

بررسی تاثیر تغییرات سرعت چرخش زیرلایه بر مورفولوژی لایه‌های نازک تنگستن نانوستون

ساخته شده به روش ترکیبی GLAD-RF Sputtering

شاکر، طیبه^۱؛ مشفق، علیرضا^۲

^۱ دانشکده فیزیک، دانشگاه صنعتی شریف، خیابان آزادی، تهران

^۲ پژوهشگاه نانو، دانشگاه صنعتی شریف، خیابان آزادی، تهران

moshfegh@sharif.edu

چکیده

در این پژوهش، لایه‌های نازک متشکل از نانوستون‌های تنگستن به روش ترکیبی اسپاترینگ فرکانس رادیویی- تحت زاویه خراشان و زیرلایه چرخان (GLAD) در سرعت‌های متفاوت بر سطح زیرلایه Si(100) لایه‌نشانی شدند. سپس تغییرات مورفولوژی لایه‌ها با تکنیک‌های میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و همچنین میکروسکوپ نیروی اتمی (AFM) مورد مطالعه و بررسی قرار گرفت. براساس تحلیل نتایج به‌دست‌آمده، افزایش دور موتور منجر به کاهش زبری جذر میانگین (R_{rms}) سطح نمونه‌ها و همچنین اندازه دانه‌ها گردید. حداقل میانگین اندازه دانه در سطح، برای نمونه تهیه شده در 30 rpm برابر 58 nm بدست آمد.

The effect of substrate rotational speeds on morphology of GLAD RF sputtered W nano-column thin films

Shaker, Tayebeh¹; Moshfegh, Alireza^{1,2}

¹Physics Department, Sharif University Of Technology, Tehran,

²Institute for nanoscience & nanotechnology, Sharif University of Technology, Tehran

Abstract

In this study, W nano-columns were prepared at different substrate rotational speeds using GLAD-RF-Sputtering deposition method. Morphological changes of these layers were investigated with SEM and AFM. Results show that columnar structure formed for all samples and RMS surface roughness and average grain size decreased with increasing substrate rotational speeds. A minimum average grain size was measured of about 58 nm at 30 rpm.

مقدمه

ساخت اولیه و سپس انجام عملیات حرارتی بر روی آن می‌باشد. لذا استفاده از راهکاری که بتواند طی یک مرحله بدون پخت، نانوساختار دقیق مورد نظر را تولید نماید، بسیار حائز اهمیت است. علاوه بر آن واضح است که خواص لایه‌های نازک عمدتاً به ترکیب شیمیایی، ساختار کریستالی و مورفولوژی آنها بستگی دارد. لذا با فراهم آوردن شرایط مشخص و ویژه، می‌توان لایه‌های نازک با مورفولوژی ستونی و ساختار کنترل و مهندسی شده، تهیه

امروزه با توجه به کاربردهای گسترده‌ای که مواد و قطعات در حوزه فناوری نانو پیدا کرده‌اند، پژوهش‌های زیادی بر روی موضوعاتی هم‌چون بهینه‌سازی خواص نانوساختارها و درک و شناخت دقیق از مکانیزم رشد لایه‌های نازک و همچنین ابداع کاربردهای جدید آنها، انجام می‌شود. معمولاً راهکارهایی که برای ساخت نانوساختارها در پیش گرفته می‌شود، عبارت از یک مرحله

