Archive of SID

ساخت نانو ذرات تیتانیوم به روش فیزیکی GLAD

فرخی پور، سعیده و ثابت داریانی، رضا و مرتضی علی، عبدالله

گروه فیزیک، دانشگاه الزهرا

چکیده

هدف از این مقاله، ارائه یک روش فیزیکی برای ساخت نانوذرات تیتانیوم بر روی یک زیر لایه شیشه ای می باشد. روش فیزیکی مورد استفاده روش GLAD "Glancing Angle Deposition" نامیدهمی شود که برای اولین بار در سال ۱۹۹۸ توسط یک گروه تحقیقاتی کانادایی ارائه گردید [1,8,9]. برای اینکه لایه نشانی دقیق و قابل کنترل باشد از روش گرمادهی پرتو الکترونی (Electron beam heating) استفاده گردید. عکسهای SEM از مقطع بالا و مقطع عرضی نمونه های ساخته شده ، تایید کننده ساخت نانوذرات تیتانیوم می باشد.

Fabrication of Ti NanoParticle by GLAD Physics Method

S. Farokhipoor, R. S. Dariani, and A. MortezaAli
Department of Physics, Alzahra University

Abstract

The aim of this paper is presenting physical method of fabrication Ti nanoparticle on glass substrate. The physical method has been used called Glancing Angle Deposition (GLAD) that for first time submitted by a Canadian research group [1]. For precise and controllable evaporation, electron beam heating method has been used. SEM micrographs from Top and Cross-section views of samples confirmed the fabrication of Ti nanoparticles.

www.SID.ir

Archive of SID

مقدمه

در این مقاله به بررسی نحوه ساخت نمونه های نانوذرات تیتانیوم به روش فیزیکی GLAD می پردازیم. ابتدا، به چگونگی ساخت نمونه ها و سپس به تصاویر SEM گرفته شده از آنها می پردازیم.

چگونگی روش GLAD

مبتکران روش GLAD، نمونه ها را در قاعده دستگاه قرار می دهند و شار ماده ای که قرار است با آن لایه نشانی انجام شود را تحت زاویه ای خاص به نمونه اعمال می کنند [2-7]. اما در آزمایشگاهمان به دلیل قابلیت های محدود دستگاه، تغییراتی در این روش ایجاد کردیم، به این صورت که شار فرودی به طور مستقیم از قاعده محفظه خلا به سمت نمونه ها اعمال می شود ولی برای رسیدن به ساختارهای موردنظر به جای زاویه دادن به شار فرودی، نمونه ها را در زاویه مورد نظر نسبت به شار فرودی قرار دادیم تا ساختارهای موردنظر بدست آید و خوشبختانه با توجه به تصاویر SEM که در بخشهای بعدی می آید، به ساختارهای مشابه رسیدیم.

مشخصات و نحوه کار دستگاه

دستگاهی که از آن برای لایه نشانی استفاده شد، یک دستگاه ساخت کشور هند است که دارای مشخصاتی بدین شرح است:

12" Vacuum Coating Unit
Model – 12A4D
Hind High Vacuum CO. LTD

قبل از ساخت نمونه ها به نحوه کار دستگاه می پردازیم، با برقراری جریان الکترونهایی که به صورت باریکه خارج می شوند، ابتدا تحت تاثیر یک میدان الکتریکی طبق فرمول $F = qE = -eE = m_e a$ شتاب می گیرند و سپس با وجود ۴ تیغه آهنربای نعلی شکل که روی سیستم باید با در نظر گرفتن جهتی که مایلیم باریکه تحت تاثیر این میدان منحرف شود، باریکه منحرف شده و روی بوته سرامیکی که در آن ماده ای که باید از آن لایه نشانی صورت گیرد، برخورد می کند. با خوردن الکترونهای شتاب گرفته به ماده داخل بوته (پودر تیتانیوم) ذرات پودری ماده گرم می شوند تا زمانی که بتوانند در محیط خلا پراکنده شوند، البته بعضی از مواد قبل از اینکه تصعید شوند، به فاز مایع می روند و بعد از آن به حالت تصعید می رسند. برای داشتن آهنگ رشد قابل اطمینان روی زیر لایه که در حدود $1nm/s$ تنظیم شده بود، باید فشار خلا در حدود $10^{-5} Torr$ باشد[۲]. این فشار برای هر دو روش لایه نشانی:گرمکن مقاومتی (resistive heating) و گرمادهی پرتو الکترونی (electron beam heating) ضروری است. در روش مقاومت حرارتی ماده در داخل یک شیاری که در داخل یک فلز مقاوم ایجاد شده است قرار می گیرد و جریان زیادی در حدود چند ده میلی آمپر از آن می گذرد. البته باید در انتخاب فلزی که پودر در آن قرار داده می شود بسیار دقت کرد تا با ماده موردنظر برای لایه نشانی در اثر گذار جریان زیاد و گرما، واکنش ندهد و آلیاژ نسازد یا با پودر موردنظر تصعید نشود.

