \text{А}$	Начальное остаточное давление в камере $P_{\text{ост нач}}, \text{мм рт. ст.}$	Конечное остаточное давление в камере $P_{\text{ост кон}}, \text{мм рт. ст.}$	Температура подложки, $T_{\text{подл}}, \text{°C}$	Сопротивление контрольного образца $\text{кОм}/\square$	Время напыления, с
Х20Н75Ю	280–350	$2 \cdot 10^{-5}$	$3,5 \cdot 10^{-5}$	350	2,4	60
К-20С	480–500	$2 \cdot 10^{-5}$	$3,5 \cdot 10^{-5}$	380	1,2	200–280

Контактные площадки из алюминия удельным поверхностным сопротивлением  $0,2 \text{ Ом}/\square$  и толщиной порядка  $1 \text{ мкм}$  с подслоем оксида алюминия для выполнения дальнейших замеров формировались напылением через свободную маску.

Исследуемые в настоящей работе образцы многослойных ТПР подвергались различным типам термообработок:

- отжиг на воздухе при температуре  $475 \text{ °C}$  в течение 5 мин;
- отжиг в вакууме при температуре  $475 \text{ °C}$  в течение 5 мин;
- циклический отжиг в вакууме, нагрев до  $475 \text{ °C}$  и остывание до  $25 \text{ °C}$ , не менее 3 циклов;
- комбинированные отжиг на воздухе и в вакууме при температуре  $475 \text{ °C}$  с выдержкой в течение 5 мин;
- ступенчатый отжиг на воздухе от  $350$  до  $475 \text{ °C}$  с шагом  $25 \text{ °C}$  и выдержкой в течение 5 мин;
- ступенчатый отжиг в вакууме от  $350$  до  $475 \text{ °C}$  с шагом  $25 \text{ °C}$  и выдержкой в течение 5 мин.

Температурный диапазон  $350$  до  $475 \text{ °C}$  выбран из условия достаточности температурного воздействия для завершения процессов окислосложения и рекристаллизации, без снижения адгезии между слоями тонких пленок [10]. Для снятия напряжений от локальных микропластических деформаций, вызванных образованием внутрислоевых окислов, силицидов и других соединений в результате операции высокотемпературного отжига, производилась

дополнительная изотермическая выдержка всех исследуемых образцов на воздухе при температуре 200 °С в течение 8 ч.

### Результаты и их обсуждение

Результаты измерения сопротивления и ТКС многослойных ТПР до и после проведения высокотемпературного отжига по различным технологическим режимам приведены в табл. 3.

Таблица 3

Влияние термотренировок на выходные параметры ТПР

Параметр	Отжиг на воздухе	Отжиг в вакууме	Циклический отжиг в вакууме	Комбинированный отжиг	Ступенчатый отжига на воздухе	Ступенчатый отжиг в вакууме
$R$ , Ом	100,88	102,86	100,58	98,60	98,03	99,61
$\Delta R$ , %	-15	-17	-20	-18	-17	-21
$\alpha$ , $K^{-1} \cdot 10^{-6}$	-16	-15	-18	-15	-18	-17
$\Delta\alpha$ , $K^{-1} \cdot 10^{-6}$	+33	+34	+39	+37	+34	+39

Временная нестабильность сопротивления резистивных пленок оценивалась выдержкой в печи при температуре 150 °С в течение 45 сут. Измерения производились каждые 5 сут. По полученным результатам построены кривые старения, представленные на рис. 2.

