11;12 Чувствительный элемент датчика давления на основе пленок Cr и Cu или Fe

© И.М. Пазуха, И.Е. Проценко

Сумский государственный университет, 40007 Сумы, Украина e-mail: protsenko@aph.sumdu.edu.ua

(Поступило в Редакцию 30 июня 2009 г.)

Представлен чувствительный элемент — датчик давления, который формируется на основе пленочных систем Fe/Cr и Cu/Cr. Проанализированы вопрос о взаимной диффузии и фазообразовании, исследована проблема стабильности интерфейсов.

Введение

На сегодняшний день остается актуальным исследование термо- и тензорезистивных, магниторезистивных, оптических и др. свойств тонких пленок, поскольку это открывает перспективы их широкого использования как чувствительных элементов различных сенсоров [1–7]. В частности, речь идет о возможности изготовления на основе тонкопленочных материалов тензорезисторов [4,8].

Сфера применения тензорезисторов не ограничивается только созданием тензодатчиков. Их также можно использовать как чувствительные элементы датчиков давления, которые нашли свое практическое применение при измерении давления в жидких и газовых средах, в условиях повышенной влажности, при наличии вибрации, ударов, перегрузок и т.д. [7,9–11]. Так, в работе [7] был представлен прототип датчика давления на основе пленок оксидов In и Sn. Такой чувствительный элемент характеризуется пьезорезистивным коэффициентом $k = -4.3 \cdot 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$, что соответствует коэффициенту тензочувствительности $\gamma = -2.8$ и позволяет фиксировать перепад давления в диапазоне от $-6 \cdot 10^4$ до $6 \cdot 10^4$ Pa.

Авторы работы [11] предложили чувствительный элемент для датчика давления на основе манганина, который характеризуется высоким пьезорезистивным коэффициентом ($k = 17.3 \text{ MPa}^{-1}$) и может использоваться при измерении значительных перепадов давления.

В том случае, когда чувствительным элементом датчика выступает тонкопленочная система, стабильность его работы в значительной степени будет определяться процессами, которые происходят на границе раздела отдельных слоев. В связи с этим нами были проведены исследования процессов фазообразования, взаимной диффузии атомов, а также связанной с ними стабильности интерфейсов с целью создания чувствительного элемента датчика давления со стабильными рабочими характеристиками.

Методика эксперимента

Для исследования физических процессов в чувствительном элементе датчика давления была разработана конструкция, схематически представленная на рис. 1. Рабочей частью датчика является тонкая фторопластовая мембрана (1) толщиной d = 0.5 mm. На ее поверхность помещаются тонкопленочный чувствительный



Рис. 1. Схематическая конструкция датчика давления (a) и принцип его работы (b): $1 - \phi$ торопластовая мембрана; 2 -чувствительный элемент; 3 -медные контактные площадки; 4 -пленка Cr; 5 -резиновые уплотнители; 6 -стенка вакуумной камеры. $p_0 -$ давление остаточной атмосферы, $p_{\rm at} -$ атмосферное давление.



Рис. 2. Примеры рентгенограмм от пленочных систем $[Cu(30)/Cr(30)]_2/\Pi(a, c)$ и $[Fe(10)/Cr(10)]_2/\Pi(b, d)$ в неотожженном (a, b) и отожженном до 630 К (c, d) состояниях. В скобках указана толщина в нанометрах.

элемент (2) в виде одно- или многослойной пленки и медные контактные площадки (3) с заранее нанесенным для лучшей адгезии подслоем хрома (4), к которым присоединяются серебрянные прижимные контакты. Резиновые уплотнители (5) используются для лучшей фиксации прижимных контактов на поверхности контактных площадок.

Нанесение чувствительного элемента на поверхность мембраны и контактных площадок прповодилось методом термического (Cu, Cr) и электронно-лучевого (Fe) испарения в вакуумной установке ВУП-5М (давление газов остаточной атмосферы ~ 10^{-4} Pa) со скоростью $\omega = 2-2.5$ (Cu), 0.2-0.8 (Cr), 2-3 nm/s (Fe) и температурой подложки $T_n = 300$ К (измерялась с помощью хромель-алюмелевой термопары и вольтметра UT-70B). Толщина контролировалась методом кварцевого резонатора, который обеспечивает точность 10%, и методом интерферометрии (прибор МИИ-4). Измерение электрического сопротивления совершалось с помощью цифрового вольтметра APPA-109 с погрешностью $\pm 0.06\%$.

