



دانشگاه صنعتی شاهرود

دانشکده فیزیک و مهندسی هسته ای

دستور کار آزمایشگاه نانو فیزیک

تهیه و تنظیم: دکتر ایزدی فرد - مهندس عسکری - مهندس شهیدی

پاییز ۱۳۹۶

باسمه تعالی

آزمایشگاه نانو فیزیک - دانشگاه صنعتی شاهرود

آزمایش شماره ۱- لایه نشانی بروش سل - ژل^۱

- مقدمه

فرآیند سل - ژل یک روش پیشرفته و نوین است، که در سالهای اخیر بسیار مورد توجه قرار گرفته است. توانمندیهای فوق العاده این روش در کنار کم هزینه بودن آن باعث روی آوری روز افزون به این روش شده است. عبارت سل-ژل برای توصیف دسته گسترده ای از فرایندها که در آن ژل ها از تعلیق کلوئیدی^۱، سل ها، تولید می شوند بکار می رود. با استفاده از این روش قادر خواهیم بود نمونه های پودری، کپه ای و لایه های نازک از مواد نیمرسانا را برای کار بردهای مختلف تهیه کنیم. سل-ژل روشی شیمیایی فیزیکی است که عمل انباشت از فاز مایع صورت می گیرد. کلمه سل طبق تعریف به پخش ذرات کلوئیدی و یا پلیمری در داخل مایعات اطلاق می شود. ویژگی این محلول شفاف بودن آن است و دلیل آن پراکنده بودن ذرات با ابعاد نانو در درون محلول می باشد. مواد اولیه در روش سل - ژل اغلب شامل فلزات و یونهای فلزی است، ولی گاهی از عناصر دیگر که به وسیله یونها و رادیکالهای مختلف احاطه می شوند نیز استفاده می شود. پارامترهای موثر در فرآیند سل - ژل عبارتند از:

الف- پارامترهای شیمیایی

ب- پارامترهای فیزیکی

- عوامل موثر در تهیه سل

الف- هیدرولیز و چگالش

ب- غلظت سل

ج- pH محلول

د- ماهیت و غلظت کاتالیزور

- تهیه سل

منظور از تهیه سل، این است که پیش ماده در طی یک سری واکنشهای شیمیایی مانند هیدرولیز قرار می گیرد و ذرات به صورت کلوئیدی و یا پلیمری در داخل مایعات پخش شوند. برای تشکیل سل دو سیستم وجود دارد:

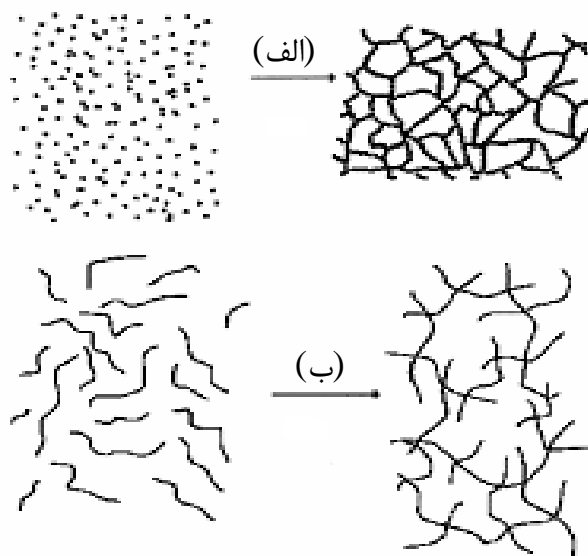
الف) سیستم سل کلوئیدی

در محلول سل کلوئیدی، تشکیل دهنده ها غالباً ذرات معلق کلوئیدی هستند. کلوئیدها با قطری در حدود $1000-10 \text{ \AA}$ می باشند، که هر ذره کلوئید حاوی 10^3 تا 10^6 اتم می باشد.

ب) سیستم سل پلیمری

در محلول سل پلیمری، تشکیل دهنده ها غالباً شاخه های معلق پلیمری هستند که بیشتر در اثر واکنش بین آلکوکسیدها بوجود می آیند.

¹ Colloidal Suspension



شکل (۱-۱): (الف) ژل کلئیدی، (ب) ژل پلیمری

- ژلاسیون

سل ها معمولاً با استفاده از آلکوکساید های فلزی تهیه می شوند. با توجه به اینکه ارگانیک های فلزی^۱ غیر قابل حل در آب هستند، آلکوکسایدها در الکل بدون آب حل می شوند. با اضافه کردن آب به سل واکنش های پلی مریزاسیون آغاز می شود.

- واکنش هیدرولیز

این واکنش با اضافه کردن آب به سل اتفاق می افتد. در طی این فرایند، گروه های آلکوکساید (OR) مرحله به مرحله به وسیله گروه های هیدروکسیل جایگزین می شوند. در اینجا، نسبت هیدرولیز به چندین فاکتور بستگی دارد. در واقع واکنش می تواند به طور موفقیت آمیزی با افزایش در چگالی بار فلز، تعداد یون های فلزی متصل شده هیدروکسو- لیگاند و اندازه گروه های آلکیل به وجود بیاید. بر عکس زمانی که تعداد هیدروکسو- لیگاند، با هماهنگ کردن M افزایش می یابد یا زمانی که pH، دما یا غلظت آب و حلال به تسهیل واکنش کمک می کنند، می توان از واکنش جلوگیری کرد.

- عمر سل^۲

یک عامل مهم در میزان ویسکوزیته (چسبندگی) عمر سل است. بررسی های انجام شده نشان داده که چسبندگی سل با گذشت زمان، افزایش می یابد. این می تواند، یک پیشروی در مرحله ژلاسیون باشد، شبکه ژل در طی پلیمریزاسیون بیشتر، تثبیت می شود و دفع حلال ها به دلیل جمع شدگی ژل در طول ماندگی سل رخ می دهد و باعث ایجاد تراکم و چگالی بالاتر می شود.

- واکنش چگالش

^۱Metal organics

^۱Aging

این واکنش شامل گروه های هیدروکسیل و نتایج به هم پیوستگی های M-O-M است که به ترتیب یک شبکه سه بعدی (ژل) و افزایش درجه اتصال عرضی^۱ را نتیجه می دهد. سپس حالت ژل، به صورت یک ماده کشسان چسبنده، که ترکیبی از فازهای جامد و مایع است تبدیل می شود. این ساختار به طور قوی به میزان آب سیستم و اسید یا بازی که به عنوان کاتالیزور در سیستم به کار رفته است بستگی دارد. به طور کلی واکنش چگالش در حضور آب یا الکل انجام می شود. مورفولوژی ژل متأثر از دما، نسبت آب والکل و مقدار اسید و بازی است که به عنوان کاتالیزور در سیستم به کار رفته است.

- انباشت^۲ (لایه نشانی) بروش سل - ژل

این کار با روشهای متعددی صورت می گیرد. که عبارتند از:

(۱) تکنیک غوطه وری (Dip-coatig)

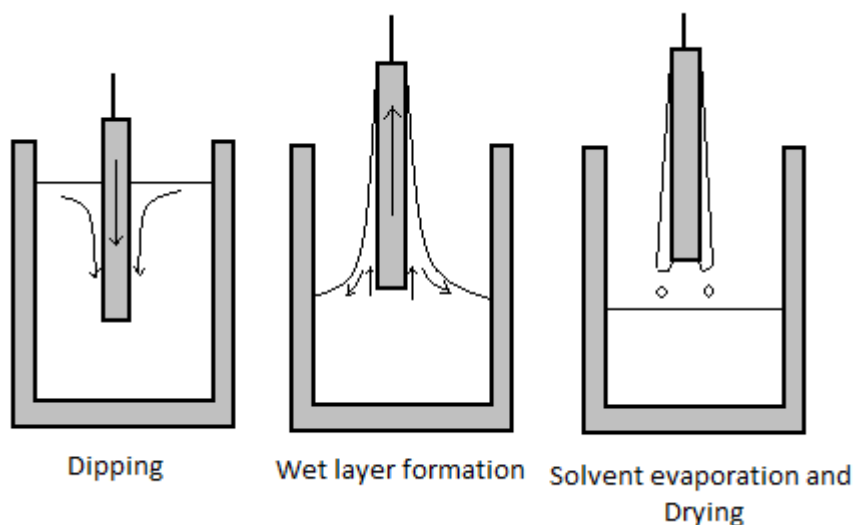
لایه نشانی به روش غوطه وری سل - ژل شامل مراحل زیر است.

الف) غوطه وری (Dipping)

ب) تشکیل یک لایه خیس روی زیر لایه (Wet layer formation)

ج) تبخیر و خشک سازی (Solvent evaporation and drying)

مراحل فوق الذکر در شکل (۱-۲) نشان داده شده است.



شکل (۱-۲): مراحل انباشت بروش غوطه وری

۲-۱) غوطه وری زاویه ای: در این روش، فرو بردن زیرلایه به درون محلول و نیز بیرون کشیدن آن، در زاویه ای خاص (غیر از حالت عمود) رخ می دهد. امتیاز این روش هم، امکان بیشتر برای کنترل ضخامت فیلم است که به کمک آن می توان خواص اپتیکی فیلم ها را به راحتی کنترل کرد. در شکل (۱-۳) نمایی از روش غوطه وری زاویه ای نشان داده شده است.

^۱Cross linking degree

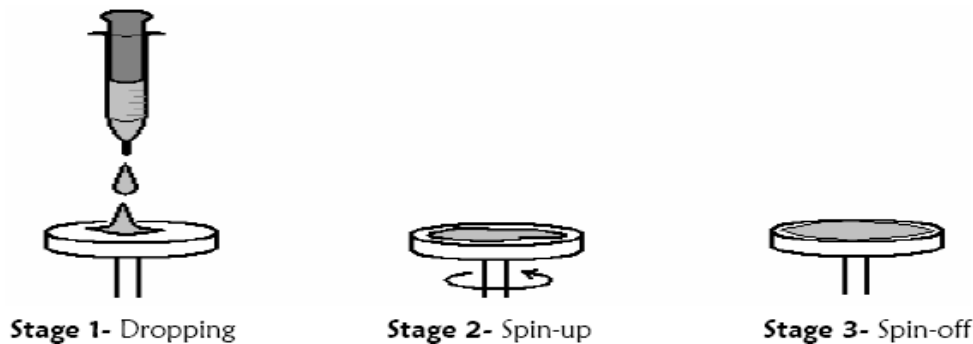
^۲Deposition



شکل (۱-۳): غوطه وری زاویه ای در روش سل-ژل

۲) تکنیک چرخشی (spin-coating)

یکی دیگر از روش های لایه نشانی بر روش سل-ژل روش چرخشی است که شامل سه مرحله می باشد:
 الف) رها کردن محلول (Dropping)
 ب) شروع چرخش (Spin-up)
 ج) پایان چرخش و سپس خشک سازی (Spin-off)



شکل (۱-۴): مراحل لایه نشانی بر روش چرخشی.