زیرلایه‌های سیلیکان با ابعاد $11 \times 11 \text{ mm}^2$ پس از شستشو و تمیز کردن سطوح آنها توسط روش RCA در دستگاه اسپاترینگ قرارداد شده و با ایجاد محیط خلأ در محفظه لایه نشانی و پر کردن آن از گاز آرگون و عملیات ۵ دقیقه‌ای پیش اسپاترینگ، فرآیند لایه‌نشانی انجام شد. در تمام مراحل اصلی نمونه‌سازی فشار زمینه دستگاه کمتر از 10^{-7} Torr بود. برای عمل لایه‌نشانی نیز از گاز آرگون با فشار $1 \times 10^{-2} \text{ Torr}$ بهره گرفته شد. این شرایط به همراه دیگر پارامترهای ثابت لایه‌نشانی در جدول ۱ ارائه شده است. زاویه ۸۵ درجه از آن جهت انتخاب گردید که در گزارش‌های متعددی، این زاویه بهترین موقعیت برای رشد نانوساختارهای نانومیله‌ای گزارش شده است [۱]. همچنین هیچ‌گونه عملیات حرارتی حین یا بعد از رشد بر روی لایه انجام نگرفت. دور موتور استفاده شده در بازه ۶ الی 30 rpm انتخاب گردید.

به منظور مطالعه دقیق توپوگرافی، متوسط زبری و پستی و بلندی سطح لایه‌های نازک تنگستن در ابعاد نانومتری، از تکنیک AFM استفاده گردید. دستگاه AFM مورد استفاده شده (شرکت Park Scientific مدل CP Research)، در شرایط معمول هوا و دمای اتاق کار می‌کند. سوزن آن از جنس سیلیکان (Si) به قطر حدود 10 nm در مد تماسی است. برای مطالعه تصاویر گرفته شده و محاسبه خواص آماری سطح از برنامه ProScan 1.7 Image Analysis 2.1 استفاده گردید.

همچنین برای محاسبه زبری، جذر میانگین مربع S_q ، از رابطه زیر استفاده گردید:

$$S_q = \sqrt{\frac{1}{MN} \sum_{k=0}^{M-1} \sum_{l=0}^{N-1} [Z(x_k, y_l) - \mu]^2} \quad (1)$$

که در آن M ، N تعداد نقاط تصویر در جهت‌های X و Y و کمیت Z ارتفاع متوسط از سطح می‌باشد. کمیت μ از رابطه زیر نیز محاسبه شد:

$$\mu = \frac{1}{MN} \sum_{k=0}^{M-1} \sum_{l=0}^{N-1} Z(x_k, y_l) \quad (2)$$

نمود. لایه‌نشانی به این روش یعنی لایه‌نشانی زیرلایه چرخان تحت زاویه خراشان شار ذرات یا $GLAD^1$ ، تکنیک نوینی است که برای ساخت لایه‌های نازک با استفاده از اثر سایه‌اندازی اتمی در زوایای لایه‌نشانی به شدت کج، ساختارهای متخلخل ستونی در مقیاس نانومتر و میکرومتر قابل تهیه و رشد می‌باشد. در این روش، می‌توان با کنترل پارامترهای رشد، ساختارهای از پیش طراحی شده را بدست آورد [۱]. این تکنیک کاربردهای گوناگونی همچون گسیلگرهای تابش میدان [۲]، پوشش‌های ضد حرارتی [۳] و سطوح آب‌گریز [۴] دارد.

در این پژوهش، ساختارهای ستونی شکل تنگستن در یک مرحله (بدون پخت) و با استفاده از روش ترکیبی اسپاترینگ فرکانس رادیویی (RF) - $GLAD$ بر روی زیرلایه سیلیکان (100) Si در سرعت‌های متفاوت چرخش زیرلایه، لایه‌نشانی شدند. سپس نتایج آنالیزهای میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)^۲ و میکروسکوپ نیروی اتمی (AFM)^۳ برای مطالعه چگونگی موفولوژی لایه‌های تهیه شده، بکار گرفته شد که نتایج آن در ادامه ارائه می‌شود.

بخش تجربی

دستگاه مورد استفاده برای فرآیند لایه‌نشانی، دستگاه مرکب اسپاترینگ- تبخیر حرارتی Alcatel با قابلیت اسپاترینگ DC، RF و بایاس بود که با افزودن یک موتور پله‌ای برای چرخاندن زیرلایه، امکان لایه‌نشانی $GLAD$ فراهم گردید. موتور ساخته شده درجات آزادی اضافی را در اختیار پژوهشگر قرار داد که شامل موارد زیر است: تغییر فاصله ماده هدف و زیرلایه، زاویه قرار گیری زیرلایه نسبت به شار فرودی ذرات و سرعت چرخش زیرلایه. سرعت چرخش زیرلایه با تنظیم ولتاژ دو سر موتور بصورت پله‌ای بین ۲ تا ۳۰ دور بر دقیقه قابل تنظیم بود.

