

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
СУМСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
КОНОТОПСЬКИЙ ІНСТИТУТ
Центр заочної та дистанційної форм навчання

Кафедра електронних
приладів і автоматики

Кваліфікаційна робота бакалавра

**СТРУКТУРА ТА СЕНСОРНІ ВЛАСТИВОСТІ ДВОКОМПОНЕНТНОГО
ПЛІВКОВОГО СПЛАВУ Ni-Mo**

Студент гр. ЕП₃-61_к

О.В.Улізько

Науковий керівник,
к.ф.-м.н., ст. викладач

І.П. Бурик

Нормоконтроль,
к.т.н., ст. викладач

О.Д. Динник

Конотоп 2020

ЗМІСТ

| | |
|---|----|
| ВСТУП | 4 |
| РОЗДІЛ 1. СЕНСОРНІ ВЛАСТИВОСТІ ТА ФАЗОВИЙ СКЛАД ПЛІВКОВИХ СТРУКТУР | 5 |
| 1.1 Фазовий склад плівкових сплавів Ni-Mo..... | 5 |
| 1.2 Загальні характеристики плівкових сенсорів..... | 7 |
| РОЗДІЛ 2. МЕТОДИКА І ТЕХНІКА ЕКСПЕРИМЕНТУ | 13 |
| 2.1 Прилади і методи отримання двокомпонентних плівкових сплавів | 13 |
| 2.2 Електронно-мікроскопічні методи дослідження | 16 |
| 2.3 Тензо- та терморезистометрія плівкових сплавів | 19 |
| РОЗДІЛ 3. РЕЗУЛЬТАТИ ТА ЇХ ОБГОВОРЕННЯ | 21 |
| 3.1 Структурно-фазовий склад плівкових сплавів Ni-Mo | 21 |
| 3.2 Тензо- та термометричні властивості плівкових сплавів Ni-Mo..... | 26 |
| ВИНОВКИ | 30 |
| СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ | 31 |
| ДОДАТОК А | 35 |

РЕФЕРАТ

Об'єктом дослідження кваліфікаційної робота бакалавра є структурно-фазовий склад та електрофізичні властивості плівкових сплавів Ni-Mo, які можуть бути використані в електронному мікро- та наноприладобудуванні.

Мета роботи полягає у вивченні особливостей структури та електрофізичних властивостей двокомпонентних плівкових сплавів та його застосування у сучасній електроніці.

Унікальні структурні, фізико-механічні, електрофізичні та інші властивості двокомпонентних плівкових сплавів дають можливість їх застосування у мікро-, наноприладобудуванні та сенсоріці, для створення прецизійних резистивних матеріалів, елементів тензо- та термодатчиків.

Кваліфікаційна робота бакалавра складається із вступу, основної частини, висновків. В першому розділі основної частини наведено огляд електрофізичних властивостей та особливостей формування структурно-фазового складу двокомпонентного плівкового сплаву Ni-Mo. В другому розділі основної частини дається стислий аналіз найбільш розповсюджених методів отримання таких матеріалів. В третьому розділі основної частини розглянуто особливості тензо- та терморезистивних властивостей плівкового сплаву Ni-Mo, зокрема його термо- та тензорезистивні характеристики. Робота містить 35 сторінок, зокрема включає 12 рисунків, 8 таблиць, список цитованих літературних джерел із 36 посилань.

КЛЮЧОВІ СЛОВА: ДВОКОМПОНЕНТНИЙ ПЛІВКОВИЙ СПЛАВ Ni-Mo, СТРУКТУРНО-ФАЗОВИЙ СКЛАД, ТЕМПЕРАТУРНИЙ КОЕФІЦІЄНТ ОПОРУ, КОЕФІЦІЄНТ ТЕНЗОЧУТЛИВОСТІ

ВСТУП

На сьогодні детально досліджені структурно-фазовий склад, процеси дифузії електрофізичні та термодинамічні властивості, у багатокомпонентних або багат шарових плівкових структурах. При цьому залишається ряд проблем, зокрема пов'язаними із необхідністю досліджень електрофізичних властивостей та фазового складу біметалевих плівкових сплавів або систем гетерогенного складу на основі компонент з високою температурою плавлення. Це стимулює проведення комплексних систематичних досліджень електрофізичних властивостей, кристалічної структури і особливостей фазоутворення в таких плівках як матеріалів для високо стабільних сенсорів.

У роботі представлені результати експериментальних досліджень фазового складу та електрофізичних властивостей двокомпонентних плівкових сплавів а-Mo (аморфна фаза) і ГЦК-Ni різної концентрації. Розглянуто умови утворення метастабільних інтерметалідів ГЦК-Ni₃Mo при термообробці двокомпонентних плівкових сплавів Ni-Mo.

Результати досліджень, можуть бути використані для створення термічно стійких чутливих елементів тензодатчиків, датчиків сили та тиску.

РОЗДІЛ 1

СЕНСОРНІ ВЛАСТИВОСТІ ТА ФАЗОВИЙ СКЛАД ПЛІВКОВИХ СТРУКТУР

1.1. Фазовий склад плівкових сплавів Ni-Mo

Фізико-механічні, електрофізичні та інші властивості плівкових сплавів знаходяться в полі зору багатьох дослідників та інженерів. Пошуки нових матеріалів з високими міцністю, термостійкістю та іншими характеристиками обумовлюють постійний інтерес до синтезу двокомпонентних плівкових сплавів Mo-Ni та прогнозування їх характеристик [1-4].

Відомо, що у системі Ni-Mo фіксується утворення трьох рівноважних впорядкованих інтерметалідних фаз β -Ni₄Mo, γ -Ni₃Mo та δ -NiMo [5-7]. При високих температурах сплав Ni₃Mo розпадається на фазу суміш двох когерентних фаз: метастабільної Ni₂Mo та Ni₄Mo.

У роботах [8,9] розглядається механізм утворення метастабільної фази Ni₈Mo. Температура при яких стабілізуються фази Ni₈Mo, Ni₄Mo, Ni₃Mo, Ni₂Mo та NiMo відповідно становить 555, 1148-1150, 1200, 1033-1073 та 1619 К [9]. Для NiMo (δ) характерна орторобмічна структура з параметрами кристалічної ґратки $a = 0,910$, $b = 0,911$ та $c = 0,890$ нм [8], коли для інших фаз вони обговорюються в роботі [9].

Отже, аналіз попередніх робіт [1-11] показав, що маловиченими залишаються діаграми стану систем Ni-Mo в інтервалі проміжних температур. Дослідження [6] сплаву Ni₇₅Mo₂₅ показали, що величина параметра кристалічної ґратки $a=0,360$ нм, авторами відмічено якісну відповідність до розрахункових даних, які отримані у рамках концентраційного співвідношення Вегарда. Авторами [6] було використано величину параметра кристалічної ґратки $a=0,385$ нм для метастабільного ГЦК-Mo. Слід відмітити, що розрахункова величина параметра кристалічної ґратки для сплаву Ni₇₅Mo₂₅ становитиме близько до 0,363 нм, при $a(Mo)=0,397$ нм [10].

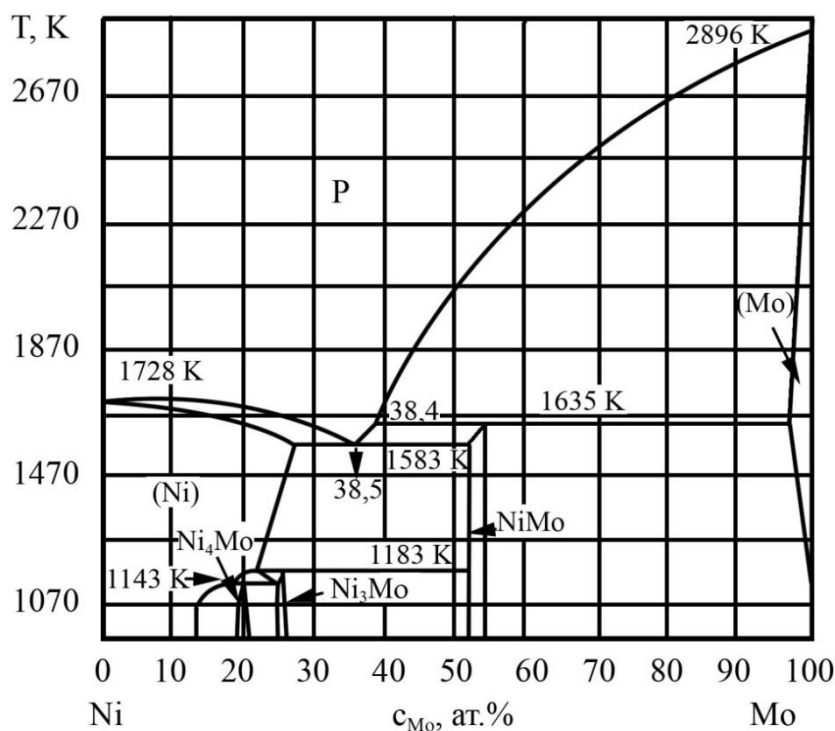


Рис. 1.1. Діаграма стану двокомпонентної системи Ni-Mo. Рисунок адаптовано із роботи [11]

Авторами [8] було показано, що пресований наноккомпозит параметр кристалічної ґратки близький до 0,361 нм. При $a(\text{Mo})=0,397\text{нм}$ для композиту $\text{Ni}_{80}\text{Mo}_{20}$ розрахунок величини параметра кристалічної ґратки за правилом Вегардом дає аналогічний результат. Після термічної та механічної обробки при 1473 K наноккомпозитів $\text{Ni}_{80}\text{Mo}_{20}$ та $\text{Ni}_{57}\text{Mo}_{43}$ утворилися Ni_4Mo і MoO_2 [12]. Авторами [13] вивчено структурно-фазовий склад електрохімічних покриттів Ni-Mo-O та зафіксовано утворення фаз Ni_4Mo , MoO_3 та NiO, при концентраційному відношенні атомів Ni і Mo близькому до 3:1.

