Evaluate the Performance of the System Thermal Evaporatingin Vacuum for Metal Type Varian USA

Dr. Alaa A. Abdul- Hameed
Materials Engineering Department,University of Technology/Baghdad.
Email:adr.alaa@yahoo.com
Dr. Saria D. M.Al-Algawi
Materials Engineering Department,University of Technology/Baghdad.

Abstract

Evaporation method was used in order to prepare films of pure gold on substrate of n –Si (111) and studied the influence at different parameters deposition, such as the weight of the material used (gold) , the weight of coating deposited , the effect of each of the temperature annealing , deposition rate , thickness coatings deposited, as well as the study of open porosity.

The results showed an increase in the thickness of coating with the increasing of the weight of the material used and these are different deposition ,sedimentation rates. A decrease in the open porosity with increase temperature annealing. A decrease in the density of the coating deposited with the increase in thickness due to a decrease in the stacking layers deposited.

It was concluded that the efficiency of the deposited equal to 94 % for the system, and that the system can deposition coatings thickness of gold ranges from (0-7.5μm).

Key word: Gold film, evaporation, open porosity, microhardness, adhesion, system efficiency

https://doi.org/10.30684/etj.33.3B.20
2412-0758/University of Technology-Iraq, Baghdad, Iraq
This is an open access article under the CC BY 4.0 license http://creativecommons.org/licenses/by/4.0

تقويم أداء منظومة التبخير الحراري في الفراغ للمعادن نوعVarianالأمريكية

الخلاصة

استخدمت طريقة التبخير من اجل تحضير أغشية من الذهب النقية على قواعد من السليكون (n –Si 111) ودرس تأثير معلمات الترسيب المختلفة مثل وزن المادة المستخدمة (الذهب) ووزن الطلاء المترسب و تأثير كل من درجة حرارة التلدين و معدل الترسيب و سمك الطلاء المترسب , كذلك على دراسة المسامية المفتوحة .

أظهرت النتائج زيادة في سمك الطلاء مع زيادة وزن المادة المستخدمة وتكون هذه الزيادة بمعدلات الترسيب مختلفة, وانخفاض في المسامية المفتوحة و الالتصاقية الميكانيكية بزيادة درجة حرارة التلدين , انخفاض في مسامية الطلاء المترسب مع زيادة السمك بفعل زيادة في تراص الطبقات المترسبة.

تم الاستنتاج إن كفاءة الترسيب تساوي 94% إلى المنظومة وبأنه تستطيع المنظومة ترسيب طلاءات من الذهب لمديات من السمك (0-7.5) µm.

الكلمات المرشدة:اغشية الذهب,التبخير,المسامات المفتوحة,الصلادة الدقيقة,الصلادة,الالتصاقية,كفاءة المنظومة.

المقدمة

تحظى الأغشية الرقيقة اليوم باهتمام كبير لما تقدمه صناعتها من خدمة في مجالات كثيرة حيث استخدمت في تصنيع الكثير من مكونات الأجهزة الإلكترونية الدقيقة microelectronicوالخلايا الشمسية solar cells و الكواشف detector و غيرها من التطبيقات المتقدمة [1], علاوة على تنوع طرائق تحضير الأغشية و الطلاءات من الطرائق التقليدية مثل الطلاء الكهربائي electroplating و التبخيرevaporation , إلى المتقدمة كما في ترسيب البخار الكيميائي المسند المجال الكهربائي electric field assisted chemical vapour deposition [2].

تتطلب العديد من التطبيقات الكهربائية و الالكترونية و المغناطيسية إلى توفير أقطاب كهربائية ذات نوعية جيدة كما في أقطاب معدن الذهب أو الفضة النقية و التي يتم تحضيرها بطريقة التبخير
تحت ضغط واطئ لكونها تضمن أقل احتمالات التلوث و ضمان لحصول الاتصال الكهربائي و الميكانيكي لمادة القطب مع الغشاء الأساس المحضر [3].

بالإضافة إلى استخدام غشاء الذهب كقطب فان لأغشية الذهب تطبيقات متنوع أخرى , فلقد حضر H. Lee وجماعته [4] ثنائيات ضوئية نانوية من Au/TiO_2 بطريقة البلازما وعلاقته بحاجز شوتكي و التيارات الضوئية . و درس D. Gaspar,[5] و جماعته تأثير سمك طبقة جزيئات الذهب و الحجم الحبيبيgrain size لها و وجدوا بان الحجم للحبوب بلغ nm(19-14) و باتجاه طولي موحد.

