

ЕКСПЕРИМЕНТАЛНО ПЛАНИРАНЕ НА ЙОННО ЛЪЧЕВОТО РАЗПРАШВАНЕ НА СРЕБРО ВЪРХУ ТЕКСТИЛНИ ВЛАКНА

Христо ХАДЖИЕВ², Виолета СЛАВОВА¹, Ивелин РАХНЕВ² и Филип ФИЛИПОВ³
e-mail: hristoha@yahoo.de

¹ИПФ - Сливен при ТУ - София, ²Колеж - Сливен при ТУ - София, ³ТУ - София

РЕЗЮМЕ

Изолация от йонни лъчи е ефективен метод за вакуумно отлагане на метализиращи тънкослойни покрития от различни метали върху текстилната повърхност. Докато други известни методи на вакуумна метализация на обработените повърхностни материали трябва да издържат на високите температури по време на процеса, чрез йонно разпрашване, най-ниската повърхностна температура на субстрата по време на отлагането на покритието е съществена разлика. Тънките филми се нанасят в среда с висок вакуум, което е предпоставка за осигуряване на добра адхезия на покритието. Целта е да се постигнат проводими текстилни повърхности, които могат да се използват за нагряване на текстилните панели. С покритието от силициеви тънки филми е възможно да се създадат фотопроводими слоеве, които да се използват във фотоволтаичната индустрия. Различни сензори могат да бъдат интегрирани в текстила.

Плазменото разсейване на плазмата се извършва в специално предназначен за целта приемник на вакуум, който е на разположение. В този специфичен случай, вакуумната камера е направена от дебелостенна неръждаема стомана с обем 510 см³. Евакуацията на вакуумната камера се извършва с главна помпа Leybold за средно вакуум до 1×10^{-3} mbar и турбомолекулна вакуумна помпа Pfeiffer за висок и много висок вакуум до 1×10^{-7} mbar.

Предмет на тази статия е експерименталното планиране и последователното внедряване на вариантите. При всеки вариант на отлагане на тънък слой от Ag върху повърхността на влакната се променя напрежението на разпрашването на йонния лъч и времето на излагане.

Ключови думи: тънки филми, влакна, вакуумно отлагане, текстилен субстрат, експериментални планове.

EXPERIMENTAL PLANNING OF ION BEAM SPUTTERING OF AG IN VACUUM ON TEXTILE FIBRES

Hristo HADJIEV¹, Violeta SLAVOVA², Ivelin RAHNEV² and Philipp PHILIPPOV³

e-mail: hristoha@yahoo.de

¹Technical University - Sofia, IPF - Sliven, ²Technical University - Sofia, College - Sliven,

³Technical University - Sofia

ABSTRACT

Ion radiation sputtering is an effective method of vacuum deposition of metallization thin film coatings of different metals on the textile surface. While other known methods of vacuum metallization of the treated surface materials need to withstand the high temperatures during the process, by ion sputtering radiation lowest surface temperature of the substrate during deposition of the coating is a substantial difference. The thin films are applied in an environment of high vacuum, which is a prerequisite for ensuring good adhesion of the coating. The purpose plating is to achieve conductive textile surfaces, which can be used for heating the textile panels. With the coating of silicon thin films is possible to create photo conductive layers that would be used in the photovoltaic industry. Various sensors can be integrated into textiles.

Ion plasma sputtering is carried out in specially designed for this purpose vacuum recipient, which is available. In this specific case, the vacuum chamber is made of thick-walled stainless steel with a volume of 510cm³. The evacuation of the vacuum chamber is done with shutter primary pump Leybold for medium vacuum to 1 x 10⁻³ mbar and Turbomolecular vacuum pump Pfeiffer for high and very high vacuum to 1 x 10⁻⁷ mbar.

Subject of this article is the experimental planning and the consecutive implementation of the variants. At each variant of the deposition of a thin film of Ag on the surface of the fibres the tension of the ion beam sputtering and the exposition time were changed.

Keywords: thin films, fibres, vacuum deposition, textile substrate, experimental plans.