Отже, враховуючи підвищення наукового інтересу до міцних та термічно стійких плівкових сплавів на основі d-металів з великою температурою плавлення, як компоненти плівкових сенсорних структур було вибрано a-Mo та ГЦК-Ni.

1.2. Загальні характеристики плівкових сенсорів

Характерною рисою сучасної плівкової сенсорики є використання багатокомпонентних тензо- та терморезисторів. Авторами [14] викладена загальна концепція конструювання таких сенсорів на прикладі тензо- і терморезисторів на основі плівок $\text{Pd}_{0,87}\text{Cr}_{0,13}$ (рис. 1.2).

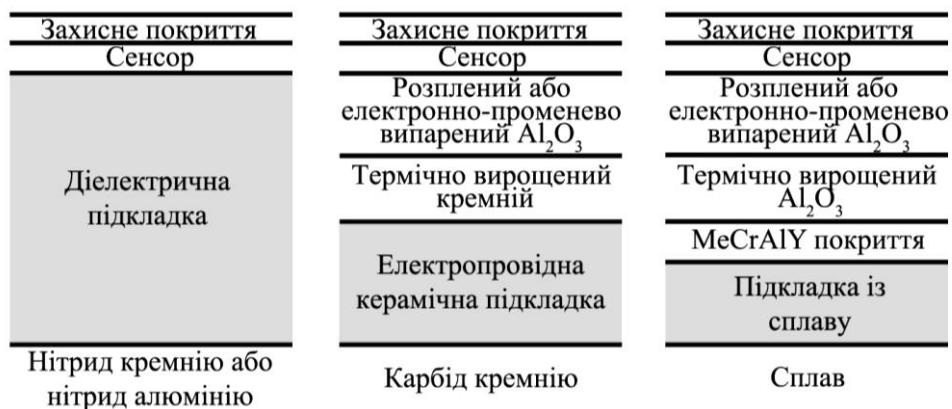


Рис.1.2. Схематичне зображення плівкових сенсорів (Me-Fe, Co, Ni). Рисунок адаптовано із роботи [14]

Основна концепція подібних тензосенсорів полягає у їх поліфункціональності. Подібні сенсори успішно використовуються для тензометрії лопаток турбін, вигнутих конструкцій та інших (рис.1.3). Сенсор на основі плівки $\text{Pd}_{0,87}\text{Cr}_{0,13}$ високостабільний і термостійкий, адже в межах температур 300 – 1320 К коефіцієнт тензочутливості (КТ) (у даному випадку розглядається поздовжня тензочутливість – напрямком протікання електричного струму збігається з напрямком деформації) КТ зменшується лише на 22%. Відомо[15-17], що в плівкових сплавах ніхрону ($\text{Ni}_x\text{Ag}_{1-x}$) величина КТ становила від 1,4 – 1,6 до 2 одиниць або 1,94 – 2,10 при температурі 300 К. Величини КТ металевих плівкових тензometrів вказують на їх низьку ефективність, проте їх беззаперечною перевагою залишається більш висока термічна стабільність, ніж напівпровідникових.

Слід відмітити, що тензорезистивний метод (встановлення залежності електричного опору від величини деформації) є одним з найбільш поширених для вимірювання напружено-деформованого стану твердих тіл.

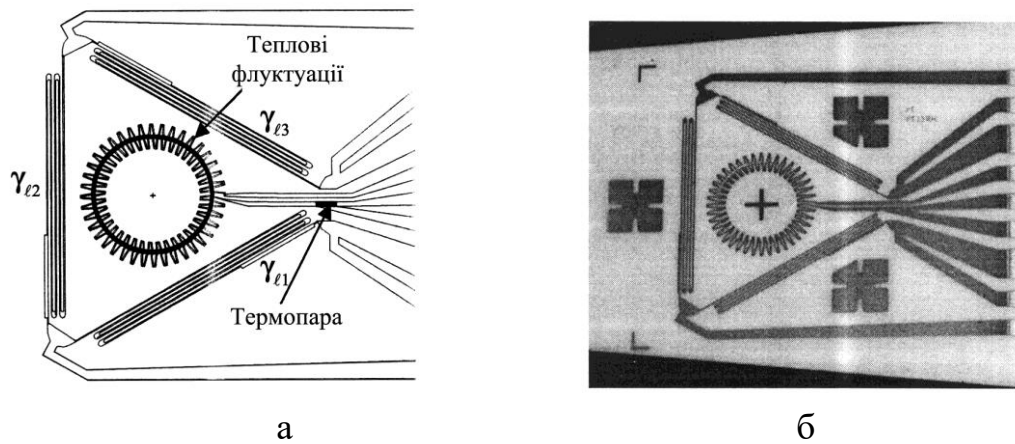


Рис. 1.3. Схема (а) та зовнішній вигляд (в) багатofункціонального плівкового сенсора [14]

Коли напрямок протікання електричного струму співпадає (протилежний) з напрямком деформації, кількісною характеристикою тензорезистивного ефекту є коефіцієнт поздовжньої тензочутливості (γ_l), величина якого залежить від зміни питомого опору чутливого елемента тензодатчика та його геометрії (довжини і поперечного перетину):

$$R = \rho \frac{l}{ad}, \quad \ln R = \ln \rho + \ln l - \ln a - \ln d,$$

$$\gamma_l = \frac{d \ln R}{d \varepsilon_l} = \frac{d \ln \rho}{d \varepsilon_l} + 1 + 2\mu_f = \gamma_l^p + 1 + 2\mu_f \quad (1.1)$$

де R , ρ , l , a – електроопір, питомий опір, довжина і ширина зразка;

$$d \varepsilon_l = d \ln l \equiv \frac{dl}{l} - \text{повздовжня деформація};$$

$$\mu = -\frac{d \ln a}{d \ln l} \cong -\frac{d \ln d}{d \ln l} - \text{коефіцієнт Пуасона};$$

γ_l^p – КТ виражений через питомий опір.

В даному випадку електричний струм та розтягуючі (стискаючі) сили співпадають (протилежні) за напрямком. Якщо вони перпендикулярні, тоді кількісною характеристикою є коефіцієнт поперечної тензочутливості.

Перехід до багатокомпозиційних плівкових матеріалів дозволяє вирішити обидві проблеми – отримати відносно великі значення КТ і збільшити температурний інтервал. Автори [18] приводять дані про величину КТ від 520 до 5000 одиниць у нановолокнах на основі Si, B, Nb, Fe і Cu. Як кандидати на високотемпературні тензорезистори (із термостійкістю до 600 К) розглядаються плівки TiSi_2 , TiB_2 , TaSi_2 та WSi_2 [19]. Одна величина поздовжньої тензочутливості γ_l залишається малою (табл. 1.1). Принципова схема тензометра, яка теж відповідає концепції [14], представлена на рис. 1.4. (на вставці: зображення мікроструктури плівки)

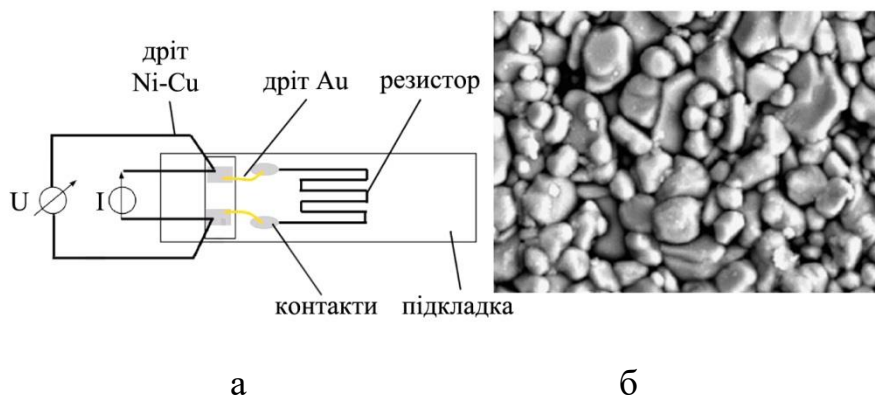


Рис. 1.4. Схематична будова тензодатчика на основі плівки TiB_2 (а) та його мікроструктура (б) [19]

Ряд авторів застосовують тензоелементи на основі компактованих у різні пасти порошоків із металевих оксидів. Як це відмічалось при огляді даних роботи [20] стосовно властивостей тензометрів на основі товстих плівок IrO_2 .

Концепція [14] також застосована у цій роботі, при цьому була використана мембрана із Al_2O_3 . Реалізувати величину КТ від 4,9 до 17 одиниць вдається авторам [21] у плівкових резистивних тензометрах на основі V_2O_5 із різним вмістом BiO_3 (від 40 до 90 мол.%).

Таблиця 1.1

**Тензо- і терморезистивні властивості плівок на основі
Ta, W і Si, Ti і В або Si [19]**

| Плівка | d, <u>нм</u> | R_{\square} , Ом | $\rho \cdot 10^6$, <u>Омм</u> | $\beta \cdot 10^4$, К ⁻¹ | γ_l (II-Si) | γ_l (II-кераміка) |
|-------------------|--------------|-----------------------|-----------------------------------|---|-----------------------|-----------------------------|
| TiB ₂ | 140 | 4,2 | 0,6 | -0,5 | 1,4 | 0,7 |
| TiSi ₂ | 170 | 190,0 | 32,0 | -27,0 | 1,1 | 0,7 |
| TaSi ₂ | 340 | 20,0 | 6,8 | -26,0 | 1,5 | - |
| WSi ₂ | 720 | 4,0 | 2,9 | -45,0 | 2,2 | 2,0 |

Великі значення γ_l для плівок VO типова ситуація, оскільки і у цьому випадку $\gamma_l = 80$ одиниць при товщині 205 нм [22]. Авторами [23] як активні елементи високотермостійкого тензодатчика до 1720 К пропонуються плівки In-Sn-оксид. Величина γ_l та його температурний коефіцієнт β_{γ_l} характеризується двома температурними інтервалами: γ_l змінюється від -6 до -4 одиниць від 270 до 1070 К ($\beta_{\gamma_l} = 4,2 \cdot 10^{-4} \text{ K}^{-1}$); КТ різко збільшується від -4 до +15 одиниць в інтервалі 1070 – 1370 К ($\beta_{\gamma_l} = 158 \cdot 10^{-4} \text{ K}^{-1}$). Гарну перспективу для використання в тензометрії відкриває простий метод реактивного розпилення суміші 90 ваг. % In_2O_3 і 10 ваг. % SnO_2 при температурі 370 К.

