

## تهیه لایه های نازک $Ni_x Fe_{100-x}$ به روش تبخیر حرارتی در خلأ و محاسبه مقاومت ویژه و TCR

احسانی محمد حسین<sup>۱</sup>، رضا قلی پور دیزجی حمید<sup>۱</sup>، پرویز کاملی<sup>۲</sup>

۱- آزمایشگاه لایه نازک، گروه فیزیک، دانشگاه سمنان

۲- آزمایشگاه تحقیقاتی گروه فیزیک دانشکده فیزیک دانشگاه صنعتی اصفهان

### چکیده

لایه های نازک آلایزهای  $Ni_x Fe_{100-x}$  با  $x=60$  و  $80$  روی بستر شیشه با ضخامت حدود  $50-100$  نانومتر به روش تبخیر حرارتی در خلأ تهیه گردید. لایه ها توسط آزمایشهای  $SEM$ ،  $XRD$  و  $EDAX$  مورد مطالعه قرار گرفتند. با استفاده از اندازه گیری الکتریکی، مقادیر مربوط به مقاومت ویژه و  $TCR$  نمونه ها محاسبه و مقادیر مربوطه با نمونه های دیگر ساخته شده از روشهای دیگر مقایسه شد.

### Fabrication of $Ni_x Fe_{100-x}$ thin films by thermal evaporation method in vacuum and specific resistivity and TCR calculations of the specimen

Ehsani, Mohammad Hosein<sup>1</sup>; Rezagholipour Dizji<sup>1</sup>, Hamid; kameli parviz<sup>2</sup>

1- Thin Film Lab., Physics Department, Semnan University

2- Department of physics, Isfahan University of Technology, Isfahan

### Abstract

The  $Ni_x Fe_{100-x}$  ( $x=60$  and  $80$ ) thin films with the thickness about  $50-100$  nanometer were fabricated by thermal evaporation technique. The layers were studied by  $XRD$ ,  $SEM$  and  $EDAX$ . Using electrical measurement, the specific resistivity and  $TCR$  of the specimen were calculated and were compared with the result of those made by other methods.

### مقدمه

علاوه بر روش تبخیر حرارتی، روشهای مختلف دیگری هم برای

ساخت اینگونه لایه ها وجود دارد از قبیل:

Sputtering, electrodeposition, electron beam, MBE, Rf magnetron, Dc magnetron, ...

روشی که در این تحقیق مورد توجه قرار گرفت، تبخیر حرارتی مقاومتی می باشد. خواص مغناطیسی لایه های مغناطیسی مورد توجه افراد مختلفی قرار گرفته است اما به خواص الکتریکی کمتر توجه شده است. در این تحقیق ضمن ساخت این لایه ها و توجه به پارامترهایی که در کیفیت لایه ها تاثیر دارند، مقاومت ویژه و  $TCR$  لایه ها مورد توجه قرار گرفته است.

لایه های  $NiFe$  به صورت گسترده در صنعت مورد استفاده قرار گرفته است و افراد زیادی در حال تحقیق روی اینگونه لایه ها هستند. علت آن کاربرد وسیع آنها در فناوری جدید از قبیل هد های مغناطیسی، حسگرها، القاگرهای لایه نازک مغناطیسی هستند [۱]. وجود  $Ni$  در ترکیب، علاوه بر خواص مغناطیسی باعث افزایش مقاومت در مقابل خوردگی می شود از طرف دیگر وجود  $Fe$  نیز باعث افزایش مقاومت و گشتاور مغناطیسی می گردد.

## آزمایش

آماده سازی مواد اولیه: مواد اولیه Fe و Ni با درصد خلوص ۹۹/۹۹٪ به شکل پودری با مارک مرک مورد استفاده قرار گرفت. برای تهیه لایه های با کیفیت مطلوب طبق ترکیبات مورد نظر، پودرهای Fe و Ni با دانه بندی تقریباً یکسان با یکدیگر مخلوط گردیدند.