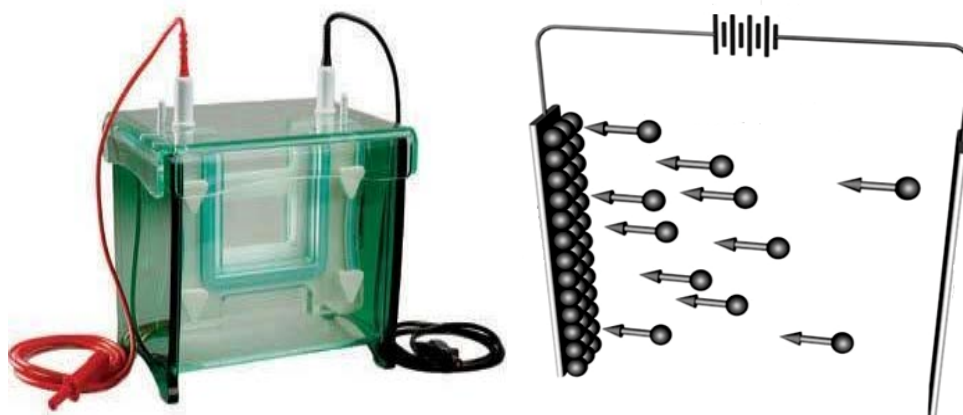
در مرحله اول، محلول به زیر لایه ساکن یا در حال چرخش آهسته انتقال می یابد. در مرحله دوم، مایع توسط نیروی گریز از مرکز زیر لایه چرخان (4000-10000 rpm) در راستای شعاع به سمت خارج جاری می شود، این مرحله تا رسیدن سرعت زیر لایه به مقدار بیشینه ادامه دارد. در مرحله سوم، سیال اضافی در فیلم مایع روی زیر لایه به صورت شعاعی به سمت خارج جاری می شود و در آنجا بطور موقت انباشته می شود و به شکل قطره های ریز به بیرون می گریزد. با نازک شدگی فیلم جریان مایع باقیمانده کند می شود. تبخیر پس از پایان چرخش ادامه می یابد و با انجماد حاصل از تغلیظ ذرات حل شده غیر فرار بطور کامل متوقف می شود. مراحل انباشت و شروع چرخش کمترین تأثیر را در ضخامت نهایی فیلم داشته و مرحله پایان چرخش، نقش کلیدی در تعیین ضخامت ایفاء می کند. صرف نظر از اثر لبه^۱، ضخامت فیلم مایع در مرحله پایان چرخش تمایل به یکنواختی دارد. یکنواختی فیلم ناشی از دو نیروی متقابل است. نیروی گریز از مرکز که جریان را در راستای شعاع به سمت خارج می راند و نیروی مقاوم گرانی (اصطکاک) که بطور شعاعی به سمت مرکز اعمال می شود.

^۱ Edge Effect

برتری روش چرخشی این است که فیلم مایع تمایل به یکنواخت شدن و حفظ این حالت به شرط ثابت ماندن گرانشی روی زیر لایه دارد. این روش نسبت به روش غوطه وری مقرون به صرفه نیست، زیرا محلول اضافی طی انباشت از بین می رود و یک فرآیند پیوسته نیست. این روش برای لایه نشانی دیسک های کوچک و لنزها مناسب است.

۳) تکنیک الکتروفورز^۱ :

تکنیک الکتروفورز (EP) با اعمال یک میدان الکتریکی خارجی به محلول و باعث حرکت ذرات باردار معلق در داخل محلول می شود. در اثر اعمال میدان الکتریکی ذرات با توجه به بار آنها در جهتی همسو و یا خلاف جهت میدان حرکت می کنند و روی آند و یا کاتد عمل انباشت صورت می گیرد. زیر لایه های بکار گرفته شده در این روش باید رسانا بوده که به عنوان الکتروود بتوان از آنها استفاده کرد. بر خلاف تکنیک غوطه وری در این تکنیک ذرات در مسیر خطی حرکت می کنند و با بیشترین سرعت (V) که وابسته به میدان اعمالی (E) و نوع بار (q) می باشد به زیر لایه برخورد می کنند (شکل ۱-۵).



شکل (۱-۵): طرح شماتیکی از لایه نشانی بروش الکتروفورز

۴) تکنیک ترموفورز^۲

از این تکنیک نیز برای تهیه لایه های ضخیم سل-ژل استفاده می شود و عبارتست از حرکت ذرات معلق باردار در داخل محلول موقعی که یک گرادیان گرمایی اعمال شود. در نتیجه این نیرو ذرات تحرک پیدا کرده و به سرعت ترمودینامیکی (Vt) می رسند که در جهت کاهش گرادیان دما (∇T) است. رابطه سرعت ترمودینامیکی به صورت زیر می باشد:

$$V_t = -k_t \left(\frac{\eta}{T} \right) \nabla T$$

ثابت (k_t) وابسته به جریان مولکولی محلول است. مزیت استفاده از این روش نسبت به EP این است که در این روش لازم به استفاده از زیر لایه های رسانا نیست.

¹Electrophoresis technique

²Thermophoresis

- فرایند خشک سازی

فرایند خشک سازی شامل جداسازی حلال از سیستم ژل است، که همزمان با فروپاشی ساختار ژل صورت می گیرد. این فرایند تحت شرایطی که دما، فشار و رطوبت ثابت است انجام می پذیرد. برای بدست آوردن پوششها، پودر های سرامیکی و یا نمونه های یکپارچه، ژل آمورف بایستی خشک شود. در صورت درست صورت نگرفتن این فرآیند، رسوبات، ترکیبات آلی، کاتالیزورها و حتی حلالها در نمونه باقی مانده و در هنگام لایه نشانی بعدی باعث کشیده شدن لایه قبلی به داخل محلول و نازک شدن لایه می شود. با انجام یک خشک سازی خوب هنگام عملیات بازپخت بخار مواد از لایه های زیرین کمتر بوده و در پی آن لایه های سطحی یکدست تر و دارای حفره های کمتری می باشند. یک فرآیند خشک سازی مناسب باعث افزایش شفافیت و جهت گیری اولیه مناسب برای ساختار بلوری را فراهم می کند.

❖ تهیه لایه های نازک اکسید کادمیم (CdO) به روش سل-ژل

مراحل انجام لایه نشانی به شرح ذیل می باشد:

الف) تمیز کردن لایه ها

ابتدا زیرلایه های شیشه ای را با مواد شوینده بشویید. سپس در محلولی حاوی آب، اتانول (الکل صنعتی) و اسید کلرید (HCl) قرار داده روی حرارت بگذارید تا برای مدت کوتاهی در این محلول بجوشد. بعد زیر لایه ها را بیرون آورده با آب مقطر شستشو دهید. سپس با گاز ازت خشک کنید.

ب) تهیه محلول

برای این کار ابتدا ۲ گرم استات کادمیم دو آبه را درون بشری می ریزیم. به آن ۷ میلی لیتر متانول اضافه می کنیم. با هم زن مغناطیسی آن را به مدت ۲۰ دقیقه هم می زنیم. سپس ۰,۱۳۸ گرم گلیسیرین را به محلول فوق اضافه می کنیم و هم زدن ۱۰ دقیقه ی دیگر ادامه پیدا می کند. حال محلول دیگری شامل ۷ میلی لیتر متانول و ۰,۵۲ میلی لیتر تری اتیلن آمین را به محلول فوق اضافه می کنیم و هم زدن را به مدت ۴۵ دقیقه ی دیگر ادامه می دهیم. محلول به دست آمده باید شفاف و یکنواخت باشد. محلول را زیر هود قرار می دهیم. زمانی که حجم محلول حدود ۴ میلی لیتر کم شد، محلول آماده ی لایه نشانی است.

ج) لایه نشانی

برای لایه نشانی از تکنیک غوطه وری و چرخشی استفاده کنید. قبل از شروع لایه نشانی ابتدا باید سرعت دستگاه مخصوص را تنظیم می کنیم. سرعت ۸ سانتی متر بر دقیقه سرعت مناسبی برای روش غوطه وری است. سپس زیرلایه را در جای مخصوص قرار می دهیم و آن را وارد محلول کرده و بیرون می کشیم. برای روش چرخشی سرعت ۳۰۰۰ rpm میتواند سرعت مناسبی باشد.

د) خشک سازی

به دو طریق می توانید لایه ها را خشک نمایید (در این خصوص با مدرس مربوطه مشورت کنید):

۱) لایه را در مقابل لامپ IR به مدت ۴۰ دقیقه قرار دهید.

۲) لایه را به مدت یک ساعت درون کوره با دمای ۱۰۰ درجه ی سلسیوس قرار دهید. برای این کار بهتر است پشت نمونه ها را تمیز کنید.

کار لایه نشانی را می توانید چندین بار تکرار نمایید تا لایه با ضخامت مناسب تهیه شود.

*در پایان تمام وسایل مورد استفاده را تمیز نموده و در محل اصلی خود قرار دهید.

آزمایش شماره ۲- لایه نشانی بروش تجزیه گرمایی افشانه ای (Spray pyrolysis)

• مقدمه

سیستم لایه نشانی بروش تجزیه گرمایی افشانه ای با قابلیت‌های کنترلی بالا، برای اولین بار در کشور توسط دفتر فن آوری توسعه صنعت روز طراحی و ساخته شده است. از این سیستم، برای تهیه لایه های نازک از محلول شیمیایی (Solution Chemical Deposition) استفاده می شود.

از قابلیت های اساسی این دستگاه، امکانات کنترلی ویژه ای است که برای کنترل هرچه بیشتر پارامترهای لایه گذاری در نظر گرفته شده است. این دستگاه با توجه به تکنولوژی ساده ترنسبست به روشهای فیزیکی در خلاء، ارزان بوده و امکان لایه نشانی در سطوح بزرگ را دارد. از این روش در کارهای تحقیقاتی و صنعتی روز دنیا بطور گسترده ای مورد استفاده قرار گرفته است.

با این دستگاه لایه نشانی بر روی سطوح مختلف جامد از انواع فلزی و غیر فلز مانند سرامیک، شیشه و... امکان پذیر است و برای ساخت فیلترهای اپتیکی، سلول های خورشیدی، سنسورها، آشکار سازها، کارهای تزئیناتی، تهیه لایه های سخت و پوشش های مغناطیسی، تهیه لایه نازک دی الکتریک و... مورد استفاده قرار می گیرد که در ذیل به بعضی از آنها اشاره شده است.

۱- انباشت لایه های نازک و ضخیم اکسیدی از قبیل اکسید مس- اکسید کرم- اکسید نیکل- اکسید وانادیم و...

۲- انباشت لایه های نازک فلزی از قبیل آلومینوم- وانادیوم- مس- سرب- آهن- نیکل.

۳- انباشت لایه های نازک نیمه رسانا از قبیل گالیوم آرساید- کادمیوم تلوراید- و لایه های نازک اپتیکی.

۴- انباشت لایه های نازک و ضخیم ابر رسانا با ترکیبات مختلف.

۵- انباشت لایه های نازک رساناهای شفاف اکسید قلع، اکسید ایندیوم، واکسید روی با کیفیت بسیار خوب.

۶- انباشت لایه های نازک مغناطیسی با ترکیبات مختلف کبالت و نیکل و کرم و آهن.

۷- انباشت لایه های نازک سیلیکون و ژرمانیوم.

۸- انباشت لایه های نازک پلاتین و پالادیم.

۹- لایه گذاری پوشش های سخت از قبیل اکسید آلومینوم، اکسید پالادیوم، اکسید زیرکونیوم، اکسید تیتانیوم... بر روی زیر لایه های مختلف.

۱۰- لایه گذاری نازک و ضخیم آلیاژی از ترکیبات تیتانیوم، مس، کبالت، آلومینوم و...

• مشخصات فنی و قابلیت‌های دستگاه اسپری:

از ویژگی‌های اساسی این دستگاه، قابلیت کنترل و تنظیم پارامترهای مختلف جایگذاری بصورت خودکار و بدون دخالت مستقیم اپراتور در فاز عملیاتی لایه گذاری است. با امکاناتی که در صفحه کنترل دستگاه در نظر گرفته شده می توان به کنترل پارامترهایی از قبیل تغییر و تنظیم فاصله زیر لایه تا صفحه داغ، حرکت روبشی نازل روی سطح کار، کنترل دوران صفحه داغ، کنترل جریان محلول و گاز حامل اشاره کرد. مشخصات فنی سیستم بشرح زیر می باشد:

۱- محفظه دستگاه از جنس استیل و ارتفاع تقریبی ۱۱۰ سانتیمتر و عایق بندی مناسب در مقابل دما.

۲- صفحه داغ به قطر ۳۲ سانتیمتر و ضخامت ۸-۷ میلی متر از جنس استیل ضد زنگ.

۳- امکان دوران صفحه داغ تا حداکثر ۱۰۰ دور در دقیقه و با امکان کنترل دور در دقیقه.

۴- محفظه دارای سیستم تهویه و هود مناسب جهت خروج گازهای شیمیایی در هنگام لایه گذاری.

۵- دمای صفحه داغ قابل کنترل تا دمای ۶۵۰ درجه سانتیگراد با توزیع یکنواخت.