الباحث P. Barthe و جماعته [6] حضروا أغشية بسمك حوالي nm(100) بطريقة تفاعلات الأكسدة ببين السائل و الغاز على الزجاج و التيتانيوم و بخشونة منخفضة جدا لأجل التطبيقات المتقدمة.أما الباحث H. Lin و جماعته [7] فلقد درس خواص التوصيل الحراري و الكهربائي لأغشية من الذهب بسمك (10 nm)محضرة بالتبخير ومقدار الاستطارة الكهربائية للالكترونات و تأثير الحدود الحبيبية grain boundary على التوصيلية الحرارية و الكهربائية و إجراء مقارنة شاملة .

يتطلب العمل في منظومة التبخير معرفة الكفاءة و السمك المترسب و عمل منحني معايرة خاص بها وحسب نوع المعدن المراد تبخيره[8].

يهدف هذا البحث إلى تقويم أداء منظومة التبخير الحراري للمعادن نوع NRC 117Varianالامريكية لمعدن (الذهب) و تحديد المواصفات و الخواص للأغشية المنتجة و اثر التلدين على الخواص الميكانيكية و التركيبية .

الجانب العملي

تضمن الجانب العملي مرحلتان كما يلي:-

مرحلة تحضير النماذج:

-تهيئة القواعد:- استخدمت قواعد أساس substrates من السليكون بالأبعاد mm (2*10*10) وتم تنظيفها باستخدام محاليل التنظيف ثم غمرها بالماء المقطر و حامض هيدروفلوريك HF (10%)وتجفيفها بالهواء بعد ذلك سجلت أوزان النماذج باستخدام ميزان حساس يقيس لغاية أربع مراتب عشرية قبل عملية الترسيب.

أدخلت قواعد الأساس إلى منظومة التبخير نوع(NRC Varian) في شركة المنصور العامة/ وزارة الصناعة , و الموضحة بالشكل رقم (1) حيث تم تفريغ المنظـومة باستخدام مرحلتي تفريغ ,المرحلة الأولى عن طريق مضخة ميكانيكية دوارة(rotary pump)التي يصل الضغط فيها إلى حدود (10^{-2} Torr) و المرحلة الثانية باستخدام مضخة انتشارية (diffusion pump) والتي يصل فيها الضغط إلى حدود (10^{-6} Torr) ,تم وضع المادة المراد ترسيبها (الذهب النقي) في حويض (boat) من التنكستن داخل المنظومة ويتصل الحويض بأقطاب لإمرار التيار الكهربائي اللازم لتسخين الحويض وبتبخر المادة وذلك بعد الوصول إلى الضغط الفراغي المطلوب تم تسجيل زمن كل عملية تبخير وذلك للحصول على سمك مختلف للأغشية و هي ملائمة لمعدن الكروم (Cr)و الزنك(Zn) و لكل المعادن أيضا .

التلدين Annealing :- تم استخدام فرن نوع (Nabertherm) وذلك لتلدين النماذج بدرجات حرارة C^o (100, 200, 300, 400) وزمن تلدين ثابت (10 min) ونماذج أخرى لم يتم تلدينها لغرض المقارنة.

مرحلة القياسات:

a–معدل الترسيب (D. R):-تم حساب معدل الترسيب من حساب كتلة المادة المترسبة ومن ثم تطبيق المعادلة الآتية [8,9]:-

$$D.\ R = M/A \quad \ldots(1)$$

حيث ان:

D .R: معدل الترسيب

M : كتلة المادة المترسبة

A :مساحة النموذج

b - قياس السمك :-تم قياس سمك الأغشية باستخدام الطريقة البصرية وحسب النفاذية البصرية للأغشية وباستخدام المعادلات الآتية: [10]:

$$R= (n-1)^2/(n+1)^2 \quad \ldots. (2)$$

$$T= (1-R^2) * e^{-\alpha t} \quad \ldots.(3)$$

حيث أن :

