



# VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

## FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH TECHNOLOGIÍ

FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND COMMUNICATION

## ÚSTAV MIKROELEKTRONIKY

DEPARTMENT OF MICROELECTRONICS

## ELEKTRICKÉ VLASTNOSTI TLUSTOVRSTVÝCH PAST MĚŘENÉ V ŠIROKÉM ROZSAHU TEPLŮT

ELECTRICAL PROPERTIES OF THICK FILM PASTES MEASURED IN A WIDE TEMPERATURE RANGE

### DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

### AUTOR PRÁCE

AUTHOR

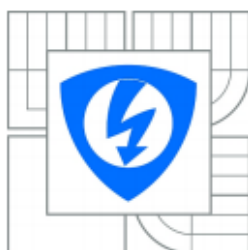
Bc. Jiří Gajdoš

### VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Michal Řezníček, Ph.D.

BRNO 2016



VYSOKÉ UČENÍ  
TECHNICKÉ V BRNĚ

Fakulta elektrotechniky  
a komunikačních technologií

Ústav mikroelektroniky

# Diplomová práce

magisterský navazující studijní obor  
Mikroelektronika

**Student:** Bc. Jiří Gajdoš  
**Ročník:** 2

**ID:** 125140  
**Akademický rok:** 2015/2016

## NÁZEV TÉMATU:

**Elektrické vlastnosti tlustovrstvých past měřené v širokém rozsahu teplot**

## POKYNY PRO VYPRACOVÁNÍ:

Nastudujte problematiku měření elektrických vlastností tlustovrstvých past. V práci popište vlastnosti a rozdíly u cermetových past. Seznamte se s funkcí a ovládním příslušné měřicí (kryo) aparatury. Na základě získaných informací a návrhu testovací struktury proveďte realizaci testovacího motivu na keramickém substrátu. Provéřte elektrickou vodivost a teplotní závislost vybraných tlustovrstvých odporových past v co nejširším teplotním rozsahu použité (kryo) aparatury.

## DOPORUČENÁ LITERATURA:

Podle pokynů vedoucího práce

**Termín zadání:** 8.2.2016

**Termín odevzdání:** 26.5.2016

**Vedoucí práce:** Ing. Michal Řezníček, Ph.D.

**Konzultanti diplomové práce:**

**doc. Ing. Lukáš Fucik, Ph.D.**

*Předseda oborové rady*

## UPOZORNĚNÍ:

Autor diplomové práce nesmí při vytváření diplomové práce porušit autorská práva třetích osob, zejména nesmí zasahovat nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a musí si být plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení části druhé, hlavy VI. díl 4 Trestního zákoníku č.40/2009 Sb.

# Abstrakt

Cílem této diplomové práce je prověřit elektrické vlastnosti různých tlustovrstvých odporových past v širším intervalu teplot. Práce se především zaměřuje na změnu elektrického odporu v závislosti na teplotách, které zasahují i do kryogenní oblasti. Pro dosažení tohoto cíle je zde uveden přehled vlastností tlustovrstvé technologie, její základní technologické postupy, dále jsou zde uvedeny principy vodivosti odporových past, metody měření elektrického odporu, možné chyby při měření a způsoby jejich minimalizace. Obsahem práce je také seznámení s vlastnostmi kryogenní stanice, na jejichž základech byl navrhnout postup měření a vytvořeny tlustovrstvé obvody umožňující měření v této stanici. Po provedení měření, které proběhlo v intervalu 10 K až 350 K, jsou zde následně vyhodnoceny získaná data a vysvětleny možné principy vodivosti použitých odporových past.

# Abstract

The aim of this master's thesis is to investigate the electrical properties of various thick-film resistor pastes in a wider temperature range. The thesis mainly focuses on a change in electrical resistance depending on temperatures, which extend to the cryogenic region. To achieve this, there is an overview of the thick-film technology properties, major technological procedures, principles of resistive pastes conductivity, methods of electrical resistance measuring, possible errors in measurement and methods of their minimization. The content of this work is also familiar with the characteristics of a cryogenic station, on this foundation was proposed the measurement procedure and created thick-film circuits for this station. After measurement in the interval 10 K to 350 K, there are subsequently evaluated the data and explains the principles of the conductivity of used pastes.

# Klíčová slova

Tlustá vrstva, tlustovrstvá technologie, tlustovrstvé pasty, hybridní integrované obvody, síťotisk, teplotní závislost tlustých vrstev, vrstevový odpor, kryogenní teploty, vodivost tlusté vrstvy.

# Keywords

Thick-film, thick-film technology, thick-film inks, hybrid integrated circuit, screen printing, thick film temperature influence, sheet resistance, cryogenic temperature, thick-film conduction.

GAJDOŠ, J. *Elektrické vlastnosti tlustovrstvých past měřené v širokém rozsahu teplot*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2016. 56 s (9 příl.). Vedoucí diplomové práce Ing. Michal Řezníček, Ph.D.

## Prohlášení

Prohlašuji, že diplomovou práci na téma „**Elektrické vlastnosti tlustovrstvých past měřené v širokém rozsahu teplot**“ jsem vypracoval samostatně pod vedením vedoucího diplomové práce a s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury na konci práce.

Jako autor uvedené diplomové práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této diplomové práce jsem neporušil autorská práva třetích osob, zejména jsem nezasáhl nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a/nebo majetkových a jsem si plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících zákona č. 121/2000 Sb., o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon), ve znění pozdějších předpisů, včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení části druhé, hlavy VI. díl 4 Trestního zákoníku č. 40/2009 Sb.

V Brně dne .....

.....  
podpis autora

## Poděkování

Děkuji vedoucímu diplomové práce Ing. Michalu Řezníčkovi Ph. D. a Ing. Jaroslavu Jankovskému za účinnou metodickou, pedagogickou a odbornou pomoc a další cenné rady při zpracování diplomové práce.

Tato diplomová práce vznikla za podpory Sdílených laboratoří STI Nano – Středoevropský Technologický Institut.

Experimentální část této diplomové práce byla realizována na výzkumné infrastruktuře  
vybudované v rámci projektu CZ.1.05/2.1.00/03.0072

**Centrum senzorických, informačních a komunikačních systémů (SIX)**  
operačního programu Výzkum a vývoj pro inovace.

# Obsah

1	Seznámení s tlustovrstvou technologií .....	2
1.1	Substrát .....	2
1.2	Depozice tlustých vrstev .....	3
1.2.1	Sítotisk .....	3
1.2.2	Šablonový tisk .....	3
1.2.3	Writing .....	4
1.2.4	Jetting .....	4
1.3	Výpal tlustých vrstev .....	4
1.4	Tlustovrstvé pasty .....	5
1.4.1	Odporové pasty .....	6
1.4.2	Vodivé pasty .....	6
1.4.3	Dielektrické pasty .....	7
1.4.4	Speciální pasty .....	8
2	Vlastnosti tlustovrstvých odporových past .....	9
2.1	Odporové systémy na bázi paladia .....	9
2.2	Odporové systémy na bázi ruthenia .....	10
2.3	Mechanismus vodivosti odporových past .....	11
2.3.1	Perkolační teorie .....	11
2.3.2	Vliv teploty na vodivost odporových past .....	13
3	Metody měření tlustovrstvých rezistorů .....	17
3.1	Výpočet vrstevového odporu .....	17
3.1.1	Dostavování hodnot rezistorů .....	18
3.2	Dvou vodičová měřicí metoda .....	19
3.3	Čtyřvodičova (Kelvinova) měřicí metoda .....	19
3.4	Čtyřbodová měřicí metoda .....	20
3.5	Potencionální chyby při měření a jejich omezení .....	21
3.5.1	Minimalizace chyb při měření napětí .....	21
3.5.2	Minimalizace chyb při měření elektrického odporu .....	22
4	Návrh experimentu .....	25
4.1	Kryogenní stanice CRX-EM-HF .....	25
4.2	Návrh tlustovrstvé struktury .....	28
4.2.1	Návrhová pravidla .....	28

4.2.2	Návrh odporového monitoru .....	29
5	Provedení experimentu.....	31
5.1	Realizace testovacího odporového monitoru .....	31
5.1.1	Tlustovrstvé pasty.....	31
5.1.2	Vytvoření motivů na síta .....	32
5.1.3	Tisk jednotlivých vrstev .....	33
5.1.4	Výpal tlustovrstvých past .....	34
5.2	Vyhodnocení odporových monitorů. ....	35
5.3	Měření v kryogenní stanici .....	37
5.3.1	Použitá měřicí metoda .....	37
5.3.2	Použité měřicí přístroje.....	40
5.3.3	Postup měření .....	41
5.4	Výsledky měření .....	44
6	Závěr.....	51
	Seznam literatury .....	53
	Seznam symbolů, veličin a zkratk.....	55
	Seznam příloh .....	56

## Seznam obrázků

Obr. 1	Základní sled operací při realizaci tlustovrstvé struktury [2].....	2
Obr. 2	Princip sítotisku [4] .....	3
Obr. 3	Typický teplotní profil pro výpal ve čtyř-zónové peci [2] .....	5
Obr. 4	Závislost viskozity pasty na tlaku [2].....	5
Obr. 5	TCR pro statické odporové systémy na bázi Pd [1] .....	10
Obr. 6	TCR pro odporové systémy na bázi Ru [1].....	10
Obr. 7	Závislost koncentrace vodivé fáze na vrstevném odporu [7].....	11
Obr. 8	Perkolační princip dvoudimenzionálního systému [8].....	12
Obr. 9	Částice RuO <sub>2</sub> ve skelné fritě[8] .....	13
Obr. 10	Teplotní závislost vrstevného odporu pro pasty různých odporových řad [11].....	14
Obr. 11	Obecná závislost rezistivity kovů na teplotě [12] .....	15
Obr. 12	Závislost rezistivity dopovaného polovodiče na teplotě [14].....	16
Obr. 13	Rozměry ideálního tlustovrstvého rezistoru.....	17
Obr. 14	Poměry stran tlustovrstvého rezistoru .....	18
Obr. 15	Trimovaný rezistor .....	18
Obr. 16	Dvouvodičová metoda měření.....	19
Obr. 17	Kelvinova měřicí metoda .....	19
Obr. 18	Čtyřbodová měřicí metoda .....	20



Obr. 19	Vznik chyby nevhodným uzemněním [18]	22
Obr. 20	Potlačení termoelektrického napětí reverzací proudu	23
Obr. 21	Kryogenní stanice CRX-EM-HF [17]	26
Obr. 22	Části kryogenní komory [17]	27
Obr. 23	Sonda ZN50R [17]	28
Obr. 24	Kritické hodnoty rozměrů rezistoru [2]	29
Obr. 25	Návrh odporového monitoru	29
Obr. 26	Sítotiskový poloautomat AUREL mod. C880 [19]	33
Obr. 27	Vypalovací profil	34
Obr. 28	Rozdělený substrát č. 4	37
Obr. 29	Blokové schéma zapojení měření	38
Obr. 30	Softwarové vládání CRX-EM-HF	38
Obr. 31	Princip DELTA měření [20]	39
Obr. 32	Umístění vzorku na základnu	41
Obr. 33	Pohled shora na rozložení prvků v kryokomře	42
Obr. 34	Kontaktování odporového monitoru	43
Obr. 35	Závislost R na T pasty s $R_v = 1 \text{ k}\Omega/\square$	44
Obr. 36	Stabilizace teploty	45
Obr. 37	Závislost R na T pasty s $R_v = 10 \text{ k}\Omega/\square$	45
Obr. 38	Závislost R na T pasty s $R_v = 100 \text{ k}\Omega/\square$	46
Obr. 39	Závislost R na T pasty s $R_v = 1 \text{ M}\Omega/\square$	46
Obr. 40	Srovnání výsledků závislostí substrátu 2C	48
Obr. 41	TCE materiálů tlustovrstvého rezistoru [24]	50

## Seznam tabulek

Tab. 1	Vlastnosti keramických substrátů [3]	3
Tab. 2	Základní parametry dielektrických past [4]	8
Tab. 3	Typická zastoupení složek v tlustovrstvé pastě [1]	9
Tab. 4	Základní vlastnosti kryogenní stanice CRX-EM-HF [17]	25
Tab. 5	Maximální výchylky sond	27
Tab. 6	Návrh hodnot jednotlivých odporů	30
Tab. 7	Použité tlustovrstvé pasty	31
Tab. 8	Parametry kapilárního fotocitlivého filmu Capillex CP	32
Tab. 9	Substrát č. 1	35
Tab. 10	Substrát č. 2	35
Tab. 11	Substrát č. 3	35
Tab. 12	Substrát č. 4	36
Tab. 13	Substrát č. 5	36
Tab. 14	Statistické hodnoty rezistorů	36
Tab. 15	Vlastnosti Keithley 6221 [20]	40
Tab. 16	Vlastnosti Keithley 2182A [21]	41
Tab. 17	Hodnoty měřicích proudů	43
Tab. 18	Hodnoty TCR	49

# Úvod

Tlustovrstvá technologie vznikala pro potřeby armády již v období druhé světové války, kde vznikl požadavek na miniaturizaci některých elektronických částí. Vznikly tak vodivé pasty na bázi stříbra a odporové pasty na bázi uhlíku, které se nanášely na keramický substrát. Obvody vytvořené touto metodou tvořily v té době jen základní pasivní sítě. Díky vyšší spolehlivosti a nízkým výrobním nákladům, oproti obvodům s diskretními součástkami, se tato technologie dostala do komerční sféry a dále se velice rozvíjela. S příchodem polovodičové technologie bylo předpovídáno, že veškerá výroba elektronických obvodů bude nahrazena touto novou metodou. I když polovodičová technologie na určitou dobu zastínila tlustovrstvé obvody, nicméně brzy bylo zjevné, že polovodičové obvody nedokáží pokrýt veškeré požadavky kladené na elektronické obvody, mezi které patří zejména velikost napětí, proudu, rychlost, cena výroby a také práce v nepříznivých podmínkách.

Výhodou materiálů pro tlustovrstvé technologie je především velký rozsah hodnot odporových past, jejich stabilita a malý teplotní koeficient odporu. Dalším vývojem této technologie bylo získáno výrazného zlepšení v oblasti dielektrických materiálů pro tlustovrstvé kapacitory nebo pro mezivrstvou izolaci. Bylo dosaženo vyššího rozlišení tisknutých motivů a díky tomu také možnost zakomponování polovodičových čipů přímo na tlustovrstvý obvod. Vznikly tak známé hybridní integrované obvody s vysokou hustotou zástavby.

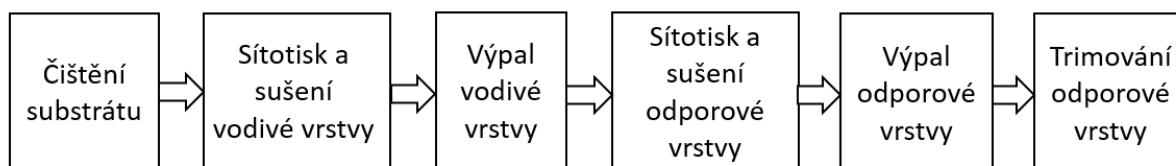
Ačkoliv tlustovrstvá technologie prošla dlouhým vývojem, je dnes jen s malými obměnami totožná jako v době jejího vzniku. Současná tlustovrstvá technologie stále využívá veškerých již zmiňovaných předností a vznikly také další oblasti jejího využití. Jde např. o technologii LTCC (Low temperature Co-fired Ceramic) neboli nízkoteplotní souběžně vypalovaná keramická fólie, která nachází své uplatnění především v mikrovlnných aplikacích. Další oblastí využití jsou různé vyhřívací články a elementy, které díky tlustovrstvé technologii dosahují vysokých teplot a výkonů při zachování malých a jednoduchých rozměrů. Nezanedbatelnou oblastí jsou také senzorické aplikace, které vyžadují tepelně, chemicky a mechanicky odolné materiály, které tlusté vrstvy mohou nabídnout.

Technologie tlustých vrstev je alternativou ke klasické technologii výroby desek plošných spojů. Používá se všude tam, kde jsou kladeny vysoké nároky na dlouhou životnost, tepelnou odolnost, mechanickou pevnost, tepelnou vodivost, elektrickou pevnost, malé dielektrické ztráty, atd. Tato technologie tak nalézá velké uplatnění všude tam, kde působí agresivní prostředí a kde klasické materiály jako FR4 selhávají. Aplikace této technologie lze nalézt např. ve strojírenském, automobilovém a kosmickém průmyslu, biomedicíně, mikroskopii a dalších odvětvích, kde mohou být také vystaveny velmi vysokým nebo velmi nízkým teplotám. Výrobci většinou udávají u svých past závislost odporu v rozmezí  $-55\text{ }^{\circ}\text{C}$  do  $125\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Většina aplikací uvedených rozmezí může vyhovovat, ale existují i aplikace, kde je vyžadována práce mimo tento rozsah a jsou zároveň požadovány výhodné vlastnosti tlustovrstvých obvodů. Může jít např. o senzory teploty v kryogenních aparaturách, kde se teplota pohybuje v blízkosti absolutní nuly nebo i senzory pracující v rozsahu teplot, který převyšuje výše zmíněný rozsah. Cílem této diplomové práce je tedy prozkoumat a vyhodnotit elektrické vlastnosti tlustovrstvých odporových past, které mohou být použity v aplikacích, kde je předpoklad působení nestandardní teploty.

# 1 Seznámení s tlustovrstvou technologií

Název tlustá vrstva představuje technologii, kterou je vytvořen elektronický obvod pomocí materiálů ve formě past. Tyto pasty jsou naneseny na keramický substrát v definovaných vrstvách tak, aby vytvořily síť pasivních součástek a propojení, které ve výsledku tvoří elektronický obvod. Pasty jsou obvykle naneseny pomocí sítotisku a poté vypáleny. Po procesu výpalu dosáhne vytvořený celek charakteristické vlastnosti tlustovrstvých obvodů. Tloušťka tlustovrstvých obvodů se pohybuje řádově v desítkách  $\mu\text{m}$ . Pokud je obvod osazen aktivními prvky (např. tranzistory), jde o hybridní integrovaný obvod [1].

Typický sled operací při výrobě tlustovrstvého obvodu je znázorněn na obr. 1. V případě nanášení více druhů odporových past nebo při vytváření vícevrstvých struktur se operace sítotisku může několikrát opakovat [2].



**Obr. 1** Základní sled operací při realizaci tlustovrstvé struktury [2]

## 1.1 Substrát

Substrát představuje základní materiál, na kterém je vytvořen tlustovrstvý obvod. Vzhledem ke specifickým vlastnostem materiálů, které jsou dále aplikovány na povrch substrátu, může lepší pochopení a uplatňování vlastností substrátu vést ke zlepšení spolehlivosti obvodu jako celku. Díky svým vlastnostem se jako základní materiál pro výrobu substrátů pro tlustovrstvé obvody používá keramika. Je to díky její mechanické pevnosti, vysokému elektrickému odporu, vysoké elektrické pevnosti, chemické odolnosti, velké tepelné vodivosti a dobrými dielektrickými vlastnostmi. Především je ale důležitou vlastností schopnost keramiky odolávat teplotám za hranicí  $1\ 000\ ^\circ\text{C}$ , protože tlustovrstvé pasty jsou vypalovány právě při teplotách blízkým výše zmiňované teplotě [1].

Nejnámějším materiálem používaným v elektronice je korundová keramika  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Používá se jako nosný substrát pro tlusté i tenké vrstvy. Dalším typem keramiky je oxid berylnatý  $\text{BeO}$ , který se dnes používá jen zřídka z důvodů jeho toxicity. Uplatnění má v aplikacích, kde můžeme využít jeho vysokou tepelnou vodivost. V dnešní době je  $\text{BeO}$  nahrazen nitridem hliníku  $\text{AlN}$ , který se svou tepelnou vodivostí velice přibližuje  $\text{BeO}$ . Díky koeficientu teplotní roztažnosti  $\text{AlN}$ , který je podobný s křemíkem, máme také možnost přímého připojení čipů na substrát. Z hlediska tepelné vodivosti lze keramické materiály srovnat s tepelnou vodivostí kovů. Další vlastnosti keramik jsou uvedeny v tabulce 1. Speciální druh keramiky tvoří LTCC. Jde o nízkoteplotně vypalovatelnou keramiku, která je z 15% tvořena organickou složkou, 40%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  a 45%  $\text{SiO}_2$ . Z tabulky 1 také vidíme její odlišné vlastnosti od ostatních druhů keramik [3].

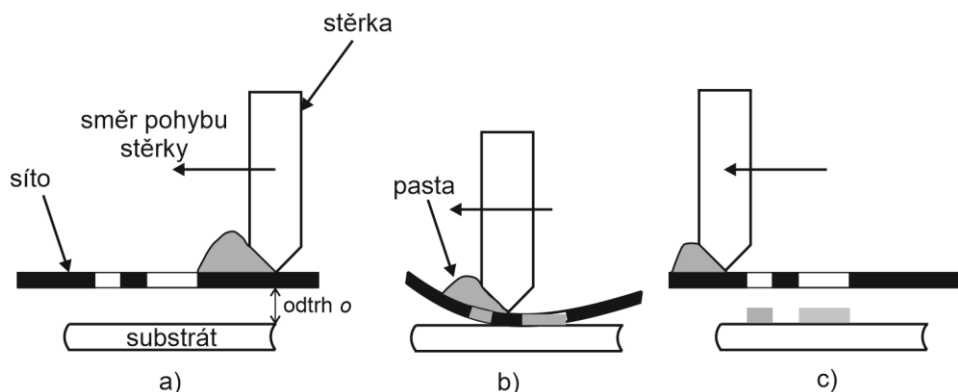
**Tab. 1** Vlastnosti keramických substrátů [3]

	AlN	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	BeO	LTCC
Tepelná vodivost $\lambda$ [W·m <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> ]	140 – 170	10 – 35	150 – 250	2 – 4
Koeficient tepelné roztlačnosti TCE [10 <sup>-6</sup> ·K <sup>-1</sup> ]	2,65	5,5	5,4	4,3
Průrazné napětí E <sub>p</sub> [kV·mm <sup>-1</sup> ]	15	>10	10	8,5
Relativní permitivita $\epsilon_r$ (1 MHz) [-]	8,9	9,7	6,7	1,5 – 8
Pevnost R <sub>m</sub> [MPa]	450	400	240	190

## 1.2 Depozice tlustých vrstev

### 1.2.1 Sítotisk

Sítotisk je nejznámější způsob vytváření tlustovrstvých elektronických obvodů. V principu jde o protlačení viskózní pasty přes síto na substrát. Síto je napnuto v kovovém rámečku a fotocestou je na něm vytvořen požadovaný motiv. Substrát je umístěn v definované vzdálenosti od síta (tzv. odtrh). Postup nanesení pasty znázorňuje obr. 2 [4].



**Obr. 2** Princip sítotisku [4]

### 1.2.2 Šablonový tisk

Tento způsob nanesení past je podobný sítotisku, rozdíl je v provedení šablony. Šablona je vytvořena z pevného materiálu, kterým často bývá ocelová nebo bronzová planžeta. Šablona se přiloží přímo na substrát (není zde žádný odtrh), pohybem stěrky dojde k protlačení pasty skrz šablonu na substrát a poté dochází k mechanickému odtrhu šablony. Tloušťka nanesené vrstvy je dána tloušťkou použité šablony [5].

### 1.2.3 Writing

Principem je nanesení pasty pomocí dispenzeru, jehož hrot není v přímém dotyku se substrátem. Pohyb dispenzeru je možný ve třech osách a je řízen pomocí řídicí jednotky. Při dávkování kapalina zůstává na špičce hrotu a poté je teprve aplikována na substrát. Adheze a povrchové napětí substrátu způsobují uchycení pasty na substrát, avšak předtím, než se jehla posune do další pozice, musí nastat zřetelný pohyb v ose z [6].

### 1.2.4 Jetting

Principem je vytlačování pasty přes trysku velmi rychlou frekvencí. Pro uvolnění pasty z trysky se využívá její hybnosti a pasta tak tryská na substrát. Tryskáním jednotlivých bodů ve velice malé vzdálenosti od sebe vznikají čáry, které ve výsledku tvoří požadovaný motiv. Obvyklá frekvence tryskání je 100 až 200 Hz nebo při krátkých periodách až 1 000 Hz. Dochází k podobnému nanášení materiálu, jako při tisku [6].

## 1.3 Výpal tlustých vrstev

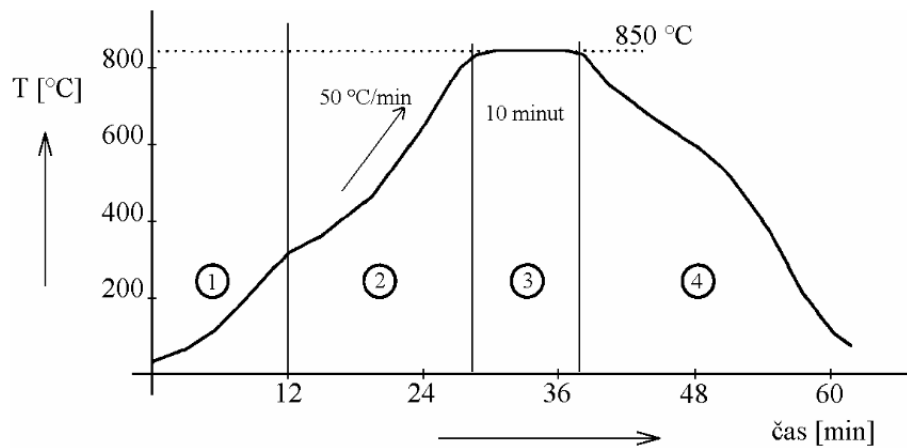
Výpal tlustovrstvého obvodu je komplexní proces. V první fázi dochází k odpaření organických pojiv a rozpouštědel, v další fázi oxidují nebo redukují kovové částice, kdy pasty dosahují svých požadovaných vlastností (hodnota vrstevového odporu, teplotní koeficient, napěťový koeficient), dále dochází ke slinování sklených frit, které zabezpečují přilnutí pasty k povrchu substrátu a ochranu kovových částic a poslední fáze zahrnuje kontrolované chladnutí na okolní teplotu [1].