- ۶- سیستم اسپری با قابلیت کنترل جابجایی فاصله نازل اسپری تا سطح کار از ۳۵ تا ۶۵ سانتیمتر.
- ۷- سیستم اسپری با قابلیت کنترل برای کنترل فلو محلول و گاز حامل در هنگام اسپری کردن.
- ۸- سیستم نازل اسپری دارای حرکت روبشی برای توزیع شارش یکنواخت بر روی سطح کار.
- ۹- ظرف نگهداری محلول اسپری مقاوم در برابر خوردگی شیمیایی با حجم ۵۰ سی سی .
- ۱۰- تابلو کنترل برق و صفحه کنترل سیستمهای مختلف دستگاه و امکانات جانبی برای قراردادن و برداشتن نمونه ها در داخل دستگاه.

• روشن کردن و مراحل آماده سازی دستگاه برای لایه گذاری به روش اسپری به شرح ذیل می باشد:

- ۱- برای روشن کردن و خاموش کردن دستگاه , کلید برق اصلی (فیوز مینیاتوری ۲۵ آمپر) در قسمت سمت چپ روی کابینت نصب شده است, آنرا در وضعیت on قرار دهید.
- ۲- ولوم مخصوص چرخش صفحه داغ را روی عدد ۳ قرار می دهید.
- ۳- کلید (Plate Rotation) چرخش صفحه داغ را روشن کنید.
- ۴- کلید (Temp) صفحه داغ را روشن کنید .
- ۵- دمای کنترل زیرلایه را روی عدد دلخواه set کنید.
- برای اینکار با فشار دادن دکمه Set و علامت « یا » می توان دما را تنظیم کرد. ابتدا حالت چشمک زن دارد و بعد از رها کردن دکمه با علامت « یا » دما کم یا زیاد می شود و کلید (Heater) را روشن کنید.
- ۶- برای رسیدن به دمای ۵۰۰ درجه حدود ۲۵ دقیقه زمان لازم است.
- ۷- برای شروع کار اسپری بصورت زیر عمل می کنیم:
- دستگاه دارای ۲ عدد شلنگ ورودی برای عبور گاز ها می باشد که باید توجه شود به شلنگ نارنجی رنگ به هیچ عنوان اکسیژن وصل نشود در غیر این صورت برای سیستم بالابر نازل انفجار رخ می دهد توصیه می شود به شلنگ نارنجی هوای معمولی یا گاز ازت استفاده شود. ولی برای شلنگ آبی رنگ از اکسیژن هم می توان استفاده کرد چون این شلنگ متصل است به نازل اسپری (گاز حامل محلول ها).
- درجه عقربه فشار سنج نازل روی (۳-۴bar) تنظیم شود. شیر سیاه رنگ بزرگ (Nozzle Valve control) را به سمت بیرون بکشید , رنگ نارنجی شیر نمودار می شود و سپس به سمت جهت عقربه ساعت و یا عکس آن فشار روی گیج زیاد یا کم می شود. برای قفل کردن مجدد شیر باید آنرا به داخل فشار دهید.
- برای اطمینان از آهنگ شارش محلول و دانه بندی ذرات اسپری تا میزان مورد نظر , ابتدا مقداری آب مقطر حدود ۵ CC در مخزن محلول ریخته و سپس کلید هوای اسپری (air spray) را روشن کنید.
- سپس شیر بالای نازل را باز کنید .
- پس از این مرحله بلافاصله شارش و اسپری آب شروع می شود و سرعت اسپری و سایز ذرات اسپری با تنظیم ولوم مدرجی که روی سر نازل قرار دارد , قابل کنترل است. با چرخاندن ساعتگرد, سوراخ نازل بسته تر , دانه بندی ریزتر و جریان محلول با آهنگ کمتر و بالعکس در جهت پادساعتگرد سوراخ نازل بازتر , دانه بندی درشت تر و جریان محلول با آهنگ بیشتر انجام می شود.
- برای تنظیم فاصله نازل اسپری تا سطح صفحه داغ با کلیدهای up و down فاصله مورد نظر را برای بهترین وضعیت اسپری تنظیم می کنیم. فاصله بیشتر باعث باز شدن مخروط اسپری و یکنواختی بیشتر پوشش روی سطح زیر لایه (و یا ضخامت کمتر, مناسب برای زیر لایه های بزرگ) و فاصله کمتر برای کوچک شدن مخروط اسپری و یکنواختی کمتر (و یا ضخامت بیشتر و مناسب زیر لایه های کوچک) روی سطح زیر لایه است.
- برای حرکت روبشی نازل روی سطح کار کلید چرخش نازل (Nozzle Rotation) را روشن کنید ولوم سرعت آن را روی عدد ۳ قرار دهید.

- برای جلوگیری از آلودگی سطح زیر لایه ها درب بالای دستگاه بسته و یک ظرف مناسب زیر نازل قرار داده و تا پایان اسپری آب صبر کنید.
- پس از این کار می توان محلول اصلی را در مخزن ریخت و اسپری را در شرایط فوق انجام داد.
- برای خروج گاز ها کلید هود را روشن کنید. این مرحله باید قبل از اسپری کردن محلول اصلی انجام شود.
- پس از پایان هر مرحله اسپری ، تمیز کردن نازل با آب مقطر ضروری است. در غیر انصورت ممکن است سوراخ های نازل رسوب بگیرد و برای عملیات بعدی اسپری دچار مشکل شود.
- پس از پایان عملیات تمام سیستمها را در حال قطع قرارداده و کلید برق اصلی دستگاه و جریان گاز سیلندرها را قطع کنید.

نکته ایمنی : از نگاه کردن در فاصله نزدیک به صفحه داغ در هنگام اسپری بخاطر خروج گازهای واکنشی و جریان هوای داغ خودداری کنید. در هر حال از زدن عینک ایمنی و ماسک فراموش نکنید و از گذاشتن وسایل اضافی و محلولها روی دستگاه خودداری کنید.

❖ تهیه لایه های نازک اکسید قلع (SnO₂) به روش تجزیه گرمایی افشانه ای

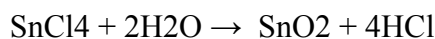
مراحل انجام لایه نشانی به شرح ذیل می باشد:

الف) تمیز کردن زیر لایه های شیشه ای

برای اطلاع از نحوه تمیز کردن زیر لایه ها به صفحه ۶ دستور کار مراجعه شود.

ب) تهیه محلول اولیه برای لایه نشانی

محلول اولیه، محلول ۰،۱ مولار کلرید قلع مایع (SnCl₄) با خلوص ۹۹،۹ درصد است. طبق واکنش :



به ازای هر مول کلرید قلع مایع دو مول آب مقطر خالص اضافه کرده ایم. از اتانول خالص C₂H₅OH هم به عنوان حلال استفاده کرده ایم. تمامی مراحل آزمایش را با حجم ۵۰ میلی لیتر از محلول اولیه انجام داده ایم. اطلاعات مورد نیاز برای آماده سازی محلول:

$$\text{SnCl}_4 \rightarrow 99,9\% \text{ خلوص} \quad 2,21 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \text{ چگالی} \quad 260,5 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \text{ جرم مولی}$$

$$\text{H}_2\text{O} \rightarrow 99,9\% \text{ خلوص} \quad 1 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \text{ چگالی} \quad 18 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \text{ جرم مولی}$$

$$\text{SnCl}_4 \rightarrow 260,5 \left(\frac{\text{g}}{\text{mol}} \right) \times 0,1 \left(\frac{\text{mol}}{\text{l}} \right) \times 0,05(\text{l}) \times \frac{1}{2,21} \left(\frac{\text{ml}}{\text{g}} \right) \times \frac{1}{0,99} = 0,595(\text{ml})$$

$$\text{H}_2\text{O} \rightarrow 18 \left(\frac{\text{g}}{\text{mol}} \right) \times 0,2 \left(\frac{\text{mol}}{\text{l}} \right) \times 0,05(\text{l}) \times 1 \left(\frac{\text{ml}}{\text{g}} \right) \times \frac{1}{0,99} = 0,182(\text{ml})$$

برای تهیه محلول اولیه مقادیر محاسبه شده ی بالا را با پیپت درون یک بالون ژوزه ۵۰ میلی لیتر ریخته و بعد با استفاده از اتانول خالص محلول را به حجم می رسانیم.

ج) آماده سازی دستگاه و عملیات لایه نشانی

ابتدا زیر لایه های تمیز را درون دستگاه قرار می دهیم و صفحه را در حالت چرخش میگذاریم. فاصله نازل تا صفحه تنظیم می کنیم (۴۰ سانتی متر). دمای لازم برای لایه نشانی را هم روی دستگاه تنظیم می کنیم (در این جا ۵۰۰ درجه سانتیگراد). شیر دستگاه کمپرسور را باز میکنیم تا فشار هوای دستگاه اسپری به 2.5 bar برسد. سرعت شارش محلول اولیه را روی ۵ میلی لیتر بر دقیقه تنظیم می کنیم. وقتی دمای دستگاه به دمای مورد نظر ما رسید ۲۵ سی سی از محلول را در استوانه مدرج دستگاه ریخته و ابتدا دکمه اسپری هوا را زده و بعد شیر استوانه را باز کرده و محلول را اسپری می کنیم. برای ۲۵ سی سی دوم نیز همین کار را انجام میدهم. پس از اتمام این مراحل سیستم لایه نشانی را خاموش نموده و صبر می کنید تا دمای صفحه داغ که نمونه ها روی آن قرار دارند به دمای محیط برسد. سپس می توانید نمونه ها را از روی آن بردارید.

***در پایان تمام وسایل مورد استفاده را تمیز نموده و در محل اصلی خود قرار دهید.**

• مقدمه

الکتروانباشت روشی ساده، ارزان برای ساخت لایه های فوق نازک فلزی است که سرآغاز آن به کشف پیل ولتا یعنی تولید الکتروسیته به وسیله واکنشهای شیمیایی در سال 1799 میلادی باز می گردد. اساس این روش بر پایه قانون فارادی است که مطابق آن مقدار واکنشهای شیمیایی که به وسیله شارش جریان به وجود می آید با مقدار الکتروسیته عبوری متناسب است. الکتروانباشت روشی است که با کمک آن میتوان فلز و یا آلیاژی نسبتاً خالص را با اعمال ولتاژ مناسب جهت احیای یونهای فلزی موجود در یک الکترولیت انباشت کرد. از لایه نشانی الکتروانباشت جهت محافظت در برابر خوردگی و ساخت فیلم های نازک و بس لایه ها از محلول های نمک آن استفاده می شود.

چند مزیت این روش عبارتند از:

- الکتروانباشت تحت فشار و دمای متعارفی انجام می شود.
- قابلیت انعطاف پذیری این روش جهت رشد بس لایه هایی با مساحت زیاد و شکل اختیاری نسبت به سایر روشهای موجود بر پایهی تکنیک خلاء مانند کندوپاش، روآرستی پرتو مولکولی (MBE) و یا تبخیر حرارتی بسیار زیاد است.
- این روش به تولید آلیاژهای ناهمگن محدود نمی باشد در نتیجه این امکان فراهم می آید که گستره ی وسیعی از فلزات یا آلیاژهای مختلف آنها انباشت شوند.
- تجهیزات مورد نیاز در این روش به طور نسبی ارزان است.

- فیلمهای نازک ایجاد شده در این روش کاربرد زیادی در میکروالکترونیک، اپتیک و نانوتکنولوژی دارند. اما در کنار تمام این فواید می توان از محدود بودن ترکیبات مواد انباشت شونده، لزوم داشتن زیر لایه ای رسانا یا نیمرسانا به عنوان الکتروکد، عدم داشتن فصل مشترک بسیار تیز، آلودگیها و مواد ناخالصی موجود در الکترولیت به عنوان معایب این روش نام برد.

