



بررسی تاثیر فاصله اند بر ساختار و مورفولوژی نانوذرات TiAlN تهیه شده با استفاده از دستگاه پلاسما فوکوس کم انرژی

اسلام قره شعبانی^۱، حسن انوشا^۱

دانشکده علوم پایه دانشگاه صنعتی سهند تبریز، تبریز

چکیده:

در این مطالعه تجربی، تشکیل نانوذرات تیتانیوم الومینیوم نیتراید روی زیرلایه استیل ضد زنگ توسط دستگاه پلاسما فوکوس کم انرژی نوع مدر ارائه می شود. نانوذرات TiAlN با فاصله های مختلف ۳-۴-۵ cm از بالای اند و تعداد ۲۰۰ شات روی استیل ضد زنگ تحت زاویه صفر درجه نسبت به محور اند تشکیل شدند. نتایج پراش اشعه ایکس تشکیل ساختار TiAlN روی سطح نمونه ها را در فواصل مختلف نشان داد که با افزایش فاصله از بالای اند، شدت نسبی پراش قله کاهش می یابد. نتایج میکروسکوپ الکترونی روبشی نشان می دهد که افزایش فاصله باعث نهشت درصد کمتری از اتمهای TiAlN روی زیرلایه استیل می شود. با توجه به تصاویر میکروسکوپ نیروی اتمی، افزایش فاصله منجر به تشکیل سطح نسبتاً "همگن" به علت کاهش شدت نفوذ یون های پرتابی به سمت زیرلایه می شود. همچنین افزایش فاصله منجر به کاهش ضخامت سطح و اندازه دانه ها می شود.

واژه های کلیدی: تیتانیوم الومینیوم نیتراید، پلاسما فوکوس، نانوذرات، SEM، XRD، AFM.

مقدمه

تیتانیوم الومینیوم نیتراید جزء مواد سخت نیمه پایدار است که به خاطر خواص فیزیکی و شیمیایی از پایداری دمای بالا گرفته تا مقاومت در برابر خوردگی در سال های اخیر بطور گسترده در ابزار برش، تراشکاری، مته سوراخکاری، تیغه های توربین بخار، صنعت حمل و نقل و پزشکی مورد استفاده قرار می گیرد [۱]. این ماده از عناصر فلزی تیتانیوم و الومینیوم تشکیل شده است و نسبت به تیتانیوم نیتراید دارای مزیت های زیر می باشد:

(۱) مقاومت اکسید شدن در دماهای بالا ($900^{\circ}\text{C} - 800^{\circ}\text{C}$) به دلیل تشکیل یک لایه محافظ اکسید آلومینیوم در سطح

(۲) افزایش سختی آن نسبت به تیتانیوم نیتراید (۳۰۰۰ ویکرز)

(۳) رسانندگی الکتریکی و حرارتی کمتر نسبت به تیتانیوم نیتراید [۱-۳]

ساختار پوشش های TiAlN به شدت وابسته به پارامترهای لایه نشانی به خصوص نسبت Ti/Al، قدرت تخلیه، گاز کاری و دمای زیرلایه دارد. در تمرکز بالای Al نسبت به Ti در تشکیل الیاژ، ساختار شبکه به ساختار ورتزیت تبدیل می شود و در نسبت بالای Ti، ساختار TiAlN به صورت NaCl-B^۱ می باشد. شکل [۴]

نانوذرات TiAlN تا کنون توسط روش های مختلف رسوب داده شده است که از آن جمله می توان به روش رسوب بخار فیزیکی (PVD) [۵-۷]، کندوپاش (اسپاترینگ) [۸،۹]، رسوب بخار شیمیایی (CVD) [۱۰]، روش ترکیبی لیزر / سل ژل [۱۱] اشاره کرد. تشکیل نانوذرات تیتانیوم الومینیوم نیتراید به وسیله سایر دستگاه های پلاسما فوکوس که دارای انرژی و پیکربندی متفاوتی می باشند نیز صورت گرفته است [۱۲،۱۳]. در این پژوهش از دستگاه پلاسما فوکوس دانشگاه صنعتی سهند تبریز برای تهیه نانوذرات تیتانیوم الومینیوم نیتراید روی زیرلایه استیل زنگ نزن استفاده شد. تشکیل نانوذرات روی استیل با تعداد ۲۰۰ شات و با فاصله های مختلف از بالای اند صورت گرفت و تاثیر فاصله های مختلف بر ساختار، مورفولوژی سطح و زبری سطح مورد بررسی قرار گرفت.

