

ADHERENCIA AL VIDRIO DE PELICULAS DELGADAS OBTENIDAS POR ION-PLATING

A.Sangiovanni, S.Polidor, E.Broitman y R.Zimmerman

Laboratorio de Película Delgada, Facultad de Ingeniería, Universidad de Buenos Aires, Paseo Colón 850, (1063) Buenos Aires.

La excelente adherencia de pares metal/metal insolubles obtenidos por ion-plating se atribuye a la formación de una interfaz metálica gradual. En el caso de pares metal/vidrio la adherencia también es muy buena y podría ser explicada por la presencia de una capa interfacial de óxido. En este trabajo se presentan mediciones de adherencia de varios pares metal/vidrio obtenidos por la técnica de ion-plating. Las mediciones de adherencia se hicieron por medio del test de scratch. Para la medición se construyó un dispositivo especial que adaptado a un durómetro permitió medir cargas crecientes de 5 gr en 5 gr. Se discuten los resultados en función del calor de formación de los óxidos metálicos.

I. INTRODUCCION

La excelente adherencia de pares metal-metal insolubles obtenidos por el método de ion-plating se atribuye a la formación de una interfaz gradual que se denominó de pseudodifusión por analogía con el caso de pares solubles donde se forma por difusión térmica^{1,2}.

La técnica de ion-plating consiste esencialmente en el depósito de un material evaporado sobre un sustrato que es cátodo de una descarga gaseosa³. La diferencia más importante con la evaporación en vacío es la mayor energía de los iones y átomos del metal que se evapora. En la evaporación en vacío la energía varía entre 0,1 y 1 eV mientras que en el ion-plating esta energía es en promedio de varios cientos de eV. Otra característica importante de este método es la presencia de una descarga gaseosa toda la evaporación.

La mayor energía cinética del flujo evaporante y el bombardeo por las partículas del gas modifican la superficie del sustrato y de la película que se está depositando a través de varios mecanismos⁴: a) desorción de gases e impurezas adsorbidas; b) creación de defectos cristalinos; c) penetración de iones y átomos del evaporante; d) reevaporación por "sputtering" de átomos débilmente ligados a la superficie del sustrato; e) características especiales de nucleación y crecimiento⁵. Estos mecanismos contribuyen a la formación de una interfaz metálica gradual.

En el caso de pares metal/vidrio la adherencia obtenida por ion-plating también es muy buena aunque debe ser otra la naturaleza de la capa interfacial.

En este trabajo se presentan mediciones de adherencia de películas de varios metales sobre vidrio depositadas por la técnica de ion-plating y la de evaporación en vacío. Se discuten los resultados en función del calor de formación de los óxidos metálicos.

II. METODO EXPERIMENTAL

II. a Depósito de las películas

Películas de Al, Ni, Ag y Au fueron depositadas sobre sustratos de vidrio Corning 7059 por calentamiento resistivo en navcillas de molibdeno y tungsteno.

Para la evaporación en vacío la presión residual fue menor que 10^{-5} torr y para el ion-plating la evaporación se hizo asistida por un plasma de argón a una presión de 0,02 torr, tensión continua de 3 kV y densidad de corriente 0,5 mA/cm².

El espesor de las películas fue medido con el método interferométrico de Tolansky.

II. b Medición de la adherencia

La adherencia de las películas fue medida por un test de scratch^{6,7} que consiste en desplazar linealmente una punta redondeada sobre la superficie de un recubrimiento bajo la acción de cargas verticales crecientes. Los trazados son observados con un microscopio óptico para determinar la carga mínima para la cual se produce el desprendimiento de la película. Esta carga, denominada "crítica", se toma como medida de la adherencia.

Para implementar el test se construyó un dispositivo especial que adaptado a un durómetro permitió medir cargas de 5 gr en 5 gr. Para la medición se usó una punta redondeada de acero de 40 μ m de diámetro y se aplicaron cargas crecientes hasta obtener un surco claro sobre el vidrio.

III. RESULTADOS Y DISCUSION

Antes de medir la adherencia con el método de scratch se ensayó el clásico test de la cinta scotch⁸ que consiste en verificar si la película se desprende del

sustrato bajo la acción de la cinta adhesiva. Para las películas evaporadas en vacío mostró mala adherencia en todos los casos. En cambio, para el ion plating solo se desprendieron las películas de oro.

Los valores medidos con el test de scratch, para películas cuyos espesores variaron entre 180 y 200 nm, son:

METAL	ION-PLATING (gr)	VACIO (gr)	CALOR DE FORMACION DEL OXIDO (Kcal/mol)
Au	20	10	+ 19
Ag	70	15	- 7
Ni	300	20	- 58
Al	500	20	- 399

Los depósitos obtenidos por ion-plating tienen una adherencia mucho mayor que los evaporados en vacío; en ambos casos la adherencia crece con el calor de formación de los óxidos.

En la fotografía 1a se muestran los canales obtenidos para una película de oro evaporada en vacío. Ambos surcos corresponden a una carga de 15 gr. Se observan descascaramientos grandes en las áreas adyacentes al canal. En la fig. 1b se pueden ver dos canales que corresponden a cargas de 25 gr y 20 gr. Los bordes de los canales aparecen astillados.