Po procesu sítotisku lze spatřit na vytisknutých motivech různé nerovnosti nebo malé defekty. Je tedy nutné zabezpečit před samotným výpalem prodlevu, během které dojde k vyrovnání těchto nepřesností. Délka prodlevy závisí na použité pastě a na její viskozitě, ale většinou se pohybuje od 5 do 20 min. [1].

Poslední operací před výpalem je vystavení obvodu teplotě 100 až 150 °C po dobu 5 až 15 min. Dojde k odstranění těkavých organických ředidel a k celkovému vysušení obvodu. Takto zpracovaný obvod je připraven na nanesení další vrstvy, nebo na samotný výpal [1].

Příklad teplotního profilu pro výpal tlustovrstvého obvodu je na obr. 3. Profil je rozdělen do čtyř zón:

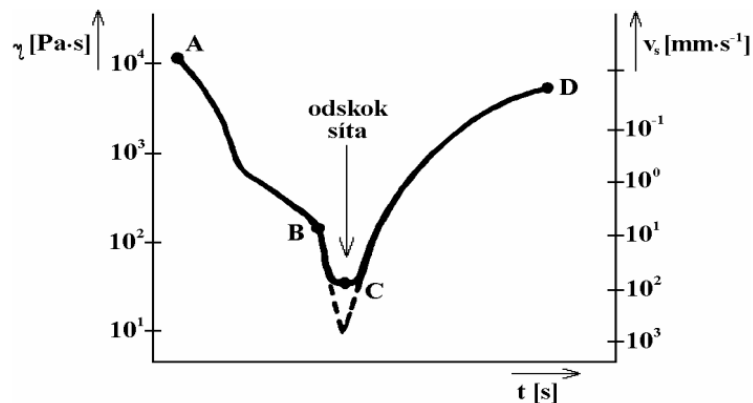
- 1) **Sušení** - teplota se pohybuje od 70 °C do 150 °C od 15 do 30 min. Dochází k odpaření organických těkavých ředidel. Tloušťka vrstvy po sušení má být kolem 25 μm.
- 2) **Předehřev** – teplota kolem 350 °C, dochází k odpaření zbylých stop organických rozpouštědel, vyhořívá filmtvorný materiál.
- 3) **Výpal** – teplota 850 °C, začíná tvorba slitin a slinování funkčních složek pasty, probíhají důležité chemické reakce ovlivňující výsledné vlastnosti pasty.
- 4) **Chlazení** – dochází k ochlazení postupně až na teplotu okolí, tuhne roztavená skelná fáze [4].



Obr. 3 Typický teplotní profil pro výpal ve čtyř-zónové peci [2]

## 1.4 Tlustovrstvé pasty

Tlustovrstvé pasty představují systém s více složkami s různými chemickými a fyzikálními vlastnostmi. Charakteristickou vlastností past je jejich viskozita, se kterou jsou spojeny jejich dobré tixotropní vlastnosti (viskozita se mění v závislosti na mechanickém tlaku). Závislost viskozity na tlaku je uvedena na obr. 4. Přesun pasty na substrát při sítotisku dochází v bodě C, který představuje nejnižší hodnotu viskozity. [2].



Obr. 4 Závislost viskozity pasty na tlaku [2]

Tlustovrstvé pasty se skládají ze tří základních složek [2]:

**a) Funkční složka**

Funkční složka určuje charakter pasty. Vodivé pasty jsou složeny z částic drahých kovů, izolační pasty ze skelných frit a dielektrických částic. Funkční složka u odporových past může tvořit směs drahých kovů (např. PdAg) nebo oxidy (např. RuO<sub>2</sub>). Velikost částic je řádově v μm a musí být menší než velikost ok použitého síta.

**b) Tavnivá složka**

Tvoří ji skelná frit z nízko tavného skla (s teplotou tavení od 600 °C), která vytváří vazby mezi funkční složkou a substrátem. Některé pasty obsahují oxidovou vazbu, která je vytvořena přidáním kovu (např. 4% Cu do Au). Při výpalu pasty potom musí dojít k měknutí (nesmí dojít k roztavení), aby vznikla nosná matrice pro funkční složku.

**c) Pojivová složka**

Zajišťuje viskozitu pasty a tím i její tiskové vlastnosti. Tato složka nemá vliv na konečné vlastnosti vrstevného obvodu, protože se v průběhu výpalu odpaří. Pojivová složka je tvořena z organických látek (např. terpineol, butyldiglykolacetát).

### 1.4.1 Odporové pasty

Materiály pro výrobu tlustovrstvých obvodů mohou být klasifikovány na organometalické (resinátové) a cermetové (kovové částice ve skelné fritě). Tato práce se dále zabývá jen cermetovými pastami.

Název cermet se obvykle používá pro materiály, které jsou složeny z odporové složky (popř. vodivé), slinuté v jeden celek sklovitým, nevodivým pojivem. Odporové složky tvoří oxidy nebo oxidové slitiny jako je indium, thallium, ruthenium, palladium, wolfram, osmium, iridium a rhodium, nebo je tvoří také drahé kovy jako je zlato, stříbro, platina, paladium a jejich slitiny. Do některých past jsou také přidávány modifikátory teplotního koeficientu odporu TCR, jako je zinek, mangan, bismut a oxid niklu. Veškeré výše zmíněné materiály jsou ve formě malých částic s rozměry od 0,2 do 2 μm a představují funkční složku odporových past [1].

Mezi požadavky kladené na odporové pasty patří zejména široký rozsah rezistivity, stabilní vlastnosti při vysokých teplotách, nízké hodnoty TCR a VCR, nízký šum a kompatibilita s vodivými pastami.

### 1.4.2 Vodivé pasty

Vodivé pasty tvoří největší podíl materiálu při výrobě typického tlustovrstvého obvodu a jsou od nich požadovány velice komplexní elektrické, fyzikální a chemické vlastnosti. Vodivé pasty jsou vytvořeny z velkého spektra materiálů, protože jejich použití v tlustovrstvých obvodech je velice široké a každá oblast vyžaduje své specifické vlastnosti [1].

Vodivé pasty zastávají nejčastěji tyto funkce [1]:

- Vodivé propojení obvodu, jde o nejzákladnější aplikaci vodivé pasty.
- Pájecí plošky pro připojení k ostatním obvodům, nebo pro připojení diskretních součástek.
- Terminály pro tlustovrstvé rezistory, kde je především vyžadován nízko-omický kontakt s odporovým materiálem a také malá difúze vodivých částic do rezistoru.

- Překřížené propojení, kde je vyžadováno zabránění difúze do dielektrické vrstvy a dobrá adheze na nanášenou vrstvu.
- Elektrody kondenzátoru, zde je požadováno, aby elektroda tvořená vodivou pastou nijak neovlivňovala dielektrickou konstantu izolační vrstvy.
- Plocha pro připojení čipu, kde tato plocha musí poskytnout dobrou adhezi se samostatným čipem i substrátem.
- Nízko odporové rezistory.

Funkční složku vodivých past tvoří prášek z drahých kovů nebo z jejich slitin (AgPd, AuPd, AuPt, Au). Teplota při výpalu vodivých past se pohybuje v rozmezí od 760 °C do 1 000 °C. Konečnou vlastnost pasty určuje druhý kov obsažený ve slitině. Slitiny AuPd a AuPt snášejí vícenásobné pájení a rozpustnost těchto slitin v cínu je malá. Jsou ale dražší a jejich vodivost oproti AgPd je menší. Vrstvy z čistého Au jsou ideální pro eutektické pájení slitinou Au-Si a termokompresní sváření. Speciálně upravené Au pasty s velikostmi zrn několika  $\mu\text{m}$ , nám umožňují tisk velmi tenkých vrstev s vysokou rozlišovací schopností. U slitiny s Ag druhý kov zabráňuje elektromigraci a snižuje rozpustnost v pájce. Tyto slitiny mají velice dobrou smáčitelnost a jsou charakteristické svou vysokou vodivostí [4].

### 1.4.3 Dielektrické pasty

Dielektrické tlustovrstvé pasty jsou definovány jako vysoko viskózní tixotropní pasty obsahující dielektrické nebo feroelektrické oxidy ve formě prášku a změkčenou skelnou fritu. Tyto složky jsou smíchané s organickým pojidlem, které systému dodává pastovitou konzistenci. Tepelné zpracování je podobné jako u odporových nebo vodivých past [1].

V tlustovrstvé technologii jsou dielektrické pasty zejména použity pro realizaci:

- Kondenzátorů
- Izolace vodivých vrstev
- Ochranné vrstvy tlustovrstvých obvodů
- Pouzdření

Tlustovrstvé kondenzátory jsou tvořeny tak, že první je nanese na spodní elektroda pomocí vodivé pasty, na ní je nanese dielektrická vrstva tvořící dielektrikum a na ní opět vytvořena elektroda. Funkční složka kondenzátorů je tvořena z materiálů stejných jako u keramických kondenzátorů. Jsou to feroelektrické sloučeniny nebo iontově krystalické sloučeniny perovskitové.

Dielektrická izolace poskytuje dobrou ochranu mezi vodivými vrstvami a dovolují vytvořit vícevrstvé tlustovrstvé obvody. Vyznačuje se minimální permitivitou pro potlačení parazitních kapacit, vysokým izolačním odporem a elektrickou pevností.

Ochranné vrstvy poskytují ochranu obvodům před nepříznivými vnějšími vlivy. Vyznačuje se vysokou hodnotou měrného odporu, nízkou hodnotou permitivity a malým ztrátovým činitelem. Aby nedocházelo k ovlivnění kryté vrstvy, hodnota výpalu musí být malá (okolo 500 °C). Proto je tato vrstva aplikována jako poslední [7].

Základní vlastnosti dielektrických past jsou shrnuty v následující tab. 2.



**Tab. 2** Základní parametry dielektrických past [4]

Parametr	Jednotka	Sklovina jednoduchá	Sklovina rekrytalizační	Sklo- keramika
Tloušťka vrstvy	μm	37 – 50	37 – 50	37 – 50
Relativní permitivita $\epsilon_r$ (1 MHz)	-	6 – 9	10 – 20	11
Činitel jakosti Q (1 kHz)	-	500	1000	-
Ztrátový činitel tg $\delta$ (1 kHz)	-	0,005	0,005	0,005
Izolační odpor U = 100 V	$\Omega$	$10^{11}$	$10^{11}$	$10^{13}$
Elektrická pevnost $E_d$	kV·mm <sup>-1</sup>	8,5	11	20
Vypalovací teplota	°C	875	850	850
Doby výpalu	min.	60	60	45

#### 1.4.4 Speciální pasty

Tento druh past obsahuje příměs, která je pro pastu charakteristická a udává její výsledné vlastnosti. Použití těchto odporových past je především v oblasti senzorů a mohou být členěny na tyto skupiny [9]:

- Termorezistivní (oxidy Mn, Co, Ni, Fe, Ti, Zn, Mg, Cr, Li pro NTC termistor, BaTiO<sub>3</sub>, TiO<sub>2</sub>, VO<sub>2</sub>, V<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pro PTC termistor)
- Magnetorezistivní (na bázi Ni)
- Feromagnetické
- Pyroelektrické (na bázi LiTaO<sub>3</sub> a polymerní)
- Piezorezistivní (cermetové SiC, AlAs, RuO<sub>2</sub>)
- Piezoelektrické (BaTiO<sub>3</sub>, piezoelektrické polymery)
- Citlivé na vlhkost (polymerní sloučeniny, cermetové pasty)
- Chemicky citlivé (polovodičové oxidy kovů, polyelektrolyty, pevné elektrolyty ZrO<sub>2</sub>)
- Bio-citlivé (polymerní lože s receptorovými částicemi)

## 2 Vlastnosti tlustovrstvých odporových past

Materiály, které po výpalu tvoří stabilní vodivé nebo polovodivé sloučeniny a mohou být použity v odporové pastě jako funkční složka, jsou zlato, stříbro, platina, ruthenium, paladium, iridium, rhodium a osmium. Z těchto vyjmenovaných kovů ale nelze použít zlato, stříbro a platinu ve formě čistých kovů, protože vykazují vrstevný odpor menší než  $2 \Omega/\square$  při tloušťce vrstvy větší než  $8 \mu\text{m}$ . Iridium a rhodium je zase velice drahé a osmium velice vzácné. Přestože vodivá fáze odporových systémů může obsahovat několik elementů zahrnující kovy a jejich slitiny nebo oxidy kovů, největší zastoupení v používaných pastách představují slitiny paladia, ruthenium, iridia a jejich oxidy. Výběr těchto prvků je založen na jejich dostupnosti a aplikačních možnostech [1].

Tavivová nevodivá složka odporových past je tvořena skelnou fritou, jejíž složení je především z borosilikátového skla s příměsí olova, bismutu a v některých případech také oxidu zirkonia (pro zvýšení teploty výpalu až na  $1\ 050\ ^\circ\text{C}$ ). Množství a druh příměsí ve skelné fritě rozhoduje o maximální teplotě výpalu odporové pasty. Po výpalu je skelná fritta zformována do malých útvarů, jejichž velikost je v rozmezí od  $0,5$  do  $10 \mu\text{m}$ .

Skelná fritta a vodivé částice nebo oxidy tvoří dvě třetiny hmotnosti nevypálené odporové pasty. Zbylou třetinu tvoří rozpouštědla a látky ovlivňující tiskové vlastnosti past [1]. Typické složení odporové pasty je uvedeno v tabulce 3.

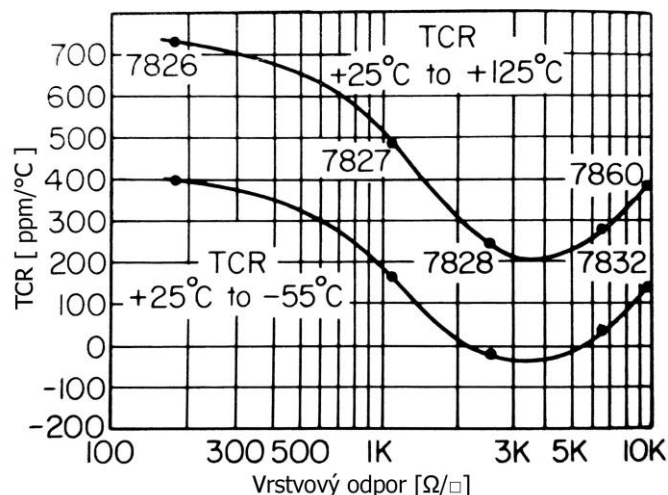
**Tab. 3** Typická zastoupení složek v tlustovrstvé pastě [1]

Složka tlustovrstvé pasty	Hmotnostní zastoupení [ % ]
Kovy nebo oxidy	27
Skelná fritta	40
Pryskyřice	6
Ředidla	26
Povrchově aktivní látky	1

### 2.1 Odporové systémy na bázi paladia

Odporové systémy obsahující hlavní složku paladium můžeme rozdělit na dvě skupiny. První skupina je tvořena oxidem paladia s příměsí stříbra a druhá je tvořena metalickou formou paladia s příměsí stříbra.

Systém z první skupiny je navržen pro teplotu výpalu od  $730\ ^\circ\text{C}$  do  $760\ ^\circ\text{C}$ . Jde o statický systém, protože při výpalu nedochází k chemickým reakcím. TCR se pohybuje v rozmezí od  $-50$  do  $750\ \text{ppm}/^\circ\text{C}$  (obr. 5) a vrstevný odpor se může pohybovat v hodnotách od  $1 \Omega/\square$  do  $5\ \text{M}\Omega/\square$  [1].

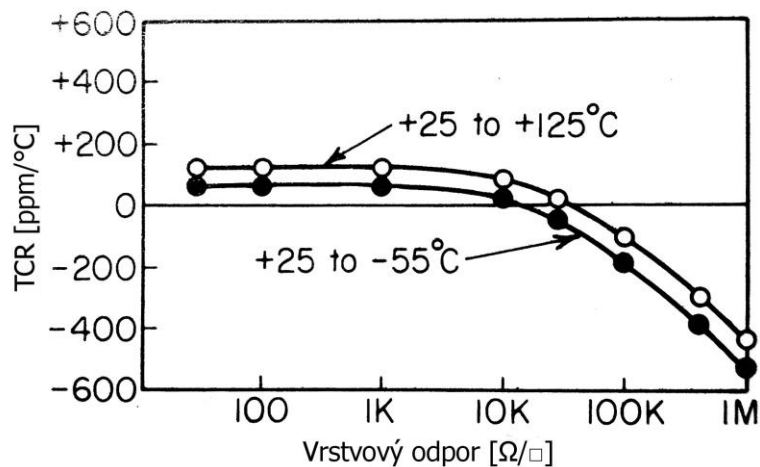


**Obr. 5** TCR pro statické odporové systémy na bázi Pd [1]

Systém z druhé skupiny je klasifikován jako dynamický, protože stanovení hodnoty vrstevového odporu je řízeno oxidací paladia v přítomnosti stříbra při teplotě nad 400 °C. Teplota výpalu se pohybuje od 700 °C do 760 °C [1].

## 2.2 Odporové systémy na bázi ruthenia

Prvek ruthenium se v přírodě vyskytuje velice vzácně, obvykle v doprovodu s dalšími těžkými kovy nebo jako oxid ruthenia v rutilové struktuře. Oxid ruthenia je polovodič, ale TCR je pozitivní, což indikuje kovovou vodivost. Ruthenium je v dnešní době nejběžnější materiál pro výrobu tlustvrstevných odporových systémů. Obecně pasty s obsahem tohoto prvku mají vyšší rozmezí teplot výpalu než Pd-Ag systémy a pohybují se od 800 °C do 950 °C, vrstevový odpor se může pohybovat od 10 Ω/□ do 10 M Ω/□. Příklad závislosti TCR na vrstevném odporu rutheniových past zobrazuje obr. 6. Z obrázku lze vidět, že pro malé hodnoty vrstevového odporu je TCR kladné (množství ruthenia v systému je větší) a pro velké hodnoty vrstevového odporu TCR přechází do záporných hodnot (množství ruthenia v systému je menší.) [1].



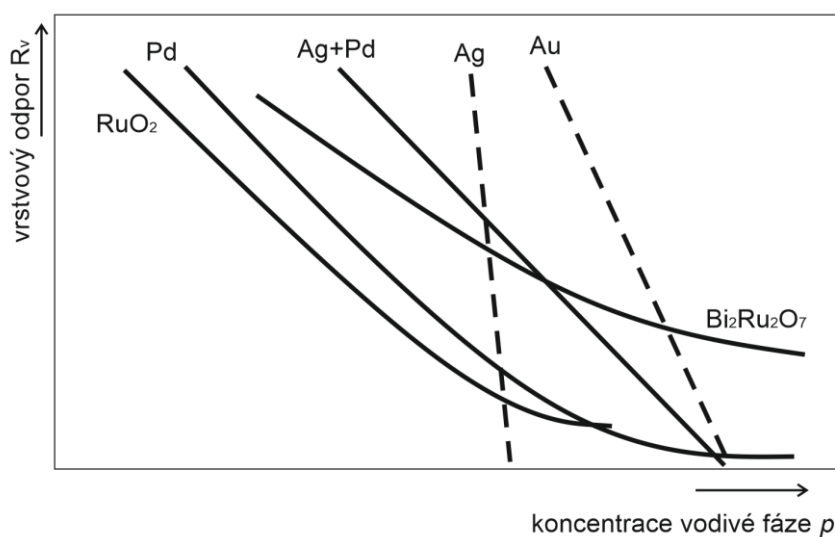
**Obr. 6** TCR pro odporové systémy na bázi Ru [1]

Mezi další, ale už méně rozšířené odporové systémy, můžeme zařadit tlustovrstvé pasty založené na bázi platiny, zlata a iridia. Systémy z uvedených prvků neobsahují jako příměs žádné ruthenium. Jejich teplota výpalu se pohybuje od 930 °C do 1 000 °C a hodnota TCR se může pohybovat od -150 do 50 ppm/°C [1].

## 2.3 Mechanismus vodivosti odporových past

Odporová pasta představuje systém, který je složen ze směsi vodivého a nevodivého materiálu. Vrstvový odpor konkrétního typu odporové pasty  $R_v$  je pak dán koncentrací vodivých částic  $p$  ve skelné fritě. Obecná závislost  $R_v$  na  $p$  je potvrzena několika experimenty, kdy  $R_v$  postupně klesá se zvyšováním  $p$  až do kritické koncentrace vodivých částic  $p_c$ . Nad hodnotou  $p_c$  odpor velice rychle klesá a pak přechází do málo se měnící oblasti. Příklad závislosti je zobrazen na obr. 7. Mezi jednotlivými závislostmi  $R_v$  na  $p$  mohou být odlišnosti. Jde především o hodnotu  $p_c$  a sklon křivky. Tyto odlišnosti jsou samozřejmě dány použitými prvky v odporové pastě, ale dochází k nim i při použití stejného materiálu, kde jsou tyto difference dány zejména způsobem přípravy odporového systému [8].

Směs vodivých a nevodivých částic může být připravena několika způsoby. Nejjednodušší systém představuje směs vodivých a nevodivých částic o stejné velikosti, ale mnohem běžnější systém je směs vodivých částic v nevodivém prostředí. Rozdíl mezi těmito systémy je, že v prvním jsou vodivé částice v těsném kontaktu a v druhém případě nejsou částice nutně v kontaktu, ale jsou odděleny tenkým nevodivým prostředím [8].

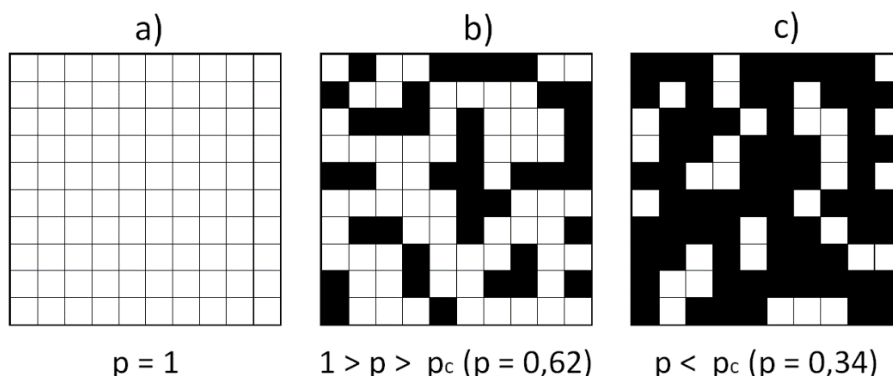


**Obr. 7** Závislost koncentrace vodivé fáze na vrstevném odporu [7]

### 2.3.1 Perkolační teorie

Vodivost tlustovrstvých odporových past lze také popsat pomocí perkolační teorie. Základem perkolační teorie aplikované na odporový systém je, že předpokládá odporovou pastu jako směs vodivých a nevodivých částic rozprostřených na mřížce. Obr. 8 znázorňuje několik diagramů, které si můžeme přestavit jako pohled shora na vodivé krychle položené na horizontálním nevodivém povrchu. Parametr  $p$  představuje zastoupení krychlí na povrchu, kdy  $p = 1$  znamená, že povrch je plně obsazen vodivými krychlemi (obr. 8a) a celý systém má

vodivost stejnou, jako vodivost jedné krychle. V případě diagramu uvedeného na obr. 8b,  $p$  je redukováno na hodnotu  $p = 0,62$ , stále nad perkolačním prahem  $p_c$ , který je v tomto případě roven hodnotě  $p_c = 0,59$ . Nicméně i přes několik prázdných míst na ploše, systém stále vytváří vodivou cestu, která má ale oproti diagramu 8a menší vodivost, protože výsledná proudová dráha je nyní větší. Pro situaci znázorněnou na obr. 8c, hodnota  $p$  byla snížena na  $p = 0,34$  (pod perkolační práh). Neexistuje zde žádná souvislá vodivá cesta a struktura se skládá z izolovaných shluků krychlí. Vodivost systému je tak nulová. Tento vodivostní mechanismus je typický pro dvoudimenzionální perkolační systém a může být použit pro jednoduché vysvětlení principu vodivosti odporových tlustovrstvých systémů [8].



**Obr. 8** Perkolační princip dvoudimenzionálního systému [8]

Obecná struktura odporové pasty je ale složena z vodivých částic a mnohem větších nevodivých částic, které tvoří třídimenzionální systém. Perkolační teorie zde stále platí, ale musí být upřesněna. V tomto případě nejsou vodivé částice v systému náhodně distribuovány, ale dochází k jejich usídlování do mezer mezi většími nevodivými částicemi (obr. 9). Model na obr. 9 tak lépe popisuje skutečný odporový systém tlustovrstvé pasty, protože lépe vyobrazuje nerovnoměrné rozložení částic skelných frit vytvořené jako výsledek roztavení a následného spékání během vypalovacího procesu tlustovrstvých past. Oproti výše zmíněné perkolační teorii je zde perkolační práh vodivých částic daleko menší. Tento systém má svou charakteristickou hodnotu  $p_c$  a nazýváme ho jako systém se segregovanou distribucí [8].

Pro tyto systémy platí [10]:

$$\sigma(p) = \sigma_M(p - p_c)^t [S \cdot m^{-1}] \quad \text{pro } p > p_c \quad (1)$$

$$\sigma(p) = \sigma_M(p_c - p)^{-t} [S \cdot m^{-1}] \quad \text{pro } p < p_c \quad (2)$$

$\sigma(p)$  – celková vodivost systému

$\sigma_M$  – vodivost systému při  $p = 1$

$p$  – objem vodivých částic

$p_c$  – perkolační práh

$t$  – kritický index

Kritický index je nezávislý na typu systému, ale je dán jeho dimenzí. Pro třídimenzionální systém je  $t \sim 2$  [10].

Perkolační práh  $p_c$  je velice závislý na velikosti vodivostních částic a skelných frit, především na poměru těchto dvou hodnot. Poměr těchto dvou hodnot je znám pod názvem segregáční koeficient  $\chi$  [10].

