

Корисна модель належить до галузі фізичного матеріалознавства, а саме до дослідження кристалічності/аморфності структури тонкоплівкових багатошарових металевих композицій на початкових стадіях нагріву, і може бути використана для контролю якості границь розділу у нанорозмірних тонких плівках Нікель Ni/ Титан Ti, які застосовують для створення матеріалів із ефектом пам'яті форми у сфері мікро- та наноелектроніки.

Твердотільна аморфізація є процесом втрати впорядкованої кристалічної структури та переходу матеріалу у стан з хаотичним розташуванням атомів. У тонкоплівкових багатошарових металевих композиціях, зокрема системах Ni/Ti, цей процес починає проявлятися "перемішуванням" атомів Ni та Ti на границях розділу їх шарів вже на початкових стадіях нагріву. Саме контроль і оцінка аморфізації мають вирішальне значення для забезпечення стабільності структури, прогнозування довговічності та функціональних властивостей матеріалів із ефектом пам'яті форми. Вчасне визначення початкових стадій аморфізації дозволяє оптимізувати технологічні режими виготовлення нанорозмірних плівок та гарантувати якість їх застосування у мікро- та наноелектроніці.

Традиційним підходом до дослідження процесів твердотільної аморфізації є метод трансмісійної електронної мікроскопії (TEM). Наприклад, в підході, який описаний в [1], автори досліджували мікроструктуру багатошарових плівок Ni/Ti, використовуючи поперечні зрізи, виконані за допомогою сфокусованого іонного пучка (англ. focused ion beam, FIB). Методика дозволяла отримати зображення структури шарів Ni та Ti, виявляти області перемішування на границях розділу шарів. Недоліком цього способу є складність та руйнівний характер підготовки зразка для дослідження, зокрема необхідність використання сфокусованого іонного пучка, що може індукувати небажані структурні зміни та локальний нагрів зразка ще до початку досліджень, спотворюючи результати оцінки початкової аморфізації.

Також відомим способом дослідження процесів твердотільної аморфізації є метод рентгеноструктурного фазового аналізу, використаний авторами [2]. Спосіб полягає у вимірюванні дифракційних спектрів полікристалічних багатошарових тонкоплівкових композицій Ni/Ti та аналізі змін форми рефлексів в процесі тривалого ізотермічного відпалу при 250 °C. Про утворення аморфної фази на границях розділу та по границях зерен (внутрішніх межах між окремими кристалітами всередині кожного шару, де аморфізація може починатися також) судять за зменшенням інтегральної інтенсивності дифракційних рефлексів вихідних кристалічних фаз, яке відбувається швидше, ніж зменшення товщини шарів. Недоліком даного способу є низька чутливість методу на початкових етапах дифузії, коли об'ємна частка аморфної фази є незначною порівняно з кристалічною матрицею, що ускладнює інтерпретацію даних через одночасний вплив на профіль дифракційних рефлексів таких факторів як мікронапруження, розмір кристалітів та текстура.

Найбільш близьким аналогом корисної моделі є спосіб оцінки аморфізації в тонкоплівкових композиціях Ni/Ti [3], в якому зразки нагрівають, вимірюють значення питомого електричного опору та визначають температурний коефіцієнт опору. Нагрів проводять в атмосфері аргону до температури 260 °C з наступною витримкою тривалістю 64 години. Недоліком найбільш близького аналога є те, що оцінка ступеня аморфізації можлива лише для зразка після тривалої ізотермічної витримки в 64 години при температурі 260 °C, що призводить до суттєвих змін у структурі матеріалу і не дозволяє оцінити саме початкові стадії твердотільної аморфізації границь розділу в нанорозмірних багатошарових композиціях Ni/Ti.

Задачею корисної моделі є розробка способу, який забезпечуватиме неруйнівну оцінку твердотільної аморфізації границь розділу в нанорозмірних багатошарових композиціях Ni/Ti на початкових її стадіях.

Поставлена задача вирішується тим, що у способі оцінки початкових стадій твердотільної аморфізації границь розділу в тонкоплівкових нанорозмірних композиціях Ni/Ti, що включає нагрівання зразка, вимірювання питомого електричного опору та визначення температурного коефіцієнта опору, на основі якого оцінюють твердотільну аморфізацію, згідно з корисною моделлю, нагрівання зразка здійснюють в інтервалі температур від 30 до 150 °C зі сталою швидкістю, фіксують значення питомого електричного опору в процесі нагрівання, визначають температурний коефіцієнт опору на основі залежності зміни питомого електричного опору від зміни температури.

Технічний результат полягає у неруйнівній оцінці наявності/відсутності аморфних прошарків на границях розділу в нанорозмірних багатошарових композиціях Ni/Ti за рахунок відсутності потреби механічного руйнівного впливу на зразок в процесі дослідження. Також, у зв'язку з неруйнівною оцінкою наявності/відсутності аморфних прошарків необхідним є визначення температурного коефіцієнта опору на основі залежності зміни питомого електричного опору від зміни температури. Виконання оцінки твердотільної аморфізації на початкових її стадіях забезпечується завдяки нагріванню в інтервалі температур 30-150 °C зі сталою швидкістю. Нагрів до вищих температур може призвести до окиснення поверхні зразка та дифузії границь зерен в межах кожного шару, що впливає на значення питомого електричного опору, спотворюючи результат оцінки.