У роботі [24] запропоновано метод вимірювання КТ при згинанні підкладки консольного типу та застосовано плівки TiO_2 як тензометри. Оксидна плівка виступає з одного боку як діелектричний ізолятор товстоплівкового конденсатора, а з іншого – як тензометр.

Виходячи із формули для ємності плоского конденсатора

$$C = \frac{\varepsilon' S}{h},$$

можна перейти до співвідношення

$$\frac{\Delta C}{C} = \frac{\Delta \varepsilon'}{\varepsilon'} + \frac{\Delta S}{S} - \frac{\Delta h}{h},$$

де ε' - абсолютна діелектрична проникливість, S - площа обкладинок конденсатора (сенсора), h - товщина плівки TiO_2 , $\frac{\Delta h}{h} = \frac{\Delta E}{E}$ (E - напруженість електричного поля).

Оскільки поздовжню деформацію ε_l і ΔE можна пов'язати із зміною геометричних розмірів тензометра, то легко перейти до робочої формули:

$$\gamma_l = \frac{\Delta C}{C} \cdot \varepsilon_l^{-1}, \quad \gamma_l = \frac{\frac{\Delta C}{C}}{\varepsilon_l}. \quad (1.2)$$

Авторами [24] вивчено ресурс роботи тензорезистора на основі TiO_2 , зокрема протягом 20 деформаційних циклів було отримано максимальний розкид величини γ_l в 18% при середньому значенні $\tilde{\gamma}_l = 30$ одиниць.

Цикл робіт М.Хрвата та ін. [25-26] містять дані, які дозволяють узагальнити інформацію про товстоплівкові тензометри (таблиці 1.2).

Таблиця 1.2

Тензометричні параметри товстоплівкових резисторів [25]

| Резистор | Провідна фаза | Головні елементи | Інші елементи | γ_l | $\frac{\gamma_l}{\tilde{\gamma}_l}$ |
|----------|---------------------------|--------------------|----------------|------------|-------------------------------------|
| 8039 | <u>Рутеніт</u> | Si, <u>Pb</u> , Al | <u>Zr</u> | 12,5 | 0,84 |
| 8041 | (P) | Si, <u>Pb</u> , Al | <u>Zr</u> , Cu | 4,0 | 0,86 |
| 2041 | RuO_2 | Si, <u>Pb</u> , Al | Mg, Zn, | 12,0 | 0,78 |
| QM-84 | $\text{RuO}_2 + \text{P}$ | Si, <u>Pb</u> , Al | <u>Ca</u> | 11,0 | 0,83 |
| QM-94 | $\text{RuO}_2 + \text{P}$ | Si, <u>Pb</u> , Al | Cu, <u>Zr</u> | 10,0 | 0,78 |

Найбільший інтерес представляють їх тензо- і терморезистивні характеристики, проте у вказаних вище роботах М.Хрвата та ін. представлені також дослідження структури плівок рентгеноструктурні і РЕМ. Вплив термообробки на робочі параметри представлено в таблиці 1.3.

Таблиця 1.3

Температурна залежність β і γ_i для товстоплівкових резисторів [25]

| Резистор | $T_{обр.}, K$ | $\beta \cdot 10^6, K^{-1}$ (від 250 до 300 К) | $\beta \cdot 10^6, K^{-1}$ (від 250 до 300 К) | γ_i |
|----------|---------------|--|--|------------|
| 8039 | 1020 | - 5 | 75 | 9,5 |
| | 1070 | - 15 | 85 | 11,0 |
| | 1120 | + 50 | 90 | 11,0 |
| | 1170 | + 270 | 285 | 10,0 |
| | 1220 | + 1730 | 1685 | 2,0 |
| 8241 | 1020 | 20 | 60 | 17,0 |
| | 1070 | 20 | 65 | 15,5 |
| | 1120 | 20 | 60 | 15,5 |
| | 1170 | 5 | 45 | 15,5 |
| | 1220 | 5 | 40 | 15,2 |

В роботах [27-28] за допомогою вертикального тензометра на основі плівки $ZrSiO_4$ з домішками Si та Zr проведено вимірювання баричного коефіцієнта опору $\gamma_p = \frac{dR}{Rdp}$ і перпендикулярних деформацій. Тензометр на основі плівки манганіну автори [29] застосували для вимірювання всестороннього тиску, використано співвідношення для γ_p . Авторами [30] для вимірювання тиску плазми у вакуумній камері використано тензометр на основі плівкового сплаву Pt-W. Поряд з цим авторами [31] для вимірювання сили, тиску використано інверсний магнітострикційний ефект Віларі.

Певну перспективу подальшого розвитку тензорезистометрії неодмінно слід пов'язувати із нанотрубками у якості тензочутливих елементів. Згідно [32], γ_i останніх може коливатись від -200 до +200 одиниць.

РОЗДІЛ 2

МЕТОДИКА І ТЕХНІКА ЕКСПЕРИМЕНТУ

2.1. Прилади і методи отримання двокомпонентних плівкових сплавів

Експериментальні дослідження можуть бути проведені з використанням наступних методів [2]: вакуумна конденсація плівок в інтервалі товщин до 50 нм; тензометрія та термометрія у вакуумі; просвічуюча електронна мікроскопія (ПЕМ) та електронографія (ЕГ) для вивчення фазових перетворень і мікрокристалічної структури в плівкових матеріалах; кварцового резонатора контролю товщини плівок.

Двокомпонентні плівкові сплави Ni-Mo отримували методом термічного випарування відповідних металів (чистота 99,99 %) та послідовного осадження шарів у високому вакуумі ($p = 10^{-4}$ Па). Для цього використовувалося спеціальне експериментальне обладнання, основним складовим елементом якого є вакуумна установка типу ВУП-5М. Низький вакуум створювався форнасосом 2НВР-5ДМ, а для одержання високого вакууму використовувався дифнасос НДВМ-160, що давав змогу підтримувати мінімальний тиск $\sim 10^{-4}$ Па. Основні елементи установки, а також пристроїв отримання і дослідження плівкових зразків, виконані із нержавіючої сталі Х18Н10Т. Контроль вакууму здійснювався термопарними ПМТ-2 і іонізаційними ПМІ-2 манометричними перетворювачами.

Контроль товщини плівкових матеріалів здійснювався методом кварцового резонатора, який дає достовірні результати (точність 25 % в робочому інтервалі температур 250-350 К, коли маса плівки не перевищує 1% від маси пластини резонатора [3]). Для цього методу використовували кварцевий резонатор типу РГ-08 з робочою частотою 10 МГц, частотомір ЧЗ-34, генератор коливань та ін.

Робоча камера (рис. 2.1а) має вигляд ковпака, виготовленого із нержавіючої сталі, який разом з гумовими ущільнювачами забезпечує вакуумну герметизацію. Пристрої для отримання двокомпонентних плівкових сплавів Ni-Mo та

подальшого їх дослідження розміщувались в корпусі робочої камери. Все улаштування спеціально розміщувалось на металевих штативах, зокрема випаровувачі розташовувалися на відстані близько 70-80 мм над підкладками (П). Під ними поміщали пристрої для деформування та відпалювання плівкових сплавів, монокристали NaCl, датчик товщини, термопара та інші. Для запобігання забруднення на початкових стадіях конденсації її закривали механічною заслінкою [2].

В автоматичному режимі за допомогою цифрових мультиметрів UT70D та UT70B та (персонального комп'ютера) ПК фіксувались експериментальні дані про електроопір плівок та температуру відпалювання знімались. Постійно контролювалися електричний опір плівок (точність $\pm 0,05\%$) та температура підкладки (точність $\pm 1\text{K}$).

Термобробку плівок в інтервалі температур від 300 до 850 К проводили за допомогою мідного термостолика, схематичний вигляд якого наведений на рис. 2.16 [3].

При температурі відпалу до 750 К як підкладки використовували спеціальні відполіровані термостійкі скляні підкладки. Відстань між контактами у підкладці приймали за довжину плівки, а ширина регулювалася маскою. На основі цих даних та даних про електроопір плівок визначали їх питомий опір.

Схему розташування випарників, предметного столика та датчиків товщини (кварцові резонатори) при сумісній конденсації двох металів приведено на рис.2.1в.

Для випарування Ni використовувалися терморезистивні випаровувачі, які були виготовлені із дротин W діаметром близько 0,80 мм.

За рахунок варіювання швидкості конденсації, при регулюванні сили струму в нагрівачі вдавалося змінювати її величину від 0,2 нм/с до 2,5 нм/с, було реалізовано можливість змінювати концентрацію компонентів.

