

ТЕНЗОЭФФЕКТ В ДВУХСЛОЙНЫХ ПЛЕНКАХ Cu/Cr и Fe/Cr**Д.В. Великодний, С.И. Проценко, И.Е. Проценко***Сумский государственный университет**Украина*

Поступила в редакцию 09.06.2008

Изучено явление тензочувствительности в двухслойных пленках Cu/Cr и Fe/Cr, структурно-фазовое состояние которых соответствует ГЦК Cu + ОЦК Cr и твердый раствор (α -Fe, Cr) соответственно, в интервалах продольной деформации от 0 до 1% и от 0 до 2%. Получено, что в области упругой или квазиупругой деформации коэффициент продольной тензочувствительности (γ_l) имеет величину порядка единицы, в то время как при пластической деформации – порядка десяти единиц.

ВВЕДЕНИЕ

Большое внимание исследователей к пленочным материалам обусловлено их уникальными механическими, электрическими, оптическими и др. свойствами, что дает возможность широко их использовать в качестве чувствительных элементов различных сенсоров [1 – 7]. Несмотря на длительное время исследования тензорезистивных свойств различных материалов (см., например, [8]), эта проблема по-прежнему остается актуальной, хотя касательно тензочувствительности в области упругой деформации (до 1%) тонких проволок и одно- и многослойных пленок, в том числе и пленочных сплавов, эти исследования имеют характер определенной завершенности (см. [9, 10], а также цитируемую в [8] и [11] литературу). Вместе с тем изучения тензорезистивных, механических и других свойств в области неупругой деформации остаются актуальными к настоящему времени. Узловыми здесь остаются вопросы, связанные с механизмами пластической деформации, влиянием дисперсности пленок на механические и электрофизические свойства, роли диффузионных процессов и фазообразования в этих явлениях.

Анализ процитированных нами работ указывает на то, что в них основное внимание уделяется взаимосвязи между механическими свойствами и структурным состоянием образца. Это обстоятельство и предопределило цель наших исследований тензорезистивных свойств двухслойных пленок на основе Cu и Cr (они удовлетворяют условию двухслойности или “биластины”) и Fe и Cr (в

них образуется твердый раствор на основе ОЦК Fe) в области продольной деформации $\epsilon_l = 0 - 2\%$. Этот интервал ϵ_l включает в себя упругую, квазиупругую и пластическую деформации.

**МЕТОДИКА И ТЕХНИКА
ЭКСПЕРИМЕНТА**

Методика получения образцов и исследования тензорезистивных свойств состоит в следующем. Двухслойные пленки общей толщины до 100 нм получались методом термического испарения в установке ВУП-5М (рабочий вакуум $10^{-3} - 10^{-4}$ Па) на полистироловых подложках. Низкоомные контакты (сопротивления ~ 1 Ом) формировались в виде ступеньки на основе пленок Cr и Cu по методике, описанной в [11].

В процессе получения и обработки результатов использовался по сравнению с [11] качественно новый уровень эксперимента с использованием современных технологий автоматизации научных исследований (более подробно см. [12]). Основу автоматизированной системы составляет 8-канальный 16-битный сигма-дельта АЦП ADAM-4018, с помощью которого по четырехточечной схеме измерялось сопротивление образцов, преобразователь интерфейсов USB \rightarrow RS 232/422/485 ADAM-4561, асинхронный двигатель типа Д-219П1У3 и web-камера Creative Labs с разрешающей способностью 640×480 пикселей. Управление автоматизированным комплексом осуществлялось с компьютера под управлением программы, разработанной в среде LabVIEW, с использованием модуля

машинного зрения LabVIEW Vision Development Module 8.2.

Подложка с системой контактов и образцом одним концом фиксировалась консольно, а с другого – крепилась до штока микровинта (цена деления – 0,02 мм), который через редуктор присоединяется к электродвигателю, вращающемуся в противоположных направлениях, в зависимости от управляющих сигналов с релейного модуля ADAM-4068. Web-камера размещается возле микровинта и фиксирует его изображение с частотой 10 кадров/с. Одновременно с процессом распознавания делений микровинта фиксируется также сопротивление образца.

