

УДК 531.781.084.2

## УСЛОВИЕ ПОЛУЧЕНИЯ ОДНОРОДНЫХ НАНОРАЗМЕРНЫХ РЕЗИСТИВНЫХ ПЛЁНОК Ni-Ti МЕТОДОМ МАГНЕТРОННОГО РАСПЫЛЕНИЯ ИЗ ДВУХ ИСТОЧНИКОВ

**Васильев Валерий Анатольевич,**

д-р техн. наук, профессор, заведующий кафедры «Приборостроение»  
ФГБОУ ВПО «Пензенский государственный университет», Россия, 400026,  
г. Пенза, ул. Красная, д. 40. E-mail: opto@bk.ru

**Хошев Александр Вячеславович,**

аспирант кафедры «Приборостроение»  
ФГБОУ ВПО «Пензенский государственный университет»,  
Россия, 400026, г. Пенза, ул. Красная, д. 40. E-mail: opto@bk.ru

Актуальность работы обусловлена необходимостью формирования наноразмерных резистивных плёнок Ni-Ti с воспроизводимыми параметрами для использования в измерительных приборах, работающих в условиях повышенных температур.

**Цель работы:** обоснование возможности, определение условия и режимов получения наноразмерных резистивных плёнок Ni-Ti с воспроизводимыми параметрами методом магнетронного распыления из двух источников для их применения в измерительных приборах.

**Методы исследования:** использованы основные положения физики тонких плёнок, теории магнетронного распыления, теории эксперимента.

**Результаты:** дана сравнительная оценка метода термического испарения в вакууме и метода магнетронного распыления, показаны преимущества последнего для формирования металлических тонких плёнок сложного состава; представлен анализ состояний исследований в области создания наноразмерных резистивных плёнок для измерительных приборов; показана перспективность исследования плёнок Ni-Ti и процесса их получения с использованием метода магнетронного распыления; сделано обоснование возможности, определены условия и режимы получения наноразмерных резистивных плёнок Ni-Ti с воспроизводимыми параметрами методом магнетронного распыления из двух источников; установлено, что при поддержании определённого соотношения плотностей токов на мишенях из Ni и Ti представляется возможным обеспечивать однородность и воспроизводимость параметров наноразмерных резистивных плёнок (электрического сопротивления, температурного коэффициента сопротивления); определено, что для обеспечения одинаковых скоростей распыления мишеней Ni и Ti плотность магнетронного тока на мишени Ni должна быть в 1,67 раз больше плотности магнетронного тока на мишени Ti. Наноразмерные резистивные плёнки Ni-Ti, полученные на подложках из ситалла при указанном соотношении плотностей магнетронных токов на мишенях, имели значение температурного коэффициента сопротивления  $\sim 10^{-5} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  (в диапазоне температур от минус 70 до 200  $^\circ\text{C}$ ). Материалы исследований могут служить основой для создания новых резистивных элементов измерительных приборов (датчиков давления, силы, ускорения и т. п.) с улучшенными техническими характеристиками, работающих в условиях повышенных температур.

### Ключевые слова:

Наноразмерные пленки, резистивные пленки, Ni-Ti, магнетронное распыление, воспроизводимость, датчики, электронные приборы.

### Введение

Известны различные методы получения тонких наноразмерных плёнок материалов, такие как метод термического испарения в вакууме, эпитаксия из жидкой фазы (жидкофазная эпитаксия), эпитаксия из газовой фазы (газофазная эпитаксия), молекулярно-лучевая эпитаксия, эпитаксия магнетронного распыления и др. [1–7].

Для получения тонких металлических плёнок наибольшее распространение получил метод термического испарения в вакууме. Его используют для нанесения резистивных плёнок на диэлектрик и для формирования резисторов, терморезисторов, тензорезисторов различных измерительных приборов [8–11]. Данный метод известен достаточно давно, ещё до появления в середине семидесятых годов прошлого века метода магнетронного распыления [12, 13]. К недостаткам метода термического испарения в вакууме можно отнести сложность получения плёнок заданного состава из разнородных материалов и обеспечения повторяемости па-

раметров и характеристик плёнок, полученных в различных технологических циклах.

Метод магнетронного распыления обладает значительными преимуществами при нанесении металлических тонких плёнок: возможность распыления различных материалов и управления процессом распыления, получение плёнок при более низких температурах подложки (20...50  $^\circ\text{C}$ ), относительно высокая скорость осаждения. Кроме того, данный метод позволяет получать наноразмерные металлические плёнки сложного состава.

Магнетронное распыление все шире применяется в промышленном производстве для нанесения металлических износостойких покрытий, получения прозрачных проводящих тонких плёнок индикаторных панелей, металлических проводниковых и полупроводниковых плёнок приборов микроэлектроники, электроники и силовой электроники. Перспективным является исследование возможностей получения наноразмерных резистивных плёнок различного состава с заданными пара-

метрами и характеристиками. Научный и практический интерес представляет синтез наноразмерных резистивных плёнок с высокой повторяемостью параметров и характеристик.

