

Tenké vrstvy aneb jak i málo dokáže hodně změnit.

J. Jelínek¹, A. Robbová², J. Zelinka³

Gymnázium Olomouc-Hejčín¹, Církevní gymnázium Plzeň², Gymnázium Na Vítězné pláni³

jjienldirniechk@gmail.com¹, anna.robova@seznam.cz², zelinka@gvp.cz³

Abstrakt

Tato práce se zabývá nanesením tenké vrstvy hliníku na substrát z nerezové oceli technologií Ionizied Jet Deposition (IJD) a jeho následným analyzováním optickým mikroskopem, posléze difraktometrem. Vrstva, kterou se podařilo nanést, byla krystalicky strukturovaná a měřitelná o tloušťce cca 1 mikron.

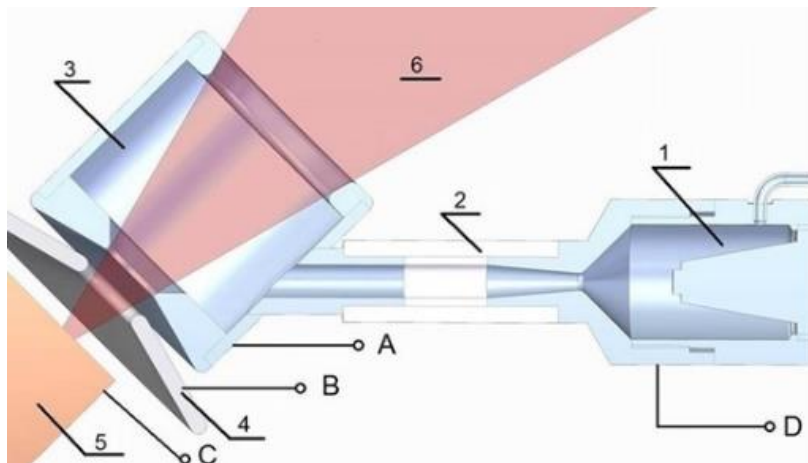
Klíčová slova: IJD, rentgenová difrakce, tenké vrstvy

1 Úvod

Tenké vrstvy jsou obor, který se v poslední době dynamicky rozvíjí. Spojením dvou materiálů využíváme různé vlastnosti. Například spojením kujného kovu a tvrdé keramiky lze vyrobit netupící se skalpel. K nanášení tenkých vrstev existuje velké množství přístrojů. Námí použitý přístroj využíval depoziční techniku Ionized Jet Deposition. Zařízení pracuje s pulzním proudem elektronů. V tomto článku se budeme zabývat analýzou nanesení hliníku na nerezovou ocel (AISI 304). Snažili jsme se lépe porozumět nanášení hliníku, aby se v dalším výzkumu dařilo nanést Al_2O_3 .

2 Teorie

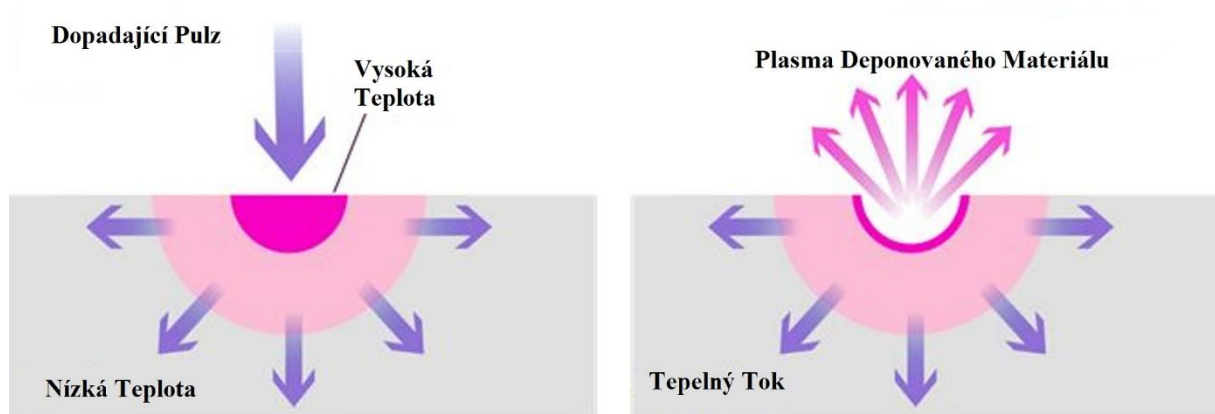
IJD – Ionized Jet Deposition



Obrázek 1 - hlaviče IJD [1]

Na obrázku 1 je schéma, pomocí kterého bude popsán vznik proudu pulzních elektronů. Písmena (A, B, C, D) jsou označena jednotlivá zemění. Katoda (1) vytváří ionizovaný plyn. Plyn je následně hnán skrz De Lavalovu trysku, umístěnou před mechanickou podporou (2). Tryska urychlí proud ionizovaného plynu. Urychlení je založeno na principu Bernoulliho rovnice. Plyn se dostane do duté katody (3), kde dochází k lavinovité ionizaci plynu. Jakmile je elektronů dostatek, prorazí potenciálovou bariéru ve spodní části katody a jsou urychleny

směrem k terčíku. Tento jev se nazývá „efekt duté katody“ (v literatuře hledejte radši „hollow catode effect“). Díl (4) je používán k nanášení nevodivých látek a je tvořen další elektrodou.