На рис. 1 представлена структурная схема автоматизированной системы, которая позволяет проводить исследования тензоэффекта в динамическом или статическом режиме со скоростью деформации от 0 до 0,1%/с в интервале $\epsilon_t = 0 - 10\%$. Режимы работы системы позволяют также изучать ресурс работы пленочных образцов как возможных чувствительных элементов тензодатчиков.

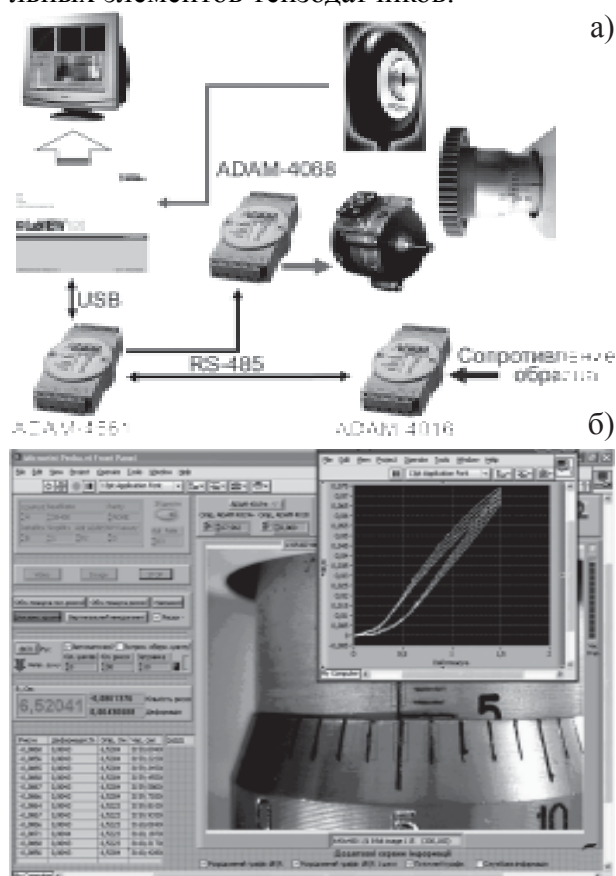


Рис. 1. Структурная схема автоматизированной системы исследования тензоэффекта – а) и интерфейс программного обеспечения – б).

Для точного контроля толщины отдельных слоев нами также была разработана система автоматизированного управления заслонками испарителей и временем конденсации, что позволило получать образцы заданной толщины с точностью $\pm 1 \div 2$ нм (рис. 2).

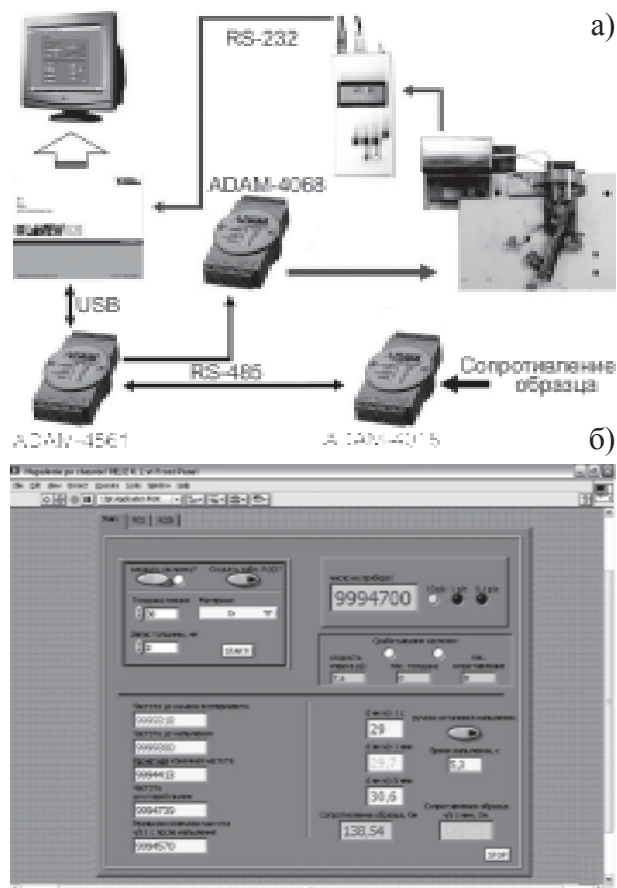


Рис. 2. Структурная схема автоматизированной системы получения тонкопленочных образцов – а) и интерфейс программного обеспечения – б).