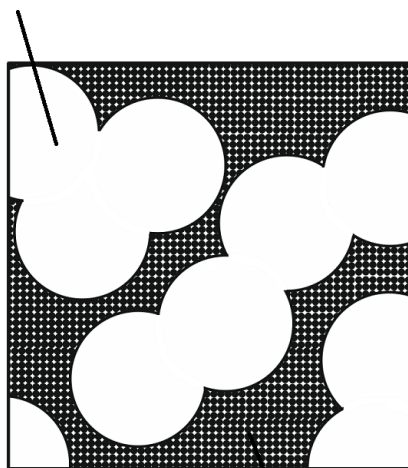
$$\chi = \frac{D}{d} [-] \quad (3)$$

$D$  – průměr částic skelné frity

$d$  – průměr částic RuO<sub>2</sub>

Odporové systémy s velkou hodnotou  $\chi$  (tzn. částice skelné frity jsou mnohem větší než částice RuO<sub>2</sub>) mají menší hodnotu perkolačního prahu  $p_c$  a systémy s velkou hodnotou  $\chi$  mají naopak větší perkolační práh  $p_c$  [10].

**částice skelné frity**

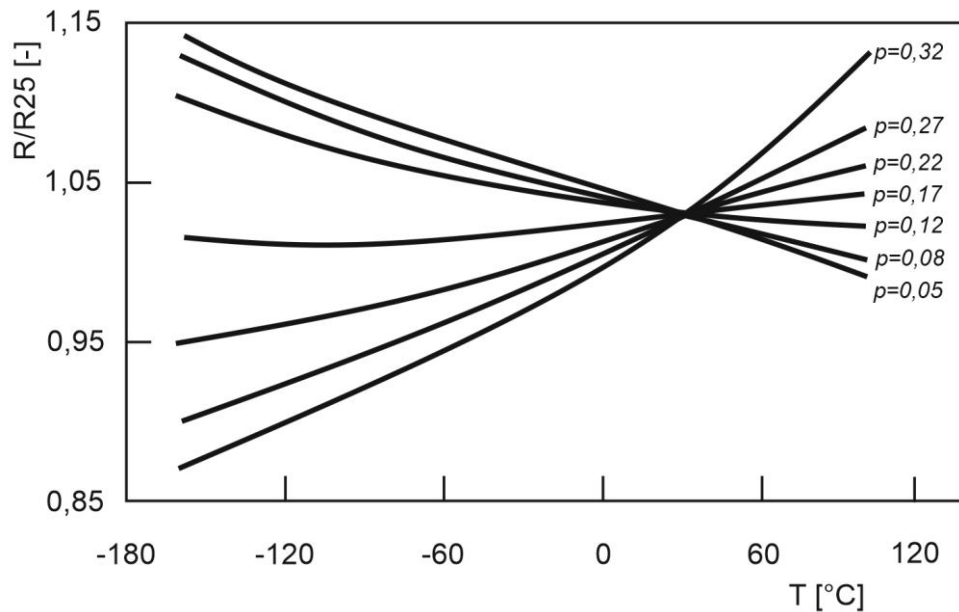


**částice RuO<sub>2</sub>**

**Obr. 9** Částice RuO<sub>2</sub> ve skelné fritě[8]

### 2.3.2 Vliv teploty na vodivost odporových past

Tepelná závislost odporových systémů, jejichž funkční složka je tvořena vodivými částicemi (např. RuO<sub>2</sub>), musí být na základě perkolační teorie rozdělena na dvě základní části. Nad perkolačním prahem, kdy vodivé částice v objemu vytvořeného tlustovrstvého rezistoru dokáží vytvořit vodivou cestu, je TCR pozitivní (s rostoucí teplotou odpor roste) a pod perkolačním prahem, kdy vodivé částice tvoří shluky oddělené izolačním prostředím, a jejich TCR je negativní (s rostoucí teplotou odpor klesá). Obr. 10 ukazuje výsledek experimentu měření teplotní závislosti pro rezistory s různým množstvím vodivých částic [11].



**Obr. 10** Teplotní závislost vrstevového odporu pro pasty různých odporových řad [11]

Pro vysvětlení principu teplotní závislosti u rezistorů s pozitivním TCR můžeme použít teorii teplotní závislosti kovů. Ohmův zákon říká, že elektrický proud je konstantní při určité hodnotě napětí. Z toho nám plyne, že se elektrony při pohybu ve vodiči setkávají s určitým odporem, který působí proti elektrickému poli. Tento odpor je dán srážkami elektronu s dalšími částicemi v objemu kovu a pro rezistivitu pak platí [12]:

$$\rho = \frac{mv}{ne^2l} [\Omega \cdot \text{m}] \quad (4)$$

$n$  – počet všech volných elektronů v objemu

$e$  – náboj elektronu

$m$  – hmotnost elektronu

$v$  – rychlost elektronu

$l$  – střední volná dráha elektronu

Značná teplotní závislost kovů je dána jen střední volnou dráhou elektronů  $l$ , protože  $n$  a  $v$  jsou nezávislé na teplotě a  $m$  a  $e$  jsou konstanty.

Rezistivita kovů  $\rho$  ve větším rozpětí teplot není konstantní a je dána především rozptylem vodivostních elektronů na krystalické mřížce. Za předpokladu aditivity rozptylových mechanismů můžeme  $\rho$  zapsat jako součet teplotně nezávislé  $\rho_0$  a teplotně závislé složky  $\rho_i$  (Matthiessenovo pravidlo) [12]:

$$\rho = \rho_0 + \rho_i(T) [\Omega \cdot \text{m}] \quad (5)$$

Zbytkový měrný elektrický odpor  $\rho_0$  je limitní hodnotou, ke které konverguje, pokud ho extrapolujeme k  $T = 0$  K. Teplotně nezávislá složka  $\rho_0$  je dána typem, množstvím a uspořádáním poruch krystalické mřížce.

Teplotně závislá složka se skládá z těchto dalších složek [12]:

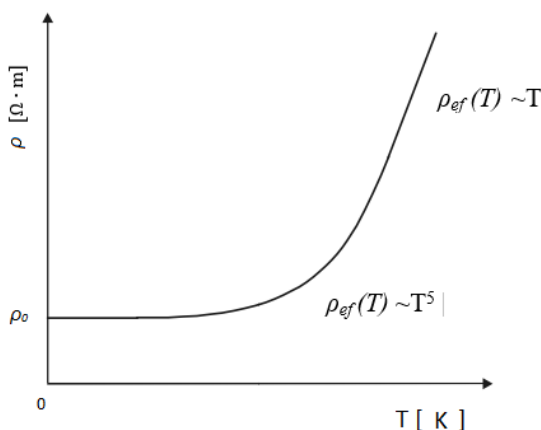
$$\rho_i(T) = \rho_{ef}(T) + \rho_{ee}(T) + \rho_{em}(T) \quad [\Omega \cdot m] \quad (6)$$

$\rho_{ef}(T)$  – Rozptyl elektronů na fononech

$\rho_{ee}(T)$  – Rozptyl elektronů na elektronech

$\rho_{em}(T)$  – Rozptyl elektronů na magnetické struktuře

Rozptyl elektronů na fononech  $\rho_{ef}(T)$  je teplotní závislost dána srážkami elektronů s kmitající krystalovou mřížkou. Při snižování teploty dochází ke snižování oscilací krystalické mřížky, střední volná dráha elektronu se zvětšuje a rezistivita kovu klesá. Tento rozptyl má největší příspěvek k celkové rezistivitě a můžeme ho rozdělit podle teploty na dvě části. Při vysokých teplotách  $T \gg \Theta_D$  ( $\Theta_D$  – Debyeova teplota) je rezistivita lineární  $\rho_{ef}(T) \sim T$  a při nízkých teplotách  $T \ll \Theta_D$  je závislost  $\rho_{ef}(T) \sim T^5$  [12]. Typickou závislost rezistivity kovu lze vidět na obr. 11.

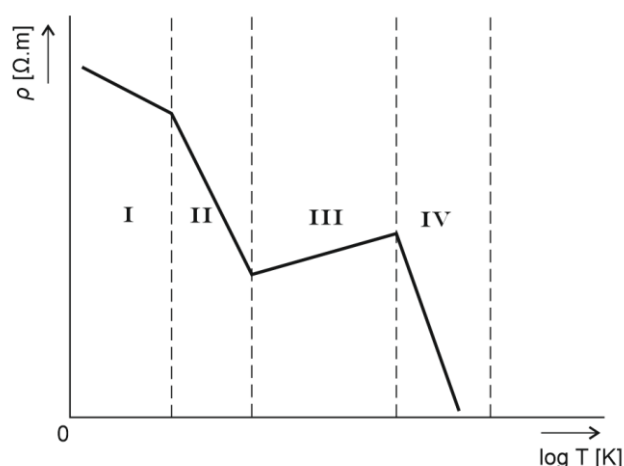


**Obr. 11** Obecná závislost rezistivity kovů na teplotě [12]

Rezistory s negativním TCR tvoří tzv. mezoskopický systém. Tyto systémy můžeme velikostně zařadit v rozsahu velikostí jednotlivých atomů (např. tvořící jednu molekulu) až do velikosti několika mikrometrů. Z celkového pohledu můžeme mezoskopický systém popsat klasickou mechanikou stejně jako makroskopický systém, ale díky jeho velké neuspořádanosti a variabilitě, která je pro tento systém typická, je mezoskopický systém zasazen kvantovou mechanikou. Důsledkem těchto vlastností je také vliv na elektrickou vodivost těchto systémů.

Princip vodivosti vychází z teorie vodivosti dopovaných polovodičů. Vodivé oblasti oddělené skelnou fritou si můžeme představit jako dopovaný materiál, který v pásovém diagramu energií tvoří donorovou nebo akceptorovou hladinu. Potom závislost rezistivity na teplotě bude podobná závislosti dopovaného polovodiče (obr. 12) [14].





**Obř. 12** Závíslost rezistivity dopovaného polovodiče na teplotě [14]

Oblast I až III odpovídá nevlastní vodivosti a oblast IV představuje příspěvek i vlastní vodivosti.

Oblast III je charakteristická menší závislostí na teplotě, zde jsou všechny příměsi ionizovány a zvýšení rezistivity je v této oblasti jen díky interakci mezi volnými elektrony a fonony. Další snižování teploty má za následek snižování koncentrace nábojů, kdy jsou zpětně zachytávány do příměsových center (oblast II). Matematické vyjádření závislosti v této oblasti můžeme vyjádřit, jen pokud zanedbáme různorodost ionizačních energií jednotlivých příměsových center. Tato různorodost je dána rozptylem příměsových center v objemu materiálu. Pro výpočet proto předpokládáme, že všechny příměsi mají jednu ionizační energii  $E_0$  a potom platí [14]:

$$\rho(T) = \rho_1 e^{E_0/kT} \quad [\Omega \cdot m] \quad (7)$$

Další snižování teploty způsobuje uvěznění volných nosičů nábojů v příměsových centrech (oblast I). Jak již bylo zmíněno, příměsi jsou rozptýleny v celém objemu systému a jejich energie jsou tak různé. Tato vlastnost má obecně negativní vliv na vodivost systému, ale díky specifickým vlastnostem mezoskopického systému může docházet k usnadnění transportu náboje. Pokud jsou energie těchto lokálních příměsových center blízké Fermiho hladiny, mohou být použity pro pohyb náboje skrz systém. Vzhledem ke kvantovým vlastnostem nábojů tak dochází k tunelování mezi jednotlivými lokálními centry. Dále můžeme předpokládat, že v těchto systémech jsou lokální centra rozmístěna náhodně. To má za následek, že tunelování může docházet mezi centry, které mají mezi sebou různé vzdálenosti. Tento model vodivosti při nízkých teplotách formuloval N. F. Mott a je znám pod zkratkou VRH (Variable Range Hopping) [13].

Na základě modelu VRH Mott stanovil závislost vodivosti na teplotě, kde platí [13]:

$$\rho(T) = \rho_0 \exp\left[\left(\frac{T_0}{T}\right)^x\right] \quad [\Omega \cdot m] \quad (8)$$

Exponent  $x$  je podle Mottova zákona v třídimenzióálním systému roven hodnotě  $x = 0,25$ .

# 3 Metody měření tlustovrstvých rezistorů

## 3.1 Výpočet vrstvého odporu

Základní rozměry tlustovrstvého rezistoru jsou znázorněny na obr. 13. Při návrhu hodnoty odporu rezistoru vycházíme z následující rovnice:

$$R = \rho \cdot \frac{L}{A} \quad [\Omega] \quad (9)$$

$\rho$  – měrný odpor odporového materiálu

$L$  – délka rezistoru

$A$  – průřez rezistoru

Průřez rezistoru  $A$  je dán tloušťkou natisknutého rezistoru  $t$  a jeho šířkou  $W$ . Po dosazení do rovnice (9) dostaneme:

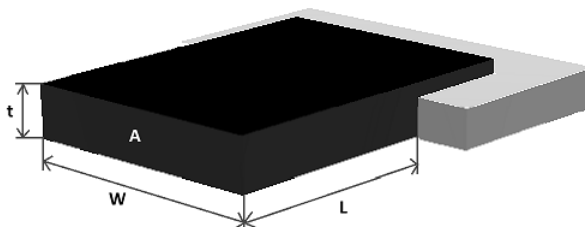
$$R = \rho \cdot \frac{L}{t \cdot W} \quad [\Omega] \quad (10)$$

Šířka natisknutého rezistoru  $t$  je relativně konstantní a variace hodnot rezistorů je pak dána hlavně jejich šířkou a délkou. Tímto postupem můžeme dále určit vrstvý odpor  $R_v$ :

$$R_v = \frac{\rho}{t} \quad [\Omega/\square] \quad (11)$$

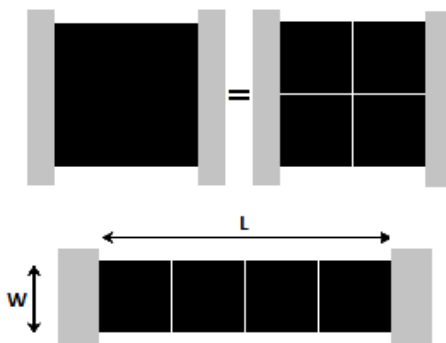
Vrstvý odpor  $R_v$  je základní parametr, který charakterizuje tlustovrstvou odporovou pastu. Výrobce tlustovrstvých past klasifikuje jednotlivé pasty do odporových řad na základě tohoto parametru. Dosazením rovnice (10) do rovnice (11) dostaneme základní vzorec pro výpočet tlustovrstvého odporu:

$$R = R_v \cdot \frac{L}{W} \quad [\Omega] \quad (12)$$



Obr. 13 Rozměry ideálního tlustovrstvého rezistoru

Dalším parametrem tlustovrstvých rezistorů je jejich poměr stran  $L$  a  $W$ . Pokud je tento poměr 1:1, rezistor je nazýván jako jedno-čtvercový a jeho hodnota bude rovna vrstvému odporu použité pasty, kterou je vytvořen. Poměr stran  $L$  a  $W$  udává počet čtverců, ze kterých je rezistor vytvořen. Na obr. 14 je zobrazen rezistor s poměrem 1:1 a ve spodní části je 4:1. Doporučené hodnoty pro návrh rezistorů jsou ne větší než 10:1 ne menší než 1:3 [1].



**Obr. 14** Poměry stran tlustovrstvého rezistoru

### 3.1.1 Dostavování hodnot rezistorů

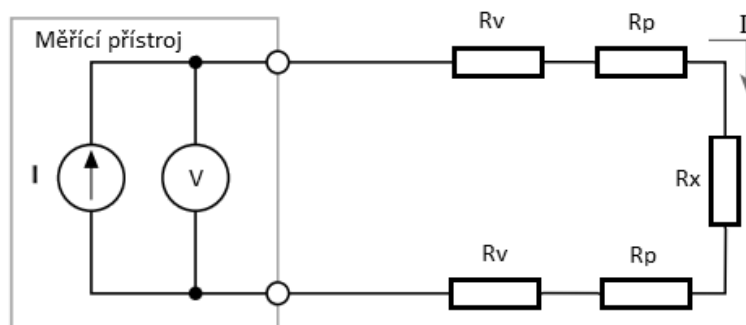
Dostavování hodnot rezistorů zajišťuje jejich konečné elektrické vlastnosti. Tato konečná fáze je nutná, protože sítotiskem není možné dosáhnout požadovaných přesností (přesnost sítotisku se pohybuje od 10 do 20 %). Dostavování se provádí odnímáním malých plošek natisknutých rezistorů. Při dostavování se provádí současně měření, aby se zkontrolovala konečná hodnota. Pomocí dostavování rezistorů můžeme hodnoty rezistorů pouze zvyšovat, protože dochází ke zvětšování proudových siločar, neboli dochází ke zvyšování počtu čtverců rezistoru [7]. Trimování rezistorů je prováděno nejčastěji pomocí laseru nebo proudem brusiva. Příklad trimovaného rezistoru je na následujícím obr. 15.



**Obr. 15** Trimovaný rezistor

### 3.2 Dvou vodičová měřící metoda

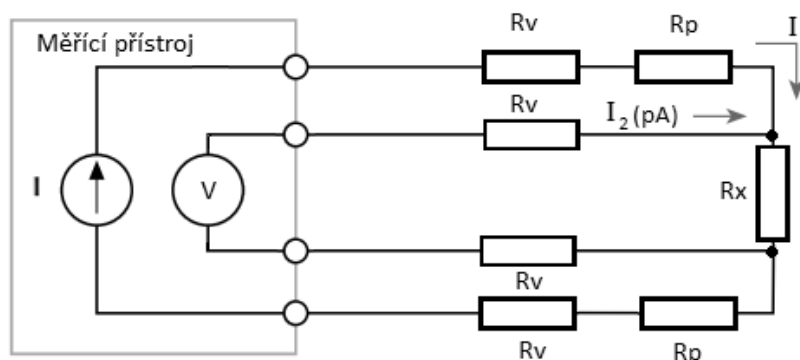
Použití této metody pro běžné měření rezistorů je nejobvyklejší. Zahrnuje použití měřicího přístroje a dvou vodičů (obr. 16). Při zjišťování odporu neznámého rezistoru je do něj přiváděn proud a měřicí přístroj změří napětí na jeho svorkách a podle Ohmova zákona určí jeho elektrický odpor. Nevýhodou této metody je, že napětí není měřeno přímo na tělesu rezistoru a výpočet tak zahrnuje úbytek napětí na odporu vodičů  $R_v$  a také úbytek na přechodovém odporu kontaktů  $R_p$ . Při měření velkých odporů lze tyto chyby zanedbat, ale při měření menších hodnot dochází k nárůstu chyby měřeného odporu [15].



Obr. 16 Dvou vodičová metoda měření

### 3.3 Čtyřvodičová (Kelvinova) měřící metoda

Tato metoda eliminuje výše zmíněné nevýhody dvou vodičového měření. Pro měření jsou zde použity čtyři vodiče. Dva vodiče jsou použity pro přivedení proudu do měřeného odporu  $R_x$  (tzv. proudová větev) a zbylé dva jsou použity pro měření úbytku napětí přímo na  $R_x$  (tzv. napěťová větev). Voltmetr nyní neměří úbytky napětí vyvolané měřícím proudem na odporech vodičů proudové větve, ale měří úbytek napětí přímo na  $R_x$ . Na obr. 17 je také znázorněn odpor vodičů připojeného voltmetru. Tyto odpory ale můžeme zanedbat, protože jimi prochází velice malý proud. Výsledek měření touto metodou je velice přesný a umožňuje nám měřit hodnoty i velmi malých odporů (při měření se doporučuje připojit napěťovou větev co nejbližší k měřenému odporu) [15].



Obr. 17 Kelvinova měřící metoda

### 3.4 Čtyřbodová měřící metoda

Čtyřbodová metoda pro měření tlustvrstevných odporů se používá především pro určení vrstevového odporu  $R_v$  měřené pasty. Tato metoda vychází z principu měření rezistivity křemíkových čipů, kde se ale uvažuje neohraničená odporová vrstva. Tlustvrstvé rezistory mají dané rozměry a jde tedy o ohraničenou odporovou vrstvu s konstantní tloušťkou, která při průchodu proudem vytváří homogenní proudové a napěťové pole [16].

Sonda pro měření vrstevového odporu se skládá ze čtyř hrotů (obr. 18), kde vnější hroty  $s_1$  a  $s_4$  tvoří přívod konstantního proudu a vnitřní hroty  $s_2$  a  $s_3$  s definovanou vzdáleností  $d$  jsou určeny pro měření napětí. Napětí je tak měřeno vždy na konstantní délce. V tomto případě jde o Kelvinovo čtyřvodičové zapojení a vrstevvý odpor je pak roven [16]:

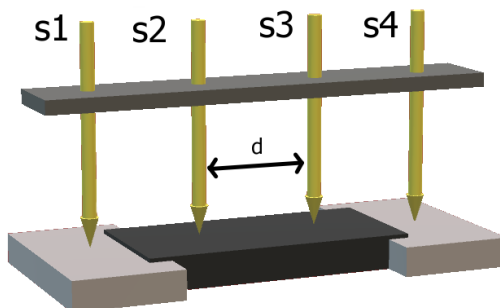
$$R_v = \frac{U_{s_2s_3}}{I_{s_1s_4}} \cdot \frac{W}{d} \quad [\Omega/\square] \quad (13)$$

$U_{s_2s_3}$  – napětí měřené mezi hroty  $s_2$  a  $s_3$

$I_{s_1s_4}$  – proud procházející hroty  $s_1$  a  $s_4$

$W$  – šířka rezistoru

$d$  – rozteč hrotů  $s_2$  a  $s_3$



Obr. 18 Čtyřbodová měřící metoda

### 3.5 Potencionální chyby při měření a jejich omezení

Pro dosažení přesných výsledků při jakémkoliv měření je třeba postupovat dle stanovených pravidel pro daný typ měření. Rozhodující pro přesnost je také schopnost včas rozpoznat a následně co nejvíce eliminovat potencionální zdroje pro chyby, které se mohou projevit do výsledků měření. Obecně lze konstatovat, že polovina nejistot měření je způsobena měřicím přístrojem a druhá polovina nejistot je dána vnějšími vlivy spolu s dalšími pomocnými přípravky při měření a také zvolenou metodou měření. Proto je nutné před samotným měřením zvolit vhodnou metodu měření a vhodný měřicí přístroj s vlastnostmi, které umožní eliminovat případné nejistoty měření a tím dosáhnout co nejlepších výsledků.

#### 3.5.1 Minimalizace chyb při měření napětí

Nejvýznamnější chyba při měření stejnosměrného napětí představuje napěťový offset. Typicky tuto chybu můžeme odečíst při měření, kdy je měřicí přístroj připojen k obvodu s nízkou impedancí a zároveň k obvodu není připojeno žádné stejnosměrné napětí. V takovém obvodu je několik zdrojů chyb, které se mohou ve výsledku projevit jako offsetové napětí. Tyto chyby jsou způsobeny nejčastěji vznikem termoelektrického napětí a napětím vznikajícím usměrněním radiofrekvenčních interferencí (RFI) [18].

Chyba způsobená termoelektrickým napětím má obecně nejvyšší vliv při měření nízkých hodnot napětí a je způsobena, když různé části obvodu jsou vystaveny různým teplotám a vodivé části obvodu jsou z odlišných materiálů.

Existují tři základní metody eliminace chyby termoelektrického napětí [18]:

- Použití vodičů a kontaktů ze stejných materiálů (např. použití Cu vodičů spolu s Cu kontakty vytváří velmi nízké termoelektrické napětí).
- Minimalizace teplotního gradientu v obvodu
- Reverzace zdroje k vyrušení termoelektrického napětí (jsou provedeny dvě měření napětí, kdy druhé je měřeno s opačnou polaritou, termoelektrické napětí je pak dáno algebraickým rozdílem mezi těmito dvěma měřeními).

Mezi vnější šumové zdroje, které také mohou významně přispět k vytvoření chyb při měření, můžeme zařadit šum z napájecí sítě, Johnsonův šum, šum vznikající důsledkem působení magnetického pole a šum vznikající nevhodným uzemněním měřicí soustavy.

Johnsonův šum neboli tepelný šum, je zapříčiněn pohybem elektronů, který je dán velikostí dodané energie ve formě tepla. Johnsonův šum je definován [18]:

$$U_T = \sqrt{4 \cdot k \cdot T \cdot B \cdot R} \quad [\text{V}] \quad (14)$$

$U_T$  = šumové napětí

$k$  – Boltzmannova konstanta

$T$  – teplota zdroje šumu

$B$  – šířka pásma šumu

$R$  – rezistivita zdroje šumu

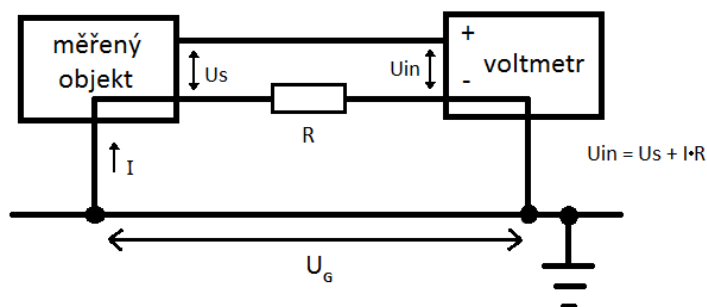
Z rovnice je patrné, že Johnsonův šum může být minimalizován snížením teploty a zmenšením šířky pásma u měřeného objektu. Šířka pásma může být uměle snížena zpřůměrováním hodnot několika stejných měření a použitím analogového filtru typu dolní propust umístěným před voltmetr. Z praktického hlediska ale opakované měření prodlužuje mnohonásobně čas potřebný k měření a také má za následek vznik dalších chyb (např. změna teploty měřeného vzorku) při opakovaném měření vzorku [18].

Dalšími rušivými vlivy při měření mohou nastat působením magnetického pole. Chybové napětí může být generováno dvěma způsoby:

- Působením časově proměnného mg. pole.
- Relativním pohybem mg. pole a měřícího obvodu.

Velikost chybového napětí je závislá na rychlosti změny mg. toku a velikosti oblasti působení mg. pole na měřící obvod. Potlačení vzniku této chyby může být dosaženo např. stíněním vodičů, zamezením jejich vzájemného pohybu a odstíněním měřeného vzorku od vnějšího mg. pole [18].

Nevhodným uzemněním měřící soustavy mohou také vzniknout zdroje chybových napětí. Napěťový zdroj a měřící přístroj musí být vhodně připojeny k uzemnění. Pokud je ale uzemněn každý v jiném místě, může dojít ke vzniku rozdílu potenciálů a tím průchodu proudu, který má za následek vznik napěťové chyby (obr. 19). Tuto chybu eliminujeme nejlépe uzemněním celého měřícího systému k jednomu spolehlivému zemnicímu potenciálu [18].



