

Spektroskopie s přechodovou mřížkou tenkých vrstev NiTi

Zuzana Soudná¹

¹ Katedra inženýrství pevných látek, Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská, České vysoké učení technické v Praze

Abstrakt

NiTi je slitina s tvarovou pamětí využívaná v mnoha aplikacích díky své tepelné stabilitě, odolnosti vůči korozi a biokompatibilitě. V této práci je zkoumáno šíření povrchových vln v tenkých epitaxních vrstvách NiTi pomocí spektroskopie s přechodovou mřížkou (TGS). Je ukázáno, že tloušťka tenké vrstvy limituje množství pozorovatelných vlnových módů za dané akustické vlnové délky a ovlivňuje počet frekvenčních měření nutných pro charakterizaci materiálu, např. určení elasticity vrstvy.

Klíčová slova: spektroskopie s přechodovou mřížkou; povrchové vlny; tenké vrstvy NiTi

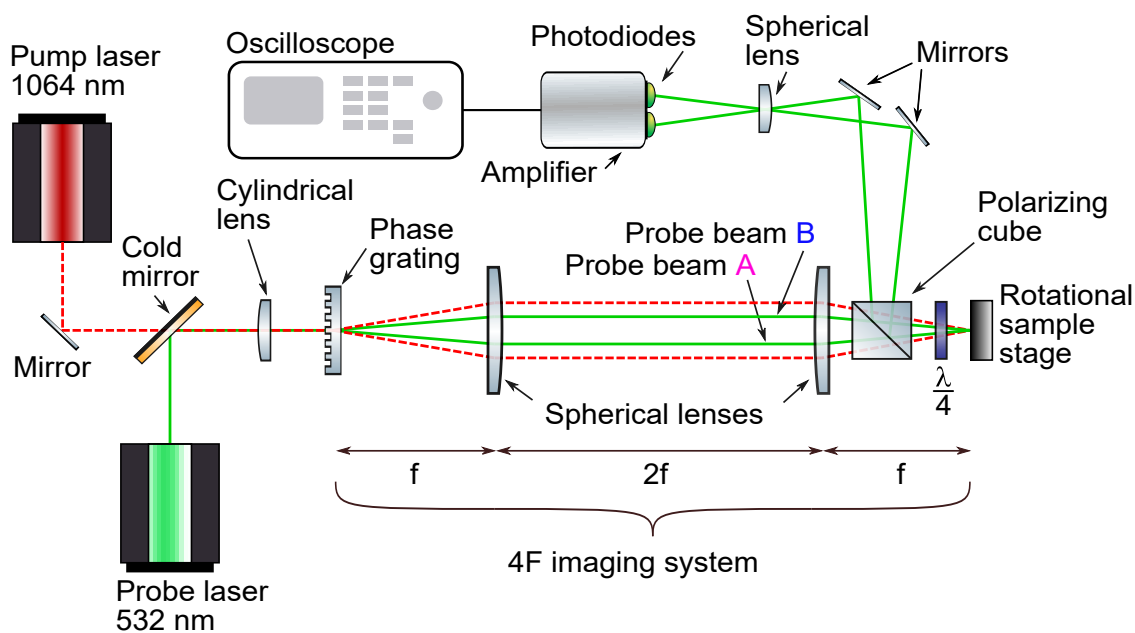
Úvod

Slitina NiTi byla od pozorování jevu tvarové paměti (Shape Memory Effect, SME) v roce 1963 [1] intenzivně zkoumána včetně mikrostruktury během SME [2], mechanismu SME [3, 4] a teplotní závislosti deformace [5, 6]. Nicméně relativně pomalý přenos tepla v objemu NiTi a vzestup mikroelektromechanických systémů (MicroElectroMechanical Systems, MEMS) [7] si vyžádaly posun k tenkým vrstvám s kýženými vlastnostmi jako schopnost obnovy velkého transformačního napětí a deformace po zahřátí [8, 9, 10]. Od 90. let se za účelem výroby tenkých NiTi vrstev kvůli nežádoucím mikrodefektům optimalizovala depozice naprašováním [11]. V tomto článku jsou zkoumány vzorky tenkých vrstev NiTi připravené preciznější epitaxí. Jejich elastické vlastnosti byly zkoumány spektroskopii s přechodovou mřížkou, která je k charakterizaci tenkých vrstev s tvarovou pamětí vhodná [12].