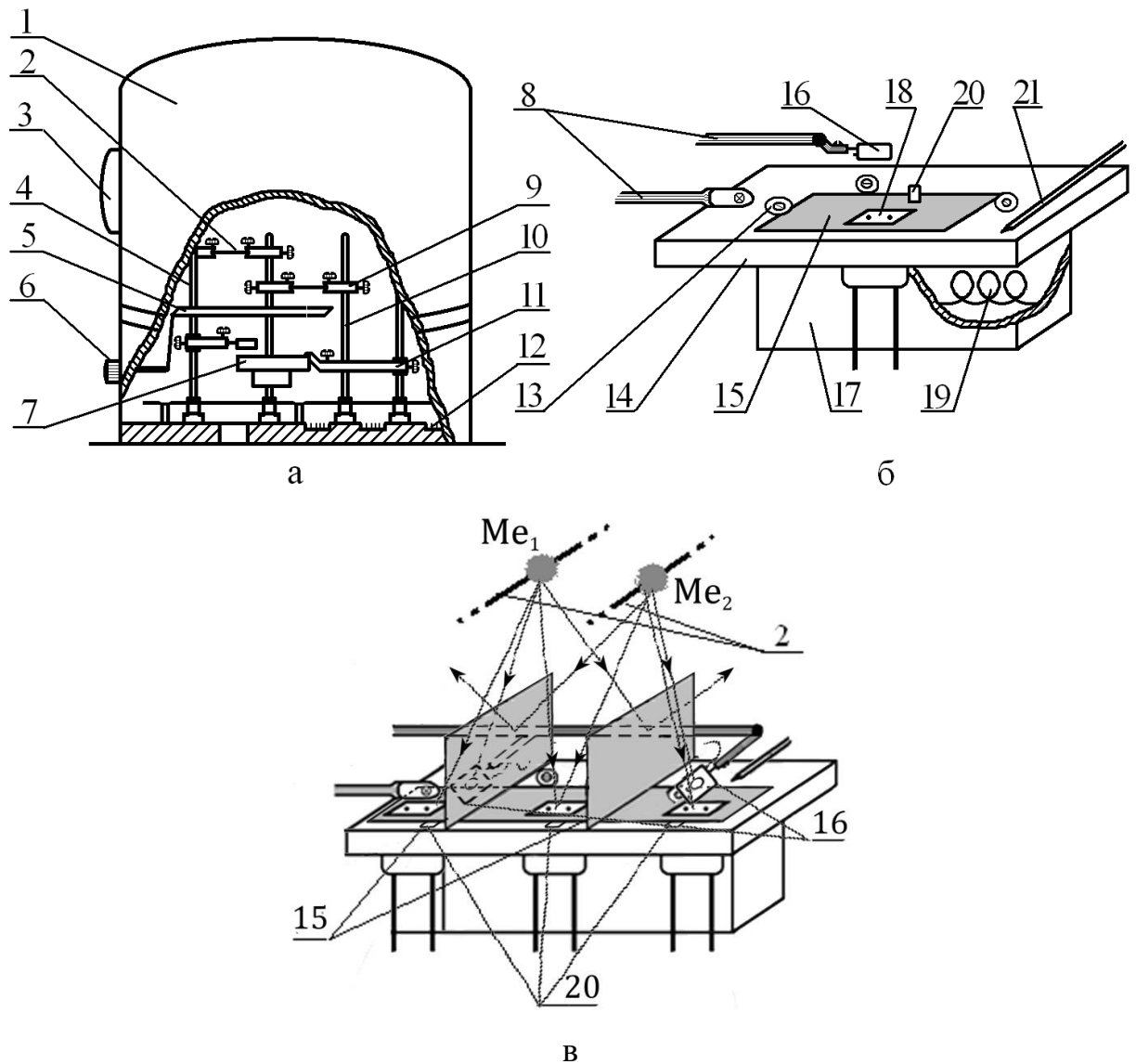


Рис.2.1. Робочий об'єм ВУП-5М (а), мідний термостолік для відпалювання зразків (б) та схема розміщення улаштування для сумісної конденсації (в) [2]: 1 – корпус вакуумної камери; 2 – резистивні випаровувачі; 3 – віконце; 4, 10 – стійки; 5 – заслінка; 6 – приводна ручка заслінки; 7 – термостолік для відпалювання зразків; 8, 9, 11 – металеві тримачі; 12 – роз'єм для електроконтактів; 13 – гвинти для утримання маски; 14 – корпус мідного столика; 15 – маска; 16 – датчик контролю товщини; 17 – електронагрівач; 18 – термостійка скляна підкладка з молібденовими електродами; 19 – вольфрамовий дріт; 20 – NaCl із вуглецевим покриттям; 21 – датчик температури

Для біметалевого плівкового сплаву концентрації можуть визначатися згідно даної формули [2]:

$$c_1 = \frac{D_1 d_1 M_1^{-1}}{D_1 d_1 M_1^{-1} + D_2 d_2 M_2^{-1}} \quad \text{та} \quad c_2 = \frac{D_2 d_2 M_2^{-1}}{D_1 d_1 M_1^{-1} + D_2 d_2 M_2^{-1}}, \quad (2.1)$$

де M і D – молярна і густина маса.

Для отримання плівок Мо застосовували електронно-променеві гармати (ЕПГ). Слід відмітити, що найбільш просту, але одночасно і універсальну конструкцію має ЕПГ діодного типу. Швидкість конденсації плівок Мо знаходилась в межах від 0,3 до 0,8 нм/с [2].

2.2. Електронно-мікроскопічні методи дослідження

Для дослідження структурно-фазового складу плівкових матеріалів застосовувались електроннографічні (ЕГ) та електронно-мікроскопічні (ПЕМ) методи при використанні просвічуючого електронного мікроскопа ПЕМ-125К.

Квадратична формула для кристалітів кубічної сингонії має вигляд [33]:

$$a_{hkl} = d_{hkl} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}, \quad (2.2)$$

В співвідношенні (2.2) використані наступні позначення: d_{hkl} – міжплощинна відстань; h , k , l – індекси Міллера; a_{hkl} і c_{hkl} – параметри ґраток в межах відповідних сингоній.

Для розрахунку константи приладу [33] використовували відпалену плівку Al товщиною 30 нм, що забезпечувало точність вимірювання міжплощинних відстаней $\Delta d_{hkl} = \pm 0,002$ нм та параметрів ґраток $\Delta a_{hkl} = \pm 0,001$ нм і

$\Delta c_{hkl} = \pm 0,001$ нм.

Середній розмір кристалітів (L_c) визначався за електронно-мікроскопічними знімками, шляхом побудови гістограм (залежність концентрації кристалітів від їх розміру $N=f(L)$).

Для знаходження середнього розміру зерна у площині плівки використовувалось співвідношення:

$$L_c = \left(\frac{\sum_{i=1}^n N_i L_i}{\sum_{i=1}^n N_i} \right) \quad (2.3)$$

де N_i - кількість кристалітів у i -тому гістограмному інтервалі;

L_i - середнє значення розміру кристаліту в гістограмному інтервалі.

З метою вивчення фазового складу та структури плівкових зразків проводились ЕГ дослідження, методика розшифровки електроннограм детально викладена в роботі [33].

У плівках Ni середній розмір кристалітів є порядку товщини плівок $L \cong d$. При відпалюванні до температури $T_g \cong 750-800$ К збільшувався в 1,5 - 2 рази. Отримані нами результати досліджень структурно-фазового складу плівок Ni (рис.2.2, табл.2.1), при $d \cong 20$ нм, мали добре узгодження з результатами попередніх робіт [35].

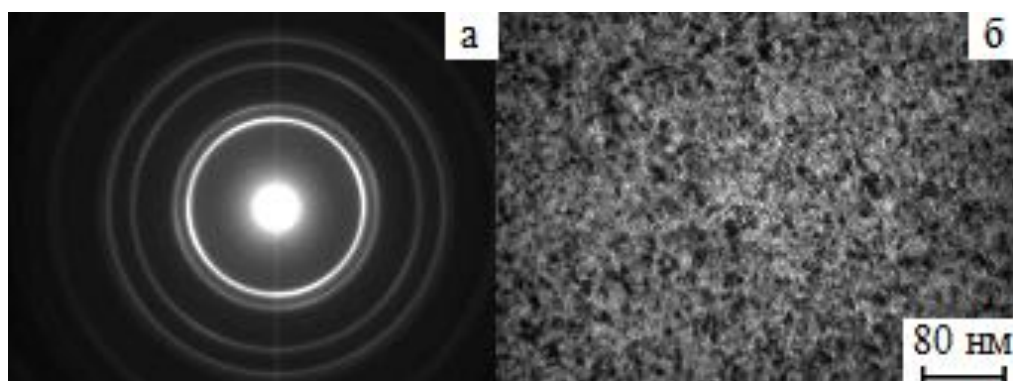


Рис.2.2. Електроннограма (а) і мікроструктура (б) невідпалених плівок Ni

товщиною $d \cong 20\text{нм}$

Таблиця 2.1

Розшифрування електронограм від невідпалених плівок ГЦК-Ni

| № | I, в.о. | hkl | d_{hkl} , нм |
|---|---------|-----|----------------|
| 1 | Д.С | 111 | 0,204 |
| 2 | сп | 200 | 0,175 |
| 3 | сп | 220 | 0,125 |
| 4 | сп | 311 | 0,106 |
| 5 | сл | 222 | 0,102 |
| 6 | Д,сл | 400 | 0,088 |
| $\bar{a} = 0,352 \pm 0,002$ нм, $a_0 = 0,352$ нм [28] | | | |

При конденсації з середньою швидкістю близькій до 1 нм/с та $T_n \cong 400\text{К}$ формувалися полікристалічні плівки ГЦК-Ni. Домішкові фази NiO або Ni₃N, які спостерігаються в плівках Ni, електронографічно не зафіксовані.

2.3. Тензо- та терморезистометрія плівкових сплавів

Терморезистивні властивості плівок досліджували на відполірованих скляних пластинах з вплавленими молібденовими електродами. Для забезпечення стабілізації термометричних характеристик та процесів рекристалізації плівкові матеріали проходили термічну обробку в інтервалі температур від 300 К до 750 К за схемою «нагрівання↔охолодження» з постійною швидкістю 3-5 К/хв. Розрахунок термічного коефіцієнту опору (β) здійснювався на основі експериментальних залежностей електроопору від температури $R(T)$ за співвідношенням $\beta = \frac{1}{R} \frac{\Delta R}{\Delta T}$, де інтервал $\Delta T = 10\text{К}$.

Тензорезистивні властивості плівкових матеріалів досліджували на відполірованих тефлонових (політетрафторетіленових) підкладках за допомогою

спеціального деформаційного пристрою, який було сконструйовано на базі мікрометра (рис. 2.3а) [2]. Деформацію типу поздовжній розтяг в інтервалі до 1 % з кроком 0,05% проводили за схемою «навантаження↔зняття навантаження». Експериментальні залежності електроопору (R) від поздовжньої деформації (ε_l) давали змогу визначити поздовжній коефіцієнт тензочутливості (γ_l).