Obr. 19 Vznik chyby nevhodným uzemněním [18]

### 3.5.2 Minimalizace chyb při měření elektrického odporu

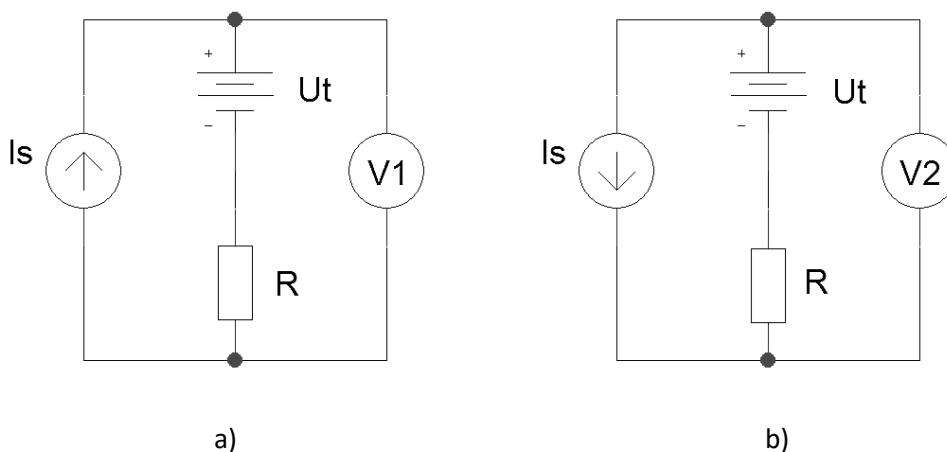
Chyby při měření elektrického odporu vycházejí z výše uvedených chyb při měření napětí. Při měření odporu se ale nejčastěji projevují chyby způsobené:

- odporem měřících vodičů
- vznikem termoelektrického napětí
- ne-ohmickými kontakty (kontakty s nelineární závislostí odporu)
- ohřevem rezistoru důsledkem průchodu proudu

Odpor přívodních vodičů je nejběžnější chyba při měření, která se více projevuje při měření malých hodnot odporů. Opatření proti této chybě je použití výše zmíněné čtyřvodičové metody měření.

Pro potlačení chyby způsobené termoelektrickým napětím při měření odporů můžeme požit metodu otočení proudu a metodu kompenzace offsetu.

Metoda otočení proudu může být použita pro úplné anulování termoelektrického jevu. Je nutné provést dvě měření, kdy druhé je provedeno s opačnou polaritou zdroje proudu. Princip této metody je zobrazen na obr. 20.



**Obr. 20** Potlačení termoelektrického napětí reverzací proudu

Pro zapojení podle obr. 20a, je výpočet měřeného napětí:

$$U_1 = U_t + I_s \cdot R \quad [\text{V}] \quad (15)$$

Pro zapojení podle obr. 20b, je výpočet měřeného napětí:

$$U_2 = U_t - I_s \cdot R \quad [\text{V}] \quad (16)$$

Pro určení výsledného napětí bez chyby termoelektrického napětí platí rovnice (17) a z této hodnoty může být vypočten odpor měřeného rezistoru.

$$U = \frac{U_1 - U_2}{2} \quad [\text{V}] \quad (17)$$

Další způsob pro odstranění chyby termoelektrického napětí je metoda kompenzace offsetu. Tato metoda vyžaduje také dvě měření, kdy při prvním měření rezistorem prochází měřicí proud a voltmetrem určíme napětí na rezistoru spolu s termoelektrickým napětím. Druhé měření proběhne bez testovacího proudu a změříme pouze termoelektrické napětí. Tyto hodnoty od sebe odečteme a dostaneme výsledné napětí bez termoelektrické chyby. Zde je nutné ale použít měřicí přístroj, který je dostatečně citlivý a přesný pro změření termoelektrického napětí.

Obě zde zmíněné řešení mají jednu velkou nevýhodu, která představuje zdvojnásobení času potřebného pro provedení kompletního měření.



Každý měřicí obvod obsahuje několik konektorů a popř. také různé spínače. Na těchto prvcích se často vytváří oxidová vrstva, která má za následek vytvoření kontaktů, jejichž rezistivita nemá lineární závislost. Tyto kontakty mají za následek usměrnění RFI, které se projevují jako chyba offsetu při probíhajícím měření. Pro minimalizaci této chyby je doporučeno používat kontakty z vhodných materiálů, jako je např. zlato a indium.

Při měření rezistorů dochází k průchodu testovacího proudu odporovou vrstvou a v závislosti na jejich rozměrech a vlastnostech může docházet ohřevu tělesa rezistoru a tím ke změně jeho odporu. Pro minimalizaci této chyby je nejlépe limitovat testovací proud na určitou hodnotu. Limitace testovacího proudu je závislá na použitém měřicím přístroji a zvolené metodě. Obecně, pro zachování určité přesnosti měření, měřicí přístroje při měření větších odporů se přepínají na vyšší rozsah (automaticky nebo ručně), a tím dochází ke zmenšení hodnoty testovacího proudu a tím i k zmírnění ohřevu tělesa rezistoru. Nejproblematičtější jsou tak rezistory s malou hodnotou odporu, kterými musí procházet vyšší testovací proud. Pro zmenšení ohřevu jsou některé přístroje vybaveny plynulou regulací testovacího proudu nebo také možností aplikovat krátký měřicí proudový impuls. Díky tomuto impulsu není rezistor vystaven stálému průchodu proudu a nedochází tak k jeho vlastnímu ohřevu. Použití měřicího impulsu při měření indukční zátěže může být ale problém a je třeba měřicí impuls zátěži přizpůsobit.

## 4 Návrh experimentu

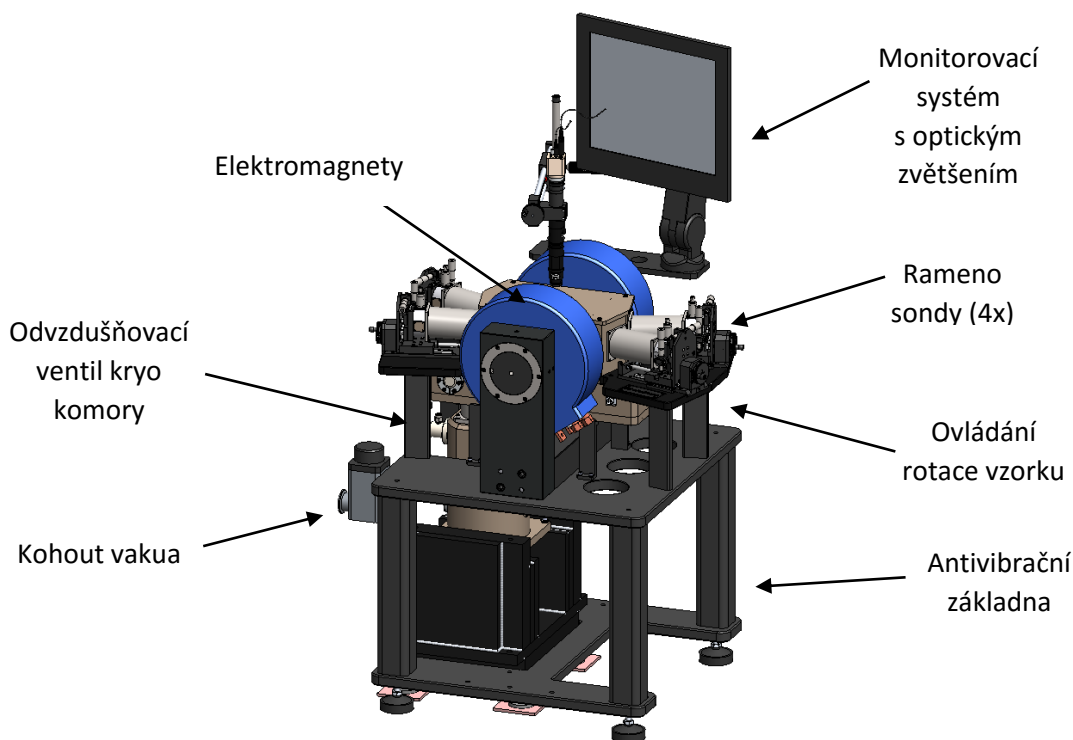
Pro proměření elektrických vlastností tlustovrstvých past v co nejširším teplotním rozsahu je potřeba se seznámit s kryogenní stanicí, která umožní provést měření v požadované šíři teplot. Na základě těchto vlastností je pak možné navrhnout odporový monitor a provést jeho měření v této stanici.

### 4.1 Kryogenní stanice CRX-EM-HF

Měření bude probíhat na kryogenní stanici CRX-EM-HF od Lake Shore Cryotronics (obr. 21). Tato stanice využívá kombinaci externího kryogenního chladicího okruhu k dosažení velmi nízkých teplot a komory pro uložení měřeného objektu se čtyřmi manipulovatelnými sondami. Komora je za provozu čerpána vakuem. Stanice také obsahuje monitorovací systém s optickým zvětšením, který umožňuje přesnou manipulaci se sondami na vzorku. Základní vlastnosti stanice jsou uvedené v následující tab. 4.

**Tab. 4** Základní vlastnosti kryogenní stanice CRX-EM-HF [17]

Rozsah teplot	10 K až 400 K	Normální konfigurace
	20 K až 675 K	Konfigurace s vysokoteplotním stupněm
Stabilita teplot	< 10 K	± 50 mK
	10 K až 100 K	± 20 mK
	101 K až 250 K	± 20 mK
	251 K až 350 K	± 20 mK
	351 K až 675 K	± 50 mK
Vzorek	Vibrace vzorku	< 1 μm
	Maximální průměr	25,4 mm
	Rotace vzorku	360° (jen s rotační platformou)
Vakuum	Čas pro dosažení < 1 x 10 <sup>-3</sup> Torr	30 min.
	Pokožová teplota	<5 x 10 <sup>-4</sup> Torr
	Při nejnižší teplotě	<1 x 10 <sup>-5</sup> Torr
	Při maximální teplotě	<5 x 10 <sup>-4</sup> Torr



**Obr. 21** Kryogenní stanice CRX-EM-HF [17]

Kryogenní stanice, která je na obr. 21, navíc obsahuje elektronickou ovládací stanici pro ovládání teplot, kryogenní kompresor se soběstačným uzavřeným chladicím cyklem a turbomolekulární vývěvou pro čerpání vakua.

Kryogenní komora se skládá z pěti základních částí (obr. 22). První částí je vakuová komora, která obsahuje veškeré další dílčí části vyžadující vakuum. Vrchní strana vakuové komory je odnímatelná, aby byl umožněn operátorovi přístup ke vzorku. Obsahuje také průzor pro optickou kontrolu a pro dohled nad manipulací se vzorkem.

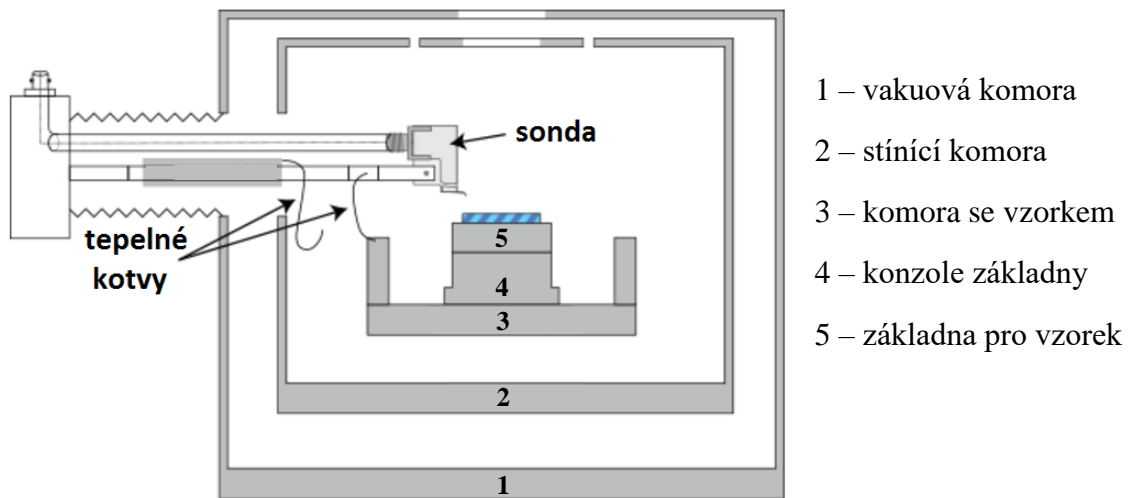
Druhá část, která je uvnitř vakuové komory, je stínící komora. Tato komora je také z horní strany opatřena odnímatelným víkem s průzorem.

Třetí část tvoří sekci, kde je umístěn samotný vzorek. Základem této sekce je konzole, na jejíž horní straně je přišroubována základna pro osazení vzorku. Konzole je vyměnitelná a do této sekce lze instalovat pevnou nebo rotační konzoli. Volitelným příslušenstvím stanice je několik různých druhů základen pro osazení vzorku, záleží na typu vzorku, jeho vlastnostech a požadovaném způsobu měření daného vzorku.

Typy základen [17]:

- a) **uzemněná**, slouží pro přímé spojení vzorku s povrchem k minimalizaci teplotního gradientu, je zároveň elektricky uzemněna s tělesem stanice.
- b) **koaxiální**, její povrch je elektricky odizolován a zároveň je opatřen kontaktem pro možnost připojení externího přívodu.
- c) **triaxiální**, vychází z koaxiálního, obsahuje navíc další vodivou a izolační vrstvu s možností externího kontaktování.
- d) **izolovaná**, elektricky odizolovaný povrch se safírovou izolační vrstvou.

- e) s optickým přístupem, základna je ze spodu opatřena otvorem pro sondu s optickým vláknem.



**Obr. 22** Části kryogenní komory [17]

Další nedílnou součástí této stanice jsou čtyři manipulátory, které jsou svou konstrukcí uzpůsobené pro práci ve vakuu a zároveň pro práci ve velkém rozsahu teplot. Na konci každého manipulátoru je umístěna vyměnitelná sonda. Těmito manipulátory lze ovládat sondy ve všech třech osách a umožňují tak přesné kontaktování vzorku. Pomocí manipulátorů může být dosaženo maximálních výchylek, které jsou uvedené v tab. 5.

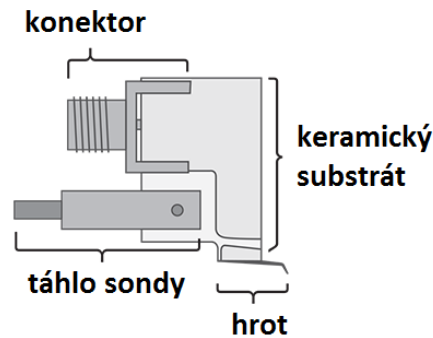
**Tab. 5** Maximální výchylky sond

	osa x	osa y	osa z
Pohyb	51 mm	25,4 mm	18 mm
Přesnost	20 $\mu\text{m}$	10 $\mu\text{m}$	10 $\mu\text{m}$

V kryogenní stanici lze měřit různorodé druhy vzorků, a proto existuje více druhů sond, které se odlišují dle vlastností daného měřeného vzorku a dle zvolené metody měření. Nainstalovat je možno tyto sondy [17]:

- a) **ZN50R DC/RF** – jde o nejuniverzálnější sondu, která slouží především pro nízko a vysokofrekvenční měření (do 1GHz) a také případně pro přivedení stejnosměrného napájení na zkoumaný vzorek (obr. 23). Obsahuje také tepelné kotvy, které se připevňují k sekci se vzorkem pro vyrovnání teplot mezi sondou a vzorkem. Materiál hrotu může být wolfram (odolný a pevný, dokáže proniknout oxidovou vrstvičkou) a pro nízkoohmové měření je možné použít sondy s hroty ze slitiny BeCu (pro vzorky s Au kontakty) případně ze slitiny PdAu pro vzorky s choulostivými kontakty.
- b) **ZN50R-CVT DC/RF** – tato sonda koncepčně vychází ze sondy uvedené v předchozím bodě, ale navíc umožňuje automatickou kompenzaci pohybu hrotu z důvodu jeho tepelné roztažnosti. Tím je umožněna možnost ponechání hrotu v kontaktu se vzorkem po celou dobu měření i při velkých změnách teploty.

- c) **GSG mikrovlnná sonda** – jde o koplanární sondu s vlnovodem s nastavitelnou roztečí a dvěma typy konektoru (do 40 GHz a do 67 GHz).
- d) **Optická sonda** – možnost instalace více druhů optických sond pro specifické typy měření.



Obr. 23 Sonda ZN50R [17]

## 4.2 Návrh tlustovrstvé struktury

### 4.2.1 Návrhová pravidla

Aby mohly být dosaženy požadované vlastnosti navrhovaného obvodu, musí být dodržena určitá návrhová pravidla pro výrobu tlustovrstvých obvodů.

Při návrhu vodičů je třeba si uvědomit, že oproti spojům vedených např. na deskách plošných spojů, kde se využívá jako vodič měď, jsou u tlustovrstvých spojů používány vodivé pasty, které vykazují větší rezistivitu než měď. Vrstvový odpor univerzální vodivé pasty AgPd výrobci udávají v hodnotách blízkých  $20 \text{ m}\Omega/\square$ . Oproti tomu, u standardní 1oz plátované Cu pro plošné spoje je hodnota udávána na  $0,5 \text{ m}\Omega/\square$ . Z toho nám vyplývá, že pokud budeme chtít dosáhnout stejné rezistivity jako u Cu, vodiče vytvořené tlustou vrstvou musí být několikanásobně širší než vodič z Cu. Proto se pro tlustovrstvé vodiče doporučuje minimální šířka 0,3 mm a za optimální šířku lze pak považovat 0,5 mm [2].

Při návrhu tlustovrstvého rezistoru je doporučeno s ohledem na rozptyl jmenovité hodnoty odporu volit šířku rezistoru  $W > 1 \text{ mm}$  a poměr  $L$  ku  $W$  volit podle následující podmínky [2]:

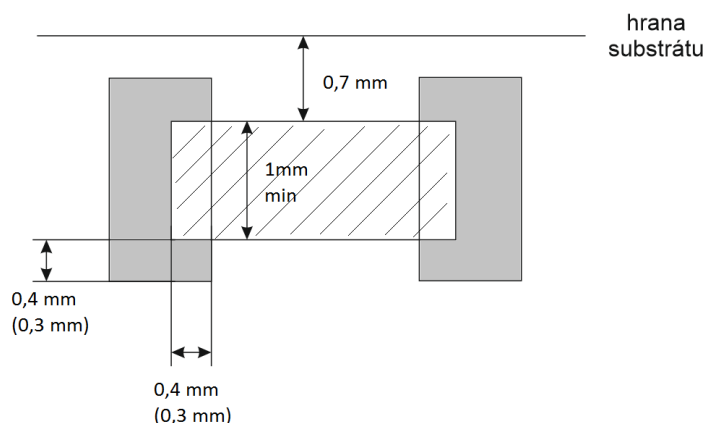
$$\frac{1}{3,5} \leq \frac{L}{W} \leq 3,5 \quad (18)$$

Pro návrh rezistoru z hlediska jeho maximálního výkonového zatížení je nutné dodržet jeho min. plochu  $S_R$  danou součinem rozměry  $L$  a  $W$ . Pro  $S_R$  tak platí [2]:

$$S_R = \frac{P}{P_0} [\text{mm}^2] \quad (19)$$

$P$  – výkonové zatížení rezistoru [W]

$P_0$  – měrné výkonové zatížení pro daný typ pasty [ $\text{W}\cdot\text{mm}^2$ ]

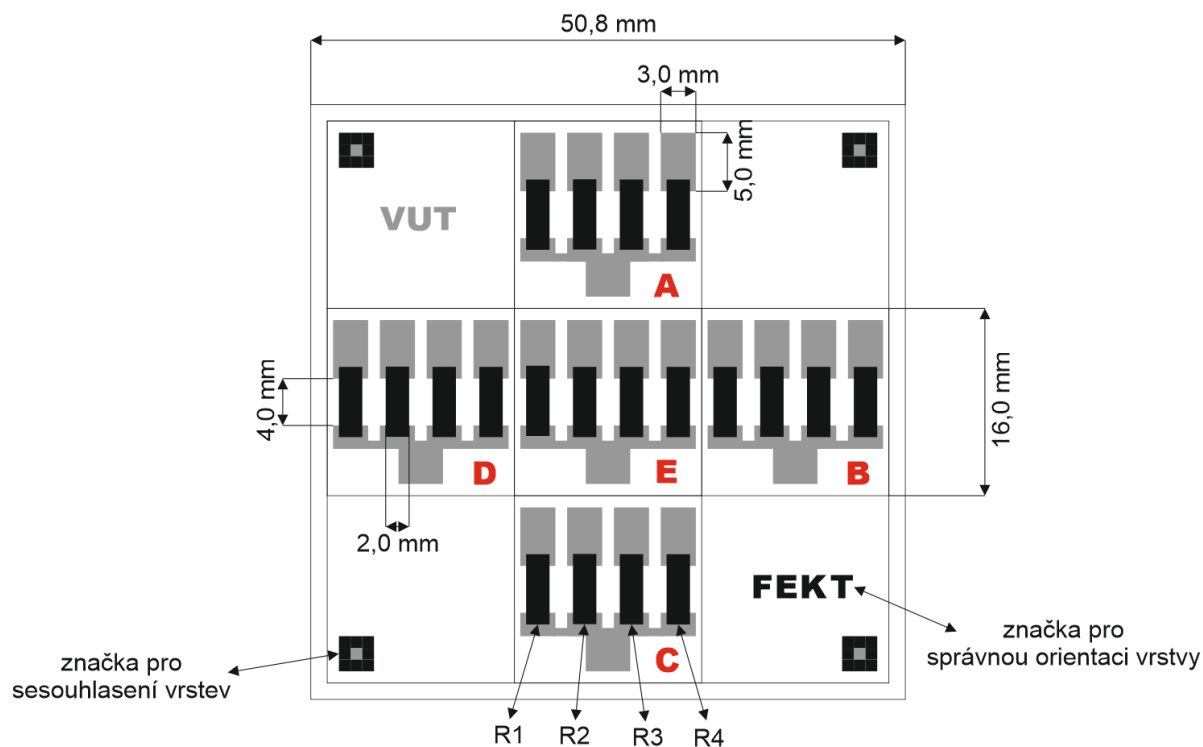


**Obr. 24** Kritické hodnoty rozměrů rezistoru [2]

Minimální doporučené rozměry pro návrh rezistoru jsou uvedeny na obr. 24. Při návrhu jednotlivých šablon pro nanesení past se také doporučuje použít značky, které nám umožní přesné sesouhlasení a správnou orientaci každé vrstvy se substrátem.

#### 4.2.2 Návrh odporového monitoru

Návrh odporového monitoru pro testování v kryogenní stanici je zobrazen na obr. 25. Tento návrh musí splňovat určitá kritéria, která vyplývají z vlastností výše zmíněné stanice. Motivy jednotlivých vrstev jsou navrženy pro substrát  $\text{Al}_2\text{O}_3$  standardního rozměru 50,8 x 50,8 mm. Podle tabulky č. 4 je ale možno vložit do kryogenní stanice jen vzorek o maximálním průměru 25,4 mm. Substrát je proto rozdělen na sekce A až E o velikost 16 x 16 mm a po výpalu nanesených vrstev bude na tyto sekce rozřezán.



**Obr. 25** Návrh odporového monitoru

Jednotlivé sekce obsahují čtyři rezistory (R1, R2, R3 a R4) a každý tento rezistor je vytvořen z jiné řady odporové pasty. Pro každou řadu odporové pasty tak musí být vytvořen samostatný motiv. Rozměr všech rezistorů je 4 x 2 mm a jsou tedy vytvořeny ze dvou čtverců. Použitím rovnice (12) dostaneme hodnoty rezistorů uvedené v tab. 6:

**Tab. 6** Návrh hodnot jednotlivých odporů

Označení rezistoru	Vrstvový odpor použité pasty	Hodnota odporu rezistoru
R1	1 k $\Omega$ /□	2 k $\Omega$
R2	10 k $\Omega$ /□	20 k $\Omega$
R3	100 k $\Omega$ /□	200 k $\Omega$
R4	1 M $\Omega$ /□	2 M $\Omega$

Pro co nejpřesnější porovnání vlastností rezistorů v širokém spektru teplot je odporový monitor navrhnut s těmito vlastnostmi:

- Rezistory mají stejnou délku a šířku z důvodu vyloučení chyb způsobenými rozdílnými rozměry rezistorů.
- Rezistory jsou navrženy pro tisk jen v jednom směru, aby se vyloučily chyby dané tiskovými vlastnostmi a vlastnostmi síta.
- V jedné sekci jsou umístěny všechny čtyři hodnoty rezistoru pro zajištění stejných podmínek při měření a pro rychlejší proměření hodnot rezistorů z důvodu velké časové náročnosti použití kryogenní stanice.
- Výběr odporových past pro jednotlivé velikosti hodnot rezistorů by měl být zvolen od jednoho výrobce z jedné série, aby se minimalizovaly chyby dané různým složením past a různými tixotropními vlastnostmi. Důležitou podmínkou je také stejný vypalovací profil všech odporových past. Tlustovrstvé rezistory jsou velice citlivé na dodržení vypalovacího profilu a při nedodržení těchto podmínek (zejména maximální teplota výpalu a čas působení maximální teploty) dochází k posunu jejich celkového odporu k jiným hodnotám, než navrženým [1].
- Návrh odporového monitor je doplněn o značky pro přesné sesouhlasení a pro správnou orientaci jednotlivých vrstev.

Návrhy jednotlivých odporových vrstev a vodivé vrstvy jsou přiloženy v příloze této diplomové práce.

# 5 Provedení experimentu

Cílem diplomové práce je prověřit teplotní závislost elektrické vodivosti vybraných tlustovrstvých past v široké škále teplot. Pro dosažení tohoto cíle existují dvě hlavní praktické části této práce, které zahrnují vyhotovení testovacích struktur a jejich následné měření v kryogenní stanici.

