Ж. нано- та електрон. фіз./ J. Nano- Electron. Phys. 2009.– Т.1, №3. – С. 24-29 ©2009 СумДУ (Сумський державний університет)

PACS numbers: 73.63. - b, 73.63.Bd, 68.60. - p, 68.60.Bs

# ТЕНЗОРЕЗИСТИВНІ ВЛАСТИВОСТІ ГЕТЕРОГЕННИХ ПЛІВКОВИХ МАТЕРІАЛІВ НА ОСНОВІ ТУГОПЛАВКИХ МЕТАЛІВ

# І.П. Бурик, Л.В.Однодворець

Сумський державний університет, вул. Римського-Корсакова, 2, 40007, Суми, Україна E-mail: <u>protsenko@aph.sumdu.edu.ua</u>

У роботі представлені результати експериментальних досліджень тензорезистивних властивостей гетерогенних плівкових систем на основі оксидних фаз Re або Fe і металевої компоненти ГЩП-Re (ГЩП – гексагональна щільнопакована решітка) або а-Мо (а – аморфна фаза).

Ключові слова: ГЕТЕРОГЕННІ ПЛІВКОВІ МАТЕРІАЛИ, ТУГОПЛАВКІ МЕТАЛИ, ФАЗОВИЙ СКЛАД, КОЕФІЦІЄНТ ТЕНЗОЧУТЛИВОСТІ.

(Одержано 16.11.2009, у відредагованій формі – 14.12.2009).

### 1. ВСТУП

На сучасному етапі розвитку магнітоелектроніки і сенсорної техніки великий інтерес викликають гетерогенні металеві плівкові матеріали. Дослідження [1] показали, що одношарові гетерогенні плівки в багатьох випадках можуть замінити багатошарові плівкові матеріали, оскільки вони мають ряд особливостей: зменшення електричного опору із зростанням напруженості магнітного поля і максимальне його значення при нульовій намагніченості (гетерогенні плівки на основі феромагнетиків); стабільність термо- і тензорезистивних робочих характеристик чутливих елементів сенсорів в умовах підвищених температур (гетерогенні плівкові матеріали на основі тугоплавких металів) [2-4].

Аналіз сучасних літературних даних [5-9] показав, що, завдяки високій температурній стійкості гетерогенні плівкові матеріали на основі тугоплавких металів (нітриди, карбіди, оксиди і т.п.) можна використовувати для створення пасивних елементів інтегральних мікросхем (IMC) методом багатошарової металізації з прогнозуванням впливу дифузійних процесів і структури шарів на величину контактного опору та робочих характеристик приладу.

Багатокомпонентні з'єднання металів з киснем, вуглецем та азотом мають високу термічну стабільність і складають основу функціональних нанокристалічних матеріалів. У циклі робіт М. Хровата та ін. [10, 11] містяться дані, які дозволяють узагальнити інформацію про використання гетерогенних матеріалів при конструюванні плівкових тензорезисторів; представлені тензометричні параметри товстоплівкових резисторів на основі рутенітів (Р) Рb, Al, Zr, Cu або сполук  $RuO_2$  і  $RuO_2 + P$  та вплив на їх величину процесів термообробки.

У залежності від умов отримання (тиск, температура, швидкість конденсації), плівки тугоплавких металів (Re, Mo) можуть мати аморфну,

24

ОЦК- або ГЦК- структури. Згідно даних робіт [12 16], в залежності від умов отримання, у плівках Мо стабілізуються оксидна ( $Mo_3O$ ) або карбонітридна ( $Mo(C,N)_x$ ) фази. При нагріванні двохфазних плівок ОЦК-Мо +  $Mo_3O$  відбувається подальше окислення зразків до складу  $Mo_2O_3$ 

Автори [17] установили, що при термообробці двошарових плівок Cu/Fe, формується гетерогенний склад на основі таких фаз: ГЦК-Cu, ОЦК-Fe, ГЦК-Cu<sub>2</sub>O, ГЦК-FeO та слідів Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>.