#### Постановка задачи исследований

В настоящее время для изготовления резистивных тонких плёнок в измерительных приборах широко используют хромоникелевые сплавы. Так, в тонкоплёночных нано- и микроэлектромеханических системах (НМЭМС) датчиков различных физических величин (давления, силы, ускорения и т. п.) применяют в основном сплав X20H75Ю [14, 15]. С его использованием получают тонкие резистивные слои (плёнки толщиной 40...100 нм) на диэлектрических слоях (плёнках SiO-SiO<sub>2</sub>), нанесённых на упругие элементы НМЭМС, методом термического вакуумного испарения. Из таких резистивных слоёв с использованием метода фотолитографии формируют резистивные элементы (тензорезисторы, терморезисторы), которые объединяют в мостовую измерительную цепь при помощи проводников, сформированных из нанесённого на резистивный слой проводникового слоя (плёнки Au или Al).

В работе [16] для получения наноразмерных резистивных плёнок применялся метод магнетронного распыления с использованием мишеней из никеля (Ni) и хрома (Cr), которые использовались поочередно. Плёнки наносились на подложку из ситалла. Исследовались образцы плёнок толщиной от 10 до 70 нм, определялся температурный коэффициент сопротивления (ТКС) в диапазоне температур от минус 70 до 100 °С, который имел значения от 10<sup>-4</sup> до 10<sup>-5</sup> °С<sup>-1</sup>. Также для формирования наноразмерных резистивных плёнок Ni-Cr использовался метод магнетронного распыления из двух независимых источников. Были установлены графические зависимости состава двухкомпонентных плёнок Ni-Cr от режимов распыления, в частности от токов распылителей.

Наноразмерные резистивные плёнки Ni-Cr, полученные методом магнетронного распыления, исследованы достаточно хорошо. Однако их применение в датчиках физических величин ограничено температурным диапазоном работы от -196 до 150 °С. Наноразмерные резистивные плёнки из тугоплавких металлов (Mo, Re, Ti, W) и соединений исследованы мало. Вместе с тем их изучение может привести к созданию новых датчиков физических величин и других электронных приборов с улучшенными техническими характеристиками. Особый интерес представляет соединение никеля и титана (Ni-Ti), позволяющее расширить температурный диапазон работы измерительных приборов.

Соединение никеля и титана (нитинол) известно с 50-х гг. прошлого столетия. Наибольшее промышленное применение получил сплав с процентным содержанием атомов титана 50 % и никеля 50 % (NiTi). Основным качеством, благодаря кото-

рому сплав никеля и титана находит широкое применение, является эффект памяти формы. Память формы крайне чувствительна к стехиометрии состава сплава и ярко проявляется в указанном процентном соотношении [17–19]. Нитинол обладает рядом положительных качеств – превосходной коррозионной стойкостью, высокой прочностью, высокой демпфирующей способностью (способность материала поглощать вибрацию за счёт внутреннего трения), хорошей биосовместимостью с тканями организма человека, памятью формы. У нитинола высокий коэффициент восстановления формы и высокая восстанавливающая сила. Благодаря этому деформация до 8 % может полностью восстанавливаться, а по утверждению автора [20] обратимая деформация может составить 10–16 %.

Несмотря на большой объём исследований, проведённых учёными разных стран по исследованию соединения Ni-Ti, многие научные задачи остаются нерешёнными. В частности, актуальной задачей является обоснование возможности, определение условия и режимов получения однородных наноразмерных резистивных плёнок Ni-Ti с воспроизводимыми параметрами методом магнетронного распыления из двух источников. Решение этой задачи позволит создавать измерительные приборы на основе наноразмерных резистивных плёнок Ni-Ti с улучшенными техническими характеристиками, предназначенные для работы в условиях повышенных температур.

В данной работе для решения поставленной задачи исследовался процесс получения наноразмерных резистивных плёнок Ni-Ti с использованием метода магнетронного распыления из двух независимых источников.

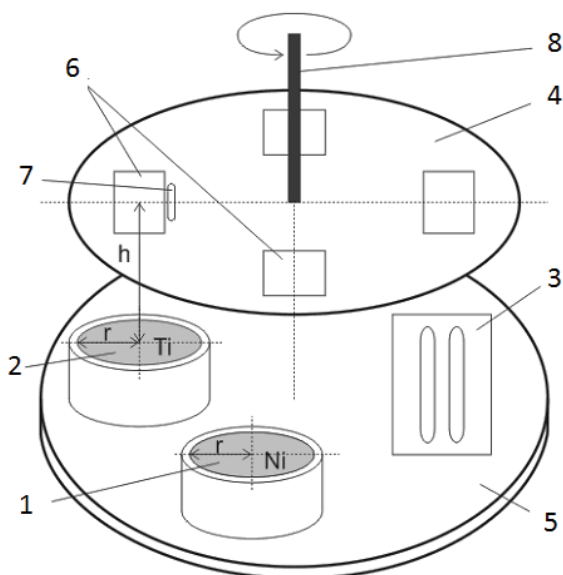
#### Режимы магнетронного распыления Ni и Ti из двух источников

На рис. 1 показана схема установки для магнетронного распыления. Установка содержит магнетронный распылитель – 1 мишени Ni, магнетронный распылитель – 2 мишени Ti, нагреватель – 3, карусель – 4, расположенные на опорной плите – 5 вакуумной камеры. На карусели – 4 установлен держатель подложек – 6, термомпара – 7 для измерения температуры. Карусель – 4 соединена с приводом вращения – 8.