Reflectivity :R

n: معامل الانكسار

T: النفاذية البصرية

α: معامل الامتصاص

t: سمك الطلاء

c- كفاءة الترسيبD.E:-تم حساب كفاءة الترسيب من المعادلة[9]:-

$$D.E = M / t.A \quad \ldots.(4)$$

d - قياس المسامية:-

تم قياس المسامية المفتوحة باستخدام جهاز(Porprints)والذي يعتمد على مكبرة التصوير الكهربائي لنماذج السيليكون لأنها شبه موصل للتيار الكهربائي وبعد إمرار تيار كهربائي مناسب حسب مواصفات ASTM B809 الأمريكية و من مساحة القاعدة يتم حساب عدد المسامات لوحدة المساحة والتي تمثل نقاط التفاعل مع القاعدة وحسب المعادلة [8,9]:

$$P = no\ .of\ pores / A \quad \ldots. (5)$$

حيث A مساحة منطقة الفحص .

e- قياس التبلور:-

تم فحص تبلور الأغشية المحضرة باستخدام جهاز حيود الأشعة السينية نوع (XRD-600) .
h-التصوير المجهري :-تم باستخدام جهاز نوع (permable) و بقوة تكبير 100X لأجل فحص طبوغرافية الأغشية المحضرة.
f - قياس قوة الالتصاق:- تم قياس قوة الالتصاق باستخدام جهاز (Abbott 307)والذي يقيس لغاية 250 N/mm^2 ويعطي قوة الالتصاق بصورة مباشرة .

النتائج والمناقشة

الخواص التركيبية :واشتملت على قياس كل من حيود الأشعة السينية ومعدل الترسيب وكثافة الترسيب.
نتائج حيود الأشعة السينية: اظهرت نتائج حيود الأشعة السينية XRD للأغشية المحضرة و الأغشية الملدنه بدرجات حرارية مختلفة تبلورا يمثل نظاما مكعبا cubic system وكان مطابقا إلى بطاقة JCPDS card No. 04-0784 لغشاء الذهب مع المستوي (111) و يظهر زيادة التبلور مع ارتفاع درجة حرارة التلدين , علاوة على وجود قمه اضافية ترجع الى السليكون وباتجاه (111) مطابقا إلى بطاقة JCPDS card No. 35-1158) وكما مبين بالشكل رقم 2 و انخفاض شدة قمة السليكون مع زيادة درجة حرارة التلدين لازدياد تبلور غشاء الذهب[11]. تم حساب ثابت الشبيكة من العلاقة التالية [12,13] , وكما هو موضح بالجدول رقم (1).

$$1/d^2 = (h^2 + k^2 + l_2)/a^2 \quad .....(6)$$

نتائج التصوير المجهري

نتائج التصوير المجهري موضحة بالشكل رقم (3) , حيث نلاحظ من الشكل تغير في التركيب واضح مع زيادة درجة حرارة التلدين ,و تغير ملموسا في اللون و الحدود الحبيبة و الذي يمكن ايعازه الى آلية الانتشار التي تحدث بفعل تاثير درجات الحرارة[14] .
حساب معدل الترسيب:
معدلات الترسيب موضحة بالجدول (2) والتي تظهر زيادة في معدل الترسيب بزيادة كمية المادة المتبخرة لغاية 94% ومن ثم هبوط بالكفاءة بسبب زيادة الإشباع أو فوق الإشباع [15].
نتائج قياس المسامية مع سمك الطلاء موضحة في الشكل (4) ويظهر فيها زيادة السمك يؤدي إلى انخفاض في المسامية المفتوحة وذلك لان الطبقات المترسبة الجديدة تقوم ذراتها المترسبة بملء الفراغات في الطلاء أثناء عملية الترسيب ويظهر تأثير درجة حرارة التلدين في خفض نسب المسامية[16,17].
الشكل (5) يمثل علاقة قوة الالتصاق مع سمك الطلاء , إذ ارتفعت مع زيادة درجة حرارة التلدين و السمك نظرا لملى المسامات التي تواجدت من جهة أثناء الترسيب و لوجود عملية التلدين التي ساهمت في إعادة توزيع للفراغات و دمجها وبالتالي زيادة قوة الالتصاق علاوة على تعزيز الانتشار[18] .

الاستنتاجات

الترسيب باستخدام طريقة التبخير الحراري في المنظومة المذكورة آنفا توفر مساحة من المديات من ناحية السمك و ارتفاع في الكفاءة مرتبط بكميات المادة المجهزة. بالتالي أمكانية الحصول على أقطاب مثالية خالية من المسامات تماما عند أجراء التلدين بدرجة الحرارة 400 C^o و الانتشار الجيد مع مادة الغشاء المرسب الأولي يعزز قوة الالتصاق وكما ظهر في التصوير المجهري.

