

ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ ΔΥΤΙΚΗΣ ΑΤΤΙΚΗΣ
ΣΧΟΛΗ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ
ΤΜΗΜΑ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ
ΒΙΟΜΗΧΑΝΙΚΗΣ ΣΧΕΔΙΑΣΗΣ & ΠΑΡΑΓΩΓΗΣ



Διπλωματική εργασία

Δείγματα επιμετάλλωσης χρησιμοποιώντας τη τεχνική
sputtering- Plating samples using the sputtering technique

Νομικός Θεόδωρος
Αριθμός Μητρώου: 71447510

Επιβλέπων Καθηγητής
Γκανέτσος Θεόδωρος

Αθήνα Απρίλιος 2022

**Η Τριμελής Εξεταστική Επιτροπή
Συμπεριλαμβανομένου του εισηγητή.**

Η διπλωματική εργασία εξετάστηκε με επιτυχία από την ακόλουθη Εξεταστική Επιτροπή:

No	Όνομα Επώνυμο	Ψηφιακή Υπογραφή
1	ΘΕΟΔΩΡΟΣ ΓΚΑΝΕΤΣΟΣ	
2	ΝΙΚΟΛΑΟΣ ΛΑΣΚΑΡΗΣ	
3	ΕΥΑΓΓΕΛΟΣ ΠΑΠΑΚΙΤΣΟΣ	

ΔΗΛΩΣΗ ΣΥΓΓΡΑΦΕΑ ΔΙΠΛΩΜΑΤΙΚΗΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

Ο υπογράφων Νομικός Θεόδωρος του Λουκά με αριθμό μητρώου 71447510 φοιτητής του Τμήματος Βιομηχανικής Σχεδίασης και Παραγωγής της Σχολής Μηχανικών του Πανεπιστημίου Δυτικής Αττικής, δηλώνω υπεύθυνα ότι:

«Είμαι συγγραφέας αυτής της διπλωματικής εργασίας και κάθε βοήθεια την οποία είχα για την προετοιμασία της είναι πλήρως αναγνωρισμένη και αναφέρεται στην εργασία. Επίσης, οι όποιες πηγές από τις οποίες έκανα χρήση δεδομένων, ιδεών ή λέξεων, είτε ακριβώς είτε παραφρασμένες, αναφέρονται στο σύνολό τους, με πλήρη αναφορά στους συγγραφείς, τον εκδοτικό οίκο ή το περιοδικό, συμπεριλαμβανομένων και των πηγών που ενδεχομένως χρησιμοποιήθηκαν από το διαδίκτυο. Επίσης, βεβαιώνω ότι αυτή η εργασία έχει συγγραφεί από μένα αποκλειστικά και αποτελεί προϊόν πνευματικής ιδιοκτησίας τόσο δικής μου, όσο και του Ιδρύματος.

Παράβαση της ανωτέρω ακαδημαϊκής μου ευθύνης αποτελεί ουσιώδη λόγο για την ανάκληση του διπλώματός μου»

Ο Δηλών

Νομικός Θεόδωρος



Ημερομηνία

29/04/2022

ΕΥΧΑΡΙΣΤΙΕΣ

Θα ήθελα να ευχαριστήσω τον επιβλέποντα της διπλωματικής μου εργασίας Γκανέτσο Θεόδωρο που με καθοδήγησε και με βοήθησε σε κάθε σκέψη που είχα, μοιράστηκε ιδέες και άρθρα που με βοήθησαν να κάνω μια βαθιά έρευνα για τη διπλωματική μου εργασία.

Ιδιαίτερα ευγνώμον είμαι ως προς το τμήμα βιομηχανικής σχεδίασης και παραγωγής του πανεπιστημίου δυτικής αττικής για την παροχή του εργαστηριακού χώρου αλλά και του εξοπλισμού δίχως του οποίου δεν θα ήταν δυνατή η υλοποίηση αυτής της διπλωματικής εργασίας.

Ακόμα θα ήθελα να ευχαριστήσω τους τεχνικούς της Quorum οι οποίοι μοιράστηκαν μαζί μας τις γνώσεις τους ως προς το αντικείμενο μελέτης και μας βοήθησαν ιδιαίτερα στην διεξαγωγή του πειραματικού μέρους της διπλωματικής εργασίας

ΠΕΡΙΛΗΨΗ

Αυτή η έρευνα στοχεύει στην ανάλυση των μεθόδων επιμετάλλωσης με εναπόθεση καθώς και στην δημιουργία δειγμάτων και την καταμέτρηση τους .Στον χώρο της βιομηχανίας συχνά συναντάτε η ανάγκη δημιουργίας μετάλλων με επιθυμητές ιδιότητες όπως είναι η αγωγιμότητα , η αντοχή στις υψηλές θερμοκρασίες καθώς και η σκληρότητα αυτών σε μικρής έκτασης δείγματα τα οποία δεν είναι δυνατόν να επιμεταλλωθούν με την πιο γνωστή μέθοδο που είναι η επιχρωμίσωση. Λύση σε αυτό το πρόβλημα ήρθε να δώσει η Quorum μια πρωτοπόρα εταιρία στον χώρο των μετάλλων η οποία δημιούργησε το SC7620 ‘Mini’ Sputter Coater and Glow Discharge System ένα εργαλείο το οποίο μας επιτρέπει να επιμεταλλώνουμε κομμάτια μετάλλων μέσω της τεχνικής της ιοντοβόλησης η αλλιώς sputtering. Μέσω της ευκολίας χρήσης αλλά και κατανόησης της διαδικασίας καθιστάτε πλέον δυνατή η δημιουργία δειγμάτων με μεγάλη ευκολία με σκοπό την ικανοποίηση εμπορικών αλλά και εκπαιδευτικών στόχων. Ως εκ τούτου αυτή η έρευνα στοχεύει στην υλοποίηση της διαδικασίας δημιουργίας δειγμάτων, την καταμέτρηση τους καθώς και στην εκμάθηση του κοινού ως προς αυτήν.

Λέξεις κλειδιά : Ιοντοβόληση , εναπόθεση , sputtering , πλάσμα ,
επιμετάλλωση.

Abstract:

This research aims to analyze the methods of metallization by sputtering as well as to create samples and count them. In the field of industry you often encounter the need to create metals with desirable properties such as conductivity, resistance to high temperatures as well as their hardness in small area samples which cannot be plated with the best known method which is chrome plating. A solution to this problem was provided by Quorum, a pioneering company in the field of metals, which created the SC7620 'Mini' Sputter Coater and Glow Discharge System, a tool that allows us to metalize pieces of metal through the technique of ionization or otherwise sputtering. Due to the ease use and understanding of the process it is possible to create samples with easily in order to satisfy commercial as well as educational goals. Therefore this research aims to implement the process of creating samples and counting them as well as to educate the public about it.

Key words: Ionization, deposition, sputtering, plasma, plating.

Σύμβολα και συντομογραφίες:

SEM: scanning electron microscope

Λίστα εικόνων :

Εικόνα 1 : Διαδικασία εναπόθεσης με sputtering

Εικόνα 2: Η αποκόλληση ενός ατόμου του στόχου από την σύγκρουση με ένα άτομο αργού του.

Εικόνα 3: Αρχή λειτουργίας διάταξης Discharge sputtering

Εικόνα 4: Εικόνες μικροσκοπίου SEM ηλεκτρονίων διαφόρων υλικών στόχων επιμετάλλωσης

Εικόνα 5: SC7620 Mini' Sputter Coater

Εικόνα 6 : Duo 6 vane pump

Εικόνα 7: Δομή της αντλίας duo 6.

Εικόνα 8: Ηλεκτρονικό μικροσκόπιο dino light

Εικόνα 9 : Διάταξη συστήματος μηχανημάτων επιμετάλλωσης

Εικόνα 10 : Επιμεταλλωτής SC7620

Εικόνα 11 : Τοποθέτηση δείγματος

Εικόνα 12 : Δημιουργία πλάσματος.

