

سورة الاخلاص



دانشکده مهندسی شیمی و مواد

پایان نامه کارشناسی ارشد مهندسی سرامیک

بررسی تاثیر ولتاژ بایاس و چرخه کار روی خواص سطحی پوشش های نانو
ساختار CrAIN ایجاد شده به روش تبخیر قوس کاتدی

نگارنده: نیلوفر عرب باصری

اساتید راهنما

دکتر مجید محمدی

دکتر مجتبی قطعی

استاد مشاور

دکتر مرضیه عباسی

بهمن ۱۳۹۷

ماحصل آموخته‌هایم را تقدیم می‌کنم به آنان که مهر آسمانی‌شان آرام بخش آلام زمینی‌ام است

به استوارترین تکیه‌گاهم، دستان پرمهر پدرم

به سبزترین نگاه زندگی‌ام، چشمان پر شوق مادرم

که هرچه آموختم در مکتب عشق شما آموختم و هرچه بکوشم قطره‌ای از دریای بیکران مهربانی‌تان را سپاس نتوانم بگویم.

دو فرشته‌ای که از خواسته‌هایشان گذشتند سختی‌ها را به جان خریدند و خود را سپر بلای مشکلات و ناملایمات کردند تا من به جایگاهی که اکنون در آن ایستاده‌ام برسم.

بوسه بر دستان پرمهرتان

تقدیم به

برادر مهربانم محمدرضای نازنین

که وجودش دلگرمی و صفایش مایه آرامش من است و همواره

در طول تحصیل متحمل زحماتم بود و تکیه‌گاه من در مواجهه با مشکلات هست.

سپاسگزاری

حمد و سپاس خداوند متعال را که نعمت سلامتی و توفیق علم و دانش را به من عنایت فرمود. لذا اکنون که در سایه بنده نوازی هایش پایان نامه حاضر به انجام رسیده است، بر خود لازم می دانم تا مراتب سپاس را از بزرگوارانی به جا آورم که اگر دستیاری شان نبود این پروژه به انجام نمی رسید.

ابتدا بسی شایسته است که از زحمات و مساعدت های دلسوزانه استاد بزرگوارم جناب آقای دکتر مجید محمدی تشکر و قدردانی نمایم. همچنین از زحمات دلسوزانه استاد ارجمند آقای دکتر مجتبی قطعی که با رهنمون های خویش چراغ راه را روشن نمودند.

همچنین لازم میدانم از سرکار خانم دکتر مرضیه عباسی به علت نصایح خردمندانه و راهگشایشان در اجرای این پروژه کمال تشکر را به جای بیاورم.

تعهدنامه

این جانب **نیلوفر عرب باصری** دانشجوی دوره کارشناسی ارشد رشته سرامیک دانشکده مهندسی مواد و شیمی دانشگاه صنعتی شاهرود نویسنده پایان نامه با موضوع **بررسی تاثیر ولتاژ بایاس و چرخه کار روی خواص سطحی پوشش های نانو ساختار CrAIN** ایجاد شده به روش تبخیر قوس کاتدی تحت راهنمایی دکتر مجید محمدی و دکتر مجتبی قطعی متعهد می شوم:

- تحقیقات در این پایان نامه توسط این جانب انجام شده است و از صحت و اصالت برخوردار است.
- در استفاده از نتایج پژوهش های محققان دیگر به مرجع مورد استفاده استناد شده است.
- مطالب مندرج در پایان نامه تاکنون توسط خود یا فرد دیگری برای دریافت هیچ نوع مدرک یا امتیازی در هیچ جا ارائه نشده است.
- کلیه حقوق معنوی این اثر متعلق به دانشگاه صنعتی شاهرود هست و مقالات مستخرج با نام **دانشگاه صنعتی شاهرود** و یا **Shahrood University of technology** به چاپ خواهد رسید.
- حقوق معنوی تمام افرادی که در به دست آمدن نتایج اصلی پایان نامه تأثیرگذار بوده اند در مقالات مستخرج از پایان نامه رعایت می گردد.
- در کلیه مراحل انجام این پایان نامه، در مواردی که از موجود زنده (یا بافت های آن ها) استفاده شده است ضوابط و اصول اخلاقی رعایت شده است.
- کلیه مراحل انجام این پایان نامه، در مواردی که به حوزه اطلاعات شخصی افراد دسترسی یافته یا استفاده شده است اصل رازداری، ضوابط و اصول اخلاق انسانی رعایت شده است.
- تاریخ :
- امضاء دانشجو

مالکیت نتایج و حق نشر

- کلیه حقوق معنوی این اثر و محصولات آن (مقالات، مستخرج، کتاب، برنامه های رایانه ای، نرم افزارها و تجهیزات ساخته شده) متعلق به دانشگاه صنعتی شاهرود می باشد. این مطلب باید به نحو مقتضی در تولیدات علمی مربوطه ذکر شود.
- استفاده از اطلاعات نتایج موجود در پایان نامه بدون ذکر مرجع مجاز نمی باشد.