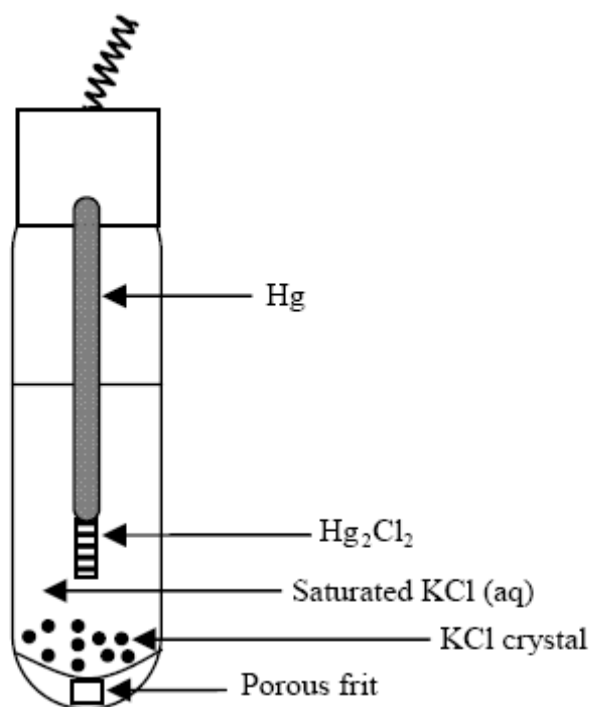
در مورد الکتروانباشت این زیر لایه ها فقط به رساناها و نیمرساناها محدود می شوند. زیر لایه ها دارای خواصی هستند که انتخاب مناسب آنها باعث بالا رفتن کیفیت و عملکرد دلخواه لایه های نازک میشود. بنابراین برای تولید لایه های نازکی با کیفیت ساختاری بسیار بالا و دارای رشد روآرستی کافی است زیرلایهیی مناسبی انتخاب گردد. بنابراین اطلاع از خواص زیرلایه میتواند در این انتخاب کمک بسزایی نماید. چون لایه بر سطح زیر لایه انباشت می شود لازم است که سطح زیرلایه عاری از هر گونه آلودگی، ناخالصی و نا همگنی باشد و میزان خلل و فرج این سطح به حداقل ممکن برسد. به همین منظور باید سطح زیرلایه قبل از لایه گذاری کاملاً تمیز و هموار گردد

الکتروانباشت در یک حمام که شامل الکترولیت و دو یا سه الکتروکد میباشد، انجام میشود. الکترولیت معمولاً آبی، غیرآبی یا ماده رسانای مذابی است که در آن جریان توسط حرکت یونهای فلزی عناصر مورد انباشت در مدار ایجاد میگردد. الکتروکدها معمولاً فلز، نیم فلز یا نیمرسانا هستند و میتوانند جامد یا مایع باشند. الکترولیت محلولی رسانا است که محیط بین الکتروکدها را در درون پیل تشکیل می دهد. الکتروکدهای مورد استفاده در این روش عبارتند از:

الکتروکد کار (WE) : الکتروکد کار می تواند یک ورقه فلزی یا یک لایه نازک فلزی نشانده شده روی یک نگهدارنده باشد که به پتانسیل منفی وصل می شود. در مجاورت این الکتروکد یونهای منفی با گرفتن الکترون از این چشمه سرشار از الکترون احیا شده و بر روی آن انباشت میشوند. این الکتروکد نباید تمایلی به واکنش شیمیایی با الکترولیت داشته باشد.

الکتروکد ثانویه (SE) : این الکتروکد به پتانسیل مثبت باطری وصل می شود و به همراه WE جریان مورد نیاز را فراهم میکند. در سلولهای آزمایشگاهی، الکتروکد ثانویه یک رسانای بسیار خوب مانند پلاتین است.

الکتروود مرجع (RE): به منظور کنترل اختلاف پتانسیل بین الکتروولیت و استفاده میشود. نقش این الکتروود فراهم ساختن انباشتی با کیفیت بالا از پتانسیلی ثابت روی سطح الکتروود کار نسبت به محلول مجاورش است. شکل (۳-۱) یک طرح شماتیک از این الکتروود نشان داده شده است.



شکل (۳-۱): طرح شماتیکی از الکتروود مرجع

کمیت‌های فیزیکی و شیمیایی مهمی وجود دارند که میتوانند بر کیفیت فیلم نازک تهیه شده به روش الکتروانباشت مؤثر باشند. این پارامترها شامل غلظت یونهای فلزی در الکتروولیت، دما و pH الکتروولیت، بهره جریان، پتانسیل انباشت، چگالی جریان، شکل هندسی و فاصله بین الکتروودها، مواد افزودنی و کمپلکس کننده‌ها (برای تغییر پتانسیل انباشت) و تمیزی سطح زیر لایه می باشند. هر یک از این پارامترها به نحوی می توانند رواراستی و خصوصیات لایه همانند اندازه دانه‌ها، خلل و فرج، استرس و چسبندگی، یکنواختی و ترکیب فیلم را تحت تأثیر قرار دهند.

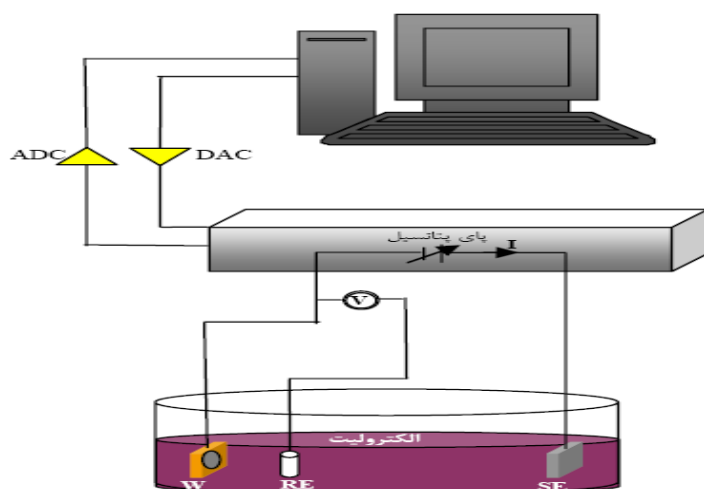
برای به دست آوردن الکتروانباشتی مناسب، ابتدا زیرلایه در حد اتمی سونش می شود و سپس به منظور کنترل مساحت ماده‌ی انباشت روی آن با ماسک پوشانده میشود. هر چه پتانسیل الکتروود منفی بیشتر گردد انرژی الکترونها رسانش بالاتر می‌رود. با اعمال پتانسیل منفی، الکترون‌ها انرژی لازم برای اشغال ترازهای ظرفیت یونهای فلزی را کسب میکنند و باعث جریان احیاء می گردند و یونهای فلزی به اتمهای فلزی احیاء شده و بر روی WE انباشت میگردند. طور مشابه واکنش معکوس با اعمال یک پتانسیل مثبت اتفاق می‌افتد و باعث کاهش انرژی الکترونها میگردد که در این حالت انتقال الکترونها به الکتروود صورت میگیرد و جریان اکسیداسیون را سبب میشود اتمهای فلزی در WE اکسید شده و در الکتروولیت حل می

$$m = \frac{qM}{nf}$$

شوند. جرم فلز انباشت شده با استفاده از قانون فارادی و از رابطه $m = \frac{qM}{nf}$ زیر تعیین می گردد. در این رابطه f ثابت فارادی، n و M به ترتیب ظرفیت و جرم اتمی فلز و q بار عبوری می باشند. ضخامت لایه انباشت شده از رابطه

$$D = \frac{qM}{nf\rho A}$$

بدست می آید (ρ جرم حجمی و A مساحت لایه انباشت شده می باشد). یک طرح شماتیک از سیستم الکتروانباشت در شکل (۳-۲) نشان داده شده است.



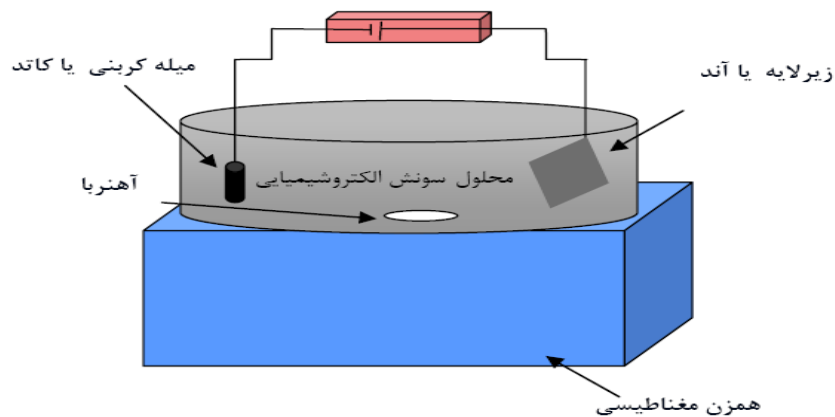
شکل (۲-۳) یک طرح شماتیک از سیستم الکتروانباشت

• نمودار CV (Cyclic Voltametry)

نمودار CV ابزاری قدرتمند برای مطالعه ی اولیه یک سیستم الکتروشیمیایی است و به وسیله آن می توان در مورد واکنش هایی که در الکترودها اتفاق می افتد اطلاعات مفیدی کسب کرد. در این تکنیک یک مولد موج ، ولتاژ الکتروود را بین دو مقدار V1 و V2 با آهنگ v به طور خطی روبش می کند (جریان کاتدی) سپس مولد جریان جهت روبش را عکس کرده و با همان آهنگ ولتاژ بین V1 و V2 را روبش می کند (جریان آندی). در واقع کامپیوتر جریان را به صورت تابعی از ولتاژ اعمال شده ذخیره می کند.

- آماده سازی زیرلایه (سونش مکانیکی و الکتروشیمیایی زیرلایه)

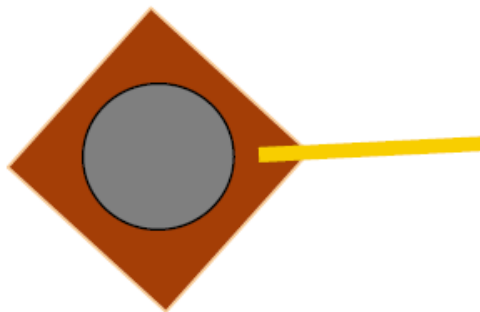
لازم است که سطح زیرلایه عاری از هر گونه آلودگی، ناخالصی و نا همگنی باشد و میزان خلل و فرج این سطح به حداقل ممکن برسد . به همین منظور باید سطح زیرلایه قبل از لایه گذاری کاملاً تمیز و هموار گردد. زیرلایه در دو مرحله مکانیکی و الکتروشیمیایی سونش می شوند. در سونش مکانیکی سطح زیرلایه توسط سمباده ای بسیار نرم به مدت نسبتاً طولانی صیقل داده می شود. پس از آن مطابق شکل زیر، زیرلایه مس با اسید فسفریک H_3PO_4 ۵۰٪ حجمی و تحت ولتاژ ۳-۱/۵ V به مدت ۳-۴ دقیقه در ظرفی از جنس پیرکس مثل بشر ۶۰۰ cc مورد سونش قرار می گیرد تا زمانیکه سطح زیرلایه به یک سطح یکنواخت و آینه ای تبدیل شود. پس از آن زیرلایه به ترتیب در H_3PO_4 ۲۰٪ ، ۱۰٪ ، آب مقطر و H_2SO_4 ۱۰٪ و در نهایت دوباره در در آب مقطر شسته و خشک میشود (طرح شماتیکی از فرایند سونش الکتروشیمیایی زیر لایه ها).