Εικόνα 13 : Έτοιμα δείγματα

Εικόνα 14 : Στιγμιότυπο των δυο δειγμάτων μας.

Εικόνα 15 : Στιγμιότυπο πρώτου δείγματος χωρίς ανάλυση .

Εικόνα 16 : Γραμμή εργαλείων μετρητών εικόνας

Εικόνα 17 : Διαστάσεις πρώτου δείγματος

Εικόνα 18 : Διαστάσεις πρώτου δείγματος σε μεγέθυνσης

Εικόνα 19 : Διαστάσεις δεύτερου δείγματος.

Εικόνα 20 : Διαστάσεις δεύτερου δείγματος σε μεγέθυνση.

Περιεχόμενα

ΕΙΣΑΓΩΓΗ.....	10
1. Η τεχνική του sputtering (ιοντοβόληση)	11
Τι είναι η Ιοντοβόληση η αλλιώς sputtering:.....	11
Τα θετικά και τα αρνητικά του sputtering:	12
Discharge sputtering.	14
2. Μέταλλα τα οποία μπορούν να υποστούν sputtering (ιοντοβόληση).	15
Ο χρυσός (Au).....	16
Κράματα χρυσού/παλλάδιου(Au/Pd)	16
Η πλατίνα (Pt)	17
Κράμα πλατίνας/παλλάδιου (Pt/Pd).....	17
Το ιρίδιο (Ir).....	18
Το χρώμιο (Cr).....	18
Το βολφράμιο (W).....	19
3. Γνωριμία με το SC7620 ‘Mini’ Sputter Coater and Glow Discharge System.	20
Κύρια χαρακτηριστικά.....	20
Γρήγοροι χρόνοι κύκλου.....	21
Επιλογή επίστρωσης άνθρακα	21
Λειτουργία εκκένωσης λάμψης.....	22
Προδιαγραφές οργάνου	22
4.Γνωριμία με το Duo 6 rotary vane pump.....	24
Η δομή της αντλίας.....	25
5.Γνωριμία με το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο Dino light.	26
Κύρια χαρακτηριστικά.....	26
Λειτουργικά χαρακτηριστικά.....	26
6. Εργαστηριακό-ερευνητικό μέρος.....	27
Α) Δημιουργία των δειγμάτων μέσω της τεχνικής sputtering.....	28
Β) Καταμέτρηση των διαστάσεων των δειγμάτων με την χρήση του ηλεκτρονικού μικροσκοπίου Dino light.....	32
7. Συμπεράσματα.	37
8. Ηλεκτρονικές Πηγές.....	38

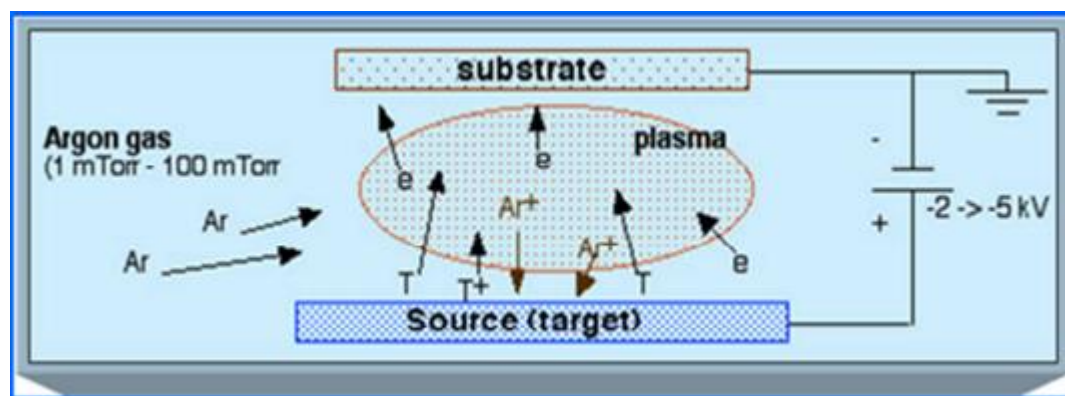
ΕΙΣΑΓΩΓΗ

Ο σκοπός της παρούσας διπλωματικής εργασίας είναι η δημιουργία και καταμέτρηση δειγμάτων με την τεχνική του sputtering (Ιοντοβόληση). Η έρευνα πραγματοποιήθηκε με την χρήση του ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης (SEM) ένα εξελεγμένο όργανο μέσω του οποίου μας δίνεται η δυνατότητα απεικόνισης και μικροανάλυσης δειγμάτων υλικών τα οποία υποκύπτουν στην επιφανειακή επικάλυψη με λεπτά στρώματα μετάλλων πάχους 0,5-2,5micron (10^{-6} του χιλιοστού). Η επικάλυψη των δειγμάτων πραγματοποιήθηκε με την χρήση του SC7620 Mini Sputter Coater το οποίο είναι ένα συμπαγές ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης όπου περιέχει έναν διακόπτη εναλλαγής λειτουργίας μεταξύ ψεκασμού και υδροφιλοποίησης. Όταν τροφοδοτείται με τον επιλεγμένο άνθρακα μας αποδίδει το ιδανικό πακέτο χαμηλού κόστους ψεκασμού SEM δειγμάτων με επίστρωση άνθρακα. Με την εναλλαγή του διακόπτη πραγματοποιείτε η λειτουργία εκκένωσης λάμψης η οποία μας επιτρέπει την υδροφιλοποίηση των επικαλυμμένων με άνθρακα δειγμάτων καθώς και την τροποποίηση της επιφάνειάς τους. Η καταμέτρηση των διαστάσεων των δειγμάτων πραγματοποιήθηκε με την χρήση του ηλεκτρονικού μικροσκοπίου dino light καθώς και με την χρήση του προγράμματος dino capture 2 το οποίο μας εφοδίασε με τις επιθυμητές εικόνες ανάλυσης αυτών.

1. Η τεχνική του sputtering (Ιοντοβόληση)

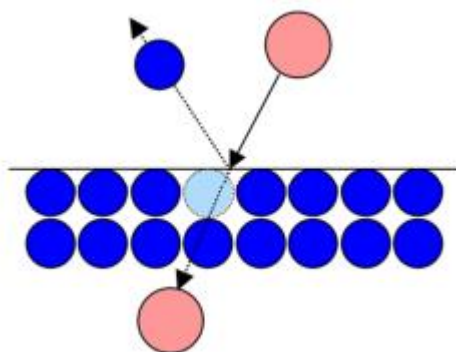
Τι είναι η Ιοντοβόληση η αλλιώς sputtering:

Όταν η επιφάνεια ενός στερεού βομβαρδίζεται με ενεργητικά σωματίδια όπως επιταχυνόμενα ιόντα τότε λόγω κρούσεων μεταξύ προσπιπτόντων ιόντων και επιφανειακών ατόμων τα άτομα της επιφάνειας του στερεού οπισθοσκεδάζονται (Εικόνα 1). Το φαινόμενο αυτό ονομάζεται sputtering (Ιοντοβόληση). [1]



Εικόνα 1: Διαδικασία εναπόθεσης με sputtering

Στον χώρο ανάμεσα στον στόχο και στο υπόστρωμα δημιουργείται πλάσμα (δηλαδή αέριο που περιέχει ηλεκτρόνια καθώς και θετικά κι αρνητικά ιόντα) αδρανούς υλικού [συνήθως Αργου (Ar)] και έτσι λόγω των κρούσεων όπου πραγματοποιούνται έχει ως αποτέλεσμα την αποκόλληση μορίων και την καθύσδυση τους επάνω στο υπόστρωμα (Εικόνα 2). Όλη η διαδικασία της ιοντοβόλησης γίνεται μέσα σε ένα θάλαμο κενού εντός του οποίου διοχετεύεται το αέριο το οποίο μέσω της εφαρμογής ηλεκτρικής τάσης της τάξης των kV παράγει το πλάσμα καθώς υπόκειται σε ηλεκτρική εκκένωση. [1]