Исследование фазового состава проводилось рентгенографическим методом при использовании прибора X'Pert PRO, диффузионных процессов — методом вторично-ионной масс-спектрометрии. Шероховатость поверхности и интерфейсов пленочных чувствительных элементов определялась методом малоугловой дифракции рентгеновских лучей [12] с помощью программного обеспечения X-Pert Reflectivity.

Результаты экспериментальных исследований

Принцип работы предложенного нами датчика давления базируется на тензорезистивных свойствах чувствительного элемента (см., рис. 1, *b*): при изменении давления в рабочем объеме по отношению к внешнему атмосферному давлению происходит деформация чувствительного элемента датчика, вследствие чего возникают механические напряжения, которые приводят к изменению электрического сопротивления. Таким образом, материалы, которые используются при изготовлении чувствительных элементов датчиков давления, должны иметь высокое значение коэффициента тензочувствительности (КТ) и стабильность характеристик в рабочем диапазоне значений давления и температуры.

Наиболее простым вариантом может быть изготовление чувствительного элемента датчика давления на основе пленки Cr, поскольку она имеет хорошую адгезию к материалу мембраны. Однако, как показали результаты работы [13], образцы Cr имеют КТ \cong 40 только



Рис. 3. Примеры диффузионных профилей относительной концентрации для пленочных систем Cu(80)/Cr(40)/П (*a*) и Fe(40)/Cr(40)/П (*b*) в неотожженном состоянии. Данные для системы Fe(40)/Cr(40)/П взяты из работы [15].

в диапазоне пластических деформаций ($\varepsilon_1 = 10\%$), и поэтому хром не может быть использован как материал для датчика, так как его стабильная работа достигается только в области упругой деформации.

Одним из возможных вариантов увеличения КТ может быть переход от одно- к многослойным системам за счет возникновения дополнительного механизма рассеивания носителей электрического тока — границы раздела между шарами. В связи с этим чувствительный элемент датчика давления был создан на основе дву- и многослойных пленочных систем Cu/Cr и Fe/Cr. Нижним шаром была выбрана пленка Cr с высокой адгезией к мембране, на которую наносился слой Cu или Fe.

Выбор пленочных систем был сделан на основании следующих рассуждений. Согласно диаграммам состояния [14], результатам изучения фазового состояния (рис. 2) и диффузионных процессов (рис. 3), система Cu/Cr сохраняет индивидуальность отдельных слоев и имеет стабильный фазовый состав ГЦК-Cu + OЦК-Cr с параметрами решетки $\bar{a} = 0.360-0.361$ nm (Cu) и $\bar{a} = 0.288-0.289$ nm (Cr) соответственно при относительно высоких температурах, а в системе Fe/Cr уже на стадии конденсации происходит образование твердого

раствора (Fe, Cr), который сохраняется при термоотжиге до 630 K и имеет ОЦК-решетку с параметром $\bar{a} = 0.289 \pm 0.001$ nm.

Кроме того, в работе [16] было установлено, что для системы Cu/Cr значение коэффициента $\gamma_l = 2-4$ (общая толщина образца d = 30 nm) увеличивается до $\gamma_l = 22-28$ (общая толщина образца d = 60 nm) и при постоянной толщине слоя Cu, и при увеличении толщины слоя Cr. Для системы Fe/Cr характерна величина $\gamma_l = 15-20$ [17]. Таким образом, системы Cu/Cr и Fe/Cr перспективны при создании чувствительных элементов не только тензодатчиков, но и датчиков давления.