www.SID.ir

Archive of SID

روش مورد استفاده، همان طور که گفته شد روش گرمادهی پرتو الکترونی است که در این روش از ابتدای لایه نشانی باید ولتاژی بین $5-10\ kV$ داشته باشیم، که به بوته و نهایتا به پودر در آن اعمال می شود، البته این منبع توسط جریان آب دائما در حال خنک شدن است تا ازگرم شدن آن جلوگیری شود، به طوریکه اگر بعد از اتمام لایه نشانی این قسمت را لمس کنید، خنک است. یکی از مزیتهای این روش نسبت به روش گرمکن مقاومتی در این است که در اینجا نگرانی واکنش بوته با پودر مورد استفاده برای لایه نشانی وجود ندارد. بدین ترتیب روش گرمادهی پرتو الکترونی یک تکنیک خلا مناسب و قابل اعتماد برای تولید فیلم هایی با کیفیت بالا کتوسط روش GLAD است[5-3].

نحوه لایه نشانی

شیشه بعنوان زیر لایه برای ساخت نمونه ها انتخاب گردید. مشخصات شیشه ها Lamelles ، GmbH TEMAS و $18\times18\,mm$ است که برای آماده سازی نمونه ها، ابتدا به مدت ۶ دقیقه شیشه ها را در یک بشر کاملا تمیزحاوی استون طوری قرار دادیم که سطح شیشه ها از هم جدا باشند. سپس آنها را در دستگاه اولتراسونیک 30w KDG،محتوی آب ریخته ایم قرار می دادیم و چون زمان کار دستگاه ۹۰ ثانیه است، ۴ بار این کار را انجام می دهیم، یعنی در مجموع ۶ دقیقه و سپس نمونه ها را از ظرف استون خارج کرده و همین عملیات را با اتانل انجام می دادیم. آنگاه نمونه ها را با پنس تمیز، از بشر خارج کرده و منتظر می مانیم تا خشک شوند، قابل ذکر است تمام این مراحل، زیر هود آزمایشگاه انجام می گردید. حال نمونه ها را در زاویه ۸۰ درجه قرار داده و با استفاده از سیستم خلا منتظر می ماندیم تا فشار به حد مطلوب برسد. سپس شیر آب خنک کننده gun را باز کرده و با روشن کردن منبع تغذیه لایه نشانی را آغاز می کردیم که ولتاژ از ابتدا به طور خودکار به حدود ۵ کیلو ولت می رسد . با تنظیم جریان و خواندن آهنگ لایه نشانی از روی مونیتور ضخامت سنج که کریستال آن از نوع بلور کوارتز است، آهنگ لایه نشانی را کنترل می کردیم. در حین تبخیر تیتانیوم جریان در حدود ۳۰ میلی آمپر، خلا درحدود $7\times10^{-5}\,mbar$ و آهنگ لایه نشانی حدود یک آنگسترم بر ثانیه بود.

نتایج و بحث

در جدول ۱ نحوه تغییر ضخامت یکی از لایه های نشانده شده روی زیر لایه نسبت به زمان و آهنگ تبخیر تیتانیوم ارائه شده است.