چکیده

پوشش‌های سخت کروم آلومینیوم نیتريد دارای ساختارمکعبي NaCl می‌باشند، با توجه به ویژگی‌های مکانیکی چشمگیر و تریبولوژیکی قابل توجه و پایداری حرارتی بالا این نوع پوشش‌ها به‌طور عمده به عنوان لایه مقاوم در قالب‌های شکل‌دهی فلزات، قالب‌های ریخته‌گری پلاستیک و اجزای تحت سایش استفاده می‌شود. در این تحقیق پوشش CrAlN با استفاده از روش تبخیر قوس کاتدی بر روی زیرلایه فولاد زنگ نزن ۴۲۰ اعمال گردید. هدف از انجام این کار، بهبود سرعت لایه نشانی به همراه کاهش میزان زبری سطح از ۰/۶ میکرومتر به ۰/۴ میکرومتر بود. در مرحله اول با ثابت بودن پارامترهای دستگاهی نظیر جریان، ولتاژ قوس، فرکانس، و ولتاژ بایاس، متغیر چرخه کار را در ۴ مقدار ۲۰٪، ۴۰٪، ۶۰٪، ۸۰٪ به‌طور مجزا در هنگام پوشش دهی اعمال نموده و بعد از به دست آوردن مقدار بهینه چرخه کار، در مرحله دوم تاثیر متغیر ولتاژ بایاس در ۳ مقدار ۵۰-، ۱۰۰- و ۱۵۰- ولت به‌طور جداگانه روی خواص مکانیکی و تریبولوژیکی پوشش‌ها مورد بررسی قرار گرفت. ریزساختار و ضخامت پوشش‌ها با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)، شناسایی فازهای تشکیل‌شده و تعیین ساختار بلوری به کمک پراش اشعه ایکس (XRD) مورد بررسی قرار گرفت. خواص مکانیکی پوشش‌ها شامل سختی و مدول یانگ توسط دستگاه نانوفرورنده تعیین شد. مقاومت به خوردگی با استفاده از آزمون‌های خوردگی (امپدانس الکتروشیمیایی و آزمون تافل) مورد بررسی قرار گرفت. در مرحله اول و با افزایش چرخه کار، ضخامت لایه‌ها از ۲/۰۷ به ۱/۵۶ میکرومتر و در مرحله دوم با افزایش ولتاژ بایاس از ۱/۸۰ به ۱/۷۴ میکرومتر روند کاهشی داشته است. خواص مکانیکی و مدول یانگ نیز در هر دو مرحله با افزایش پارامترهای ذکرشده در مرحله اول به ترتیب از ۱۸/۸۹ به ۳۷/۷۹ گیگا پاسکال افزایش یافته و در مرحله دوم از ۲۶/۴۰ به ۲۳/۹۶ گیگا پاسکال کاهش یافته است. میزان دانسیته جریان خوردگی پوشش‌ها نیز در مرحله اول از ۲/۲۷ به ۳/۴۰ میکرو آمپر بر سانتی مربع افزایش یافته و در مرحله دوم نیز از ۲/۲۹ به ۱/۱۵ میکرو آمپر بر سانتی مربع کاهش یافته است.