Obrázek 2 – ablace [2]

Na povrchu terčíku dochází k ablaci způsobené dopadajícím proudem elektronů (5). Tento jev je popsán v obrázku 2. Vytvoří se kužel plazmatu (6) procházející zpět skrz dutou katodu směrem k substrátu.

Na obrázku 2 je blíže popsán proces ablace. Ablace je důsledek ostřelení proudem ionizovaných elektronů. Při ablaci se vytvoří teplo a plazma deponovaného materiálu. Ostřelení nezapříčiní vytvoření pŕlkulovité výdutě. Stopa po proudu elektronů má spíše tvar hrušky, důsledek může být uvolnění clusterů.

Rentgenová difrakce

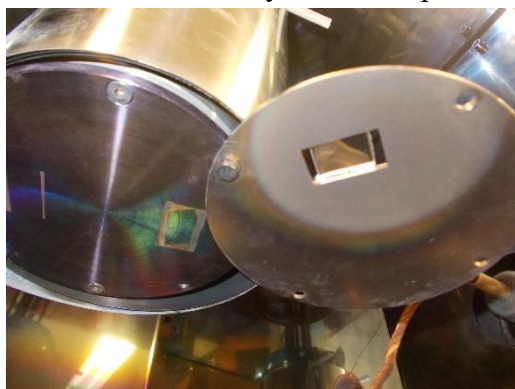
Pomocí rentgenové difrakce lze určit, které látky, v jakém uspořádání jsou přítomné v našem dodaném materiálu a jaká je maximální tloušťka nanášené vrstvy. Používá monochromatické rentgenové záření, které difraktuje při průchodu vzorkem. Difraktované záření následně v určitých směrech konstruktivně interferuje při přítomnosti krystalů a v některých směrech se vruší. Jsme schopni změřit úhel difraktovaného záření a pomocí Braggovy rovnice dopočítat vzdálenosti atomů.

$$n\lambda = 2d \sin \theta$$

3 Postup

Nejprve bylo nutné očistit substrát, v tomto případě nerezovou ocel AISI 304, acetonem. Očištěný substrát byl umístěn do držáku (obr 3.) ve vzdálenosti 12,5 cm od hliníkového terčíku a přišroubován. Vakuová komora byla uzavřena elektromagnety po obvodu a postupně v ní byl snižován tlak dvěma pumpami, z počátku olejovou a od tlaku 10^{-2} mbar turbomolekulární. Komora byla nejprve vypumpována do tlaku $8 \cdot 10^{-5}$ mbar, aby byla vyčištěna. Pracovní plyn, argon, byl postupně vpouštěn dovnitř až do dosažení pracovního tlaku $8 \cdot 10^{-4}$ mbar. Jako parametry pulzů bylo zvoleno napětí 22kV a frekvence 10 Hz, terčík byl ostřelován 20 min.

Prvotní analýza byla provedena běžným optickým mikroskopem značky Reichert s objektivem 10/020 připojeným na CCD kameru. Dále byl substrát přenesen do laboratoře strukturní



Obrázek 3 - vložení do držáku

rentgenografie, kde byl změřen v difraktometru X^{pert} využívající geometrické uspořádání Bragg-Brentano za pomoci kobaltové RTG lampy $\lambda = 0,179026$ nm pod úhlem dopadu 2° .

| | |
|----------------------------|------------------------|
| Vzdálenost substrát-terčik | 12,5 cm |
| Vzdálenost hlava-terčik | 4 mm |
| Pracovní plyn | Argon |
| Napětí | 22 kV |
| Frekvence | 10 Hz |
| Doba nanášení | 20 min |
| Nanášený materiál | Hliník (Al) |
| Materiál substrátu | Nerezová ocel AISI 304 |

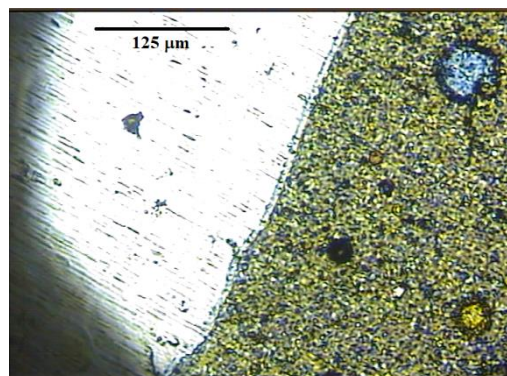
Tabulka 1 - parametry nanášení vzorku

4 Diskuze a výsledky

Na vyjmutém substrátu bylo možné na první pohled rozeznat, že nanášení hliníkové vrstvy bylo úspěšné. Po celé části povrchu, která nebyla v průběhu nanášení zakrytá, se táhla lesklá, tmavá vrstva posetá světlými zrnky (obr 4). Pod optickým mikroskopem bylo možné pozorovat místa mezer v hliníkové vrstvě, kde prosvítal povrch oceli, velké clustery, vzniklé odtrháváním větších částic z terče, rozhraní ocele a naneseného hliníku, i drobné nečistoty, které se nepodařilo smýt (obr 5.). Na difraktometru se ukázalo, že nanesená vrstva hliníku má krystalickou strukturu, protože byly naměřeny danému prvku odpovídající píky, zatímco u amorfni látky by došlo pouze ke zvýšení pozadí. Podle velikosti naměřených píků od substrátu