## 5.1 Realizace testovacího odporového monitoru

Vyhotovení odporových monitorů bylo provedeno v laboratoři VUT Brno FEKT ústavu mikroelektroniky. Odporové monitory byly realizovány dle návrhu uvedeného v kapitole 4.1 v počtu 5ks na substrát z korundové keramiky  $\text{Al}_2\text{O}_3$  o rozměru 50,8 x 50,8 mm. Každý substrát byl poté pomocí laseru rozdělen na dalších 5ks menších vzorků o rozměrech 16 x 16 mm, které již rozměrově vyhovují pro použití v kryogenní stanici. Tímto vzniklo 25ks testovacích odporových monitorů.

Při zhotovení odporových monitorů byl použit následující technologický postup a materiály.

### 5.1.1 Tlustovrstvé pasty

Odporové tlustovrstvé pasty byly vybrány od jednoho výrobce s jedné série (tab. 7), aby výsledky měření nebyly ovlivňovány různými vlastnostmi past.

**Tab. 7** Použité tlustovrstvé pasty

Typ pasty	Jmenovitý $R_v$	Označení	Jmenovitý TCR [ $\text{ppm}\cdot\text{K}^{-1}$ ]	Výrobce
vodivá Ag	1,95 $\text{m}\Omega/\square$	9912-K FL	neuveďeno	ESL Europe
odporová $\text{RuO}_2$	1 $\text{k}\Omega/\square$	TT 5031	+50/+100	Tesla Lanškroun
odporová $\text{RuO}_2$	10 $\text{k}\Omega/\square$	TT 5041	neuveďeno	Tesla Lanškroun
odporová $\text{RuO}_2$	100 $\text{k}\Omega/\square$	TT 5051	neuveďeno	Tesla Lanškroun
odporová $\text{RuO}_2$	1 $\text{M}\Omega/\square$	TT 5061	-150/-100	Tesla Lanškroun

Před použitím uvedených past bylo důležité jejich důkladné promíchání. Bylo tím docíleno poklesu jejich viskozity a zlepšení jejich tixotropních vlastností. Tato příprava ovlivňuje kvalitu ostroty natisknutých obrazců, jejich rovinnost a rozměrovou stálost.



### 5.1.2 Vytvoření motivů na síta

Síta jsou vytvořena z nerezových vláken a jsou napnuta v hliníkovém rámu. Bylo potřeba vytvořit motivy pro čtyři odporové a jednu vodivou vrstvu. Pro vytvoření motivů na tato síta byl použit následující postup:

#### 1) Příprava sít

Před nanesením fotocitlivého filmu je nutno síta zbavit všech nečistot a mastnot pomocí čistícího prostředku pro sítotisková síta. Následuje oplach pod proudem vody a nanesení vrstvy, která zlepší adhezi mezi sítem a kapilárním fotocitlivým filmem, který bude později nanesen. Dále následuje opět oplach síta.

#### 2) Nanesení fotocitlivé vrstvy

Jako fotocitlivá vrstva byl použit zelený kapilární fotocitlivý film Capillex CP, který umožňuje na sítu vytvořit šablonu s velice jemným rastrem a tenkým profilem. Vlastnosti tohoto filmu jsou uvedené v následující tab. 8.

**Tab. 8** Parametry kapilárního fotocitlivého filmu Capillex CP

Světelná citlivost	350 až 450 nm
Doporučená síťovina	120 až 180 vláken/cm
Tloušťka šablony	2 až 3 $\mu\text{m}$
Drsnost povrchu $R_z$	5 až 7 $\mu\text{m}$
Sušení před expozicí	max. 40 °C
Expoziční čas	5 kW MH při 1,2 m = 180 s
Vyvolání	vodou 10 až 45 °C, vyvolání jemných detailů sprchou
Rozlišovací schopnost	60 $\mu\text{m}$ při optimální expozici, 40 $\mu\text{m}$ při poloviční expozici
Odvrstvení	odvrstvovačem CPS Stencil Remover Conc. 1:25

Nanesení této vrstvy je nutné provést v prostředí, které je vhodné pro práci s fotocitlivým materiálem. Před nanesením fotocitlivého filmu je nutné síto ponořit do vody tak, aby po vytažení z lázně voda zůstala mezi oky síta. Síto se nechá 30s okapat.

Následně je fotocitlivý film oříznut na velikost síta, tmavou stranou přiložen na síto a pomocí válečku je film navalen do síta. Nyní je nutno síto s navalem filmem vysušit malým proudem vzduchu. Po dokonalém vysušení je možno odlepit krycí fólii naneseného fotocitlivého filmu.

Takto ovrstvené síto by mělo mít vytvořenou homogenní vrstvu fotocitlivého materiálu, bez známek poruch, které by mohly v dalších krocích znehodnotit vytvářený motiv.

### 3) Osvit síta

Osvit fotocitlivé vrstvy na sítu je proveden pomocí UV záření přes požadovaný motiv, který je vytisknut na průhlednou fólii. Tyto motivy jsou v příloze diplomové práce. Na skleněnou pracovní plochu přípravku s UV lampou je umístěn motiv a síto s aplikovaným filmem. Zde je nutné dodržet správnou orientaci strany přikládaného motivu. Přípravek pro osvit je také vybaven vývěvou, která po přiklopení víka zaručí dokonalé přilnutí motivu a síta.

Po náběhu UV lampy do pracovního režimu je fotocitlivý film vystaven UV záření po dobu 45s, čímž dojde k vytvrzení jeho osvětlených částí. Nyní je možné ve vodní lázni vyvolat síto s požadovaným motivem.

Po vysušení a vyčištění síta od nevytvrzených zbytků fotocitlivého materiálu je síto připraveno pro použití v sítotiskovém stroji.

#### 5.1.3 Tisk jednotlivých vrstev

Tisk jednotlivých vrstev byl proveden na sítotiskovém poloautomatu AUREL mod. C880 (obr. 26).



**Obr. 26** Sítotiskový poloautomat AUREL mod. C880 [19]

Po upevnění rámu síta do poloautomatu bylo třeba nastavit jeho parametry, které ovlivňují výslednou kvalitu tisku tlustovrstvých past. Je to především přítlak stěrky, úhel nastavení stěrky, odtrh a poloha síta vůči keramickému substrátu. Tyto parametry významně ovlivňují výsledné vlastnosti natisknutých obvodů. Před každým tiskem je keramický substrát umístěn na pohyblivý stolek, který je vybaven dorazy, osvětlením a podtlakem, který aretuje substrát při tisku. Pro správné sesouhlasení jednotlivých vrstev stolek také umožňuje jemný posun ve vodorovné rovině a jeho rotaci.

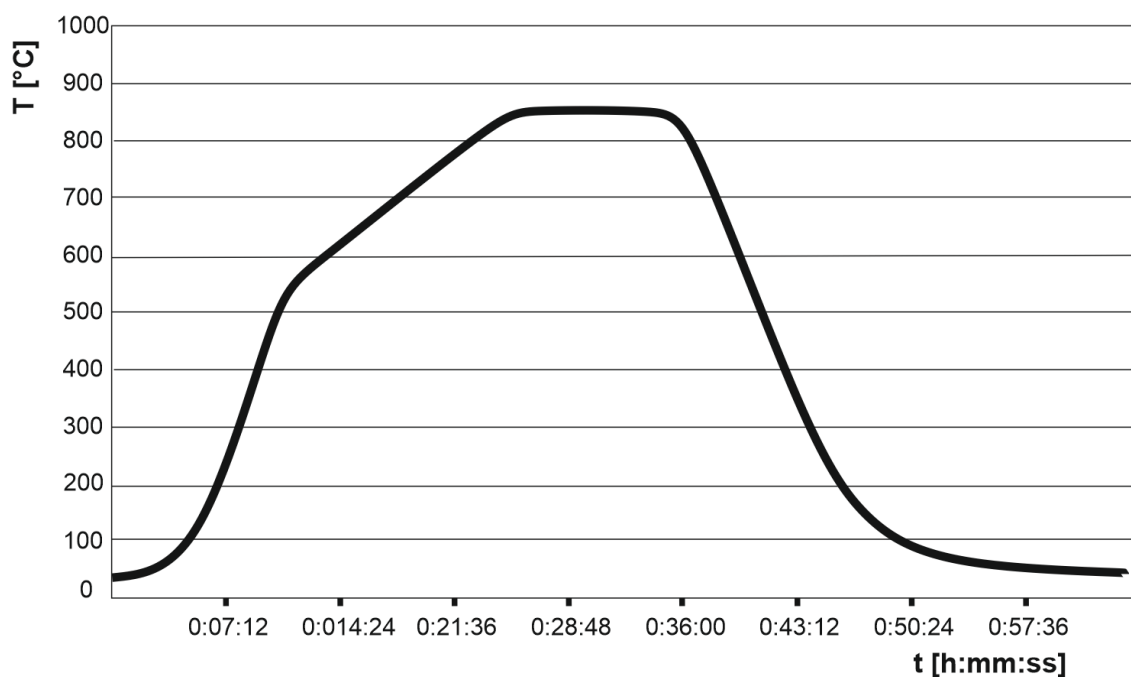
Při tisku odporového monitoru byla jako první natisknuta vodivá vrstva, která tvoří elektrody rezistorů a kontaktní plochy pro měřící hroty. Po tisku, ještě před následujícím teplotním zpracováním, bylo nutné dodržet 15 minut prodlevu, aby se natisknutá pasta dokázala pomalu slinout a vytvořila tak dokonalý natisknutý obrazec. Po tisku vodivou pastou byly

všechny substráty vloženy do pece, kde došlo k jejich prvotnímu tepelnému zpracování při teplotě 150 °C po dobu 20 minut. Poté následoval výpal.

Po výpalu vodivé vrstvy mohly být nanесeny jednotlivé odporové vrstvy. Před tiskem s novými pastami je vždy nutné dokonale očistit stěrku od předešlé pasty, aby nemohlo dojít ke kontaminaci nové pasty. Jelikož byly použity čtyři různé druhy odporových past, bylo nutné velice přesně sesouhlasit jednotlivé odporové vrstvy pomocí soutiskových značek. Po tisku každé pasty byla opět dodržena 15-ti minutová prodleva pro dokonalé slinutí vrstvy a substráty následně vloženy do pece na prvotní 20-ti minutové tepelné zpracování. Po tomto kroku je možné nanést další odporovou pastu. Po nanесení všech odporových past jsou odporové monitory připravené na výpal.

#### 5.1.4 Výpal tlustovrstvých past

Výpal odporového monitoru byl proveden v průběžné peci BTU TFF51. Tato pec je vybavena řídicím počítačem, ve kterém se zadává požadovaný teplotní profil. Použitý teplotní profil je uveden na obr. 27.



Obr. 27 Vypalovací profil

Vypalovací profil se skládá ze čtyř základních částí. Zpočátku dochází k rychlému nárůstu teploty na hodnotu 500 °C během 10 minut. Dále teplota roste pozvolněji a dochází zde k vyhoření filmotvorného materiálu a k odpaření zbytků rozpouštědel. Po dosažení teploty 850 °C se růst teploty zastaví a udržuje se po dobu 10 minut na konstantní hodnotě. Zde dochází k výpalu, při kterém se slinují funkční složky pasty a vytvářejí se požadované slitiny. Pasta tím dosáhne svých charakteristických vlastností. Dále dochází k ochlazení až na teplotu okolí. Celý proces tepelného zpracování v průběžné peci trvá 60 minut.

## 5.2 Vyhodnocení odporových monitorů.

Po výpalu odporových monitorů a jejich ustálení na pokojovou teplotu, byla provedena optická kontrola a měření elektrických odporů jednotlivých tlustovrstvých rezistorů.

Optická kontrola odhalila na některých obvodech mírné posunutí odporové vrstvy vůči vrstvě vodivé. Jelikož ale návrh elektrod byl proveden s dostatečnou rozměrovou tolerancí, tento malý posun nemá žádný vliv na výslednou hodnotu elektrického odporu.

Měření elektrických odporů jednotlivých rezistorů bylo provedeno pomocí měřicího přístroje Agilent 34401A v konfiguraci pro čtyřvodičové měření při teplotě okolí 295 K. Následující tabulky představují naměřené hodnoty jednotlivých rezistorů.

**Tab. 9** Substrát č. 1

substrát č. 1	sekce	R1 [kΩ]	R2 [kΩ]	R3 [kΩ]	R4 [MΩ]
	A	1,752	16,051	335,280	3,373
	B	1,603	15,701	270,830	2,356
	C	1,555	16,521	281,550	2,475
	D	1,703	16,744	320,610	2,903
	E	1,573	15,880	301,930	2,413

**Tab. 10** Substrát č. 2

substrát č. 2	sekce	R1 [kΩ]	R2 [kΩ]	R3 [kΩ]	R4 [MΩ]
	A	1,635	13,970	323,320	2,477
	B	1,566	14,129	276,910	2,183
	C	1,582	14,804	294,000	2,391
	D	1,600	14,789	301,960	2,878
	E	1,572	13,575	283,560	2,374

**Tab. 11** Substrát č. 3

substrát č. 3	sekce	R1 [kΩ]	R2 [kΩ]	R3 [kΩ]	R4 [MΩ]
	A	1,553	13,860	293,730	2,593
	B	1,492	14,933	218,130	2,213
	C	1,564	15,779	307,500	2,563
	D	1,529	16,015	275,670	2,693
	E	1,516	14,842	273,830	2,360

**Tab. 12** Substrát č. 4

substrát č. 4	sekce	R1 [kΩ]	R2 [kΩ]	R3 [kΩ]	R4 [MΩ]
	A	1,516	14,393	345,830	2,822
	B	1,516	15,987	290,440	2,292
	C	1,478	15,514	339,020	2,508
	D	1,529	15,482	340,560	2,519
	E	1,467	15,201	338,670	2,256

**Tab. 13** Substrát č. 5

substrát č. 5	sekce	R1 [kΩ]	R2 [kΩ]	R3 [kΩ]	R4 [MΩ]
	A	2,152	14,308	297,040	2,672
	B	1,913	15,145	257,410	2,549
	C	1,914	14,699	272,490	2,533
	D	2,231	15,031	294,400	2,834
	E	1,789	14,701	276,440	2,441

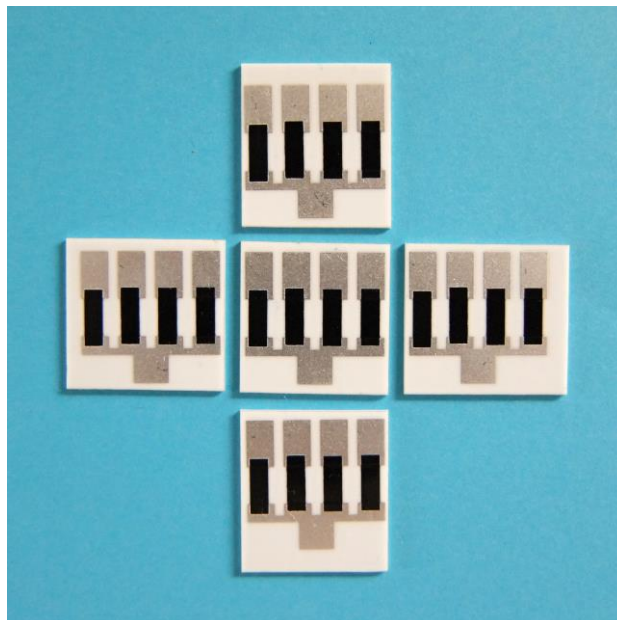
**Tab. 14** Statistické hodnoty rezistorů

	R1 [kΩ]	R2 [kΩ]	R3 [kΩ]	R4 [MΩ]
$\bar{x}$	1,652	15,122	296,444	2,547
$\sigma$	0,199	0,820	29,686	0,259
$R_{\min}$	1,467	13,575	218,130	2,183
$R_{\max}$	2,231	16,744	345,830	3,373
$\tilde{x}$	1,572	15,031	294,000	2,508

$\bar{x}$  – průměrná hodnota,  $\sigma$  – směrodatná odchylka,  $\tilde{x}$  – medián

Z předešlých tabulek můžeme vidět, že měřené hodnoty neodpovídají hodnotám, které byly použity při návrhu odporového monitoru. Tyto odchylky mohly nastat z důvodu špatně nastavených parametrů síťotiskového poloautomatu a také difúzí vodivé stříbrné pasty do past odporových. Pro tlustovrstvé rezistory, které se hodlají použít v elektronických obvodech, dochází ještě k dalšímu technologickému kroku, kdy se rezistory dostaví na přesnější požadovanou hodnotu. Pro potřeby této diplomové práce ale není nutné dostavovat rezistory na přesné hodnoty, protože tyto odchylky od teoretických hodnot zde nejsou rozhodující.

Po změření hodnot elektrických odporů jednotlivých rezistorů byly substráty pomocí laseru nařezány na menší jednotlivé sekce, které umožňují měření v kryogenní stanici. Na následujícím obr. 28 jsou znázorněny sekce rozděleného substrátu č. 4.



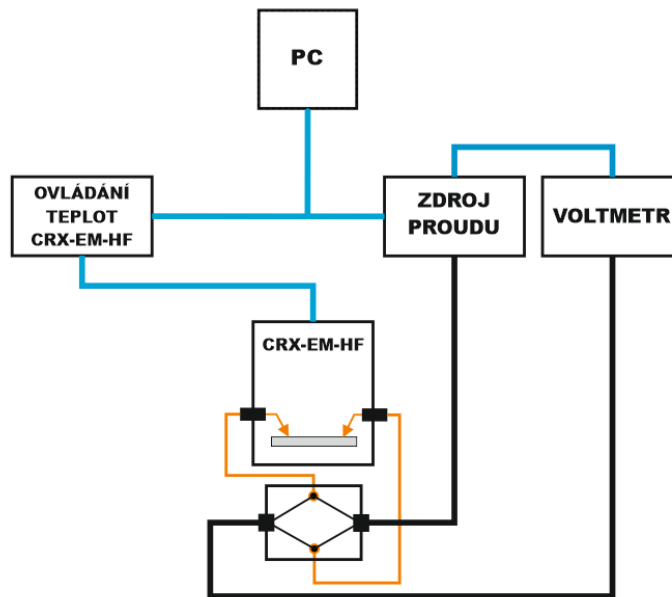
**Obr. 28** Rozdělený substrát č. 4

### 5.3 Měření v kryogenní stanici

Měření v kryogenní stanici CRX-EM-HF bylo provedeno ve Středoevropském technologickém institutu CEITEC v Brně v laboratoři přípravy a charakterizace nanostruktur CEITEC Nano. Laboratoř je vedená jako čisté pracoviště třídy 100 000 (ISO 8).

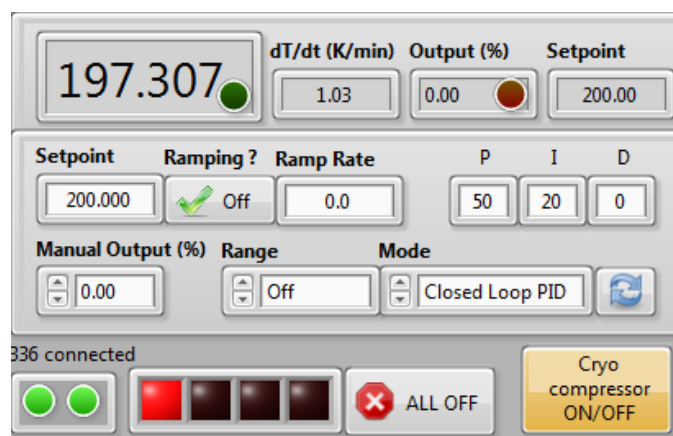
#### 5.3.1 Použitá měřicí metoda

Pro měření jednotlivých rezistorů v kryogenní komoře byla zvolena dvouvodičová metoda měření elektrického odporu. Byla vybrána s ohledem na to, že měřené hodnoty rezistorů jsou vysoké a chyba způsobena odporem měřicích vodičů je zanedbatelná. Tato jednodušší metoda také výrazně zkrátí potřebný čas měření, protože při měření tak bylo nutné pohybovat jen dvěma sondami. Blokové schéma zapojení pro měření rezistorů je na obr. 29.



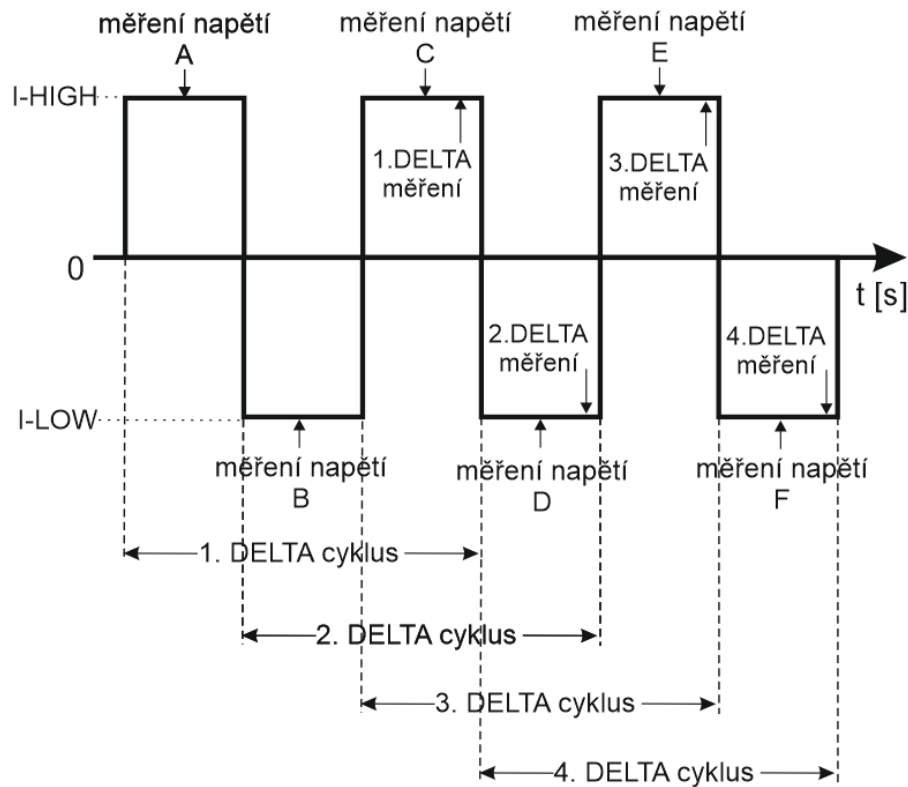
**Obr. 29** Blokové schéma zapojení měření

Pomocí softwaru v PC jsou dálkově ovládány dva kryogenní teplotní kontroléry, které snímají teploty v jednotlivých sekcích kryogenní komory a zároveň nastavují požadovaný výkon topných těles pro ohřev tak, aby mohla být stabilizována požadovaná teplota dané sekce. Na obr. 30 je výřez ovládání jedné sekce kryogenní komory. Je zde zadána požadovaná teplota 200 K (setpoint) a tím pádem došlo k aktivaci nezbytného vyhřívacího elementu (červeně svítící čtverec). Dále je PC propojeno se zdrojem proudu a voltmetrem. Díky tomuto spojení je možné ukládat hodnoty elektrických odporů v závislosti na teplotě přímo do souboru. Zdroj proudu a voltmetr jsou také navzájem propojeny a díky vzájemné komunikaci umožňují provádět měření typu delta. Díky tomuto měření je kompenzováno termoelektrické napětí, které do měření zavádí chyby. Měřicí vodiče zdroje proudu a voltmetru jsou pak spojeny v přípravku u kryogenní stanice, který dále propojuje měřící hroty prostřednictvím pohyblivých manipulátorů.



**Obr. 30** Softwarové vládání CRX-EM-HF

Technika měření typu delta je založena na principu měření napětí při průchodu proudu ve formě obdélníkového signálu. Signál je rozdělen na delta cykly a pro výpočet výsledného napětí je použit algoritmus tří-bodového klouzavého průměru (obr. 31).



**Obr. 31** Princip DELTA měření [20]

Při průchodu testovacího proudového signálu rezistorem, je při každém jednom delta cyklu třikrát změřena hodnota napětí na rezistoru. Jak je uvedeno na obr. 31, po spuštění měřicího signálu je provedeno měření napětí prvního delta cyklu na základě měření tří hodnot napětí A, B a C. Pro výpočet je poté použita technika výpočtu klouzavého průměru. Po výpočtu prvního delta cyklu následuje další měření s následujícím výpočtem a výsledek nahradí hodnotu předešlého měření. Následující rovnice ukazují princip algoritmu pro výpočet čtyř po sobě jdoucích delta cyklů.

$$1. \text{ delta výpočet} \quad \Delta_1 = \left( \frac{A - 2B + C}{4} \right) \cdot (-1)^0 \quad (20)$$

$$2. \text{ delta výpočet} \quad \Delta_2 = \left( \frac{B - 2C + D}{4} \right) \cdot (-1)^1 \quad (21)$$

$$3. \text{ delta výpočet} \quad \Delta_3 = \left( \frac{C - 2D + E}{4} \right) \cdot (-1)^2 \quad (22)$$

$$4. \text{ delta výpočet} \quad \Delta_4 = \left( \frac{D - 2E + F}{4} \right) \cdot (-1)^3 \quad (23)$$

Rovnice obsahují výraz  $(-1)^n$ , který zaručuje, že výsledná hodnota všech rovnic bude se stejnou polaritou. Delta měření je prováděno po celou dobu přítomnosti testovacího proudu.



### 5.3.2 Použité měřicí přístroje

Pro měření elektrického odporu tlustovrstvých rezistorů v závislosti na teplotě byly použity tyto měřicí přístroje:

1) **Zdroj proudu:** KEITHLEY model 6221 zdroj stejnosměrného a střídavého proudu.

**Tab. 15** Vlastnosti Keithley 6221 [20]

Rozsah	Přesnost 23 °C ± 5 °C	Rozlišení
2 nA	0,4 % + 2 pA	100 fA
20 nA	0,3 % + 10 pA	1 pA
200 nA	0,3 % + 100 pA	10 pA
2 μA	0,1 % + 1 nA	100 pA
20 μA	0,05 % + 10 nA	1 nA
200 μA	0,05 % + 100 nA	10 nA
2 mA	0,05 % + 1 μA	100 nA
20 mA	0,05 % + 10 μA	1 μA
100 mA	0,1 % + 50 μA	10 μA

Výstupní odpor:  $>10^{14} \Omega$ .

Výstupní kapacita:  $<10$  pF.