آماده سازی بستر: بسترها از جنس شیشه مات و ساده به ابعاد  $1\text{cm} \times 1\text{cm}$  در نظر گرفته شد که جهت رفع هرگونه آلودگی به مدت ۴۸ ساعت در محلول اسید نیتریک ۳ درصد رقیق شده با الکل قرار داده شدند [۲]. سپس با دقت با گاز نیتروژن خشک شده و در محل مناسب در محفظه خلاء جهت لایه نشانی قرار داده شد. تمیز نمودن نهایی بستر با استفاده از تابش اشعه ماورای بنفش (UV) در داخل محفظه خلاء درست قبل از عمل لایه نشانی صورت گرفت [۳].

لایه نشانی: تبخیر حرارتی با استفاده از دستگاه لایه نشانی در خلاء Hindhivac مدل 15F6 ساخت هندوستان انجام پذیرفت. فشار محفظه خلاء دستگاه لایه نشانی تا  $10^{-6} \times 5$  میلی بار پایین آورده شد.

به کمک یک سیستم بسته گردش آب سرد مجهز به یخچال و پمپ، آب سرد لوله های آبگرد پمپ دیفیوژن تامین شد که سبب گردید تا دسترسی به این فشار در کوتاهترین زمان ممکن صورت گیرد. برای تبخیر مواد از بوته تنگستنی با شکل قایق استفاده گردید.

دمای بستر در محدوده ۱۰۰ تا ۱۵۰ درجه سانتی گراد تنظیم گردید که منجر به چسبندگی بهتر لایه ها شد [۴].

چون نیکل و آهن دارای فشاربخار نزدیک به هم هستند، لذا تبخیر حرارتی هر دو تقریباً به صورت همزمان انجام می شود اما وجود اختلاف جزئی در فشار بخار سبب می گردد تا دستیابی دقیق به ترکیب لایه مورد نظر امکان پذیر نباشد [۴].

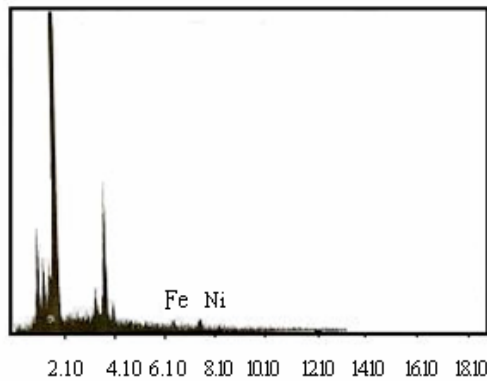
بررسی چسبندگی لایه به بستر: بررسی چسبندگی لایه های تهیه شده نشان می دهد که بستر مات برای تهیه اینگونه لایه ها مناسبتر است. عملیات حرارتی<sup>۲</sup>: پس از عمل لایه نشانی، لایه هابه مدت یک ساعت تحت عملیات حرارتی در دمای ۴۵۰ درجه سانتی گراد در فشاری حدود  $10^{-4}$  میلی بار قرار گرفتند.

## اندازه گیریها

به کمک روشهای آنالیز EDAX و XRD بررسی های ساختاری و سپس به کمک روش چهار میله ای<sup>۳</sup> اندازه گیری الکتریکی بر روی نمونه ها انجام پذیرفت.

## نتایج و بحث

آزمایش EDAX: به منظور تعیین درصد نسبی عناصر در لایه های ساخته شده، نمونه ها تحت آزمایش EDAX قرار گرفتند که نتیجه آزمایشها در جدول ۱ آورده شده است. با توجه به نتایج ملاحظه می شود که انحراف از مشخصه آلیاژ مورد نظر برای نمونه  $\text{Ni}_{18}\text{Fe}_{7}$  نسبت به نمونه دیگر چشمگیرتر است. علت را می توان به اختلاف فشار بخار Fe و Ni نسبت داد. انحراف از نسبت مورد نظر با افزایش Fe در نمونه کمتر می شود [۵].