Суть корисної моделі пояснюється кресленнями, де:

на фіг. 1 представлено результати рентгеноструктурного фазового аналізу тонкоплівкових

композицій Ni/Ti;

на фіг. 2 - температурна залежність питомого електричного опору тонкоплівкових композицій Ni/Ti;

на фіг. 3 - залежність відносної зміни питомого електричного опору зі зміною температури тонкоплівкових композицій Ni/Ti;

на фіг. 4 - залежності питомого електричного опору та температурного коефіцієнта опору від періоду модуляції тонкоплівкових композицій Ni/Ti.

Спосіб виконують наступним чином.

Зразки тонкоплівкових нанорозмірних композицій Ni/Ti піддають низькотемпературному нагріву зі значенням початкової температури 30 °C до максимальної 150 °C у вакуумі 10^{-3} Па з реєстрацією значень питомого електричного опору для подальшого визначення температурного коефіцієнта опору (ТКО). Використання саме низькотемпературного нагріву є необхідним для запобігання розвитку процесів фазових перетворень та окиснення поверхні. Це підтверджується даними рентгеноструктурного фазового аналізу: дифрактограми зразків до та після нагріву є ідентичними, на них відсутні рефлекси від оксидів або нових фаз (див. фіг. 1).

У процесі нагрівання з кожним кроком підняття температури вимірюють експериментальні дані питомого електричного опору зразків методом чотиризондової резистометрії у діапазоні температур від 30 до 150 °C при сталій швидкості нагрівання 0,5-2 °C/с. Отримана експериментальна залежність опору від температури для зразків із загальною товщиною 60 нм та різними значеннями товщин подвійного шару, які на графіках позначено як період модуляції Δ , зокрема зразки мають значення $\Delta = 60$ нм, $\Delta = 30$ нм та $\Delta = 20$ нм (див. фіг. 2). Залежність має лінійний характер, без структурних змін у процесі вимірювання.

За отриманими експериментальними даними будують графік залежності відносної зміни питомого електричного опору від абсолютної зміни температури, на якому тангенс кута нахилу отриманої прямої чисельно відповідає значенню ТКО (див. фіг. 3). Отримане значення ТКО використовують для оцінки початкових стадій твердотільної аморфізації границь розділу. Для зразків з меншим періодом модуляції спостерігається зменшення ТКО, що свідчить про збільшення ступеня аморфізації на границях розділу шарів Ni та Ti (див. фіг. 4).

Таким чином, техніко-економічна ефективність даного способу полягає в розробці способу оцінки ступеня аморфізації на границях розділу у тонкоплівкових композиціях Ni/Ti залежно від періоду модуляції за значенням температурного коефіцієнта опору, що дозволяє прогнозувати функціональні властивості матеріалів та оптимізувати технологічні режими їх отримання без потреби залучення високовартісного обладнання або проведення тривалих енерговитратних відпалів.

Джерела інформації:

1. Phase transformations in Ni/Ti multilayers investigated by synchrotron radiation-based x-ray diffraction / A.J. Cavaleiro [et al.] // Journal of alloys and compounds. – 2015. – V. 646. – P. 1165–1171. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2015.06.037>

2. Hollanders M.A. Amorphization along interfaces and grain boundaries in polycrystalline multilayers: An x-ray-diffraction study of Ni/Ti multilayers / Mark A. Hollanders, Barend J. Thijsse, Eric J. Mittemeijer // Physical review B. – 1990. – V. 42. – № 9. – P. 5481–5494.

<https://doi.org/10.1103/PhysRevB.42.5481>

3. Evidence for amorphization in NiTi multilayers from electrical resistivity changes / Anja van der Graaf [et al.] // Materials science and engineering: a. – 1991. – V. 133. – P. 636–639.

[https://doi.org/10.1016/0921-5093\(91\)90151-C](https://doi.org/10.1016/0921-5093(91)90151-C)