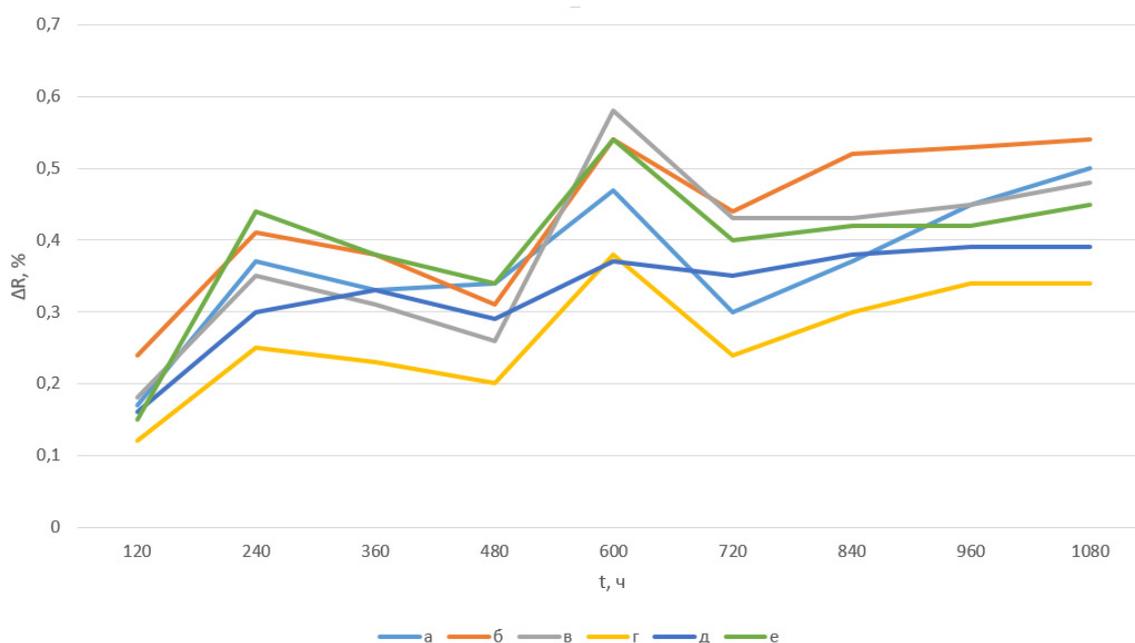


Рис. 2. Кривые старения тонких пленок: *a* – кривые старения тонких пленок, подвергнутых отжигу на воздухе; *б* – в вакууме; *в* – циклическому отжигу в вакууме; *г* – комбинированному отжигу; *д* – ступенчатому отжигу на воздухе; *е* – ступенчатому отжигу

Исходя из данных в табл. 3, можно заключить, что при высокотемпературном отжиге наблюдаются снижение сопротивления ТПР до 20 % и смещение ТКС, достигающее области положительных значений, свидетельствуя о превалировании процессов рекристаллизации, коалесценции, уплотнения тонкопленочной структуры и отжига дефектов над окислением на поверхности и границах зерен. Полученный результат объясняется относительно большой толщиной резистивной структуры и пассивирующей функцией тонкой пленки кермета К-20С.

Так как изменение электрических параметров вызвано увеличением доли металлического механизма проводимости, то наибольших результатов удается достичь при отжиге в отсутствии активных газов, реагирующих с резистивной структурой, а именно, в вакууме, что подтверждается полученными результатами. В то же время отжиг на воздухе приводит к

образованию поверхностной окисной пленки, положительно влияющей на стабильность резистора.

Оптимальные результаты были получены при комбинированном отжиге в вакууме и на воздухе. В результате изменений в структуре ТПР при отжиге в вакууме пленка уплотняется, затрудняя дальнейший окисный рост на границах зерен. По этим причинам при отжиге на воздухе рост окислов происходит преимущественно на поверхности, тем самым повышая стабильность резистора, не приводя к значительному росту туннельного механизма проводимости.

Временная нестабильность многослойных резистивных структур, не превысившая 0,4 % в ходе ускоренных испытаний на сохраняемость в течение 45 сут, подтверждает достижение термодинамического равновесия и устойчивых соединений в структуре и на границе раздела пленок в результате высокотемпературного отжига.

### Заключение

На основе выявленных закономерностей необратимого изменения сопротивления и ТКС многослойных резистивных структур в результате воздействия высоких температур установлено, что, варьируя технологические режимы высокотемпературного отжига, удастся расширить подгоночный ресурс ТПР. Наибольшее отклонение сопротивления и ТКС наблюдается при отжиге в вакууме. Однако резисторы, прошедшие термообработку на воздухе, показали более высокую стабильность. Сочетание этих методов, дающее оптимальный результат, позволяет добиться необратимого изменения сопротивления ТПР на 20 % и смещения ТКС в область положительных значений, при нестабильности сопротивления не превышающей 0,4 %.

### Список литературы

1. Аверин И. А., Печерская Р. М. Управление параметрами резистивных структур посредством отжига // Труды Международного симпозиума Надежность и качество. 2008. Т. 2. С. 144–145.
2. Лугин А. Н. Конструкторско-технологические основы проектирования тонкопленочных прецизионных резисторов. 2008. 172 с.
3. Сергеев В. Е., Воротынцев В. М. Разработка модифицированной технологии термостабилизации тонкопленочных резистивных элементов // Проектирование и технология электронных средств. 2021. № 1. С. 4–9.
4. Chen C., Zhu J., Chen Y., Wang G. Unveiling structural characteristics for ultralow resistance drift in BiSb-Ge<sub>2</sub>Sb<sub>2</sub>Te<sub>5</sub> materials for phase-change neuron synaptic devices // Journal of Alloys and Compounds. 2022. № 892. P. 162148.
5. Myagkov V. G., Zhigalov V. S., Bykova L. E. [et al.]. Solid-phase synthesis of L10-FePd(001) epitaxial thin films: Structural transformations and magnetic anisotropy // JETP Letters. 2010. № 91. P. 481–485.
6. Смолин В. К. Модификация свойств резистивных элементов термической обработкой // Нано- и микросистемная техника. 2017. Т. 19, № 3. С. 180–186. doi:10.17587/nmst.19.180-186
7. Гурин С. А. Исследование и разработка тонкопленочных гетерогенных структур чувствительных элементов датчиков давлений с экстремальными условиями эксплуатации : дис. ... канд. техн. наук. СПб., 2016. 157 с.
8. Бэглин Дж., Поут Дж. Взаимодиффузия в системах металл-металл // Тонкие пленки. Взаимная диффузия и реакции / под ред. Дж. Поута, К. Ту, Дж. Майера. М. : Мир, 1982. С. 309–360.
9. Волохов И. В. Исследование технологий получения многослойных гетероструктур с применением различных методов осаждения в вакууме изолирующих покрытий на корпусные элементы датчиков-преобразующей аппаратуры для авиационно-космической техники // Нано- и микросистемная техника. 2014. № 1. С. 30–39.
10. Гурин С. А., Песков Е. В., Вергазов И. Р. Методика термостабилизации тонкопленочных гетерогенных структур // Нано- и микросистемная техника. 2014. № 11. С. 12–16.