Систему можно структурно разделить на следующие составные части: систему контроля и измерения толщины конденсируемой металлической пленки (включает в себя пластину кварца, на которую конденсируется пленка, внешний генератор и частотомер); систему обратной связи компьютера с вакуумной установкой; персональный компьютер с соответствующим программным обеспечением, разработанным в среде программирования LabVIEW.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

В работе проведены исследования тензорезистивного эффекта в однослойных пленках Cu, Cr, Fe, и двухслойных Cu/Cr/П и Fe/Cr/П

(П-подложка) как при статически-динамических, так и динамических продольных деформациях в интервалах $\Delta\epsilon_{\ell 1} = 0 - 1\%$ и $\Delta\epsilon_{\ell 2} = 0 - 2\%$ при I – VII циклах „нагрузка-снятие нагрузки”. Образцы, продеформированные в интервале $\Delta\epsilon_{\ell 1}$, затем деформировались в интервале $\Delta\epsilon_{\ell 2}$. С целью стабилизации микропластических процессов через интервал $\Delta\epsilon_{\ell} = 0,05\%$ осуществлялась остановка на 10 с. Помимо этого было проведено исследование влияния скорости деформации на величину коэффициента тензочувствительности. С этой целью в некоторых экспериментах деформационные циклы проводились в динамическом режиме с разными скоростями. Автоматизированная система позволяла реализовать четыре различных скорости деформации.

Поскольку тензоэффект целесообразно изучать лишь при условии структурной целостности образца, то в процессе эксперимента нами осуществлялся контроль структурного состояния по методике, описанной в работе [11]. Суть ее состоит в регистрации относительной интенсивности (I) световых лучей, прошедших через систему образец/П, с помощью фотоэлемента (измерялось напряжение $U \sim I$ на p - n -переходе фотодиода). Как было показано в [11], зависимость I от ϵ_{ℓ} имеет линейный характер в области упругой или квазиупругой деформации и претерпевает излом при переходе к пластической деформации. При появлении микротрещин в образцах (они обнаруживаются в растровом или атомно-силовом микроскопе) зависимость отклоняется от линейной. Кроме этого, как будет показано ниже, изменение электрического сопротивления (R) и значения мгновенного коэффициента продольной тензочувствительности

$$\gamma_{\ell m} = \frac{1}{R_i} \cdot \frac{\Delta R_i}{\Delta \epsilon_{\ell i}} \quad (i - \text{номер интервала } \Delta \epsilon_{\ell})$$

в зависимости от ϵ_{ℓ} коррелируют с типом деформации.

На рис. 3 представлены примеры деформационных зависимостей R , $\Delta R/R_n$ и U для двух интервалов $\Delta\epsilon_{\ell}$ (индексом “ n ” обозначается начальное значение R и U).

Линейный характер зависимости R и $\Delta R/R_n$ от ϵ_{ℓ} в интервале до 1% для II – VII деформационных циклов можно объяснить уп-