¹ - Glancing Angle Deposition

² - Scanning Electron Microscopy

³ - Atomic Force Microscopy

⁴ - Root mean square

سایه‌اندازی اتمی، جزیره‌ها مستقلاً رشد یافته و ستون‌هایی با قطر بیشتر را تشکیل خواهند داد.

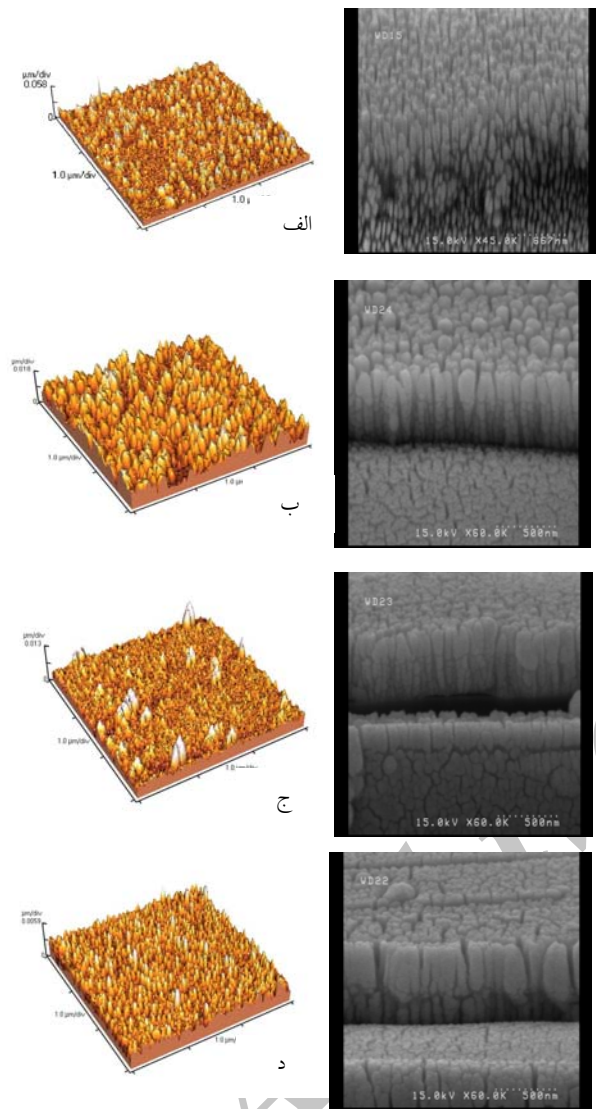
هم‌چنین برای مطالعه و بررسی ریخت‌شناسی و چگونگی مورفولوژی سطح نمونه‌ها در مقیاس میکرونی و هم‌چنین شناخت از وضعیت دانه بندی نمونه‌ها از تکنیک SEM استفاده گردید.

جدول ۱: شرایط ثابت لایه نشانی

مقدار	پارامتر
4×10^{-7} Torr	فشار زمینه
1×10^{-2} Torr	فشار آرگون
۷۰ وات	توان اعمالی
۸۵ درجه	زاویه لایه‌نشانی
۱۳ سانتی متر	فاصله ماده هدف-زیرلایه
۵ دقیقه	زمان پیش اسپاترینگ
۶۰ دقیقه	زمان لایه نشانی