### References

1. Averin I.A., Pecherskaya R.M. Control of parameters of resistive structures by annealing. Trudy *Mezhdunarodnogo simpoziuma Nadezhnost' i kachestvo* = *Proceedings of the International Symposium Reliability and Quality*. 2008;2:144–145. (In Russ.)
2. Lugin A.N. *Konstruktorsko-tehnologicheskie osnovy proektirovaniya tonkoplenochnykh pretsizionnykh rezistorov* = *Design and technological fundamentals of designing thin-film precision resistors*. 2008:172. (In Russ.)

3. Sergeev V.E., Vorotyntsev V.M. Development of the modified technology of thermal stabilization of thin-film resistive elements. *Proektirovanie i tekhnologiya elektronnykh sredstv = Design and technology of electronic means*. 2021;(1):4–9. (In Russ.)
4. Chen C., Zhu J., Chen Y., Wang G. Unveiling structural characteristics for ultralow resistance drift in BiSb-Ge<sub>2</sub>Sb<sub>2</sub>Te<sub>5</sub> materials for phase-change neuron synaptic devices. *Journal of Alloys and Compounds*. 2022;(892):162148.
5. Myagkov V.G., Zhigalov V.S., Bykova L.E. et al. Solid-phase synthesis of L10-FePd(001) epitaxial thin films: Structural transformations and magnetic anisotropy. *JETP Letters*. 2010;(91):481–485.
6. Smolin V.K. Modification of the properties of resistive elements by heat treatment. *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika = Nano- and microsystem technology*. 2017;19(3):180–186. (In Russ.). doi:10.17587/nmst.19.180-186
7. Gurin S.A. Research and development of thin-film heterogeneous structures of sensitive elements of pressure sensors with extreme operating conditions. PhD dissertation. Saint Petersburg, 2016:157. (In Russ.)
8. Beglin Dzh., Pout Dzh. Mutual diffusion in metal-metal systems. *Tonkie plenki. Vzaimnaya diffuziya i reaktsii = Thin films. Mutual diffusion and reactions*. Moscow: Mir, 1982:309–360. (In Russ.)
9. Volokhov I.V. Investigation of technologies for obtaining multilayer heterostructures using various methods of vacuum deposition of insulating coatings on body elements of sensor-converting equipment for aerospace engineering. *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika = Nano- and microsystem technology*. 2014;(1):30–39. (In Russ.)
10. Gurin S.A., Peskov E.V., Vergazov I.R. Method of thermal stabilization of thin-film heterogeneous structures. *Nano- i mikrosistemnaya tekhnika = Nano- and microsystem technology*. 2014;(11):12–16. (In Russ.)

#### *Информация об авторах / Information about the authors*

##### **Екатерина Анатольевна Печерская**

доктор технических наук, доцент,  
заведующий кафедрой информационно-  
измерительной техники и метрологии,  
Пензенский государственный университет  
(Россия, г. Пенза, ул. Красная, 40)  
E-mail: peal@list.ru

##### **Ekaterina A. Pecherskaya**

Doctor of technical sciences, associate professor,  
head of the sub-department of information  
and measuring equipment and metrology,  
Penza State University  
(40 Krasnaya street, Penza, Russia)

##### **Сергей Александрович Гурин**

начальник лаборатории разработки  
и производства плат НР и ГИС (НПК-1),  
Пензенский научно-исследовательский  
институт электронно-механических приборов,  
(Россия, г. Пенза, ул. Каракозова, 44)  
E-mail: teslananoel@rambler.ru

##### **Sergey A. Gurin**

Head of the laboratory for the development  
of GIS, ADC and DAC resistor sets boards,  
Penza Scientific Research Institute of Electronic  
and Mechanical Devices  
(44 Karakozova street, Penza, Russia)

##### **Максим Дмитриевич Новичков**

инженер-технолог лаборатории разработки  
и производства плат НР и ГИС (НПК-1),  
Пензенский научно-исследовательский  
институт электронно-механических приборов,  
(Россия, г. Пенза, ул. Каракозова, 44)  
E-mail: novichkov1998maks@gmail.com

##### **Maksim D. Novichkov**

Engineer-Technologist of the laboratory  
for the development of GIS, ADC  
and DAC resistor sets boards,  
Penza Scientific Research Institute of Electronic  
and Mechanical Devices  
(44 Karakozova street, Penza, Russia)

**Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов /  
The authors declare no conflicts of interests.**

**Поступила в редакцию / Received 24.10.2022**

**Поступила после рецензирования / Revised 24.11.2022**

**Принята к публикации / Accepted 23.12.2022**