واژگان کلیدی: پوشش CrAlN، چرخه کار، ولتاژ بایاس، قوس کاتدی، خوردگی،

فهرست مطالب

۱	فصل اول مقدمه
۲	۱-مقدمه
۲	۱-۱- زیر لایه
۳	۱-۲- پوشش‌های سخت
۴	۱-۳- فرآیند لایه نشانی
۵	۱-۴- پارامترهای فرایند
۵	۱-۴-۱- ولتاژ بایاس
۶	۱-۴-۲- چرخه کار
۹	فصل دوم مروری بر مطالب
۱۰	۲-مروری بر مطالب گذشته
۳۹	فصل سوم مواد و روش تحقیق
۴۰	۳-مواد و روش تحقیق
۴۰	۳-۱- مواد اولیه و تجهیزات مورد استفاده برای اعمال پوشش
۴۰	۳-۱-۱- زیر لایه
۴۱	۳-۱-۲- تجهیزات مورد استفاده در این آزمایش
۴۲	۳-۲- اعمال پوشش فلزی
۴۳	۳-۳- ارزیابی خواص پوشش
۴۴	۳-۳-۱- متالوگرافی نمونه‌ها
۴۴	۳-۳-۲- آزمون امپدانس الکتروشیمیایی (EIS)
۴۵	۳-۳-۳- آزمون پلاریزاسیون
۴۶	۳-۳-۴- آزمون میکروسکوپ الکترونی روبشی (FESEM)
۴۶	۳-۳-۵- آزمون پراش اشعه ایکس (XRD)
۴۷	۳-۳-۶- آزمون نانوفروندگی
۴۷	۳-۳-۷- آزمون زبری سطح
۴۹	فصل چهارم نتایج و بحث
۵۰	۴-نتایج و بحث
۵۰	۴-۱- مرحله اول: نتایج مربوط به مرحله تغییر چرخه کار
۵۰	۴-۱-۱- بررسی ریزساختار سطح مقطع پوشش‌های CrAlN
۵۳	۴-۱-۲- بررسی مورفولوژی پوشش‌های CrAlN در مرحله اول

۵۹	۳-۱-۴- زبری سطح پوشش‌های CrAlN مرحله اول
۵۹	۴-۱-۴- بررسی خواص مکانیکی پوشش
۶۱	۵-۱-۴- بررسی تاثیر چرخه کار روی مقاومت به خوردگی پوشش‌ها
۶۵	۲-۲- مرحله دوم: نتایج مربوط به مرحله تغییر ولتاژ بایاس
۶۵	۱-۲-۴- بررسی ریزساختار سطح مقطع پوشش‌های CrAlN
۶۸	۲-۲-۴- بررسی مورفولوژی پوشش‌های CrAlN در مرحله دوم
۷۱	۳-۲-۴- تاثیر ولتاژ بایاس روی زبری سطح پوشش‌های CrAlN/CrN
۷۲	۴-۲-۴- تاثیر ولتاژ بایاس روی خواص مکانیکی پوشش‌های CrAlN/CrN
۷۴	۵-۲-۴- بررسی آزمون‌های امپدانس با EIS
۷۷	فصل پنجم
۷۸	۵- نتیجه گیری و پیشنهادات
۷۸	۱-۵- خلاصه نتایج
۷۹	۲-۵- پیشنهادات
۸۰	مراجع
۸۵	ABSTRACT

فهرست اشکال

شکل ۱-۱ - پره‌های کمپرسور محوری [۱۷].....	۴
شکل ۲-۱ - شماتیک دستگاه قوس کاتدی.....	۵
شکل ۳-۱ - نحوه عملکرد چرخه کار.....	۶
شکل ۱-۲ - مدل نقطه کاتد [۲۸].....	۱۱
شکل ۲-۲ - شماتیک دیاگرام در یک کاتد خنک کننده غیرمستقیم [۳۱].....	۱۴
شکل ۳-۲ - تعداد دانسیته درشت ذرات در چرخه های کار متفاوت [۳۲].....	۱۵
شکل ۴-۲ - تغییرات نرخ رشدپوشش های CrAlN در بایاس های متفاوت [۳۴].....	۱۷
شکل ۵-۲ - مقایسه مقاومت به خوردگی نمونه های TiAlN و CrAlN [۳۵].....	۱۸
شکل ۶-۲ - ضریب اصطکاک پوشش های Al-Si-N در بایاس های متفاوت [۳۹].....	۲۳
شکل ۷-۲ - ارزیابی ویژگی‌های مکانیکی فیلم CrAlN در ولتاژهای بایاس متفاوت [۴۱].....	۲۵
شکل ۸-۲ - تغییرات اندازه ذرات در بایاس های متفاوت پوشش های TiN/CrAlN [۴۴].....	۲۹
شکل ۹-۲ - تاثیر چرخه کار بر روی مقاومت پلازمااسیون پوشش‌ها در چرخه کارهای متفاوت [۴۶].....	۳۲
شکل ۱۰-۲ - ضریب اصطکاک پوشش های AlSiN [۴۸].....	۳۴
شکل ۱۱-۲ - تغییرات تخلخل در دماهای متفاوت زیرلایه [۵۰].....	۳۶
شکل ۱-۳ - نمونه‌های آماده‌شده قبل از پوشش دهی.....	۴۱
شکل ۲-۳ - نمونه‌های مانده شده جهت آزمون خوردگی.....	۴۵
شکل ۳-۳ - شماتیک سل خوردگی.....	۴۶
شکل ۴-۳ - دستگاه نانو فروروندگی.....	۴۷
شکل ۵-۳ - دستگاه پروفیلومتر.....	۴۸
شکل ۱-۴ - تصاویر میکروسکوپ الکترونی از سطح مقطع نمونه‌های پوشش داده‌شده به همراه نتایج EDS در چرخه‌های کار (الف) ۲۰٪، (ب) ۴۰٪، (ج) ۶۰٪ و (د) ۸۰٪.....	۵۲