Použitý zdroj proudu je vybaven generátorem, který může generovat následující typy signálu:

- sinusový
- obdélníkový
- rampový
- uživatelský

Vlastnosti generátoru:

Rozsah frekvence  $f$ :

- 1 mHz – 100 kHz
- přesnost:  $\pm 100$  ppm

Amplituda  $I_{pp}$ :

- 4 pA až 210 mA
- přesnost ( $<10$  kHz):  $\pm (1 \% + 0,2 \% \text{ rozsahu})$
- offset  $\pm (0,2 \% + 0,2 \% \text{ rozsahu})$

2) **Voltmetr:** KEITHLEY model 2182A nanovoltmetr.

**Tab. 16** Vlastnosti Keithley 2182A [21]

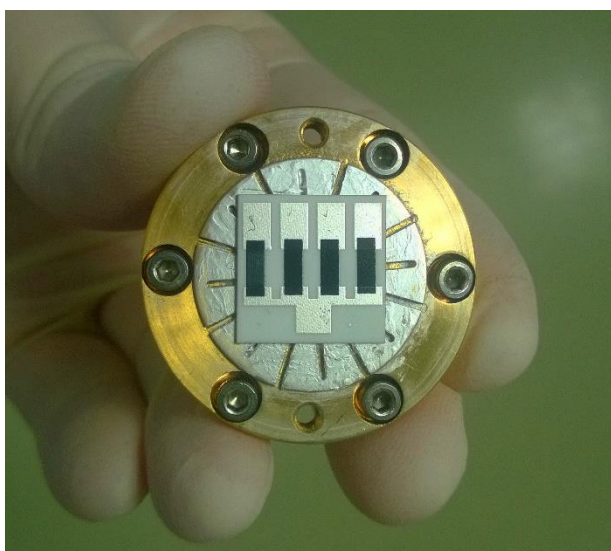
Rozsah	Přesnost [ppm + ppm rozsahu]	Vstupní odpor	Rozlišení
10,000000 mV	20 + 4	>10 GΩ	1 nV
100,00000 mV	10 + 3	>10 GΩ	10 nV
1,0000000 V	7 + 2	>10 GΩ	100 nV
10,000000 V	2 + 1	>10 GΩ	1 μV
100,00000 V	10 + 3	10 MΩ ± 1%	10 μV

Zdroj proudu KEITHLEY model 6221 a nanovoltmetr KEITHLEY model 2182A jsou společně propojeny pro měření v delta módu. Přesnost nanovoltmetru je tak dána součtem přesností těchto dvou měřicích přístrojů odpovídajících rozsahů. Šumové napětí při tomto zapojení je typicky  $3 \text{ nV}_{\text{rms}}/\sqrt{\text{Hz}}$  [21].

3) **Teplotní kontrolér:** 2x kryogenní teplotní kontrolér LakeShore model 336. Přesnost kontroléru záleží na použitých typech teplotních senzorů [17].

### 5.3.3 Postup měření

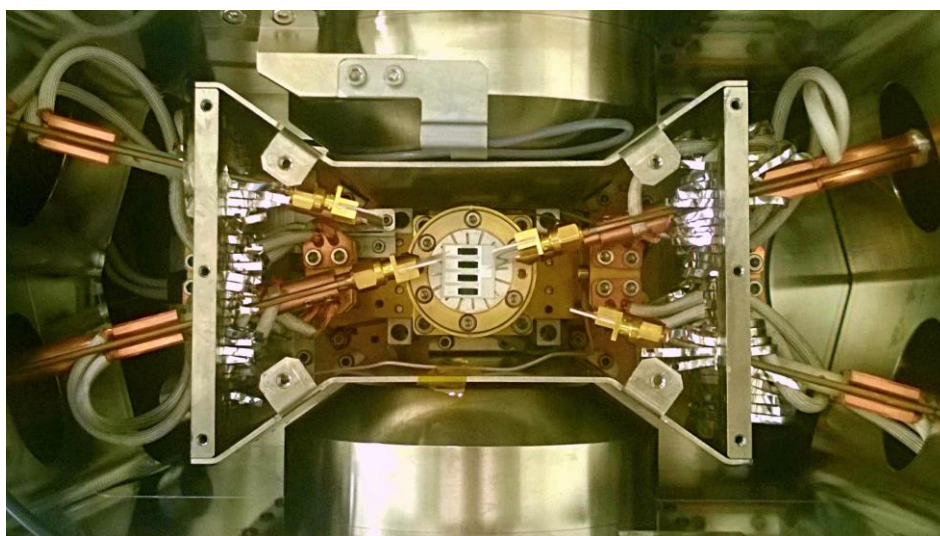
Před začátkem samotného měření je nejdříve nutné připravit vzorek odporového monitoru pro kryogenní stanici. Vrchní kryt kryogenní stanice byl odmontován a vyjmuta základna pro umístění vzorku. Na tuto základnu byl poté pomocí stříbrné pasty přilepen substrát s odporovým monitorem (obr. 32).



**Obr. 32** Umístění vzorku na základnu

Vzhledem ke zvolenému postupu měření a vlastnostem odporového monitoru, byly na manipulátory stanice namontovány sondy typu ZN50R, které pro tento typ měření plně vyhovují.

Po zaschnutí pasty byla základna se vzorkem vložena zpět a kryogenní stanice byla uzavřena. Názorné rozložení prvků v kryogenní komoře ještě před uzavřením horních krytů ukazuje obr. 33.

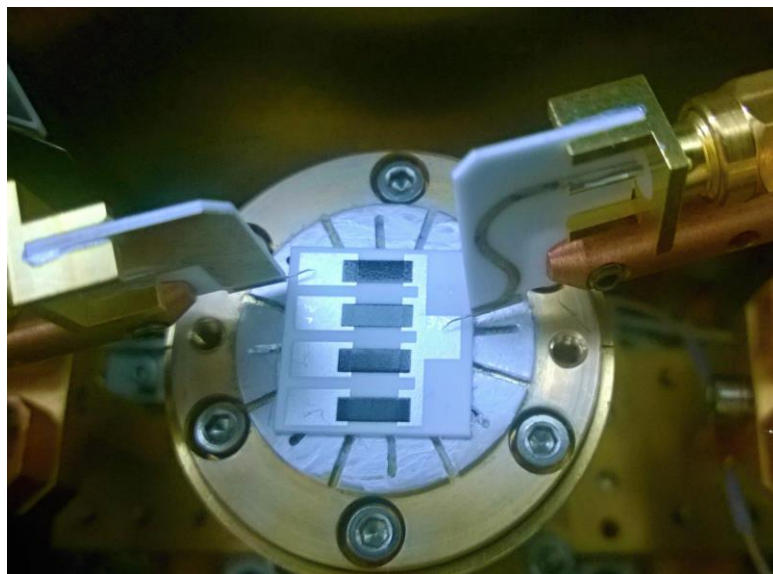


**Obr. 33** Pohled shora na rozložení prvků v kryokomoře

Princip měření v kryogenní stanici CRX-EM-HF je založen na tom, že komora se nejprve vyplní vakuem a po dosažení požadované hodnoty vakua je komora pomocí chladicího kompresoru zchlazena na svou nejnižší teplotu. Poté se pomocí teplotních kontrolérů zadává požadovaná hodnota teploty od hodnot minimálních až po maximální. Po zadání teploty se aktivuje vyhřívací článek, který je umístěn v části se vzorkem. Výkon tohoto vyhřívacího článku je regulován tak, aby došlo k vyrovnání působení chladicího výkonu kompresoru a výkonu vyhřívacího článku na požadovanou hodnotu teploty. Díky přítomnosti vakua při měření je odporový monitor dokonale tepelně odizolován a šíření tepelné energie z vyhřívacího elementu na něj je způsobeno jen radiací.

Kryogenní stanice byla propojena s turbomolekulární vývěvou. Po zapnutí vývěvy bylo třeba vyčkat 30 minut na dosažení požadovaného vakua  $< 1 \times 10^{-3}$  Torr. Nyní mohl být zapnut chladicí kompresor. Čas potřebný pro dosažení nejnižší teploty byl 2,5 h a dosažená teplota se pohybovala od 6 do 7 K. Hodnoty pod hranicí 10 K stanice nedokázala dostatečně stabilizovat, proto byla zvolena jako počáteční teplota pro měření 10 K.

Po stabilizaci teploty byl pomocí manipulátorů kontaktován první ze čtyř rezistorů na odporovém monitoru. Kontaktování hrotem sondy probíhalo za pomoci optického systému s výstupem na obrazovku, kde bylo sledováno dosednutí sondy na elektrodu. Obr. 34 znázorňuje dosednutí hrotů na elektrody rezistoru. Levá sonda doléhá na elektrodu rezistoru R4 a hrot pravé sondy doléhá na společnou elektrodu.



**Obr. 34** Kontaktování odporového monitoru

Po kontaktování rezistoru bylo provedeno měření. Zdroj proudu a voltmetr byly zapojeny v konfiguraci pro delta měření. Jelikož rezistory na odporovém monitoru dosahují velkého rozpětí hodnot elektrického odporu, byla pro každý rezistor nastavena jiná hodnota měřicího proudu  $I_m$  tak, aby byla dosažena stejná přesnost měření pro každý rezistor. Jednotlivé hodnoty  $I_m$  jsou uvedeny v tab. 17. Zdroj proudu byl dále nastaven na konečný počet delta cyklů, aby rezistor nebyl ovlivněn teplem, které vzniká při zatěžování rezistoru. Po měření prvního rezistoru následovalo přesunutí jedné sondy na elektrodu dalšího rezistoru a opět bylo provedeno měření, ale nyní s jiným měřicím proudem. Principem použité metody měření je zjištění hodnoty napětí na rezistoru v závislosti na jeho hodnotě odporu a procházejícím proudem. Použité měřicí přístroje ale umožňují podle Ohmova zákona provést okamžitý výpočet elektrického odporu, a proto byly výsledky odečítány přímo v ohmech.

**Tab. 17** Hodnoty měřicích proudů

Rezistor	$R_v$	$I_m$
R1	1 k $\Omega$ /□	200 $\mu$ A
R2	10 k $\Omega$ /□	20 $\mu$ A
R3	100 k $\Omega$ /□	2 $\mu$ A
R4	1 M $\Omega$ /□	0,2 $\mu$ A
Počet měřicích delta cyklů		10

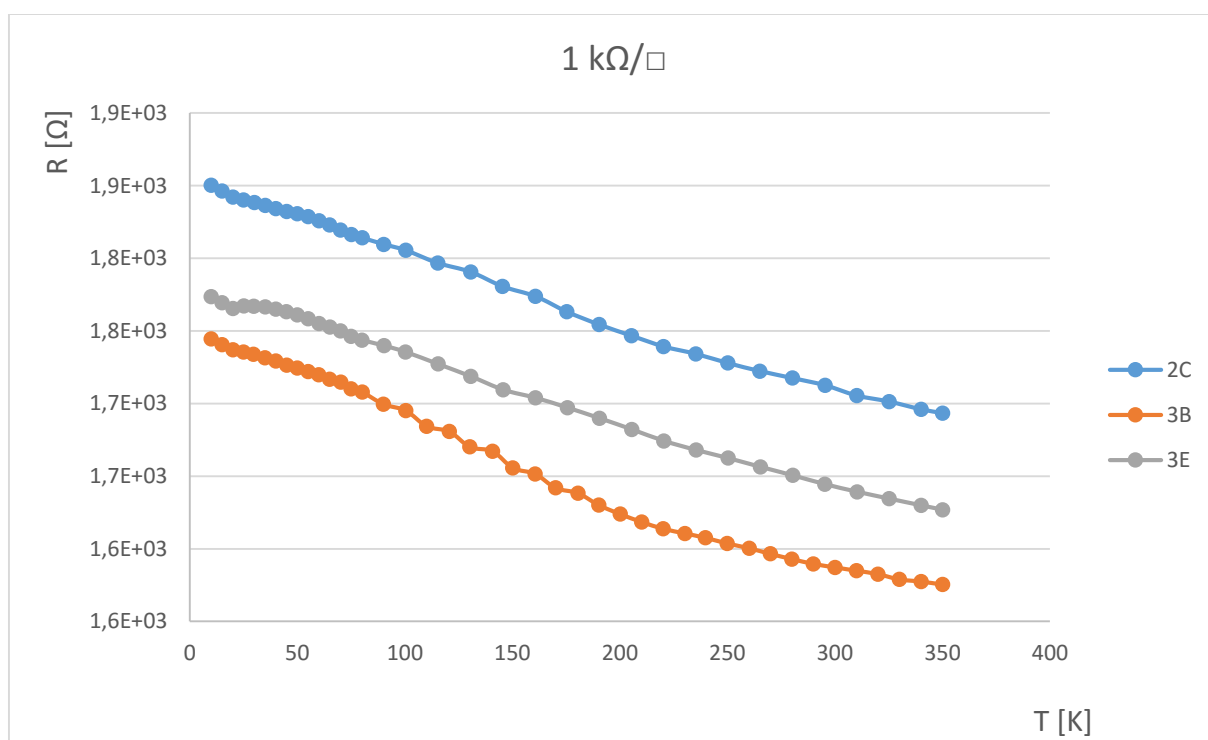
Po změření všech čtyř rezistorů byla nastavena nová požadovaná teplota a po stabilizaci teploty bylo provedeno opět měření rezistorů. Tímto způsobem byl odporový monitor vystaven maximální teplotě 350 K. Kryogenní stanice sice umožňuje v základním nastavení teplotu až 400 K, ale měření by se muselo přerušit a odpojit tepelné kotvy u všech sond, aby nedošlo k jejich poškození vysokou teplotou. Z tohoto důvodu byla max. teplota omezena. Přerušování měření by také výrazně prodloužilo čas měření a mohlo by také zkreslit výsledky měření.

Během fáze zchlazení na základní teplotu je kryogenní komora vystavena působení velkému rozdílu tepot. Díky tepelným roztažnostem kovů, ze kterých je komora vyrobena, tak dochází k výraznému posunu základny se vzorkem. Během měření je ale požadováno postupné zvyšování teploty, a aby nedocházelo k výraznému posunu vzorku při měření a nedošlo k porušení sond, kryogenní komora udržuje ostatní části zchlazené stále na velmi nízké teploty, i když je vzorek vyhříván na teplotu vysokou. Rozdíl při měření mezi min. a max. teplotou v komoře dosahoval až 300 K.

Po dosažení maximální přípustné hodnoty bylo měření ukončeno a stanice musela být stabilizována na 290 K ve všech jejích částech. Během této operace docházelo opět k velké tepelné dilataci, a aby nedošlo k poškození sond, musely být stáhnuty mimo oblast vzorku. Po 90min., kdy teploty dosáhly požadovaných hodnot, stanice byla zavzdušněna a mohla být provedena výměna vzorku. Celkový čas pro přípravu a měření jednoho vzorku dosahoval až 12-ti hod.

## 5.4 Výsledky měření

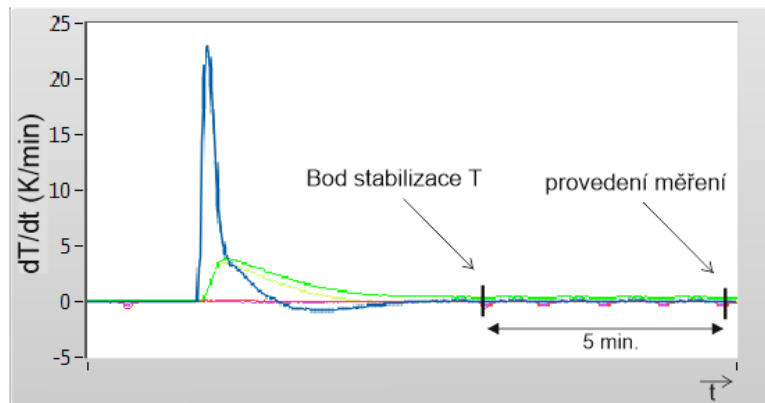
Pro měření byly vybrány tři vzorky odporových monitorů (vzorek 3E, 3B, 2C). Díky třem provedeným měřením tak bylo možné určit a následně opravit případné chyby, které by mohly ovlivnit výsledky měření. Tabulky všech naměřených hodnot jsou uvedeny v příloze.



**Obr. 35** Závislost R na T pasty s  $R_v = 1 \text{ k}\Omega/\square$

Na prvním grafu uvedeného na obr. 35 můžeme vidět závislost odporů na teplotě rezistorů vytvořených z odporové pasty s hodnotou  $R_v = 1 \text{ k}\Omega/\square$ . Jako první bylo provedeno měření substrátu 3B, na kterém byla zkoušena různá doba stabilizace požadované teploty a tím i stabilizace elektrického odporu. Jak lze vidět, tato zkouška má za následek větší rozptyl hodnot, které jsou nejvíce zřetelné od teploty 70 K do 170 K. Stabilizace teploty byla kontinuálně sledována pomocí softwaru. Na základě několika měření při stejné teplotě bylo

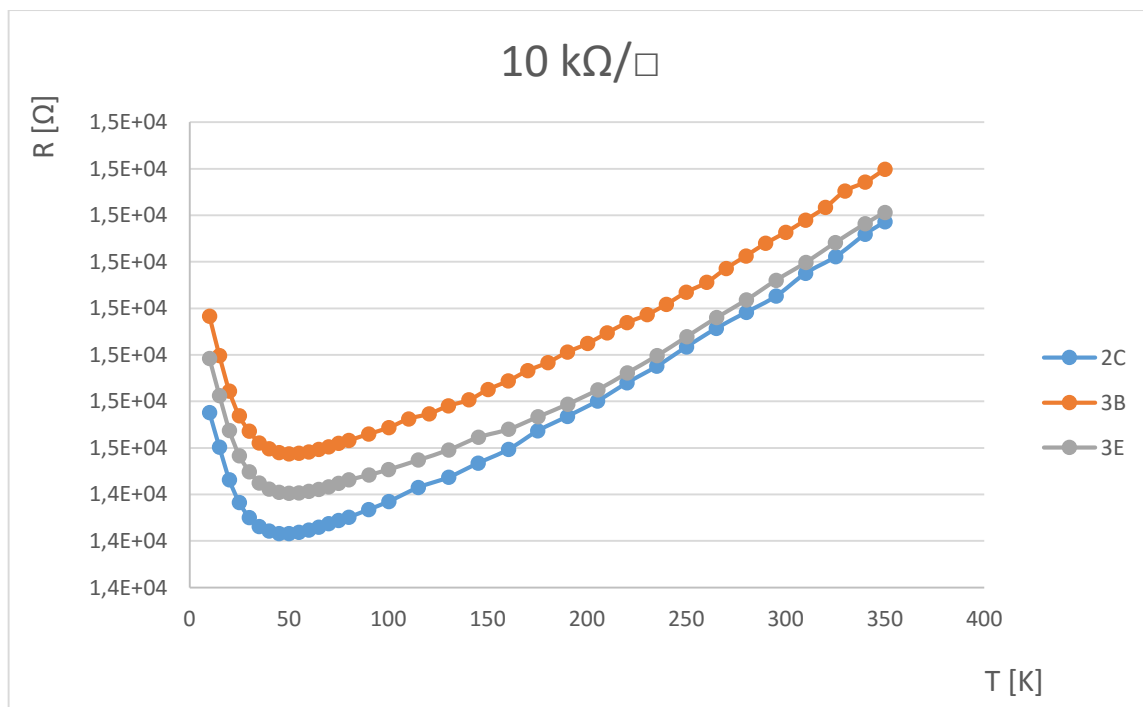
rozhodnuto, že doba před měřením odporu musí být min. 5 minut po stabilizaci teploty na námi požadovanou hodnotu. Stabilizace teploty je zobrazena na obr. 36, kde je znázorněn bod stabilizace teploty, od kterého byla sledována min. doba pro provedení měření elektrického odporu.



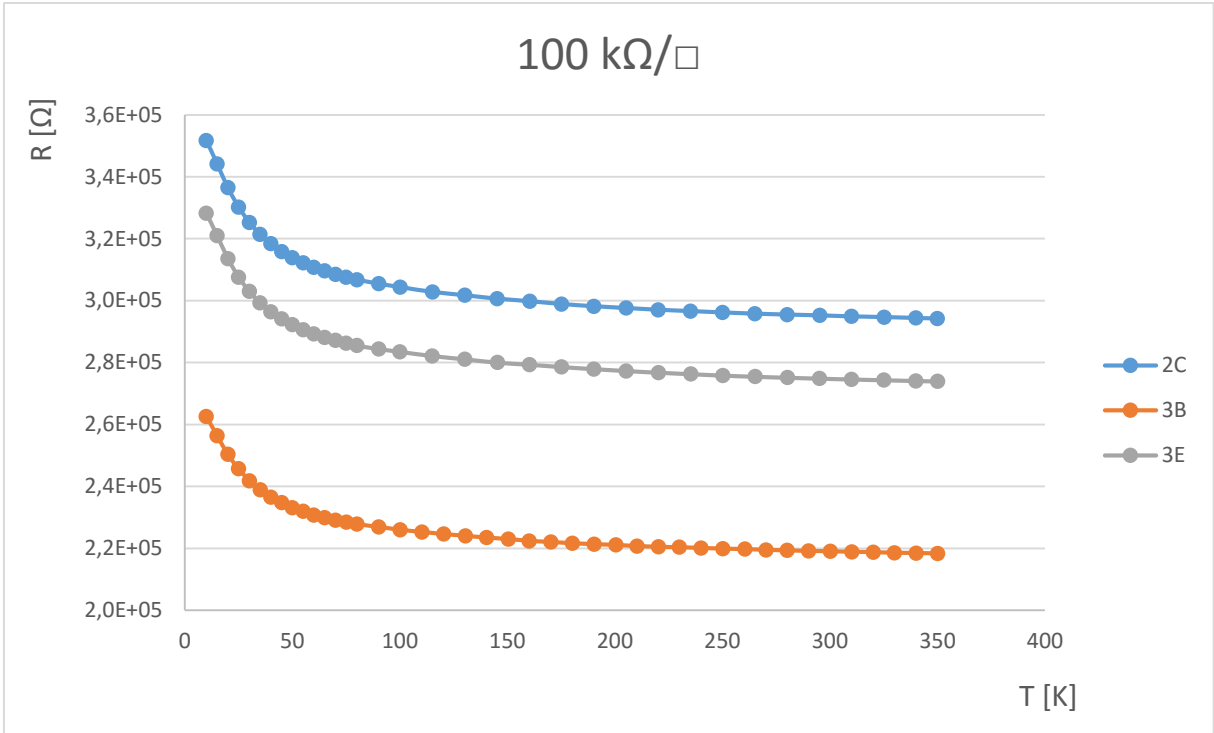
**Obr. 36** Stabilizace teploty

Doba pro dosažení stabilní teploty se různě měnila v závislosti na dodávaném výkonu vyhřívacím elementům v kryogenní stanici. Po stanovení této metodiky měření je vidět, že od teploty 170 K a při měření dalších substrátů nedochází k těmto větším výchyilkám hodnot.

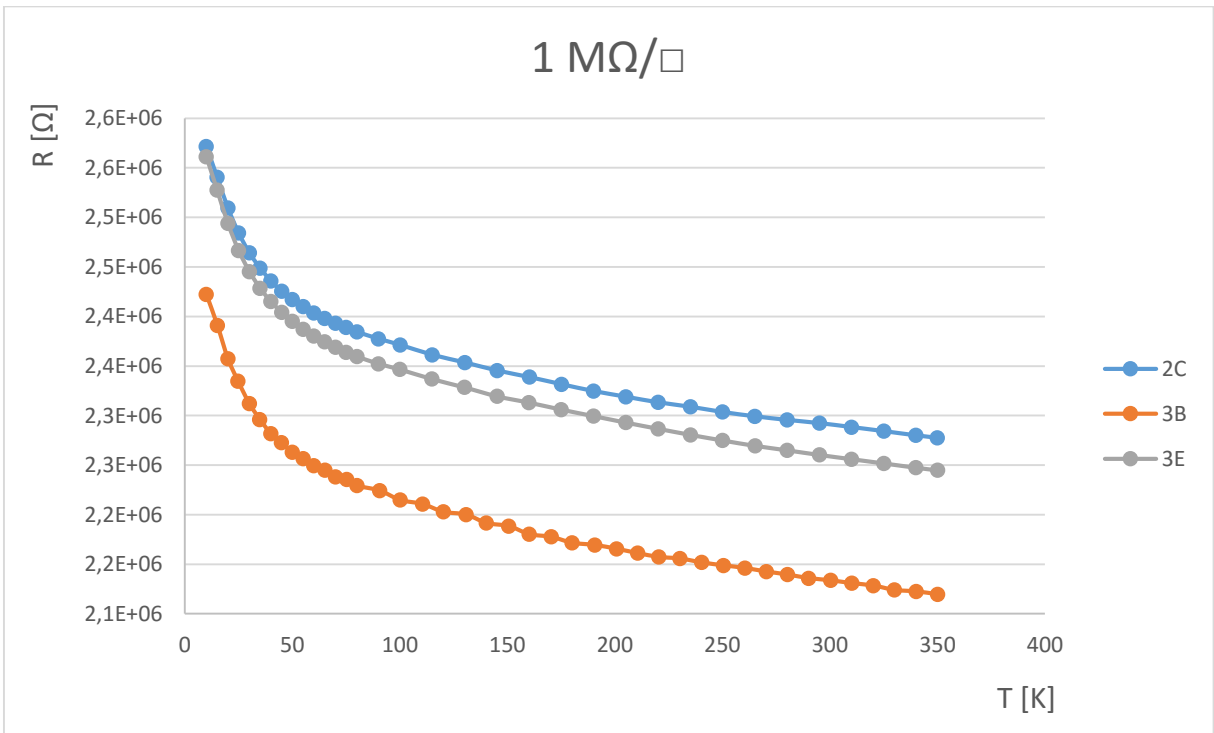
Při prvním měření byla teplota nastavována po 5 K až do 75 K a od této hodnoty byl krok po 10 K až do konce měření. Na základě vyhodnocení prvního měření byla provedena změna krokování teploty. Do 75 K ponechán krok po 5 K, do 100 K po 10 K a dále po 15 K. Tato optimalizace částečně umožnila zkrátit celkovou dobu měření bez vlivu na jeho výsledky. Na následujících třech grafech (obr. 37, 38, 39) jsou vyhodnoceny výsledky z měření dalších rezistorů.



