

P: ۱۲۶۶

۱۳۹۲ شهریور - دانشگاه اصفهان

## رشد لایه‌های نازک تنگستن با استفاده از دستگاه پلاسمای کانونی

حسین نژاد، محمد تقی<sup>۱</sup>؛ اطاعتی، غلامرضا<sup>۲</sup>؛ شیرازی، مرضیه<sup>۳\*</sup>

<sup>۱</sup> دانشگاه آزاد اسلامی، واحد علوم و تحقیقات تهران، مرکز تحقیقات فیزیک پلاسما

<sup>۲</sup> دانشگاه صنعتی امیرکبیر، دانشکده مهندسی انرژی و فیزیک

<sup>۳</sup> دانشگاه صنعتی اصفهان، دانشکده مهندسی مواد

### چکیده:

در این مقاله، فیلم‌های نازک تنگستن که بر روی زیرلایه استیل ۳۰۴ بوسیله دستگاه پلاسمای کانونی نوع Mather کم انرژی (۲ kJ) لایه نشانی شده‌اند بررسی شده است. نمونه‌ها در موقعیت‌های محوری مختلف (۷، ۱۰ و ۱۳ سانتیمتر نسبت به نوک آند) با استفاده از تعداد شات‌های یکسان (۲۵ شات) لایه نشانی شده‌اند. از روی دیگرام‌های پراش پرتو ایکس (XRD) فیلم‌های نازک لایه‌نشانی شده در موقعیت‌های محوری مختلف، تغییرات درجه بلورینگی نمونه‌ها بررسی و تحلیل شده است. همچنین نتایج حاصل از میکروسکوپ نیروی اتمی (AFM) جهت بررسی مورفولوژی سطح نمونه‌ها مورد استفاده قرار گرفته‌اند.

کلمات کلیدی: دستگاه پلاسمای کانونی، لایه نازک، تنگستن، میکروساختار

## Deposition of Tungsten Thin Films Using Plasma Focus Device

Hoseinnejad, Mohammad Taghi<sup>1</sup>; Etaati, Gholam Reza<sup>2</sup>; Shirazi, Marzieh<sup>3,\*</sup>

<sup>1</sup> Plasma Physics Research Center, Science and Research Branch, Islamic Azad University, Tehran, Iran.

<sup>2</sup> Nuclear Engineering and Physics Department, Amirkabir University of Technology, Tehran, Iran.

<sup>3</sup> Department of Materials Engineering, Isfahan University of Technology, Isfahan, Iran.

### Abstract:

*In this paper, we report the deposition of tungsten thin films on the stainless steel—304 substrates by using a low energy (2 kJ) Mather-type plasma focus (PF) device. The samples are deposited at different distances with respect to anode tip (7, 10 and 13 cm) and using same number of shots (25 shots). The degree of crystallinity of deposited thin films investigated by X-ray diffraction (XRD) analysis. Also, surface morphology of samples studied using atomic force microscopy (AFM) analysis.*

*Key words: Plasma focus, Thin film, Tungsten, Microstructure*

### مقدمه:

بررسی فلزاتی همچون تیتانیوم، کروم و تنگستن به دلیل داشتن سختی بالا، استحکام شیمیایی خوب و استحکام گرمایی و نقطه ذوب بالا از اهمیت ویژه علمی و صنعتی برخوردار هستند [۱ و ۲]. بطور خاص، گزارشات و بررسی‌هایی در مورد استفاده تنگستن به عنوان یک لایه سخت ارائه شده است [۳]. همچنین بررسی‌هایی در مورد مشخصات اپتیکی و الکتریکی فیلم‌های نازک تنگستن بر روی سیلیکون انجام شده



است [۴]. لایه‌های تنگستن دارای مشخصات مکانیکی و تریبولوژیکی (سختی و سایش) حائز اهمیتی نیز هستند [۵]. به علت این ویژگی‌های منحصر به فرد تنگستن، روش‌های لایه‌نشانی مختلفی جهت تشکیل فیلم‌های نازک تنگستن بکار گرفته شده است [۶-۸].