ругой (до $\epsilon_{\ell} \cong 0,25\%$) или квазиупругой (в интервале $\epsilon_{\ell} = 0,25 - 0,90\%$) деформацией пленки Ст. Резкое отличие I деформационного цикла от остальных мы объясняем протеканием различных релаксационных процессов (частичный разворот зерен, микропластическая деформация, перераспределение и движение дефектов кристаллического строения и инородных атомов и т.п.). При увеличении продольной деформации до 2% (рис. 3б) мы переходим в область пластической деформации, о чем можно судить по нелинейной зависимости R и $\Delta R/R_n$ от ϵ_{ℓ} . Вместе с тем отмечаем, что зависимости U и $\Delta U/U_n$ от ϵ_{ℓ} имеют линейный характер, что говорит о сохранении структурной целостности пленки (дифференциальная зависимость $\Delta U/U_i$ от $\epsilon_{\ell i}$ имеет вид горизонтальной линии, что также подтверждает вывод об отсутствии микро- и макротрещин в пленочном образце). Увеличение интенсивности прошедших через систему пленка/П лучей при росте деформации можно объяснить исходя из данных работы [9], в которой методом электронной микроскопии был изучен механизм продольной деформации до 5% химически осажденных пленок Al толщиной 2 мкм и средним размером зерен от 1,1 (сразу после осаждения) до 2,3 мкм (после отжига до 720 К). Авторами [9] было установлено, исходя из диаграмм напряжение-деформация, что механические свойства массивных и пленочных образцов существенно отличаются. Так при граничном значении упругой деформации пленок Al $\epsilon_{\ell} \cong 0,15\%$ имеет место высокая граница текучести – 92 – 125 МПа в пленках при 10 МПа в массивных образцах. Кроме этого в пленках наблюдается низкая пластичность. Эти результаты объясняются локальным уменьшением толщины отдельных зерен и их границ в результате перемещения дислокаций в объеме зерен. В нашем случае дополнительное пропускание световых лучей связано также с утонением полистироловой подложки, о чем свидетельствуют полученные нами результаты при деформации подложки без пленочного образца.

В случае однослойных пленок Ст полученные аналогичные для пленок Cu результаты, которые также согласуются с данными работы [11]. Как в пленках Cu, так и в пленках Ст