بحث در نتایج

بر اساس مشاهدات SEM و AFM (شکل ۱) مشخص گردید که مورفولوژی نمونه‌ها متشکل از نانو ساختارهای ستونی است که در سرعت‌های مختلف زیرلایه به دست می‌آیند. همانطور که قبلاً ارائه شد شکل‌گیری چنین ساختارهایی، به خاطر پدیده سایه‌اندازی اتمی است. بدین صورت که پس از فرود اولیه شار و هنگام شکل‌گیری هسته‌های اولیه روی زیرلایه، بدلیل کج بودن زیرلایه، در میان جزایر شکل گرفته، مناطق سایه ایجاد می‌شود و ذرات شار فرودی بعدی امکان دسترسی چندانی به این نواحی نخواهند داشت. بنابراین، پس از هسته‌بندی اولیه، مناطقی از لایه از دسترس شار فرودی خارج می‌شوند و فیلم فرصت یکپارچه شدن را پیدا نمی‌کند. از آنجا که دمای لایه نشانی در حدود دمای اتاق است، پدیده نفوذ نیز چندان اتفاق نمی‌افتد [۵] و جزایر شکل گرفته به یکدیگر متصل نخواهند شد و مستقلاً در جهت شار فرودی رشد پیدا می‌کنند. اما از آنجا که زیرلایه توسط موتور چرخان متصل به آن، در حال چرخش حول محور عمود بر صفحه زیرلایه است، رشد نهایی ستون‌ها عمودی خواهد بود [۶]. واضح است که در سرعت‌های بالا به دلیل چرخش سریع زیرلایه، جزایر تشکیل شده در ابتدای فرآیند لایه‌نشانی از همه‌سو تحت تابش شار ذرات قرار می‌گیرند و بنابراین ابعاد بزرگتری خواهند داشت و لایه را به سمت پیوستگی پیش می‌برند. لازم به ذکر است که به خاطر پدیده



شکل ۱: مقایسه توپوگرافی (AFM) و مورفولوژی (SEM) سطح نمونه‌های رشد داده شده در سرعت‌های مختلف چرخش زیرلایه: (الف) ۲، (ب) ۱۲، (ج) ۱، (د) ۰٫۳ rpm. ضمناً ابعاد در همه تصاویر AFM برابر $2 \times 2 \mu m^2$ است.

بر طبق تحلیل نتایج AFM، زبری جذر میانگین مربع سطحی لایه‌های رشد داده شده بر روی زیرلایه سیلیکان، با افزایش دور موتور کاهش می‌یابد. این نتایج با مشاهدات SEM این نمونه‌ها تطابق دارد. در نمودار شکل ۲ این روند به تصویر کشیده شده

شایان ذکر است که با افزایش ضخامت لایه، قطر نانوستون‌ها در طول لایه به تدریج افزایش می‌یابد (شکل ۱)، که این نوع رشد در برخی مقالات نیز گزارش شده است [۷] و هم چنین ستون‌های تنگستن تشکیل شده، گره‌گره هستند که این مورد نیز قبلاً در گزارش‌هایی توسط دیگران ارائه شده است [۸].

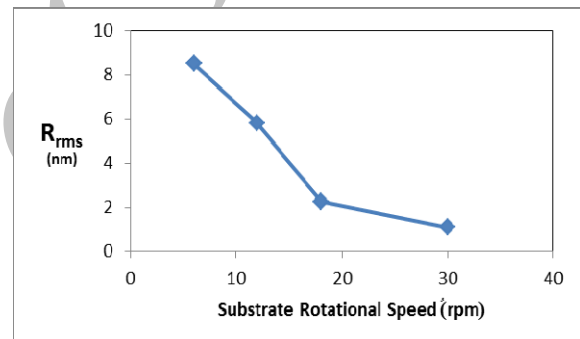
نتیجه گیری

بدون انجام عملیات حرارتی، لایه‌های نازک تنگستن با ساختار نانوستون توسط روش اسپاترینگ-GLAD تهیه شدند. با تغییر دور موتور از ۶ به ۳۰ دور بر دقیقه، بافت ستونی لایه به خاطر پدیده سایه‌اندازی اتمی هم‌چنان حفظ می‌شود. اما با افزایش دور موتور، به دلیل کم شدن فرصت پیوند با دانه‌های مجاور اندازه میانگین دانه‌ها کم شده و سطح بکنواخت‌تر می‌شود.