У роботі [18] вивчено фазовий склад плівок Re, отриманих і відпалених в умовах високого вакууму. Оскільки Re практично не взаємодіє з вуглецем, а вступає в реакцію з киснем та азотом, то в плівках Re утворюються оксиди або оксинітриди. Згідно даних цих авторів у плівках Re можуть утворюватися фази з гексагональною (Re<sub>3</sub>O), простою кубічною (ReO<sub>3</sub>) або ромбоедричною (Re<sub>2</sub>O<sub>7</sub>) решітками. При отриманні плівок Re методом катодного розпилення [19] утворюється аномальна ГЦК фаза із параметром решітки  $a \cong 0,404$  нм, хімічний склад якої, скоріше за все, відповідає оксинітриду Re(N,O)<sub>x</sub>. Підставою для такого висновку може служити той факт, що в масивних зразках нітрид Re<sub>x</sub>N (x = 2-3) має зменшений параметр решітки a = 0,393 нм [20].

Виходячи із сказаного, мету нашої роботи можна сформулювати як проведення пошукового характеру досліджень тензорезистивних властивостей гетерогенних плівкових систем на основі оксидних фаз Re або Fe і металевої компоненти ГЩП-Re (ГЩП – гексагональна щільнопакована решітка) або а-Mo (а – аморфна фаза).

# 2. МЕТОДИКА І ТЕХНІКА ЕКСПЕРИМЕНТУ

Для отримання плівкових зразків двох типів: на основі чистих металів (дво- і тришарові плівки на основі а-Мо і ОЦК-Fe) і гетерогенного складу (Re(N,O)<sub>x</sub> + ГЩП-Re, ГЦК-FeO<sub>x</sub> + a-Mo) використовувалася вакуумна установка типу ВУП-5М (вакуум ~ 10<sup>-4</sup> Па). Гетерогенні структури формувалися шляхом варіювання швидкості конденсації ( $\omega$ ), температури підкладки ( $T_n$ ) і температури відпалювання ( $T_e$ ). Випарування проводилося електронно-променевим методом, а товщина окремих шарів (d) контролювалася методом кварцового резонатора (точність 10%) і змінювалась від 20 до 50 нм. Температура підкладки змінювалась в інтервалі від 300 до 500 К, температура відпалювання мала величину 300 - 800 К, а  $\omega \cong 1,0$  нм/с. Час відпалювання при максимальній температурі складав 15 хвилин. Дослідження фазового складу здійснювалося методом електронографії та просвічуючої електронної мікроскопії (прилад ПЕМ-125К).

Вимірювання коефіцієнтів тензочутливості здійснювалось за стандартною методикою, описаною в роботі [21].

# 3. РЕЗУЛЬТАТИ ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНИХ ДОСЛІДЖЕНЬ

На рис. 1 представлені типові мікрознімки і дифракційні картини (розшифровка в таблиці 1) від гетерогенної плівки ГЦК-Re(N,O)<sub>x</sub> + ГЩП-Re загальної товщини  $d \cong 20$  нм. Параметр решітки оксинітриду Re змінюється в межах від a = 0,407 нм (невідпалений зразок, отриманий при  $T_n \cong 450$ К) до 0,404 нм (відпалений при  $T_c \cong 800$ К).

У випадку плівкових систем на основі Мо і Fe нами були сформовані два типи зразків: ОЦК-Fe/a-Mo і ОЦК-Fe/a-Mo/ОЦК-Fe та ГЦК-FeO + a-Mo. Результати мікроскопічних та дифракційних досліджень двошарової системи ОЦК-Fe/a-Mo та гетерогенної плівки представлені на рис. 2 і в таблиці 2.