دستگاه پلاسمای کانونی، دستگاهی است که در آن پلاسمای پالسی چگال ( $10^{26} - 10^{25} m^{-3}$ ) با دمایی بالا ( $1-2 keV$ ) و طول عمری کوتاه (در حدود چند نانو ثانیه) تولید می‌شود. از نظر تاریخی این دستگاه به عنوان دستگاه همجوشی هسته‌ای در صورت استفاده از گاز کاری دوتریم جهت تولید نوترون‌های سریع و پر انرژی (چند مگا الکترون ولت) و همچنین به عنوان یکی از منابع تولید پرتوهای ایکس سخت و نرم، یون‌های پر انرژی و الکترون‌های نسبیتی [۹] مورد استفاده قرار گرفته است.

در سال‌های اخیر از این دستگاه برای کاشت یون و لایه‌نشانی فیلم‌های نازک، به عنوان یک کاربرد جدید، استفاده شده است [۱۰-۱۲]. دستگاه پلاسمای کانونی به علت برخی ویژگی‌های خاص نسبت به روش‌های دیگر، از جمله سرعت لایه‌نشانی بالا، فرایند لایه‌نشانی پر انرژی، عدم نیاز به گرم کردن زیرلایه‌ها، میزان چسبندگی بالا بین زیرلایه و لایه و همچنین عدم نیاز به خلاء بالا می‌تواند روشی منحصر بفرد جهت لایه‌نشانی تلقی شود.

ما در این مقاله به بررسی لایه‌های نازک تنگستن که بر روی زیرلایه‌های استیل ۳۰۴، بوسیله دستگاه پلاسمای کانونی کم انرژی (۲ kJ) لایه نشانی شده‌اند، خواهیم پرداخت. در ادامه نیز خواص ساختاری و مورفولوژی سطح نمونه‌ها مورد بحث و بررسی قرار خواهد گرفت.

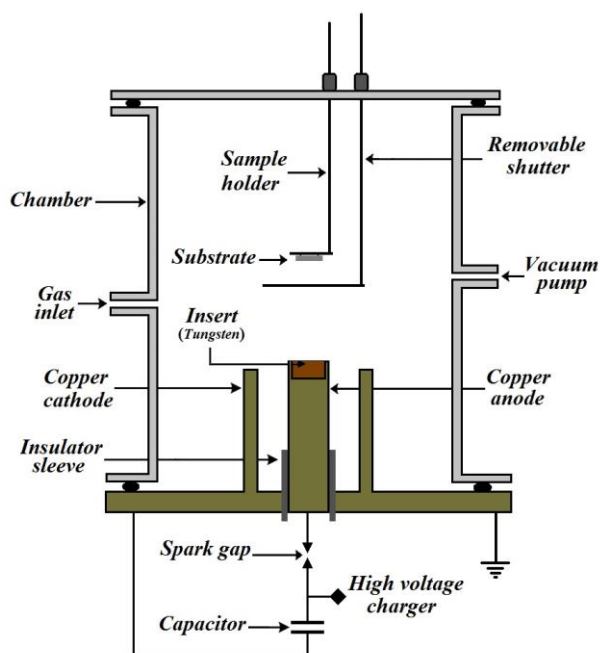
### مشخصات دستگاه و روش کار:

طرح کلی دستگاه پلاسمای کانونی استفاده شده در این آزمایش که دارای یک خازن  $10 \mu F$  می‌باشد و برای لایه نشانی تا اختلاف پتانسیل ۲۰ kV شارژ شده است، در شکل (۱) مشاهده می‌شود.

سیستم الکترونی شامل یک آند مسی به طول ۱۶۰ میلی‌متر و قطر ۲۰ میلی‌متر است که با ۱۲ میله مسی هم فاصله، هر یک به طول ۱۴۰ میلی‌متر و قطر ۱۲ میلی‌متر که تشکیل یک کاتد را می‌دهند، احاطه شده است. همچنین از یک استوانه عایق از جنس پیرکس به قطر داخلی ۲۰ میلی‌متر و ضخامت ۳ میلی‌متر که ۳۵ میلی‌متر از طول آند را پوشانده است به جهت جداسازی الکترودها از یکدیگر و تسهیل در تشکیل لایه جریان بین الکترودها استفاده شده است.