**Εικόνα 2: Η αποκόλληση ενός ατόμου του στόχου από την σύγκρουση
με ένα άτομο αργού του**

Τα θετικά και τα αρνητικά του sputtering:

Οι τεχνικές sputtering είναι από τις πιο γνωστές και διαδεδομένες μεθόδους εναπόθεσης. Αυτό οφείλεται στην απλότητα των φυσικών διαδικασιών που λαβαίνουν χώρα, στην ευκολία χρήσης, προσαρμογής και τροποποίησης αυτών των τεχνικών. Η τεχνική του sputtering χρησιμοποιείται για τον καθαρισμό επιφανειών και την εναπόθεση λεπτών υμένων σε αυτές δηλαδή την ρύθμιση του πάχους σε επιφάνειες οι οποίες πρέπει να έχουν πολύ συγκεκριμένες διαστάσεις όπως (βάκτρα υδραυλικών κυλίνδρων, πλάκες εφαρμογής μηχανικών κινητήρων κ.α.), για την παράγωγή ημιαγωγών-ημιαγωγικών και φωτοβολταϊκών διατάξεων καθώς και σε πολλές άλλες βιομηχανικές χρήσεις. Επιπλέον μέσω αυτής της τεχνικής γίνεται εφικτή η εναπόθεση υλικών με υψηλό σημείο τήξης όπως κεραμικά και πυρίμαχα μέταλλα τα οποία δεν είναι δυνατόν να εναποτεθούν με τεχνικές εξάχνωσης. [1]

Ένα μειονέκτημα της τεχνικής sputtering είναι ότι απαιτείται συγκεκριμένη διαμόρφωση του συστήματος εναπόθεσης για ορισμένα υλικά στόχου, ενώ οι υψηλοί

ρυθμοί εναπόθεσης που επιτυγχάνονται με χρήση magnetron sputtering σε ορισμένες περιπτώσεις αναιρούνται. Αυτό οφείλεται στο γεγονός ότι η συγκέντρωση του πλάσματος δημιουργείται σε μια περιορισμένη περιοχή της συνολικής επιφάνειας του στόχου στην οποία εντοπίζεται η αλληλεπίδραση του μαγνητικού και του ηλεκτρικού πεδίου. Αυτό οδηγεί στο σχηματισμό ενός κρατήρα στο στόχο καθώς όλο και περισσότερο υλικό γίνεται sputtered από αυτή την συγκεκριμένη περιοχή. Γενικά, σε ένα σύστημα magnetron sputtering αναμένεται να εναποτεθεί μόνο το 25 – 30% του συνολικού υλικού του στόχου. Για να επιλύσουμε το συγκεκριμένο πρόβλημα χρησιμοποιούμε συνήθως την μέθοδο της περιστροφής του στόχου έτσι ώστε να γίνεται sputtering σε όσο το δυνατό μεγαλύτερη επιφάνεια. [1]

Οι τεχνικές sputtering διακρίνονται σε τρεις κατηγορίες:

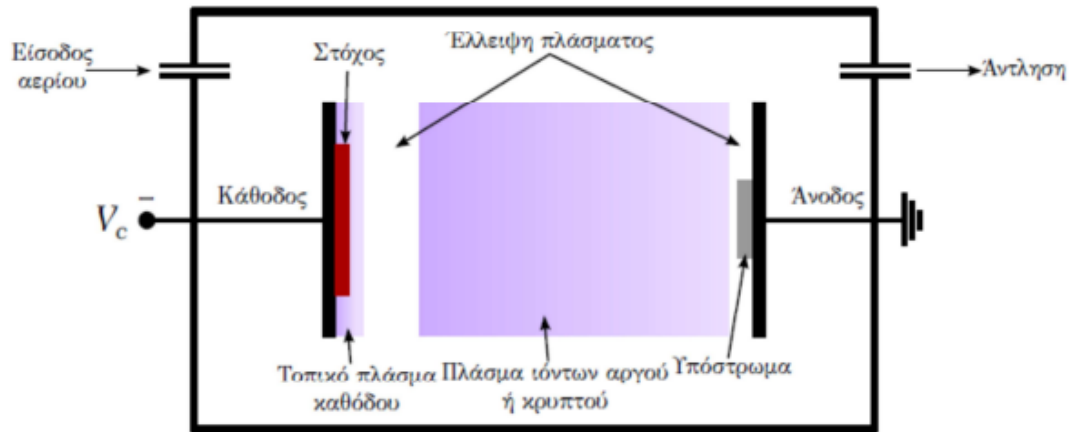
- a) Discharge sputtering (dc) το οποίο περιορίζεται στο sputtering των αγωγίμων στόχων.
- b) Rf sputtering στο οποίο οποιοσδήποτε στόχος ανεξάρτητα από την αγωγιμότητα του μπορεί να εναποτεθεί.
- c) Ion beam sputtering το οποίο είναι μια ελεγχόμενη διαδικασία εναπόθεσης υλικών.

Η τεχνική με την οποία θα ασχοληθούμε στην παρούσα έρευνα είναι η τεχνική του Discharge sputtering.

Discharge sputtering.

Το Discharge sputtering είναι η απλούστερη μορφή sputtering κατά την οποία ένα αδρανές αέριο όπως το αργό εισάγεται τον θάλαμο στον οποίο βρίσκεται το δείγμα μας. Στην συνέχεια μέσω της εφαρμογής υψηλής τάσης ανάμεσα στην κάθοδο και στην άνοδο πραγματοποιείται ιοντισμός του αερίου με αποτέλεσμα την δημιουργία πλάσματος περιεκτικότητας σε άτομα αερίου, σε ίσες ποσότητες κατιόντων Αργού και ελεύθερων ηλεκτρονίων. [1]

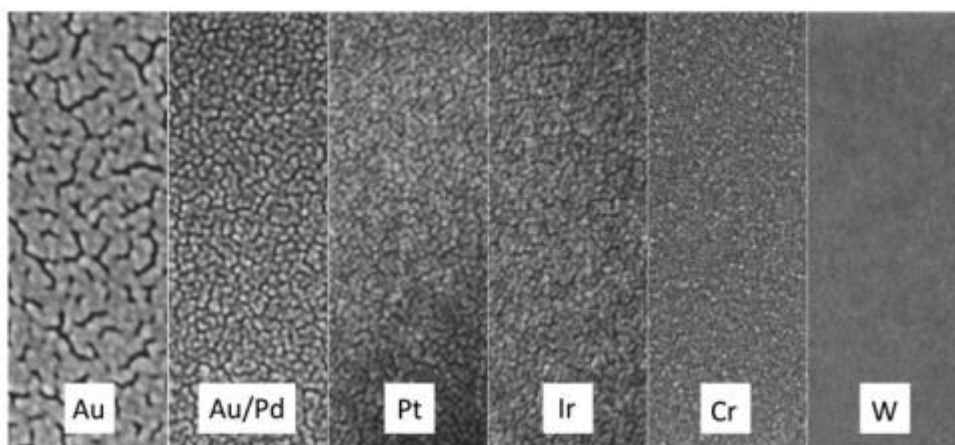
Στο ηλεκτρόδιο της καθόδου τοποθετείται το δείγμα του υλικού στο οποίο θέλουμε να γίνει η επιμετάλλωση η αλλιώς εναπόθεση και στο ηλεκτρόδιο της ανόδου τοποθετείται το υπόστρωμα στο οποίο θέλουμε να γίνει η εναπόθεση (Εικόνα 3). Μέσω της εφαρμογής τάσης στην άνοδο τα θετικά ιόντα του πλάσματος επιταχύνουν προς το αρνητικά πολωμένο ηλεκτρόδιο προσπίπτοντας στο δείγμα μας εξάγοντας έτσι άτομα του δείγματος τα οποία κινούνται μέσα στο πλάσμα και συμπυκνώνονται στην επιφάνεια του υποστρώματος[1]



Εικόνα 3: Αρχή λειτουργίας διάταξης Discharge sputtering

2. Μέταλλα τα οποία μπορούν να υποστούν sputtering (Ιοντοβόληση).