Рис. 1 – Мікроструктура та відповідні дифракційні картини від невідпаленої (а) та відпаленої (б) гетерогенної плівки ГЦК-Re(N,O)<sub>x</sub> + ГЩП-Re. Tn ≅ 450 К

Таблиця 1 – Розшифровка електронограми від ГЦК-фази Re(NO)<sub>x</sub>

N⁰	hkl	I, в.о.	$d_{hkl}$ , нм	а, нм	I, в.о.	$d_{hkl}$ , нм	а, нм			
1	100	С	0,236	0,409	Д.С	0,234	0,405			
2	200	$^{\rm cp}$	0,204	0,408	cp	0,202	0,404			
3	220	cp	0,144	0,407	cp	0,142	0,402			
4	311	$\mathbf{c}\mathbf{p}$	0,123	0,408	$\mathbf{c}\mathbf{p}$	0,122	0,405			
<b>5</b>	222	сл	0,116	0,405	Д.сл	0,116	0,402			
невідпало <i>ā</i> ( Re(N(	ений зраз C) <sub>x</sub> = 0,40	вок 07 ± 0,002	2 нм	відпалений до $T_s = 800$ К зразок $\overline{a}$ ( $\operatorname{Re(NO)}_x = 0,404 \pm 0,002$ нм						
Д.С – дуже сильна, С – сильна, ср – середня,										
сл – слабка, Д.сл – дуже слабка										



**Рис. 2** – Мікроструктура та відповідні дифракційні картини від невідпаленої плівки Fe(30)/a-Mo(20) (a) та відпаленої до 800 К плівки Fe(40)/a-Mo(30) (б). У дужках вказана товщина в нм

№	hkl	<i>I</i> , в.о.	$d_{hkl}$ , нм	а, нм	Фаза	$\overline{a}$ , нм		
Fe(30)/Mo(20) (невідпалений зразок)								
1	-	ср	0,225	-	a-Mo	$\overline{a}$ (OIIK-Fe) =		
2	110	С	0,202	0,286	ОЦК-Fe	$= 0.287 \pm 0.001$ HM		
3	200	$\mathbf{c}\mathbf{p}$	0,144	0,288	ОЦК-Fe	, <u>,</u> ,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,		
4	-	Д.сл	0,129	-	a-Mo			
5	211	$\mathbf{c}\mathbf{p}$	0,117	0,287	ОЦК-Fe			
Fe(40)/Mo(30) (відпалений до 800 К зразок)								
<b>Fe(</b> 4	40)/Mo	(30) (відпа	лений до 8	800 К зр	азок)			
Fe(4	40)/Mo 111	(30) (відпа Д.С	лений до 8 0,252	300 К зр 0,436	азок) FeO	<u>а</u> (ОЦК-Мо) =		
Fe(4 1 1'	40)/Mo 111 110	(30) (відпа Д.С розмита	лений до 8 0,252 0,224	300 К зр 0,436 0,317	азок) FeO ОЦК-Мо	$\bar{a}$ (OULK-Mo) = = 0.315 ± 0.001 HM		
Fe(4 1 1' 2	10)/Mo 111 110 200	(30) (відпа Д.С розмита ср	лений до 8 0,252 0,224 0,216	300 К зр 0,436 0,317 0,432	азок) FeO ОЦК-Мо FeO	$\overline{a}$ (OUK-Mo) = = 0,315 ± 0,001 нм $\overline{a}$ (EqO) =		
Fe(4 1 1 2 3		(30) (відпа Д.С розмита ср сл	лений до 8 0,252 0,224 0,216 0,154	$\begin{array}{c} 300 \text{ K } \text{ sp} \\ 0,436 \\ 0,317 \\ 0,432 \\ 0,436 \end{array}$	азок) FeO OЦК-Mo FeO FeO	$\overline{a}$ (OUK-Mo) = = 0,315 ± 0,001 HM $\overline{a}$ (FeO) =		
Fe(4 1 1' 2 3 4	40)/Mo 111 110 200 220 311	(30) (відпа Д.С розмита ср сл сл	лений до 8 0,252 0,224 0,216 0,154 0,132	300 K 3p 0,436 0,317 0,432 0,436 0,438	азок) FeO OЦК-Mo FeO FeO FeO	$egin{array}{c} ar{a} & ({ m OULK-Mo}) = \ = 0.315 \pm 0.001 \ { m HM} \ ar{a} & ({ m FeO}) = \ = 0.435 \pm 0.003 \ { m HM} \end{array}$		
Fe(4 1 2 3 4 5	$\begin{array}{c c} 40)/Mo\\ \hline 111\\ 110\\ 200\\ 220\\ 311\\ 211\\ \end{array}$	(30) (відпа Д.С розмита ср сл сл розмита	лений до 8 0,252 0,224 0,216 0,154 0,132 0,128	300 K 3p 0,436 0,317 0,432 0,436 0,438 0,314	азок) FeO OЦК-Mo FeO FeO FeO OЦК-Mo	$\overline{a}$ (OUK-Mo) = = 0,315 ± 0,001 HM $\overline{a}$ (FeO) = = 0,435 ± 0,003 HM		