برای لایه‌نشانی تنگستن، در نوک آند سوراخی به عمق ۷ میلی‌متر و قطر ۱۹ میلی‌متر تعبیه شده است که با ماده تنگستن پر شده است. الکترودها در یک محفظه خلاء که توسط یک پمپ روتاری تخلیه شده و سپس با گاز آرگون خالص تا فشار بهینه یک تور پر شده است، قرار گرفته‌اند. میله‌های کاتد و محفظه خلاء به پتانسیل زمین وصل شده‌اند. همچنین برای بررسی کیفیت فوکوس شدن پلاسمای در نوک آند، از یک اسپلوسکوپ (Tektronix TDS ۳۰۴ B ۵۰۰ MHz) استفاده شده است.

پس از رسیدن به یک فوکوس مطلوب یون‌های آرگون شتاب گرفته به سمت بالا، در اثر برخورد با زیرلایه‌ها باعث آزادسازی بیدرنگ انرژی و در نتیجه گرم شدن سریع آنها می‌شوند. همچنین برخورد این یون‌های پر انرژی با سطح زیرلایه‌ها، باعث اسپینگ و تمیز شدن سطح آنها قبل از لایه‌نشانی می‌شود. الکترون‌های شتاب گرفته به سمت آند، پس از برخورد با سطح تنگستن قرار گرفته در نوک آند باعث کنده شدن آن از نوک آند می‌شوند که بر روی سطح زیرلایه‌ها، لایه‌نشانی می‌شود. زیرلایه‌های استیل که در ابعاد  $10\text{mm} \times 10\text{mm} \times 1\text{mm}$  تهیه شده‌اند، ابتدا بوسیله الکل به مدت ۱۰ دقیقه و پس آن به کمک استن به مدت ۵ دقیقه در حمام التراسونیک، شستشو داده شده‌اند. پس از اطمینان کامل از تمیز شدن زیرلایه‌ها، آنها را بر روی نگهدارنده زیرلایه‌ها نصب می‌کنیم. یک حائل متحرک (shutter) در مقابل زیرلایه‌ها قرار گرفته است که پس از رسیدن به یک فوکوس مناسب از مقابل آنها کنار می‌رود و فرایند لایه‌نشانی از این پس آغاز خواهد شد. در این آزمایش پس از ۱۰ شات به یک فوکوس قوی رسیده و شاتر را از مقابل زیرلایه‌ها برداشته‌ایم. همچنین در طی فرایند لایه‌نشانی، شات‌ها در بازه زمانی یک شات در هر دو دقیقه شلیک شده‌اند.



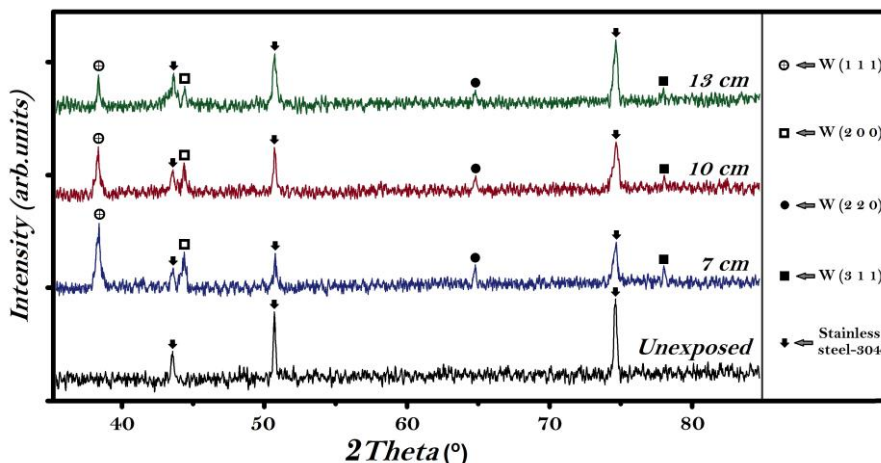
شکل (۱): طرح کلی دستگاه پلاسمای کانونی استفاده شده در این آزمایش

تمام نمونه‌های لایه‌نشانی شده در این آزمایش در معرض تعداد شات‌های ثابت قرار گرفته‌اند (۲۵ شات) و فاصله بین زیرلایه و نوک آند، متغیر مورد بررسی است. مشخصات ساختاری همه فیلم‌های لایه‌نشانی شده بوسیله طیف پراش اشعه ایکس (XRD) آنالیز شده‌اند. همچنین مورفولوژی و زبری سطح نمونه‌ها، به کمک

یک میکروسکوپ نیروی اتمی (AFM) که در مد تماسی عمل نموده و دارای سوزنی از جنس نیتريد سيليكون كم استرس با شعاعی کمتر از ۲۰۰ آنگستروم می‌باشد، بررسی و اندازه‌گیری شده است.