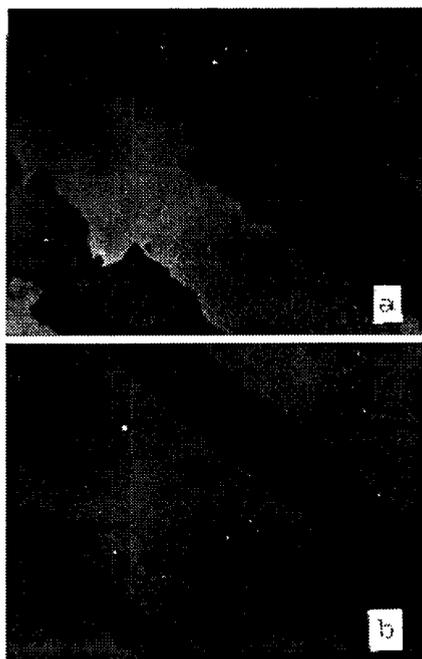


Fig. 1: Microscopía óptica (120X) de películas evaporadas en vacío (a) oro; (b) plata.

Para películas obtenidas por ion-plating, en el caso del oro (Fig. 2a) el canal se obtuvo con una carga de 25 gr, mientras que para la plata (Fig. 2b) los valores fueron de 70 gr (carga crítica) y 60 gr. En ambos casos

los canales muestran bordes lisos y definidos, lo que sugiere una buena adherencia.

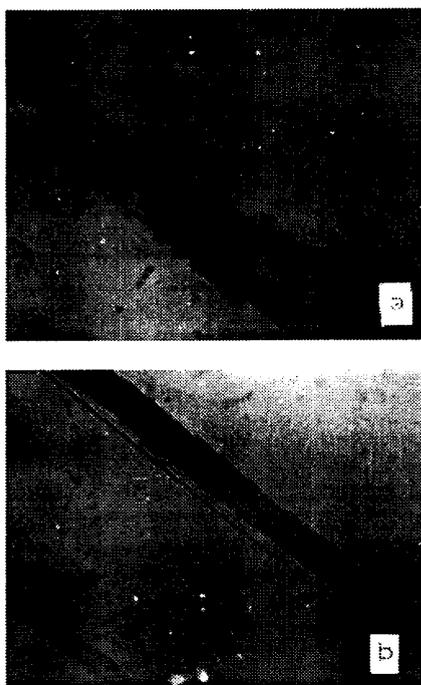


Fig. 2: Microscopía óptica (120X) de películas depositadas por ion-plating: (a) oro; (b) plata.

Benjamín and Weaver⁹ informaron sobre la adherencia de pares metal/vidrio obtenidos por evaporación en vacío. Si bien la adherencia medida era pobre, su valor se incrementaba con el calor de formación de los óxidos, por lo que postularon la formación de una delgada capa interfacial de óxido que actuaría como capa cementadora.

En el caso del ion-plating la adherencia es mucho mayor y esto puede atribuirse a varios factores propios del ... todo que aumentan la reactividad del metal frente al oxígeno. Estos factores son:

- presión residual varios órdenes de magnitud mayor que en la evaporación en vacío.
- presencia de iones y electrones de la descarga.
- calentamiento de la superficie del sustrato por el bombardeo gaseoso.
- aumento de la presión parcial del oxígeno por el desgasado de las paredes de la cámara debido al calentamiento.
- diferentes condiciones de nucleación y crecimiento de la película que producen un área de contacto mayor, o sea un área mayor a la cual puede migrar el oxígeno.

IV. CONCLUSIONES

El incremento de la adherencia de las películas

metálicas depositadas sobre vidrio por ion-plating con el aumento del calor de formación del óxido sugiere que éste es el que provee la interfaz gradual entre la estructura amorfa del vidrio y la cristalina cúbica del metal. Factores inherentes a la técnica de ion-plating al exaltar la formación de los óxidos incrementan fuertemente la adherencia.

PREFERENCIAS

1. D.G.Teer y B.L.Delcea, *Thin Solid Films* **54** 303 (1978).
2. I.M.Wang et al., *Thin Solid Films* **105**, 319 (1983).

3. D.M.Mattox, *Electrochem. Technol.* **2** 295 (1964).
4. D.G.Teer, *J.Adhesion* **8** 289 (1977).
5. R. Zimmerman, E. Broitman y D. Latorre, *Thin Solid Films* **165** 101(1988).
6. P.Benjamin y C.Weaver, *Proc.Roy.Soc.A* **254** 163 (1960).
7. A.Kinbara y S.Baba, *Thin Solid Films* **171** 93 (1988).
8. D.S.Campbell en *Handbook of Thin Film Technology*, L.Maissel y R.Glang eds, McGraw-Hill Co., New York (1970), cap 12.
9. P.Benjamin y C.Weaver, *Proc.Roy.Soc.A* **261** 516 (1961).