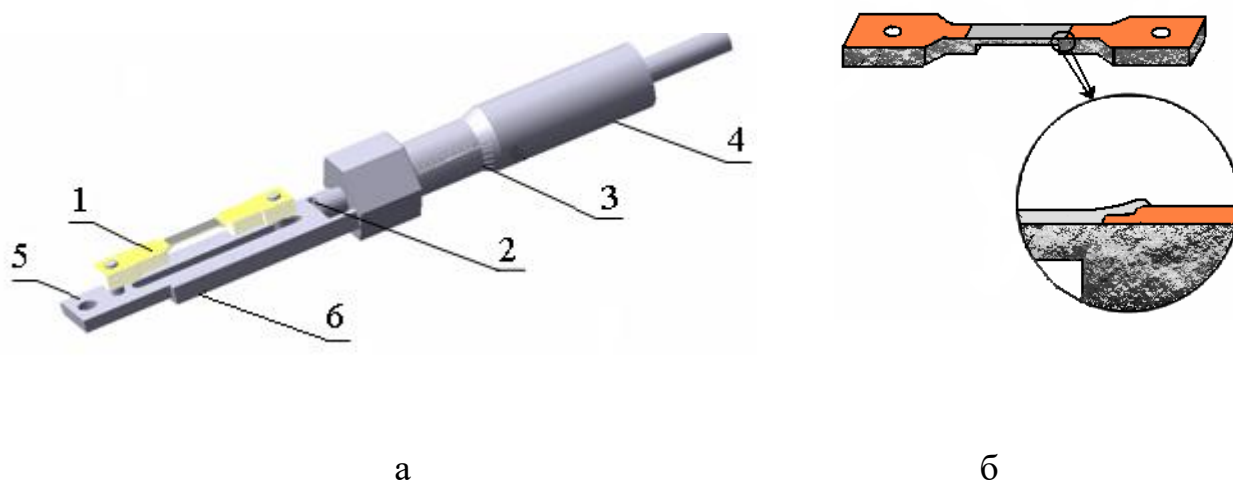


Рис.2.3. Деформаційний пристрій (а) та підкладка зі зразком (б): 1 – підкладка з плівкою; 2 – рухомий шток; 3 – шкала; 4 – мікровинт; 5 – рухома пластина; 6 – напрямляючі

Для вимірювання електричного опору плівок використовувалася двоточкова схема вимірювання. Величина опору масивних та плівкових контактів, вимірювальних проводів разом становила $\sim 0,1$ Ом (точність вимірювання опору). У процесі деформації плівок постійно реєструвався електроопір через проміжок часу близько 0,5 с. Для запобігання процесів окиснення плівок експериментальні дослідження проводилися безпосередньо в об'ємі вакуумної камери.

Деформацію типу поздовжній розтяг в інтервалі до 1 % з кроком 0,05% проводили за схемою "навантаження↔зняття навантаження". Зміна температурного режиму в інтервалі 300-500 К проводилася за допомогою нагрівача на основі галогенної лампи потужністю 100 Вт.

Плівкові зразки осаджувалися на попередньо відполіровані тефлонові підкладки спеціальної форми з контактними (рис.2.3б). Спочатку на розігрітій до

температури близько 450 К підкладці, за допомогою масок формувалася сходинкоподібна геометрія контактів – плівок на основі Cu. Це дозволяло отримати надійне електричне з'єднання з низьким електричним опором.

Після осадження контакти витримувалися при зазначеній температурі ще протягом 15 хв. Після охолодження до кімнатної температури та стабілізації протягом 30 хв. до них щільно притискалися відполіровані масивні контакти виготовлені з фольгованого міддю текстоліту. Відстань між контактами складала 15 мм та була на 2мм більшою за довжину деформованої ділянки, ширина якої – 5 мм. Геометрія підкладки та відстань між контактами, за якою визначалась початкова довжина плівкового зразка, витримувались постійними при проведенні тензометричних досліджень. Експериментальні залежності опору R від поздовжньої деформації ε_ℓ , зв'язок якої з істиною деформацією приведено в роботі, давали змогу визначати величину $\gamma_\ell = \frac{1}{R_n} \cdot \frac{\Delta R}{\varepsilon_\ell}$ за тангенсом кута нахилу

деформаційних залежностей $\frac{\Delta R}{R_n}(\varepsilon_\ell)$, приклад яких наведено на рис. 2.4.

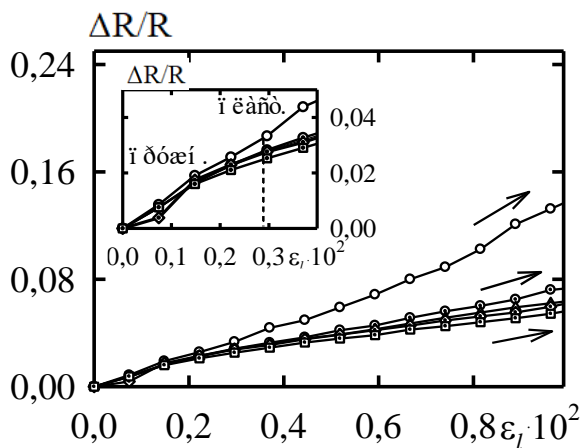


Рис.2.4. Деформаційні залежності для плівок Ni(20)/Cu. У дужках вказана товщина в нм

Усі вимірювання були проведені для пружно, квазіпружно або пластично-деформованої плівки та пружно-, квазіпружнодеформованої підкладки. Величина переходу пружна-пластична деформації $\varepsilon_{l_{nep}}$ визначалась за зміною кута нахилу залежностей типу рис.2.4, що найбільш виражено на I деформаційному циклі (як приклад вставка рис.2.4).

РОЗДІЛ 3

РЕЗУЛЬТАТИ ТА ЇХ ОБГОВОРЕННЯ

3.1. Структурно-фазовий склад плівкових сплавів Ni-Mo

У цій роботі проводиться аналіз структурних та функціональних досліджень осаджених та відпалених тонкоплівкових сплавів Ni-Mo отриманих резистивним випаровуванням у технологічному вакуумі [2]. Для структурного аналізу використовуються просвічуюча електронна мікроскопія та дифракція електронів вибраної області. Представлені результати ПЕМ та ЕГ досліджень плівкових сплавів a-Mo і ГЦК-Ni різної концентрації [2].

Як було зазначено в попередньому розділі плівки було отримано авторами [2] методом сумісної вакуумної конденсації зі швидкостями $\varpi(\text{Ni}) \cong 1,0$ нм/с та $\varpi(\text{Mo}) \cong 0,3$ нм/с, що дало можливість отримати концентраційні відношення плівкового сплаву близькі до 3:1. На ЕГ (рис.3.1а) для невідпалених плівок $\text{Ni}_{75}\text{Mo}_{25}$ при концентрації $c_{\text{Ni}} \cong 75$ ат.%, $c_{\text{Mo}} \cong 25$ ат.% спостерігаються т.зв. дифракційні максимуми від кристалографічних площин ГЦК-фази Ni $a = 0,351$ нм (приклад розшифрування ЕГ у табл. 3.1). Молібден знаходився у аморфному стані, були відповідно зафіксовані слабкі гало (див. рис.3.1а). Внаслідок 15 хвилин термообробки у вакуумі при температурі 730-750 К та охолодження до температури 300 К утворилися додаткових дифракційних кільця меншого діаметру, як можна бачити з рис. 3.1в. Самі такі додаткові кільця було ідентифіковано ГЦК-фазу.

Утворення додаткових кілець можна пов'язати з можливим формуванням на основі кристалічної ґратки Ni нової ГЦК-фази з величиною параметра кристалічної ґратки $\bar{a} = 0,360 \pm 0,001$ нм [2]. Слід відмітити, що рівноймовірним залишається формування метастабільних фаз Ni_3Mo або Ni_4Mo , що добре узгоджується із відомою діаграмою стану [11]. Хоча також відзначимо і те, що для обох вказаних вище випадків характерні досить вузькі області гомогенності.

Відмітимо, що ГЦК-фаза характерна і для оксиду NiO, але в цьому випадку параметр ґратки був би близьким до 0,418 нм [13].

Для свіжосконденсованого плівкового сплаву товщиною 20 нм фіксується нанодисперсна мікроструктура (рис.3.1б) з величиною $L_c = 10$ нм. Розмиття ліній на електроннограмах (рис.3.1а) свідчить про те, що зазвичай вже на стадії конденсації зерна та їх межі насичуються атомами домішок.

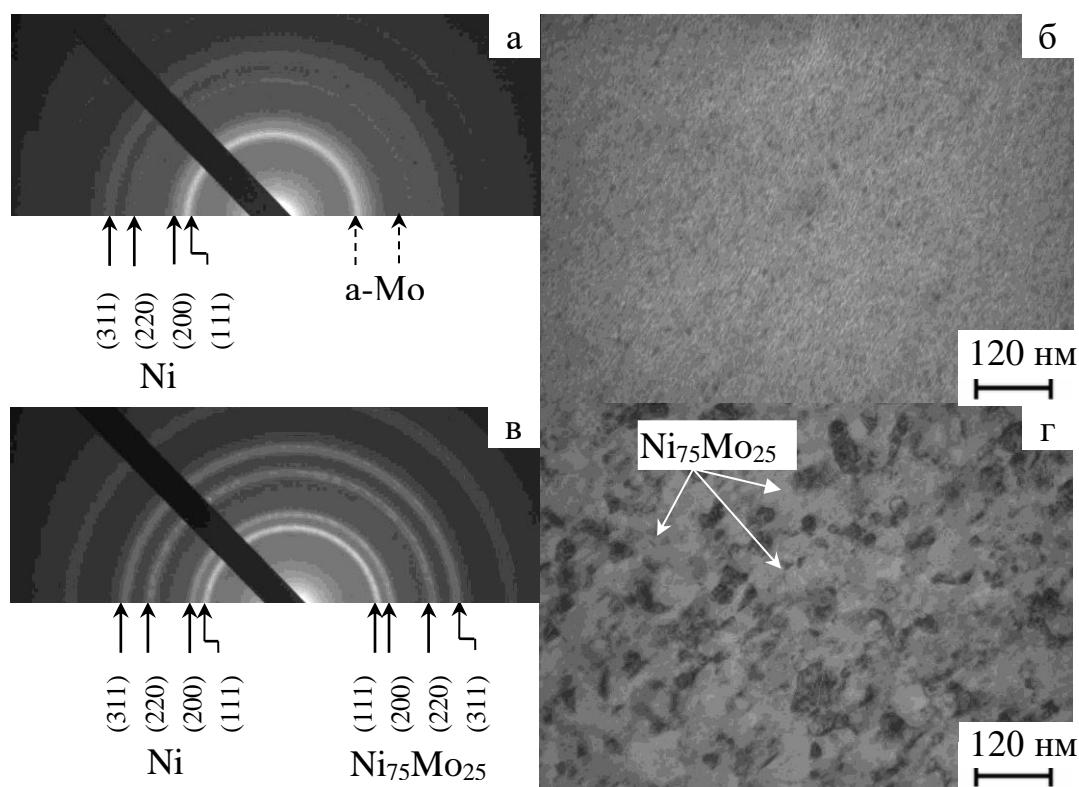


Рис.3.1. Типові приклади електроннограми і мікроструктури плівкового сплаву Ni₇₅Mo₂₅ після конденсації (а,б) та відпаленого при 750К (в,г) [2]