شکل ۱: نتایج EDAX نمونه  $\text{Ni}_{18}\text{Fe}_{7}$

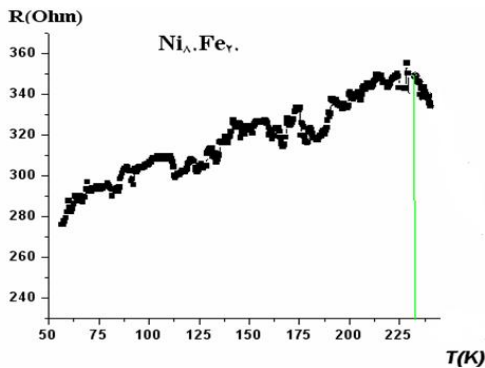
جدول ۱: نتایج آزمون EDAX

نمونه	Ni	Fe
$\text{Ni}_{18}\text{Fe}_{7}$	٪۶۹/۹۱	٪۳۰/۰۹
$\text{Ni}_{16}\text{Fe}_{7}$	٪۵۶/۱۶	٪۴۳/۸۴

آزمون XRD: نمونه ها با استفاده از دستگاه BRUKER مدل

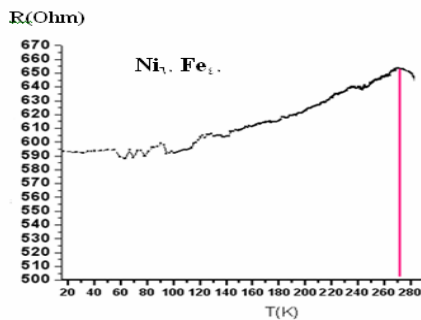
- در بازه ی دمایی ۶۰ تا ۲۱۰ کلوین مقاومت هر دو نمونه تغییر محسوسی از خود نشان نداده و ثبات مقاومتی نسبتاً خوبی مشاهده می شود.

- مقاومت نمونه  $Ni_{0.8}Fe_{0.2}$  با افزایش نسبت آهن در ترکیب، همانگونه که انتظار می رود، افزایش می یابد (مقاومت ویژه آهن و نیکل به



ترتیب ۹،۶۱ و ۶،۹۳ میکرو اهم متر می باشد).

شکل ۴: نمودار تغییرات مقاومت بر حسب دمای نمونه  $Ni_{0.8}Fe_{0.2}$



شکل ۵: نمودار تغییرات مقاومت بر حسب دمای نمونه  $Ni_{0.6}Fe_{0.4}$

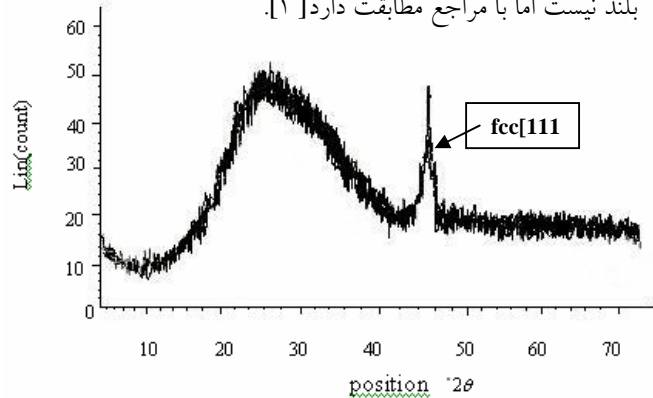
در شکل ۴ مشاهده می شود که تا دمای ۲۳۰ کلوین تغییرات تدریجی داریم و در این دما مقاومت نمونه دچار افت ناگهانی می شود. همین پدیده در مورد نمونه  $Ni_{0.6}Fe_{0.4}$  در دمای ۲۷۰ درجه در شکل ۵ مشاهده می شود.