Τα παρακάτω μέταλλα είναι τα πιο ευρέως διαδεδομένα μέταλλα που μπορούμε να χρησιμοποιήσουμε για την επιμετάλλωση με την τεχνική της ιοντοβόλησης χρησιμοποιώντας πάντα το Αργό ως αέριο διεργασίας.[2]



Εικόνα 4: Εικόνες μικροσκοπίου SEM ηλεκτρονίων
διαφόρων υλικών στόχων επιμετάλλωσης

Ο χρυσός (Au)

Ο χρυσός (Au) είναι ίσως το πιο ευρέως χρησιμοποιούμενο υλικό επικάλυψης για μη αγώγιμα δείγματα, αλλά δεν συνιστάται ως δείγμα επιμετάλλωσης για ερευνητικούς σκοπούς καθώς απαιτούνται εικόνες υψηλής μεγέθυνσης για την ανάλυση του. Ο χρυσός έχει υψηλή απόδοση δευτερογενών ηλεκτρονίων και εκτινάσσεται σχετικά γρήγορα, αλλά η δομή της επικάλυψης αποτελείται από μεγάλες νησίδες (κόκκους) που μπορούν να παρατηρηθούν σε υψηλές μεγεθύνσεις στα περισσότερα σύγχρονα μικροσκόπια ερευνητικού επιπέδου (SEM). Επομένως, θα πρέπει να χρησιμοποιείται μόνο για απεικόνιση σε χαμηλές μεγεθύνσεις, ως πούμε μικρότερες από 5000 \times , όπου η δομή της επίστρωσης δεν θα παρεμβαίνει στις δομικές λεπτομέρειες του δείγματος. Ένα πλεονέκτημα του χρυσού σε σχέση με τις άλλες επικαλύψεις πολύτιμων μετάλλων, είναι ότι οι επικαλύψεις χρυσού δεν οξειδώνονται στον αέρα του εργαστηρίου. [2]

Κράματα χρυσού/παλλάδιου (Au/Pd)

Τα κράματα χρυσού/παλλάδιου (Au/Pd) περιεκτικότητας (60/40 και 80/20) έχουν μικρότερο μέγεθος κόκκων και είναι οι συνιστώμενες μεταλλικές επικαλύψεις για γενικούς ερευνητικούς σκοπούς. Οι αποδόσεις δευτερογενών ηλεκτρονίων είναι υψηλές και οι ρυθμοί διασκορπισμού για τον χρυσό / παλλάδιο είναι μόνο ελαφρώς χαμηλότεροι από ότι για το καθαρό χρυσό [2]

H πλατίνα (Pt)

Η πλατίνα (Pt) έχει λεπτότερο μέγεθος κόκκου από τον χρυσό ή τα κράματα χρυσού και παλλάδιου γεγονός που την καθιστά πιο κατάλληλη για εφαρμογές υψηλότερης μεγέθυνσης. Μια επίστρωση με διασκορπισμό πλατίνας παρουσιάζει υψηλή απόδοση αλλά χαμηλότερο ρυθμό επιμετάλλωσης από ότι ο χρυσός. Επιπλέον η πλατίνα έχει παρατηρηθεί να σπάει αυτό το φαινόμενο θα μπορούσε να είναι «ρωγμή λόγω καταπόνησης» και θα μπορούσε να αποδοθεί στην εναπόθεση οξυγόνου στην επιμεταλλωμένη επίστρωση, υποδεικνύοντας την ανάγκη για έναν επιστρωτή επιμετάλλωσης με καλύτερο κενό. [2]

Κράμα πλατίνας/παλλαδίου (Pt/Pd)

Το κράμα πλατίνας/παλλαδίου (Pt/Pd) (80/20) έχει παρόμοιο μικρό μέγεθος κόκκων και υψηλή απόδοση με την καθαρή πλατίνα, αλλά είναι λιγότερο ευαίσθητο σε «σπάσιμο λόγω καταπόνησης». Το κράμα πλατίνας/παλλαδίου είναι ένα κατάλληλο υλικό επικάλυψης για όλες τις πλευρές για εφαρμογές υψηλής μεγέθυνσης. [2]

Το ιρίδιο (Ir)

Το ιρίδιο (Ir) εμφανίζει λεπτό μέγεθος κόκκων σχεδόν σε όλα τα υλικά δειγμάτων και είναι ένα εξαιρετικό υλικό επικάλυψης για όλες τις εφαρμογές υψηλής μεγέθυνσης. Είναι επίσης συνήθως το πιο ακριβό μέταλλο επίστρωσης, συνήθως περίπου διπλάσια από την τιμή του χρυσού/παλλάδιου (Au/Pd) και της πλατίνας (Pt). Αυτό το μη οξειδωτικό υλικό έχει υψηλή απόδοση και για ορισμένες εφαρμογές έχει αντικαταστήσει το χρώμιο για επικάλυψη δείγματος υψηλής ανάλυσης. Δεδομένου ότι τα δείγματα για μικροανάλυση συχνά επικαλύπτονται με εξατμισμένο άνθρακα, το ιρίδιο (Ir) είναι ένα καλό εναλλακτικό υλικό επικάλυψης όταν ο άνθρακας πρέπει να αναλυθεί με μικροανάλυση ακτινών X. [2]

Το χρώμιο (Cr)

Το χρώμιο (Cr) έχει πολύ λεπτό μέγεθος κόκκων, αλλά ο ρυθμός εκτόξευσης είναι μόνο περίπου ο μισός από αυτόν του χρυσού (Au). Οι λεπτές μεμβράνες χρωμίου έχουν αποδειχθεί χρήσιμο υλικό επίστρωσης για απεικόνιση υψηλής μεγέθυνσης σε ηλεκτρονικό μικροσκόπιο SEM. Επειδή οξειδώνεται εύκολα, το χρώμιο απαιτεί τη χρήση στρόβιλο-αντλίας, υψηλής ανάλυσης sputter coater με κλείστρο ρύθμισης του στόχου για την αφαίρεση του οξειδίου πριν από την επίστρωση. Το καλύτερο κενό, σε συνδυασμό με την έκπλυση καθαρού αργού του θαλάμου, μειώνει τη μερική πίεση του οξυγόνου αρκετά ώστε να αποφευχθεί η οξείδωση του διασκορπισμένου στρώματος χρωμίου. Το λεπτό φιλμ χρωμίου στην επιφάνεια του δείγματος θα οξειδωθεί στον αέρα και τα δείγματα πρέπει να προβληθούν αμέσως μετά την

επικάλυψη. Τα δείγματα μπορούν να αποθηκευτούν σε υψηλό κενό καθώς το χρώμιο είναι ένα εξαιρετικό υλικό επίστρωσης για υψηλής ανάλυσης. [2]

Το βολφράμιο (W)

Το βολφράμιο (W) είναι μια εξαιρετική επίστρωση για επικάλυψη υψηλής ανάλυσης, καθώς έχει εξαιρετικά λεπτό μέγεθος κόκκων. Αλλά το βολφράμιο οξειδώνεται γρήγορα και απαιτεί την ίδια αυστηρή στροβιλοάντληση υψηλής ανάλυσης που περιγράφεται για το χρώμιο (Cr). Ως πυρίμαχο μέταλλο όπως το χρώμιο (Cr), έχει χαμηλό ρυθμό εκτόξευσης, αλλά η απόδοση του είναι υψηλή και τα δείγματα πρέπει να απεικονίζονται αμέσως μετά την επικάλυψη λόγω της ταχείας οξείδωσης στον αέρα του εργαστηρίου. [2]

3. Γνωριμία με το SC7620 'Mini' Sputter Coater and Glow Discharge System.