الجدول رقم (1) ثابت الشبيكة المادة المرسبة و البطاقة الاساسية

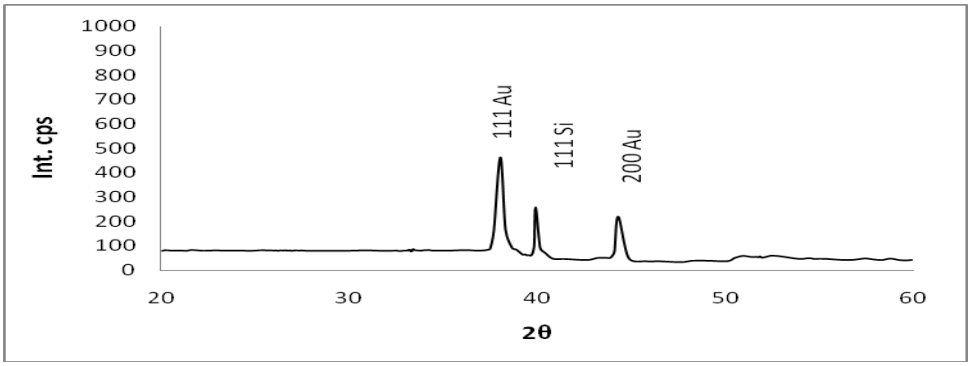
a_{ASTM}	a_M	
	100 C^o	400 C^o
4.07877	4.0939	4.0895

الجدول (2) معدلات الترسيب و السمك

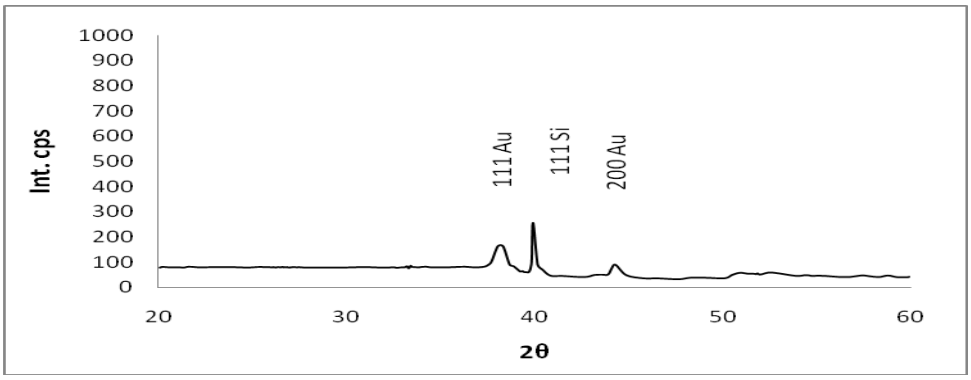
الوزنM g	السمك t µm	معدل الترسيبD.R $g/cm^2.Min*10^{-5}$	كفاءة الترسيبD.E %
0.5	1.2	13.6	38
1	3.5	18	44
1.5	6	22	94

56	23.7	7	2

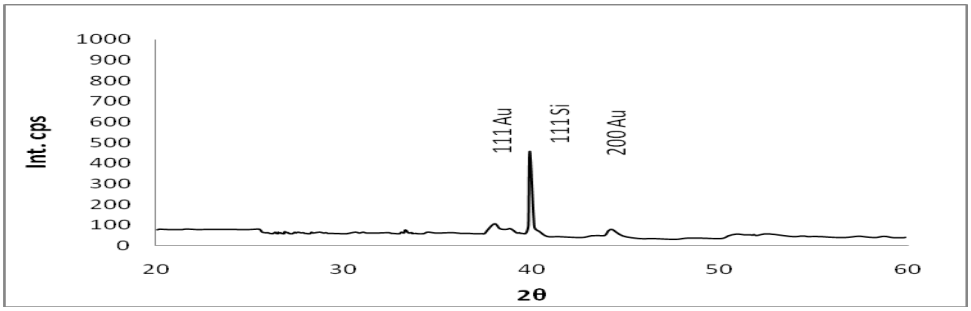
الشكل رقم (1) منظومة التبخير نوع(Varian)ألامريكية