همانطور که از داده های جدول مشخص است، از دقیقه ۶۰ دستگاه را خاموش کرده ایم و مقدار دقیق لایه نشانی را با در نظر گرفتن فاصله بوته سرامیکی تا بلور کوارتز و فاصله بوته سرامیکی تا سطح نمونه و زاویه ای که نمونه ها در آن قرار دارند، محاسبه می کنیم که در اینجا مقدار تقریبی ۱۲۰nm، تیتانیوم روی زیر لایه نشانده شد.

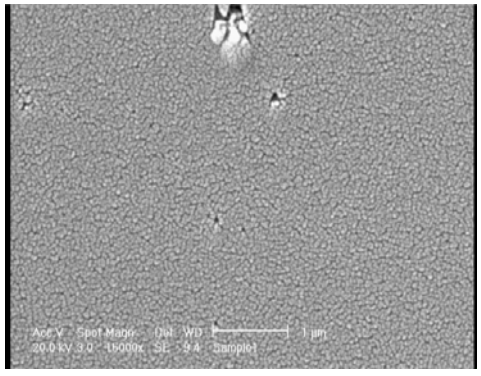
www.SID.ir

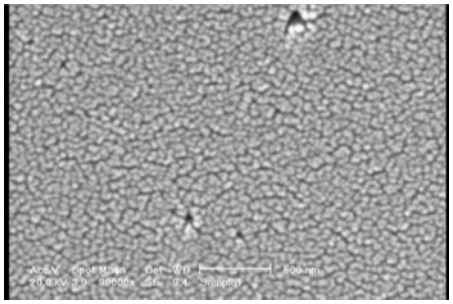
Archive of SID

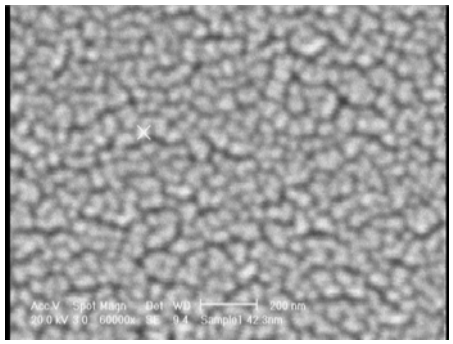
جدول ۱ : نحوه تغییر ضخامت لایه تیتانیوم برحسب زمان و آهنگ تبخیر

TIME (min)	RATE (A^0/S)	THICKNESS (nm)
۵	۱/۰	۴/۶
۱۲	۰/۵	۲۲/۱
۲۲	۴/۲	۷۳/۸
۲۵	۳/۰	۱۲۷/۵
۲۹	۲/۲	۱۹۶/۹
۳۵	۳/۸	۲۷۵/۰
۳۸	۱/۷	۴۵۹/۴
۴۵	۲/۷	۵۳۷/۵
۶۰	۰/۲	۶۳۱/۲
۷۷	۰/۱	۶۳۶/۸
۸۵	۰/۰	۶۳۹/۰

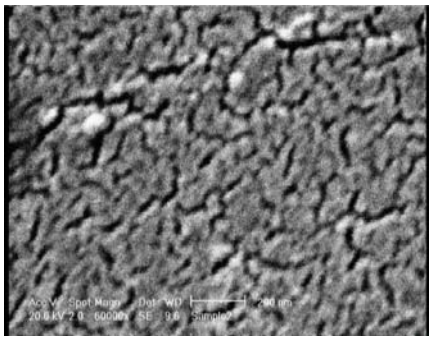
تصاویر بدست آمده از SEM نمونه ها از مقطع بالا و عرضی انجام شد که این شکلها در پایین آورده شده است.(خطا بین ۵ تا ۱۰ درصد است) شکل های زیر نتایجی که از SEM نمونه ها بدست آمده را از بالا نشان می دهد.