**Obr. 37** Závislost R na T pasty s  $R_v = 10 \text{ k}\Omega/\square$



**Obr. 38** Závislost R na T pasty s  $R_v = 100 \text{ k}\Omega/\square$



**Obr. 39** Závislost R na T pasty s  $R_v = 1 \text{ M}\Omega/\square$

Pokud se podíváme na výsledky měření rezistorů vytvořených z past  $R_v = 1 \text{ M}\Omega/\square$  a  $R_v = 100 \text{ k}\Omega/\square$ , vidíme, že průběhy si jsou velice podobné. Je zde jasná negativní závislost TCR, která je v rozmezí 75 K až 350 K téměř lineární a od 75 K směrem k nule velice narůstá. Dle perkolační teorie uvedené v teoretické části může být konstatováno, že pasta je tvořena vodivými částicemi, které tvoří ucelený vodivý řetěz. Místo toho tvoří vodivé ostrůvky, které jsou odděleny dielektrickým prostředím skelné frity.

Vodivost těchto systému může být popsána pomocí principu vodivosti odporových systému s negativním TCR uvedeného v teoretické části této diplomové práce. U obou past dochází s poklesem teploty od 350 K i k poklesu volných nosičů náboje, které jsou ionizovány ve vodivostní oblasti energií tohoto systému. Tento pokles má za následek zvýšení elektrického odporu. Při dalším snižování teploty, řekněme od 75 K, je počet ionizovaných nábojů velice malý a začíná se uplatňovat princip VRH, kdy dochází jen k přeskokům náboje mezi lokálními centry v objemu rezistoru a odpor tak značně narůstá. Závislost VRH na teplotě je vyjádřena rovnicí č. (8).

Závislost elektrického odporu na teplotě u rezistorů vytvořených pastou s  $R_v = 10 \text{ k}\Omega/\square$  je oproti předešlým pastám zcela jiná. Tento odporový systém projevuje v intervalu 350 K až 50 K pozitivní závislost TCR a od 50 K směrem k nule negativní TCR. Přítomnost pozitivní TCR u odporové pasty dle perkolační teorie naznačuje, že odporový systém je tvořen vodivými částicemi vytvářející vodivou cestu mezi elektrodami rezistoru. Vodivostní model v tomto intervalu potom můžeme přiřadit modelu závislosti kovů, stejně jako pásový diagram energií, kde dochází k překrytí valenčního pásu s vodivostním. Při snižování teploty dochází ke snižování oscilací krystalické mřížky, střední volná dráha elektronu se zvětšuje a odpor rezistoru klesá. Klesající tendence se zastavuje u této pasty na hodnotě 50 K, kdy pasta vykazuje své minimum hodnoty odporu. Tato vlastnost je také typická pro vodivost kovů, kde minimum je dáno hlavně typem, množstvím a uspořádáním poruch krystalické mřížky. Zde je ale minimum dané změnou typu vodivosti z pozitivního na negativní. Tato vlastnost již pro kovy typická není.

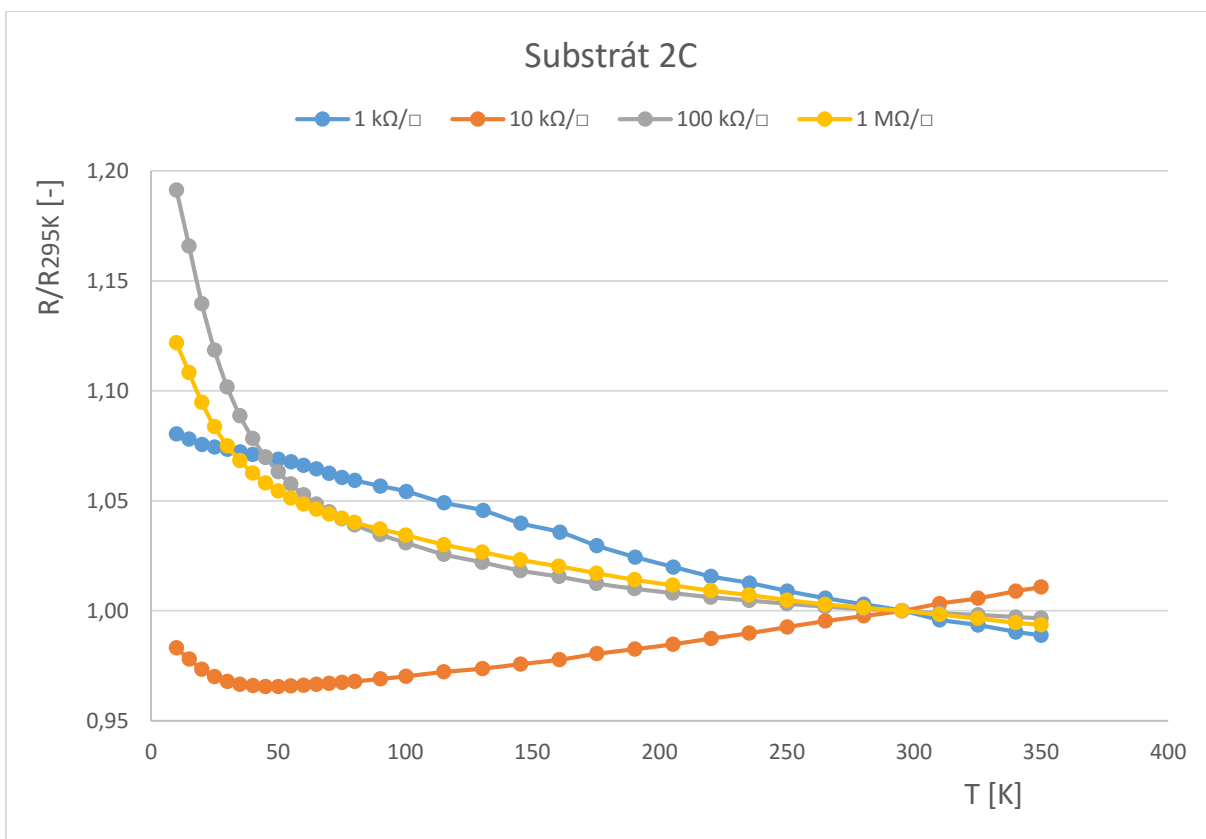
Nejpravděpodobněji zde dochází k přechodu kov-izolant, který je znám pod zkratkou MIT (z angl. Metal Insulator Transition). Princip tohoto jevu je popisován pomocí kvantové fyziky [13, 14] a jelikož tlustovrstvý rezistor může být považován za mezoskopický systém, aplikace kvantové fyziky je zde možná. Pokud odporový systém pokládáme za silně neuspořádaný (systém s velkým rozptylem potenciálů tvořených jednotlivými lokálními centry), tak tato neuspořádanost s klesající teplotou roste a způsobuje lokalizaci elektronových stavů. Elektrony v kovech se obecně nacházejí ve volných vázaných stavech a podle [23] je dokázáno, že při dostatečné neuspořádanosti systému se může stát, že žádný elektron nebude schopen pohybu na větší vzdálenost ani při působení slabého elektrického pole. Původní vodivý kov se tak stává izolantem a difúze elektronů typická pro kovy zcela vymizí. Z volných elektronových stavů se stanou stavy lokalizované v příměsích, které jsou v rezistoru tvořeny vodivými částicemi [21, 22].

Teplotní závislost odporu vytvořeného z odporové pasty  $R_v = 1 \text{ k}\Omega/\square$  vykazuje v celém měřeném teplotním rozsahu téměř lineární závislost. Dle perkolační teorie zde byl předpoklad pro pozitivní charakter TCR z důvodu nejnižšího vrstevového odporu a předpokladu velkého počtu vodivých částic obsažených ve skelné fritě, měření ale prokázalo TCR opačného znaménka. V tomto odporovém systému nejspíše došlo ke změně velikosti segregančního koeficientu  $\chi$  k větším hodnotám. Při výrobě tlustovrstvé pasty byly tedy použity částice s větším poměrem velikostí než u ostatních past a tím došlo k posunu perkolační prahu



k mnohem menším hodnotám než u ostatních past. Tím pádem zde ještě nedošlo k překročení perkolačního prahu a odporový systém je zde tvořen vodivými částicemi oddělené skelnou fritou a tím je také předurčena negativní závislost TCR, jak dokazují naměřené hodnoty. Dalším výrazným rozdílem oproti ostatním pastám je, že zde není viditelný nárůst odporu při dosažení nízkých hodnot teplot a nedochází zde ke změně principů vodivosti.

Následující graf (obr. 40) nám znázorňuje závislosti jednotlivých rezistorů na substrátu 2C. Je zde úmyslně zvolena relativní odporová osa, díky které můžeme lépe porovnat TCR jednotlivých rezistorů. Relativní závislost odporů rezistorů ostatních substrátů jsou velice podobné a jsou uvedeny v příloze.



**Obr. 40** Srovnání výsledků závislostí substrátu 2C

Pro výpočet hodnot TCR jednotlivých rezistorů byl použit tento vztah:

$$TCR = \frac{1}{R} \cdot \frac{\Delta R}{\Delta T} \cdot 10^6 [ppm \cdot K^{-1}] \quad (24)$$

**Tab. 18** Hodnoty TCR

Typ odporové pasty	TCR [ppm·K <sup>-1</sup> ]	
R <sub>v</sub> = 1 kΩ/□	-249,25 pro T = <10,350> K	
R <sub>v</sub> = 10 kΩ/□	-670,98 pro T = <10,35> K	149,69 pro T = <40,350> K
R <sub>v</sub> = 100 kΩ/□	-2687,2 pro T = <10,70> K	-157,86 pro T = <75,350> K
R <sub>v</sub> = 1 MΩ/□	-1501,2 pro T = <10,70> K	-169,4 pro T = <75,350> K

Vypočítané TCR jednotlivých past jsou uvedené v tab. 18. Hodnoty byly rozděleny do dvou intervalů z důvodu velké změny TCR při dosažení nízkých teplot.

U pasty R<sub>v</sub> = 1 kΩ/□ nedošlo k velké změně TCR, TCR je tedy vypočítán pro celý průběh závislosti. U této pasty výrobce udává hodnotu TCR +50/+100 ppm·K<sup>-1</sup>. Srovnáme-li vypočítanou a výrobcem udávanou hodnotu, vidíme, že se liší jak v orientaci TCR, tak i v hodnotě. Vypočítaná hodnota TCR je značná a odpovídá změně o téměř 9 % hodnoty rezistoru pro celý rozsah teplot. Obecně je pro tlustovrstvé rezistory akceptována maximální hranice hodnot ±250 ppm·K<sup>-1</sup> a pro vysoce kvalitní rezistory je TCR požadováno pod hranici ±100 ppm·K<sup>-1</sup> [25]. Výhodou této pasty oproti ostatním je, že zde nedochází ke skokové změně TCR a díky této vlastnosti je možné pastu použít pro aplikace pracujících v prostředí ve velkém rozmezí teplot až k teplotám kryogenním.

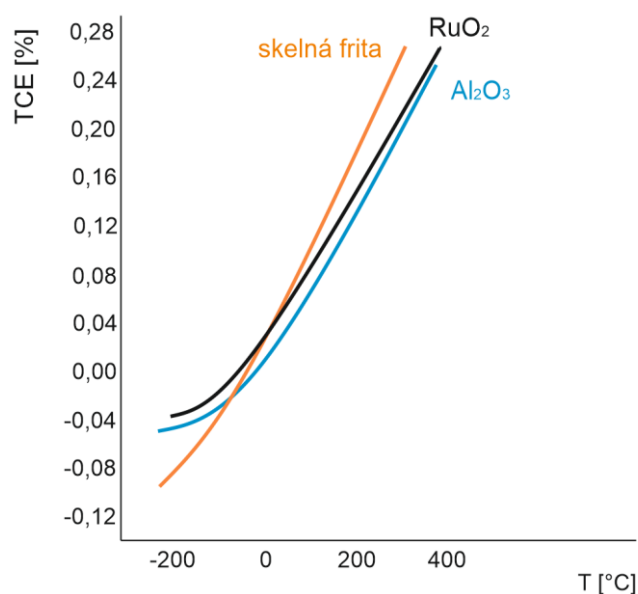
Ostatní tři odporové pasty vykazují v intervalu od 350 K do 75 K (u pasty s R<sub>v</sub> = 10 kΩ/□ až do 40 K) velice podobné hodnoty TCR. Tyto hodnoty odpovídají TCR běžných tlustovrstvých rezistorů a vidíme, že tyto pasty mohou být použity i pro aplikace pracujících v teplotách nižších než obvyklých (s min. T uvedenou v intervalu příslušné pasty).

Pokud se zaměříme na interval velmi nízkých teplot, zde je patrné, že dochází k velkému nárůstu odporu a také hodnot TCR. Tyto hodnoty odpovídají pastám, které se používají pro výrobu tlustovrstvých termistorů. Díky těmto vlastnostem se nabízí použití těchto běžných tlustovrstvých past pro výrobu teplotních čidel v aplikacích pracujících v kryogenních teplotách.

Charakteristická hodnota TCR každé odporové pasty je řízena poměrem vodivých částic a skelné frity a také použitým materiálem vodivých částic. Pro další změnu TCR se používají různé modifikátory, které dokáží tuto hodnotu upravit. Obecně lze konstatovat, že pro pozitivní závislost odporu na teplotě platí, že se zmenšujícím se počtem vodivých částic v systému klesá hodnota TCR až do bodu změny principu vodivosti způsobený úbytkem těchto částic. Při negativním TCR a dále se zmenšujícím počtem vodivých částic, TCR opět narůstá. Pokud

bychom chtěli vyrobit odporovou pastu s co nejmenším TCR bez přidání modifikátorů, musel by být poměr vodivých částic a skelné frity velice blízký perkolačnímu prahu, kdy dochází ke změně principu vodivosti. V této oblasti oba dva principy přispívají k vytvoření odporu tlustvrstvého rezistoru. Při tomto principu je ale nutné uvažovat vlastnosti materiálu použitých vodivých částic a také velikost segregančního koeficientu, který významně ovlivňuje perkolační práh. Kombinací těchto vlastností pak může být vytvořena odporová pasta s nízkým TCR.

Negativním aspektem, který by mohl ovlivnit naměřené výsledky, je různý koeficient tepelné roztažnosti (TCE) materiálů použitých pro výrobu tlustvrstvého obvodu. Jde především o TCE substrátu z  $\text{Al}_2\text{O}_3$  a tlustvrstvé pasty složené ze skelné frity a částic  $\text{RuO}_2$ . Jako skelná frita je nejpoužívanější slitina materiálů  $\text{PbO} + \text{B}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2$ . Hodnoty TCE těchto základních materiálů pak můžeme použít pro stanovení možností výskytů různého namáhání rezistoru. Pokud by hodnoty TCE těchto materiálů byly markantně rozdílné, docházelo by k deformacím a pnutí rezistoru, které by měly za následek změnu odporu a tím by mohlo dojít i ke zkreslení výsledků. Na obr. 41 můžeme vidět závislosti TCE těchto třech materiálů [24]. Z průběhu je jasné, že jednotlivé TCE jsou si velice blízké (zejména substrát a  $\text{RuO}_2$ ) a hodnota TCE v rozmezí  $-200\text{ }^\circ\text{C}$  až  $400\text{ }^\circ\text{C}$  je velice malá. V závislosti na uvedených vlastnostech může být konstatováno, že v daném rozmezí nedochází ke zkreslení vlivem TCE materiálů rezistoru. Data pro vlastnosti TCE v kryogenních teplotách nebyla při zpracování této diplomové práce dostupná a proto nemůže být s jistotou konstatováno, že nedošlo k ovlivnění výsledků např. v intervalu teplot, kdy došlo k výraznému nárůstu odporu. Pro vyloučení tohoto předpokladu je nutné provést vyšetření TCE jednotlivých materiálů v oblasti kryogenních teplot.



**Obr. 41** TCE materiálů tlustvrstvého rezistoru [24]

## 6 Závěr

Tlustovrstvá technologie je obor, který se vyznačuje svými specifickými vlastnostmi pro výrobu elektronických obvodů a pro práci s touto technologií je nutné se s ní nejdříve seznámit. Začátek této diplomové práce se tedy věnuje uvedením základních vlastností této technologie, základními postupy pro výrobu tlustovrstvých obvodů a přehledem používaných materiálů pro výrobu těchto obvodů.

Práce se dále zaměřuje na cermetové tlustovrstvé odporové pasty, kde jsou popsány jejich vlastnosti a složení. Z uvedených charakteristik jednotlivých past vyplývá, že výsledné atributy odporových past jsou řízeny nejen jejich funkční složkou, ale nezanedbatelný podíl mají také ostatní vlastnosti složek tvořících odporovou pastu. Jde např. o tavivovou nevodivou složku (tzv. skelnou fritu), jejíž složení umožňuje ovlivňovat maximální teplotu výpalu odporové pasty.

Pro vysvětlení závislosti elektrického odporu tlustovrstvých rezistorů na teplotě je také důležité pochopit princip jejich vodivosti. Pro popis vodivosti je v této práci použita perkolační teorie, která rozděluje odporový systém na část nad perkolačním prahem, kde je rezistor vytvořen spojením velkým množstvím vodivých částic (odporové pasty s nižším vrstevným odporem) a pod perkolačním prahem, kde jsou malé shluky vodivých částic odděleny nevodivým prostředím (odporové pasty s větším vrstevným odporem). Závislost na teplotě potom přímo vychází z této teorie, kdy systémy s větším množstvím vodivých částic vykazují pozitivní závislost na teplotě a systémy s menším počtem vodivých částic vykazují negativní závislost na teplotě.

V další části práce jsou představeny možnosti měření elektrického odporu tlustovrstvých rezistorů, kde jsou popsány jejich hlavní přednosti a možnosti využití. Jsou zde také uvedeny potenciální chyby vznikající při měření a způsoby jejich minimalizace.

V následující kapitole jsou uvedeny hlavní charakteristiky kryogenní stanice, ve které byly testované rezistory vystaveny změnám teploty. Návrh odporového monitoru uvedený dále byl uzpůsoben tak, aby jeho velikost vyhovovala pro měření v této stanici a aby bylo možné pomocí manipulátorů se sondami kontaktovat elektrody jednotlivých rezistorů. Změnám teploty byly vystaveny vždy čtyři rezistory, každý vytvořen z jiné odporové řady tlustovrstvé pasty.

Praktická část diplomové práce je složena ze dvou dílčích částí. V první části bylo třeba zhotovit jednotlivé tlustovrstvé odporové monitory dle vytvořeného návrhu. Po jejich vytvoření byla provedena optická kontrola a měření všech elektrických odporů jednotlivých rezistorů. Tímto měřením bylo zjištěno, že hodnoty rezistorů vykazují různé velké odchylky od hodnot teoretických. Je to dáno samotnou technologií výroby, kde se běžně dosahuje přesnosti  $\pm 20\%$  a pro větší přesnost dále dochází k trimování na přesnější hodnotu. Pro potřeby této diplomové práce byla přesnost hodnot dostačující a trimování zde nebylo použito. Je zde ale nutné zmínit, že i pro dosažení těchto výsledků je nutné dodržovat postupy jednotlivých technologických operací pro výrobu těchto obvodů, ať už jde o precizní přípravu sít, rozmíchání odporových past, dodržení stanoveného vypalovacího profilu nebo nastavení parametrů síťotiskového poloautomatu.

Druhá dílčí praktická část obsahovala přípravu k měření a samotné měření vybraných odporových monitorů v kryogenní stanici CRX-EM-HF. Příprava zahrnovala zvolení metody a postupu měření. Použité měřicí přístroje umožnily měřit v delta módu s konečným počtem

měřicích cyklů, díky čemuž byly minimalizovány chyby způsobeny vznikem termoelektrického napětí a chyby způsobené vlastním ohřevem rezistoru.

Kryogenní komora byla nastavena v normální konfiguraci, která umožnila měřit odporové monitory v intervalu teplot od 10 K do 350 K. Tato stanice sice umožňuje dosáhnout teplot až 400 K v normální konfiguraci, ale při každém jednom měřicím cyklu odporového monitoru by muselo dojít k přerušování měření a k přenastavení prvků uvnitř komory a opětovnému navázání měření. To by mohlo způsobit zkreslení výsledků a také velký nárůst času potřebného pro měření jednoho vzorku. Časová náročnost pro přípravu a proměření jednoho odporového monitoru byla v průměru 12 hodin. Po získání dat z měření prvních tří odporových monitorů v kryogenní komoře byla tyto data vyhodnocena a bylo rozhodnuto, že není nutné provádět další měření. Měření vykazovala velmi dobré a opakující se výsledky.

Na základě změřených hodnot byly vytvořeny grafy závislosti elektrických odporů na teplotě jednotlivých tlustovrstvých rezistorů. Z celkového pohledu jsou všechny závislosti téměř lineární od nejvyšší měřené teploty až do velmi nízkých teplot. Vysoký nárůst odporu potom vykazují od 75 K pasty s  $R_v = 100 \text{ k}\Omega/\square$  a  $R_v = 1 \text{ M}\Omega/\square$  a od 40 K pasta  $R_v = 10 \text{ k}\Omega/\square$ . V této oblasti se začíná uplatňovat VRH. U pasty s  $R_v = 10 \text{ k}\Omega/\square$  dokonce dochází ke změně TCR z pozitivního na negativní. Pasta s  $R_v = 1 \text{ k}\Omega/\square$  vykazuje linearitu, až do nejnižší měřené teploty 10 K.

Pokud jednotlivé odporové pasty srovnáme dle jejich TCR, může být konstatováno, že perkolační teorie zde platí. Tato teorie je založena na tom, že odporové systémy s vyšším obsahem vodivých částic vykazuje pozitivní TCR a se zmenšujícím se počtem částic, kdy už není vytvořen vodivý řetěz, se projevuje negativní TCR. To potvrzují výsledky měřených past kromě pasty s  $R_v = 1 \text{ k}\Omega/\square$ , kde bylo očekáváno pozitivní TCR. Nejpravděpodobnější vysvětlení je, že segregáční koeficient daný poměrem velikostí částic skelné frity a vodivých částic je jiný než u ostatních odporových past. Tím došlo k posunu perkolační prahu a tím i ke změně vlastnostem vzhledem k ostatním pastám. Proto nelze tuto pastu srovnávat s ostatními a lze ji porovnat jen s pastami s podobným segregáčním koeficientem.

Dále je nutné uvažovat vliv TCE použitých materiálů pro výrobu tlustovrstvých obvodů. Z dostupných zdrojů je zjištěno, že jsou používány materiály pokud možno s kompatibilním TCE a nedochází tak k ovlivnění požadovaných vlastností obvodů. Je třeba ale poznamenat, že tyto zdroje uvádějí závislost TCE max. do teploty  $-200 \text{ }^\circ\text{C}$ . Proto není nyní možné stanovit vliv TCE na elektrický odpor při teplotách, které tuto hranici překračují, a pro stanovení tohoto vlivu je třeba dalšího výzkumu.

Výrobci běžně uvádějí u svých tlustovrstvých past hodnoty TCR začínající na  $-55 \text{ }^\circ\text{C}$ . Z výsledků vidíme, že díky své linearitě tuto hodnotu dalece překračují a jejich použitelnost při nízkých teplotách je mnohem větší. Dále v oblasti nejnižších teplot, kde některé pasty mění své TCR na vysoké hodnoty, mohou být tyto pasty použity jako termistory pro kryogenní aplikace.

V současné době stále přibývá požadavků pro práci elektronických aplikací v nestandardních podmínkách, jako jsou velmi nízké teploty. Jde např. o kosmický výzkum nebo také různé průmyslové aplikace, kde jsou požadavky práce v nestandardních podmínkách kombinovány ještě s nízkými výrobními náklady. Tlustovrstvé obvody, díky svým vlastnostem, které byly potvrzeny i v této práci, dokáží nabídnout relativně levnou technologii, která tyto požadavky dokáže naplnit.