Після відпалювання фіксується характерна для дисперсних плівок Ni будова. Серед дрібних зерен можна бачити дещо більші, що імовірно утворилися внаслідок характерних для даного інтервалу термообробки рекристалізаційних процесів (рис.3.1г). Середній розмір кристалітів становить близько 35-40 нм. За допомогою ПЕМ можна чітко бачити окремі зерна з різними контрастами.

Детальні дослідження [2] за допомогою дифракції від вибраної ділянки показали, що темні кристаліти належать ГЦК- Ni, а світлі п'ятикутної форми – метастабільній фазі ГЦК-Ni₃Mo [2].

Таблиця 3.1

Розшифрування ЕГ плівкового сплаву Ni₇₅Mo₂₅ [2]

| № | $I, \text{в.о.}$ | $d_{hkl}, \text{нм}$ | hkl | $a, \text{нм}$ | Фаза | $\bar{a}, \text{нм}$ |
|----------------------------|------------------|----------------------|-------|----------------|------------------------|--|
| невідпалений зразок | | | | | | |
| 1 | Д.С | 0,204 | 111 | 0,351 | ГЦК-Ni | Фазовий склад: ГЦК-Ni+a-Mo, $\bar{a}(\text{Ni})=0,351 \pm 0,001 \text{ нм}$ |
| 2 | ср | 0,174 | 200 | 0,350 | ГЦК-Ni | |
| 3 | ср | 0,124 | 220 | 0,351 | ГЦК-Ni | |
| 4 | ср | 0,105 | 311 | 0,351 | ГЦК-Ni | |
| відпалений зразок | | | | | | |
| 1 | Д.С | 0,208 | 111 | 0,360 | ГЦК-Ni ₃ Mo | Фазовий склад: ГЦК-Ni +ГЦК-Ni ₃ Mo, $\bar{a}(\text{Ni})=0,352 \pm 0,001 \text{ нм}$, $\bar{a}(\text{Ni}_3\text{Mo})=0,360 \pm 0,001 \text{ нм}$ |
| 2 | Д.С | 0,203 | 111 | 0,352 | ГЦК-Ni | |
| 3 | ср | 0,180 | 200 | 0,360 | ГЦК-Ni ₃ Mo | |
| 4 | ср | 0,176 | 200 | 0,352 | ГЦК-Ni | |
| 5 | ср | 0,127 | 220 | 0,359 | ГЦК-Ni ₃ Mo | |
| 6 | ср | 0,125 | 220 | 0,352 | ГЦК-Ni | |

На рисунку 3.2 наведено типові результати ЕГ та ПЕМ досліджень двокомпонентної плівки Ni₆₅Mo₃₅ [2]. У сконденсованих плівках фіксуються ЕГ максимуми від кристалографічних площин ГЦК-Ni та дві слабкі лінії, які імовірно належать домішковій ГЦК-фазі Mo(C,N)_x (рис.3.2а, розшифрування у табл.3.2). Після відпалювання при 750К фіксується типове збільшення величини параметра кристалічної ґратки для ГЦК-Ni від 0,352 до 0,357 нм, що обумовлено проникненням атомів домішки Mo в кристалічну ґратку Ni. Отже можна зробити висновок про можливість утворення евтектики на основі ГЦК-Ni. Залишки атомів Mo формують домішкову фазу ГЦК-Mo(C,N)_x. На ЕГ спостерігається розмиття ліній (111) та (220) (рис. 3.2в). За рахунок термодифузії домішкові атоми із меж зерен поступово проникають в їх об'єм. Як відомо подібні процеси призводять до утворення т.зв. перенасичених твердих розчинів.

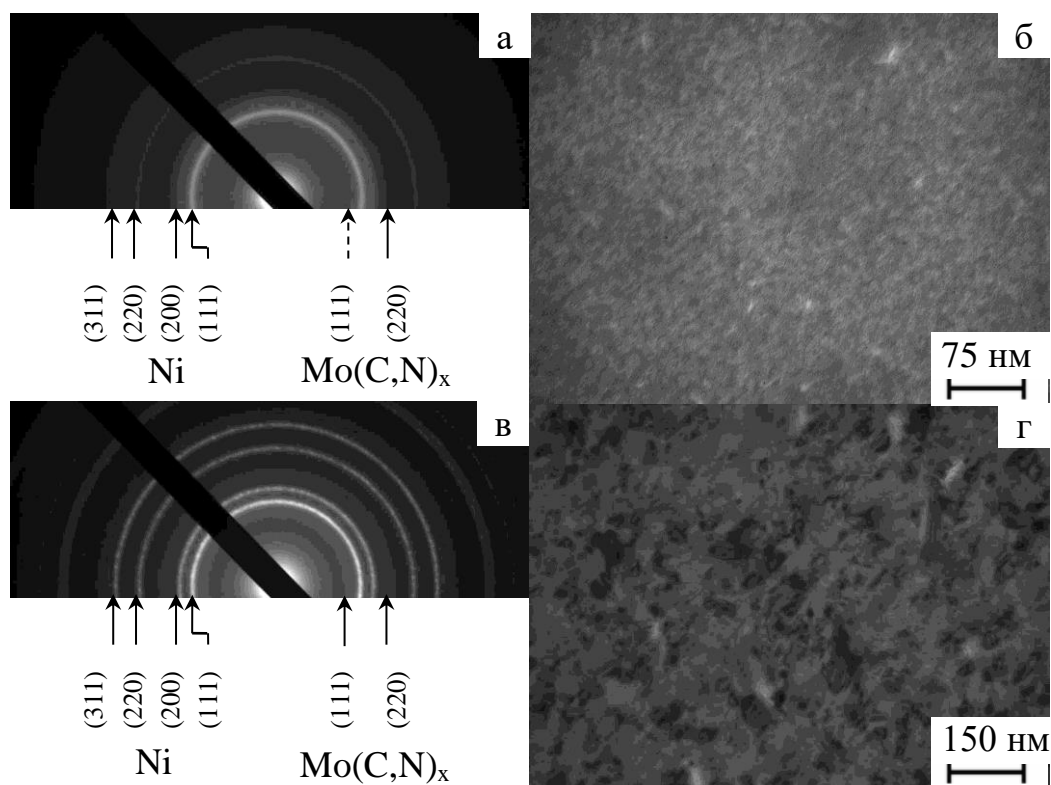


Рис.3.2. Типові приклади електронограми і мікроструктури плівкового сплаву $\text{Ni}_{65}\text{Mo}_{35}$ після конденсації (а,б) та відпаленого при 750 К (в,г) [2]

Мікроструктури невідпаленого та відпаленого плівкового сплаву $\text{Ni}_{65}\text{Mo}_{35}$ товщиною 30 нм суттєво відрізняються. У першому випадку (рис.3.2б) фіксується дисперсна структура, у другому (рис.3.2г) – типова для полікристалічних плівок. Величина L_c для плівок становила 15 та 28 нм до та після термообробки, відповідно. При збільшенні концентрації атомів Мо фіксується зменшення середнього розміру зерен плівкових сплавів у відпаленому стані. Отже, у даному випадку фазовий склад невідпалених та відпалених плівок співпадають.

Підсумовуючи аналіз результатів [2] відмітимо, що утворення метастабільного інтерметаліду ГЦК- Ni_3Mo в інтервалі вказаних температур і концентрацій узгоджується з діаграмою стану біметалевого сплаву Ni-Мою. Величини параметрів кристалічних ґраток (розрахункові дані) для цих випадків узгоджуються з теорією фазового розмірного ефекту.