Teorie

Spektroskopie s přechodovou mřížkou (Transient Grating Spectroscopy, TGS) je laserově-ultrazvuková metoda k bezkontaktní in situ charakterizaci fázových transformací v pevných látkách. Schéma této metody, detailně popsané v následujícím odstavci, je zobrazené na Obrázku 1.

Paprsky dvou laserů, budicího (1064 nm) a detekčního (532 nm), projdou difrakční mřížkou a následně pouze paprsky prvního řádu projdou zobrazovacím systémem. Interferenční obrazec vzniklý opětovným překryvem paprsků budicího laseru na povrchu ozařovaného vzorku má periodicitu rovnu polovině difrakční konstanty použité difrakční mřížky a je složen z jednotlivých čárových termoelastických zdrojů povrchových vln. Tyto excitované povrchové vlny šířící se v opačných směrech kolmých na linie zdroje superponují do řady stojatých vln s dominantními vlnovými délkami shodnými s periodicitou interferenčního obrazce. Tato časově proměnná řada stojatých vln se označuje jako přechodová mřížka. Paprsky detekčního laseru na této mřížce difraktují a zároveň se odráží od povrchu



Obrázek 1: Schéma spektroskopie s přechodovou mřížkou; převzato z [13].

Tabulka 1: Vzorky.

tenká vrstva	tloušťka tenké vrstvy (μm)	substrát
NiTi3100	3100 ± 50	MgO
NiTi1700	1680 ± 30	MgO

vzorku tak, že směr odrazu prvního detekčního paprsku je shodný se směrem difrakce druhého detekčního paprsku. Difraktovaný detekční paprsek nese informaci o frekvenci vybuzených stojatých vln přechodové mřížky ve formě změn intenzity, odražený detekční paprsek slouží jako referenční pro následnou diferenciální heterodynní detekci. Takto detekovaný signál, úměrný okamžité výchylce mimo rovinu měřeného vzorku, je zaznamenán osciloskopem.

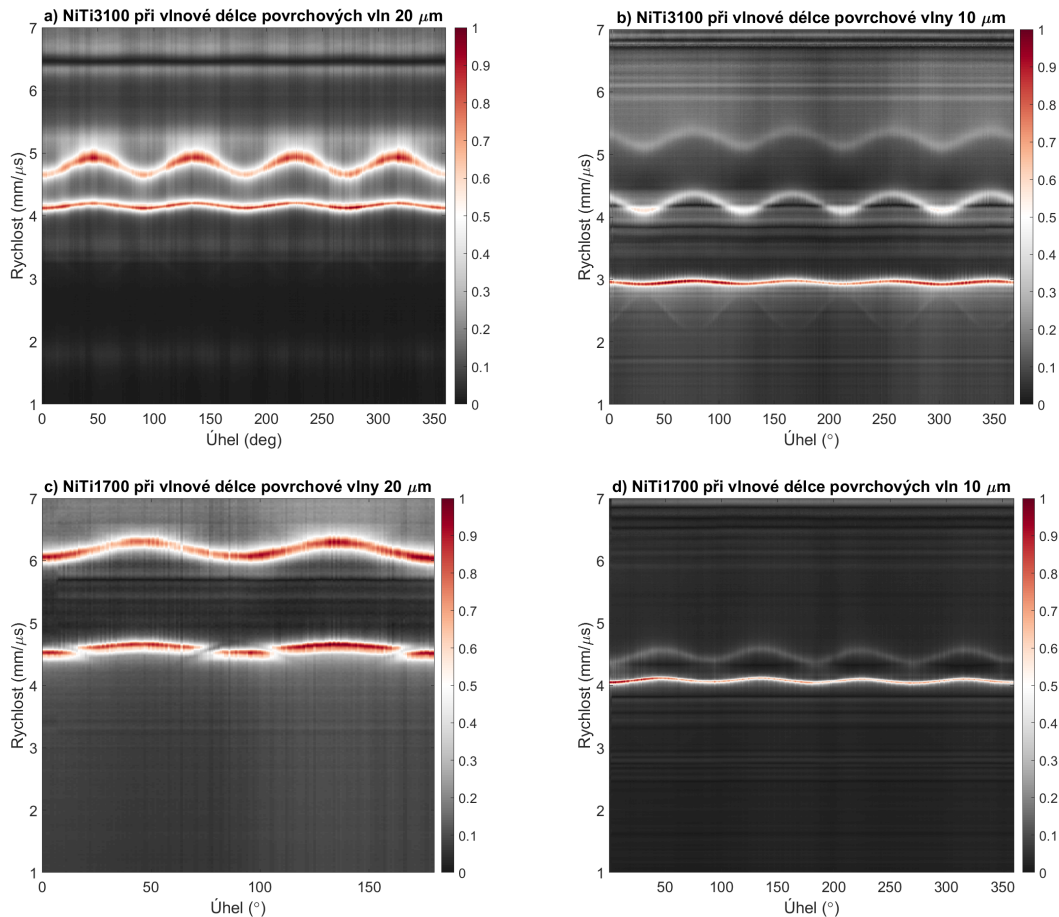
Finální signál pro každý měřený směr přejde Fourierovou transformací ve frekvenční spektrum jehož dominantní frekvence je frekvencí povrchové vlny. Přenásobením frekvence vlny f její vlnovou délkou λ je určena rychlost dané povrchové vlny v :