Εικόνα 5: SC7620 Mini' Sputter Coater

Κύρια χαρακτηριστικά

Το SC7620 διαθέτει μια βασική μαγνητική κεφαλή τοποθέτησης δειγμάτων με έναν εύκολο ως προς την αντικατάσταση δίσκο χρυσού ή παλλάδιου. Η κεφαλή αποτελείται από αρθρωτά μέλη τα οποία προσδίδουν ευκολία στην λειτουργία της και είναι εξοπλισμένη με ηλεκτρικές κλειδαριές ασφαλείας. Επιπλέον το φορτίο του πλάσματος μεταβάλετε μέσω της προρυθμισμένης βαλβίδας πλάσματος η οποία καθορίζει την ποσότητα του Αργού αερίου μέσα στον θάλαμο, και έτσι προσαρμόζεται το επίπεδο του κενού μέσα σε αυτόν. [3]

Γρήγοροι χρόνοι κύκλου

Ο συμπαγής θάλαμος εργασίας διαμέτρου 100mm/4" είναι τοποθετημένος σε αλουμίνιο κολάρο και ο μικρός του όγκος συμβάλλει στη διασφάλιση της γρήγορης άντλησης και των μικρών χρόνων κύκλου. Η βαθμίδα δείγματος διαμέτρου 90 mm είναι ρυθμιζόμενη καθ' ύψος και μπορεί εύκολα να αφαιρεθεί για την υποδοχή μεγαλύτερων δειγμάτων. Το Sputtering ελέγχεται χειροκίνητα με χρονόμετρο 180 δευτερολέπτων και η πίεση του αερίου και το πλάσμα παρακολουθούνται από αναλογικούς μετρητές οι οποίοι βρίσκονται στην πρόσοψη του οργάνου. [3]

Επιλογή επίστρωσης άνθρακα

Το πρότυπο SC7620 με την προσθήκη ενός προαιρετικού εξαρτήματος εξάτμισης άνθρακα αποτελούμενο από μια κεφαλή εξάτμισης από ανθρακονήματα και ενός τροφοδοτικού (SC7620-CF) μπορεί να μετατραπεί σε όργανο μικροανάλυσης ακτινών X SEM. Επιπλέον περιλαμβάνει ένα πρόσθετο ψηλότερο γυάλινο κύλινδρο για να διασφαλιστεί ότι η πηγή του δείγματος είναι η βέλτιστη για την επικάλυψη του άνθρακα και ένα χειροκίνητο κλείστρο προστατεύοντας έτσι τα δείγματα κατά το στάδιο εξαγωγής των αέριων ιών άνθρακα. [3]

Λειτουργία εκκένωσης λάμψης

Η λειτουργία εκκένωσης λάμψης προσδίδει στις μεμβράνες υποστήριξης άνθρακα μια υδρόφιλη επιφάνεια και αποτρέπει την εξάπλωση αιωρημάτων σωματιδίων μέσα στα διαλύματα αρνητικής χρώσης. Ωστόσο, μετά από την επεξεργασία εκκένωσης λάμψης με αέρα τα φιλμ του άνθρακα μπορούν να γίνουν υδρόφιλα και να φορτιστούν αρνητικά, επιτρέποντας τη επάλειψη υδατικών εναιωρημάτων. [3]

Προδιαγραφές οργάνου

- Θήκη οργάνου: 340mm x 310mm x 330mm , συμπεριλαμβανομένου του θαλάμου
- Βάρος: 20 kg
- Θάλαμος εργασίας: Βοροπυριτικό γυαλί, 100mm τοποθετημένο σε κολάρο αλουμινίου
- Στόχοι Sputter: Δίσκος στυλ 57mm Ø στόχος χρυσού/παλλάδιου
- Ισχύς: 20V AC x 50Amp
- Απαιτήσεις αντλίας κενού: 50L/m περιστροφική αντλία δύο σταδίων με νέφος λαδιού
- Μέτρηση υποπίεσης: Μετρητής Pirani με αναλογική οθόνη
- Τυπικό απόλυτο κενό: 2×10^{-2} mbar σε ένα καθαρό σύστημα
- Στάδιο δείγματος: Διάμετρος 89 mm, ρυθμιζόμενο ύψος (κανονικό ύψος εργασίας: 45mm)
- Χρονοδιακόπτης: Χειροκίνητα με αναλογικό χρονόμετρο 180 δευτερολέπτων με ανάλυση 15 δευτερολέπτων
- Εκφόρτιση λάμψης: Λειτουργεί στα 100 mA σε λειτουργία DC + και 30mA σε λειτουργία DC- mode

- Έξοδος τροφοδοσίας: Η κανονική λειτουργία είναι έως 800V DC στα 20mA. Μέγιστη έξοδος 1.200V DC
- Ηλεκτρική τροφοδοσία: 90-250V 50/60Hz 1.400VA
- Αέρια: Αέριο διεργασίας εκτόξευσης αργού, καθαρότητας 99,999%.
- Ισχύς: 20VAC x 50A. Διατίθεται είτε για 230V Λειτουργία (3A max) ή 110V (6A max) στα 50/60 Hz
- Πηγή άνθρακα: Κορδόνι από ανθρακονήματα

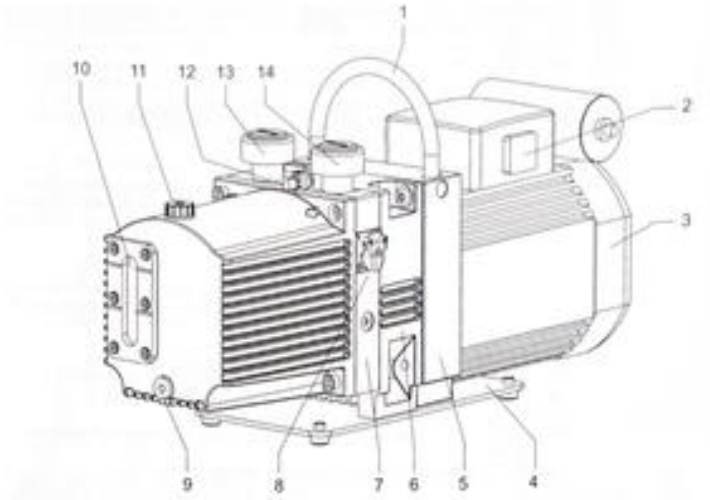
4.Γνωριμία με το Duo 6 rotary vane pump.



Εικόνα 6: Duo 6 vane pump

Το duo 6 είναι η πτερυγοφόρα αντλία περιστροφής μέσω της οποίας καθιστάτε ικανή η λειτουργία του SC7620 'Mini' Sputter Coater and Glow Discharge System. Πιο συγκεκριμένα σε κατάσταση λειτουργίας τροφοδοτεί το σύστημα μας με το απαραίτητο αέριο (Αργό Ar) έτσι ώστε να επιτευχτεί η διαδικασία της εναπόθεσης καθώς και μέσω της ρύθμισης της πτωχαίνουμε επιθυμητές ιδιότητες πλάσματος στον θάλαμο της εναπόθεσης.

Η δομή της αντλίας.



Εικόνα 7: Δομή της αντλίας duo 6.