C

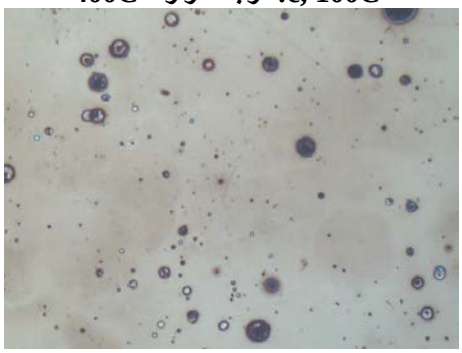


b

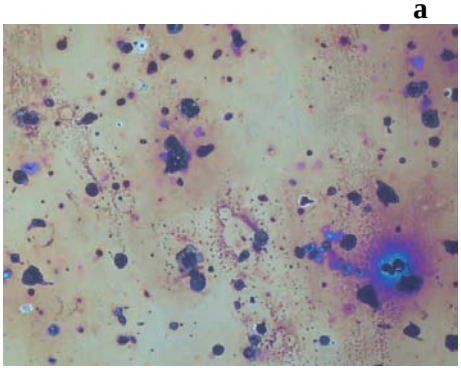


a

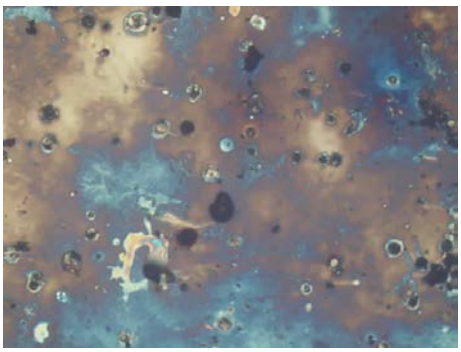
شكل رقم (2) نتائج حيود الأشعة السينية XRD لأغشية الذهب a:درجة حرارة الغرفة ,b:درجة حرارة 400Cº درجة حرارة :c, 100Cº



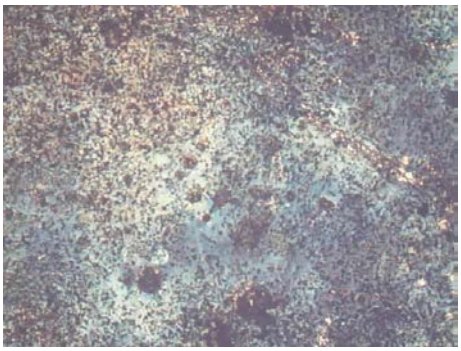
a



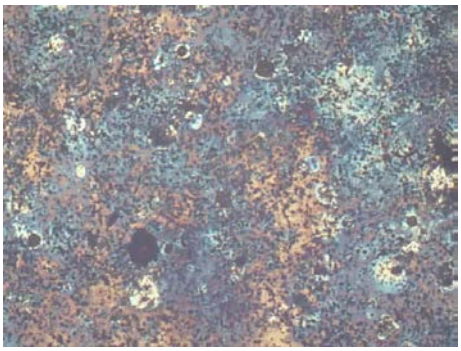
b



c

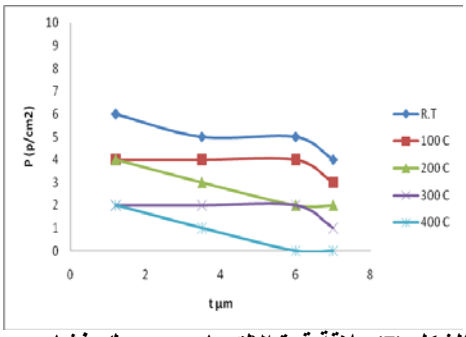


d

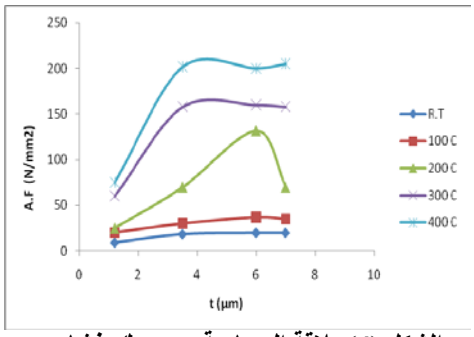


h

شكل رقم (3) تغير البنية المجهرية درجة حرارة التلدين مختلفة 100X:a,R.T:b,100Cº:c, 200Cº: d, 100Cº:h ,300Cº



الشكل (5)علاقة قوة الالتصاق مع سمك غشاء الذهب و بدرجات حرارة تلدين مختلفة



الشكل (4)علاقة المسامية مع سمك غشاء الذهب و بدرجات حرارة تلدين مختلفة

المصادر

[1] D. Tulchinsky , V.Uvarov , I. Popov , D. Mandler, S.Magdassi," A novel non-selective coating material for solar thermal potential application formed by reaction between sol–gel titania and copper manganese spinel", Solar Energy Materials and Solar Cells,Vol. 120, Part A, January 2014, PP. 23–29.

