

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ  
МОСКОВСКИЙ ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ (государственный университет)  
ФАКУЛЬТЕТ ОБЩЕЙ И ПРИКЛАДНОЙ ФИЗИКИ  
ИНСТИТУТ ФИЗИЧЕСКИХ ПРОБЛЕМ ИМ. П. Л. КАПИЦЫ РАН  
КАФЕДРА ФИЗИКИ И ТЕХНИКИ НИЗКИХ ТЕМПЕРАТУР

Сергей Анатольевич Лемзяков

**Изучение возможностей использования резисторов на  
основе  $\text{RuO}_2$  в качестве широкополосных  
низкотемпературных детекторов излучения.**

03.04.01 – Прикладные математика и физика

ВЫПУСКНАЯ КВАЛИФИКАЦИОННАЯ РАБОТА МАГИСТРА

**Научный руководитель**  
д.ф.-м.н., ведущий научный  
сотрудник  
Эдельман Валериан  
Самсонович

Москва  
2016

# Содержание

1	Введение	2
2	Устройство резистора	3
3	Описание эксперимента	6
3.1	Излучатель . . . . .	6
3.2	Описание образцов . . . . .	6
3.3	Измерения . . . . .	7
4	Теплоотвод от резистора	9
5	Времена релаксации и теплоемкость резистора	13
6	Отклики на излучение	18
6.1	Измерения на постоянном токе . . . . .	18
6.2	Модуляционная методика . . . . .	20
7	Заключение	22
7.1	Выводы . . . . .	22
	Список литературы	23

# 1 Введение

Многие годы толстоленочные резисторы на основе оксида рутения используются в качестве сенсоров в низкотемпературной термометрии [1, 2]. Они обладают рядом достоинств: такие термометры просты и компактны, их калибровки слабо меняются при термоциклировании, и главное, они обладают высокой чувствительностью. Диапазон температур, при которых резисторы используются в качестве термометров, лежит в интервале от 25 мК до 4К. Толстоленочные резисторы в большом количестве выпускаются и используются промышленностью в качестве чип-резисторов поверхностного монтажа (Surface Mounted Device, SMD) в современной электронике. Благодаря этому на рынке доступно множество дешевых резисторов различных типоразмеров и номиналов (от единиц ом до десятков мегаом).

Помимо многих достоинств, термометры из толстоленочных  $\text{RuO}_2$  -резисторов обладают рядом недостатков. К ним относятся сильная чувствительность к перегреву (что и определяет нижнюю границу температурного диапазона использования этих термометров) и к паразитным засветкам. Эти особенности наталкивают на идею использования таких резисторов в качестве болометрических приемников излучения. Целью данной работы являлось исследование возможности реализации этой идеи и поиск путей улучшения характеристик резисторов. Такие попытки предпринимались и ранее, например, в работе [3], однако системного рассмотрения особенностей применения рутениевых резисторов в качестве болометров проделано не было. Одной из основных задач является выяснение наиболее важных для целей болометрии свойств резисторов разных номиналов и типоразмеров. Для этого были проведены измерения теплоотода и теплоемкостей различных резисторов, их чувствительности к излучению, коэффициента поглощения для разных частот, времен отклика.

Низкотемпературные болометры инфракрасного и терагерцового излучения находят широкое применение в астрономии [4]. Так, например, они активно используются для изучения реликтового излучения. В общем случае, такие детекторы (низкотемпературные калориметры или болометры) состоят из поглотителя и сенсора (иногда сенсор непосредственно является поглотителем). Для астрономических болометров сенсорами выступают термометры, к которым предъявляются высокие требования по чувствительности, шумовым характеристикам и скорости работы [5, 6]. На сегодняшний день существует несколько типов таких сенсоров, например термометры из легированного германия (NTD Ge) [7], TES-детекторы (transition edge sensor) [4], контакты сверхпроводник-изолятор-нормальный металл (SIN и SINIS) [8]. Как правило, болометры, использующие такие сенсоры, являются сложным и дорогостоящим прибором, что является естественной платой за высокие предъявляемые требования. Поэтому представляется перспективной попытка разработки болометров на основе толстоленочных рутениевых резисторов для решения служебных задач, таких как предварительная оценка уровня сигнала, аттестации низкотемпературных элементов (например фильтров излучения) и т. д.

## 2 Устройство резистора

Опишем устройство толсто пленочного чип резистора на примере исследованных в этой работе резисторов Cinetech RMC-18. Схема исследуемых резисторов изображена на рис. 2.1, подробный состав компонентов приведен в таблице 1. Большую часть резистора составляет подложка из алюмооксидной керамики (1). На нее нанесены внутренние контактные площадки из сплава серебра с палладием (2) и резистивный слой (3) толщиной 5 мкм из стекла с порошком оксида рутения. Резист покрывается защитным слоем из стекла (4). На внутренние контактные площадки наносится слой никеля (5), на который, в свою очередь, напаяны внешние контактные площадки из олова (6). Над стеклянным защитным слоем находится наружный покров из эпоксидной смолы с красителями. На рисунке 2.2 приведена фотография резистора. На ней черный эпоксид служит фоном, а белым изображены цифры для маркировки резистора, так же видны контактные площадки.

При изготовлении резистивного слоя (подробно описано в работе [9]) используется паста из порошка проводящего оксида рутения (размер частиц 20 – 50 нм), гранул стекла размером несколько микрон и органического связующего. Часто туда добавляются металлы (например, титан, марганец, палладий) в виде порошка или в составе органических соединений. Паста наносится на керамическую подложку с предварительно сделанными контактными площадками из серебра с палладием. Далее заготовка отжигается при температурах 800 – 950 °С. Режим отжига, как и состав пасты, сильно влияют на итоговые свойства резистивного слоя [10]. В результате получается слой из стеклянной матрицы внутри которой частицы оксида рутения собраны в большие кластеры размером в сотни нанометров [11–13]. В пределах таких кластеров частицы не контактируют непосредственно, толщина слоя стекла между ними составляет несколько нанометров [14]. Причем в процессе спекания в этот тонкий слой стекла идет активная диффузия оксида рутения [15, 16], что приводит к эффективному увеличению размеров проводящих зерен.

Характер проводимости в описанных толстых пленках существенно меняется при различных концентрациях порошка оксида рутения в матрице. Так, при объемных

Таблица 1. Состав компонентов резистора по данным фирмы производителя.

№	Компоненты резистора	Состав	Масса, мг
1	Подложка	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> SiO <sub>2</sub> , MgO	6.56 0.21
2	Внутренний контактный слой	Ag CuO, Pd	0.57 0.03
3	Резистивный слой	RuO <sub>2</sub> Pd Стеклянная матрица (PbO, ZnO, B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> и др.)	0.04 0.02 0.05
4	Защитный слой	Стекло (SiO <sub>2</sub> – ZnO – B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ), Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Эпоксидная смола	0.08 0.1
5	Промежуточный контактный слой	Ni	0.2
6	Контактные площадки	Sn	0.34

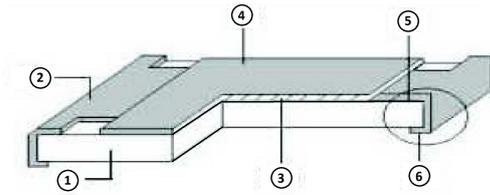


Рис. 2.1. Схема резистора. 1 – подложка, 2 – внутренние контакты из Ag-Pd, 3 – резист, 4 – защитный слой, 5 – слой никеля, 6 – внешние контактные площадки.

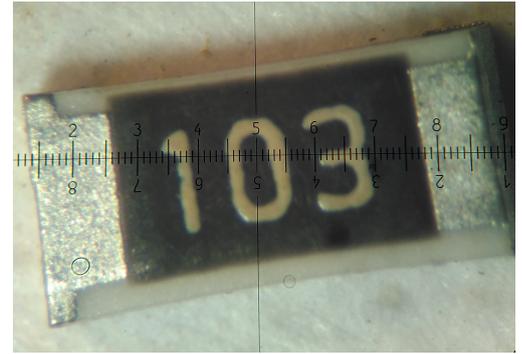


Рис. 2.2. Фотография резистора Cinetech RMC-18 (типоразмер 1206), 10кОм

концентрациях оксида рутения выше 20% проводимость пленок становится металлической. При концентрациях меньше 0,5% проводящие свойства ничем не отличаются от стекла. В промежуточном интервале концентраций сопротивление резиста растет с уменьшением количества оксида рутения. Пример полученной нами зависимости сопротивления резистора от температуры представлен на рисунке 2.3. В интервале температур около комнатной температурный коэффициент сопротивления мал, что является важным достоинством для их применения в электронике. С другой стороны, при низких температурах сопротивление резко возрастает, обычно подчиняясь закону Мотта  $R = R_0 \exp\left(-\frac{T_0}{T}\right)^x$ , где  $x$  меняется от 0,25 до 0,5 (для данных на графике 2.3  $x = 0,38$ ). Такой резкий рост сопротивления с температурой обеспечивает высокую чувствительность низкотемпературных термометров из толстопленочных резисторов.

На сегодняшний день предложено множество механизмов проводимости в толстопленочных резисторах на основе оксида рутения: термически активированное туннелирование [17], флуктуационное туннелирование [12], прыжковая проводимость (variable range hopping) [9], слабая локализация [18] и другие. Но несмотря на то, что природе проводимости посвящено множество экспериментальных и теоретических работ [9, 12, 13, 17–20], однозначного ответа на этот вопрос до сих пор нет [21].