- شکل ۲-۴- ریزساختار مورفولوژی سطح پوشش CrAlN اعمالی چرخه‌های کار الف) ۲۰٪، ب) ۴۰٪، ج) ۶۰٪ و د) ۸۰٪. ۵۴
- شکل ۳-۴- غلظت اتم‌های CrAlN در چرخه‌های کار متفاوت. ۵۶
- شکل ۴-۴- نتایج مربوط به آنالیز پراش اشعه ایکس برای فیلم CrAlN اعمال شده در چرخه کار ۱) ۲۰٪، ۲) ۴۰٪، ۳) ۶۰٪ و ۴) ۸۰٪. ۵۷
- شکل ۵-۴- اندازه ذرات فیلم‌های CrAlN در چرخه‌های کار متفاوت. ۵۸
- شکل ۶-۴- نتایج آزمون سختی فیلم‌های CrAlN در چرخه کارهای متفاوت. ۶۱
- شکل ۷-۴- نمودار پلاریزاسیون برای زیر لایه فولاد زنگ نزن و پوشش‌های CrAlN در چرخه‌های کار متفاوت. ۶۲
- شکل ۸-۴- نمودار نایکوئیست بعد از خوردگی در چرخه‌های کار متفاوت. ۶۴
- شکل ۹-۴- تصاویر میکروسکوپ الکترونی از سطح مقطع نمونه‌های پوشش داده شده به همراه نتایج EDS در ولتاژهای بایاس الف) ۵۰V-، ب) ۱۰۰V-، ج) ۱۵۰V- ۶۷
- شکل ۱۰-۴- تصاویر مورفولوژی سطح پوشش CrAlN رسوب داده شده در ولتاژ بایاس الف) ۵۰V-، ب) ۱۰۰V-، ج) ۱۵۰V- به همراه نتایج EDS برای هر نمونه. ۶۸
- شکل ۱۱-۴- تغییرات غلظت اتمی در سطح پوشش برحسب ولتاژ بایاس. ۶۹
- شکل ۱۲-۴- الگوهای پراش اشعه ایکس از پوشش‌های CrAlN اعمال شده در ولتاژ بایاس های متفاوت. ۷۱
- شکل ۱۳-۴- اندازه متوسط کریستالیت ها فیلم‌های CrAlN در ولتاژ بایاس های متفاوت. ۷۲
- شکل ۱۴-۴- تغییرات سختی پوشش‌های CrAlN برحسب ولتاژ بایاس. ۷۳
- شکل ۱۵-۴- نمودار پلاریزاسیون نمونه ها در ولتاژ های بایاس متفاوت. ۷۴
- شکل ۱۶-۴- نمودار نایکوئیست بعد از خوردگی در ولتاژهای بایاس متفاوت. ۷۵