Увод

Същността на тази експериментална работа се състои в нанасянето на метално покритие върху влакно във вакуумна среда с помощта на йонно лъчево разпръскване. Решаващи критерии при метализация на естествен и изкуствени влакна е адхезията на нанасящото се покритие към повърхността на влакното. Тези изисквания от страна на тънкослойните покрития сами по себе си са решаващи за настоящата работа и са предпоставка за специфичната експериментална апаратура. Този за отлагане на тънкослойни покрития във

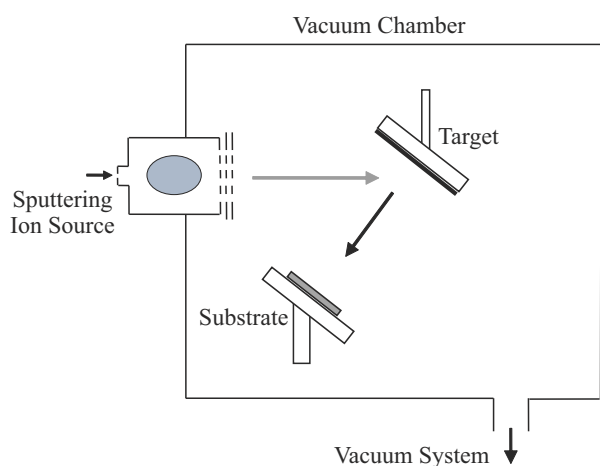
вакуумна среда е физичен. Характерното за този метод е много добрата адхезия към подложката, хомогенност и плътност на отложениите слоеве с минимални вътрешни напрежения, възможността да се отлагат много тънки слоеве до няколко нанометъра, добра възпроизводимост на слоевете и др.

Опитна постановка

Йонно плазменото разпръскване се осъществява в специално за целта разработен вакуумен реципиент. В този конкретен случай вакуумната камера е изработена от дебелостенна

неръждаема стомана с обем 510 cm^3 . Евакуирането на вакуумната камера се извършва с първична шибърна помпа на Leybold за среден вакуум до $1 \times 10^{-3} \text{ mbar}$ и с турбомолекулярна вакуумна помпа на Pfeiffer за висок и много висок вакуум до $1 \times 10^{-7} \text{ mbar}$. Високооборотната турбомолекулярна вакуумна помпа се охлажда от охлаждателен агрегат за вода, а шибърната вакуумна помпа е с въздушно охлаждане.

С помощта на система от електро пневматични вентили с електронно управление става автоматичното превключване от среден към висок вакуум. За измерване и контрол на вакуума се използват вакуумни сонди Pirani и Penning свързани към дигитален контролер. На **Фигура 1** е показана скица на вакуумната камера. В ляво на скицата е разположена йонната пушка за генериране на йонно лъчев поток с помощта на който се разпръсква мишената и се отлага тънкослойно покритие върху вложката, която е разположена под 45° спрямо мишената. Характерното за йонно плазмената пушка, е че йонизацията на работният газ, в този случай Аргон, става с помощта на високочестотен генератор. След което в следствие на подаване на напрежение върху решетката на плазмената пушка се осъществява бомбардиране на мишената с обикновено йони по най-прекия път и отлагане, разпръшване на молекулярен поток, (групи от атоми, молекули) то нея. В последния етап се осъществява отлагане на частици, изграждащи слой върху повърхността на подложката.



Фигура 1 Принципна схема на вакуумна камера за отлагане на тънкослойни покрития във вакуумна среда