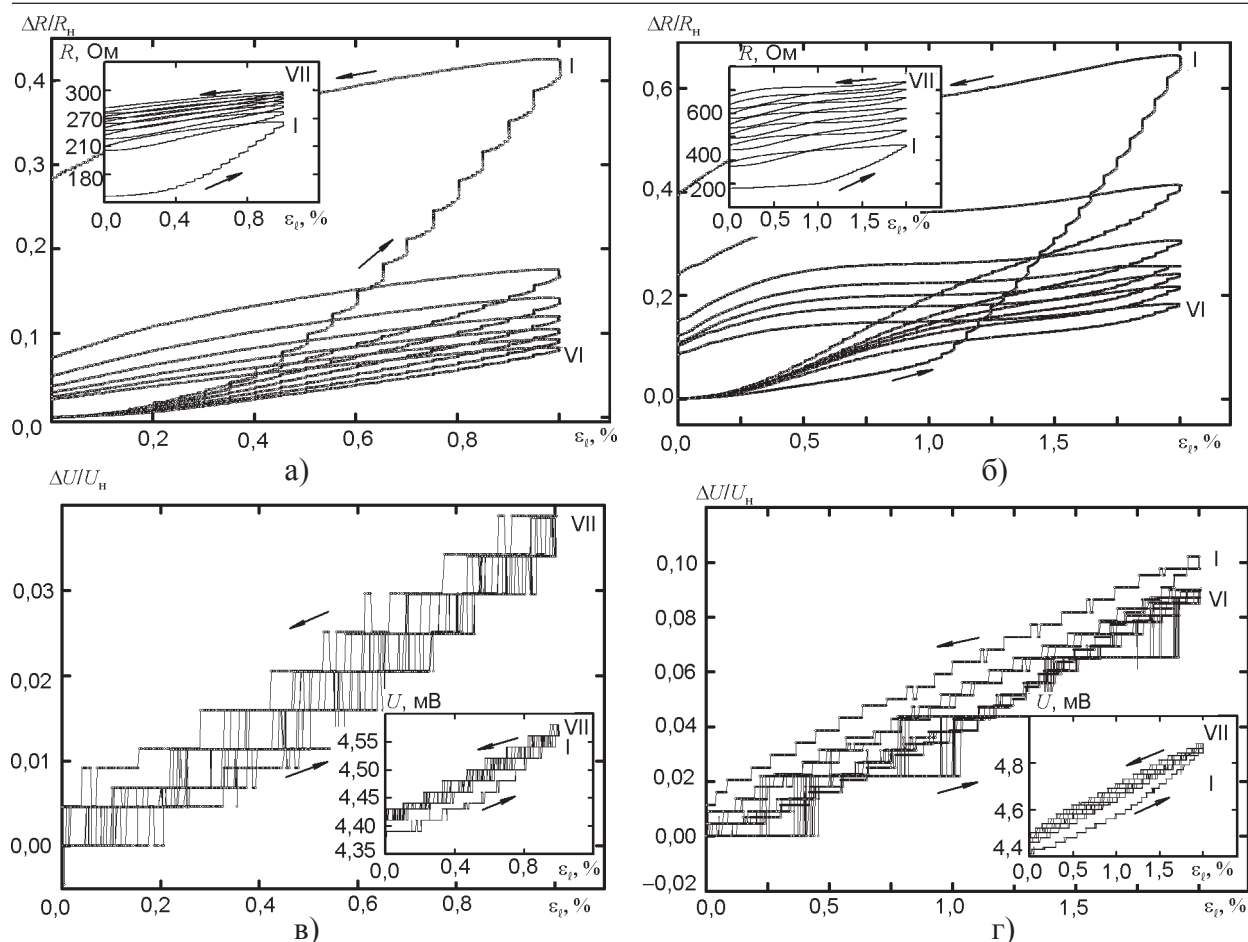


Рис. 3. Деформационная зависимость относительного изменения сопротивления – а) и сопротивления – б), относительного изменения напряжения – в) и напряжения на *p-n*-переходе фотодиода – г) для пленки Cr(30,6)/Pi. В скобках указана толщина в нм. I – VII – номера деформационных циклов.

граница перехода от упругой (квазиупругой) до пластической деформации уменьшается при увеличении толщины (например, при толщинах пленки Cr $d \approx 35$ и 75 нм граничное значение ϵ_ℓ соответственно равно $0,6$ и $0,4\%$).

На рис. 4 и 5 приведены примеры различных деформационных зависимостей для двухслойных пленок Cu/Cr/Pi и Fe/Cr/Pi.

Из данных, приведенных на рис. 4, видно, что при большом количестве деформационных циклов наступает своеобразная стабилизация микродеформационных процессов (эффект неупругости поликристаллов [13]), что позволяет указать на некоторую аналогию с термостабилизацией резистивных свойств пленочных материалов. Зависимости $\Delta R/R_H$, полученные при VIII – XI деформационных циклах (рис. 4а) при различных скоростях деформации (1% при $\tau_d = 140, 67, 30$ и 20 с, соответственно), позволяют сделать вывод о слабой зависимости $\bar{\gamma}_\ell$ от скорости деформации: $\bar{\gamma}_\ell \approx 2,30$ при $\tau_d = 140$ с и $2,50$ при $\tau_d = 20$ с. Значительно большее отличие имеет

место при переходе от упругой к пластической деформации (рис. 4а, б). В тоже время близость величин $\gamma_{\ell M}$ и $\bar{\gamma}_\ell$, подобный характер зависимостей $\Delta R/R_H$ и $\gamma_{\ell M}$ для пленочной системы Fe/Cr/Pi (рис. 5) позволяет утверждать, что в этом случае пластическая деформация имеет место начиная с $\epsilon_\ell \approx 0,4$. Косвенным подтверждением этого могут служить относительно большие темпы увеличения сопротивления при деформации.

ВЫВОДЫ

Проведенные исследования позволяют сделать вывод о возможности использования пленочных систем на основе Cu и Cr или Fe и Cr в качестве чувствительных элементов тензодатчиков. Если сравнивать величину γ_ℓ указанных пленочных систем и различных пленочных материалов, которые предлагаются авторами [2, 6, 14 – 17] как чувствительные элементы тензодатчиков, то в отдельных случаях двухслойные пленки Cu/Cr и Fe/Cr имеют преимущество с точки зрения величины