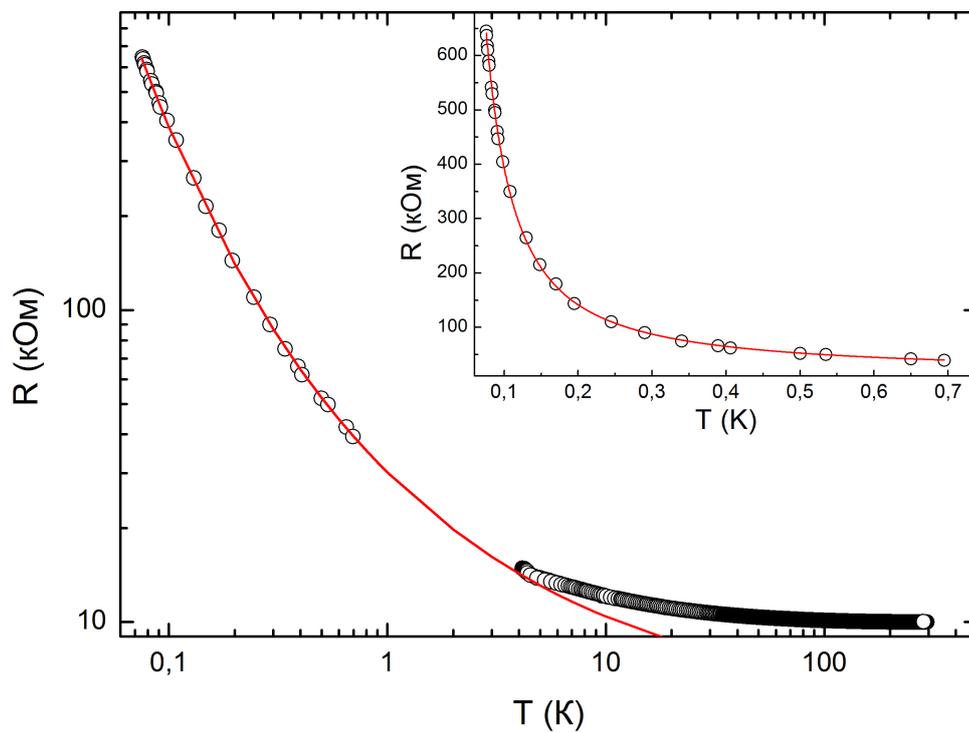


Рис. 2.3. Зависимость сопротивления резистора от температуры  $R(T)$ . Номинальное сопротивление при комнатной температуре – 10кОм. Красная кривая – приближение законом Мотта  $R = R_0 \exp(-\frac{T_0}{T})^x$  с показателем  $x = 0,38$ .

## 3 Описание эксперимента

Эксперименты проводились на базе погружного микрокриостата растворения [22, 23], который обеспечивал охлаждение образцов до температур 70–80 мК, с хладопроизводительностью не хуже 0,5 мВт. Образцы помещались в держатели, связанные теплопроводом с камерой растворения криостата. Температура держателя образцов измерялась с помощью термометров LakeShore RX-102A или RuO<sub>2</sub>-резисторов, которые были прокалированы в ИФП и РТВ, Берлин. Они обеспечивали абсолютную точность измерения в 5 мК для температур ниже 1К. Конструкцией прибора предусмотрена возможность освещать образец тепловым излучением.

### 3.1 Излучатель

Источник излучения представляет собой тонкую нихромовую пленку с золотыми электродами по краям, напыленную на кремниевую пластинку. Сопротивление пленки для разных излучателей лежит в интервале 100 – 500 Ом/□. Измеренный на СВЧ-рефрактометре коэффициент черноты излучателя при комнатной температуре равен примерно 0,9 на частоте ~350 ГГц. С противоположной стороны на кремниевую пластинку приклеен рутениевый термометр, прокалированный по газовому термометру в интервале температур 4 – 150 К. Источник излучения закреплялся на мельхиоровых трубках на тепловом экране, который имел температуру 4,6 К. Постоянным током через пленку, при мощностях нагрева 1-30 мВт, можно было получить температуру излучателя до 30-40 К. При этом нагрев до ~10К происходил за 1–2 с, до больших температур — до полутора минут.

Излучение попадало на образец через отверстия Ø6–8 мм в экране гелия-3 (температура экрана 0,4–0,5 К). Расстояние от отверстия до изучаемых резисторов было 2 см, а от излучателя до экрана — 1–2 мм. Таким образом, благодаря простой геометрии, можно с помощью формулы 3.1, которая следует из закона Стефана-Больцмана, оценить мощность падающего на резистор излучения с точностью ~10%.

$$W = \sigma T^4 S_{\text{изл}} \frac{S_{\text{рез}}}{R^2} \quad (3.1)$$

Здесь  $\sigma$  – постоянная Стефана-Больцмана;  $S_{\text{изл}} = \pi \frac{d^2}{4}$  - площадь излучателя (отверстия в экране);  $S_{\text{рез}}$  - полная площадь резистора;  $R$  - расстояние от излучателя до резистора.

### 3.2 Описание образцов

В работе подробно исследовались резисторы Cinetech RMC-18 (типоразмер 1206, 3.1 × 1.55 × 0.55 мм) и Cinetech RMC-24 (типоразмер 2512, 6.25 × 3.2 × 0.55 мм) номиналом 10 кОм. Часть из используемых резисторов подвергалась различным модификациям: на обратную сторону подложек некоторых из них были напылены пленки нихрома сопротивлением 80 — 100 Ом/□; у других были сняты слои олова и никеля с контактных площадок, защитные слои из эпоксиды и стекла, у некоторых резисторов при этом была сточена подложка.

К контактным площадкам резисторов подпаивались (или подклеивались токопроводящим эпоксидом) токоподводы из сверхпроводящей проволоки NbTi в мельхиоре диаметром 50 мкм. Токоподводы подклеивались проводящим эпоксидом к золотым контактным площадкам двух кремниевых пластинок, между которыми подвешивался резистор. Длина токоподводов, на которых висел резистор, около 1 - 2 мм. К резисторам с

нихромовой пленкой шла дополнительная пара токоподводов, с помощью которой можно было пропускать через пленку ток для нагрева подложки. Кремниевые пластинки подклеивались эпоксидом (Stycast©1266) к держателю образцов. В держателе над резистором располагалось отверстие, через которое проходило излучение от источника. В различных экспериментах резисторы подвешивались разными сторонами к излучению; чаще всего они подвешивались парами — резистор с пленкой и без нее.

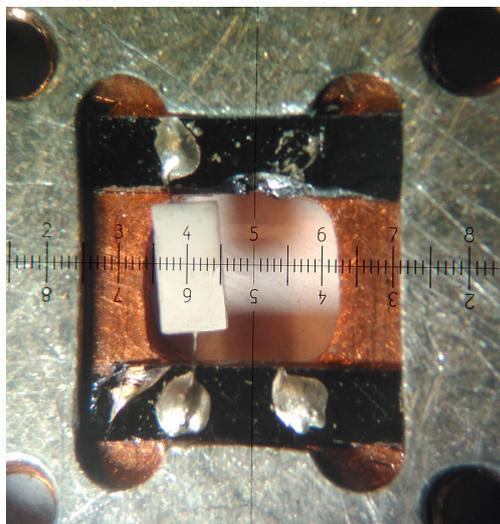


Рис. 3.1. Фотография смонтированного резистора.

На рисунке 3.1, (а) приведена фотография такой сборки. На ней видно основание держателя с приклеенными контактными площадками, между которыми подвешен полированный резистор без напыления. Основание со смонтированными образцами накрывалось верхней частью держателя. В нее вклеены позолоченные пружинные контакты, которые в собранном виде прижаты к контактным площадкам, по ним к образцам подводится ток. Собранные держатели крепились к стойке теплопровода от камеры растворения криостата, одновременно в приборе могут быть размещены три держателя с образцами.

### 3.3 Измерения

Измерения проводились двумя способами: на постоянном и переменном токах. Исследуемый резистор подключался по четырехточечной схеме. Для защиты от шумов и наводок, приводивших к паразитному нагреву резисторов, в измерительную цепь были включены защитные резисторы (800 кОм).

При измерении напряжения на резисторах, которое предварительно усиливалось в 100 или 1000 раз инструментальным усилителем, в схеме на постоянном токе использовался АЦП платы NI USB-6289 с коннекторным блоком BNC-2120. ЦАП этой платы использовался для задания развертки по току. Диапазон тока задавался переключением балластных резисторов с сопротивлениями от 10МОм до 10ГОм.

В измерениях с использованием модуляционной методики переменный ток с частотой 30 Гц задавался генератором ГЗ-118. Переменное напряжение с образца после предварительного усиления подавалось на вход синхродетектора Stanford Research Systems SR830, сигнал генератора использовался как опорный. Постоянная времени синхроде-

тектора обычно устанавливалась равной 100 мс. С выхода синхродетектора усиленный сигнал подавался на АЦП платы NI USB-6289 через вспомогательный модуль BNC-2120.