شکل (۳-۳): طرح شماتیکی از فرایند سونش الکتروشیمیایی زیر لایه ها

-عملیات ماسک زنی

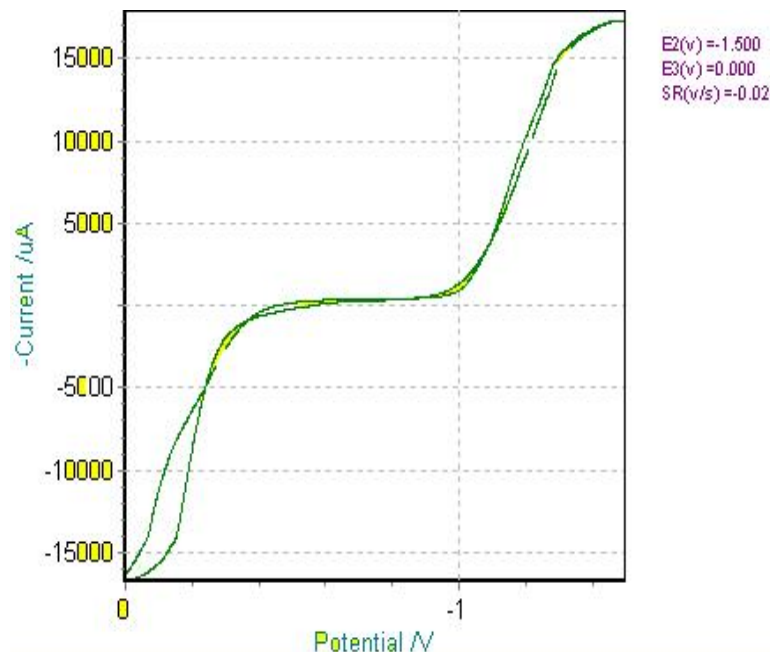
به منظور کنترل مساحت لایه نازک انباشت شده از چسب نواری به عنوان ماسک استفاده می گردد. مساحت مورد نظر جهت لایه گذاری با استفاده از تیغ تیزی به شکل دایره ای به شعاع ۱ cm از چسب نواری جدا شده سپس روی زیرلایه قرار می گیرد. برای برقراری اتصال الکتریکی از یک سیم مسی استفاده می شود که بین زیرلایه و چسب قرار می گیرد.



شکل (۳-۴): زیر لایه ماسک زده شده همراه با اتصال الکتریکی

-منحنی CV (Cyclic voltagram)

پس از عملیات ماسک زنی لازم است رفتار پتانسیودینامیکی الکترولیت جهت الکتروانباشت بررسی شود. بررسی این رفتار توسط منحنی CV انجام میشود.



شکل (۳-۵) نمودار پتانسیودینامیک به دست آمده برای زیرلایه Co با آهنگ روبش 0.02 V/S

❖ تهیه لایه های نازک لایه های نازک کبالت (Co) به روش الکتروانباشت

روشی که با آن لایه نشانی انجام می گیرد تحت پتانسیل ثابت است و تکنیک انجام آن CHC (chronocoulometry) انتخاب می شود. مراحل زیر را انجام دهید. مراحل انجام لایه نشانی به شرح ذیل می باشد:

الف) مقدار بار لازم انباشت شده روی الکتروود کار را براساس ضخامت دلخواه لایه مورد نظر و استفاده از قانون فاراده (رابطه

$$D = \frac{qM}{nf\rho A}$$

) محاسبه کنید. جرم اتمی و چگالی Co به ترتیب ۵۸/۹۳ گرم و ۸/۸۵ گرم بر سانتی متر مکعب است. ظرفیت کبالت ۲ و ثابت فارادی ۹۶۸۴۵ می باشند.

ب) مقدار بار لازم برای انباشت لایه ای به ضخامت ۱ میکرون را بدست آورید.

ج) از روی منحنی سیکلومتری (CV) جریان معادل ولتاژ ۱/۱- را بدست آورده و با توجه به رابطه $q=It$ مدت زمان لازم برای انباشت بار مورد نظر را تعیین کنید.

د) الکتروود کار (زیر لایه که شرح آن در قسمت آماده سازی زیر لایه داده شد) را به ورودی Working و الکتروود SE (پلاتین) را به ورودی Counter و الکتروود RE (کالومل اشباع) را به ورودی Reference دستگاه متصل کنید.

ه) فاصله بین الکتروود کار و الکتروود ثانویه را برابر ۵ سانتی متر قرار داده و الکتروود RE را بین این دو الکتروود و در فاصله ۱ سانتی متر از الکتروود کار قرار دهید.

و) وضعیت CHC را روی دستگاه انتخاب کرده و با فشردن دکمه E1 مقدار ولتاژ (۱/۱- ولت) و سپس با فشردن دکمه T1 مدت زمان محاسبه شده را وارد کنید. با فشردن کلید Run فرایند الکترو انباشت تا اتمام مدت زمان T1 انجام می شود.

ز) بلافاصله بعد از لایه نشانی الکتروود کار را از محلول خارج کرده و آن را با آب مقطر بشوید و با گاز نیتروژن خشک نمایید. با استفاده از یک تیغ تیز زیر لایه را از مفتول جدا کنید.

ح) نرم افزار BHP را اجرا نموده و از منوی Setup گزینه Receive graph را انتخاب نمایید و بر روی دکمه Receive کلیک کرده تا عبارت Waiting for Receive... را مشاهده نمایید. سپس دکمه Send را روی صفحه دستگاه الکترو انباشت فشار داده و نمودار جریان بر حسب زمان را دریافت کنید و آنرا ذخیره نمایید.

ط) پنجره های باز نرم افزار را ببندید. از منوی file گزینه Open را انتخاب کرده و فایل ذخیره شده خود را باز نمایید. از منوی Process گزینه Integration را انتخاب کنید. نمودار بار بر حسب زمان نمایش داده خواهد شد. بار انتگرال گیری شده از نمودار را با مقدار تئوری مقایسه کنید.

*در پایان تمام وسایل مورد استفاده را تمیز نموده و در محل اصلی خود قرار دهید.

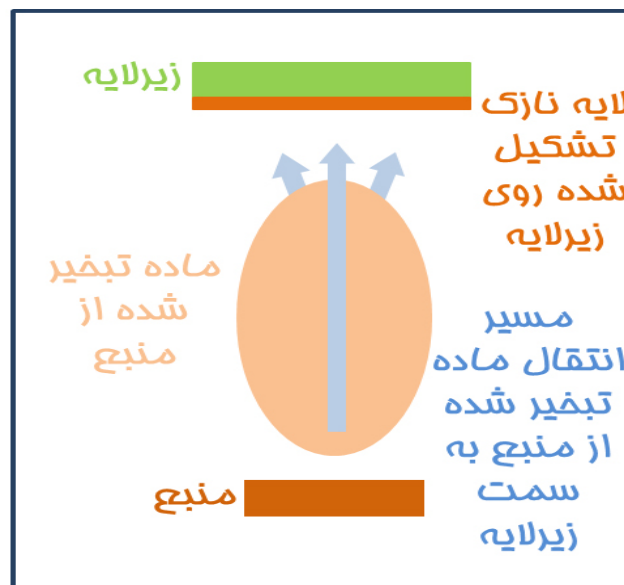
آزمایش شماره ۴: لایه نشانی بروش تبخیر حرارتی

• مقدمه

برای ایجاد پوشش هایی با کیفیت بالا می توان از روش های لایه نشانی فیزیکی بخار^۱ (PVD) استفاده کرد. روش تبخیر حرارتی مبتنی بر مقاومت الکتریکی یکی از انواع رایج در گروه روش های PVD محسوب می شود. برای رشد لایه های نازک فلز و نیمرسانا و عایق سه مرحله اصلی در فرایند لایه نشانی فیزیکی بخار وجود دارد: (الف) تبخیر ماده منبع؛ (ب) انتقال بخار از منبع به ماده ای (زیرلایه) که می خواهیم لایه نشانی روی آن انجام شود و (ج) تشکیل لایه نازک روی زیرلایه با انباشت بخار منبع مورد نظر. با کنترل مقدار ماده انباشت شده می توان ضخامت لایه را تنظیم کرد.

• لایه نشانی به روش تبخیر حرارتی

لایه نشانی به روش تبخیر حرارتی فرآیندی است که در محیط خلاء و به کمک اعمال جریان الکتریکی برای تبخیر ماده صورت می گیرد و هدایت و انتقال ماده تبخیر شده به سمت زیرلایه بر اساس اختلاف فشار میان محلی که ماده و زیرلایه قرار دارد، اتفاق می افتد. پارامترهایی که معمولاً در این نوع لایه نشانی کنترل میشوند عبارتند از: محفظه خلا و دمای بوته ای که ماده منبع در آن قرار می گیرد. در این روش، ماده منبع که به عنوان پوشش استفاده می شود (مانند یک قطعه فلز) در یک (بوته) که با نام قایقک یا فیلامان نیز شناخته می شود و از جنس فلزات مقاوم است، قرار می گیرد. با عبور جریان برق از بوته و داغ شدن ماده منبع و سپس تبخیر آن در محیط خلاء، به دلیل اختلاف فشاری که بین محل بوته و محل زیرلایه وجود دارد، یک لایه نازک بر روی زیرلایه انباشت می شود. این روش پیشتر در اوایل قرن بیستم به منظور ساخت آینه های فلزی از آلومینیوم یا نقره یا قطعات ماشین آلات مورد استفاده قرار می گرفت. در شکل ۱ سه مرحله اصلی در فرایند لایه نشانی فیزیکی بخار نشان داده شده است.



محفظه خلا

شکل ۱- طرح وارده سه مرحله اصلی در هر فرایند لایه نشانی فیزیکی بخار (PVD)؛ تبخیر منبع؛ انتقال ماده تبخیر شده از بوته به سمت زیرلایه انباشت ماده تبخیر شده روی زیرلایه و تشکیل لایه نازک.

¹ Physical vapor deposition

فرایند لایه نشانی در این روش باید تحت شرایط خلا انجام شود زیرا برای تبخیر حرارتی دمای بسیار بالایی نیاز است و معمولاً در دمای بالا هر فلز واکنش پذیری، در مجاورت اکسیژن، اکسید می شود. از سوی دیگر حضور و در نتیجه برخورد مولکول های سایر گازها در مسیر انتقال ماده تبخیر شده از منبع به زیرلایه موجب می شود که نرخ لایه نشانی کاهش یافته و مانع از تشکیل لایه های با چگالی بیشتر شود. درحالیکه در شرایط خلا تعداد مولکول ها کاهش می یابد و میزان برخورد مولکول های ماده منبع با مولکول های موجود در محفظه، کاهش می یابد.

چون گرمای چگالش توسط زیر لایه جذب میشود لذا گرمایی که در فرایند لایه نشانی به روش تبخیر حرارتی ایجاد میشود می تواند بسیار زیاد باشد، به طوری که اگر زیرلایه پلاستیکی بوده یا دمای ذوب آن پایین باشد، هنگام پوشش دهی و در حین لایه نشانی ممکن است ذوب شود. با انجام آزمایش های مختلف و تنظیم فاصله مناسب بین منبع و زیرلایه می توان گرمای ایجاد شده را کنترل کرد تا مانع از ذوب شدن زیرلایه شد. تبخیر ماده منبع با استفاده از گرمای حاصل از مقاومت الکتریکی ساده ترین روش در میان روش های تبخیر حرارتی است که در محفظه خلا انجام می شود. با اعمال و گذر جریان الکتریکی از قایقک که در واقع یک نوع مقاومت الکتریکی است، دمای آن افزایش می یابد و در نتیجه ماده منبع که در داخل آن قرار دارد، را تبخیر کند.

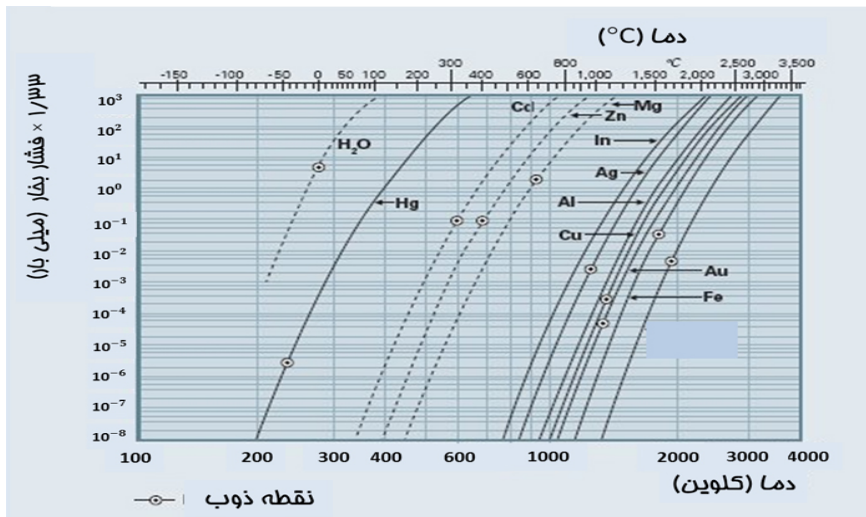
در این روش ولتاژ پایین و جریان بالا به محفظه خلا اعمال می شود. با عبور جریان الکتریکی دمای قایقک معمولاً از ۱۰۰۰ تا ۲۰۰۰ درجه سانتیگراد افزایش می یابد. دمای لازم برای تبخیر چند نمونه ماده فلزی در جدول ۱، گزارش شده است.