Мишени – 1 и 2 (рис. 1) выполнялись одинаковой толщины (~ 6 мм) и одинаковым радиусом ( $r_{Ti}=r_{Ni}=6$  см). Подложки из ситалла помещали в держатель подложек – 6, после чего их устанавливали на карусель – 4. Перед напуском инертного газа в вакуумную камеру и созданием среды рабочего газа камера вакуумировалась до давления остаточных газов не более  $2\cdot 10^{-5}$  мм. рт. ст.

В качестве материалов мишеней – 1 и 2 использовался никель 99,99 % чистоты и титан 99,9 % чистоты. Карусель – 4 с установленными на ней подложками нагревалась до заданной температуры, создавалось определённое давление инертного

газа, а затем приводилась во вращение. При этом задавались различные плотности токов в зонах распыления первой – 1 и второй – 2 мишеней (рис. 1).



**Рис. 1.** Установка магнетронного распыления: 1 – магнетронный распылитель мишени Ni; 2 – магнетронный распылитель мишени Ti; 3 – нагреватель; 4 – карусель; 5 – опорная плита вакуумной камеры; 6 – держатель подложек; 7 – термопара; 8 – привод вращения

**Fig. 1.** Magnetron sputtering installation: 1 – magnetron spray of Ni target; 2 – magnetron spray of Ti target; 3 – heater; 4 – wheel; 5 – bed plate of vacuum chamber; 6 – substrate holder; 7 – thermocouple; 8 – rotary drive

Плотности токов  $j_{Ni}$  и  $j_{Ti}$  на мишенях из Ni и Ti (плотности ионных токов на мишенях в сечении, перпендикулярном направлению падения ионов) определялись по формуле:

$$j = \frac{I}{S},$$

где  $I$  – ток магнетронного разряда, А;  $S$  – площадь распыляемой поверхности мишени, см<sup>2</sup>.

Площади распыляемой поверхности мишени определялись из выражения (рис. 2):

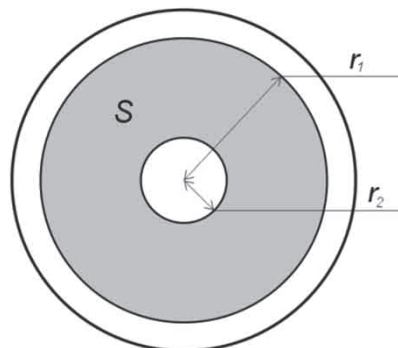
$$S = \pi r_1^2 - \pi r_2^2 = \pi(r_1^2 - r_2^2).$$

В данном случае площади распыления имели значения: для мишени титана (Ti) – 83,7 см<sup>2</sup>, для мишени никеля (Ni) – 52,8 см<sup>2</sup>.

Экспериментально установлено, что резистивные плёнки Ni-Ti толщиной ~70 нм получаются при расположении карусели на расстоянии 0,05 м от мишеней из никеля (Ni) и титана (Ti), нагревании подложек до температуры ~200 °С, создании давления аргона 4,5·10<sup>-3</sup> мм. рт. ст., вращении карусели со скоростью 60 об/мин в течение 10 минут.

Первоначально устанавливались одинаковые плотности токов магнетронного разряда на мишенях из Ni и Ti. Наблюдалось уменьшение скорости распыления мишени Ti с большей интенсивно-

стью, чем скорости распыления мишени Ni, при этом образовывалась более глубокая зона эрозии первой мишени. В результате в резистивной плёнке появлялся избыток одного материала и недостаток другого.



**Рис. 2.** Площадь зоны распыления поверхности мишени

**Fig. 2.** Spraying area on target surface

Выявлено, что для получения заданных параметров и улучшения воспроизводимости резистивных плёнок необходимо при задании режимов распыления учитывать влияние убывания плотности плазмы в зонах эрозии –  $n(x_1, x_2)$ , где  $x_1$  – глубина эрозии мишени Ni;  $x_2$  – глубина эрозии мишени Ti. Это не всегда удобно и требует дополнительных операций перед процессом распыления.

Обоснование возможности и условие получения однородных наноразмерных плёнок Ni-Ti

Для того чтобы заглубление в зонах эрозии мишеней из Ni и Ti шло с одинаковой интенсивностью и не происходило изменения соотношения материалов Ni и Ti в резистивных плёнках, полученных при различных технологических циклах (в разное время), необходимо обеспечить равенство скоростей распыления материалов мишеней Ni и Ti. Скорость распыления мишени определяется как  $V=d/t$ , где  $d$  – толщина распылённого материала,  $t$  – время распыления.