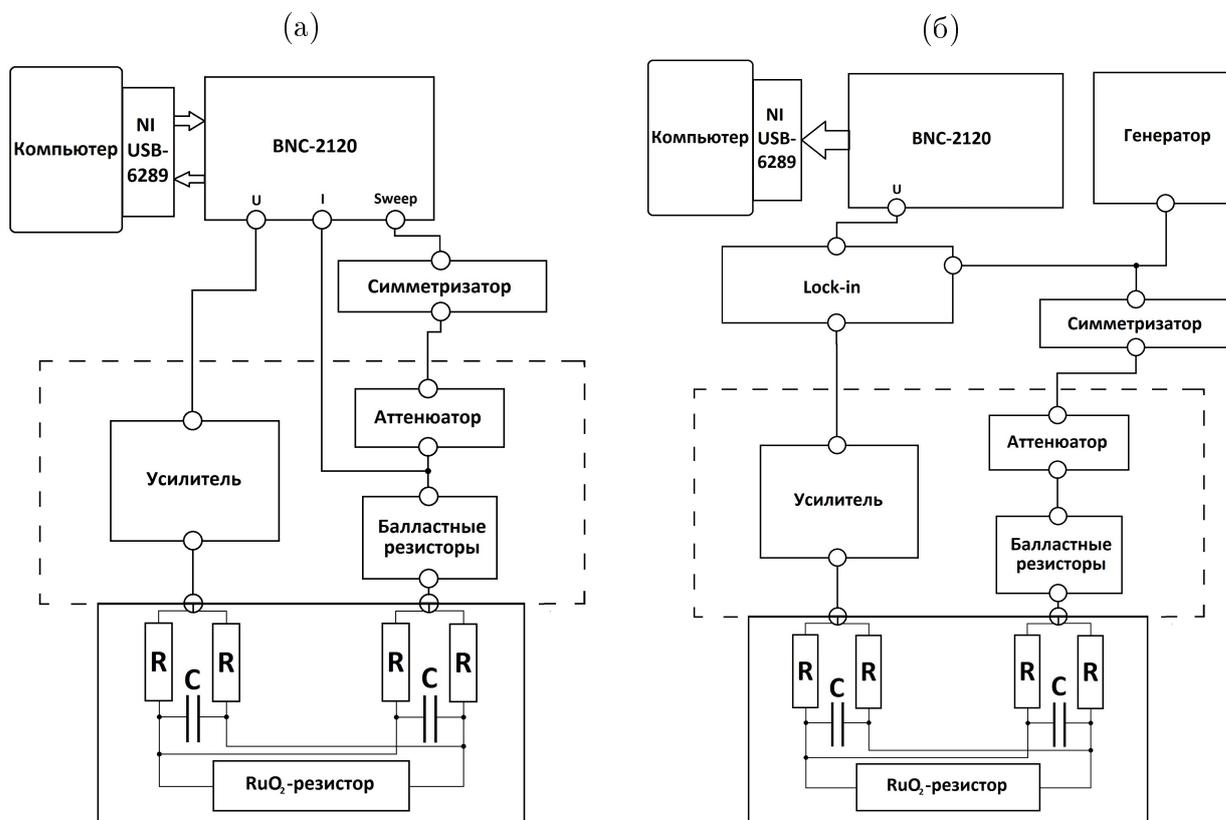


Рис. 3.2. Блок-схемы измерительных цепей для измерений на постоянном токе (а) и с помощью модуляционной методики (б)

Внешняя плата NI USB-6289 управлялась с компьютера. В качестве пользовательского интерфейса, обеспечивающего компьютерную автоматизацию сбора данных и управление процессом измерений, использовалась оригинальная программа Itercon©, разработки А. Б. Ермакова, ИРЭ РАН. В ней, кроме того, предусмотрена возможность построения измеренных вольт-амперных характеристик и зависимостей напряжения от времени непосредственно в ходе эксперимента, а также предварительная их обработка. Для дальнейшей обработки результатов использовался пакет Origin©.

## 4 Теплоотвод от резистора

На рис. 4.1 приведены примеры вольт-амперных характеристик  $U(I)$  рутениевого резистора номиналом 10 кОм при разных температурах. С понижением температуры усиливается перегрев резисторов, из-за чего зависимости все сильнее начинают отклоняться от линейного хода при все меньших токах. При этом отклонение от линейности  $(U - IR_0)$  ( $R_0$  — сопротивление резистора на нулевом токе), приведенное на врезке к рисунку 4.1, превышает шум уже для мощностей около 50 фВт при температуре 100 мК.

Снятые при разных температурах вольт-амперные характеристики использовались для построения калибровочных зависимостей  $T(R)$ . Для этого, в качестве истинного сопротивления  $R$  не перегретого резистора при данной температуре  $T$ , использовался максимум дифференциального сопротивления  $dU/dI$ . Пример калибровочной зависимости приведен на рисунке 2.3, из него видно, что резистор номиналом 10 кОм при температурах 80 – 100 мК достигает сопротивления 650 кОм.

Из вольт-амперной характеристики, снятой при фиксированной температуре держателя  $T_0$ , с использованием калибровки  $R(T)$  пересчитывалась зависимость темпе-

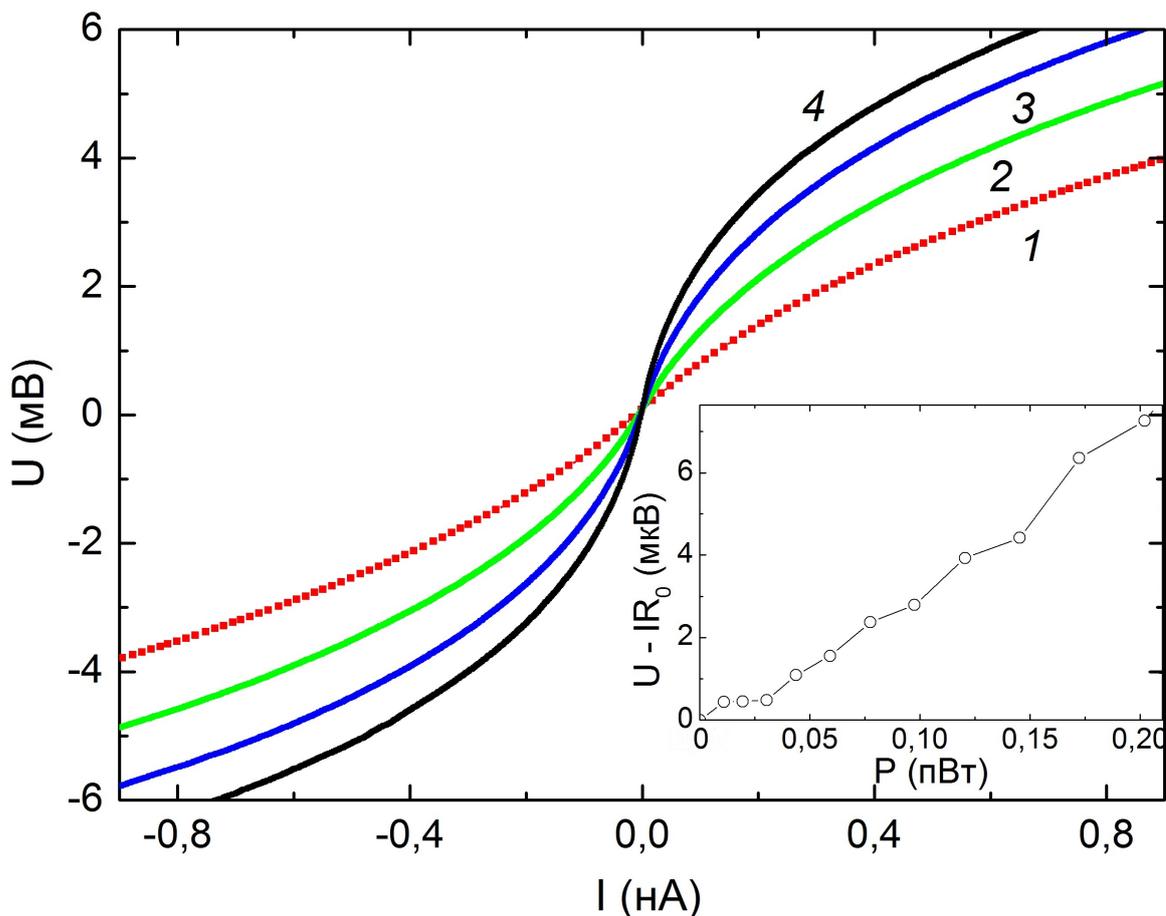


Рис. 4.1. Вольт-амперные характеристики резистора для разных температур: 1 – 153 мК, 2 – 130 мК, 3 – 115 мК, 4 – 100 мК. Сопротивление при комнатной температуре 10 кОм. На врезке отклонение от линейной характеристики при изменении мощности, выделяемой измерительным током.  $R_0$  — сопротивление резистора при нулевом токе.

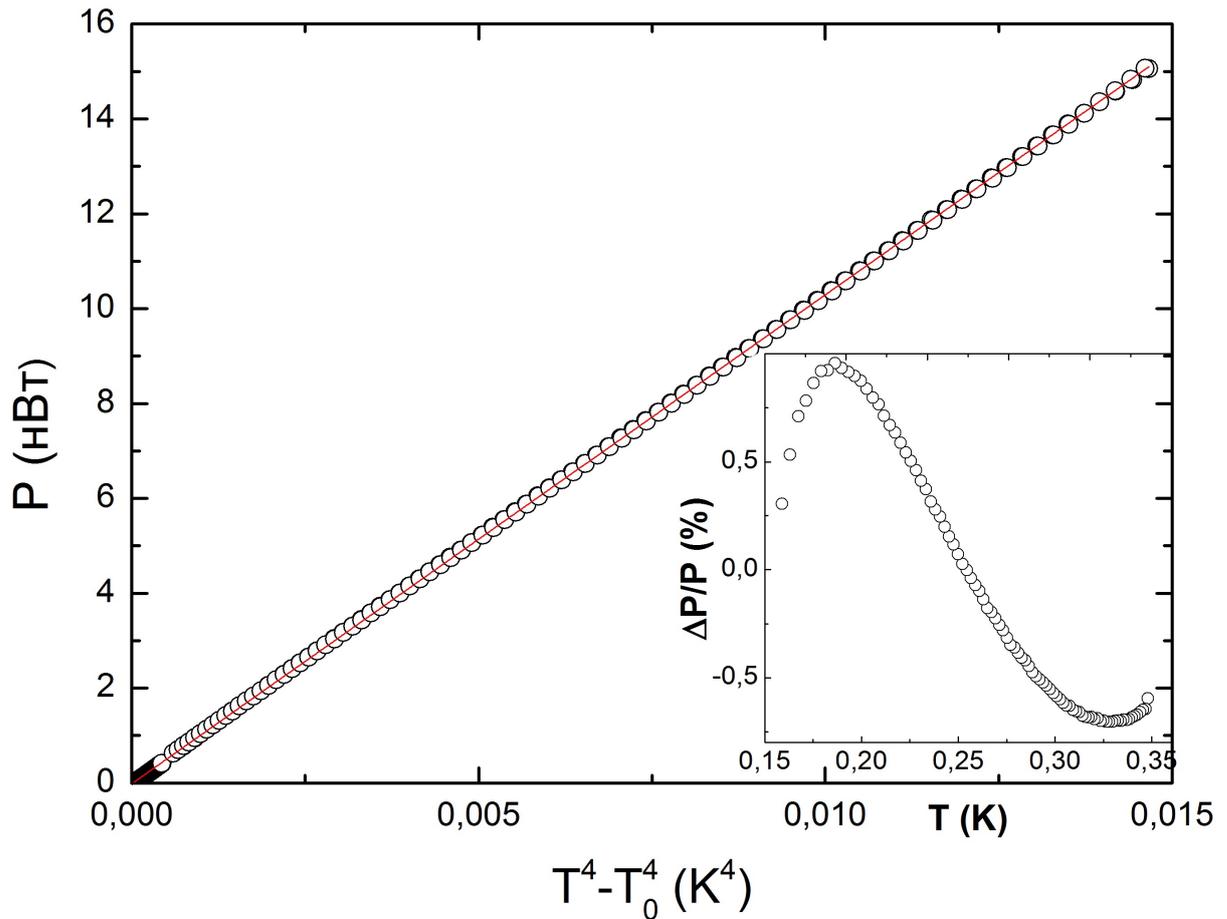


Рис. 4.2. Зависимость  $P = k(T^4 - T_0^4)$  для мощности, рассеиваемой измерительным током в резистивном слое,  $k = 1.02$  мкВт/К<sup>4</sup>,  $T_0 = 78$  мК. Максимальная температура – 348 мК. На врезке отклонение от этого закона в процентах мощности от температуры.