На рис. 4 представлены типичные рабочие характеристики предложенного датчика давления. Как видно из рисунка, зависимость имеет два участка, на первом из них характеристики имеют линейный характер, причем при увеличении Δp относительное изменение сопротивления $\Delta R/R$ также возрастает, что полностью согласовывается с понятием о тензоэффекте, а на втором — наблюдается немонотонное изменение сопротивления при изменении давления. Линейный участок соответствует диапазону значений давления в вакуумной камере p = 20 - 40 Pa, поэтому данный датчик можно использовать для измерения форвакуума в вакуумных установках различных типов. Причина резкого увеличения сопротивления на втором участке связана с изменением скорости откачки газов из рабочей камеры при переключении режима работы установки с форвакуума на высокий вакуум.

На основе представленных рабочих характеристик проводился расчет величины барического коэффициента сопротивления $\beta_p = R^{-1}dR/dp$. Значение β_p для системы Cu/Cr изменяется в пределах от $1.5 \cdot 10^{-3}$ до $0.12 \cdot 10^{-3}$ Pa⁻¹ в интервале значений толщин d = 50-120 nm; для системы Fe/Cr — от $0.5 \cdot 10^{-3}$ до $0.35 \cdot 10^{-3}$ Pa⁻¹ в интервале d = 40-80 nm.

Полученные нами рабочие характеристики не позволяют прямо измерять давление в процессе работы прибора, однако, воспользовавшись определением барического коэффициента сопротивления и выполнив несложные математические преобразования, можно получить зависимость сопротивления чувствительного элемента от давления в вакуумной камере: $R(p) = R(p_0)e^{\beta_p p}$, где $R(p_0)$ — сопротивление при атмосферном давлении. Атмосферное давление измерялось с помощью стандартного барометра.

Стабильность работы любого сенсора, в том числе и датчика давления, чувствительным элементом которого выступает многослойная пленочная система, определяется качеством границ раздела между шарами, анализ которой проводился с учетом рекомендаций [18].

На рис. 5 представлены примеры рентгеновских рефлектометрических зависимостей для пленочных систем $[Cr(30)/Cu(30)]_2/SiO_2$ (*a*) и $[Fe(10)/Cr(10)]_2/Si$ (*b*), а также результаты расчетов толщины отдельных слоев и шероховатости (σ) интерфейсов (см. таблицу).



Рис. 4. Рабочие характеристики датчика давления на основе пленочных систем $[Cu(20)/Cr(20)]_2/\Pi$ (*a*), $[Cu(10)/Cr(15)]_2/\Pi$ (*b*), $[Fe(15)/Cr(15)]_2/\Pi$ (*c*), $[Fe(10)/Cr(10)]_2/\Pi$ (*d*), где $\Delta p = p_{at} - p_0$.



Рис. 5. Рентгеновские рефлектометрические зависимости для пленочных систем $[Cr(30)/Cu(30)]_2/SiO_2(a)$ и $[Fe(10)/Cr(10)]_2/Si(b)$, где γ — угол (1 — эксперимент, 2 — численное моделирование).

Как видно из рис. 5, *a*, для системы Cu/Cr при комнатной температуре величина σ лежит в пределах от 1.07 до 1.53 nm. Эти данные согласуются с результатами, полученными в работах [18,19] для систем с ограниченной взаимной растворимостью Fe/Nb/Fe [19] и Ag/Co [18] ($\sigma = 0.9-1.2$ nm при $T_a \leq 270$ K и 1.5–4.5 nm — при $T_a = 270-530$ K) и подтверждают вывод о том, что шероховатость интерфейсов таких систем доволь-

но высокая. Это может привести к снижению стабильности работы чувствительных элементов датчиков, изготовленных на их основе. Полученные для системы Fe/Cr (рис. 5, b) значения шероховатости интерфейсов $\sigma = 0.35 - 1.18$ nm согласуются с результатами работы [20] для систем Fe/Cr ($\sigma \approx 0.2$ nm), Cr/Fe ($\sigma \approx 0.8$ nm) и работы [19] для систем Fe/V/Fe ($\sigma \approx 0.3$ nm). Таким образом, в системе на основе Fe

$[Cr(30)/Cu(30)]_2/SiO_2$			[Fe(6)/Cr(7)] ₃ /Si		
Слой	d, nm	σ , nm	Слой	d, nm	σ , nm
Подложка SiO ₂	_	1.10	Подложка Si	_	1.79
Cu	30.2	1.07	Cr	10.7	0.94
Cr	30.0	3.83	Fe	9.9	0.35
Cu	30.2	1.03	Cr	10.2	1.18
Cr	31.2	1.90	Fe	10.1	0.44

и Cr, в которой по всему объему образуется твердый раствор (Fe, Cr), можно получить более низкую шероховатость интерфейсов, по сравнению с системой Cu/Cr, в которой сохраняется индивидуальность отдельных слоев.