При равенстве скоростей распыления  $V_{Ni}=V_{Ti}$  (мишеней из Ni и Ti) заглубление в зонах эрозии будет идти с одинаковой интенсивностью, благодаря чему соотношение материалов Ni и Ti в резистивных плёнках должно сохраняться от партии к партии.

Известно, что скорость распыления материала мишени прямо пропорциональна плотности тока на мишени [21]:

$$V = \frac{jk_p M_a}{e N_a \rho}, \quad (1)$$

где  $k_p$  – коэффициент распыления материала мишени, атом/ион;  $M_a$  – атомная масса материала мишени, г/моль;  $e$  – заряд электрона (1,6·10<sup>-19</sup> Кл);  $N_a$  – число Авогадро (6,023·10<sup>23</sup> атом/моль);  $\rho$  – плотность материала мишени, г/см<sup>3</sup>.

Здесь коэффициент распыления  $k_p$  характеризует эффективность распыления и определяется

как среднее число атомов, удаляемых с поверхности твёрдого тела одной падающей частицей:  $k_p$  равно отношению числа удаленных атомов к числу падающих атомов.

Согласно теории Зигмунда, для аморфных и поликристаллических материалов для низких энергий ионов до 1 кэВ коэффициент распыления определяется выражением [21]:

$$k_p = \frac{3}{\pi^2} \alpha \frac{M_n M_a}{(M_n + M_a)^2} \frac{E_n}{2E_{суб}}, \quad (2)$$

где  $E_n$  – энергия падающих ионов, эВ;  $E_{суб}$  – энергия сублимации материала мишени, эВ;  $M_a$  – атомная масса материала мишени, г/моль;  $M_n$  – атомная масса рабочего газа, г/моль;  $\alpha$  – безразмерный параметр, зависящий от отношения  $M_a/M_n$ .

В таблице представлены основные параметры никеля и титана [22, 23], а также коэффициенты распыления для Ni и Ti, рассчитанные по формуле (2) при значении энергии падающих ионов 450 эВ (такая энергия характерна для магнетронных распылительных систем) и коэффициенте  $\alpha=0,3$ . Коэффициент  $\alpha$  практически одинаков для материалов Ni и Ti, его значение было определено из зависимости коэффициента  $\alpha$  от отношения массы атома распыляемого материала  $M_a$  к массе иона  $M_n$ , представленной в литературе [21]. Из таблицы видно, что никель (Ni) и титан (Ti) имеют различные коэффициенты распыления  $k_p$  материалов ионами аргона.

Используя формулу (1), можно записать отношение скоростей распыления материалов мишеней (Ni и Ti):

$$\frac{V_{Ni}}{V_{Ti}} = \frac{j_{Ni} k_{pNi} M_{Ni} \rho_{Ti}}{j_{Ti} k_{pTi} M_{Ti} \rho_{Ni}}. \quad (3)$$

Из формулы (3) видно, что отношение  $V_{Ni}/V_{Ti}$  прямо пропорционально отношению  $j_{Ni}/j_{Ti}$ . Для установления численного значения коэффициента связи между этими отношениями использовались литературные данные [23], сведённые в таблицу. В результате условие получения однородных наноразмерных резистивных плёнок Ni-Ti следующее:

$$\frac{j_{Ni}}{j_{Ti}} = 1,67 \frac{V_{Ni}}{V_{Ti}}. \quad (4)$$

**Таблица.** Параметры никеля (Ni) и титана (Ti)

**Table.** Ni and Ti parameters

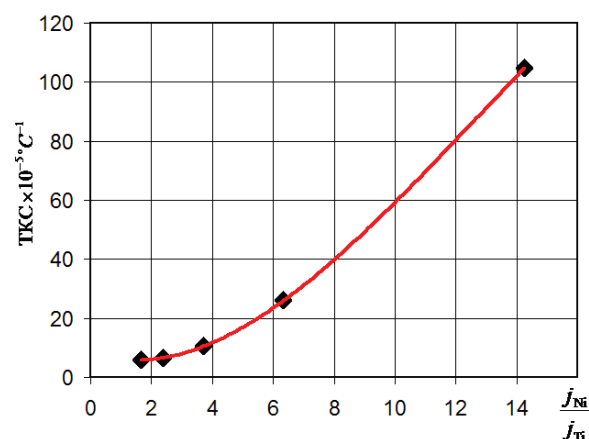
Материал Material	Атомный номер Z Atomic number Z	Атомная масса M, г/моль Atomic weight, M, g/mole	Энергия сублимации $E_{суб}$ , эВ Sublimation energy, $E_{суб}$ , eV	Плотность $\rho$ , г/см <sup>3</sup> Density $\rho$ , g/cm <sup>3</sup>	Коэффициент распыления, $k_p$ Sputtering ratio, $k_p$
Никель (Ni)	28	58,7	4,41	8,9	1,121
Титан (Ti)	22	47,9	4,34	4,52	1,172

При равных скоростях распыления  $V_{Ni}=V_{Ti}$  материалов мишеней в соответствии с (4) отношение

плотностей токов  $j_{Ni}/j_{Ti}$  магнетронного разряда на мишенях Ni и Ti равно 1,67.