$$v = \lambda f. \quad (1)$$

Výsledky a diskuze

Vzorky dvou epitaxních tenkých vrstev NiTi narostlých na substrátech MgO, viz Tabulka 1, byly získány z pracoviště Helmholtz-Zentrum Dresden-Rossendorf (HZDR).

Obě vrstvy byly měřeny za pokojové teploty ve fázi martenzitu spektroskopii s přechodovou mřížkou pro difrakční mřížky s mřížkovými konstantami $40 \mu\text{m}$ a $20 \mu\text{m}$, které odpovídají



Obrázek 2: Rychlosti povrchových vln v tenkých vrstvách NiTi při různých vlnových délkách.

vlnovým délkám povrchových vln $20\ \mu\text{m}$ a $10\ \mu\text{m}$. Odpovídající rychlostní mapy získané dle vztahu (1) jsou zobrazeny na Obrázku 2. Jelikož TGS měří především výchylky mimo rovinu vzorku, nejvíce intenzivní signály jsou pro vlny Rayleigho typu, zatímco u méně intenzivních vln převládá jiná složka posunu; konkrétní typ je možné analyzovat např. s využitím Ritzovy-Rayleigho numerické metody [14].

Na vrstvě NiTi3100 je jasně patrné, že tloušťka vrstvy je dostatečná pro to, aby pro nižší vlnové délky stojatých povrchových vln, $10\ \mu\text{m}$, prokmitlo tenkou vrstvou více módů, na rozdíl od vlnové délky $20\ \mu\text{m}$. Zatímco tedy pro $20\ \mu\text{m}$ pozorujeme dva vlnové módy, pro $10\ \mu\text{m}$ pozorujeme dokonce čtyři.

Pro tenčí vrstvu NiTi1700 jsou pro $10\ \mu\text{m}$ i $20\ \mu\text{m}$ pozorovány dva vlnové módy. V případě $20\ \mu\text{m}$ je na grafu rychlosti vln vidět u vlnového módu s nižší rychlostí přerušování indikující průnik povrchové vlny Rayleigho typu a pseudo-Rayleigho vlny, která je ovšem s ohledem na charakter výchylek v rovině vzorku pomocí TGS v podstatě nezachytitelná. Zároveň je patrné, že vrstva je příliš tenká na to, aby se v ní při použití nižší periodicity $10\ \mu\text{m}$ mohly rozvinout vyšší módy.

Závěr

Byly měřeny dvě tenké vrstvy NiTi o různých tloušťkách. Bylo ukázáno, že v případě 3 μm vrstvy lze při měření s vlnovou délkou 10 μm získat informaci o úhlové disperzi několika vlnových módů. Díky tomu lze z jedné rychlostní mapy této úhlové disperze určit elasticitu pomocí Ritzovy-Rayleighovy metody. V případě tenčích vrstev však vlnová délka 10 μm neumožní rozvinutí vyšších módů v materiálu vrstvy. Pomoci si však lze naměřením frekvenční disperze za využití dvou různých difrakčních mřížek, díky čemuž lze získat dodatečnou informaci pro určení elasticity takovýchto tenčích vrstev.