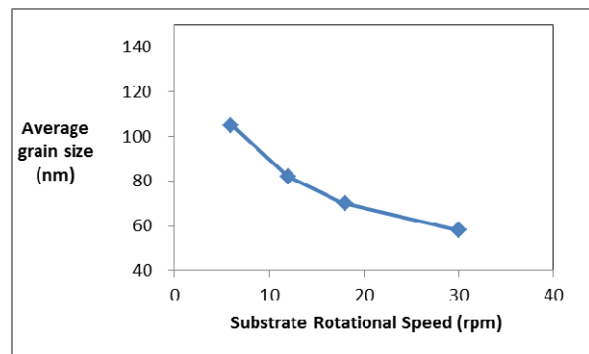
مرجع‌ها

- [1] K. Robbie, M.J. Brett; "Sculptured thin films and glancing angle deposition: Growth mechanics and applications"; *J. Vac. Sci. Technol. A* **15**(3), (1997) 1460-1465.
- [2] K. Robbie, M.J. Brett; "Field emission from carbon and silicon films with pillar microstructure"; *Thin Solid Films* **389** (2001) 1-4.
- [3] K.D. Harris, D. Vick, E.J. Gonzalez, T. Smy, K. Robbie, M.J. Brett; "Porous thin films for thermal barrier coatings"; *Surface and Coatings Technology* **138** (2001) 185-191.
- [4] A. Bayat, M. Ebrahimi, A.Z. Moshfegh; "Correlation between surface roughness and hydrophobicity of GLAD RF sputtered PTFE/W/Glass nanorod thin films"; *Vacuum* **101** (2014- in Progress) 279-282.
- [5] D. O. Smith, M. S. Cohen and G. P. Weiss; "Oblique-Incidence Anisotropy in Evaporated Permalloy Films"; *J. Appl. Phys.* **31** (1960) 1755-1762.
- [6] B. Dick, M. J. Brett, T. Smy, M. Belov and M. R. Freeman; "Periodic submicrometer structures by sputtering"; *J. Vac. Sci. Technol. B* **19** (2001) 1813-1819.
- [7] S. Mukherjee and D. Gall; "Power law scaling during physical vapor deposition under extreme shadowing conditions"; *J. Appl. Phys.* **107**, 084301 (2010) 1-7.
- [8] Derya Deniz, David J. Frankel, Robert J. Lad; "Nanostructured tungsten and tungsten trioxide films prepared by glancing angle deposition"; *Thin Solid Films* **518** (2010) 4095-4099.

است. اندازه دانه‌ها نیز روند مشابهی را طی می‌کنند و با افزایش دور موتور از ۶ به ۳۰ rpm، از مقدار ۱۰۵ نانومتر به ۵۸ نانومتر کاهش می‌یابد که این تغییرات در شکل ۳ قابل مشاهده است. هنگام فرود شار بر سطح زیرلایه، ذرات ابتدا هسته‌های کوچک را تشکیل می‌دهند و این هسته‌ها با گذشت زمان بزرگ‌تر شده و نهایتاً لایه به تدریج رشد می‌یابد. با افزایش دور موتور و تند شدن چرخش زیرلایه، ذرات فرودی فرصت چندانی برای یافتن جای خالی ندارند و به محض نشست، در معرض پیوند با ذرات فرودی جدید قرار می‌گیرند و بنابراین، دانه‌های تشکیل شده فرصت پیدا نمی‌کنند به یکدیگر بچسبند. لذا این شرایط باعث کم شدن اندازه میانگین دانه‌ها، پیوستگی و بکنواخت‌تر شدن سطح می‌شود.



شکل ۲: نمودار وابستگی زبری جذر میانگین سطح نمونه‌ها نسبت به تغییرات سرعت موتور



شکل ۳: نمودار وابستگی متوسط اندازه دانه‌ها برحسب تغییرات سرعت موتور