Таблиця 2 – Розшифрування дифракції від плівкових систем Fe/Mo/П

При дослідженні тензорезистивних властивостей будувалися стандартні залежності  $\Delta R/R$  від поздовжньої деформації  $\varepsilon_l$ , де  $\Delta R = R(\varepsilon_l) - R$  (R – початкове значення опору) для перших п'яти деформаційних циклів «навантаження – зняття навантаження». На рис. З приведені типові деформаційні залежності для гетерогенної ГЦК-Re(N,O)<sub>x</sub> + ГЩП-Re і двошарової Fe(30)/a-Mo(20) плівок. Розрахунок коефіцієнта тензочутливості (КТ) здійснювався по V деформаційному циклу за тангенсом кута нахилу залежності.



**Рис. 3.** – Деформаційні залежності для гетерогенної ГЦК-Re(N,O)<sub>x</sub> + ГЩП-Re і двошарової ОЦК-Fe(20)/а-Mo(20) плівок. Номер деформаційного циклу: 0 – I, 0 – II, □ – III, 0 – IV, Δ – V

Були отримані наступні результати. У гетерогенних плівках на основі Re, як і в плівках ГЦК-FeO + а-Mo, величина КТ близька до 8 одиниць. У випадку дво- і тришарових систем плівкової системи ОЦК-Fe/а-Mo і ОЦК-Fe/а-Mo/ОЦК-Fe при загальній товщині зразка від 40 до 60 нм величина КТ дорівняє близько 10 одиниць (двошарові системи) або 12,4 одиниць (тришарові системи). Виходячи із величини КТ, можна стверджувати, що розглянуті гетерогенні, дво- і тришарові плівкові матеріали можна використовуватись як чутливі елементи тензорезисторів, хоча, судячи із даних роботи [22], більш ефективними чутливими елементами можуть бути плівки монооксиду ванадію, в яких величина КТ змінюється від 285 (d = 40 нм) до 80 (d = 205 нм) одиниць.

Робота виконана у рамках держбюджетної тематики № 68.01.05.09-11 за фінансової підтримки МОН України.

#### STRAIN DEFORMATION PROPERTIES OF HETEROGENEOUS FILM MATERALS BASED ON REFRACTORY METALS

#### I.P. Buryk, L.V.Odnodvorets

Sumy State University, 2, Rimsky-Korsakov Str., 40007, Sumy, Ukraine E-mail: <u>protsenko@aph.sumdu.edu.ua</u>

This article presents the results of experimental investigation of strain deformation properties of heterogeneous film systems based on oxide phases Re or Fe and metal component hexagonal Re or a-Mo (a – amorphous phase).

*Keywords*: HETEROGENEOUS FILM MATERIALS, REFRACTORY METALS, PHASE COMPOSITION, GAUGE FACTOR.