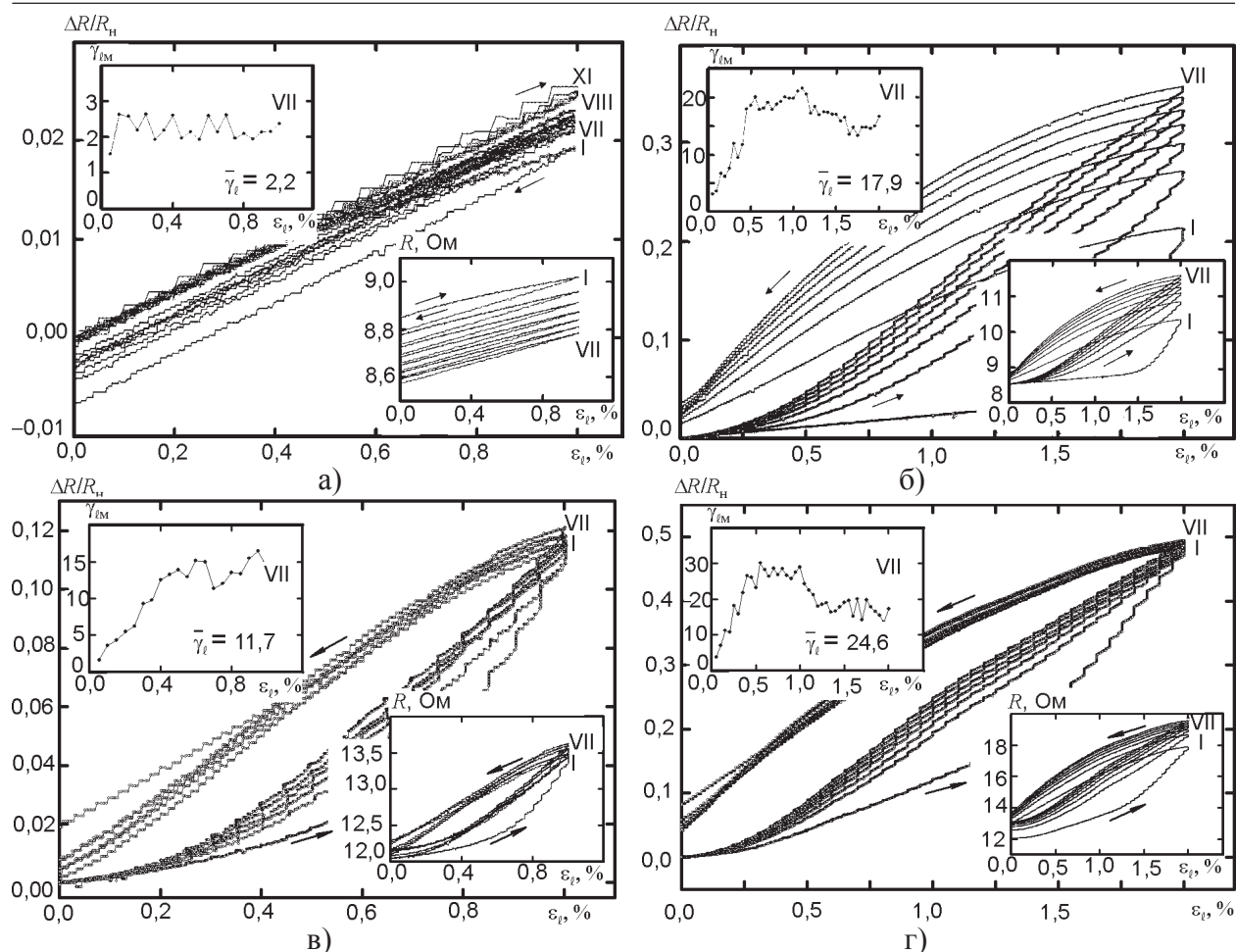


Рис. 4. Зависимость R , $\Delta R/R_H$ и γ_{lm} от ϵ_ℓ для пленочных систем Cu(20)/Cr(14)/П (а, б); Cu(20)/Cr(30)/П.

$\bar{\gamma}_\ell$ – среднее значение коэффициента продольной тензочувствительности.