فهرست جداول

جدول ۳-۱: آنالیز کوانتومتری زیر لایه	۴۰
جدول ۳-۲: پارامترهای فرایند پوشش دهی CrAlN با استفاده از تکنیک رسوب قوس کاتدی	۴۳
جدول ۴-۱: ضخامت نمونه‌های پوشش داده در چرخه‌های کار متفاوت	۵۳
جدول ۴-۲: درصد‌های اتمی مربوط به آنالیز EDS در چرخه کارهای مختلف	۵۵
جدول ۴-۳: تغییرات زبری سطح و نرخ رسوب‌گذاری فیلم‌های CrAlN بر حسب چرخه کار	۵۹
جدول ۴-۴: نتایج آزمون نانو فرورونده روی پوشش‌های CrAlN در چرخه‌های کار متفاوت	۶۰
جدول ۴-۵: پلاریزاسیون غلظتی در چرخه کارهای متفاوت	۶۳
جدول ۴-۶: ضخامت و نرخ رشد و اندازه ذرات در ولتاژ بایاس های متفاوت	۶۷
جدول ۴-۷: درصد‌های اتمی مربوط به آنالیز EDS در ولتاژ بایاس های متفاوت	۷۰
جدول ۴-۸: تغییرات زبری سطح و نرخ رسوب‌گذاری فیلم‌های CrAlN در ولتاژ بایاس های متفاوت	۷۲
جدول ۴-۹: سختی فیلم‌های CrAlN در ولتاژ های بایاس متفاوت	۷۳
جدول ۴-۱۰: نتایج پارامتر پلاریزاسیون نمونه ها در ولتاژ بایاس های متفاوت	۷۵

فصل ۱

مقدمه

۱-۱- زیر لایه

گروه وسیع و گسترده‌ای از آلیاژهای ویژه که بیشتر برای مقاومت در برابر خوردگی توسعه یافته‌اند را فولاد های زنگ نزن می‌نامند. از جمله ویژگی‌های ممتاز برای این دسته از آلیاژها می‌توان به شکل‌پذیری عالی، چقرمگی زیاد در دمای اتاق، مقاومت خوب در برابر پوسته‌پوسته شدن، اکسایش و خزش در دمای بالا اشاره کرد. فولادهای زنگ نزن جز دسته فولادهای آلیاژی حاوی مقادیر قابل توجهی کروم می‌باشند، حداقل عنصر کروم متعارف در این دسته از فولادها ۱۲ درصد است و برای اینکه آلیاژهای آهنی خاصیت زنگ نزن داشته باشند میزان کروم در آنها نباید کمتر از این مقدار باشد [۱]. علاوه بر کروم، عناصر شیمیایی دیگری نیز در ترکیب فولادهای زنگ نزن بکار می‌روند که از آن جمله می‌توان به مولیبدن و نیکل اشاره نمود. نیکل عمدتاً موجبات انعطاف‌پذیری و شکل‌پذیری را در فولاد زنگ نزن باعث می‌گردد [۱،۲]. فولاد زنگ نزن ۴۲۰ از دسته فولادهای مارتنزیتی است که مقاومت در برابر خوردگی آن مشابه آلیاژ ۴۱۰ است. در کاربردهایی که نیازمند مقاومت خوب در برابر خوردگی و سختی بالا هستیم، این آلیاژ گزینه مناسبی است. این آلیاژ معمولاً در کاربردهای دماهای بالاتر از ۴۲۷ درجه سانتی‌پایه استفاده نمی‌شوند، به این علت که در دمای مذکور آلیاژ به شدت نرم شده و خواص ضد خوردگی خود را از دست می‌دهد. فولاد های زنگ نزن ۴۲۰ با توجه به استانداردهای AMS 5506 و ASTM A176 نام‌گذاری و دسته‌بندی می‌شوند [۲،۳].

کاربردهای این فولاد شامل [۱].

(۱) اجزای ماشین (۲) سوپاپ و پمپ (۳) کارد و چنگال (۴) لوازم جراحی (۵) تیغه‌های توربین بخار