Таким образом, для обеспечения одинаковых скоростей распыления мишеней Ni и Ti плотность магнетронного тока на мишени Ni должна быть в 1,67 раз больше плотности магнетронного тока на мишени Ti.

С учётом этого производилось магнетронное распыление Ni и Ti на подложки из ситалла при отношениях плотностей токов 1,67 и выше, достаточно было до 14, чтобы оценить изменения ТКС и удельного электрического поверхностного сопротивления  $\rho_s$ . Значение плотности тока на мишени из Ti выбиралось в интервале от  $j_{Ti}=10^{-3}$  [А/см<sup>2</sup>] до  $j_{Ti}=5 \cdot 10^{-3}$  [А/см<sup>2</sup>]. Так, например, при плотности тока  $j_{Ti}=5,8 \cdot 10^{-3}$  [А/см<sup>2</sup>] на мишени из Ti плотность тока на мишени из Ni задавалась как  $j_{Ni}=1,67 j_{Ti}=9,7 \cdot 10^{-3}$  [А/см<sup>2</sup>]. Плёнки получались толщиной ~70 нм (толщина плёнок контролировалась по сопротивлению «свидетеля»). При значениях плотностей токов на мишени из Ti, установленных из указанного интервала и соответствующих значениях плотностей токов на мишени из Ni, определённых как  $j_{Ni}=1,67 j_{Ti}$ , образцы плёнок Ni-Ti имели значения ТКС  $\sim 10^{-5} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  (в диапазоне температур от минус 70 до 200 °С), удельного электрического поверхностного сопротивления  $\rho_s \sim 18$  Ом (при измерении поверхностного сопротивления использовались контакты длиной 4 мм, расположенные на расстоянии 4 мм друг от друга). С увеличением отношения  $j_{Ni}/j_{Ti}$  ТКС плёнок увеличивался и при  $j_{Ni}/j_{Ti}=14$  достигал значения  $\sim 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  (рис. 3) При этом удельные электрические поверхностные сопротивления образцов плёнок Ni-Ti уменьшились с 18 до 3 Ом.



**Рис. 3.** Зависимость ТКС наноразмерных резистивных плёнок Ni-Ti от отношения плотностей токов  $j_{Ni}/j_{Ti}$  магнетронного разряда на мишенях Ni и Ti (точки – эксперимент, сплошная линия – аппроксимация)

**Fig. 3.** Dependence of temperature resistance coefficient (TRC) of nanoscale resistive Ni-Ti films on the ratio of  $j_{Ni}/j_{Ti}$  currents of magnetron discharge on Ni and Ti targets (points – experiment, solid line – approximation)

Анализ результатов исследований показывает, что увеличение отношения  $j_{Ni}/j_{Ti}$  приводит к увели-



чению содержания Ni в плёнке Ni-Ti, поскольку увеличивается скорость  $V_{Ni}$  распыления материала мишени из Ni. С ростом процентного содержания Ni падает удельное электрическое поверхностное сопротивление наноразмерных плёнок Ni-Ti. У чистых плёнок Ni оно имеет значение  $\sim 2,5$  Ом (сопротивление между противоположными сторонами единичного квадрата на поверхности плёнки).

В случае, когда скорости распыления материалов мишеней из Ni и Ti равны, а это при  $j_{Ni}/j_{Ti}=1,67$ , есть все основания считать, что формируется однородный состав плёнки с одинаковым процентным содержанием атомов Ni и Ti.

Наноразмерные плёнки Ni-Ti, полученные одновременным распылением чистых металлов методом магнетронного распыления из двух источников (при температуре подложки  $\sim 200$  °C), имеют аморфную дисперсную структуру. Наличие дисперсности в структуре плёнок позволяет в первом приближении рассматривать их электросопротивление как суммарное сопротивление отдельных гранул (зёрен) и барьеров между ними (правило Матиссена), при котором характер общего сопротивления определяет величину ТКС. В плёнке с высоким содержанием никеля ( $j_{Ni}/j_{Ti}=14$ ) преобладающим является сопротивление самих зёрен, проводимость плёнки имеет в основном металлический характер, удельное электрическое поверхностное сопротивление низкое, и ТКС высокий. С другой стороны, в плёнке с одинаковым процентным содержанием атомов Ni и Ti (при  $j_{Ni}/j_{Ti}=1,67$ ) кроме электрической проводимости, носящей металлический характер, добавляется электрическая проводимость, носящая полупроводниковый характер (связанная с добавлением Ti, образованием оксидов и нитридов). Это приводит к уменьшению ТКС и увеличению удельного электрического поверхностного сопротивления плёнок.