- | | |
|-----------------------------------|--------------------------------------|
| 1.Χειρολαβή | 2.Διακοπτης τροφοδοσίας |
| 3.Μοτέρ | 4.Βάση στήριξης |
| 5.Φλάτζα μοτέρ | 6.Φλάτζα αντλίας |
| 7.Βάση αντλίας | 8.Βαλβίδα ισορροπίας αερίου |
| 9.Βαλβίδα εξαγωγής υγρού αντλίας | 10.Δείκτης υγρού αντλίας |
| 11.Βαλβίδα πλήρωσης υγρού αντλίας | 12.Σύνδεσμος επιστροφής αερίου |
| 13.Φλάτζα κενού με προστατευτικό | 14.Φλάτζα εξάτμισης με προστατευτικό |

5.Γνωριμία με το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο Dino light.



Εικόνα 8: Ηλεκτρονικό μικροσκόπιο dino light

Κύρια χαρακτηριστικά.

Το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο Dino light αποτελείται από το κυρίως σώμα του οργάνου επάνω στο οποίο υπάρχει η ροδέλα ρύθμισης μεγέθυνσης και εστίασης του οργάνου καθώς και στην μπροστά όψη της κάμερας του διαθέτη αυτοφωτιζόμενη κεφαλή η οποία προσδίδει καλύτερο φωτισμό στα δείγματα τα οποία θέλουμε να απαθανατίσουμε με αποτέλεσμα να λαμβάνουμε ευκρινέστερα στιγμιότυπα από αυτά.[4]

Λειτουργικά χαρακτηριστικά.

Η δυνατότητα μεγέθυνσης έως και 900 X και η 5 megapixel κάμερα που διαθέτει είναι μερικά από τα λειτουργικά χαρακτηριστικά του συγκεκριμένου οργάνου τα οποία το καθιστούν ένα εύχρηστο και σημαντικό εργαλείο στον ερευνητικό αλλά και στον εμπορικό τομέα. Το dino light έχει την δυνατότητα συνδεσιμότητας μέσω USB 2.0, USB 3.0, και VGA για απαθανάτιση στιγμιότυπων υψηλής ευκρίνειας αλλά και

παρέχει εξειδικευμένο φωτισμό υπεριώδες ή υπέρυθρο για την καλύτερη ανάλυση ορισμένων δειγμάτων.[4]

6. Εργαστηριακό-ερευνητικό μέρος

Το εργαστηριακό μέρος της παρούσας εργασίας αποτελείται από δυο βασικές υποενότητες : Α) Την δημιουργία των δειγμάτων μέσω της τεχνικής sputtering και Β) Την καταμέτρηση των διαστάσεων αυτών με την χρήση του ηλεκτρονικού μικροσκοπίου Dino light.

A) Δημιουργία των δειγμάτων μέσω της τεχνικής sputtering.

Στο συγκεκριμένο σημείο της έρευνας μας θα πραγματοποιήσουμε επιμετάλλωση σε δυο δίσκους χρυσού-παλλάδιου μέσω της τεχνικής της ιοντοβόλησης η αλλιώς sputtering. Για την πραγματοποίηση της επιμετάλλωσης θα χρειαστούμε το SC7620 'Mini' Sputter Coater and Glow Discharge System, την duo 6 vane pump καθώς και μια μπουκάλα τροφοδοσίας αερίου αργού (Ar). Η συνολική διάταξη του συστήματος των μηχανημάτων που χρησιμοποιήσαμε απεικονίζεται στην (εικόνα 9).



Εικόνα 9: Διάταξη συστήματος μηχανημάτων επιμετάλλωσης

Πιο συγκεκριμένα η μπουκάλα του αερίου μας συνδέεται με την αντλία μέσω ενός μικρού στεγανού σωλήνα ο οποίος μεταφέρει το αέριο από την μπουκάλα προς την αντλία και στην συνέχεια προς το πίσω μέρος του επιμεταλλωτή μας (SC7620 'Mini' Sputter Coater and Glow Discharge System) με ασφάλεια.

Αφού συνδέσουμε όλο το σύστημα προσεκτικά αξίζει να ρίξουμε μια ποιο ακριβή ματιά στον επιμεταλλωτή μας και στην λειτουργία χρήσης του.



Εικόνα 10: Επιμεταλλωτής SC7620

Παρατηρώντας την (εικόνα 10) επάνω αριστερά βλέπουμε ένα ποτενσιόμετρο μέσω του οποίου ρυθμίζουμε τον χρόνο διεξαγωγής της διαδικασίας μας, κάτω από αυτόν βρίσκονται τρία κουμπιά τα οποία είναι υπεύθυνα από αριστερά προς τα δεξιά για την έναρξη της λειτουργίας της αντλίας, την έναρξη παράγωγης πλάσματος και την

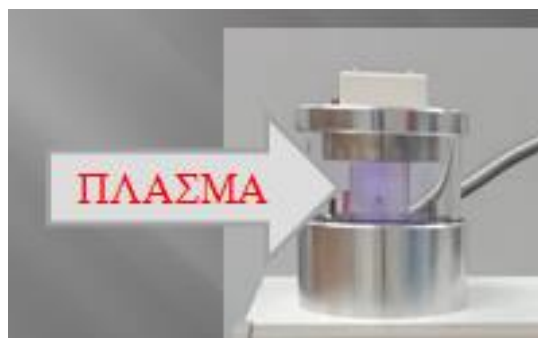
έναρξη της επιμετάλλωσης. Στην δεξιά μεριά του οργάνου έχουμε δυο δέκτες πίεσης αερίου και φορτίου και ανάμεσα τους τον διακόπτη μέσω του οποίου επιλέγουμε εάν θέλουμε να κάνουμε επιμετάλλωση η εκκένωση λάμψης στα δείγματα μας.

Για να ξεκινήσουμε την διαδικασία πρώτα τοποθετούμε το δείγμα μας στον ιδικό χώρο τοποθέτησης στο επάνω μέρος του οργάνου μας όπως φαίνεται στην (εικόνα 11).



Εικόνα 11: Τοποθέτηση δείγματος

Στην συνέχεια σφραγίζουμε καλά το δείγμα μέσα στην βάση του και ενεργοποιούμε το όργανο μας. Αφού του ορίσαμε χρόνο τεσσάρων λεπτών στον οποίο θα πραγματοποιηθεί η επιμετάλλωση του ενεργοποιούμε το πλάσμα όπως φαίνεται στην (εικόνα 12) και ξεκινάει η διαδικασία εναπόθεσης του δείγματος μας καθώς τα μόρια του αερίου προσπίπτουν στην επιφάνεια του προκαλώντας την επιμετάλλωση του .



Εικόνα 12: Δημιουργία πλάσματος.

Αφού ολοκληρωθεί ο χρόνος που ορίσαμε με προσοχή πρώτα εξάγουμε όλο το υπολειπόμενο αέριο του θαλάμου μέσω της βαλβίδας εξαγωγής και στην συνέχεια ανοίγουμε τον θάλαμο και παραλαμβάνουμε το έτοιμο δείγμα μας.

Αφού επαναλάβουμε την ίδια διαδικασία και για το δεύτερο δείγμα το αποτέλεσμα φαίνεται στην (εικόνα 13) δυο παρόμοια κυκλικά λεπτά δίσκια χρυσού και παλλάδιου πάχους 0,1mm και διαμέτρου 57mm.



Εικόνα 13: Έτοιμα δείγματα

B) Καταμέτρηση των διαστάσεων των δειγμάτων με την χρήση του ηλεκτρονικού μικροσκοπίου *Dino light*.

Αφού ολοκληρώσαμε την διαδικασία δημιουργίας των δειγμάτων μας ήρθε η ώρα να μετρήσουμε τις διαστάσεις τους για να δούμε εάν έχουμε επιτύχει το επιθυμητό αποτέλεσμα. Κύριος βοηθός για να επιτύχουμε την μέτρηση των διαστάσεων αυτών είναι το ηλεκτρονικό μας μικροσκόπιο *dino light* καθώς και το πρόγραμμα *dino capture 2* μέσω του οποίου έγινε η ανάλυση των φωτογραφιών που λάβαμε από το μικροσκόπιο.