ратуры резистора  $T$  от тепловыделения ( $P = UI$ ) на нем. Оказалось, эта зависимость для разных резисторов подчиняется одному закону (рис. 4.2):

$$P = k(T^4 - T_0^4). \quad (4.1)$$

Для разных резисторов меняется лишь значение коэффициента  $k$ , так, для целых маленьких резисторов размером  $3.1 \times 1.55 \times 0.55$  мм, с сопротивлением на комнате 10 кОм, (данные для такого резистора приведены на рисунке 4.2) оно составляет 0,8-1,1 мкВт/К<sup>4</sup>. Для больших резисторов ( $6.25 \times 3.2 \times 0.55$  мм) того же номинала  $k$  равно 1,8-2 мкВт/К<sup>4</sup>. Для меньших резисторов с сошлифованными защитными слоями и частью резиста (их сопротивление при комнатной температуре 20-27 кОм) этот коэффициент вдвое меньше — 0,23-0,5 мкВт/К<sup>4</sup>.

Эти результаты получены для резисторов, которые были подвешены на тонких про- водах из сверхпроводящего NbTi в мельхиоре, однако формулу 4.1 нельзя объяснить теплопроводностью по токопроводам. Это связано с линейной зависимостью коэффици- ента теплопроводности мельхиора при низких температурах, из-за этого отводимая от резистора мощность должна быть пропорциональна разности квадратов температур, а не их четвертых степеней (теплопроводностью сверхпроводящего NbTi по сравнению с мельхиором можно пренебречь). Подтверждение этому дают результаты экспериментов

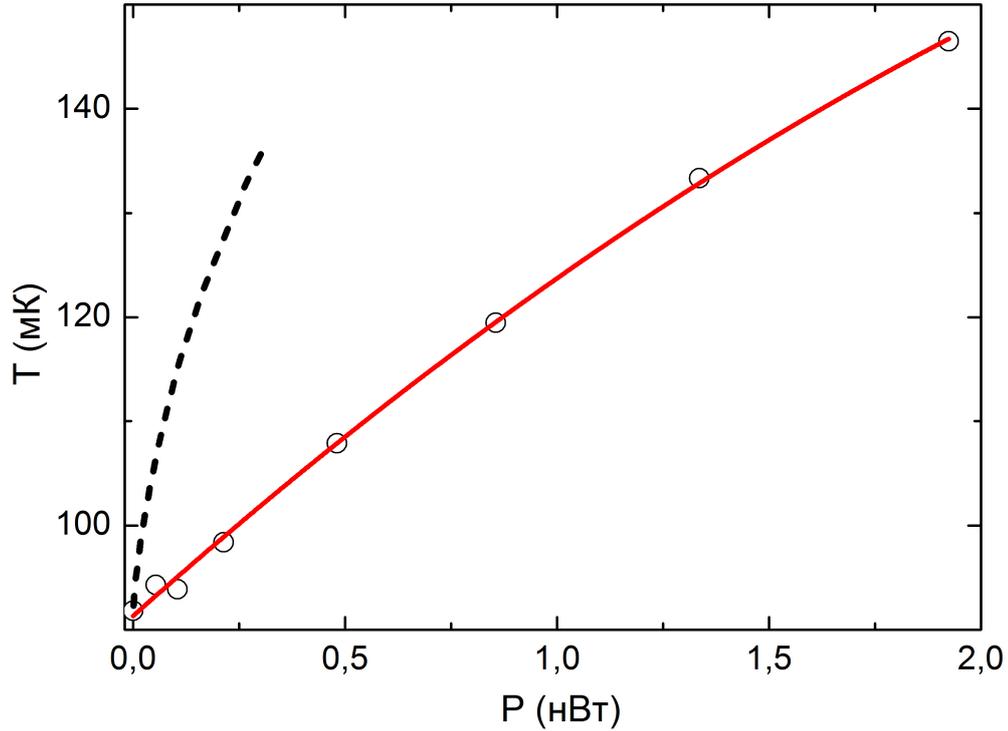


Рис. 4.3. Сравнение откликов по температуре на нагрев измерительным током (штриховая линия, начальная температура 89 мК) и нагрев током через пленку (точки, начальная температура 92 мК). Данные для нагрева по пленке приближены параболой (сплошная линия), в этом случае зависимость мощности от температуры следует формуле  $P = K(T^2 - T_0^2)$ ,  $T_0 = 92$  мК,  $K = 0.15$  мкВт/К<sup>2</sup>

с нагревом резисторов по пленке нихрома.

Как указывалось в предыдущей главе, вместе с обычными резисторами измерялись и резисторы с пленкой нихрома, напыленной на тыльную сторону подложки. По пленке пропускался ток в несколько микроампер, при этом измерялись вольт-амперные характеристики резисторов. Из них, по наклону на нулевом токе, измерялось сопротивление, которое с помощью калибровок  $T(R)$  пересчитывалось в температуру. Далее для различных мощностей нагрева по пленке строилась зависимость  $T(P)$  (рисунок 4.3, точки — эксперимент, красная линия — аппроксимация), которая подчиняется закону:

$$P = K(T^2 - T_0^2), \quad (4.2)$$

где коэффициент  $K$  для данных с рисунка 4.3 равен 0.15 мкВт/К<sup>2</sup>. Такая зависимость  $P(T)$  объясняется теплоотводом по токопроводам. Действительно, из найденного  $K$  для четырех проводов длиной по 1,5 мм с суммарным сечением мельхиора  $S = 4 \cdot 10^{-5}$  получим коэффициент теплопроводности  $\lambda = 1.5 \cdot 10^{-4}$  Вт/(см К) при температуре 92 мК. Это согласуется с табличным значением теплопроводности мельхиора  $1.1 \cdot 10^{-3}$  Вт/(см К) при температуре 1К [26].

Как следует из рисунка 4.3, теплоотвод при нагреве по пленке в несколько раз лучше, чем для самонагрева. Это можно объяснить тем, что, для первого случая, ток по

пленке прогревает непосредственно подложку, и поток тепла идет непосредственно от подложки к держателю по токоподводам. В случае же самонагрева сначала прогревается резистивный слой, далее тепло от него попадает на подложку, и лишь потом от подложки отводится к держателю. Поэтому большое тепловое сопротивление существует непосредственно внутри резистора.

Еще одно подтверждение этому выводу дают эксперименты со шлифованным резистором, который был приклеен эпоксидом к держателю. При таком его расположении обеспечивается эффективный теплоотвод от подложки, на порядки лучше чем для экспериментов с подвешиванием резисторов на токоподводах. Однако и в этом случае наблюдается такая же зависимость 4.1, с коэффициентом  $k$  равным  $0,47 \text{ мкВт/К}^4$ . Кроме этого, измерения зависимости мощности теплоотвода от температуры проводились и для коммерческих термометров LakeShore RX-102A, с чувствительным элементом из рутениевого резистора (сопротивление при комнатной температуре около  $1 \text{ кОм}$ ). Они показали такой же характер зависимости  $P(T)$ , с коэффициентом  $3,4 \text{ мкВт/К}^4$ .

О похожем характере теплосопrotivления для  $\text{RuO}_2$ -резисторов и близких значениях коэффициента  $k$  (порядка  $1 \text{ мкВт/К}^4$ ) говорится в работе [24], однако в ней резисторы были погружены в гелий в миксере криостата растворения. Поэтому ее авторы связывают подобное поведение с аномально большим (на два порядка больше чем типичные значения, приведенные в [25]) сопротивлением Капицы для границы жидкий гелий – резистор. Полученные же нами результаты дают основание считать, что это теплосопrotivление появляется непосредственно внутри резистора, при этом возможны две причины его появления. Во-первых, это граничное тепловое сопротивление между резистивным слоем и подложкой, во-вторых, это теплосопrotivление между электронной и фононной системами.

Предположив, что тепловое сопротивление, подчиняющееся формуле 4.1, возникает на границе резистивного слоя и подложки, можно посчитать величину  $R_c = S/4kT^3$ . Площади резистивных слоев  $S$  для малого ( $3.1 \times 1.55 \times 0.55 \text{ мм}$ ) и большого ( $6.25 \times 3.2 \times 0.55 \text{ мм}$ ) резисторов составляют  $1,2 \text{ мм}^2$  и  $9,1 \text{ мм}^2$  соответственно. Исходя из этого, пренебрегая теплоотводом по защитному слою, получим для маленького резистора  $R_c T^3 = 0,27 \div 0,37 \text{ м}^2 \text{ К}^4/\text{Вт}$ , для большого –  $1,1 \text{ м}^2 \text{ К}^4/\text{Вт}$ . Для маленького резистора, после снятия защитных слоев и сошлифовки части резистивного слоя, величина граничного сопротивления возрастает до  $0,7 - 1 \text{ м}^2 \text{ К}^4/\text{Вт}$ . При этом характерные значения для  $R_c T^3$ , указанные в [25], составляют около  $0,01 \text{ м}^2 \text{ К}^4/\text{Вт}$ , то есть на два порядка меньше чем полученные из оценок.