۲-۱- پوشش‌های سخت

در دهه‌های گذشته نانوپوشش‌های سه‌گانه و چهارگانه از قبیل: TiAlN/CrN-CrN/AlN و CrAlN/AlSiN از اهمیت بیشتری در رابطه با ویژگی‌های مکانیکی، پایداری حرارتی و مقاومت به اکسیداسیون برخوردار بوده‌اند. پژوهش‌های صورت گرفته در این زمینه نشان می‌دهند که افزودن آلومینیوم به پوشش‌های پایه Ti-N جهت شکل گرفتن یک پوشش $(\text{Ti,Al})\text{N}$ می‌تواند مقاومت به اکسیداسیون چنین پوشش‌هایی را در دمای بالاتر از 800°C بهبود بخشد؛ درحالی‌که افزودن Si می‌تواند رشد ذرات را در پوشش مهار کند و علاوه بر آن سختی چنین پوشش‌هایی را بهبود بخشد. با این وجود پوشش دهی ابزار برش سرامیک با پوشش‌های چند عنصری پایه Cr-N/Ti-N از طریق PVD هنوز یک رویکرد نسبتاً جدید محسوب می‌شود [۴-۷]. پوشش‌های کربونیتريدی و نیتريدی در بسیاری از کاربردهای تریبولوژیکی (برای مثال برش فلزات، شکل‌دهی) و درجایی که کاهش اصطکاک و بهبود ویژگی‌های سایش مورد نظر است، استفاده می‌شوند [۸،۹]. پوشش‌های سه‌گانه Cr-X-N ، که X شامل عناصری چون Ti-Al-Si-Nb-Ni است، به منظور بهبود ویژگی پوشش‌های CrN توسعه یافته‌اند. در این میان سیستم سه‌گانه از فیلم‌های CrAlN سختی بالاتری ($25-32 \text{ GPa}$) نسبت به پوشش‌های CrN داشته و دارای مقاومت بیشتری در برابر اکسیداسیون در دماهای بالاتر از 900°C هستند. این موضوع به دلیل شکل‌گیری لایه اکسیدی محافظ Al_2O_3 به‌وسیله مهاجرت اتم‌های Al به سطح پوشش است [۱۰، ۱۱]. بسیاری از اجزای استفاده‌شده در خودرو- هواپیما و ابزارآلات در معرض بارهای مکانیکی تحت شرایط مشخص قرار دارند. از این رو محققان برای پی بردن به ویژگی‌های تریبولوژیکی از برخی اجزا در جهت بهبود طول عمر و کاهش هزینه تعمیر و نگهداری استفاده کردند. یکی از این روش‌ها جهت حل این مشکل کاربرد پوشش مقاوم در برابر سایش بوده است [۱۲]. در واقع اتصال Al به CrN منجر به افزایش بیشتر سختی، حرارت و پایداری شیمیایی شده و کارایی ابزارآلات برش و شکل‌دهی را افزایش داده است. این امر سبب می‌شود که این پوشش‌ها جایگزین امیدوارکننده‌ای برای پوشش‌های

TiAlN باشند [۱۳-۱۶]. از جمله کاربردهای صنعتی این پوشش‌ها می‌توان به پره‌های کمپرسور (شکل ۱-۱) اشاره کرد [۱۷].



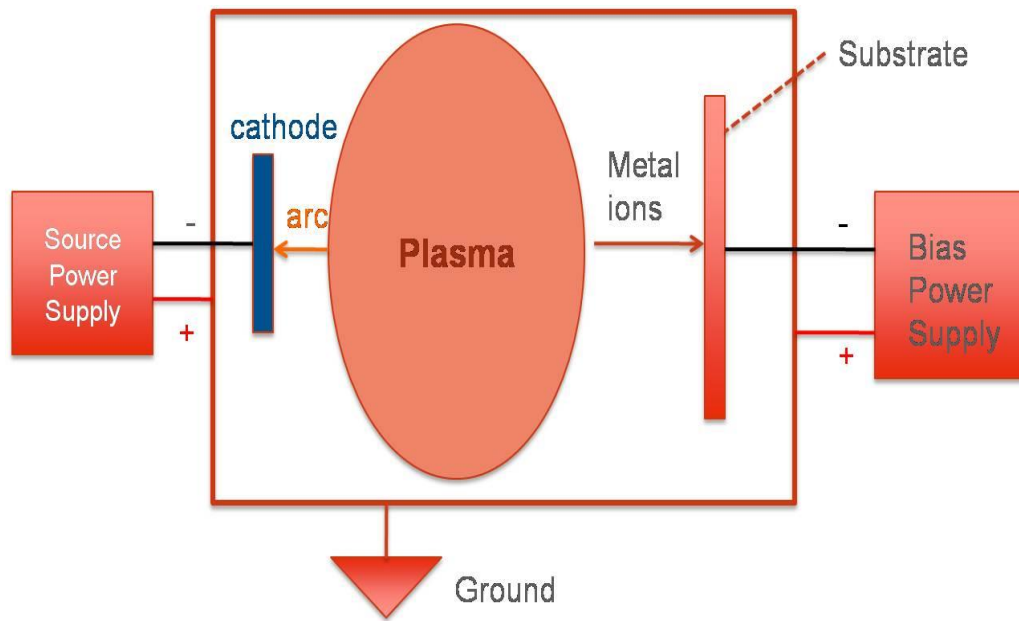
شکل ۱-۱- پره‌های کمپرسور محوری [۱۷].