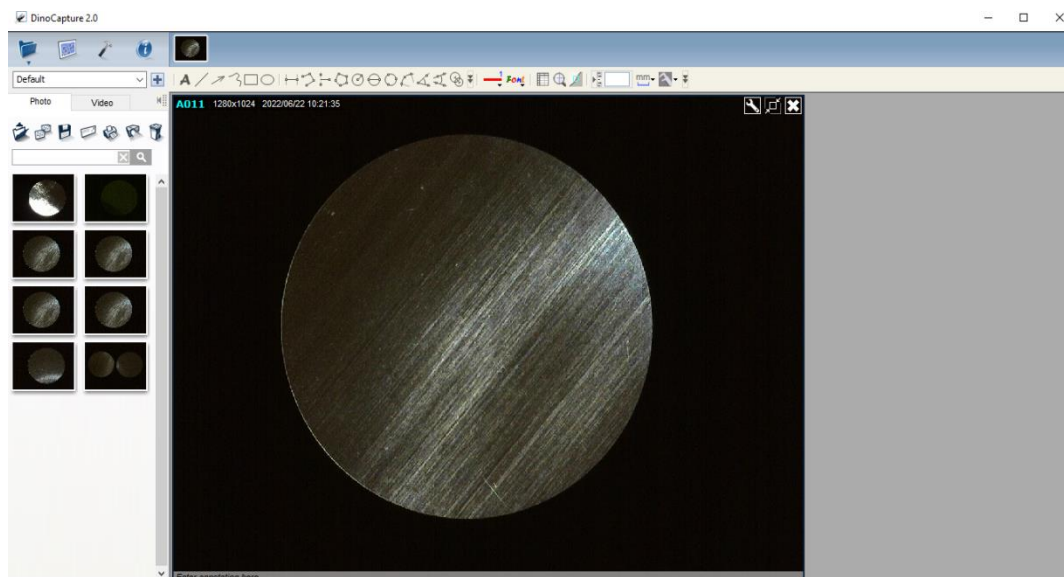
Η κεφαλή του μικροσκοπίου βρίσκεται σε απόσταση 600mm από την πλατφόρμα έκθεσης των δειγμάτων, αυτό συμβαίνει έτσι ώστε με μικρή μεγέθυνση της τάξης του 4X να μπορούμε να λάβουμε το πιο καθαρό σε επίπεδο εικόνας αποτέλεσμα. Για την καλύτερη απαθανάτιση των δειγμάτων από το μικροσκόπιο έχουμε τοποθετήσει μαύρο φόντο και έχουμε ρυθμίσει το μικροσκόπιο να απαθανατίζει στιγμιότυπα ανάλυσης εικόνας στα 1280 X 1024 pixel.



Εικόνα 14: Στιγμιότυπο των δυο δειγμάτων μας.

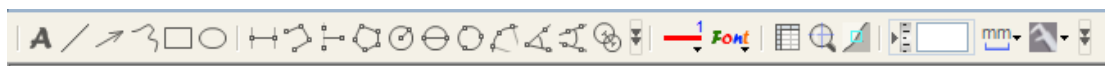
Τα παραπάνω δείγματα αποτελούνται από χρυσό και παλλάδιο (Au-Pd) και ιδανικά θέλουμε να έχουν 57 mm διάμετρο για να θεωρηθεί η κατασκευή τους 100% επιτυχημένη.

Το πρόγραμμα το οποίο έχουμε επιλέξει για την ανάλυση των δειγμάτων είναι το dino capture 2. Μέσω αυτού του προγράμματος αρχικά μας δίνεται η δυνατότητα να εκθέσουμε τα στιγμιότυπα τα οποία λάβαμε σε μεγέθυνση στην οθόνη μας με σκοπό την ανάλυση τους όπως βλέπουμε παρακάτω στην (εικόνα 15).



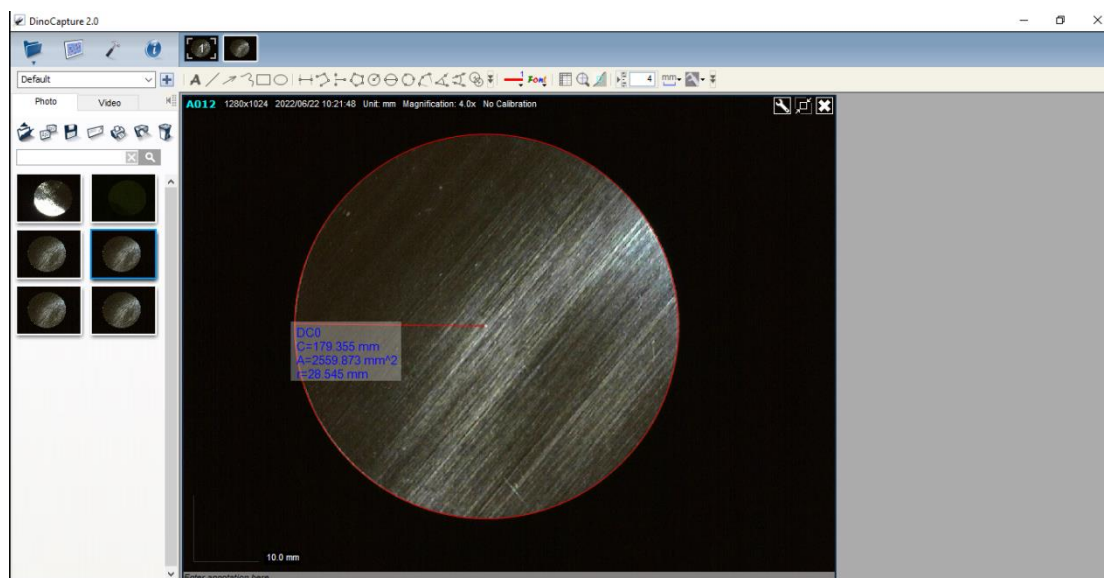
Εικόνα 15: Στιγμιότυπο πρώτου δείγματος χωρίς ανάλυση .

Όπως βλέπουμε στην (εικόνα 15) αλλά και στην (εικόνα 16) σε μεγέθυνση έχουμε την δυνατότητα να εφαρμόσουμε στα στιγμιότυπα μας μια μεγάλη κατηγορία μετρητών εικόνας οι οποίοι συνυπολογίζοντας την μεγέθυνση που έχουμε ορίσει στο μικροσκόπιο μας δίνουν τα αποτελέσματα σε πραγματικό χρόνο και πραγματικές διαστάσεις τα οποία θα δούμε στην συνέχεια.



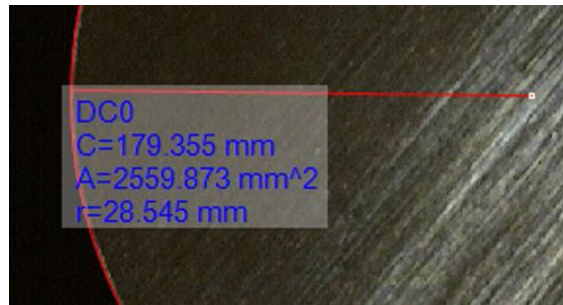
Εικόνα 16 Γραμμή εργαλείων μετρητών εικόνας

Εφαρμόζοντας στο πρώτο δείγμα μας της (εικόνας 15) την καταμέτρηση περιμέτρου και διαμέτρου κύκλου από την γραμμή εργαλείων λάβαμε τα παρακάτω αποτελέσματα.