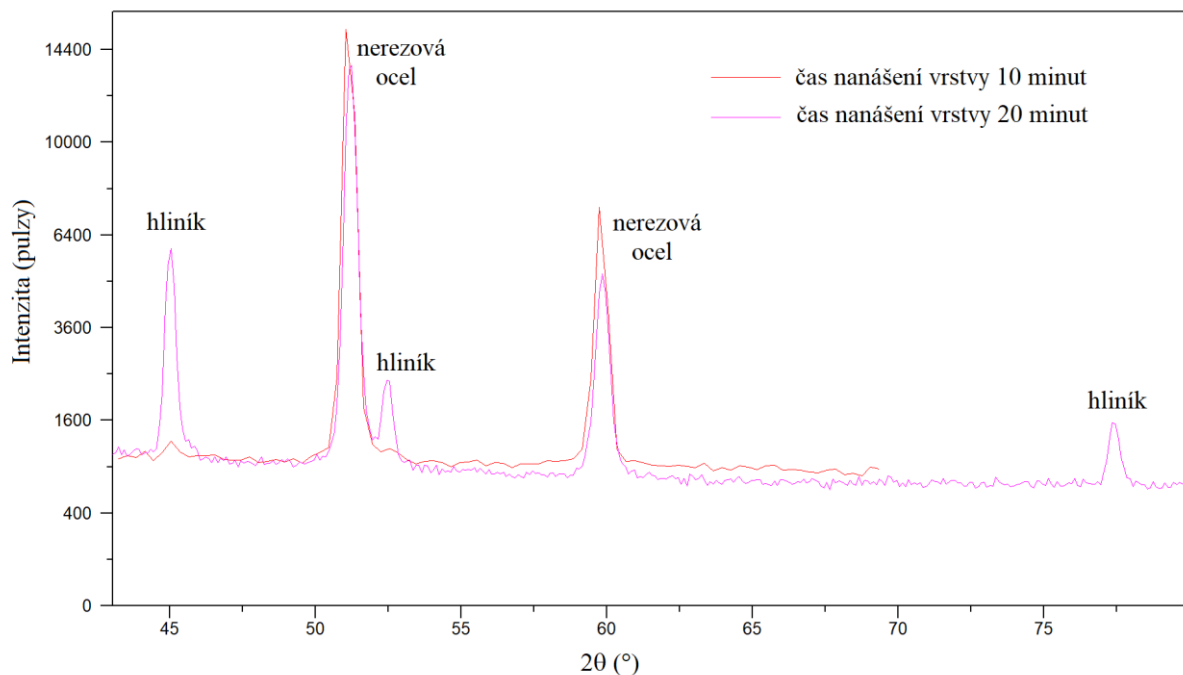


Obrázek 4 - nanesená vrstva



Obrázek 5 - rozhraní hliník ocel, clustery

je nanesená vrstva pravděpodobně tenčí, než 1,8 mikrometru, ale zároveň tlustší, než 0,2 mikrometru, jelikož byla měřitelná difraktometrem, což zvláště pro lehké prvky, mezi které hliník patří, vyžaduje určitou minimální tloušťku.



Obrázek 6 – výsledky z analýzy rentgenovou difrakcí

5 Závěr

Technologií IJD se podařilo nanést tenkou vrstvu hliníku na povrch nerezové oceli AISI 304 a za pomoci difraktometru přibližně odhadnout její tloušťku. Vrstva měla krystalickou strukturu. Pod optickým mikroskopem byly jasně vidět clustery i rozhraní s původním substrátem. Vytvořená vrstva pomohla lépe porozumět nanášení hliníku a v budoucnu pomůže při nanášení Al₂O₃.

6 Poděkování

Děkujeme vedoucímu našeho miniprojektu Jakubu Skočdopolovi, který s námi celý experiment provedl, ukázal nám svoje vědecké pracoviště. Následně i Jakubu Němečkovi, který s námi analyzoval vzorek pomocí rentgenové difrakce. V neposlední řadě bychom chtěli vyjádřit dík organizátorům celé akce TV@J.

7 Reference

[1] J. Skočdopole, Studium naprašování velmi tvrdých tenkých vrstev metodou IJD na podložky z legovaných ocelí s přihlédnutím k aplikacím ve zdravotnictví, Praha, diplomová práce, 2017, ČVUT v Praze