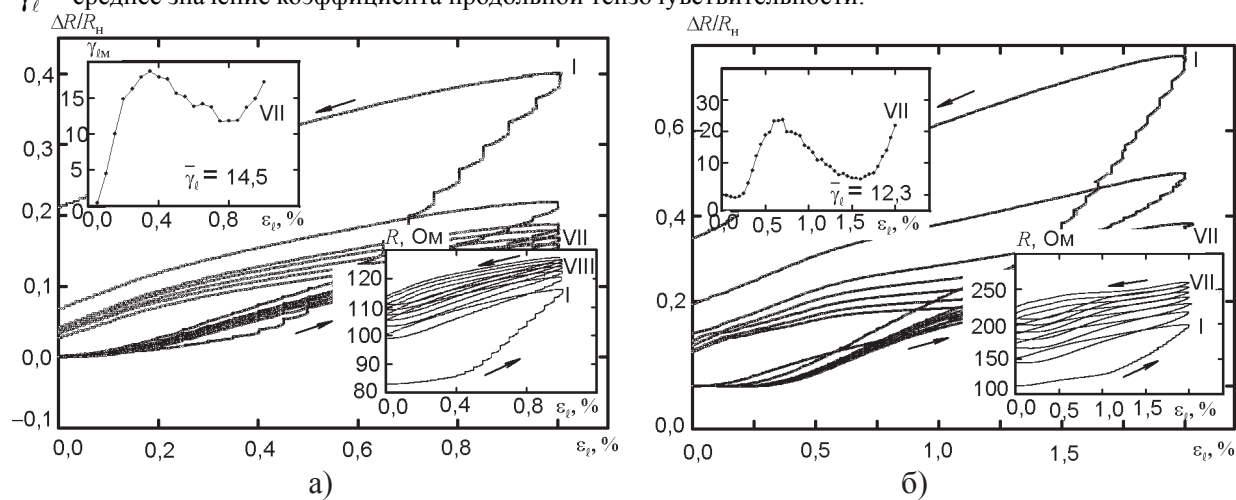


Рис. 5. Зависимость R , $\Delta R/R_H$ и γ_{lm} от ϵ_ℓ для пленочной системы Fe(21)/Cr(31)/П.

$\bar{\gamma}_\ell$. Так в пленках оксинитридов Ta, которые рассматриваются [14] в качестве высокотемпературных датчиков, $\bar{\gamma}_\ell \approx 3,0 - 3,5$ единиц; в алмазных поликристаллических пленках [15] $\bar{\gamma}_\ell \approx 40 - 50$ единиц; в пленках TaN_x ($x = 0,04 - 0,20$) $\bar{\gamma}_\ell$ изменяется от 3,4 ($x \approx 0,04$) до 6 ($x \approx 0,12$) единиц, а при отжиге пленки $TaN_{0,08}$ от 870 до 1270 К $\bar{\gamma}_\ell$ уменьшается от

4,25 до 4,05 единиц [16]; в нанокристаллических пленках Si $\bar{\gamma}_\ell = 10 - 25$ (p -тип) и $\bar{\gamma}_\ell = -(10 - 20)$ единиц (n -тип) [17], что, до некоторой степени, соответствует нашим данным, полученным в области упругой деформации.

Работа выполнена в рамках украинско-индийского совместного научно-технического проекта Сумского государственного универ-

ситета и Университета Барода (г. Вадодара, Индия).