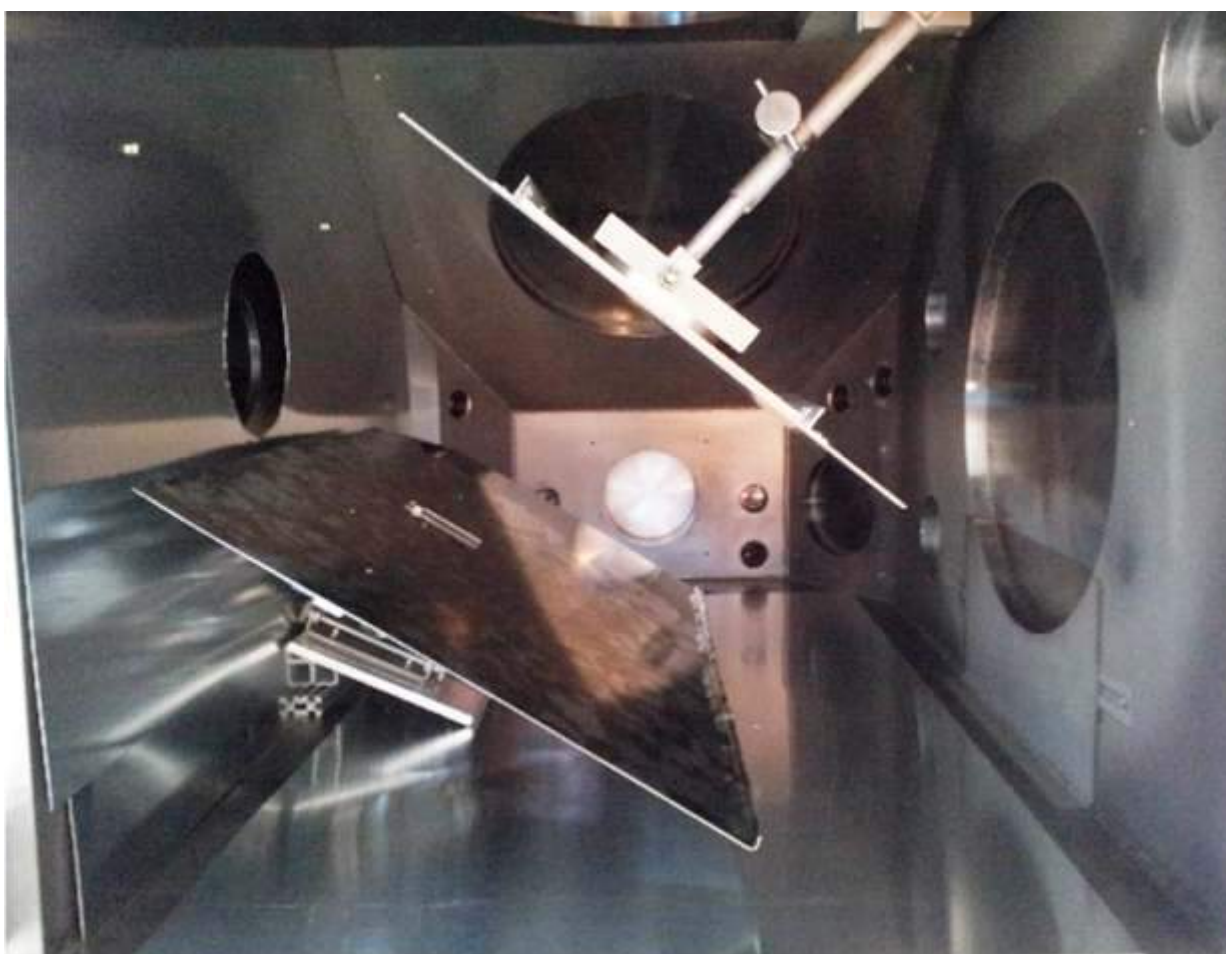


Фигура 2 Вакуумен реципиент

За да се гарантира широката гама на приложение, вакуумната камера разполага с отвори от различен диаметър на всяка от геометричните си повърхности. Реципиентът разполага със специален стъклен прозорец за наблюдение на процеса в момента на разпръшване. По този начин могат да бъдат монтирани йонни пушки под различен ъгъл спрямо субстратите и мишената за разпръшване. Също така това мултифункционално разположение на отворите позволява безпроблемен и функционален монтаж на различни агрегати като например: многоосово задвижване на държачите на вложките във вакуумната камера, ротиращи агрегати, въртящи се навиващи ролки за гъвкави лентови субстрати и др. Движението на вложката по време на нанасянето на тънкослойни покрития във вакуумна среда е от решаващо значение за получаване хомогенни, структурно плътни слоеве с добра адхезия. В този случай подложката е разположена на подвижна платформа движеща се в една координатна повърхност X. Височината и ъгъла спрямо мишената на платформата могат бъдат произволно зададени. Задвижването става с помощта на стъпков електромотор с ремъчна предавка към червяк както е показано на **Фигура 3**. Скоростта на движение може да бъде зададена произволно в зависимост от вида субстрата желания краен резултат на слоя.