مقاومت ویژه لایه های نازک توسط رابطه  $\rho = \frac{\pi}{\ln 2} R d$  بدست می آید که در آن  $R$  مقاومت اهمی بر حسب  $\Omega$  و  $d$  ضخامت لایه بر حسب  $m$  می باشد.

ضخامت هر دو نمونه حدود ۶۵ نانومتر بود که با استفاده از نوسانگر کوارتز که روی دستگاه تعبیه شده است اندازه گیری شد.

D8-ADVANCE با چشمه  $CuK_{\alpha}$  تحت آزمون XRD قرار گرفتند.

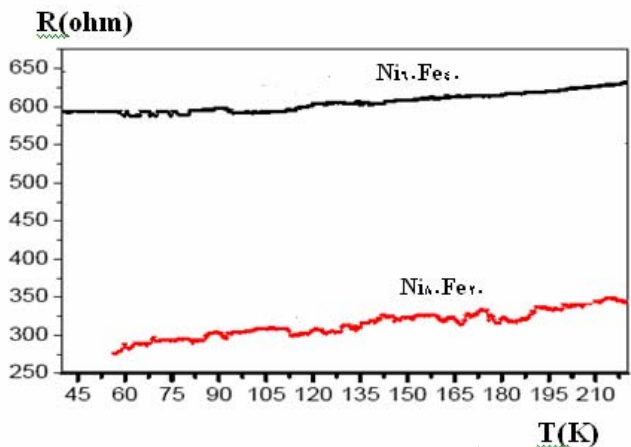
شکل ۲ پراش اشعه ایکس مربوط به لایه  $Ni_{0.8}Fe_{0.2}$  را در بازه ۰ تا ۷۰ درجه نشان می دهد. ناحیه ابتدایی طیف که رفتار آمورف از خود نشان داده، مربوط به زیر لایه شیشه می باشد. این نمونه قلّه ای در حدود زاویه  $\theta = 44/5$  درجه دارد که خیلی بلند نیست اما با مراجع مطابقت دارد [۱].



شکل ۲: نمودار پراش اشعه X نمونه  $Ni_{0.8}Fe_{0.2}$

اندازه گیری مقاومت ویژه لایه ها:

مقاومت نمونه ها با استفاده از روش چهارمیله ای در دمای زیردمای محیط اندازه گیری شد. دقت اندازه گیری دستگاه برای دما ۰/۱ کلوین و برای مقاومت ۰/۰۰۱ اهم می باشد. نمودارها با استفاده از نرم افزار origin ترسیم شده است.



شکل ۳: مقایسه مقاومت دو نمونه

با توجه به نمودار شکل ۳ مشاهده می شود که:

با مشاهده شکل ۷ و ۶ دیده می شود که عدد TCR این دو نمونه کمتر از  $0.02 \Omega / K$  می باشد که البته این عدد در مقایسه با عدد TCR نمونه های باثبات مقاومتی، عددی بزرگی است. (عدد TCR  $Ni_{80}Cr_{20}$  در حدود  $10^{-9} \Omega / K$  می باشد) [۶].

از مقایسه دو نمودار دیده می شود که با افزایش Fe، نوسانات مقاومتی نیز بیشتر می شود.

### نتیجه گیری

آزمایش EDAX نشان می دهد که نمونه های تهیه شده به ترکیب مورد نظر نزدیک می باشند، همچنین نشان داده شد که وجود آهن بیشتر در NiFe سبب افزایش مقاومت می شود. بررسی چسبندگی نشان می دهد که شیشه مات برای بستر مناسبتر است.

مقاومت ویژه لایه های نازک اختلاف زیادی با نمونه های توده ای دارد. که می توان آن را مربوط به روش لایه نشانی و عملیات حرارتی دانست. اندازه گیری های TCR حکایت از ثبات مقاومتی نسبتاً خوبی در بعضی از محدوده ی دمایی دارد. اما نمی توان این لایه ها را جزء مواد با ثبات مقاومتی نامید.