[2] M. Warwick, A. Roberts, R. Slade & R. Binions," Electric field assisted chemical vapour deposition – a new method for the preparation of highly porous supercapacitor electrodes", *J. Mater.* Chem. *A*, 2014, Advance Article,Vol. 15 ,Nov 2013.

[3] Y. Yu , C. Yan , L. Gu , * X. Lang , K.Tang , L.Zhang , Y. Hou , Z. Wang , M. Chen , O. Schmidt & J. Maier," Three-Dimensional (3D) Bicontinuous Au/Amorphous-Ge thin films as fast and high-capacity anodes for lithium-ion batteries", Adv. Energy Mater. 2013, 3, 281–285

[4] H. Lee , Y. Keun, Eu. Hwang & J. Park ," Enhanced surface plasmon effect of Ag/TiO_2 nanodiodes on internal photoemission", J. Phys. Chem. C, 2014, 118 (11), pp 5650–5656.

[5] D. Gaspar,A.Pimentel,T.Mateus,J.Leitão,J. Soares,B. Falcao,A. Araújo,A. Vicente,S.Filonovich,H. Aguas, R. Martins & I. Ferreira" Influence of the layer thickness in plasmonic gold nanoparticles produced by thermal evaporation, Scientific Reports **3** Article number. 1469,3 April 2013.

[6] P. Barthe, G. Guzman,L. Delannoy, C. Louis" Preparation of thin film gold based catalysts for oxidation reactions in liquid and gas phases" ,Thin Solid Films ,Volume 527, 1 January 2013, Pages 96–101.

[7] H. Lin, S. Xu, C. Li, H. Dong & X. Wang, Thermal and electrical conduction in 6.4 nm thin gold films ", Nanoscale, 2013,5, 4652-4656.

[8] R. Lambourne & T.Strivens," Paint and surface coatings ,2nd edition, WILLIAM ANDREW PUBLISHING, 1999.

[9] R. Reserved, B. Benapfl & S. Swain, Thin film deposition processes, vacuum technology, 60A & 60B,2002.

[10] Schubert, E. Fred, Light-Emitting Diodes, 2nd edition: Cambridge University Press, 2006.

[11] A. Proszynski, D. Chocyk & G. Gładyszewski, Stress modification in gold metal thin films during thermal annealing, Optica applicata, *Vol.* XXXIX, No. 4, 2009.

[12] A. H.Ataiwi &A.A. Abdul-Hamead, Study some of the structure properties of ZrO_2 ceramic coats prepared by spray pyrolysis method, Eng. & Tech. Journal, Vol.27, No.16, 2009.

[13]Y. Sirotin & M. Shaskolskaya , "Fundamentals of crystal physics", (Mir Publishers, Moscow(1982).
[14] U. Hasse , K. Fricke , D. Dias , G. Sievers , H. Wulff , F. Scholz, Grain boundary corrosion of the surface of annealed thin layers of gold by OH· radicals, J Solid State Electrochem (2012) 16:2383–2389.
[15] J. Venables, Introduction to surface and thin film processes, CAMBRIDGE UNIVERSITY PRESS,2003.
[16] G. Hornyak , C. Patrissi & C. Martin ,"Fabrication, characterization, and optical properties of gold nanoparticle/porous alumina composites", The Nonscattering Maxwell−Garnett Limit, J. Phys. Chem. B, 1997, 101 (9), pp 1548–1555.
[17] F.A. Chyad,A.F. Hamood,L.S. Faiq, Effect of thermally sprayed ceramic coating on properties of low alloy steel,Eng. &Tech.Journal, Vol. 32,Part (A), No.10, 2014.
[18] J.C. Hoogvliet, W.P. van Bennekom ,Gold thin-film electrodes: an EQCM study of the influence of chromium and titanium adhesion layers on the response, Electrochimica Acta ,Volume 47, Issue 4, 1 November 2001, Pages 599–611