Reference

- [1] Buehler, W.; Gilfrich, J.; Wiley, R. Effect of Low-Temperature Phase Changes on the Mechanical Properties of Alloys near Composition TiNi. *Journal of Applied Physics* **1963**, *34* (5), 1475–1477. doi:10.1063/1.1729603
- [2] Miyazaki, S.; Ohmi, Y.; Otsuka, K.; Suzuki, Y. Characteristics of deformation and transformation pseudoelasticity in Ti-Ni alloys. *Journal de Physique Colloques* **1982**, *43* (C4), C4-255–C4-260. doi:10.1051/jphyscol:1982434
- [3] Miyazaki, S.; Otsuka, K.; Wayman, C. The shape memory mechanism associated with the martensitic transformation in Ti-Ni alloys—I. Self-accommodation. *Acta Metallurgica* **1989**, *37* (7), 1873–1884. doi:10.1016/0001-6160(89)90072-2
- [4] Miyazaki, S.; Otsuka, K.; Wayman, C. The shape memory mechanism associated with the martensitic transformation in Ti-Ni alloys—II. Variant coalescence and shape recovery. *Acta Metallurgica* **1989**, *37* (7), 1885–1890. doi:10.1016/0001-6160(89)90073-4
- [5] Miyazaki, S.; Otsuka, K. Deformation and transition behavior associated with the R-phase in Ti-Ni alloys. *Metall Mater Trans A* **1986**, *17*, 53–63. doi:10.1007/BF02644442
- [6] Miyazaki, S. Thermal and Stress Cycling Effects and Fatigue Properties of Ni-Ti Alloys. *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys*, 1st ed.; Butterworth-Heinemann Ltd, 1990; pp 394–413.
- [7] Lexcellent, Ch., Shape-memory Alloys Handbook, 1st ed.; Wiley, 2013.
- [8] Miyazaki, S.; Ishida, A. Martensitic transformation and shape memory behavior in sputter-deposited TiNi-base thin films. *Materials Science and Engineering: A* **1999**, *273-275*, 106–133. doi:10.1016/s0921-5093(99)00292-0
- [9] Wolf, R.; Heuer, A. TiNi (Shape Memory) Films on Silicon for MEMS applications. *Journal of Microelectromechanical Systems* **1995**, *4* (4), 206–212. doi:10.1109/84.475547
- [10] Kahn, H.; Huff, M.A. The TiNi shape-memory alloy and its applications for MEMS. *Journal of Micromechanics and Microengineering* **1998**, *8* (3), 213–221. doi:10.1088/0960-1317/8/3/007
- [11] Walker, J.; Gabriel, K.; Mehregany, M. Thin-film processing of TiNi shape memory alloy. *Sensors and Actuators A: Physical* **1990**, *21* (1-3), 243–246. doi:10.1016/0924-4247(90)85047-8
- [12] Grabec, T.; Sedlák, P.; Stoklasová, P.; et al. In situ characterization of local elastic properties of thin shape memory films by surface acoustic waves. *Smart Materials and Structures* **2016**, *25* (12), 127002.

- [13] Stoklasová, P.; Grabec, T.; Zoubková, K.; et al. Laser-Ultrasonic Characterization of Strongly Anisotropic Materials by Transient Grating Spectroscopy. *Experimental Mechanics* **2021**, *61* (4), 663–676. doi:10.1007/s11340-021-00698-6
- [14] Stoklasová, P.; Sedlák, P.; Seiner, H.; Landa, M. Forward and inverse problems for surface acoustic waves in anisotropic media: A Ritz–Rayleigh method based approach. *Ultrasonics* **2015**, *56*, 381–389. <https://doi.org/10.1016/j.ultras.2014.09.004>

Poděkování

Tato práce byla podpořena grantem Studentské grantové soutěže ČVUT
č. SGS22/183/OHK4/3T/14.