واژه نامه

۱ ضرب حرارتی مقاومت: TCR (Temperature Coefficient of Resistance)  
 ۲ عملیات حرارتی: Annealing  
 ۳ چهار میله ای: Four-Point Probe

### مرجع ها

- [۱] X.Chen, H. Qiu, F.Wang, L.Pan and Y.Tian, *Vacuum* ۷۹( ۲۰۰۵) ۱۳۴-۱۳۹
- [۲] X.Chen, H. Qiu, F.Wang, L.Pan and Y.Tian, *Vacuum* ۷۸( ۲۰۰۴) ۲۱۷-۲۲۳
- [۳] C.Y.Li ,J.G.Duh , *Applied Surface Science*, ۲۴۴ (۲۰۰۵) ۴۷۷-۴۸۰
- [۴] Y.Xiaolin and R.Chengli , *Materials Letters* ۶۱(۲۰۰۷) ۹۰۸-۹۱۱
- [۵] Milton Ohring , "The Materials Science of thin film" , Academic Press Limited, London, 1992
- [۶] I.H.Kazi ,P.M.Wild, T.N.Moore, M.Sayer, *Thin Solid Films* ۴۳۳ (۲۰۰۳) ۲۳۷-۲۴۳

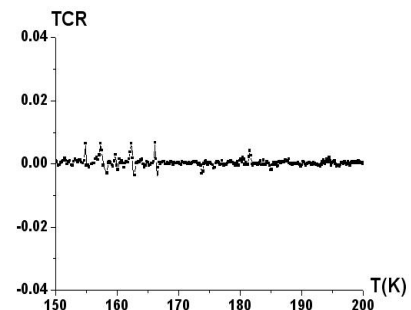
مقدار مقاومت ویژه لایه نازک  $Ni_{80}Fe_{20}$  و  $Ni_{80}Fe_{20}$  در دمای ۲۲۰ کلوین به ترتیب حدود  $148/6 \mu\Omega m$  و  $182 \mu\Omega m$  و بدست آمد. مقاومت ویژه توده نمونه های فوق  $\rho_{bulk} = 19/95 \mu\Omega cm$  می باشد [۱].

افراد زیادی تلاش می کنند تا بتوانند نمونه های لایه های نازک مغناطیسی فوق را با خواص الکتریکی و مغناطیسی نزدیک به توده های بزرگ درست کنند. برای این منظور مطالعه بر روی تاثیر عوامل مهمی نظیر عملیات حرارتی و ضخامت بهینه لایه نازک بیشتر مورد توجه می باشد [۱].

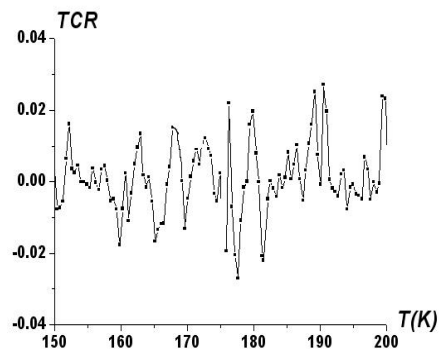
سنجش پارامتر تغییرات مقاومت در اثر تغییر دما با استفاده از شاخص TCR انجام می پذیرد که به صورت زیر تعریف می شود:

$$TCR = \frac{1}{R} \frac{dR}{dT} \quad (۱)$$

پایین بودن این پارامتر در لایه ها مهم می باشد و دانستن محدوده دمایی که در آن این پارامتر پایین است نیز حائز اهمیت می باشد.



شکل ۶: نمودار TCR نمونه  $Ni_{80}Fe_{20}$



شکل ۷: نمودار TCR نمونه  $Ni_{80}Fe_{20}$