Подобные результаты наводят на мысль, что указанное теплосопrotivление возникает не на границе резист-подложка, а между электронной и фононной системами в резистивном слое. Действительно, простая оценка для характерных длин волн фононов в стеклянной матрице резистивного слоя при температуре порядка  $0,1 \text{ К}$  (считая что эффективная температура Дебая около  $100 \text{ К}$ ) дает результат порядка  $0,1 \text{ мкм}$ . Это почти на два порядка больше, чем размеры проводящих зерен оксида рутения, на которых выделяется тепло, поэтому есть основания предполагать плохое взаимодействие между электронной и фононной системами. Тогда энергия, имеющаяся у проводящих электронов в зернах оксида рутения плохо передается тепловым колебаниям в стекле, что и может приводить к большому теплосопrotivлению.

## 5 Времена релаксации и теплоемкость резистора

Для выяснения времен релаксации и оценки собственных тепловых характеристик измерялись зависимости температуры резисторов от времени после быстрого изменения величины измерительного тока или тока через нихромовую пленку. В этих экспериментах время установления тока не превышало 100 мкс. Время нарастания сигнала по напряжению ограничивалось характеристиками усилителя и составляло около 1 мс.

Пример отклика на включение тока через нихромовую пленку, напыленную на керамическую подложку резистора, представлен на рисунке 5.1. На таких кривых температура нарастает с характерными временами 1,5–2,5 секунды для разных мощностей нагрева по пленке. Отклик на быстрое изменение измерительного тока (рис. 5.2) выглядит совершенно иначе. В этом случае, вместо плавного изменения, наблюдается сначала резкий рост температуры на две трети от итогового изменения в течении десятых долей секунды, а затем медленное нарастание за времена порядка нескольких секунд.

Подобное поведение можно объяснить тем, что в случае нагрева по пленке прогревается только подложка с высокой теплоемкостью  $C_b$ , и температура резистивного слоя  $T_R$  (которая измеряется по сопротивлению) меняется с такой же постоянной времени, что и температура подложки  $T_b$ . А в случае самонагрева, сначала быстро (менее чем за десятую секунды) нагревается резистивный слой, имеющий маленькую, по сравне-

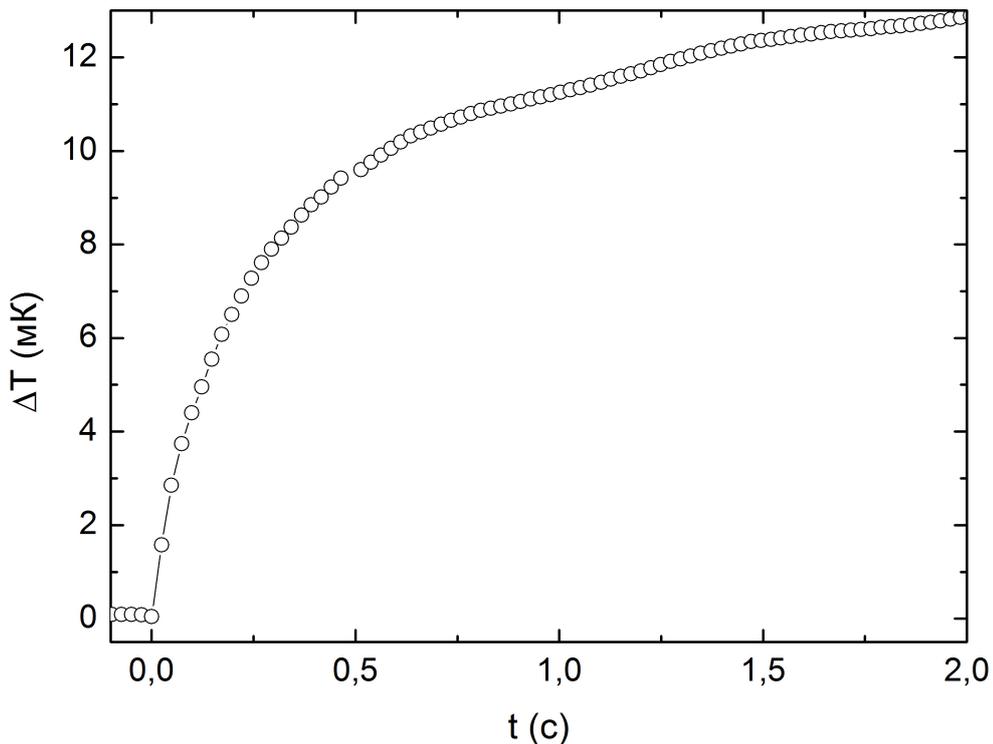


Рис. 5.1. Изменение температуры резистора во времени после включения нагрева пленки нихрома, стартовая температура, задаваемая измерительным током, 192 мК, температура держателя образца 87 мК. Мощность нагрева 1,6 нВт.

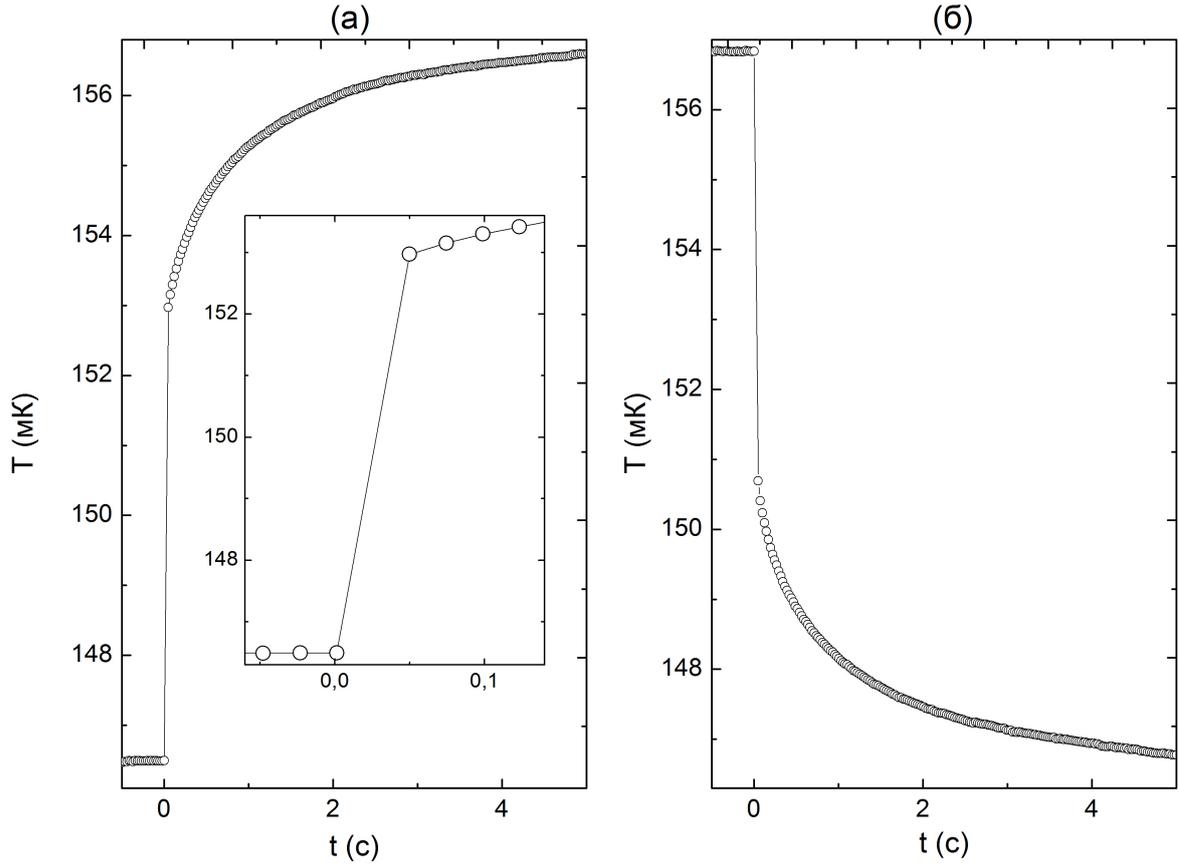


Рис. 5.2. Зависимости температуры резистивного слоя от времени при увеличении (а) и уменьшении (б) тока через резистор. Температура держателя образцов во время измерения 82 мК. Равновесная температура при токе 40 нА – 146.5 мК, при токе 50 нА – 157 мК. На врезке — начальный участок зависимости  $T(t)$ .

нию с подложкой, теплоемкость  $C_R$ , и лишь затем медленно увеличивается температура подложки.

Подтверждение этому дает эксперимент с резистором, приклеенным к держателю, рисунок 5.3 (1, черные кружки). В этом случае между подложкой и держателем обеспечивается хорошая тепловая связь, и поэтому при изменении измерительного тока с малыми временами прогревается только резистивный слой, отделенный по теплу от подложки большим граничным теплосоппротивлением. Подложка при этом практически не меняет своей температуры, поэтому у первой зависимости на рисунке 5.3 (черные кружки), не наблюдается небольшого медленного роста температуры, характерного для ее прогрева (5.3, красные точки). В обоих экспериментах использовался один резистор со снятыми защитными слоями, контактными площадками и с шлифованной подложкой.