Фигура 3 Червячно задвижване на субстрато държача



Фигура 4 Подвижна платформа за закрепване на субстрати

Наблюдението, контролът и управлението на подвижната платформа са разположени в централният управляващ пулт на вакуумната камера. С помощта на крайни изключватели се осъществява смяната на посоката на движение след достигане в крайно ляво, съответно - крайно дясно положение. С акустичен и визуален сигнал се отбелязва смяната на посоката на движение, при което всеки един цикъл се отбелязва от софтуерното управление. Това е необходимо, както за контрола на дебелината на отлагащото се покритие, така и за възпроизвеждане на постигнатите резултати. Размерите на подвижната маса, както и разположението на йонната пушка спрямо мишената позволяват нанасяне на покритие на субстрати с големина до 500 x 400 mm. Скоростта на движение на платформата може да бъде от 5mm до 50mm на минута.

Описание на отлаганите субстрати

Избраният метод йонно лъчево разпръскване във вакуумна среда се характеризира с ниската температура на отлагане на тънки слоеве. Докато при другите познати методи за вакуумна метализация изборът на материала за подложката е от голямо значение, при този метод на разпръскване сме в състояние да отложим метален слой на почти всеки температурно чувствителен материал. Важен фактор при избора на материала за вложката е допълнителната обработка и приложението след метализацията. Използваните в тази експериментална работа субстрати са от вълнени, памучни, вискозни и полиестерни вълкана в свободно и неориентирано състояние. Предварителната подготовка е важна и играе съществена роля за качеството на отложените слоеве върху тях. Методите на почистване на различните материали са: изпиране на материалите във вода, почистване с етанол, изопропанол или промиване с дейонизирана вода, ниско енергийно йонно плазмено ецване и др. В следствие на ниското енергийно йонно плазмено ецване бива реактивирана и повърхността на вложката с цел подобряване на адхезията. Редица технологични фактори влияят върху качествените показатели на отложените слоеве. Прецизността в настройката и контрола на тези фактори по време на процеса са от основно значение за постигане на резултатите. Работното налягане във вакуумната камера и количеството на работния газ аргон трябва да бъдат постоянни

през целия процес на отлагане. При повишаването на работното налягане над 6×10^{-3} mbar то води до намаляване на скоростта на разпръскване на мишената, намаляване на адхезията на слоя, нарушаване на хомогенността на слоя при изграждането на кристалната решетка на тънкослойното покритие. С увеличаване на енергията, т.е. напрежението на отлагане, при едно константно работно налягане в камерата скоростта на отлагане на слоевете пропорционално нараства. Енергията на разпръскване не трябва да надвишава 25 kV. Установената мощност на разпръскване (Sputtering) е от 2,5 до 5 kV.

Възможни вещества за разпръскване в зависимост от приложението на тънкослойното покритие и вложката са: Ag, Au, Ti, Ta, Si, Al, Cu и др. В този експеримент мишената е от сребро. Среброто е с химичен знак Ag и спада към групата на благородните метали. Среброто има най-високата електропроводимост сред металите. То се използва при производството на електрони продукти, в медицината, металургията и др. Среброто е блестящ метал с относителна плътност $10,5 \text{ kg/m}^3$ и температура на топене $961,78^\circ\text{C}$. Поради добрата си електропроводимост беше избрано среброто за отлагане на метални покрития върху различните естествени и химични влакна с приложение в текстилната технология.