Выводы

Проведенные исследования позволяют сделать вывод о возможности использования пленочных систем Cu/Cr и Fe/Cr как чувствительных элементов датчика давления, поскольку эти системы имеют стабильный фазовый состав, который соответствует ГЦК-Cu + OЦК-Cr или твердому раствору (Fe, Cr) соответственно в относительно широком температурном интервале.

Анализ диффузионных процессов и шероховатости границ раздела между слоями показал, что более низкую шероховатость интерфейсов можно получить в системе Fe/Cr ($\sigma = 0.35 - 1.18$ nm).

Список литературы

- Кагадей В.А., Нефедцев Е.В., Проскуровский В.И. и др. // Письма в ЖТФ. 2003. Т. 29. Вып. 21. С. 40–47.
- [2] Treutler C.P.O. // Sens. Actuators A. 2001. Vol. 91. P. 2-6.
- [3] Кириченко Д.Е., Паволоцкий А.Б., Прохорова И.Г. и др. // ЖТФ. 1999. Т. 69. Вып. 7. С. 112.
- [4] Belavic D., Hrovat M., Pavlin M. // J. Europ. Cer. Soc. 2001.
 Vol. 21. N 10–11. P. 1989–1992.
- [5] Chugn G.-S. // Sens. Actuat. A. 2007. Vol. 135. P. 355–359.
- [6] Amor Ben A., Budde T., Gatzen H.H. // Sens. Actuat. A. 2006.
 Vol. 126. P. 41–44.
- [7] Kai Wah Yeung, Chung Wo Ong // Sens. Actuat. A. 2007.
 Vol. 137. P. 1–5.
- [8] Schulter G., Schmitt M., Goettel D. et al. // Sens. Actuat. A. 2006. Vol. 126. P. 287–291.
- [9] Chang S.-P., Allen M.G. // Sens. Actuat. A. 2004. Vol. 116.
 P. 195–204.
- [10] Shirinov A.V., Schomburg W.K. // Sens. Actuat. A. 2008.
 Vol. 142. P. 48–55.
- [11] Teng Lin, Yang Bang Chao, Du Xiao Song et al. // Sens. Actuat. A. 2005. Vol. 118. P. 222–225.
- [12] Holly V, Pietsh V, Baumbach T. Hihg-Resolution X-ray scattering from thin films and multilayers. Heidenberg: HPC, 1999. 149 p.
- [13] Zabila E.O., Protsenko I.Yu. // Ukr. J. Phys. Vol. 50. N 7. P. 727–736.

- [14] Диаграммы состояния двойных металлических систем. Т. 2 / Под ред. Н.П. Лякишева. М.: Машиностроение, 1996. 1022 с.
- [15] Бибык В.В., Однодворец Л.В., Шпетный И.А. // Вестн. СумГУ. Сер.: "Физика, математика, механика". 2006. № 9(93). С. 91–95.
- [16] Великодный Д.В., Гричановская Т.М., Однодворец Л.В. и др. // Вестн. СумГУ. Сер.: "Физика, математика, механика". 2007. № 1. С. 5–51.
- [17] Великодный Д.В., Проценко С.И., Проценко И.Е. // ФИП. 2008. Т. 6. № 1–2. С. 37–42.
- [18] Kundu S. // Nucl. Instr. Meth. Phys. Rev. B. 2006. Vol. 242. P. 542–545.
- [19] Гарифуллин И.А., Гарифьянов Н.Н., Салихов Р.И. // Изв. РАН. Сер. физ. 2007. Т. 71. № 2. С. 280–282.
- [20] Marszalek M., Tokman V., Protsenko S. et al. // Vacuum. 2008. N 10. P. 1051–1056.