مواد و روش تحقیق

دستگاه پلاسما فوکوس نوع مدر دانشگاه صنعتی سهند تبریز شامل یک الکتروود اند از جنس مس به قطر ۱/۸ سانتی متر و به طول ۵/۳ سانتی متر است که توسط ۶ الکتروود کاتد که از جنس برنج است احاطه شده است هر الکتروود کاتد دارای ۵/۳ سانتی متر طول است. یک عایق شیشه ای از جنس پیرکس الکتروودها را از هم جدا کرده است شکل (۲). در این آزمایش اند دستگاه از جنس تیتانیوم والومینیوم است. یک شاتر بین الکتروود اند و نگهدارنده نمونه برای شات های اولیه به منظور رسیدن به تنگش عالی قرار دارد. کل مجموعه الکتروودها داخل محفظه خلا قرار دارند که توسط پمپ روتاری

تا فشار ۰/۲ تور تخلیه شد. سپس مخلوط گاز نیتروژن و آرگون به عنوان گاز کاری وارد محفظه خلا شد. (گاز آرگون به عنوان گاز خنثی برای نهشت بیشتر بکار می رود) بهینه فشار برای تنگش (پینچ) عالی در آزمایش، فشار ۰/۲ تور و ولتاژ ۶ کیلو ولت بود. نمونه های لایه نشانی شده تحت این شرایط در فاصله های ۳-۴-۵ سانتی متری از اند و تحت زاویه صفر درجه نسبت به محور اند تهیه شدند. نحوه عملکرد دستگاه پلاسما فوکوس بدین صورت است که ابتدا یک ولتاژ بالا بین دو الکتروود کاتد و اند از طریق دو خازن ۱۰ میکروفارادی (۱۰ کیلو ولت) که به وسیله ولتاژ بالا شارژ شده است اعمال می شود و در این صورت یک تخلیه الکتریکی روی سطح عایق در بازه زمانی ۱۰۰ نانوثانیه اتفاق می افتد و یک لایه جریان روی سطح عایق تشکیل می شود. یک میدان مغناطیسی خود سازگار ایجاد می شود که باعث ایجاد نیروی لورنتس شده و لایه جریان را تا انتهای باز اند شتاب می دهد. در نتیجه نیروی $J*B$ لایه جریان را در نوک اند فشرده می کند که این باعث ایجاد پلاسمای گرم و چگال می شود. در این موقع ستون پلاسمای تشکیل شده توسط ناپایداری سوسیسی $m=0$ با تولید ذرات پر انرژی الکترون، یون و اشعه ایکس از بین می رود. از آنجا که در موقع از بین رفتن ستون پلاسما یک میدان الکتریکی قوی ایجاد می شود این میدان یونها و الکترونها را در جهت های مخالف هم شتاب می دهد به طوری که الکترون های پر انرژی در اثر برخورد با اند که از جنس (Ti,Al) است باعث ذوب (Ti,Al) شده و این اتمهای (Ti,Al) با گاز نیتروژن یونیزه شده ترکیب شده و به وسیله جت پلاسمایی تولید شده در لحظه تنگش بر روی زیرلایه نهشت می کند. قبل از تشکیل نانوذرات نمونه های استیل در اندازه های $0.3 \text{ cm} \times 1 \text{ cm} \times 1 \text{ cm}$ بریده شد و سپس توسط سمباده تا شماره ۳۵۰۰ پولیش داده شد تا سطحی کاملاً صاف در روی نمونه های استیل تشکیل شود. سپس نمونه ها توسط الکل، استون و آب مقطر هر کدام به مدت ۲۰ دقیقه در دستگاه التراسونیک به کمک امواج فراصوت تمیز شدند.

نمونه ها در فاصله های ۳-۴-۵ سانتی متری از بالای اند قرار داده شدند و نانوذرات (Ti,Al) روی نمونه ها با ۲۰۰ شات در زاویه صفر درجه نسبت به محور اند تهیه شدند و مورد آنالیز توسط دستگاه های طیف نگاری اشعه ایکس، میکروسکوپ الکترونی روبشی و میکروسکوپ نیروی اتمی قرار گرفتند.