ЛИТЕРАТУРА

1. Treutler C.P.O. Magnetic sensors for automotive applications//Sens. Actuators A.– 2001.– Vol. 91. – P. 2-6.
2. Rieger G., Ludwig K., Hauch J., Clemens W. GMR Sensors for contactless position detection //Sens. Actuators A. – 2001.– Vol. 91. – P. 7-11.
3. Giebeler C., Adelerhof D.J., Kuiper A.E.T., Van Zon J.B.A. et al. Robust GMR Sensors for angle detection and rotation speed sensing//Sens. Actuators A. – 2001. – Vol. 91.– P. 16-20.
4. Duenas T., Sehrbrock A., Lohndorf M. et al. Microsensor coupling magnetostriction and magnetoresistive phenomena//J. Magn. Mater.– 2002. – № 242-245. – P. 1132-1135.
5. Rife J.C., Miller M.M., Sheehan P.E., Tamana-ha C.R. et al. Design and performance of GMR sensor for the detection of magnetic microbeads in biosensors // Sens. Actuators A. – 2003. – Vol. 107. – P. 209-218.
6. Dokupil S., Bootsman M.-T., Stein S., Lohndorf M. et al. Positive/negative magnetostrictive GMR trilayer systems as strain gauges//J. Magn. Mater.– 2005.– № 290-291.– P. 795-799.
7. Amor A.V., Budde T., Gatzel H.H. A magneto-elastic microtransformer – based microstrain gauge//Sens. Actuators A. – 2006. – Vol. 129. – P. 41-44.
8. Однорець Л.В., Проценко С.І., Черноус А.М., Проценко І.Ю. Ефект тензочутливості в металевих плівкових матеріалах//Успехи физ. мет. – 2007. – Том 8, № 2. – С. 109-156.
9. Lee H.-J., Zhang P., Bravman J.C. Tensile failure by grain thinning in micromachined aluminum thin films//J. Appl. Phys.– 2003.– Vol. 93, № 3.– P. 1443-1451.
10. Lacour S.P., Wagner S., Huang Z., Suo Z. Stretchable gold conductors on elastomeric substrates //Appl. Phys. Lett. – 2003. – Vol. 82, № 15. – P. 2404-2406.
11. Забіла Є.О., Проценко І.Ю. Методика вивчення тензорезистивних властивостей плівок хрому при відносно малих і великих деформаціях//УФЖ.– 2005.– Том 50, № 7.– С. 729-736.
12. Великодний Д.В., Проценко С.І. Автоматизація процесу дослідження тензорезистивних властивостей тонкопленочних матеріалів//Матеріали 2-й междунар. науч. конф. “Современные информационные системы. Проблемы и тенденции развития”.– Харьков-Туапсе. – 2007. – С. 164-165.
13. Машинский Э.И., Тушинский Л.И., Потеряев Ю.П. Эффект неупругости поликристаллов в диапазоне малых деформаций//Приборы и системы управления. – 1984. – № 9. – С. 103-107.
14. Ayerdi I., Castano E., Garcia-Alonso A., Garcia F.J. Characterization of tantalum oxynitride thin films as high-temperature strain gauges// Sens. Actuators A. – 1995. – Vol. 46-47. – P. 218-221.
15. Yamamoto A., Tsutsumoto T. Piezoresistive effect of CDV polycrystalline diamond films//Diamond Relat. Mater.– 2004.–Vol. 13.– P. 863-866.
16. Chung G.-S. Characteristics of tantalum nitride thin film strain gauges for harsh environments// Sens. Actuators A.–2007.– Vol. 135.– P. 355-359.
17. Alpuim P., Andrade M., Sencadas V., Ribeiro M. et al. Piezoresistive properties of nanocrystalline silicon thin films deposited on plastic substrates by hot-wire chemical vapor deposition//Thin Solid Films.– 2007.– Vol. 515.– P. 7658-7661.

ТЕНЗОЭФФЕКТ У ДВОСЛОЙНЫХ ПЛЕНКАХ Cu/Cr и Fe/Cr

Д.В. Великодний, С.І. Проценко, І.Ю. Проценко

Вивчено явище тензочутливості в двошарових плівках Cu/Cr і Fe/Cr, структурно-фазовий стан яких відповідає ГЦК Cu + ОЦК Cr і твердому розчину (α -Fe, Cr) відповідно, в інтервалах поздовжньої деформації від 0 до 1% та від 0 до 2%. Встановлено, що у області пружної або квазіпружної деформації коефіцієнт поздовжньої тензочутливості (γ_ℓ) має величину порядку одиниці, тоді як при пластичній деформації – порядку десяти одиниць.

STRAIN SENSITIVITY EFFECT IN DOUBLE-LAYERED

Cu/Cr AND Fe/Cr FILMS
D.V. Velykodnyi, S.I. Protsenko, I.Yu. Protsenko

Researches of the size effect in strain coefficient of resistivity of double-layer films Cu/Cr and Fe/Cr with structure-phase station FCC-Cu+BCC-Cr and solid solution (α -Fe, Cr) in range of longitudinal deformation 0 – 1% and 0 – 2%. In range of elastic and quas-elastic deformation strain coefficient of resistivity $\gamma_\ell \sim 1$ while under plastic deformation $\gamma_\ell \sim 10$.