### نتایج و بحث:

شکل (۲) نمودارهای XRD فیلم‌های نازک تنگستن بدست آمده در فواصل مختلف (۷، ۱۰ و ۱۳ سانتیمتری نسبت به نوک آند) و در موقعیت زاویه‌ای صفر درجه نسبت به محور آند، که توسط ۲۵ شات لایه‌نشانی شده‌اند را نشان می‌دهد. این نمودارها رشد موفقیت‌آمیز لایه‌های کریستالی تنگستن لایه‌نشانی شده بر روی زیرلایه های استیل ۳۰۴ را برای تمام نمونه‌ها نشان می‌دهد. موقعیت‌های مربوطه تمام پیک‌های پراش تنگستن در مطابقت سازگار با (ICSD) است. همانگونه که در شکل (۲) مشاهده می‌شود، تمامی نمونه‌ها دارای پیک‌های پراش  $W(111)$ ،  $W(200)$ ،  $W(220)$  و همچنین پیک پراش  $W(311)$  هستند.

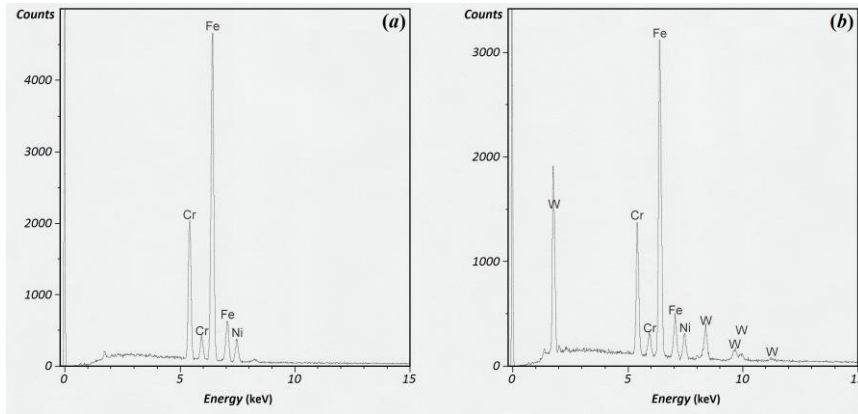


شکل (۲): نمودارهای XRD فیلم‌های نازک لایه نشانی شده در فواصل مختلف نسبت به نوک آند

از نمودارهای XRD شکل (۲) پیداست که هر چه فاصله نسبت به نوک آند افزایش می‌یابد، شدت پیک پراش صفحات کریستالی تنگستن کمتر می‌شود. گزارش شده است [۱۲] که با افزایش فاصله محوری نسبت به نوک آند، انرژی یونی و چگالی تعداد یونها کاهش می‌یابد. از اینرو انتظار می‌رود که با افزایش فاصله نسبت به نوک آند، مواد کمتری با انرژی کمتر بر روی سطح نمونه‌ها لایه‌نشانی شوند. این می‌تواند بر کاهش رشد کریستالی فیلم‌های لایه‌نشانی شده و در نتیجه کاهش شدت پیک‌های پراش تنگستن، در پی افزایش فاصله نمونه‌ها از نوک آند، دلالت داشته باشد.

شکل (۳)، طیف‌های EDX فیلم‌های نازک تنگستن بدست آمده برای زیرلایه خام (استیل) و فیلم نازک تنگستن لایه نشانی شده در فاصله ۷ سانتیمتری نسبت به نوک آند را نشان می‌دهد.