Следует заметить, что при толщинах плёнок Ni-Ti менее 20 нм не удавалось получить воспроизводимые параметры. Это можно объяснить тем, что тонкие слои оксидов и нитридов образуются

между зёрнами и кристаллитами применяемых материалов даже в глубоком вакууме, нежелательные примеси вызывают неконтролируемые и хаотичные изменения параметров. Но в относительно толстой плёнке ( $\sim 70$  нм) их влияние на параметры электрической проводимости мало и обеспечивается воспроизводимость параметров (электрического сопротивления, ТКС).

Из проведённых исследований следует вывод: при соотношении плотностей токов  $j_{Ni}=1,67j_{Ti}$  могут быть получены резистивные плёнки Ni-Ti с относительно высоким удельным электрическим поверхностным сопротивлением  $\sim 18$  Ом и низким ТКС  $\sim 10^{-5}$  °C<sup>-1</sup>. Такое значение удельного электрического поверхностного сопротивления достаточно для изготовления тензорезистивных и терморезистивных элементов датчиков физических величин, а значение ТКС не более чем у широко используемых в настоящее время резистивных плёнок Ni-Cr.

### Заключение

Таким образом, в настоящей работе сделано обоснование возможности, определены условия и режимы получения однородных наноразмерных резистивных плёнок Ni-Ti с воспроизводимыми параметрами методом магнетронного распыления из двух источников. Установлено, что при определённом соотношении плотностей токов на мишенях из Ni и Ti могут быть получены наноразмерные резистивные плёнки Ni-Ti с относительно высоким удельным электрическим поверхностным сопротивлением и низким значением ТКС, которые позволяют использовать такие плёнки для изготовления тензорезисторов и терморезисторов. Результаты проведённых исследований могут служить основой для создания новых резистивных элементов измерительных приборов (датчиков давления, силы, ускорения и т. п.) с улучшенными техническими характеристиками, работающих в условиях повышенных температур.

*Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации (Госзадание, код проекта 1267).*

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Берлин Е.В., Сейдман Л.А. Получение тонких плёнок реактивным магнетронным распылением. – М.: Техносфера, 2014. – 256 с.
2. Шейн Е.П. Вакуумные технологии. – М.: Интеллект, 2009. – 504 с.
3. Берлин Е.В., Двинин С.А., Сейдман Л.А. Вакуумная технология и оборудование для нанесения и травления тонких плёнок. – М.: Техносфера, 2007. – 176 с.
4. Панфилов Ю. Нанесение тонких плёнок в вакууме // Технологии в электронной промышленности. – 2007. – № 3. – С. 76–80.
5. Антоненко С.В. Технология тонких плёнок. – М.: МИФИ, 2004. – 104 с.
6. Ellmer K. Magnetron sputtering of transparent conductive zinc oxide: relation between the sputtering parameters and the electronic properties // J. Appl. Phys. – 2000. – V. 33. – P.17–32.
7. Васильев В.А., Хошев А.В. Современные нано- и микроэлектронные технологии для производства NiMЭМС датчиков // Инновационные информационные технологии: Матер. Междунар. научно-практ. конф. – Прага, 23–27 апреля, 2012. – М.: МИЭМ, 2012. – С. 473–475.
8. Пасынков В.В., Сорокин В.С. Материалы электронной техники. – СПб.: Изд-во «Лань», 2001. – 368 с.
9. Способ изготовления нано- и микроэлектромеханической системы датчика давления и датчик давления на его основе: пат. Рос. Федерация № 2398195. МПК G 01 L9/04, B82B 3/00; заявл. 26.08.09; опубл. 27.08.10. Бюл. № 24.
10. Способ изготовления высокотемпературного тонкоплёночного резистора: пат. Рос. Федерация № 2326460. МПК H01C17/00, G01L7/08; заявл. 23.01.07; опубл. 10.06.08. Бюл. № 16.
11. Способ изготовления высокотемпературного тонкоплёночного тензорезистора: пат. СССР № 1820416. МКИ A1, H 01 C 17/00. Бюл. № 21 от 7.06.1993.

12. Behrisch R. Sputtering by Particle bombardment: Experiments and Computer Calculations from Threshold to MeV Energies / ed. by W. Eckstein. – Berlin: Springer, 2007. – 508 p.
13. Кузьмичев А.И. Магнетронные распылительные системы. Кн. 1. Введение в физику и технику магнетронного распыления. – Киев: Аверс, 2008. – 244 с.
14. Белозубов Е.М., Васильев В.А. Нано- и микроэлектромеханические системы тонкоплёночных датчиков давления. Принципы построения и перспективы исследований // Приборы и системы. Управление, контроль, диагностика. – М., 2009. – № 9. – С. 26–32.
15. Волохов И.В., Тимаков С.В. Новая технология получения тонкоплёночных гетероструктур чувствительных элементов датчиков давления // Измерительная техника. – 2011. – № 3. – С. 4–6.
16. Тимаков С.В. Системы управления технологическими режимами магнетронного нанесения тензорезистивных плёнок: автореф. дис. ... канд. техн. наук. – Пенза, 2011. – 22 с.
17. Хачин В.Н., Пушин В.Г., Кондратьев В.В. Никелид титана: Структура и свойства. – М.: Наука, 1992. – 160 с.
18. Shape memory materials / Ed. by K. Otsuka, C.M. Wayman. – Cambridge: Cambridge University Press, 1999. – 284 p.
19. Ainissa G. Ramirez, Hai Ni, Hoo-Jeong Lee. Crystallization of amorphous sputtered NiTi thin films // Materials Science and Engineering. – 2006. – № A 438–440. – P. 703–709.
20. Куранова Н.Н. Структурные и фазовые превращения и свойства сплавов на основе никелида титана, подвергнутых интенсивной пластической деформации: автореф. дис. ... канд. физ.-мат. наук. – Екатеринбург, 2010. – 24 с.
21. Никоненко В.А. Математическое моделирование технологических процессов / под ред. Г.Р. Кузнецова. – М.: МИСиС, 2001. – 48 с.
22. Кошкин Н.И., Ширкевич М.Г. Справочник по элементарной физике. – М.: Наука, 1980. – 207 с.
23. Ширяев С.А. и др. Получение и свойства композиционных покрытий на основе металл-углерод с нанокристаллической структурой // Журнал технической физики. – 2002. – Т. 72. – Вып. 2. – С. 99.