نتایج و بحث

طیف نگاری اشعه ایکس

طیف اشعه ایکس نمونه ها با استفاده از دستگاه پراش اشعه ایکس از مایشگاه فناوری نانو با اند مس و طول موج الفا (1.54 \AA) تهیه شدند. متغیرها از طریق تکنیک Grazing که مخصوص نانوذرات و پوشش ها است و تحت زاویه اندازه گیری ۲° نسبت به سطوح گرفته شده است. در شکل ۳ طیف پراش اشعه ایکس نمونه های سنتز شده با فواصل مختلف از بالای اند نشان داده شده است. طیف

های پراش تشکیل فاز کریستالی TiAlN برای نانوذرات تشکیل شده روی استیل را نشان می دهد. پیک های متفاوتی از صفحات کریستالی TiAlN در مقدار $2\theta = 44/3^\circ$ ، $51/9^\circ$ و $75/6^\circ$ مشاهده شد. مکان پیک های پراش با داده های استاندارد برای TiAlN مطابقت دارد. بنابراین الگوها رشد کریستال های TiAlN روی استیل را نشان می دهد.

نتایج طیف نگاری اشعه ایکس در فواصل مختلف نشان می دهد که با افزایش فاصله از نوک آند، شدت نسبی پراش قله کاهش می یابد. یک دلیل ممکن برای این نتیجه این است که زمانی که فاصله نمونه از بالای آند افزایش می یابد، تراکم تعداد یون ها و چگالی انرژی یون ها کاهش می یابد [۱۴]. بنابراین، انتظار می رود که موادی با انرژی کمتر نهشت یابند و منجر به رشد کمتر از لایه نهشت یافته و در نتیجه شدت نسبی قله پراش ضعیفتر می شود.

میکروسکوپ الکترونی روبشی

برای مورفولوژی و ریخت شناسی سطح نمونه ها از میکروسکوپ الکترونی روبشی استفاده می شود. شکل ۴ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نانوذرات TiAlN روی زیرلایه استیل و با فاصله های متفاوت را نشان می دهد که به طور یکنواخت روی سطح توزیع شده است.

نتایج میکروسکوپ الکترونی روبشی نشان می دهد که افزایش فاصله از ۳ cm به ۵ cm در مقدار TiAlN نشست کرده روی زیرلایه موثر است بطوریکه افزایش فاصله باعث نهشت درصد کمتری از اتمهای TiAlN می شود. زمانیکه فاصله زیاد می شود درصد زیادی از اتمهای TiAlN به دلیل سنگینی اتمهای TiAlN و سرعت پایین آن انرژی لازم برای رسیدن به زیرلایه و نشست روی آن را ندارند و دلیل دیگر این است که در لحظه فروپاشی فوکوس اتمهای کنده شده از سطح آند به حالت مخروطی پراکنده می شوند و درصد اتمهای TiAlN که به صورت عمود به زیرلایه نزدیک می شوند کم می شود.

میکروسکوپ نیروی اتمی

برای بررسی ساختار و توپوگرافی سطح نمونه ها در فواصل مختلف، از میکروسکوپ نیروی اتمی استفاده می شود. شکل ۶ تصویر دو بعدی و سه بعدی نانوذرات تهیه شده در ۳، ۴ و ۵ سانتی متری و در ابعاد $5 \times 5 \mu\text{m}$ را نشان می دهد.

با توجه به تصاویر میکروسکوپ نیروی اتمی، سطح نمونه در فاصله ۳ سانتی متری، غیر یکنواخت و با دانه های ناهمگن توزیع شده است که ممکن است به علت شدت نفوذ یون ها با انرژی بالا در فاصله کمتر از ۳ سانتی متر باشد. در ۴ و ۵ سانتی متری توزیع دانه در سطح نمونه ها به علت کاهش انرژی یون ها و رشد دانه ها در این موقعیت نسبتاً همگن مشاهده می شود [۱۵].

همچنین ضخامت سطح در ۳ سانتی متری بالای اند 359 nm است که با افزایش فاصله به ۴ و ۵ سانتی متر این مقدار به ۲۰۹ و ۱۸۸ نانومتر کاهش می یابد. علاوه بر این، تصاویر نمونه ها نشان می دهد که اندازه دانه / خوشه در سطح نمونه ها در ۳ سانتی متری ، 44.4 nm است که با افزایش فاصله به ۴ و ۵ سانتی متری اندازه دانه ها به 29 nm و سپس به $27/3 \text{ nm}$ کاهش می یابد. بنابراین اندازه دانه ها نیز با افزایش فاصله نمونه ها تا بالای اند کاهش می یابد.