Используя полученные результаты, кроме качественного описания можно сделать количественные оценки теплоемкости. Для этого напишем уравнения теплового баланса для резистивного слоя и подложки в случае самонагрева измерительным током  $I(t)$ :

$$I(t)^2 R(T_R) = C_R \frac{dT_R}{dt} + K_R(T_R)(T_R - T_b); \quad (5.1)$$

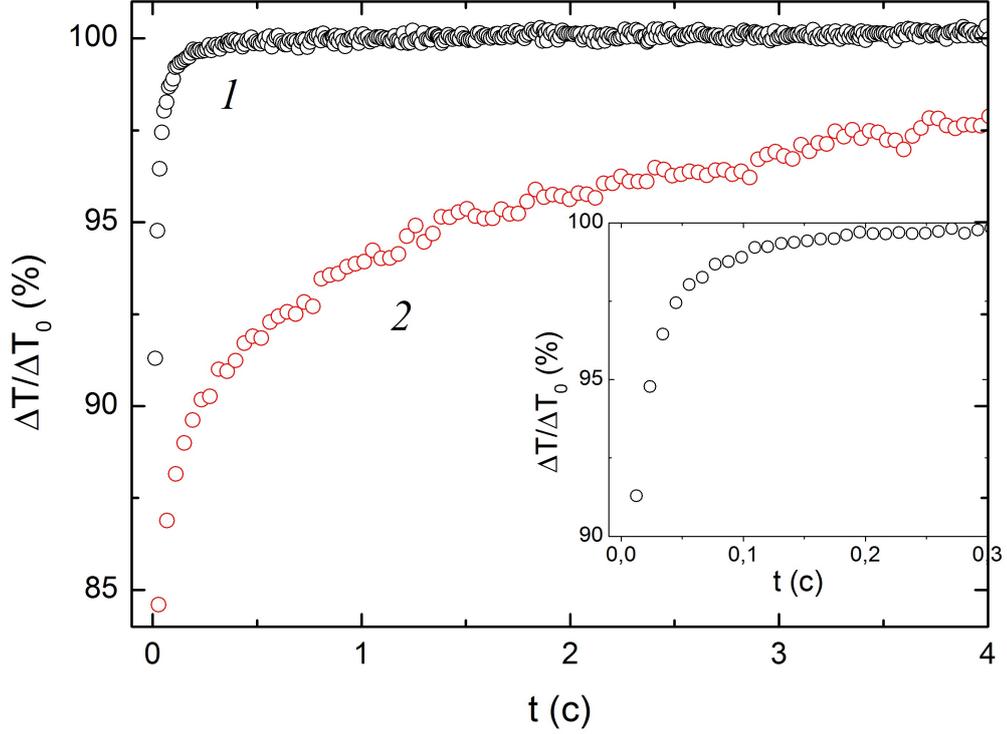


Рис. 5.3. Отклики на изменение измерительного тока для резистора без защитных слоев приклеенного к держателю (черные кружки, 1) и подвешенного на токоподводах (красные кружки, 2). По вертикальной оси здесь отложено изменение температуры в процентах от итогового скачка  $\Delta T_0$ . На врезке - начальный участок нагрева приклеенного резистора. Рабочие температуры для обоих резисторов около 130 мК, температура держателя 84 мК.

$$K_R(T_R)(T_R - T_b) = C_b \frac{dT_b}{dt} + K_b(T_b)(T_b - T_0). \quad (5.2)$$

Здесь  $K_R(T_R)$  и  $K_b(T_b)$  — интегральные коэффициенты теплопроводности на границе резист — подложка и между подложкой и держателем соответственно;  $T_0$  — температура держателя; за  $t = 0$  взят момент изменения тока. Пусть  $I_0$  и  $R_0 = R(T_{R0})$  — начальные ток и сопротивление,  $I$  — конечный ток, тогда переобозначив  $T_R$  и  $T_b$  как изменения температур относительно начальных уровней  $T_{R0}$  и  $T_{b0}$  система примет вид:

$$I^2 R(T_{R0} + T_R) - I_0^2 R_0 = C_R \frac{dT_R}{dt} + K_R(T_R)(T_R - T_b) \quad (5.3)$$

$$K_R(T_R)(T_R - T_b) = C_b \frac{dT_b}{dt} + K_b(T_b)(T_b - T_0) \quad (5.4)$$

Для малых времен  $t$  можно пренебречь изменением сопротивления и теплоотводом от резистивного слоя, тогда первое уравнение упростится и даст простую оценку для теплоемкости резистивного слоя:

$$C_R = \frac{(I^2 - I_0^2)R_0}{dT_R/dt|_{t=0}} \quad (5.5)$$

Для данных на рисунке 5.2 эта формула дает оценку сверху в 0,5 нДж/К.

При больших временах можно пренебречь в первом уравнении членом с теплоемкостью резистивного слоя. Также, из-за малого изменения температур (несколько милликельвин на уровне 150 - 200 мК) можно линеаризовать изменение сопротивления и записать теплоотводы в дифференциальной форме:  $K_R(T_R) = 4kT_R'^3$  и  $K_b(T_b) = 2KT_b'$ , где  $T_R'$  и  $T_b'$  — новые равновесные температуры. Тогда система значительно упростится и решение для температуры резистивного слоя примет простой вид:

$$T_R(t) = T_R' - (T_R' - T_{R0})exp^{-\frac{t}{\tau}} \quad (5.6)$$

$$\tau = \frac{C_b}{2KT_b' - I^2 dR/dT_R|_{T=T_b'}} \quad (5.7)$$

Из формулы для постоянной времени  $\tau$  и результатов измерений получим оценку для теплоемкости  $C_b$  около 40 нДж/К при температуре 150 мК.

В случае нагрева по пленке нихрома формула для постоянной времени упростится:  $\tau = \frac{C_b}{2KT_b'}$ . Теплоемкость  $C_b$  по ней оценивается как 50 нДж/К при температуре 200 мК.

Был проведен эксперимент в котором сравнивались времена отклика на самонагрев двух резисторов, у одного из которых часть керамической подложки была сошлифована, а к другому была подклеена эпоксидом подложка от большего резистора. При этом объемы керамики у резисторов различались более чем на порядок: 1,1 и 12 мм<sup>3</sup> соответственно. Для близких температур (около 0,27 К) постоянная времени для маленького резистора 1,8 с, постоянная времени склеенного — около 16 секунд. При практически одинаковом устройстве теплоотвода от резисторов (оба были подвешены на двух токоподводах), это дает оценку теплоемкостей резисторов в 70 и 640 нДж/К соответственно.

Также измерялись тепловые характеристики двух резисторов разных размеров, у которых были склеены между собой подложки. Отклики по температуре на самонагрев для каждого из резисторов показывают схожий характер на больших временах с постоянными около 6,1 и 6,6 секунд при температурах 134 мК и 130 мК для маленького и большого резисторов соответственно. Эти постоянные времена дают оценку для общей теплоемкости сборки в 220 нДж/К. Измерения откликов по температуре на одном резисторе при включении тока через другой дают схожие постоянные времена.

Простая оценка теплоемкости подложки из алюмооксидной керамики, из-за высокой дебаевской температуры для Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, дает результат около 2 пДж/К, что на много порядков меньше полученных результатов. Необычно высокая теплоемкость RuO<sub>2</sub>-резисторов отмечалась и ранее, например в работах [27, 28] она упоминается как главная проблема при использовании RuO<sub>2</sub>-резисторов в качестве сенсоров в низкотемпературных калориметрах. В работе [29] приводятся результаты измерения теплоемкости резисторов. Полученные нами оценки согласуются с приведенными в [29] результатами для резисторов схожих типоразмеров. Кроме того, в этой работе приводится температурная зависимость теплоемкости, она имеет размытый максимум при температурах около 0,3-0,5К, и по характеру соответствует эффекту Шоттки. Авторы статьи объясняют полученные результаты наличием магнитных примесей в керамике, из которой изготовлена подложка.

Дополнить обсуждение вопроса теплоемкости резисторов можно оценками теплоемкостей других частей резистора, пользуясь данными об их составе, предоставленными производителем и приведенные в таблице 1, и известными низкотемпературными измерениями теплоемкостей различных материалов [29–33]. Тогда, для температуры 0,1 К получим следующие оценки для разных частей резистора:

Резистивный слой	0,4 нДж/К
— оксид рутения	220 пДж/К
— палладий	190 пДж/К
— стекло	10 пДж/К
Контакты из серебра с палладием	0,4 нДж/К
Слой никеля	2 нДж/К
Оловянные контакты	3 пДж/К
Защитные слои (эпоксид и стекло)	15 пДж/К.

## 6 Отклики на излучение

### 6.1 Измерения на постоянном токе

На рисунке 6.1 приведены примеры вольт-амперных характеристик резисторов, снятых при разных температурах излучателя, из которых вычтена зависимость, снятая при отсутствии нагрева излучателя (при этом его температура равна 4,6 К). Такие кривые использовались для выбора оптимального измерительного тока, при котором достигается наибольший отклик на излучение по напряжению. На рисунке 6.1 этот максимум находится около 10-20 нА (при этом резистор нагревается до 0,15 К). Его наличие связано с уменьшением чувствительности резистора при больших токах, которые перегревают его.

Мощность излучения, попадающую на резистор, можно оценить по формуле 3.1. Тогда для разных температур излучателя можно построить зависимости откликов по напряжению на постоянном токе (который выбран близко к оптимальному) от падающей мощности, примеры таких зависимостей представлены на рисунке 6.2. Здесь они приведены для двух резисторов, один из них с нихромовой пленкой. Учитывая что температура излучателя меняется в диапазоне от 4,7 К до 37 К, из линейности представ-

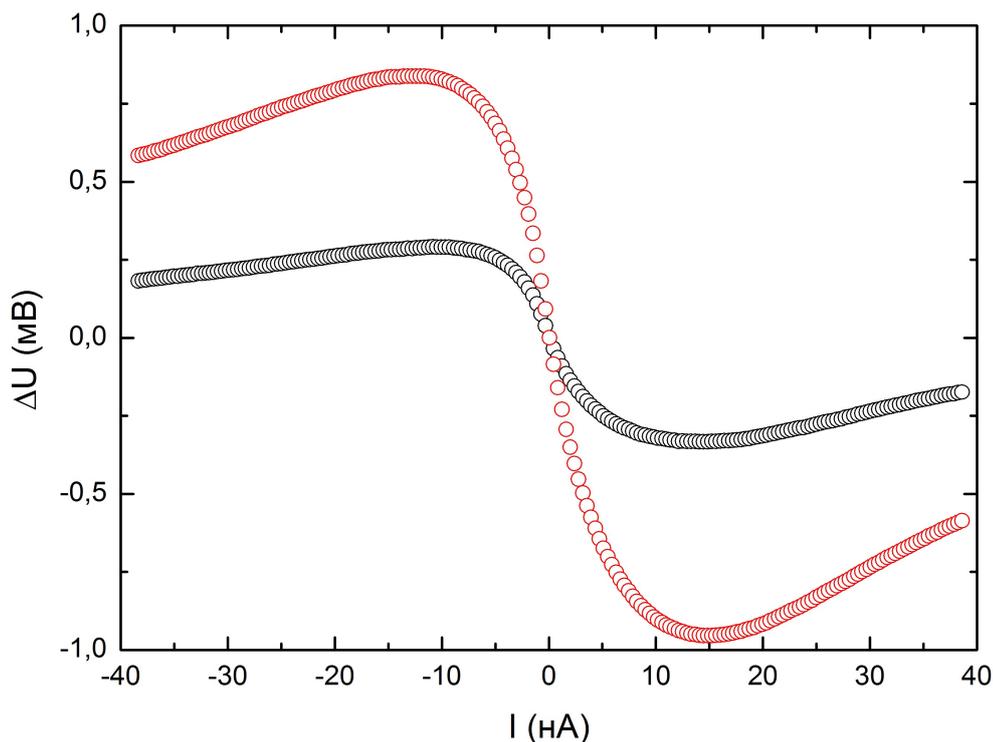


Рис. 6.1. На графике представлены разности вольт-амперных характеристик, измеренных при разных температурах излучателя. Черные кружки — разность между опорной ВАХ (температура излучателя 4,7 К, без нагрева) и снятой при температуре излучателя 20 К; красные кружки — разность между опорной ВАХ и снятой при температуре излучателя 28 К. Температура держателя — 87 мК.