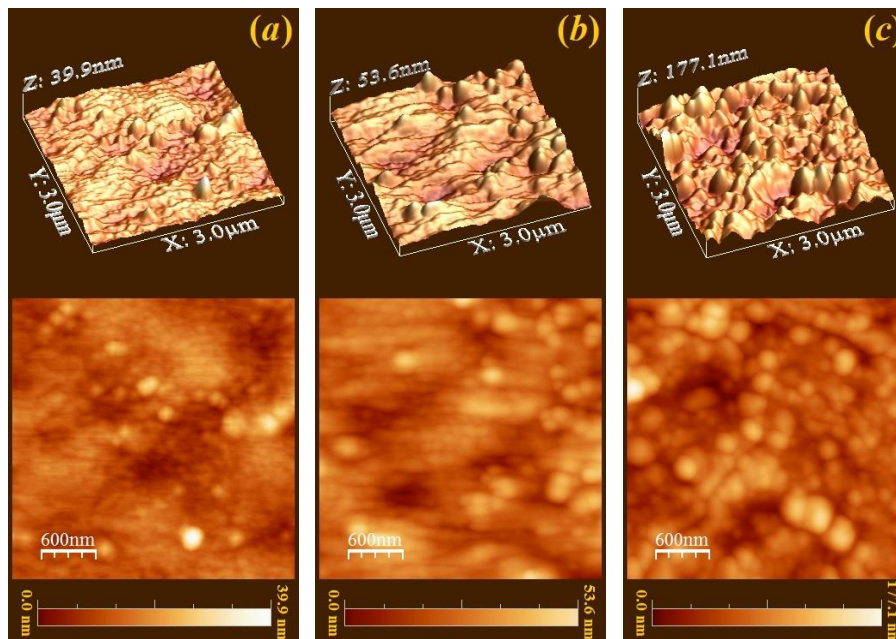


شکل (۳): طیفهای بدست آمده از آنالیز EDX برای

(a) زیرلایه استیل ۳۰۴ و (b) فیلم نازک لایه نشانی شده در فاصله ۷cm از نوک آند

باتوجه به طیفهای بدست آمده از آنالیز EDX، این طیفها اجزاء مربوط به زیرلایه و فیلم نازک تنگستن را آشکار می‌سازند. قابل توجه آنکه هیچگونه جزئی که مربوط به حضور هرگونه ناخالصی در فیلم نازک لایه نشانی شده باشد، در این طیفها مشاهده نمی‌گردد که این موضوع در توافق و هماهنگی با نتایج بدست آمده از آنالیز XRD می‌باشد.

توپوگرافی دو بعدی و سه بعدی سطح فیلمهای لایه نشانی شده در موقعیت‌های محوری مختلف نسبت به نوک آند که با استفاده از میکروسکوپ (AFM) بدست آمده‌اند، در شکل (۴) مشاهده می‌شود.



شکل (۴): تصاویر بدست آمده از آنالیز AFM برای فیلمهای لایه نشانی شده در فواصل

(a) ۷cm، (b) ۱۰ cm و (c) ۱۳cm از نوک آند



توپوگرافی سطح فیلمهای لایه‌نشانی شده در فواصل ۷cm و ۱۰cm نسبت به نوک آند، یک توزیع نسبتاً همگن دانه‌ها بر روی سطح نمونه‌ها را نشان می‌دهد (نگاه کنید به شکل‌های ۴-a و ۴-b). این توزیع همگن ممکن است به علت شار انرژی مناسب برای رشد دانه‌ها بر روی سطح نمونه در این موقعیت‌های محوری باشد. توپوگرافی سطح نمونه مورد تابش قرار گرفته در فاصله ۱۳cm از نوک آند، یک توزیع اندک و پراکنده کلاسترها بر روی سطح فیلم لایه‌نشانی شده را نشان می‌دهد (شکل ۴-c). افزایش اندازه دانه‌ها / کلاسترها بر روی سطح فیلم‌ها، در پی بیشتر شدن فاصله نمونه‌ها، می‌تواند به دلیل انباشتگی بیشتر کریستال‌ها هنگامیکه آنها در حال حرکت به سمت زیرلایه هستند باشد [۱۳].

زبری سطح نمونه‌ها با استفاده از نتایج بدست آمده از آنالیز AFM و بر مبنای روش مرسوم برای اندازه‌گیری زبری سطح که در اکثر مقالات به جزئیات این روش اشاره شده است، بدست آمده‌اند [۱۴]. در جدول (۱) مقادیر زبری سطح برای فیلم‌های نازک لایه‌نشانی شده در فواصل مختلف نسبت به نوک آند ارائه شده است.