Таблиця 3.2

Розшифрування ЕГ плівкового сплаву Ni₆₅Mo₃₅ [2]

| № | $I, \text{ в.о.}$ | $d_{hkl}, \text{ нм}$ | hkl | $a, \text{ нм}$ | Фаза | $\bar{a}, \text{ нм}$ |
|---------------------|-------------------|-----------------------|-------|-----------------|---------------------------|--|
| невідпалений зразок | | | | | | |
| 1 | Д.С | 0,204 | 111 | 0,352 | ГЦК-Ni | Фазовий склад: ГЦК-Ni + ГЦК- Mo(C,N) _x , $\bar{a}(\text{Ni})=0,352 \pm 0,001 \text{ нм}$, |
| 2 | ср | 0,176 | 200 | 0,352 | ГЦК-Ni | |
| 3 | гало | 0,149 | 220 | 0,421 | ГЦК- Mo(C,N) _x | |
| 4 | ср | 0,126 | 220 | 0,354 | ГЦК-Ni | |
| 5 | ср | 0,106 | 311 | 0,352 | ГЦК-Ni | |
| відпалений зразок | | | | | | |
| 1 | гало | 0,242 | 111 | 0,419 | ГЦК- Mo(C,N) _x | Фазовий склад: ГЦК-Ni + ГЦК- Mo(C,N) _x , $\bar{a}(\text{Ni}) = 0,357 \pm 0,002 \text{ нм}$, $\bar{a} \text{ Mo(C,N)}_x =$ $= 0,419 \pm 0,001 \text{ нм}$ |
| 2 | Д.С | 0,207 | 111 | 0,359 | ГЦК-Ni | |
| 3 | ср | 0,179 | 200 | 0,358 | ГЦК-Ni | |
| 4 | гало | 0,148 | 220 | 0,420 | ГЦК- Mo(C,N) _x | |
| 5 | ср | 0,126 | 220 | 0,357 | ГЦК-Ni | |
| 6 | ср | 0,107 | 311 | 0,355 | ГЦК-Ni | |

Утворення домішкових фаз ГЦК-Mo(C,N)_x пов'язано з активною взаємодією з атомами залишкових газів при термовідпалюванні та конденсації плівок у технологічному вакуумі. Слід відмітити, що у плівкових системах Ni/Mo [35] отриманих при пошаровій конденсації спостерігалось збереження індивідуальності окремих шарів при відпалюванні до 750 К.

3.2. Тензо- та термометричні властивості плівкових сплавів Ni-Mo

В даному підрозділі приведено типові результати досліджень сенсорних властивостей плівкових сплавів Ni-Mo.

Як приклад на рисунку 3.3 наведено деформаційні залежності для плівкових сплавів Ni₆₅Mo₃₅ товщиною 25 нм. На всьому деформаційному інтервалі плівки залишалися пружними або квазіпружними, при цьому було визначено, що величина КТ становила 6,2 одиниць.

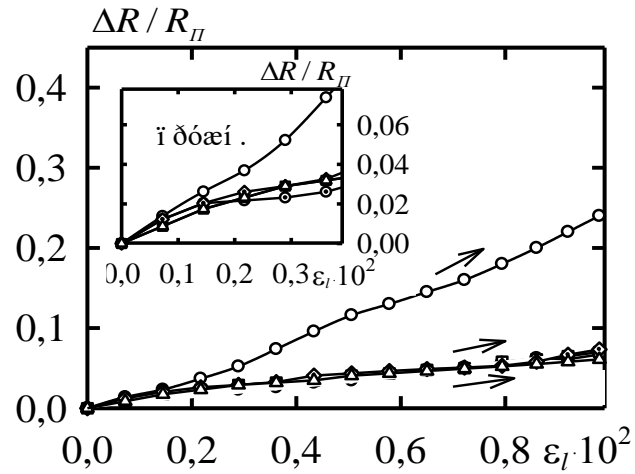


Рис.3.3. Типові деформаційні залежності відносної зміни опору для плівкових сплавів Ni-Mo [2]

Розрахункове співвідношення для поздовжньої чутливості питомого опору двокомпонентного плівкового сплаву до деформації ($S_\ell^\rho = \frac{\partial \rho}{\varepsilon_\ell}$), отримане у рамках макроскопічного підходу [10], може бути записане у спрощеному вигляді:

$$S_\ell^\rho \cong c_1 S_{\ell 1}^\rho + c_2 S_{\ell 2}^\rho. \quad (3.1)$$

Слід відмітити, що для плівкових випадку сплавів Ni-Mo величина S_ℓ^ρ становила 10^{-6} - 10^{-5} Ом·м/%. Тензорезистивні властивості досліджуваних плівкових сплавів залишаються подібними до гетерогенних плівок (табл.3.3) [36]. Це пов'язано з тим, що в таких випадках фіксується значно більш висока чутливість питомого опору до деформації, ніж для плівкових систем.

Таблиця 3.3

Порівняння експериментальних (S_{ℓ}^{ρ}) та розрахункових ($S_{\ell_{роз}}^{\rho}$) даних

для чутливості питомого опору плівок до деформації

| Плівковий сплав | Концентрація, ат. % | | $S_{\ell}^{\rho} \cdot 10^6$ Ом·м /% | $S_{\ell_{роз}}^{\rho} \cdot 10^6$, Ом·м /% | $(S^{\rho} - S_{роз}^{\rho})/S^{\rho}, \%$ |
|--------------------|---------------------|-----------|---|---|--|
| | $c(Me_1)$ | $c(Me_2)$ | | | |
| Ni ₄ Mo | 80 | 20 | - | 6,4 | - |
| Ni ₃ Mo | 75 | 25 | 6,1 | 5,6 | + 8 |
| Ni ₂ Mo | 65 | 35 | - | 6,8 | - |
| NiMo | 50 | 50 | - | 7,2 | - |

Слід відміти, що у випадку однокомпонентних плівок при переході від квазіпружної до пластичної деформації фіксується збільшення чутливості питомого опору до деформації у декілька разів. Дані таблиці 3.4 ілюструють цю особливість на прикладі плівок Мо та Ні.

Величина чутливостей питомого опору до деформації була розрахована в точках, симетричних відносно межі переходу від пружної до пластичної деформації.

Для всіх тензорезистивних величин спостерігаються розмірні залежності, при цьому величина границі переходу від квазіпружної до пластичної деформації ε_{lme} монотонно зменшується при зростанні загальної товщини плівки. Було визначено, що для плівок Мо та Ні нескінченної товщини її асимптотична величина наближається до 0,05 %.

Таблиця 3.4

Порівняння чутливостей питомого опору плівок Ni та Mo до деформації при пружній та пластичній деформації (в інтервалі $\Delta\varepsilon_l \cong 0-1\%$)

| Плівка (товщина, нм) | ε_{lner} , % | $S^p \cdot 10^7$, Ом·м/% | | $\frac{S_{пл.}^p}{S_{пр.}^p}$ |
|-------------------------|--------------------------|---------------------------|-------------------------|-------------------------------|
| | | пружна деформація | пластична деформація | |
| Mo(20) | 0,22 | 33,8 | 60,8 | 1,8 |
| Mo(60) | 0,15 | 21,2 | 27,6 | 1,3 |
| Mo(100) | 0,08 | 7,8 | 16,4 | 2,1 |
| Ni(20) | 0,29 | 17,5 | 22,8 | 1,3 |
| Ni(50) | 0,15 | 4,5 | 5,4 | 1,2 |
| Ni(115) | 0,08 | 1,1 | 1,6 | 1,5 |

Як приклад температурні залежності питомого опору та ТКО плівкових сплавів Ni₆₅Mo₃₅ приведено на рисунку 3.4. Такі залежності були отримані при відповідному охолодженні на III-му термостабілізаційному циклі. Визначення величини ТКО показало, що остання в декілька разів більша порівняно з гетерогенними плівками, але приймає близькі значення відповідно відомих даних зафіксованих у двошарових плівок [35]. Спостерігається типовий характер температурних залежностей як для металевих плівок, тобто зростання питомого опору та спад ТКО при збільшенні температури. Поблизу критичних температур (θ_{OD} , θ_{OC}) фіксуються незначні відхилення від монотонності на відповідних кривих рис.3.4.

На залежності рис. 3.4б спостерігається слабе заломлення поблизу температури Кюрі для Ni. Це свідчить про певний феромагнетизм плівок, який при концентрації Mo більше 8 ат. % повністю відсутній у сплавах Ni-Mo [9].

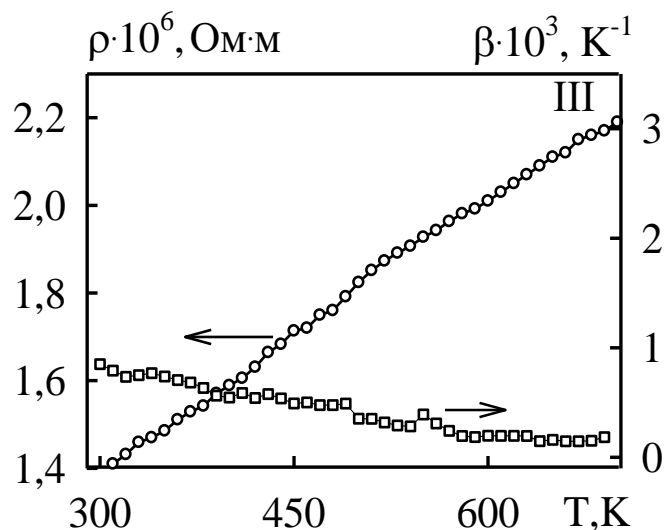


Рис.3.4. Типові температурні залежності для плівкових сплавів Ni-Mo [2]

Порівняння експериментальних та розрахункових даних для сенсорних параметрів КТ та ТКО, отриманих на основі феноменологічних моделей [10] для плівкового сплаву та біпластини показали кращу узгодженість для першого випадку. Як приклад для плівкових сплавів $\text{Ni}_{65}\text{Mo}_{35}$ (при $d \cong 30$ нм) точність визначення величин КТ становить 9 %, у той час як для біпластини – 18 %. Експериментальні та розрахункові дані для величини ТКОму першому випадку мають більш низьке розходження 15 %, ніж у другому 23 %. Це пояснюється узгодженістю вибору теоретичних моделей до структурного стану плівок.

ВИСНОВКИ

1. В роботі проведено електроннографічні та електронно-мікроскопічні дослідження плівкових сплавів Ni_xMo_{1-x} , які були осаджені методом сумісної термовакuumної конденсації; у невідпаленому стані зразки залишаються двофазними; фіксуються дифракційні максимуми від кристалографічних площин металевих компонент ГЦК-Ni та а-Mo (аморфної фази); при вакуумній термообробці до 750 К було встановлено особливості формування фазового складу плівкових сплавів, зокрема у сплавах на основі Ni і а-Mo спостерігалася така особливість твердофазної реакції: при концентрації $c_{Ni} \cong 75 \text{ ат. \%}$ на електроннограмах фіксується система ліній від двох ГЦК-решіток, які відповідають ГЦК-Ni ($a = 0,352 \text{ нм}$) і метастабільному ГЦК- $Ni_{75}Mo_{25}$ ($a = 0,360 \text{ нм}$), при $c_{Ni} \cong 65 \text{ ат. \%}$ електроннографічно фіксувалася лише лінії, які відповідали ГЦК-фазам Ni та $Mo(C,N)_x$ з параметрами ґраток 0,357 та 0,419 нм, що пов'язано з проникненням домішкових атомів у кристалічну ґратку Ni.