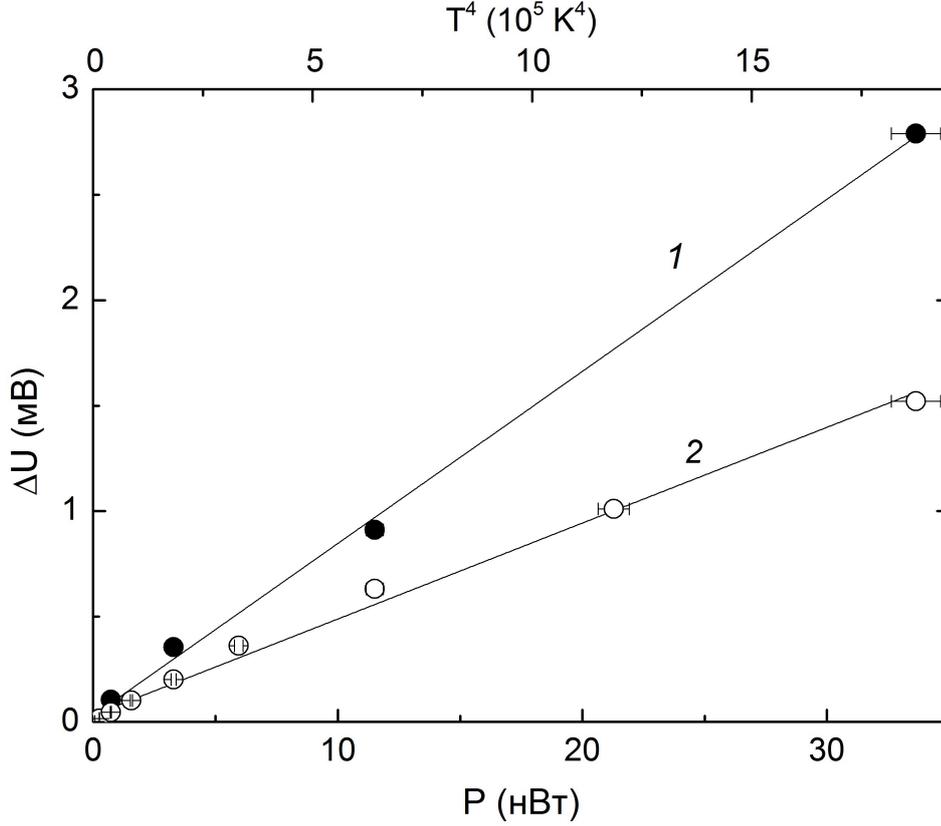


Рис. 6.2. Сравнение откликов по напряжению на излучение для резисторов с пленкой нихрома (1) и без пленки (2). Температура резисторов при начальном уровне излучения 140 и 147 мК соответственно, температура держателя 0.08 К, ток через резистор 40 нА. Диапазон температур излучателя от 4.7 К (без нагрева) до 37 К. Измерения проводились на постоянном токе.

ленных зависимостей можно судить об отсутствии селективности на частотах приема в интервале 0,5-2,5 ТГц.

Используя калибровки  $T(R)$ , можно пересчитать отклики по напряжению для постоянного измерительного тока  $I$  в отклики по температуре. Из них можно получить оценку поглощенной мощности. В самом деле, запишем уравнения теплового баланса для случая с выключенным излучателем (при этом на резистор попадает паразитная засветка  $P_0$ ) и включенным (в этом случае появляется дополнительная поглощенная мощность  $\Delta P$ ):

$$P_0 + I^2 R(T_1) = W(T_1); \quad (6.1)$$

$$P_0 + \Delta P + I^2 R(T_2) = W(T_2). \quad (6.2)$$

Здесь  $T_1$  и  $T_2 = T_1 + \Delta T$  — установившиеся температуры резистора без излучения и с ним соответственно,  $W(T) = k(T^4 - T_0^4)$  — теплоотвод от резистора. Тогда поглощенная мощность:

$$\Delta P = I^2(R(T_1) - R(T_2)) + (W(T_2) - W(T_1)) = \left( I^2 \frac{dR}{dT} \Big|_{T=T_1} + 4kT_1^3 \right) \Delta T, \quad (6.3)$$

где последнее равенство написано для случая малого изменения температуры, когда можно представить изменение сопротивления в дифференциальной форме и перейти

к дифференциальному коэффициенту теплопроводности. Пользуясь последней формулой, можно посчитать поглощенную в каждом случае мощность и определить коэффициенты поглощения. Для резистора с никромовой пленкой он составляет около 30%. Для "чистого" резистора коэффициент поглощения заметно ниже — 10-15%, что говорит о сильной его зависимости от согласования приемника с излучением.

Проводились наблюдения зависимостей откликов резисторов от времени при включении и выключении излучателя (пример — рис. 6.3). Характерные времена реакции при этом — около 5 секунд, они мало отличаются для резисторов с пленкой и без нее, с защитными слоями и для полированных резисторов. О похожих временах отклика упоминается и в работе [3], их величина связана с большой теплоемкостью резистора. Используя формулу 5.5, можно оценить задействованную теплоемкость по времени нарастания температуры, получаемые при этом значения в несколько десятков нано-жоуль на кельвин соответствуют результату, полученному для теплоемкости резистора в предыдущей главе. Поэтому можно сделать вывод, что для резистора без пленки излучение поглощается в керамической подложке, а не в резистивном слое. Для резисторов с никромовой пленкой добавляется поглощение пленкой, однако, это также приводит к нагреву подложки и большим временам реакции.

## 6.2 Модуляционная методика

Чувствительность по мощности на постоянном токе ограничивается дрейфами напряжения на входе усилителя порядка десятков микровольт и составляет около сотен пиковатт. Улучшить чувствительность более чем на порядок позволяет использование модуляционной методики измерений. Иллюстрацию этому дает рисунок 6.3. На нем приведены отклики на включение нагрева источника до 11 К, измеренные на постоянном (а) и переменном (б) токах.

При измерениях с помощью модуляционной методики на резистор подается переменный ток с действующим значением 1-2 нА, а предварительно усиленный сигнал по напряжению обрабатывается с помощью синхронного детектора. Использовалась ча-

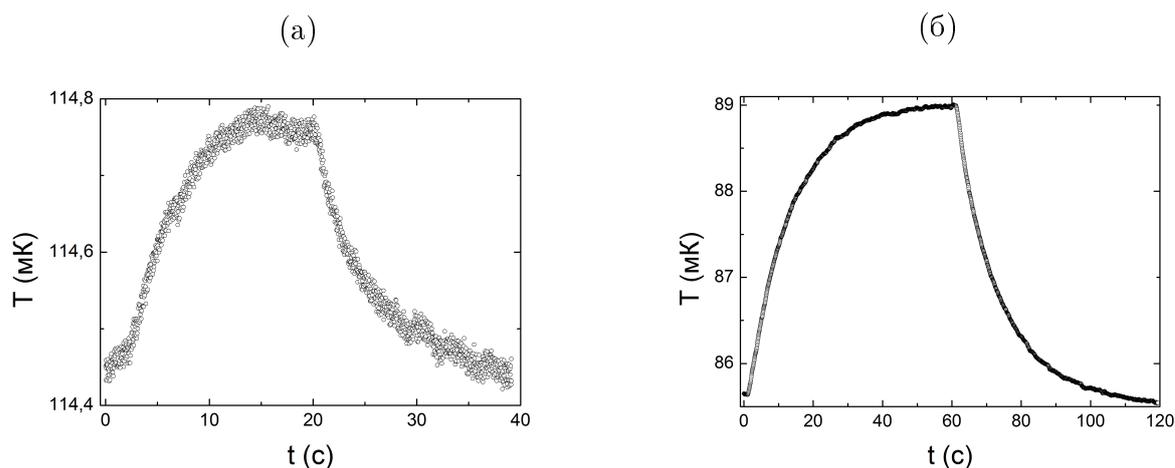


Рис. 6.3. Зависимости от времени откликов по температуре после включения нагрева источника до температуры 11 К и его выключения для измерений на постоянном токе (рисунок а) и на переменном (рисунок б). Расчетная мощность попадающего на резистор излучения 0.12 нВт. Участки роста температуры можно приблизить экспонентами с постоянными времени 4 с (а) и 12 с (б).

стота переменного тока в 30 Гц, что определялось характеристиками усилителя и наличием паразитных емкостей на участке измерительной цепи, расположенном внутри криостата. Исходя из этого, постоянная времени синхродетектора обычно выбиралась 0,1 с, для того чтобы соблюсти баланс между быстродействием и наличием шумов. Подобная методика позволила не только уменьшить уровень шумов, но и увеличить чувствительность приема, потому что в этом случае малый рабочий ток почти не перегревал резистор. Благодаря этому имелась возможность вести непосредственное измерение сопротивления не перегретого резистора.