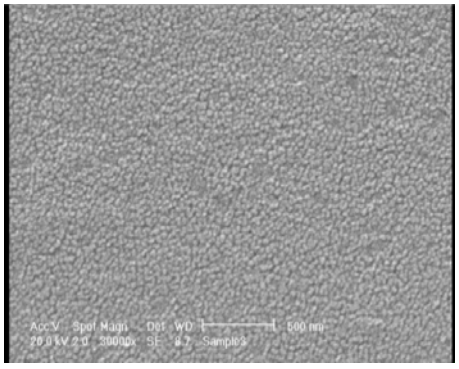




شکل ۱ : تصاویر SEM از نمای بالا از نمونه ۱ به ترتیب با بزرگنمایی های یک میکرون، ۵۰۰ و ۲۰۰ نانومتر

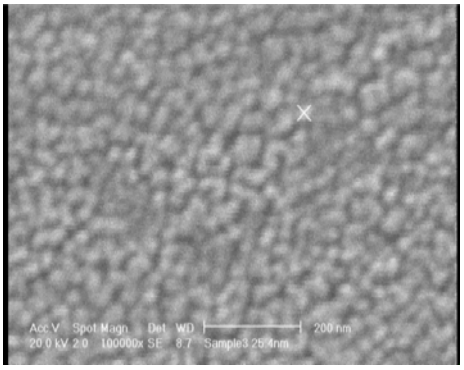


شکل ۲ – تصویر SEM از نمای بالا از نمونه ۲ در بزرگنمایی ۲۰۰ نانومتر



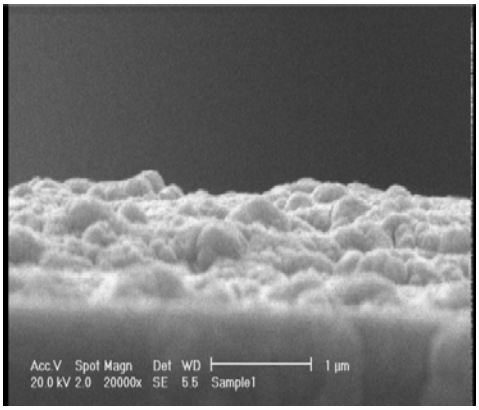
www.SID.ir

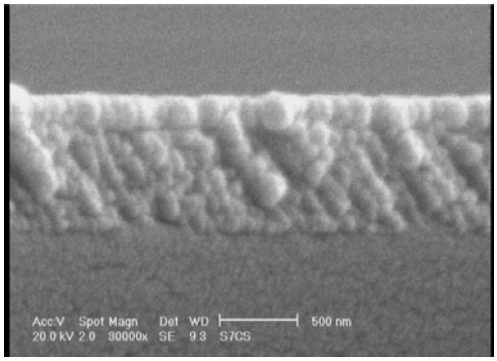
Archive of SID



شکل ۳ – تصویر SEM از نمای بالا از نمونه۳ در دو بزرگنمایی ۵۰۰ و ۲۰۰ نانومتر

و عکسهایی که از مقطع عرضی گرفته شده است.





شکل ۴ – تصویر SEM از نمای مقطع عرضی از نمونه ۱ در دو بزرگنمایی یک میکرون و ۵۰۰ نانومتر

نتیجه گیری

عکسهای SEM نشان داد که با استفاده از روش فیزیکی تحت عنوان GLAD می توان به نوع مشخصی از نانو ذرات تیتانیوم به نام Pillars را ساخت که بسیار دقیق تر و ارزشمند تر از روشهای شیمیایی است که با اثرات شیمیایی همراهند.

مراجع

[1] L. I. Maisseland, R. Glang, *Handbook of Thin Film Technology*, McGraw-Hill Book Company, 1983.

[2] C. Buzea, G. Beydaghyan, C. Elliott, and K. Robbie, Nanotechnology **16**, 1986-1992 (2005).

[3] L. T. Lamont, Solid State Technohl. **22 (9),** 107-112 (1979).

[4] R. Messier et al., J. Vac. Sci. Technol. **A2 (2),** 500-503 (1984).

[5] R. Messier, J. Vac. Sci. Technol. **A4 (3),** 490-495 (1986).

[6] D. O. Smith, J. Appl. Phys. **30 (4),** 264S (1959).

[7] D. O. Smith et al., J.Appl. Phys**. 31 (10)**, 1755-1762 (1960).

[8] K. Robbie, and M. J. Brett, J. Vac. Sci. Technol. . **A15 (3),** 1460-1465 (1997).

[9] G. Beydaghyan, K Kaminska, T.Brown, and Kevin .Robbie, J. Appl. Optics **43 (28),** 5343-5349 (2004).

www.SID.ir