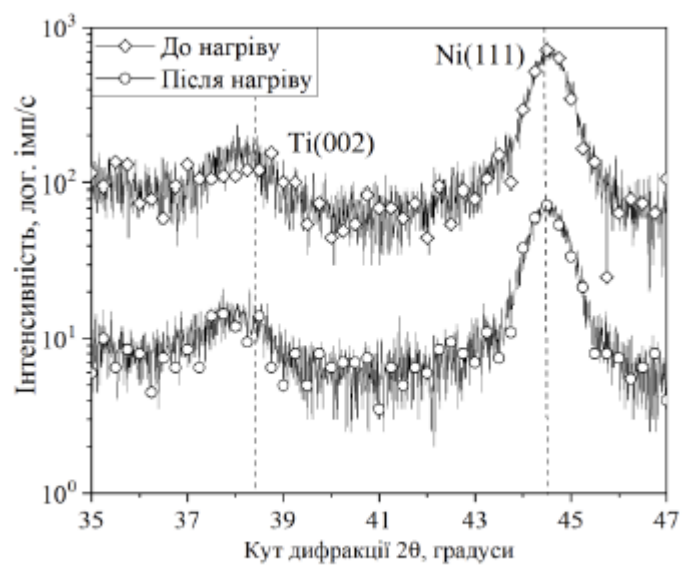


Fig. 1

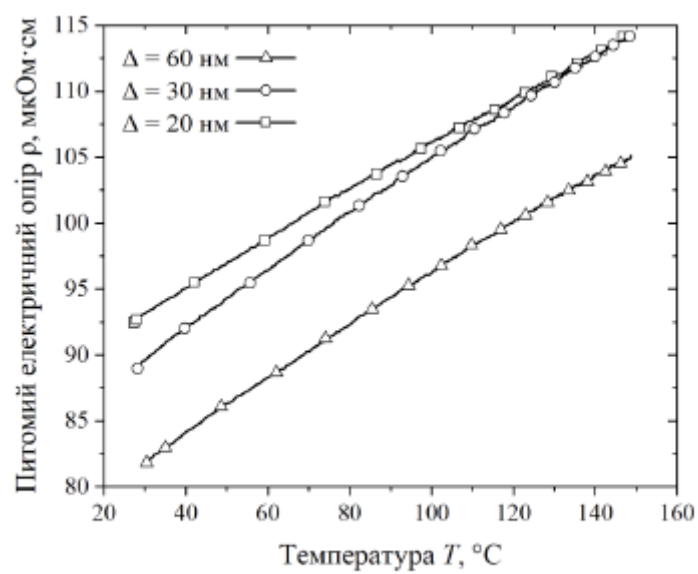
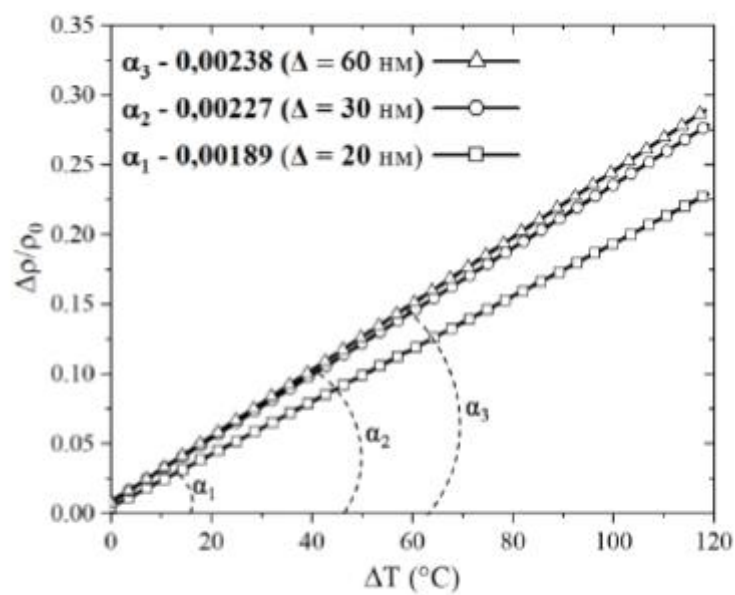
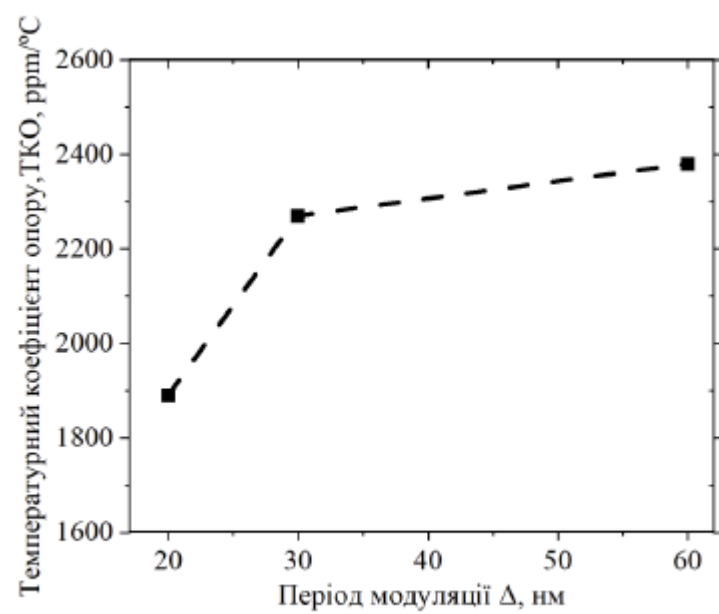


Fig. 2



Фиг. 3



Фиг. 4