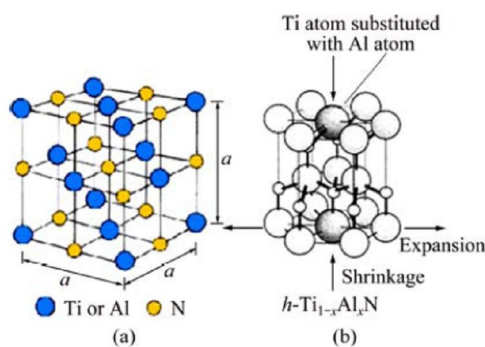
نتیجه گیری

۱. نانوذرات تیتانیوم الومینیوم نیتراید روی استیل با استفاده از دستگاه پلاسما فوکوس نوع مدر با انرژی ۳۶۰ کیلوژول و با فاصله های مختلف ۳-۴-۵cm از بالای اند و تعداد ۲۰۰ شات لایه نشانی شدند.
۲. نتایج پراش اشعه ایکس تشکیل ساختار TiAlN روی سطح نمونه ها را در فواصل مختلف نشان داد که با افزایش فاصله از بالای اند، شدت نسبی از پراش قله کاهش می یابد .
۳. نتایج میکروسکوپ الکترونی روبشی نشان می دهد که افزایش فاصله باعث نهشت درصد کمتری از اتمهای TiAlN روی زیرلایه استیل می شود .
۴. تصاویر میکروسکوپ نیروی اتمی نشان می دهد که در 3 cm سطح غیریکنواخت و با دانه های ناهمگن توزیع شده است که با افزایش فاصله به 5 cm توزیع دانه در سطح نسبتاً همگن مشاهده می شود که می تواند به علت تاثیر یون ها با انرژی بالا باشد . با افزایش فاصله نمونه ها تا بالای اند از 3 cm به 5 cm ، ضخامت سطح از 359 nm به 188 nm و اندازه دانه ها نیز از $44/4 \text{ nm}$ به $27/3 \text{ nm}$ کاهش می یابد.

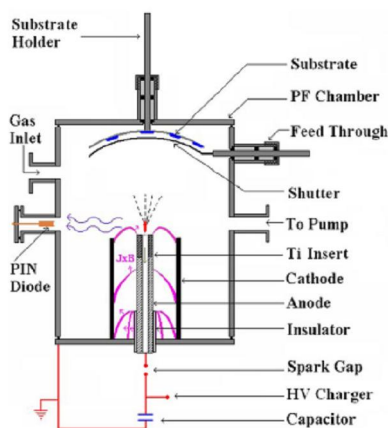
مراجع

۱. J.H. Woo, J.K. Lee, S.R. Lee, D.B. Lee, "Oxid. Met. ۵۳, ۵۲۹", (۲۰۰۰)
۲. D. Y. Wang, Y. W. Li, W. Y. Ho, "Surf. Coat. Technol". (۱۹۹۹). ۱۰۹-۱۱۴.
۳. LIU Ai-dong, YANG Shi-wei. High temperature oxidation behavior of (Ti, Al)N coating deposited by arc ion plating [J]. "Transactions of Nonferrous Metals Society of China", ۲۰۰۵, ۱۵(S۳): ۳۹۸-۴۰۱.
۴. KIMURA A, KAWATE M, HASEGAWA H, SUZUKI T. "Anisotropic lattice expansion and shrinkage of hexagonal TiAlN and CrAlN films[J]". Surface & Coatings Technology, ۲۰۰۳, ۱۶۹-۱۷۰: ۳۶۷-۳۷۰.
۵. Vikas Chawla, Amita Chawla, Y. Mehta, D. Puri, S. Prakash and Buta Singh Sidhu. (۲۰۱۱). "Journal of the Australian Ceramic Society" Volume ۴۷[۱], ۴۸-۵۵
۶. M. Ahlgren, H. Blomqvist, (۲۰۰۵). "Surf. Coat. Technol". ۲۰۰ ۱۵۷
۷. G. Kim, S. Lee, J. Hahn, (۲۰۰۵). "Surf. Coat. Technol". ۱۹۳, ۲۱۳-۲۱۸
۸. p. W. Shum, K. Y. Li, Z. F. Zhou, Y. G. Shen, (۲۰۰۴). "Surf. Coat. Technol", ۱۸۵, ۲۴۵-۲۵۳ J.
۹. S. Y. Lee, S. c. Wang, J. S. Chen, J. L. Huang, (۲۰۰۷). "Surf. Coat. Technol", ۲۰۲, ۹۷۷-۹۸۱
۱۰. J.Wagner, V. Edlmayr, M. Penoy, C. Michotte, C. Mitterer, M. Kathrein, (۲۰۰۸). "Int. J. Refract. Metals Hard Mater". ۲۶, ۵۶۳