## Seznam literatury

- [1] HARPER, Charles A. *Handbook of thick film hybrid microelectronics: a practical sourcebook for designers, fabricators, and users*. New York: McGraw-Hill, 1974. ISBN 0070266808.8.
- [2] SZENDIUCH, Ivan. *Mikroelektronika a technologie součástek*. Vyd. 1. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, Ústav mikroelektroniky, 2009, 190 s. ISBN 9788021439603.
- [3] TRNKA, P. a M. BUJALOBOKOVÁ. *Progresivní keramika v elektronických aplikacích* [online]. 2007 [cit. 2015-10-28]. ISSN 1336-1376. Dostupné z: <http://hdl.handle.net/10084/83892>
- [4] ADÁMEK, Martin, Edita HEJÁTKOVÁ, Marek NOVOTNÝ, Jan PRÁŠEK a Cyril VAŠKO. *Moderní technologie elektronických obvodů a systémů: Laboratorní cvičení*. Brno, 2011.
- [5] SZENDIUCH, Ivan. *Tlusté vrstvy* [online]. [cit. 2015-10-28]. Dostupné z: [http://www.umel.feec.vutbr.cz/~szend/vyuka/bmts/05a\\_tluste\\_vrstvy.pdf](http://www.umel.feec.vutbr.cz/~szend/vyuka/bmts/05a_tluste_vrstvy.pdf)
- [6] SZENDIUCH, Ivan. *Moderní technologie pro konstrukci elektronických systémů* [online]. [cit. 2015-10-28]. Dostupné z: <http://1url.cz/hxHC>
- [7] MERUNKA, František a Josef SVETLÍK. *Technologie součástek a obvodů I: Hybridní integrované obvody*. 1. vyd. Brno: Vysoké učení technické, 1987, 72 s.
- [8] EWEN, P. J. S. a J. M. ROBERTSON. *A percolation model of conduction in segregated systems of metallic and insulating materials: application to thick film resistors* [online]. Velká Británie, 1981 [cit. 2015-11-08]. Dostupné z: <http://www.iopscience.iop.org/article/10.1088/0022-3727/14/12/015/meta>
- [9] ADÁMEK, Martin, Radimír VRBA, Jan JAROŠ, Edita HEJÁTKOVÁ a Jan PRÁŠEK. *Mikrosenzory a mikromechanické systémy* [online]. [cit. 2015-10-28]. Dostupné z: <http://www.umel.feec.vutbr.cz/~adamek/uceb/menufram.htm>
- [10] KUSY, Andrzej. *Classical percolation threshold and resistance versus temperature behaviour of RuO<sub>2</sub>-glass films*. Polsko, 1996. Department of Electronics Fundamentals, Rzeszow University of Technology.
- [11] BOBRAN, Krzysztof a Andrzej KUSY. *An experimental verification of percolation model for RuO<sub>2</sub>-glass thick resistive films* [online]. Poland, 1991, 2015-11-15 [cit. 2015-11-15]. Dostupné z: <http://iopscience.iop.org/article/10.1088/0953-8984/3/36/007/pdf>
- [12] SKRBEK, Ladislav. *Fyzika nízkých teplot*. Vyd. 1. Praha: Matfyzpress, 2011, 2 sv. ISBN 978-80-7378-168-2.
- [13] MOTT, N. *Conduction in non-crystalline materials*. New York: Oxford University Press, 1987. ISBN 0198519818.
- [14] B. I. SHKLOVSKII, A. L. EFROS, *Electronic properties of doped semiconductors*. Berlin: Springer-Verlag, 1984. ISBN 9783540129950.
- [15] *A Guide to Resistance Measurement*. SEAWARD [online]. [cit. 2015-11-23]. Dostupné z: <http://www.seaward.co.uk/resistance-measurement>

- [16] BURŠÍK, Martin. *Mikroelektronika a technologie součástek: Laboratorní cvičení* [online]. Brno, 2008, 29. 10. 2008 [cit. 2015-11-23]. Dostupné z: [www.umel.feec.vutbr.cz/~szend/vyuka/mmte/L02-mereni-vrstvoveho-odporu.pdf](http://www.umel.feec.vutbr.cz/~szend/vyuka/mmte/L02-mereni-vrstvoveho-odporu.pdf) VUT Brno.
- [17] *CRX-EM-HF Cryogenic Probe Station Specifications. Lake Shore CRYOTRONICS* [online]. [cit. 2015-11-26]. Dostupné z: <http://www.lakeshore.com/products/Cryogenic-Probe-Stations/Model-CRX-EM-HF-Cryogenic-Probe-Station/pages/Specifications.aspx>
- [18] CIGOY, Dale. *Instrument techniques that reduce effects of external error sources* [online]. 2000, 5 [cit. 2016-03-03]. Dostupné z: [http://www.tek.com/sites/tek.com/files/media/document/resources/Instrument\\_Techniques.pdf](http://www.tek.com/sites/tek.com/files/media/document/resources/Instrument_Techniques.pdf)
- [19] Laboratoře a vybavení. *LabSenseNano* [online]. Brno [cit. 2016-03-22]. Dostupné z: <http://www.umel.feec.vutbr.cz/LabSensNano/Facilities.aspx>
- [20] KEITHLEY INSTRUMENTS INC (ed.). *Model 6220 DC Current Source Model 6221 AC and DC Current Source User's Manual* [online]. Ohio, 2005 [cit. 2016-03-31]. Dostupné z: <http://www.imperial.ac.uk/media/imperial-college/research-centres-and-groups/centre-for-bio-inspired-technology/7293202.PDF>
- [21] MARKOŠ, Peter. *Andersonov prechod kov-izolant v neusporiadaných systémoch*. Bratislava, 2004. Doktorská dizertační práce. Fyzikální ústav Slovenské akademie věd.
- [22] JANIŠ, Václav a Jindřich KOLORENC. *Statistická náhodnost v kovových materiálech: elektrický odpor, difuze a lokalizace elektronů* [online], 5 [cit. 2016-04-15]. Dostupné z: [http://www.fzu.cz/~kolorenc/phys\\_texts/elektrony\\_kov.pdf](http://www.fzu.cz/~kolorenc/phys_texts/elektrony_kov.pdf)
- [23] ANDERSON, P. W. *Absence of Diffusion in Certain Random Lattices. Physical Review Letters, Physical Review, and Reviews of Modern Physics* [online]. American Physical Society, 1958, (109), 14 [cit. 2016-04-15]. Dostupné z: <http://140.120.11.121/~lcli/file/periodical/contact/Ambref/ref13.pdf>
- [24] VEST, R. W. *Conduction mechanism in thick film microcircuits: Final technical report*. West Lafayette, Indiane, 1975. Purdue University. [cit. 2016-04-15]. Dostupné z: [https://archive.org/details/DTIC\\_ADA024825](https://archive.org/details/DTIC_ADA024825)
- [25] MINGES, Merrill L. *Electronic materials handbook*. Materials Park, OH: ASM International, 1989-. ISBN 08-717-0285-1.

## Seznam symbolů, veličin a zkratk

TCR	teplotní součinitel odporu (Temperature Coefficient of Resistance)
VCR	napěťový koeficient odporu (Voltage Coefficient of Resistance)
TCE	teplotní součinitel délkové roztažnosti (Thermal Coefficient of Expansion)
NTC	termistor s negativním koeficientem
PTC	termistor s pozitivním koeficientem
RFI	radiofrekvenční interference
VRH	přeskokový mechanismus elektrického náboje (Variable Range Hopping)
$A$	průřez rezistoru
$B$	šířka pásma šumu
$D$	průměr částic skelné frity
$d$	průměr částic RuO <sub>2</sub>
$e$	náboj elektronu
$E_0$	ionizační energie
$\epsilon_r$	relativní permitivita
$E_p$	průrazné napětí
$I_m$	měřicí proud
$k$	Boltzmannova konstanta
$l$	střední volná dráha elektronu
$L$	délka rezistoru
$m$	hmotnost elektronu
$n$	počet všech volných elektronů v objemu
$\eta$	viskozita
$p$	koncentrace vodivé fáze
$p_c$	perkolační práh
$\sigma(p)$	celková vodivost systému
$\sigma_M$	vodivost systému při $p = 1$
$\rho$	měrný elektrický odpor
$\rho_0$	zbytkový měrný elektrický odpor
$\rho_i$	teplotně závislý měrný elektrický odpor
$\rho_{ef}(T)$	měrný elektrický odpor způsobený rozptylem elektronů na fononech
$\rho_{ee}(T)$	měrný elektrický odpor způsobený rozptylem elektronů na elektronech
$\rho_{em}(T)$	měrný elektrický odpor způsobený rozptylem elektronů na magnetické struktuře

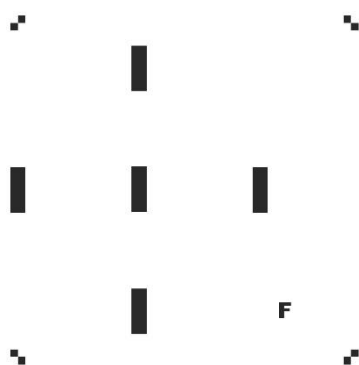


$\Theta_D$	Debyeova teplota
$P$	výkonové zatížení rezistoru
$P_0$	měrné výkonové zatížení pro daný typ pasty
$Q$	činitel jakosti
$R$	elektrický odpor
$R_v$	vrstvý odpor, odpor vodičů měřicího přístroje
$R_m$	mechanická pevnost
$R_p$	odpor kontaktů měřicího přístroje
$R_x$	neznámý odpor
$\sigma$	směrodatná odchylka
$tg \delta$	ztrátový činitel
$t$	kritický index
$T$	teplota
$U_T$	šumové napětí
$W$	šířka rezistoru
$\chi$	segregační koeficient
$\lambda$	tepelná vodivost
$v$	rychlost elektronu
$\bar{x}$	průměrná hodnota
$\tilde{x}$	medián

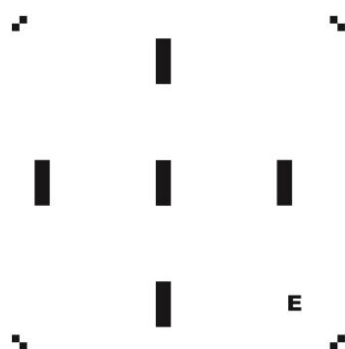
## Seznam příloh

- Příloha A: motiv odporové vrstvy pro pastu s  $R_v = 1 \text{ k}\Omega/\square$
- Příloha B: motiv odporové vrstvy pro pastu s  $R_v = 10 \text{ k}\Omega/\square$
- Příloha C: motiv odporové vrstvy pro pastu s  $R_v = 100 \text{ k}\Omega/\square$
- Příloha D: motiv odporové vrstvy pro pastu s  $R_v = 1 \text{ M}\Omega/\square$
- Příloha E: motiv vodivé vrstvy
- Příloha F: tabulka naměřených hodnot substrátu 3E
- Příloha G: tabulka naměřených hodnot substrátu 2C
- Příloha H: tabulka naměřených hodnot substrátu 3B
- Příloha I: grafy relativních hodnot odporů substrátů 3E a 3B

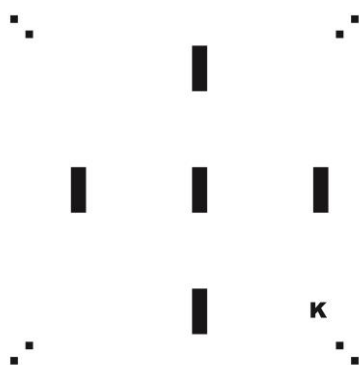
Příloha A: motiv odporové vrstvy pro pastu s  $R_v = 1 \text{ k}\Omega/\square$



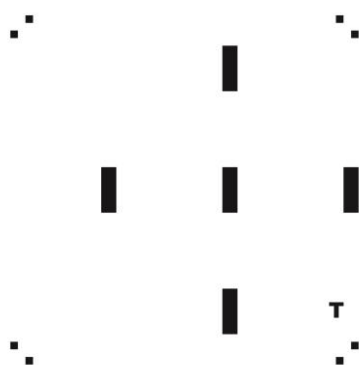
Příloha B: motiv odporové vrstvy pro pastu s  $R_v = 10 \text{ k}\Omega/\square$



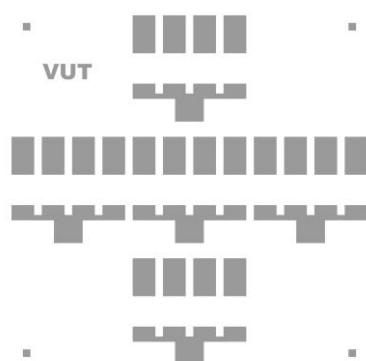
Příloha C: motiv odporové vrstvy pro pastu s  $R_v = 100 \text{ k}\Omega/\square$



Příloha D: motiv odporové vrstvy pro pastu s  $R_v = 1 \text{ M}\Omega/\square$



Příloha E: motiv vodivé vrstvy



Příloha F: tabulka naměřených hodnot substrátu 3E

3E							
1 kΩ/□		10 kΩ/□		100 kΩ/□		1 MΩ/□	
T[K]	R [Ω]	T[K]	R [Ω]	T[K]	R [Ω]	T[K]	R [Ω]
9,9891	1,77345703E+03	10,0002	1,46923467E+04	9,9807	3,28236563E+05	9,9793	2,56118450E+06
15,0452	1,76933203E+03	15,0222	1,46127090E+04	14,9959	3,20969094E+05	14,9916	2,52738575E+06
20,0385	1,76533276E+03	20,0202	1,45377813E+04	20,0053	3,13568125E+05	19,9917	2,49385450E+06
25,0571	1,76723621E+03	25,0202	1,44835049E+04	24,9931	3,07569094E+05	25,0003	2,46652100E+06
29,7817	1,76695605E+03	30,0995	1,44489287E+04	29,9787	3,02972125E+05	29,9879	2,44532425E+06
35,0682	1,76649292E+03	35,0467	1,44248760E+04	34,9833	2,99280250E+05	35,0046	2,42837350E+06
40,0371	1,76498840E+03	40,0742	1,44114629E+04	40,0170	2,96402344E+05	39,9917	2,41504625E+06
44,9650	1,76314063E+03	45,0449	1,44047715E+04	45,0445	2,94117656E+05	45,0114	2,40411325E+06
50,0309	1,76102869E+03	50,0152	1,44028262E+04	50,0404	2,92248688E+05	50,0260	2,39518325E+06
55,0525	1,75823840E+03	55,0285	1,44035410E+04	55,0176	2,90570625E+05	55,0136	2,38700125E+06
60,0494	1,75506213E+03	60,0328	1,44069482E+04	60,0239	2,89231156E+05	60,0174	2,38018150E+06
65,1448	1,75269324E+03	65,0863	1,44110342E+04	65,0527	2,88155906E+05	65,0369	2,37441900E+06
70,1262	1,75004126E+03	70,0864	1,44167607E+04	70,0545	2,87141438E+05	70,0404	2,36902000E+06
75,0670	1,74626306E+03	75,0486	1,44243848E+04	75,0367	2,86206594E+05	75,0214	2,36382975E+06
80,1328	1,74365503E+03	80,0925	1,44313857E+04	80,0644	2,85469563E+05	80,0467	2,35955025E+06
90,3965	1,73981665E+03	90,2542	1,44420557E+04	90,1656	2,84391156E+05	90,0927	2,35224125E+06
100,3520	1,73549622E+03	100,1670	1,44536709E+04	100,0410	2,83475406E+05	99,9457	2,34655400E+06
115,4860	1,72715686E+03	115,2160	1,44740420E+04	115,0350	2,82135781E+05	114,9400	2,33679250E+06
130,7500	1,71863574E+03	130,4230	1,44959570E+04	130,1980	2,81084219E+05	130,0310	2,32842450E+06
145,7730	1,70946082E+03	145,4990	1,45230234E+04	145,3680	2,79990188E+05	145,2710	2,31935875E+06
160,7960	1,70390601E+03	160,5470	1,45401445E+04	160,2830	2,79331250E+05	160,0350	2,31306450E+06
175,6170	1,69715369E+03	175,4120	1,45669756E+04	175,1700	2,78575281E+05	175,0090	2,30603525E+06
190,5190	1,68986511E+03	190,3710	1,45941748E+04	190,1950	2,77919906E+05	190,0370	2,29949275E+06
205,5950	1,68215796E+03	205,5140	1,46250283E+04	205,3050	2,77294000E+05	205,1730	2,29287625E+06
220,5030	1,67422900E+03	220,3860	1,46615518E+04	220,2690	2,76759438E+05	220,1410	2,28664850E+06
235,4980	1,66795972E+03	235,4120	1,46984922E+04	235,2920	2,76278563E+05	235,1520	2,28054800E+06
250,3890	1,66238159E+03	250,2740	1,47392031E+04	250,1660	2,75829156E+05	250,0790	2,27489250E+06
265,4850	1,65631091E+03	265,3820	1,47802598E+04	265,3020	2,75444219E+05	265,2200	2,26946200E+06
280,4590	1,65049475E+03	280,3750	1,48183008E+04	280,3000	2,75132531E+05	280,2350	2,26493150E+06
295,3450	1,64444250E+03	295,2650	1,48603828E+04	295,2050	2,74834063E+05	295,1470	2,26027375E+06
310,3330	1,63921558E+03	310,2660	1,48986504E+04	310,1630	2,74571000E+05	310,1300	2,25600300E+06
325,2110	1,63448523E+03	325,1660	1,49416348E+04	325,1340	2,74325781E+05	325,1030	2,25173375E+06
340,1660	1,62983545E+03	340,1280	1,49818164E+04	340,0920	2,74085281E+05	340,0670	2,24739150E+06
350,1520	1,62682947E+03	350,1460	1,50062998E+04	350,1240	2,73932406E+05	350,0940	2,24475400E+06

Příloha G: tabulka naměřených hodnot substrátu 2C

2C							
1 kΩ/□		10 kΩ/□		100 kΩ/□		1 MΩ/□	
T[K]	R [Ω]	T[K]	R [Ω]	T[K]	R [Ω]	T[K]	R [Ω]
10,0018	1,85024121E+03	9,9969	1,45759473E+04	10,0063	3,51702281E+05	10,0127	2,57151325E+06
15,0059	1,84614490E+03	15,0109	1,45015391E+04	15,0051	3,44160250E+05	15,0038	2,54061275E+06
20,0552	1,84206213E+03	20,0294	1,44315537E+04	20,0062	3,36444656E+05	20,0061	2,50949350E+06
24,9998	1,84005481E+03	24,9981	1,43827646E+04	25,0086	3,30201875E+05	25,0026	2,48425200E+06
30,0866	1,83830054E+03	30,0083	1,43507070E+04	29,9861	3,25266469E+05	30,0052	2,46412775E+06
35,0931	1,83624316E+03	34,9997	1,43314170E+04	34,9836	3,21387906E+05	35,0172	2,44872100E+06
40,0010	1,83421130E+03	40,0760	1,43213467E+04	40,0186	3,18348406E+05	39,9932	2,43584225E+06
45,0508	1,83209192E+03	45,0422	1,43161348E+04	45,0120	3,15854469E+05	45,0037	2,42556850E+06
50,0199	1,83055481E+03	50,0430	1,43159658E+04	50,0312	3,13874969E+05	50,0164	2,41708625E+06
55,0601	1,82856201E+03	55,0407	1,43188926E+04	55,0292	3,12224250E+05	55,0259	2,40993150E+06
60,0696	1,82573889E+03	60,0445	1,43236035E+04	60,0310	3,10775094E+05	60,0220	2,40355150E+06
65,0869	1,82298242E+03	65,0563	1,43298623E+04	65,0363	3,09558938E+05	65,0274	2,39797975E+06
70,0923	1,81942932E+03	70,0592	1,43371416E+04	70,0419	3,08495094E+05	70,0335	2,39299750E+06
75,1110	1,81632288E+03	75,0754	1,43439551E+04	75,0565	3,07572375E+05	75,0389	2,38881150E+06
80,1750	1,81398950E+03	80,1235	1,43510283E+04	80,0779	3,06760094E+05	80,0571	2,38441700E+06
90,2522	1,80954822E+03	90,1680	1,43679102E+04	90,1214	3,05452219E+05	90,0790	2,37746500E+06
100,4410	1,80537415E+03	100,3030	1,43851182E+04	100,2210	3,04349250E+05	100,1530	2,37127250E+06
115,2790	1,79665942E+03	115,2010	1,44151621E+04	115,1500	3,02798469E+05	115,1200	2,36124025E+06
130,6390	1,79052136E+03	130,4460	1,44372793E+04	130,3120	3,01722188E+05	130,2310	2,35352625E+06
145,4440	1,78052478E+03	145,3240	1,44675957E+04	145,2450	3,00610375E+05	145,2040	2,34540975E+06
160,8340	1,77369165E+03	160,5780	1,44970098E+04	160,4160	2,99808969E+05	160,3080	2,33872875E+06
175,3690	1,76311951E+03	175,2710	1,45368145E+04	175,2050	2,98887875E+05	175,1600	2,33155275E+06
190,3870	1,75428247E+03	190,2630	1,45681260E+04	190,1850	2,98179063E+05	190,1500	2,32465850E+06
205,4490	1,74659827E+03	205,3120	1,46009893E+04	205,2140	2,97598938E+05	205,1640	2,31892325E+06
220,3120	1,73922925E+03	220,2220	1,46398896E+04	220,1540	2,97041406E+05	220,1310	2,31328575E+06
235,3780	1,73410181E+03	235,2720	1,46757939E+04	235,2180	2,96605031E+05	235,1630	2,30878800E+06
250,2310	1,72781812E+03	250,1780	1,47173623E+04	250,1430	2,96166531E+05	250,1140	2,30352575E+06
265,2020	1,72226062E+03	265,1610	1,47570908E+04	265,1230	2,95778406E+05	265,1150	2,29916625E+06
280,3480	1,71745142E+03	280,2820	1,47916123E+04	280,2270	2,95474156E+05	280,1710	2,29553550E+06
295,4370	1,71250903E+03	295,3450	1,48264561E+04	295,2920	2,95215594E+05	295,2260	2,29226925E+06
310,2050	1,70546899E+03	310,1530	1,48755830E+04	310,1340	2,94896125E+05	310,1120	2,28830950E+06
325,2790	1,70129456E+03	325,2470	1,49109580E+04	325,2080	2,94668219E+05	325,1730	2,28418700E+06
340,1100	1,69599048E+03	340,0830	1,49593184E+04	340,0660	2,94384656E+05	340,0520	2,27995225E+06
350,0900	1,69340063E+03	350,0740	1,49859043E+04	350,0600	2,94220344E+05	350,0550	2,27753425E+06



Příloha H: tabulka naměřených hodnot substrátu 3B

3B							
1 kΩ/□		10 kΩ/□		100 kΩ/□		1 MΩ/□	
T[K]	R [Ω]	T[K]	R [Ω]	T[K]	R [Ω]	T[K]	R [Ω]
10,0059	1,74443518E+03	10,0147	1,47835078E+04	10,0055	2,62565188E+05	9,9951	2,42225625E+06
15,0004	1,74051453E+03	15,0045	1,46989199E+04	15,0710	2,56387672E+05	15,1247	2,39091800E+06
20,0915	1,73694263E+03	20,0245	1,46222920E+04	20,0014	2,50338906E+05	20,0057	2,35739225E+06
24,9972	1,73546936E+03	24,9788	1,45691484E+04	24,9706	2,45721016E+05	24,7479	2,33452200E+06
29,6629	1,73384412E+03	29,9905	1,45360771E+04	30,0770	2,41837906E+05	29,9741	2,31201150E+06
35,0012	1,73134546E+03	35,0112	1,45110879E+04	35,0908	2,38918891E+05	34,8663	2,29607000E+06
39,9838	1,72912549E+03	40,0538	1,44982461E+04	39,9974	2,36515906E+05	40,0009	2,28168050E+06
45,0033	1,72627893E+03	45,0337	1,44902988E+04	45,0266	2,34773016E+05	44,9338	2,27273150E+06
50,0188	1,72428442E+03	50,0087	1,44876055E+04	50,0056	2,33107656E+05	50,0060	2,26288600E+06
55,0076	1,72198828E+03	55,0181	1,44884258E+04	55,0407	2,31948297E+05	55,0638	2,25659900E+06
60,0376	1,71972461E+03	60,0204	1,44917197E+04	60,0121	2,30776938E+05	60,0084	2,24926925E+06
65,0235	1,71664172E+03	65,0374	1,44968301E+04	65,0657	2,29951281E+05	65,1192	2,24487225E+06
70,2416	1,71477576E+03	70,0780	1,45028535E+04	70,0468	2,29111375E+05	70,0262	2,23810775E+06
75,0267	1,71002161E+03	75,0395	1,45101846E+04	75,1206	2,28490703E+05	75,2344	2,23536475E+06
80,2348	1,70785229E+03	80,1228	1,45161689E+04	80,0828	2,27811141E+05	80,0574	2,22920500E+06
90,0962	1,69957642E+03	90,1545	1,45302773E+04	90,2520	2,26923266E+05	90,5613	2,22424550E+06
100,5210	1,69509155E+03	100,3290	1,45438438E+04	100,2200	2,25982516E+05	100,1370	2,21476100E+06
110,1580	1,68435815E+03	110,2320	1,45626436E+04	110,3470	2,25295156E+05	110,5270	2,21066275E+06
120,7790	1,68066589E+03	120,5830	1,45735820E+04	120,3850	2,24612750E+05	120,2380	2,20283150E+06
130,2330	1,67016528E+03	130,3190	1,45906006E+04	130,4630	2,24041047E+05	130,8200	2,19996525E+06
140,8540	1,66709729E+03	140,6340	1,46034316E+04	140,3920	2,23455016E+05	140,2820	2,19151450E+06
150,2410	1,65568359E+03	150,3520	1,46259180E+04	150,5090	2,23005734E+05	150,7030	2,18837225E+06
160,6680	1,65152283E+03	160,3810	1,46442324E+04	160,1870	2,22401594E+05	160,1390	2,18027200E+06
170,1550	1,64187500E+03	170,2140	1,46662168E+04	170,2980	2,22046125E+05	170,4050	2,17752225E+06
180,4970	1,63830408E+03	180,3300	1,46837539E+04	180,2210	2,21643969E+05	180,1660	2,17154800E+06
190,1960	1,63008948E+03	190,2690	1,47061650E+04	190,3690	2,21351578E+05	190,6260	2,16932400E+06
200,2020	1,62386902E+03	200,3260	1,47244961E+04	200,5440	2,21070688E+05	200,7910	2,16548425E+06
210,1800	1,61844495E+03	210,2450	1,47474805E+04	210,3640	2,20740313E+05	210,5970	2,16110475E+06
220,1650	1,61379565E+03	220,2390	1,47694170E+04	220,3340	2,20481484E+05	220,4890	2,15725450E+06
230,3120	1,61057080E+03	230,4410	1,47866338E+04	230,0410	2,20344297E+05	230,2620	2,15566750E+06
239,8330	1,60758569E+03	239,9890	1,48086943E+04	240,1730	2,20112734E+05	240,3880	2,15172025E+06
249,9900	1,60364551E+03	250,0870	1,48348271E+04	250,2740	2,19894766E+05	250,4690	2,14874725E+06
260,1440	1,60041943E+03	260,3300	1,48558369E+04	260,4930	2,19724609E+05	260,4890	2,14612725E+06
270,0370	1,59648975E+03	270,1440	1,48858545E+04	270,2970	2,19510797E+05	270,4550	2,14249350E+06
280,0450	1,59293042E+03	280,1130	1,49127051E+04	280,2060	2,19325281E+05	280,3720	2,13948675E+06
289,9560	1,58963611E+03	290,0200	1,49398906E+04	290,0980	2,19161406E+05	290,2080	2,13583150E+06
300,0850	1,58719995E+03	300,1780	1,49635332E+04	300,2770	2,19030859E+05	300,3710	2,13368600E+06
310,0750	1,58490649E+03	310,1350	1,49899170E+04	310,1990	2,18888281E+05	310,2830	2,13071625E+06
320,0300	1,58256104E+03	320,0930	1,50170879E+04	320,1510	2,18748984E+05	320,2340	2,12837850E+06
330,0190	1,57890759E+03	330,0240	1,50524043E+04	330,0300	2,18564156E+05	330,0320	2,12395550E+06
340,0980	1,57744971E+03	340,1370	1,50714746E+04	340,2010	2,18478641E+05	340,2350	2,12245475E+06
350,0730	1,57533887E+03	350,1030	1,50989297E+04	350,1290	2,18335438E+05	350,1570	2,11955000E+06

Příloha I: grafy relativních hodnot odporů substrátů 3E a 3B