۳-۱- فرآیند لایه نشانی

به‌طور کلی روش رسوب قوس کاتدی^۱ فرآیندی است که در آن مواد از فلز هدف به‌وسیله یک قوس الکتریکی مستقیم و پراورزی به حالت بخار تبدیل می‌شوند [۱۸]. همان‌طور که در شکل ۱-۲ مشاهده می‌شود، در این روش ماده موردنظر (اتم‌ها، مولکول‌ها و یا خوشه‌های اتمی) از هدف فلزی (تارگت) و با استفاده از روش‌های مختلف تبخیر شامل، کندو پاش، پرتو الکترونی و قوس کاتدی تبخیر شده و روی زیر لایه نشانده می‌شود. یکی از پیشرفته‌ترین روش‌های لایه نشانی تبخیر قوس کاتدی است که در آن به علت قابلیت دستیابی به درصد بالای یونیزاسیون و انرژی بالای ذرات و تبخیر کنترل شده چند عنصر به طور هم‌زمان علاوه بر ایجاد انواع پوشش‌های کریستالی با ساختار یکسان، امکان دستیابی به ساختار نانو کامپوزیت نیز فراهم شده است [۱۹-۲۲]. پارامترهای زیادی از جمله چرخه کار، ولتاژ بایاس و...

۱. Cathodic Arc Deposition

روی خواص پوشش‌های ایجاد شده توسط قوس تاثیر گذارند که در ادامه به بررسی تک‌تک آن‌ها پرداخته می‌شود.



شکل ۱-۲ - شماتیک دستگاه قوس کاتدی.

۴-۱- پارامترهای فرایند

۱-۴-۱- ولتاژ بایاس^۱

بایاس کردن در الکترونیک شامل اعمال ولتاژ یا جریان از پیش تعیین شده به نقاط مختلف مدار یا قطعه جهت تقویت و عملکرد مناسب بکار می‌رود. اعمال ولتاژ بایاس به زیر لایه به‌عنوان یکی از بخش‌های مهم در فرآیند پوشش دهی است. ولتاژ بایاس یکی از پارامترهای مهم فناوری است که بر پارامترهای مکانیکی پوشش‌های PVD تاثیر می‌گذارد [۲۳]. به منظور حل مشکل یونیزاسیون پایین، ولتاژ بایاس منفی جهت افزایش بمباران یونی به سطح زیر لایه اعمال می‌شود. به گونه‌ای که با افزایش

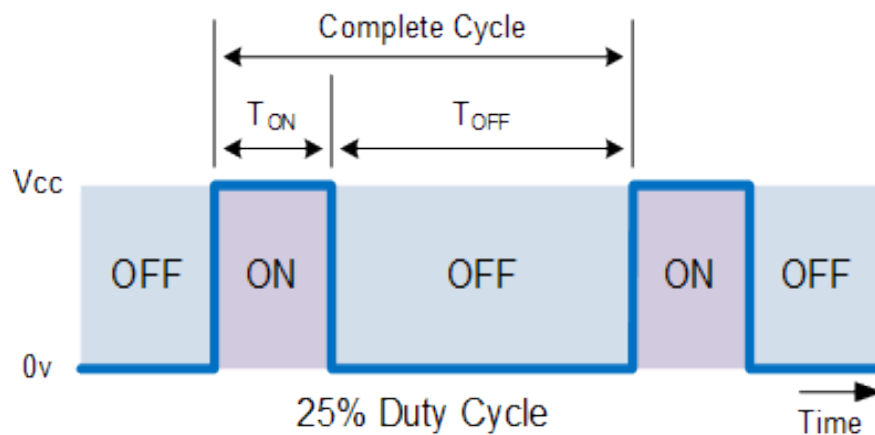
ولتاژ بایاس، کاهش اندازه ذرات روی سطح و کاهش ضخامت لایه‌ها را مشاهده می‌شود. همچنین تغییر ولتاژ بایاس روی ویژگی‌های مکانیکی و خوردگی نیز تاثیر دارد [۲۴،۲۵].

۱-۴-۲- چرخه کار^۱

چرخه کار یکی از پارامترهای ضروری در تغییرات مشخصات پلاسما در سیستم پالس DC است. درصد چرخه کار عبارت است از: نرخ زمان روشن بودن به کل بازه زمانی (زمان روشن + زمان خاموش شدن) [۲۶]. رابطه ۱-۱ نحوه محاسبه درصد چرخه کار را نشان می‌دهد. شکل ۱-۳ نحوه عملکرد چرخه کار را نشان می‌دهد.

$$\text{Duty cycle} = \frac{t_{\text{on}}}{t_{\text{on}} + t_{\text{off}}}$$

رابطه ۱-۱



شکل ۱-۳ - نحوه عملکرد چرخه کار.