۱۱. M. Sundar, A.M. Kamara, P.T. Mativenga, L. Li. (۲۰۱۰). "Surf. Coat. Technol". ۲۰۴, ۲۵۳۹–۲۵۴۵
۱۲. M. T. Hosseinnejad, Z. Ghorannevis, M. Soltanveisi, M. Shirazi, (۲۰۱۱). "Journal of fusion energy", ۵۱۶, ۳۰
۱۳. R. S. Rawat, P. Lee, T. White, L. Ying, (۲۰۰۱). "Surface and Coating Technology", ۴. ۱۳۴
۱۴. M. Hassan, A. Qayyum, R. Ahmad, G. Murtaza, M. Zakaullah, (۲۰۰۷). "J. Phys. D: Appl. Phys". ۴۰. ۷۶۹
۱۵. N. Bilasini Devi, S. Roy, M.P. Srivastava, (۲۰۱۰). "J. Phys.: Conf. Ser". ۲۰۸. ۰۱۲۱۰۳

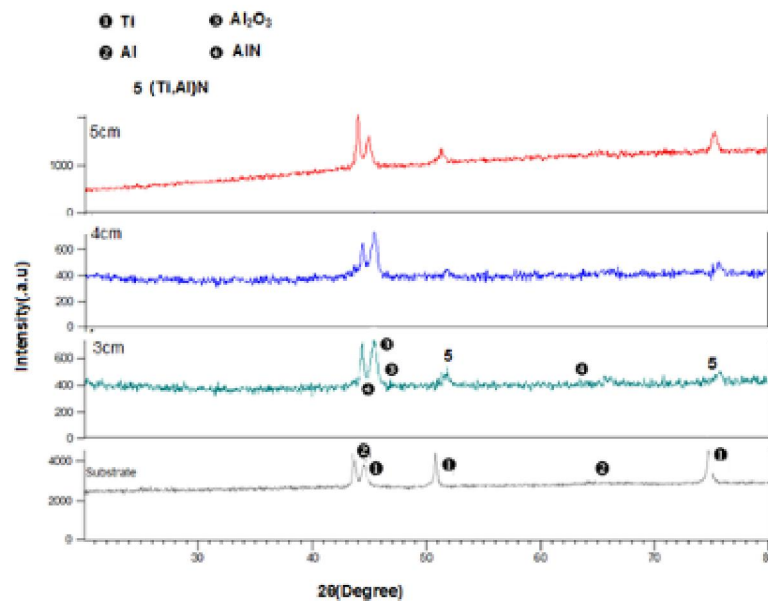


(a) B1-NaCl (b) Wurtz شکل (۱) ساختار شبکه TiAlN

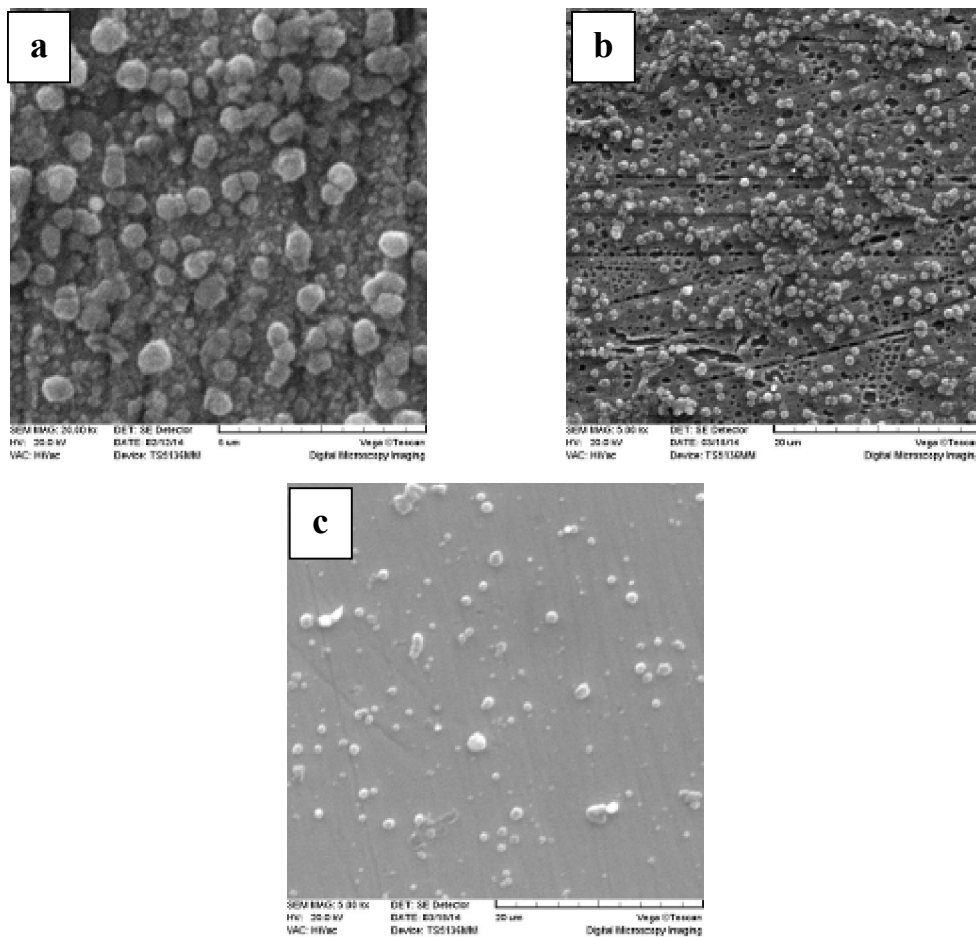


شکل (۲) تصویر شماتیک از دستگاه پلاسما فوکوس نوع مدر

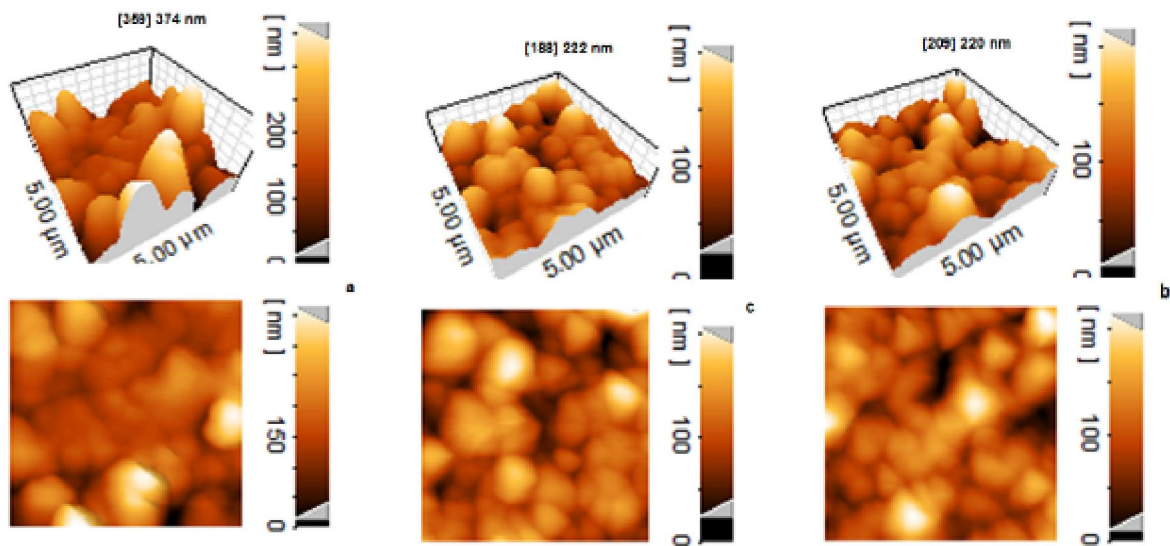
پانزدهمین سمینار ملی مهندسی سطح



شکل ۳) طیف XRD مربوط به نمونه ها در فواصل ۴,۳ و ۵ سانتی متری از بالای اند



شکل ۴) تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی a) ۳cm b) ۴cm c) ۵cm



شکل ۶ تصاویر میکروسکوپ نیروی اتمی نمونه ها در فاصله های a) ۳cm b) ۴cm c) ۵cm