2. Дослідження терморезистивних властивостей двокомпонентних плівкових сплавів Ni-Mo показали, що домішкові фази, твердофазні реакції, дисперсність впливають на поведінку температурної залежності ТКО і питомого опору; при температурах Дебая і Кюрі мають місце особливості на вказаних залежностях; величина ТКО суттєво залежить від концентрації компонентів і при загальній товщині зразка від 30 до 60 нм, при збільшенні температури від 300 до 750 К, змінюється в інтервалі значень $(0,8-0,1) \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}$.

3. Величина поздовжнього коефіцієнта тензочутливості (КТ) складає 4 - 6 одиниць, що у два рази менше у порівнянні дво- та тришаровими плівковими системами тих самих компонентів, що можна пояснити відсутністю у плівкових сплавах Ni-Mo інтерфейсного механізму розсіювання електронів провідності між окремими шарами; механічні характеристики та чутливість питомого опору до деформації залишається на рівні гетерогенних плівок

СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ

1. The effect of temperature and Mo content on the lattice misfit of model Ni-based superalloys /A.J. Goodfellow, L. R. Owen, K. A. Christofidou et al.// Metals. – 2019. – V. 9. – P.700-709.
2. Structure and electrophysical properties of double-component film alloys based on molybdenum and iron or nickel / I.P. Buryk, T.M. Hrychanovs'ka, D.V. Poduremne et al. // J. Nano- Electron. Phys. – 2018. – V. 10, No 5. – P. 05026-05026-4.
3. Nanotwinned metal MEMS films with unprecedented strength and stability/ G.-D. Sim, J. A. Krogstad, K. M. Reddy [et al.] // Sci. Adv. – 2017. – V.3. – e1700685.
4. Effect of Mo concentration on creep properties of a single crystal nickel-base superalloy / J. Zhang, J.G. Li, T. Jin et al. // Mater. Sci. Eng. A – 2010. – V. 527. – P. 3051.
5. Effect of chromium addition on the ordering behaviour of Ni-Mo alloy: experimental results vs. electronic structure calculations / A. Arya, G. K. Dey, V. K. Vasudevan et al. // Acta. mater. – 2002. – V. 50. – P. 3301–3315.
6. Microstructural evolution in laser deposited Ni-25 at.% Mo alloy / R. Banerjee, C. A. Brice, S. Banerjee et al. // Mat. Sci. Eng. A. – 2003. – V. 347. – P. 1–4.
7. Short range order structures in fcc-based Ni-Mo studied by high resolution transmission electron microscopy with image processing / S. Hata, T. Mitate, N. Kuwano et al.// Mat. Sci. Eng. A. – 2001. – V. 312. – P. 160–167.
8. Structural stability of Ni-Mo compounds from first-principles calculations / Y. Wang, C. Woodward, S. H. Zhou et al. // Scripta Mater. – 2005. – V. 52. – P. 17–20.
9. First principles calculation and thermodynamic modeling of the Ni-Mo system / S. H. Zhou, Y. Wang, C. Jiang et al. // Mat. Sci. Eng. A. – 2005. – V. 397. –

- P. 288–296.
10. Проценко І.Ю. Тонкі металеві плівки (технологія та властивості) / І. Ю. Проценко, В. А. Саєнко. – Суми : Вид-во СумДУ, 2002. – 187 с.
 11. Диаграммы состояния двойных металлических систем / [Лякишев Н. П., Банных О. А., Рохлин Л. Л. и др.]; под ред. Н. П. Лякишева. – М. : Машиностроение, 1997. – Т. 2. – С. 249–251.
 12. Hydrogen evolution on hot and cold consolidated Ni-Mo alloys produced by mechanical alloying / P. Kedzierzawski, D. Oleszak, M. Janik-Czachor // Mater. Sci Eng. – 2001. – V. 300. – P. 105–112.
 13. An attempt to predict the mechanism of Mo-Ni-O powders electrodeposition from the results of their TEM analysis / V. D. Jovic, B. M. Jovic, V. Lacnjevac [et al.] // Electrochim. Acta. – 2010. – V. 55. – P. 4188–4193.
 14. Martin L.S. Thin film sensors for surface measurements / L.S. Martin, L.C. Wrbanek, G.C. Fralick // Thin Film Sensors for Surface Measurements. – Cleveland, Ohio, 2001. – P. 1 – 7.
 15. Ni-Ag thin films as strain-sensitive materials for piezoresistive sensors / H.Chiriac, M.Urse, F.Rusu et al. // Sens. Actuat. A. – 1999. – V.76. – P.376 – 380.
 16. Angadi M.A. Longitudinal and transverse strain sensitivity of nichrome films / M.A. Angadi, R. Whiting // Mater. Sci. Engin. B. – 1990. – V.7. – P. L1-L4.
 17. Kayser P. High-temperature thin-film strain gauges / P. Kayser, J.C. Godefroy, L.Leca // Sens. Actuat. A. – 1993. – V. 37 – 38. – P. 328 – 332.
 18. Li D. Giant stress-impedance effect in amorphous and thermally annealed Fe_{73,5}Cu₁Nb₃Si_{13,5}B₉ ribbons / D. Li, Z. Lu, S. Zhou // Sens. Actuat. A. – 2003. – V.109. – P.68-71.
 19. Strain sensitivity of TiB₂, TiSi₂, TaSi₂ and WSi₂ thin films as possible candidates for high temperature strain gauges / G.Schultes, M. Schmitt, D.Goettel et al. // Sens. Actuat. A. – 2006. – V. 126. – P. 287 – 291.
 20. New thick-film material for piezoresistive sensors / S.Tankiewicz, B.Morten,

- M.Prudenziati et al. // *Sens. Actuat. A.* – 2001. – V.95. – P.39 -45.
21. Arshak K. Fabrication of a thin-film strain-gauge transducer using $\text{Bi}_2\text{O}_3\text{-V}_2\text{O}_5$ / K. Arshak, R. Perrem // *Sens. Actuat. A.* – 1993. – V. 36. – P. 73 - 76.
22. Гричановська Т.М. Електропровідність і тензочутливість плівкових оксидів металів / Т.М. Гричановська, В.А. Соломаха, А.М. Чорноус // *Матеріали І науково-технічної конференції з міжнародною участю «Матеріали електронної техніки та сучасні інформаційні технології».* – Кременчук: ІЕНТ, 2004. – С. 46 –47.
23. An apparent n to p transition in reactively sputtered indium-tin-oxide high temperature strain gages / O.J.Gregory, Q.Luo, J.M.Bienkiewicz et al. // *Thin Solid Films.* – 2002. – V.405. – P. 263 – 269.
24. Investigation of TiO_2 thick film capacitors for use as strain gauge sensors / A.Arshak, K.Arshak, D.Morris et al.// *Sens. Actuat. A.* – 2005. – V. 122. – P. 242– 249.
25. A characterisation of thick film resistors for strain gauge applications / M.Hrovat, D.Belavic, Z.Samardzija et al. // *J. Mater. Sci.* – 2001. – V. 36. – P. 2679 – 2689.
26. The influence of firing temperature on the electrical and microstructural characteristics of thick-film resistors for strain gauge applications / M.Hrovat, A. Bencan, D. Belavic et al. // *Sens. Actuat. A.* – 2003. – V.103. – P. 341 – 352.
27. Cao G. Strain sensing of carbon nanotubes: Numerical analysis of the vibrational frequency of deformed single-wall carbon nanotubes / G. Cao, X. Chen, J.W. Kysar // *Phys. Rev. B.* – 2005. – V.72. – P.195412 – 1 – 195412 – 6.
28. Belavic D. Vertical thick-film resistors as load sensors / D. Belavic, M. Hrovat, M. Pavlin // *J.Europ.Cer.Soc.*-2001. – V.21. – P.1989 – 1992.
29. Loffler F. Manganin thin film sensor for force sensing / F. Loffler, C. Siewert, C. Ascher // *Sur. Coatings Technol.* – 2003. – V.174 – 175. – P. 1287 – 1292.
30. Thin-film strain gauge sensors for ion thrust measurement / R.J.Stephen, K.Rajanna, V.Dhar et al. // *IEEE Sens. Journal.* – 2004. – V.4, №3. – P.373 – 377.

31. Amor A.B. A magnetoelastic microtransformer-based microstrain gauge / A.B. Amor, T. Budde, H.H. Gatzert // *Sens. Actuat. A.* – 2006. – V.129. – P. 41 - 44.
32. Multi-walled carbon nanotubes integrated in microcantilevers for application of tensile strain / S.Dohn, J.Kjelstrup-Hansen, D.N.Madsen et al. // *Ultramicroscopy.* – 2005. – V.105. – P.209 – 214.
33. Проценко І.Ю., Черноус А.М., Проценко С.І. Прилади та методи дослідження плівкових матеріалів. – Суми: Вид-во СумДУ, 2007. – 263 с.
34. Горелик С.С., Расторгуев Л.И., Скаков Ю.А. Рентгенографический и электронно-оптический анализ. Приложение.– М.: Металлургия, 1970.– 107с.
35. Кристалічна структура, фазовий склад і дифузійні процеси в двошарових плівкових матеріалах на основі Ni і Mo / І. П. Бурик, І. О. Шпетний, Л. В. Олександрів // *Вісник СумДУ. Серія : Фізика, математика, механіка.* – 2008. – №2. – С. 118–123.
36. Strain deformation properties of heterogeneous film materials based on refractory metals/ I.P. Buryk, L.V. Odnodvoretz // *J. Nano- Electron. Phys.* – 2009. – V.1 No 3. – P.24-29.

ДОДАТОК А