Εικόνα 17: Διαστάσεις πρώτου δείγματος

Σημαντικό χαρακτηριστικό της ευκολίας χρήσης του συγκεκριμένου προγράμματος είναι το γεγονός ότι αφού ορίσουμε την υπάρχουσα μεγέθυνση που έχουμε εφαρμόσει αρκεί μόνο να επιδείξουμε με το ποντίκι την περιφέρεια του αντικειμένου στο πρόγραμμα για να μας προσδιορίσει τα στοιχεία τα οποία θέλουμε δηλαδή την διάμετρο του σε πραγματική κλίμακα (εικόνα 17).



Εικόνα 18: Διαστάσεις πρώτου δείγματος σε μεγέθυνση

Όπως βλέπουμε στην (εικόνα 18) η ακτίνα του δείγματος μας είναι $r = 28,545mm$

οπότε η διάμετρος του είναι $D = 2 \times r \Rightarrow D = 2 \times 28,545 \Rightarrow D = 57,09mm$

Γεγονός που υποδηλώνει την επιτυχή δημιουργία του δείγματος στα 57mm που ήταν

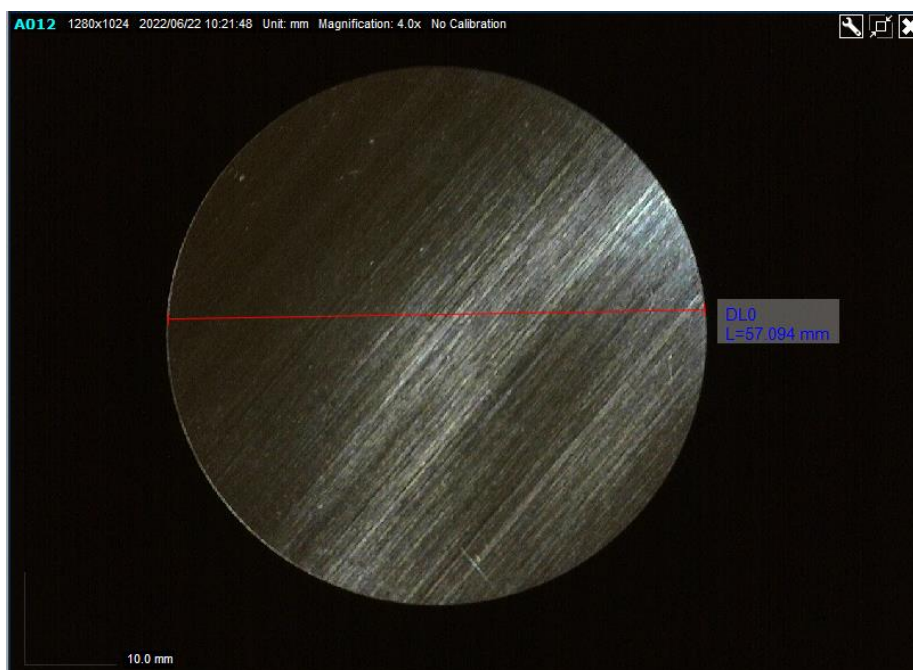
ο πρωταρχικός μας στόχος. Το σφάλμα των 9 εκατοστών του χιλιοστού

$D = 57,09mm$ που προκύπτουν οφείλεται στο ότι η λήψη της φωτογραφίας δεν

έγινε σε περιβάλλον κενού με αποτέλεσμα τα μικροσωματίδια του αέρα να

επηρεάζουν στο ελάχιστο το αποτέλεσμα μας, σφάλμα όμως αμελητέο καθώς δεν

επηρεάζει καθόλου την μέτρηση μας .



Εικόνα 19: Διαστάσεις δεύτερου δείγματος.

Αντίστοιχα και για το δεύτερο μας δείγμα αφού λάβουμε το στιγμιότυπο του έχουμε την δυνατότητα μέσω της γραμμής εργαλείων μετρητών εικόνας να επιλέξουμε την περιφέρεια του κύκλου σε δυο αντικριστά σημεία και το πρόγραμμα θα μας τα ισοσταθμίσει και θα τα ενώσει με αποτέλεσμα να έχουμε την πραγματική διάμετρο και του δεύτερου δείγματος (εικόνα 19)



Εικόνα 20: Διαστάσεις δεύτερου δείγματος σε μεγέθυνση.

Και στο δεύτερο μας δείγμα παρατηρούμε ότι η διάμετρος του είναι $D = 57,094mm$. Γεγονός που υποδηλώνει την επιτυχή δημιουργία του δείγματος στα 57mm που ήταν ο πρωταρχικός μας στόχος. Το σφάλμα των 94 χιλιοστών του χιλιοστού $D = 57,094mm$ που προκύπτουν οφείλεται όπως και στο πρώτο δείγμα μας στο ότι η λήψη της φωτογραφίας δεν έγινε σε περιβάλλον κενού με αποτέλεσμα τα μικροσωματίδια του αέρα να επηρεάζουν στο ελάχιστο το αποτέλεσμα μας, σφάλμα όμως αμελητέο καθώς δεν επηρεάζει καθόλου την μέτρηση μας .

7. Συμπεράσματα.

Στην παρούσα εργασία δημιουργήθηκαν δυο δείγματα χρυσού-παλλάδιου τα οποία επιμεταλλώθηκαν με την τεχνική του sputtering και μετρήθηκαν με την χρήση ηλεκτρονικού μικροσκοπίου με σκοπό τον προσδιορισμό της ακρίβειας της συγκεκριμένης μεθόδου επιμετάλλωσης. Αφού αναλύσαμε τα δείγματα τα οποία προσκομίσαμε καταλήγουμε στο συμπέρασμα ότι η διαδικασία επιμετάλλωσης με την τεχνική του sputtering πέρα από την ευκολία υλοποίησης προσδίδει την δυνατότητα δημιουργίας επιθυμητών διαστάσεων πάχους αντικειμένων με σκοπό την εμπορική αλλά και την εκπαιδευτική τους χρήση. Επιπλέον αξίζει να αναφερθεί ότι τα δυο δείγματα που κατασκευάσαμε είναι σχεδόν όμοια μεταξύ τους γεγονός που καθίστα την συγκεκριμένη μέθοδο αρκετά αξιόπιστη και σταθερή ως προς την δημιουργία όμοιων δειγμάτων και έτσι είναι εφικτή η εισαγωγή της σε γραμμές παράγωγης-επιμετάλλωσης μετάλλων στις οποίες η ακρίβεια κατασκευής είναι καθοριστική για ένα σωστό αποτέλεσμα .

8. Ηλεκτρονικές Πηγές

[1] Τομέας Φυσικής της Σχολής Εφαρμοσμένων Μαθηματικών και Φυσικών Επιστημών (Σ.Ε.Μ.Φ.Ε.) του Εθνικού Μετσόβιου Πολυτεχνείου- Τεχνικές για την εναπόθεση λεπτών υμενίων, διαθέσιμη στο διαδίκτυο στη διεύθυνση:
<http://www.physics.ntua.gr>

[2] [Quorum Technologies Ltd Judges House, Lewes Road, Laughton, Lewes, East Sussex BN8 6BN UK T: +44\(0\)1323 810981 E: sales@quorumtech.com](http://www.quorumtech.com)
www.quorumtech.com

[3] Target Material Selection for Sputter Coating of SEM Samples Rod Heu,1 * Sina Shahbazmohamadi,2 John Yorston,3 and Patrick Capeder4 1 Rave Scientific, 8 Heller Park Lane, Somerset, NJ 08873 2 University of Connecticut, 159 Discovery Drive Storrs, CT 06269-3247 3Carl Zeiss Microscopy, One Zeiss Drive, Thornwood, NY 10594 4Safematic GmbH, Elestrasse 12, CH-7310 Bad Ragas, Switzerland
[*rod@ravescientific.com](mailto:rod@ravescientific.com)

[4] Brochure%20Dino-Lite%202021Q4%20ENG.pdf