#### ТЕНЗОРЕЗИСТИВНЫЕ СВОЙСТВА ГЕТЕРОГЕННЫХ ПЛЕНОЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ ТУГОПЛАВКИХ МЕТАЛЛОВ

#### И.П. Бурык, Л.В.Однодворец

Сумський государственный университет, ул. Римского-Корсакова, 2, 40007, Сумы, Украина E-mail: <u>protsenko@aph.sumdu.edu.ua</u>

В работе представлены результаты экспериментальных исследований тензорезистивных свойств гетерогенных пленочных систем на основе оксидных фаз Re или Fe и металлической компоненты ГПУ-Re (ГПУ – гексагональная плотноупакованная решетка) или a-Mo (a – аморфная фаза).

Ключевые слова: ГЕТЕРОГЕННЫЕ ПЛЕНОЧНЫЕ МАТЕРИАЛЫ, ТУГО-ПЛАВКИЕ МЕТАЛЛЫ, ФАЗОВЫЙ СОСТАВ, КОЭФФИЦИЕНТ ТЕНЗОЧУВ-СТВИТЕЛЬНОСТИ.

## СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

- 1. С.Х. Карпенков, Электроника: наука, технология, бизнес, №1, 50 (2000).
- 2. I. Ayerdi, E. Castano, A. Garcia-Alonso, Sens. Actuat. A 46-47, 218 (1995).
- 3. T. Kaneko, T. Sasaki, M. Sakuda et al., J. Phys. F.: Met. Phys. 18, 2053 (1988).
- 4. T. Izumiya, T. Hanamure, E. Saito et al., J. Phys.: Condens. Matter 2, 1179 (1990).
- 5. C.C. Tripathi, M. Kumar, D. Kumar, Appl. Surf. Sci. 225, 3518 (2009).
- 6. Y.H. Chou, Y. Sung, Y.-M. Liu et al., Surf. Coat. Technol. 203, 1020 (2009).
- 7. B. Gu, J.P. Tu, X.H. Zheng et al., Surf. Coat. Technol. 202, 2189 (2008).
- 8. H. Maury, J.-M. Andre, K. Guen et al., Surf. Sci. 603, 407 (2009).

- 9. V.I. Pinegyn, E.N. Zubarev, V.V. Kondratenko, et al., *Thin Solid Films* 516, 2973 (2008).
- 10. M. Hrovat, D. Belavic, Z. Samardzija, et al., J. Mater. Sci. 36, 2679 (2001).
- 11. M. Hrovat, A. Bencan, D. Belavic, et al., Sens. Actuat. A 103, 341 (2003).
- 12. H. Maury, J.-M. Andre, K. Guen et al., Surf. Sci. 603, 407 (2009).
- 13. L. Ji, H. Li, F. Zhao et al., Diam. Relat. Mater. 17, 1949 (2008).
- 14. Ю.И. Суров, С.А. Молодежникова, Изв. АН СССР. Неорг. Материалы 6, 1333 (1990).
- 15. Ю.И. Суров, С.А. Молодежникова, В.А. Зуев и др., ФиХОМ №2, 59 (1989).
- 16. Л.В. Однодворец, Н.И. Шумакова, Е.П. Ткач, И.Е. Проценко, *Ж. нано- і* електрон. фіз. 1 №1, 29 (2009).
- 17. Л. Однодворець, В. Соломаха, І. Проценко, *Тези доповідей Міжнародної конференції ЕВРИКА-2009* (Львів: ЛНУ ім. Івана Франка: 2008).
- 18. I.E. Protsenko, V.M. Severin, A.F. Skorobagat'ko, *Krist. und Techn.* 11 No9, 941 (1976).
- 19. К.Л. Чопра, Электрические явления в тонких пленках (Москва: Мир: 1972).
- 20. Х. Дж. Гольдшмидт, Сплавы внедрения (Москва: Мир: 1971).
- 21. И.П. Бурык, С.И. Воробьев, Л.В. Однодворец, *ФИП* 7 №1-2, 115 (2009).
- 22. Т.М. Гричановська, В.А. Соломаха, А.М. Чорноус, Матеріали I Наукової конференції з міжнародною участю «Матеріали електронної техніки та сучасні інформаційні технології», 46 (Кременчук: 2004).