Поступила 18.08.2014 г.

UDC 531.781.084.2

## THE CONDITION OF PRODUCING HOMOGENEOUS NANOSCALE RESISTIVE Ni-Ti FILMS BY MAGNETRON SPUTTERING FROM TWO SOURCES

**Valery A. Vasilev,**

Dr. Sc., Penza State University, 40, Krasnaya street, Penza, 400026, Russia. E-mail: opto@bk.ru

**Alexander V. Khoshev,**

Penza State University, 40, Krasnaya street, Penza, 400026, Russia. E-mail: opto@bk.ru

*The relevance of the work is caused by the necessity to form nanoscale resistive Ni-Ti films with reproducible parameters for being used in measuring devices operating at high temperatures.*

**The main aim of the study** is to prove the opportunities, to define the conditions and modes of producing nanoscale resistive Ni-Ti films with reproducible parameters by magnetron sputtering from two sources for their use in measuring instruments.

**The methods used in the study:** the main principles of thin films physics, magnetron sputtering theory, the theory of the experiment.

**The results:** The paper introduces the comparative evaluation of vacuum thermal evaporation method and magnetron sputtering method, shows the advantages of the latter in formation of metallic thin films of complex composition; introduces the analysis of the state of research in the field of developing nanoscale resistive films for measuring instruments; demonstrates the potential of researching Ni-Ti film and the process for their preparation using the method of magnetron sputtering. The authors have proved the possibility, defined the conditions and procedure of obtaining nanoscale resistive Ni-Ti films with reproducible parameters by magnetron sputtering from two sources. It was ascertained that while maintaining a certain ratio of currents density on Ni and Ti targets it is possible to ensure the uniformity and reproducibility of the parameters of nanoscale resistive films (electrical resistivity, TCR). The authors determined that to provide the same speed of sputtering Ni and Ti targets the magnetron current density on Ni target should be 1,67 times higher than magnetron current density on Ti target. Nanoscale resistive Ni-Ti films obtained on glass-ceramic substrates at the specified ratio of magnetron currents densities on the targets had a value of temperature resistance coefficient of  $-10^{-5} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  (in the temperature range from minus 70 to 200  $^\circ\text{C}$ ). The research materials can serve as the basis for developing new resistive elements of measuring instruments (pressure, force, acceleration sensors, etc.) with improved technical characteristics, operating in conditions of high temperatures.

### **Key words:**

Nanoscale film, resistive film, Ni-Ti, magnetron sputtering, reproducibility, sensors, electronic devices.

*The work was financially supported by the Ministry of Education and Science of Russian Federation (Government job, Project Code 1267).*