دمای تبخیر (°C)	ماده منبع
۱۵۱۶	مس
۱۸۴۸	نیکل
۱۳۹۰	آلومینیوم
۳۲۵	روی
۱۶۱۲	کروم

جدول ۱ - دمای مورد نیاز برای تبخیر چند نمونه ماده فلزی

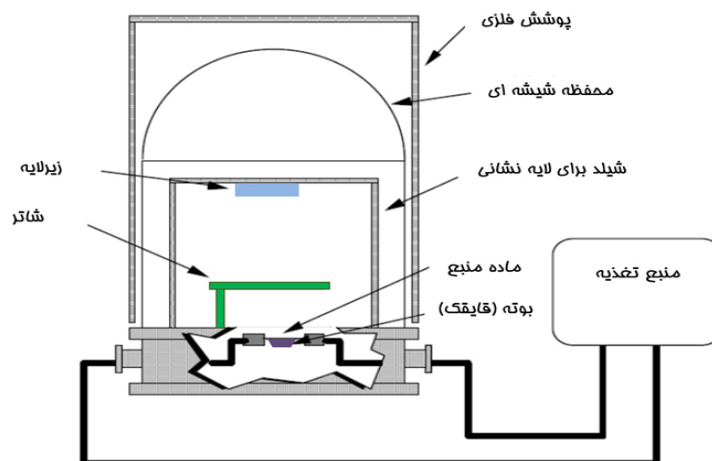
با توجه به فشار بخار ماده منبع تبخیر مواد حتی در دمای اتاق نیز ممکن است اتفاق بیفتد و اعمال گرمای بیشتر منجر به تسریع فرایند تبخیر می شود. فشار بخار به فشار تعادلی اطلاق می شود که در آن فشار تعداد مولکولهای آزاد از سطح ماده با تعداد مولکولهایی که به سطح آن برمیگردند برابر باشد. فشار بخار تابع دماست و با افزایش دما افزایش میابد. هر چه فشار فضای بالای ماده کمتر باشد تبخیر آن در دماهای پایینتری صورت میگیرد. در شکل ۲ نمودار فشار بخار تعادلی بر حسب دما برای بعضی از مواد داده شده است. با استفاده از منحنی فشار بخار مواد و بر اساس فشاری که در محفظه لایه نشانی ایجاد شده است، می توان مقدار دمای مورد نیاز برای تبخیر شدن ماده منبع را تخمین زد. برای تخمین دمای قایقک می توان از رابطه زیر استفاده کرد:

$$\rho = i^2 \rho(0) \left[\frac{T}{T(0)} \right]^n \frac{L}{Ac} \quad (1)$$



شکل ۲- نمودار فشار بخار تعادلی تعدادی از فلزات مختلف بر حسب دماها.

در رابطه (۱) جریان الکتریکی i ، مقاومت الکتریکی در دمای مرجع $\rho(0)$ ، طول قایقک L ، مساحت سطح مقطع قایقک A_c ، و $T(0)=293\text{ K}$ و n کمیت ثابتی که معمولاً مقدار آن را 1 در نظر می‌گیریم می‌باشند. شکل ۳ طرح واژه محفظه ای را که برای ایجاد لایه های نازک به روش تبخیر حرارتی با استفاده از مقاومت الکتریکی استفاده می‌شود، نشان می‌دهد. تبخیر حرارتی معمولاً در شرایط خلا بالا (فشار بین 10^{-3} تا 10^{-9} میلی بار) و حتی خلا بسیار بالا (فشار بین 10^{-9} تا 10^{-12} میلی بار) انجام می‌شود.



شکل ۳- طرح واژه ای از یک محفظه خلا که برای ساخت لایه نازک به روش تبخیر حرارتی استفاده میشود.

فیلامان ها یا قایقک هایی که برای قرار دادن ماده منبع استفاده می‌شوند معمولاً از جنس تنگستن، مولیبدن (Mo)، تانتالیوم (Tn)، برونیتريد (BN) و سرامیک و یا آلیاژی از این نوع مواد است. فیلامان ها بایستی نقطه ذوب بالا داشته باشد و قابلیت حل شدن آن در ماده منبع پایین باشد تا با ماده منبع آلیاژ تشکیل ندهند و همچنین در برابر شوک های حرارتی مقاوم باشد. بعلاوه این فیلامان ها بایستی در برابر گازهای موجود در محیط غیرفعال باشند. فیلامان ها به شکل های مختلفی ساخته میشوند. در شکل ۴ از شکل قایقکهایی که در روش تبخیر حرارتی استفاده میشوند نشان داده شده است.



شکل ۴- بعضی از انواع بوته هایی که در لایه نشانی به روش تبخیر حرارتی به کار گرفته می شوند.

در جدول ۲ نیز نقطه ی ذوب بعضی از انواع قایقکهایی که در روش تبخیر حرارتی مورد استفاده قرار میگیرند گزارش شده است.

جنس قایقک	تنگستن	مولیبدن	تانتالیوم
دمای ذوب	۲۴۲۲ °C	۲۶۲۳ °C	۳۰۲۰ °C

جدول شماره ۲



شکل ۵- دستگاه تبخیر حرارتی مستقر در آز رشد بلور دانشکده فیزیک

در شکل ۵ دستگاه تبخیر حرارتی مستقر در آزمایشگاه رشد بلور دانشگاه صنعتی شاهرود نشان داده شده است. این دستگاه مجهز به یک ضخامت سنج کوارتز با دقت اندازه گیری یک نانومتر شامل اسیلاتور و نگهدارنده بلور کوارتز با قابلیت اندازه گیری ضخامت در حین فرآیند لایه نشانی میباشد. سایر تجهیزات این دستگاه شامل یک پمپ روتاری به عنوان پشتیبان ، یک پمپ دیفیوژن ، یک فشارسنج ترکیبی پیرانی و پنینگ میباشد.

❖ سنتز لایه های نازک مس بر روی زیر لایه های شیشه ای بروش تبخیر حرارتی

مراحل انجام لایه نشانی به شرح ذیل می باشد:

الف) ابتدا زیر لایه های شیشه ای را که در اختیار دارید را شستشو داده و پس از خشک کردن در محل مناسب قرار دهید. برای اطلاع از نحوه تمیز کردن زیر لایه ها به صفحه ۶ دستور کار مراجعه شود.

ب) محفظه دستگاه را کاملاً تمیز نموده بوته ای که در اختیار شما قرار داده شده است (تنگستنی یا مولیبدن) را در محل مخصوص بوته در دستگاه قرار دهید و پس از آن مقدار ۰٫۱ گرم از ماده منبع (ورقه یا پودر مس) را در داخل بوته بریزید.

ج) اکنون زیر لایه ها را بر روی محل قرارگیری آنها که در قسمت بالای دستگاه می باشد قرار داده و محفظه شیشه ای را نیز بر روی کل مجموعه قرار دهید. در صورت نیاز میتوان از گریس مخصوص خلاء برای خلاء سازی بهتر سیستم استفاده نمود.

مراحل راه اندازی سیستم خلاء سازی و انجام عملیات لایه نشانی بترتیب زیر می باشد:

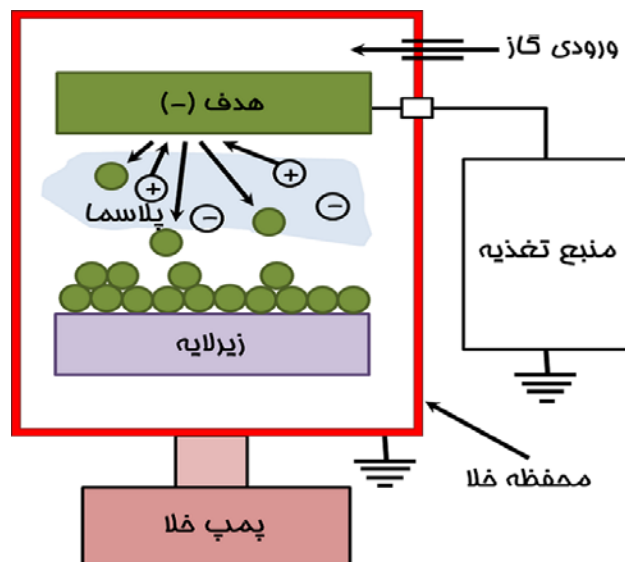
- پمپ روتاری را با فشردن دکمه روشن (ON) روشن کنید.
- خلاء سنج پیرانی را با فشردن دکمه روشن (on) روشن نمایید. این فشار سنج ، فشار مسیر پشتیبان و اولیه را نشان می دهد. (به محل نصب سنسور آن توجه نمایید) .
- بعد از چند لحظه شیر خلاء مسیر پشتیبان را با فشردن دکمه روشن (on) کلید مربوطه روشن نمایید تا پمپ مکانیکی پشت پمپ جت بخار را تخلیه کند، در این حالت فشارسنج پیرانی فشار پشت پمپ جت بخار را نشان می دهد.
- پس از مدت کوتاهی (حدود ۱ دقیقه) که فشار پشت پمپ جت بخار به حدود $4 \times 10^{-2} \text{ mbar}$ رسید شیر مسیر پشتیبان را بسته و مسیر خلاء اولیه را باز کنید. در این حالت پمپ روتاری هوای درون محفظه را تخلیه کرده و یک خلاء مقدماتی در آن ایجاد می کند. هنگامی که فشارسنج پیرانی به کمتر از 10^{-1} mbar رسید (معمولاً این مرحله حدود ۲ تا ۳ دقیقه طول می کشد) شیر مسیر اولیه را بسته و مسیر پشتیبان را باز نمایید.
- شیر آب خنک کننده جت بخار را باز کنید، به طوری که جریان آب آن حدود نیم لیتر بر دقیقه (و یا کمی بیشتر) باشد .
- با فشردن دکمه روشن (on) کلید پمپ جت بخار آنرا روشن کنید.
- بعد از روشن کردن پمپ جت بخار، حدود ۲۰ دقیقه صبر کنید و سپس دستگیره شیر اصلی را به سمت باز (open) بچرخانید (تا دریچه پمپ جت بخار باز شده و پمپ جت بخار محفظه را تخلیه نماید) در ضمن باز کردن دریچه جت بخار به درجه فشارسنج پیرانی نگاه کنید و کنترل کنید که فشار سنج پیرانی بیشتر از $2 \times 10^{-1} \text{ mbar}$ را نشان ندهد.
- با فشردن دکمه روشن (on) کلید خلا سنج پینینگ، آنرا روشن نمایید. این خلاءسنج ، فشار محفظه را نشان می دهد.
- از زمان باز کردن دریچه پمپ جت بخار، فشار محفظه تقریباً پس از ۳۰ دقیقه به حدود 10^{-5} mbar می رسد. در این مدت می توانید تنظیم های دستگاه ضخامت سنج را انجام دهید.

- هنگامی که فشار محفظه به حداقل حدود $10^{-5} mbar$ رسید، می توانید تبخیر را شروع کنید. برای این منظور، ابتدا شیر آب خنک کننده بلور ضخامت سنج را باز کرده و ضخامت سنج را در حالت شروع (Start) قرار دهید، کلید جریان و ولتاژ قایقک را که بر روی صفحه جلوی دستگاه قرار دارند را روشن نمایید. پس از اطمینان از اینکه درجه منبع تغذیه روی صفر است، کلید اصلی جریان را روشن کنید. در این حالت شما می توانید با چرخاندن دستگیره کنترل جریان که در سمت چپ دستگاه قرار دارد میزان جریان را افزایش دهید.
 - پس از انجام و اتمام عملیات لایه نشانی، بهتر است فشارسنج پینینگ منبع جریان و ضخامت سنج را خاموش کنید و سپس شیر اصلی را در حالت بسته قرار دهید. جریان آب خنک کننده بلور ضخامت سنج را نیز قطع نمایید.
 - پمپ جت بخار را خاموش کنید. جریان آب پمپ جت بخار باید حداقل به مدت ۳۰ دقیقه (از لحظه خاموش کردن آن) برقرار باشد تا پمپ به طور کامل سرد شود.
 - پس از گذشت حداقل ۱۰ دقیقه از لحظه پایان تبخیر، می توانید با هوادهی به داخل محفظه نمونه ها را از داخل محفظه خارج نموده و مجدداً محافظ آن را روی دستگاه قرار دهید.
- دستگیره شیر اصلی را در حالت بسته (Closed) قرار دهید. پمپ روتاری را خاموش نموده، و فیوزهای دستگاه را نیز قطع نمایید. در انتها جریان خنک کننده پمپ جت بخار را نیز قطع نمایید.