جدول (۱): مقادیر زبری سطح فیلم‌های لایه‌نشانی شده در فواصل مختلف نسبت به نوک آند

فاصله از نوک آند (cm)	۷cm	۱۰cm	۱۳cm
RMS roughness (nm)	۴,۱	۷,۷	۲۳,۷
Ave roughness (nm)	۳,۲	۶,۲	۱۸,۵

همانگونه که از داده‌های جدول (۱) مشاهده می‌شود، با افزایش فاصله نمونه‌ها از نوک آند، شاهد افزایش زبری سطح فیلم‌های لایه‌نشانی شده هستیم. با افزایش فاصله نمونه‌ها از نوک آند، به علت افزایش اندازه دانه‌ها و همچنین حضور پراکنده کلاسترهای بزرگتر بر روی سطح (نگاه کنید به شکل ۴) انتظار داریم که سطحی غیریکنواخت تر و با ناهمواری و زبری بیشتر داشته باشیم، که این گفته ما با نتایج بدست آمده از اندازه‌گیری‌های زبری سطح (همانگونه که در جدول (۱) مشاهده می‌شود) در توافق است.

### نتیجه‌گیری:

روش لایه‌نشانی به کمک دستگاه پلاسمای کانونی در کنار سایر روش‌های لایه‌نشانی، قابل بحث و بررسی است. فیلم‌های نازک تنگستن با استفاده از یک دستگاه پلاسمای کانونی کم انرژی بر روی زیرلایه‌های استیل ۳۰۴ در فواصل مختلف نسبت به نوک آند لایه‌نشانی شدند. نتایج حاصل از آنالیز پراش پرتوی ایکس (XRD) نشان داد که درجه بلورینگی فیلم لایه‌نشانی شده با افزایش فاصله زیرلایه نسبت به نوک آند کاهش می‌یابد. نتایج بدست آمده از آنالیز میکروسکوپ نیروی اتمی (AFM) نشان داد که با افزایش فاصله زیرلایه نسبت به نوک آند، اندازه دانه‌ها بر روی سطح نمونه‌ها و همچنین زبری سطح آنها افزایش می‌یابد.



مراجع :

- [۱] C. P. Constable, J. Yarwood, W. D. Münz, *Surf. Coat. Technol.* 116 (1999) 155.
- [۲] J. F. Marco, J. R. Gancedo, M. A. Auger, O. Sánchez, J. M. Albella, *Surf. Interface Anal.* 37 (2005) 1082.
- [۳] T. Yamamoto, M. Kawate, H. Hasegawa, T. Suzuki, *Surf. Coat. Technol.* 193 (2005) 372.
- [۴] G. Soto, W. de la Cruz, F. F. Castellón, J. A. Díaz, R. Machorro, M. H. Farías, *Appl. Surf. Sci.* 214 (2003) 58.
- [۵] T. Polcar, N. M. G. Parreira, A. Cavaleiro, *Wear* 262 (2007) 655.
- [۶] Y. G. Shen, Y. W. Mai, W. E. McBride, Q. C. Zhang, D. R. McKenzie *Thin Solid Films* 372 (2000) 257.
- [۷] G. Abadias, S. Dub, R. Shmegeera, *Surf. Coat. Technol.* 200 (2006) 6538.
- [۸] S. Guruvenket, G. Mohan Rao, *Mater. Sci. Eng. B* 106 (2004) 172.
- [۹] S. Lee, T. Y. Tou, S. P. Moo, M. A. Eissa, A. V. Gholap, K. H. Kwek, S. Mulyodrono, A. J. Smith, Suryadi, W. Usada, M. Zakaullah, *Am. J. Phys.* 56 (1988) 62.
- [۱۰] R. S. Rawat, W. M. Chew, P. Lee, T. White, S. Lee, *Surf. Coat. Technol.* 173 (2003) 276.
- [۱۱] R. S. Rawat, T. Zhang, K. S. Thomas Gan, P. Lee, R. R. Ramanujan, *Appl. Surf. Sci.* 253 (2006) 1611.
- [۱۲] M. Hassan, A. Qayyum, R. Ahmad, G. Murtaza, M. Zakaullah, *J. Phys. D: Appl. Phys.* 40 (2007) 769.
- [۱۳] N. B. Devi, S. Roy, M. P. Srivastava, *J. Phys: Conference Series* 208 (2010) 1.
- [۱۴] F. Abrinaei, M. Shirazi, M.T. Hosseinnejad, *J. Inorg. Organomet. Polym. Mater.* 26 (2016) 233.