Подготовка на експерименталния план

Решаваща роля при провеждането на научните експерименти играе прецизната настройка и контрола по време на процеса на параметрите на отлагане на метални слоеве върху влакна. Критериите за избора и настройката на параметрите зависи от това какви резултати се стремят да бъдат постигнати. В този експеримент приемаме работа с работеният благороден газ аргон 4.6 с атомното тегло 39,948u. Основните процесни параметри, които могат да повлияят на резултата а и от там на качествените характеристики на материалите са:

- Основното или базисното налягане във вакуумната камера преди започване на работния процес. Това се определя най-вече от мощността на турбомолекулярните помпи включени в системата, от вакуумното затваряне на различните отвори на камерата т.е. вакуумните уплътнения на реципиента и времето на изпомпване на реципиента.

- Работно или процесно налягане. Това налягане се определя в зависимост от вида на работният газ и техническата способност, в случая на йонната пушка да йонизира подаденият към нея работен газ за да е в състояние да "запали" и поддържа една стабилна енергийна плазма. Йонизацията на работния газ се осъществява по индуктивен начин с помощта на електромагнитно поле създадено от медна шпула захранена от високочестотен плазмен генератор. Процесното налягане е важно и от аспекта на достигане на йоните до мишената с възможно най-малко сблъсквания по пътя им до там. Или така нареченият среден основен пробег γ на една частица (атом, йон, молекула) в определено пространство без да се сблъска с друга частица. С повишаване на работното налягане намалява коефициента на разпръскване и от там скоростта на отлагане на тънкослойните покрития.
 - Енергията или йонизацията на йонно лъчевият поток се регулира от високочестотният генератор и играе важна роля при разпръскване на мишената. Тока на йонно лъчевият поток е от порядъка $I = 40$ до 250 mA, Плътността на тока е в порядъка на $j = 1$ до 4 mA/cm² и енергията на йоните е $E = eV_n = 0,5$ до 3 eV.
 - Напрежението на извличане на йони от плазмата и тяхното ускорение по най-прекия видим път към мишената е важен параметър. От него зависи също коефициента на разпръскване на мишената и скоростта на отлагане на слоя.
 - Времето на отлагане на слоевете. Дебелината на слоя расте пропорционално с увеличаване на продължителността на разпръскване и увеличаване на екстракционното напрежение на йоните бомбардиращи мишената.
 - Материала от който е изградена мишената. Различните метали имат различни коефициенти на разпръскване.
 - Ъгъла под който попадат йоните до повърхността на мишената.
 - Разстоянието от йонната пушка до мишената и разстоянието и ъгъла от мишената до повърхността на субстратите.
 - Вида на работния газ.
- В настоящият експеримент ние приемаме следните параметри като константни:
1. Работен газ Аргон 4.6.
 2. Като работно налягане се установява при $1,5 \times 10^{-4}$ mbar.
 3. Базисното налягане в камерата преди започване на работния процес 10^{-6} mbar.
 4. Разстоянието между мишената и йонната пушка е 400 мм и от мишената до повърхността на субстрата е 250 мм и те няма да бъдат променяни по време на нанасянето на покритието.
 5. Ъгълът на бомбардиране на мишената с йони е приблизително 70 градуса и няма да бъде променян.
 6. Материала на мишената е Ag 999,9.
- Вариращите параметри на работния процес ще бъдат:
1. Силата на напрежението при ускорение на аргоновите йони, т.е. екстракционното напрежение, което ще бъде 2, 3, 4 и 5 kV min.
 2. Времето на отлагане при различните предварително установени напрежения, 60; 120; 180 и 240 min.
- От тези два параметъра ще успеем да добием представа за отлагането на определена дебелина на сребърният слой и от там евентуални изменения на качествените характеристики на използваните материалите.
- В таблицата са представени експерименталните фактори и нивата на вариране в централно - композиционния ротатабелен експеримент - ЦКРЕ2.

Таблица 1

Факторни нива на двуфакторен планиран експеримент за вакуумно метализиране на влакна

№ вариант	1	2	3	4	5	6	7	8	9x5vars
Фактор 1	-	+	-	+	-1,4142	1,4142	0	0	0
Фактор 2	-	-	+	+	0	0	-1,4142	1,4142	0
Напрежение / kW	2,44	4,56	2,44	4,56	2,00	5,00	3,50	3,50	3,50
Време / min	35,00	35,00	105,00	105,00	70,00	70,00	20,00	120,00	70,00

Описание на очакваните експериментални резултати

Експерименталните резултати са в две основни форми: опитни образци и количествени оценки на изследваните свойства в цифров формат.