*در پایان تمام وسایل مورد استفاده را تمیز نموده و در محل اصلی خود قرار دهید.

آزمایش شماره ۵: لایه نشانی به روش کندوپاش (Sputtering)

مقدمه: در لایه نشانی به روش کندوپاش سطح ماده هدف (target) توسط ذرات با انرژی حدود ۵۰ تا ۱۰۰۰ الکترون ولت بمباران می شود. در نتیجه این عمل اتم های ماده هدف به بیرون از آن پرتاب می شوند. مانند سایر روش های لایه نشانی فیزیکی تحت شرایط خلا، روش کندوپاش نیز شامل مراحل: تبخیر ماده منبع؛ انتقال بخار از منبع به زیرلایه و تشکیل لایه نازک روی زیرلایه مورد نظر می باشد. در روش کندوپاش، برای این که ماده هدف به فاز بخار خود منتقل شود، می توان از برهم کنش فیزیکی ذراتی که به ماده هدف برخورد می کنند استفاده نمود. ماده هدف که به ولتاژ منفی متصل است، نقش کاتد را ایفا می کند. با بمباران و برخورد ذرات پر انرژی به سطح ماده هدف، اتم ها یا مولکول های آن از سطح جدا شده و به بیرون پرتاب می شوند و در میدان ایجاد کننده پلاسما شتاب می گیرند. زیرلایه به ولتاژ مثبت متصل است و در واقع آند است و لایه ای از جنس هدف روی آن انباشت می شود. این روش برای ایجاد پوشش و ساخت لایه های نازکی که کاربردهای اپتیکی، ذخیره سازی مغناطیسی دارند، مناسب است. در شکل زیر طرح واره ای از سیستم کندوپاش نشان داده شده است.



طرح واره ای از یک سیستم کندوپاش

• شرح کار با دستگاه کندوپاش

سوئیچ اصلی تغذیه که در جداره جانبی دستگاه قرار دارد را در وضعیت ON قرار دهید. در این زمان صفحه نمایش سیستم روشن خواهد شد. کلید start را برای ورود به صفحه اصلی فشار دهید.



صفحه ورودی

تمامی پارامترهای خلاء و لایه‌نشانی در صفحه اصلی (Main Page) قابل مشاهده می‌باشند. بخش‌های مختلف این پنجره شامل دو بخش کلی است، یکی آیتم‌هایی که به کمک آنها می‌توان به سیستم فرمان داد و دیگری آیتم‌هایی که فقط نمایشگر هستند.

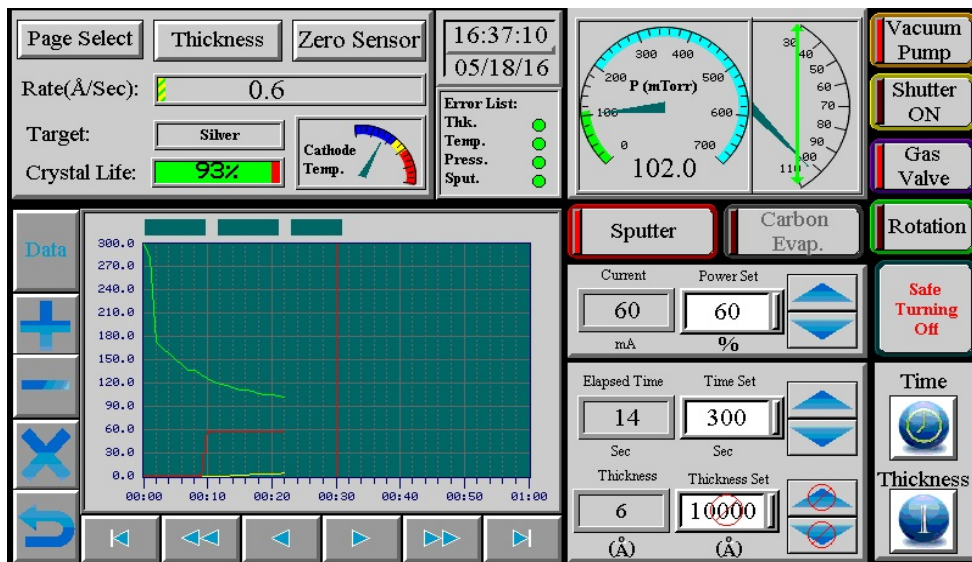
مراحل فرمان دادن به سیستم عبارتند از :

- ۱) فعال کردن پمپ خلأ (Vacuum Pump)
- ۲) باز و بسته کردن شاتر (Shutter)
- ۳) تنظیمات مربوط به نوع تارگت و ضخامت سنج (Thickness)
- ۴) فعال کردن شیرهای الکتریکی قبل از شیر سوزنی (Gas Valve)
- ۵) چرخش زیر لایه (Rotation)
- ۶) آغاز فرایند اسپاترینگ (Sputter)
- ۷) روشن و یا خاموش کردن منبع تغذیه جریان بالا در مد لایه‌نشانی کربن (Carbon Evap.)
- ۸) انتخاب مدت زمان لایه‌نشانی (Time)
- ۹) انتخاب لایه‌نشانی بر اساس ضخامت (Thickness)
- ۱۰) صفر کردن ضخامت لایه قبلی (Zero Sensor)
- ۱۱) ورود به صفحات بعدی (Page Select)
- ۱۲) حفظ امنیت داده‌های ذخیره شده روی دستگاه در حین لایه‌نشانی قبل از خاموش کردن سیستم کلید Safe Turning off را بزنید.

● آیتمهای نمایشگر:

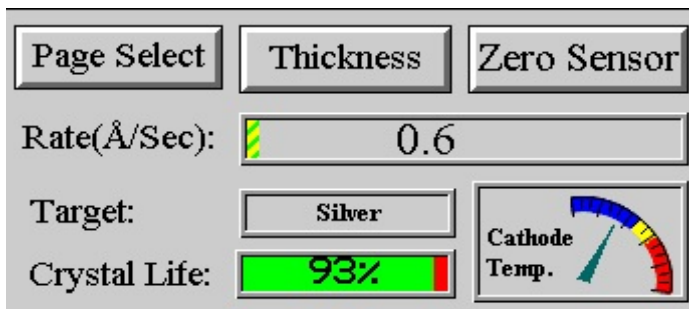
- ۱- نمایشگر فشار
- ۲- نمایشگر دما، زمان و ساعت
- ۳- نمایشگر نمودارهای ضخامت و فشار
- ۴- نمایشگر تنظیمات ضخامت‌سنج

۵- لیست خطاها (Error List): در این قسمت از صفحه اصلی پارامترهای مهم برای شروع فرایند اسپاترینگ آورده شده اند و در صورتی که هر کدام از این پارامترها شرط لازم برای شروع و یا ادامه فرایند اسپاترینگ را بر آورده نسازند چراغ مربوط به آن ها به رنگ قرمز در می آید.



پنجره اصلی (Main page)

• تنظیمات مربوط به ضخامت سنج



نمایشگر تنظیمات ضخامت سنج در پنجره اصلی

دستگاه DSR1 با استفاده از یک ضخامت سنج کریستالی، اندازه ضخامت لایه نشانده شده بر روی زیرلایه را نشان می دهد. این ضخامت سنج می تواند ضخامت لایه های مختلف بر روی هم را اندازه گیری کند. کریستال کوارتز این ضخامت سنج، یک کریستال با فرکانس ۶ مگاهرتز است و زمانی که سطح کریستال به وسیله اتم های اسپاتر شده پوشیده می شود، فرکانس اولیه آن (Starting frequency) کاهش می یابد. مدار شمارنده فرکانس، تغییرات فرکانس را محاسبه می کند و آن را به ضخامت تبدیل می نماید. ضخامت سنج براساس دو حالت **زمانبندی شده** و **ضخامت** می تواند استفاده شود. در حالت **زمانبندی شده**، فرآیند لایه نشانی براساس مدت زمان مورد نظر برای انجام عمل

تنظیم می شود. در این حالت ضخامت سنج فعال می باشد و ضخامت لایه را اندازه گیری می نماید و پس از رسیدن به زمان تعیین شده منابع تغذیه خاموش می شوند. در حالت انتخاب آیتم ضخامت، مقدار ضخامت مورد نظر در تنظیمات ضخامت سنج انتخاب می شود و زمانی که ضخامت لایه نشانده شده به ضخامت مورد نظر رسید، فرآیند لایه نشانی به طور خودکار متوقف می گردد. لازم است تا کاربر پیش از شروع لایه نشانی جدید، کلید zero sensor را زده تا ضخامت قبلی صفر گردد. گزینه Crystal life عمر باقی مانده کریستال کوآرتز ضخامت سنج را نشان می دهد. و قبل از اتمام عمر کریستال کاربر باید به فکر تامین آن باشد.

اگر کاربر در نظر دارد که ماده جدیدی را به عنوان تارگت استفاده نماید، لازم است تا در بخش تنظیمات ضخامت (Thickness)، در منوی Target Set تارگت صحیح را انتخاب نماید.

Start Frequency : 5985918
 Frequency : 5985917
 Thickness (Å) : 0
 Crystal Status : >>
 Crystal Life: 97%
 Thickness Meter Zero Sensor
 Target Set Gold Target Density 19.32 gr/cm³ Close

پنجره ضخامت سنج جهت انجام تنظیمات

Select Target Respect to the Density :

Au : 19.32	C : 1.95	Pt/Pd(60/40) : 19.56
Ag : 10.5	Au/Pd(60/40) : 16.4	Custom
Pt : 21.45	Pd/Pt(60/40) : 15.8	
Cu : 8.96	Ir : 22.42	
Cr : 7.15	Pd : 12.02	

Gold
 Target
 19.32
 Target Density gr/cm³
 Tooling Factor
 1.000
 OK

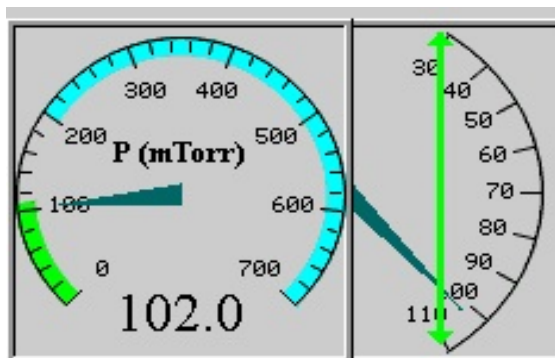
پنجره انتخاب تارگت

در پنجره انتخاب تارگت گزینه ای به نام Tooling factor وجود دارد. این پارامتری است که براساس فاصله نگهدارنده نمونه از کف محفظه و زاویه زیرلایه نسبت به تارگت تنظیم میشود. این فاکتور هندسی تاثیر مستقیم بر روی ضخامت قرائت شده توسط دستگاه دارد. با توجه به اینکه محل قرار گیری زیر لایه نسبت به محلی که سنسور

ضخامت سنج قرارداد متفاوت است لذا بایستی ضخمت سنج کالیبره گردد به این منظور یک نمونه را با فلزی مانند طلا با ضخامت حدود ۱۰ نانومتر پوشش داده و سپس با دستگاه الیپسومتر ضخامت اندازه گیری میگردد، عدد به دست آمده اگر ۱۰ نانومتر باشد عدد تولیدینگ فاکتور ۱ خواهد بود و اگر مثلاً ۲۰ نانومتر بود باید تولیدینگ فاکتور روی عدد ۲ تنظیم گردد. در صورتی که ضخامت سنج دقیقاً بین دو کاند قرار گیرد عدد صحیح فاکتور هندسی (Tooling Factor) برای این دو کاند قابل استفاده می باشد ولی برای کاند سوم که دورترین فاصله را نسبت به ضخامت سنج دارد باید فاکتور هندسی به صورت جداگانه محاسبه و اعمال گردد.