Пример зависимости температуры резистора от времени при включении и выключении излучателя, измеренной с помощью модуляционной методики приведен на рисунке 6.3, (б). Падающая мощность при этом 0,12 нВт, сигнал превышает шум более чем в 50 раз, это дает чувствительность в 2-3 пВт. Поглощенная мощность, посчитанная по формуле 6.3 для этого примера 9,8 пВт, поэтому коэффициент поглощения в этом случае не более 10%. Это согласуется с результатами измерений на постоянном токе для резисторов без пленки. Полученная оценка для чувствительности приема близка к чувствительности на самонагрев. Так при коэффициенте поглощения в 10% и чувствительности на падающее излучение в 2-3 пВт, получим чувствительность на нагрев излучением в 0,2-0,3 пВт, этот результат одного порядка с результатом для чувствительности на самонагрев в менее чем 100 фВт, приведенном на врезке к рисунку 4.1.

По формуле 5.5 можно оценить теплоемкость резистора для данных на рисунке 6.3. Она получается равной около 40 нДж/К, так же как и для измерений на постоянном токе. Однако, постоянные времени для этого случая вдвое больше — около десяти секунд. Это связано с тем, что при использовании модуляционной методики сильно уменьшилась рабочая температура: 80-90 мК, вместо 110-160 мК. Из-за этого сильно уменьшается интегральный коэффициент теплопроводности  $K$  резистор – держатель, что и дает, при малом изменении теплоемкости  $C$  сильное увеличение постоянной времени  $\tau = \frac{C}{K}$ .

## 7 Заключение

### 7.1 Выводы

Главным результатом проделанной работы является вывод о возможности использования промышленных толсто пленочных рутениевых резисторов в качестве широкополосных низкотемпературных приемников излучения. Для рабочих температур около 0,1 К такие резисторы позволяют надежно детектировать сигнал мощностью до 2 пВт в диапазоне частот шириной как минимум 0,5-2,5 ТГц.

Полученные результаты также позволяют сделать вывод о возможности существенного усиления чувствительности таких приемников, в первую очередь за счет улучшения их коэффициента поглощения. Для этого можно использовать пленку-поглотитель, или антенную систему. Однако уже сейчас толсто пленочные рутениевые резисторы вполне пригодны для использования, например при определении распределения поля и уровня сигнала в трактах излучения, при аттестации фильтров и окон и так далее.

Одним из главных недостатков болометров из рутениевых резисторов является их малое быстродействие (наблюдаемые времена отклика порядка нескольких секунд), связанное с их высокой теплоемкостью. Однако это теплоемкость не резистивного слоя, а подложки (что, по всей видимости, связано с наличием в ней магнитных примесей [29]). Поэтому, если изготовить подложку из материала, который не обладает избыточной теплоемкостью и при этом совместимого с технологией изготовления толстых пленок на основе оксида рутения, есть возможность снизить теплоемкость резисторов более чем на порядок. Это также позволит шире использовать резисторы в термометрии, например в качестве сенсоров в калориметрах.

В ходе работы были получены результаты для теплоотвода от резистора, которые имеют еще одно важное следствие для термометрии. Было показано наличие большого теплового сопротивления непосредственно внутри резистора, которое является причиной сильного перегрева при низких температурах. На основании полученных результатов можно сделать вывод о том, что это теплосопротивление возникает между электронной системой, температура которой измеряется по сопротивлению термометра, и фонной системой. Поэтому вряд ли получится существенно его снизить простыми средствами.

## Список литературы

- [1] Zak, Dariusz, et al. "Implementation of RuO<sub>2</sub>-glass based thick film resistors in cryogenic thermometry." *Measurement Science and Technology* 17.1 (2005): 22.
- [2] Yeager, C. J., and S. S. Courts. "A review of cryogenic thermometry and common temperature sensors." *Sensors Journal, IEEE* 1.4 (2001): 352-360.
- [3] Properties of NTD # 23 Ge sensors and RuO<sub>2</sub> films as thermal sensors for bolometers. *Journal of Low Temperature Physics*, Vol. 93, Nos. 3/4 1993
- [4] SCUBA-2: The 10000 pixel bolometer camera on the James Clerk Maxwell Telescope. *Mon. Not. R. Astron. Soc.*
- [5] Richards P.L. Bolometers for infrared and millimeter waves. *Journal of Applied Physics* 76,1 (1994).
- [6] Kraus, H. "Superconductive bolometers and calorimeters." *Superconductor Science and Technology* 9.10 (1996): 827.
- [7] Г. Вентура, Л. Ризегари, "Искусство криогеники.— Долгопрудный: Издательский Дом "Интеллект" 2011.
- [8] М. Тарасов , В. Эдельман , С. Махашабде , Л. Кузьмин *Журнал радиоэлектроники.* N 1 2014
- [9] Affronte, M., et al. "Low temperature electronic transport in RuO<sub>2</sub>-based cermet resistors." *Journal of low temperature physics* 109.3-4 (1997): 461-475.
- [10] Jakubowska, Malgorzata, and Keith Pitt. "Influence of the contacts and firing process on the properties of thick film resistors on alumina and dielectrics." *Journal of Materials Science: Materials in Electronics* 6.2 (1995): 75-78.
- [11] Adachi, Kenji, and Kazuhide Hayashi. "Ruthenium clusters in lead-borosilicate glass in thick film resistors." *Journal of materials research* 9.07 (1994): 1866-1878.
- [12] Electronic Transport in RuO<sub>2</sub>-Based Thick Film Resistors at Low Temperatures. *Journal of Low Temperature Physics*, Vol. 108, Nos. 5/6 1997
- [13] Gabani, S., et al. "Microstructural analysis and transport properties of RuO<sub>2</sub>-based thick film resistors." *Acta Physica Polonica-Series A General Physics* 113.1 (2008): 625-628.
- [14] Chiang, Yet-Ming, et al. "Thin Glass Film between Ultrafine Conductor Particles in Thick-Film Resistors." *Journal of the American Ceramic Society* 77.5 (1994): 1143-1152.
- [15] PRABHU, ASHOK, GARY L. FULLER, and R. W. Vest. "Solubility of RuO<sub>2</sub> in a Pb borosilicate glass." *Journal of the American Ceramic Society* 57.9 (1974): 408-409.
- [16] Yamaguchi, Takashi, and Yuko Nakamura. "Sol-Gel Processing and Conduction Mechanism of RuO<sub>2</sub>-Glass Thick-Film Resistors." *Journal of the American Ceramic Society* 78.5 (1995): 1372-1374.

- [17] Pike, G. E., and C. H. Seager. "Electrical properties and conduction mechanisms of Ru-based thick-film (cermet) resistors." *Journal of applied physics* 48.12 (1977): 5152-5169.
- [18] Affronte, M., et al. "Magnetoresistance of RuO<sub>2</sub>-based thick film resistors." *Journal of low temperature physics* 112.5-6 (1998): 355-371.
- [19] Skrbek, L., J. Stehno, and J. Sebek. "Resistance relaxation in carbon and RuO<sub>2</sub> based thermometers." *Journal of low temperature physics* 103.3-4 (1996): 209-236.
- [20] Halder, N. C. "Electron Tunneling and Hopping Possibilities in RuO<sub>2</sub> Thick Films." *Active and Passive Electronic Components* 11.1 (1983): 21-34.
- [21] Stadler A. W. Noise properties of thick-film resistors in extended temperature range // *Microelectronics Reliability*. – 2011. – Т. 51. – №. 7. – С. 1264-1270.
- [22] В.С. Эдельман, Приборы и Техника Эксперимента. 2005 , №5 , с. 142-152
- [23] R. Herrman, A.B. Офицеров, И.Н. Хлюстикова, В.С. Эдельман, Приборы и Техника Эксперимента. 2009 , №2 , с. 159-165
- [24] Dotzer, R., and Wilfried Schoepe. "Thermal impedance between a thick-film resistor liquid helium below 1 K." *Cryogenics* 33.10 (1993): 936-937.
- [25] О.В. Лоунасмаа. Принципы и методы получения температур ниже 1К.– Москва: Мир, 1977.
- [26] Малков М.П., Данилов И.Б., Зельдович А.Г., Фрадков А.Б. Справочник по физико-техническим основам криогеники. М.: Энергия, 1973. С. 193.
- [27] Brando, M. "Development of a relaxation calorimeter for temperatures between 0.05 and 4 K." *Review of Scientific Instruments* 80.9 (2009): 095112.
- [28] Singh, V., et al. "Heat Capacity Setup for Superconducting Bolometer Absorbers below 400 mK." *Journal of Low Temperature Physics* 175.3-4 (2014): 604-613.
- [29] Volokitin, Ya E., R. C. Thiel, and L. J. De Jongh. "Heat capacity of thick-film resistor thermometers and pure RuO<sub>2</sub> at low temperatures." *Cryogenics* 34.9 (1994): 771-773.
- [30] Dixon, M., et al. "The low temperature specific heats of some pure metals (Cu, Ag, Pt, Al, Ni Fe Co)." *Proceedings of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*. Vol. 285. No. 1403. The Royal Society, 1965.
- [31] Rayne, John A. "Heat Capacity of Palladium below 4.2 K." *Physical Review* 107.3 (1957): 669.
- [32] Stephens, Richard B. "Intrinsic low-temperature thermal properties of glasses." *Physical Review B* 13.2 (1976): 852.
- [33] Brewer, D. F., et al. "A simple helium-3 cryostat and the specific heats of nylon and an epoxy resin below 4ч 2 K." *Cryogenics* 6.1 (1966): 49-51.
- [34] Kolek, A., et al. "Low-frequency 1/f noise of RuO<sub>2</sub>-glass thick resistive films." *Journal of Applied Physics* 102.10 (2007): 103718-103718.
- [35] Братман В.Л., Литвак А.Г., Суворов Е.В. Освоение терагерцового диапазона: источники и приложения. УФН. август 2011 г. Том 181 №8