Опитните образци на различните видове влакнести суровини са представени в две състояния: преди и след метализацията във вакуумна среда. Обработените опитни образци с маса до 50-70 мг са отделени самостоятелно в каталог според експерименталния вариант на нивата на входящите фактори.

Лабораторното изследване на опитните образци включва следните анализи и изпитвания: микроскопски наблюдения с биологичен и електронен растерен микроскоп (REM), спектрален анализ на тегловните и атомните дялови и атомни участия на химичните елементи (EDX), определяне на дебелините на отложените тънки слоеве от сребро, електропроводимост на метализираните влакна.

След статистическата обработка на опитните резултати и след проведения регресионен анализ се съставят целевите полиноми за всяко изследвано свойство, които имат вида:

$$Y_R(X_1; X_2) = b_0 + b_1 X_1 + \sum b_i X_i + b_{12} X_1 X_2 + \sum b_{ii} X_{ii}^2 \quad (1)$$

Основното преимущество на двуфакторните оптимизационни планове - (ЦКРЕ2) е получаването на целеви полиноми от 2-ра степен, които позволяват онагледяването на изследваната експериментална област посредством параболична повърхнина с възможна екстремална област.

Заклучение

В настоящата статия е дадено описанието на началото на експериментална работа за метализиране на елементарни естествени и химични влакна посредством йонно лъчево разпръскване във вакуумна среда.

Определени са параметрите на планиран експеримент с два фактора, както и очакваните опитни резултати.

ЛИТЕРАТУРА

- [1] Филипов Ф., Конструкция и технология на полупроводниковите прибори, София, Техника, 1988.
- [2] Damyanov G., D. Germanova-Krasteva. Textile Processes: Quality Control and Design of Experiments, Momentum Press, N. Y., 2012, ISBN-13: 978-1-60650-387-4.
- [3] Незнакомова Маргарита, Текстилно материалознание, ISBN 978-954-438-863-8, София, ТУ, 2010.
- [4] Панов Александър, Модерни методи за изследване на текстилната и конфекционната техника, УДК 515.2:677.021/054+519.2:687.1/4, Печатница на ТУ-София, 1978.
- [5] Van Langenhove Lieva and al. (2003), Smart textiles, an overview, ISBN 83-89003-32-5, 3rd World Textile Conference AUTEX, June 25th to 27th 2003, Gdansk, Poland, p. 15 - 20.
- [6] Devaux Eric and al. (2005), Nano composite fibres for the processing of intelligent textile structures, ISBN 86-435-0709-1, 5th World Textile Conference AUTEX, June 27th to 29th 2005, Portoroz, Slovenia, p. 2 - 8.
- [7] Yordanov Milko (2014), Investigation of the correlation between internal stresses and adhesion of magnetron deposited CrN coatings at different bias voltage. - Indian Journal of Applied Research, ISSN - 2249-555X, Vol. 4, Issue 12, 2014, pp.556-558.
- [8] Philippov Ph., Rahnev I. R., and Slavova Violeta (2014) Integral perspective of the textiles and the hybrid microelectronic element, General Textile Conference Sofia'14, Proceedings, volume 1, ISBN 978-954-91951-2-5, Edition STU of TCL, pp. 103-120.
- [9] Philipov Ph., Rahnev I., and Hadjiev Hr., "Hybrid microelectronic technology in textile techniques with the aim of realizing smart textiles", ISSE15, ISBN 978-963-313-177-0, paper A20, 2015.
- [10] Philipp Philippov, Hristo Hadjiev and Ivelin Rahnev, Metallization of the wool fibres by means of an ion beam sputtering in vacuum, 15th AUTEX World Textile Conference 2015, June 10-12, 2015, Bucharest, ROMANIA