• فعال سازی کلید Vacuum pump روی صفحه اصلی

در صورتی که نشت وجود نداشته باشد فشار سیستم در مدت ۳ دقیقه باید به ۷۰ میلی تور برسد. برای اولین بار ممکن است این زمان به ۶ دقیقه هم افزایش یابد. بهترین فشار برای اسپاترینگ بین ۵۰ تا ۷۰ میلی تور است. دقت نمایید که کلید اسپاترینگ فقط در صورتی که فشار کمتر از ۲۰۰ میلی تور باشد فعال می شود. فشار داخل محفظه به صورت دیجیتال و آنالوگ روی صفحه اصلی نمایش داده می شود. (شکل ۶-۵)



نمایشگر فشار در صفحه اصلی

• روشن کردن کلید Gas Valve از روی صفحه اصلی به منظور باز شدن شیر الکتریکی

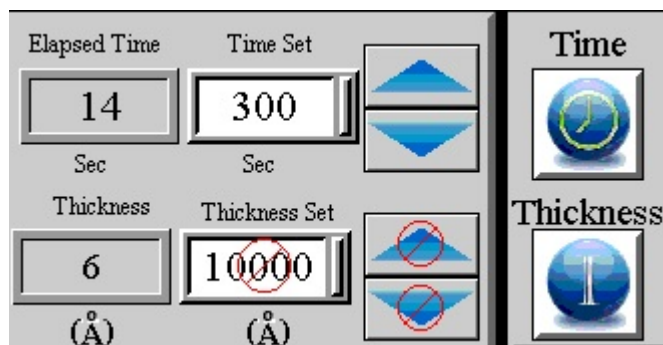
فرایند اسپاترینگ می تواند در محیط گاز آرگون و یا هوا انجام پذیرد ولی به منظور جلوگیری از اکسید شدن تارگت، توصیه می شود از گاز آرگون استفاده شود. به منظور جلوگیری از آسیب این شیر بعد از ۱۵ دقیقه به صورت خودکار بسته می شود.

• با کمک شیر سوزنی فشار داخل محفظه را تنظیم کنید. این شیر بسیار حساس است در هنگام استفاده از آن دقت کنید.

برای خروج گازهای اضافه از محفظه توصیه می شود ابتدا فشار محفظه را با استفاده از گاز آرگون تا ۴۰۰ میلی تور افزایش داده و به مدت ۳۰ ثانیه در این فشار نگه دارید. سپس محفظه را خلاء کرده و مجدد برای انجام اسپاترینگ گاز آرگون وارد محفظه کنید.

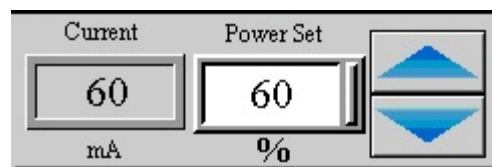
• انتخاب مد لایه نشانی (بر اساس ضخامت یا زمان)

فرایند لایه نشانی می تواند بر اساس ضخامت یا زمان انجام شود. در صورتی که سیستم به ضخامت و یا زمان تنظیم شده برسد، لایه نشانی به صورت اتوماتیک متوقف می شود.



تنظیمات مربوط به زمان و ضخامت در پنجره اصلی

- تنظیم توان کندوپاش



تنظیمات مربوط به توان در صفحه اصلی

- انجام لایه نشانی و مشاهده پارامترهای مربوط به فرایند

بعد از انجام مراحل بالا، کلید **Sputter** را فشار دهید. پلاسمای صورتی رنگی در محفظه ایجاد می شود. در صورتی که توان مناسبی انتخاب شده باشد، فرایند لایه نشانی آغاز خواهد شد. با شروع لایه نشانی نمودار زرد رنگ در صفحه اصلی به نمایش در می آید. اطلاعات مربوط به ضخامت، فشار و جریان در حین فرایند اسپاترینگ به صورت های زیر قابل مشاهده می باشد.

- نمودارهای فشار و ضخامت

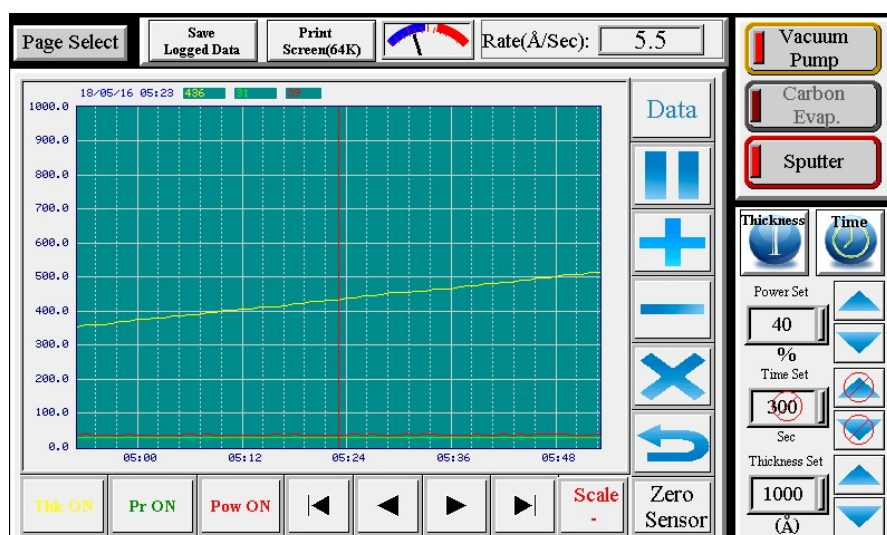


نمایشگر تنظیمات ضخامت و فشار در پنجره اصلی

در پنجره اصلی، نمودارهای ضخامت و فشار در حین فرآیند لایه‌نشانی به نمایش در می‌آیند و با کلیدهایی که در سمت چپ این بخش وجود دارند می‌توان نمودارها را فشرده‌تر و یا بازتر نمود. با کلیدهای قرار گرفته در پایین این قسمت می‌توان نمودارها را به جلو یا عقب برد.

● پنجره داده‌ها (Logger Page)







در پنجره داده‌ها، علاوه بر به نمایش در آمدن پارامترهای اصلی لایه‌نشانی مانند ضخامت، زمان و نرخ لایه‌نشانی، می‌توان نمودارها را بهتر مشاهده کرد. همچنین می‌توان اطلاعات و نمودارها را با فشردن کلید Save logged Data یا Print screen ذخیره نمود. در این پنجره، مقیاس نمودارها را می‌توان با فشردن دکمه Scale تغییر داد. (شکل ۵-۱۰). خط قرمز عمودی در این پنجره دارای قابلیت جابجایی در راستای محور افقی می‌باشد، اگر کاربر این خط را لمس نماید و آن را حرکت دهد، اطلاعات نمودارها در دو مستطیل کوچک بالای نمودار، به نمایش در می‌آیند.



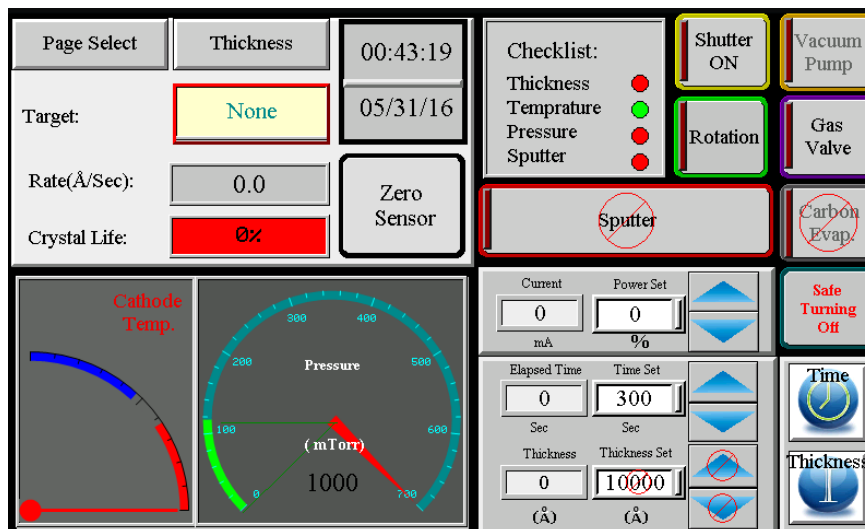
پنجره داده‌ها

در این پنجره نمودار زرد رنگ نشان دهنده ضخامت و نمودار سبز رنگ نشان دهنده فشار هستند. توضیحات علائم سمت راست نمودار آمده است.

علائم نوار ابزار عمودی نمودار

	Change graphs to data
	Start to draw the graphs
	Decompressed the graphs step by step
	Compressed the graphs step by step
	Delete the graphs
	Decompressed the graphs completely

• پنجره عملیاتی (Operational Page)



The Operational Page interface includes several key components:

- Page Select:** A dropdown menu currently set to 'Thickness'.
- Target:** A dropdown menu set to 'None'.
- Rate (Å/Sec):** A numeric input field set to '0.0'.
- Crystal Life:** A red indicator showing '0%'.
- Checklist:** A vertical list of indicators for Thickness (red dot), Temperature (green dot), Pressure (red dot), and Sputter (red dot).
- Buttons:** 'Shutter ON', 'Vacuum Pump', 'Rotation', 'Gas Valve', 'Carbon Evap.', 'Safe Turning Off', 'Time', and 'Thickness'.
- Gauges:** 'Cathode Temp.' (arc gauge), 'Pressure (mTorr)' (circular gauge with needle at 1000), 'Current (mA)' (0), 'Power Set (%)' (0), 'Elapsed Time (Sec)' (0), 'Time Set (Sec)' (300), 'Thickness (Å)' (0), and 'Thickness Set (Å)' (10000).

پنجره عملیاتی

در این پنجره پارامترهای مهم لایه‌نشانی به شکل جدیدی به نمایش درآمده‌اند و کاربرانی که علاقه به گراف ندارند در این پنجره کار خواهند کرد.

❖ سنتز لایه های نازک مس بروش کندوپاش

مراحل انجام لایه نشانی به شرح ذیل می باشد:

- ۱- تارگت (منبع) مس را در محل مربوطه، قرار داده و آن را در جای خود محکم کنید (برای جلوگیری از آلودگی، حتما از دستکش یکبار مصرف استفاده کنید).
- ۲- زیر لایه های شیشه ای تمیز را روی نگهدارنده زیر لایه قرار داده و در دستگاه را ببندید. برای اطلاع از نحوه تمیزکردن زیر لایه ها به صفحه ۶ دستور کار مراجعه شود.
- ۳- پمپ روتاری را روشن کرده و فشار را به کمتر از ۱۵۰ میلی تور برسانید.
- ۴- از قسمت ضخامت سنچ روی مانیتور، چگالی مربوط به مس را انتخاب کنید.
- ۵- در قسمت ضخامت مقدار ۱۰۰ آنگستروم را تعیین کنید.
- ۶- جریان ۳۰ میلی آمپر را از قسمت جریان در صفحه نمایشگر تنظیم کنید.
- ۷- کلید Sputtering را برای شروع لایه نشانی فعال کنید.
- ۸- بعد از اتمام کار، کلید Vacuum Pump روی صفحه اصلی را به منظور خاموش کردن پمپ و هوادهی محفظه خلاء بزنید.
- ۹- در صورتی که نیاز باشد تا نمونه تحت خلاء نگهداری شود، بعد از اتمام فرایند لایه نشانی شیر اصلی کپسول گاز آرگون را بسته و شیر آبی رنگ روی جداره جانبی دستگاه را ببندید. سپس کلید تغذیه اصلی دستگاه را در حالی off قرار دهید.
- ۱۰- پس از اتمام لایه نشانی و برداشتن نمونه به منظور جلوگیری از بازگشت روغن از پمپ به داخل محفظه خلا، شیر آبی رنگ روی جداره دستگاه را در وضعیت بسته قرار دهید.

*در پایان تمام وسایل مورد استفاده را تمیز نموده و در محل اصلی خود قرار دهید.