## REFERENCES

- Berlin E.V., Seydman L.A. *Poluchenie tonkikh plenok reaktivnym magnetronnym raspyleniem* [Preparation of thin films by reactive magnetron sputtering]. Moscow, Tekhnosfera Publ., 2014. 256 p.
- Shein E.P. *Vakuumnye tekhnologii* [Vacuum technology]. Moscow, Intellect Publ., 2009. 504 p.
- Berlin E.V., Dvinin S.A., Seydman L.A. *Vakuumnaya tekhnologiya i oborudovanie dlya naneseniya i travleniya tonkikh plenok* [Vacuum technology and application equipment and etching of thin films]. Moscow, Tekhnosfera Publ., 2007. 176 p.
- Panfilov Yu. Nanesenie tonkikh plenok v vakuume [Filming in vacuum]. *Tekhnologii v elektronnoy promyshlennosti*, 2007, no. 3, pp. 76–80.
- Antonenko S.V. *Tekhnologiya tonkikh plenok* [Thin Film Technology]. Moscow, MIFI Press, 2004. 104 p.
- Ellmer K. Magnetron sputtering of transparent conductive zinc oxide: relation between the sputtering parameters and the electronic properties. *J. Appl. Phys.*, 2000, vol. 33, pp. 17–32.
- Vasilev V.A., Khoshev A.V. Sovremennye nano- i mikroelektronnye tekhnologii dlya proizvodstva NiMEMS datchikov [Modern nano- and micro-electronic technology to produce sensors N&MEMS]. *Innovatsionnye informatsionnye tekhnologii: Materialy mezhdunarodnoy nauchno-prakticheskoy konferentsii* [Innovative Information Technology. Proceedings of the International Scientific-Practical Conference]. Prague, 23–27 April, 2012. Moscow, MIEM Press, 2012. pp. 473–475.
- Pasynkov V.V., Sorokin V.S. *Materialy elektronnoy tekhniki* [Materials of electronic technology]. Saint-Petersburg, Lan Publ., 2001. 368 p.
- Vasilev V.A., Belozubov E.M., Chernov P.S. *Sposob izgotovleniya nano- i mikroelektromekhanicheskoy sistemy datchika davleniya i datchik davleniya na ego osnove* [The method of manufacturing nano- and microelectromechanical systems and a pressure sensor on its basis]. Patent RF, no. 2398195, 2010.
- Volokhov I.V., Peskov E.V., Popchenkov D.V. *Sposob izgotovleniya vysokotemperaturnogo tonkoplennogo rezistora* [A method of manufacturing a thin-film resistor of high-temperature]. Patent RF, no. 2326460, 2008.
- Zelentsov Yu.A., Volokhov I.V., Peskov E.V. *Sposob izgotovleniya vysokotemperaturnogo tonkoplennogo tenzorezistora* [A method of manufacturing a thin-film high-temperature gage]. Patent SSSR, no. 1820416, 1993.
- Behrisch R. *Sputtering by Particle bombardment: Experiments and Computer Calculations from Threshold to MeV Energies*. Ed. by W. Eckstein. Berlin, Springer, 2007. 508 p.
- Kuzmichev A.I. *Magnetronnye raspylitelnye sistemy. Vvedenie v fiziku i tekhniku magnetronnogo raspyleniya* [Magnetron sputtering system. Introduction to the physics and technology of magnetron sputtering]. Kiev, Avers, 2008. B. 1, 244 p.
- Belozubov E.M., Vasilev V.A. Nano- i mikroelektromekhanicheskie sistemy tonkoplennoykh datchikov davleniya. Printsipy postroyeniya i perspektivy issledovaniy [Nano- and microelectromechanical systems of thin-film pressure sensors. Principles of construction and future prospects]. *Pribory i sistemy. Upravlenie, kontrol, diagnostika*, 2009, no. 9, pp. 26–32.
- Volokhov I.V., Timakov S.V. Novaya tekhnologiya polucheniya tonkoplennoykh geterostruktur chuvstvitelnykh elementov datchikov davleniya [New technology for thin-film heterostructures of sensors pressure sensors]. *Izmeritel'naya tekhnika*, 2011, no. 3, pp. 4–6.
- Timakov S.V. *Sistemy upravleniya tekhnologicheskimi rezhimami magnetronnogo naneseniya tenzorezistivnykh plenok. Avtoreferat dis. Kand. nauk* [Control systems of technological regimes magnetron sputtering tensoresistive films. Cand. Sc. abstarct]. Penza, 2011. 22 p.
- Khachin V.N., Pushin V.G., Kondratev V.V. *Nikelid titana: Struktura i svoystva* [Nikelid titanium: Struktura and properties]. Moscow, Nauka Publ., 1992. 160 p.
- Shape memory materials*. Ed. by K. Otsuka, C.M. Wayman. Cambridge, Cambridge University Press, 1999. 284 p.
- Ainissa G. Ramirez, Hai Ni, Hoo-Jeong Lee. Crystallization of amorphous sputtered NiTi thin films. *Materials Science and Engineering*, 2006, no. A 438–440, pp. 703–709.
- Kuranova N.N. *Strukturnye i fazovye prevrashcheniya i svoystva splavov na osnove nikelida titana, podvergnutykh intensivnoy plasticheskoy deformatsii. Avtoreferat dis. kand. nauk* [Structural and phase transformations and properties of alloys based on NiTi subjected to severe plastic deformation. Cand. Sc. abstarct]. Yekaterinburg, 2010. 24 p.
- Nikonenko V.A. *Matematicheskoe modelirovanie tekhnologicheskikh protsessov* [Mathematical modeling of technological processes]. Ed. by G.R. Kuznetsov. Moscow, MISiS Publ., 2001. 48 p.
- Koshkin N.I., Shirkevich M.G. *Spravochnik po elementarnoy fizike* [Handbook of elementary physics]. Moscow, Nauka Publ., 1980. 207 p.
- Shiryaev S.A. Poluchenie i svoystva kompozitsionnykh pokrytiy na osnove metall–uglerod s nanokristallicheskoy strukturoy [Preparation and properties of composite coatings based on metal–carbon nanocrystalline]. *Zhurnal tekhnicheskoy fiziki*, 2002, vol. 72, no. 2, pp. 99.

Received: 18 August 2014.