1. Bias voltage
2. Duty cycle

با این وجود در طول زمان روشن بودن فرآیندهای رسوب اتم‌ها و یونیزاسیون مولکول‌ها را مشاهده

می‌شود درحالی‌که رشد پوشش‌ها و هسته گذاری در زمان خاموش شدن صورت می‌گیرد [۲۷].

افزایش چرخه کار دو اثر مختلف بر روی حضور ذرات در پوشش‌ها دارد [۲۷].

۱. کاهش فراوان میزان مشارکت ذرات در فرایند لایه نشانی،

۲. مشارکت ذرات کوچک بیش از درشت ذرات که منجر به کاهش زبری سطح می‌شود.

فصل دوم

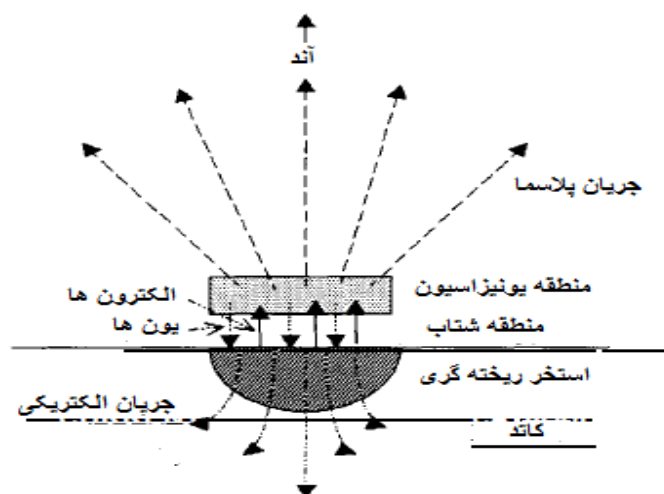
مروری بر مطالعات انجام شده

۲ مروری بر مطالب گذشته

در این فصل به بررسی تحقیقات و نتایج حاصل از آن که توسط پژوهشگران در سال‌های متوالی ۱۹۹۲ تا ۲۰۱۸ انجام شده است پرداخته می‌شود. این تحقیقات شامل موارد گسترده‌ای از جمله انواع پوشش‌ها، انواع روش‌ها، انواع پارامترهای تاثیر گذار و بررسی خواص خوردگی، تریبولوژیکی و مکانیکی پوشش‌ها و همچنین تاثیر آن‌ها بر روی کاربردهای موردنظر است.

باکس من^۱ و همکاران در سال ۱۹۹۲ مطالعاتی را بر روی تولید، انتقال و کنترل درشت ذرات در پوشش‌هایی که به روش تبخیر قوس کاتدی تولید شده‌اند انجام دادند و به این نتیجه رسیدند که تولید درشت ذرات یک بخش اساسی از عملکرد نقاط کاتد است. مکانیزم تولید درشت ذرات ممکن است در نتیجه واکنش‌های شدید جریان برگشتی یون از منطقه یونیزاسیون بر روی زیر لایه و یا نتیجه ریز انفجارت تولید شده در پلاسما روی سطح کاتد باشد. تولید درشت ذرات می‌تواند به وسیله حرکت مغناطیسی نقاط کاتد ایجاد شده کاهش پیدا کند. کاهش یافتن دانسیته جریان کاتد و سرمای موثر به منظور کاهش دمای سطح کاتد، به وسیله شکل‌گیری نقطه ذوب بالای گاز واکنشی لایه‌های سطحی روی کاتد می‌باشد. اسپری درشت ذرات می‌تواند از جریان پلاسما با استفاده از قرارگیری هندسه صحیح، بایاس زیرلایه و مسیر جریان پلاسما فیلتر شود. شکل ۱-۲ نشان دهنده مدل نقطه‌ای کاتد است. همان‌طور که در شکل مشاهده می‌شود یون‌ها و الکترون‌ها هنگامی که در منطقه شتاب قرار دارند به سمت آند یا کاتد در حرکت هستند. لذا به محض قرارگیری در منطقه یونیزاسیون در اثر جریان پلاسما به سمت آند حرکت کرده و روی سطح رسوب می‌کنند [۲۸].

¹.Boxman

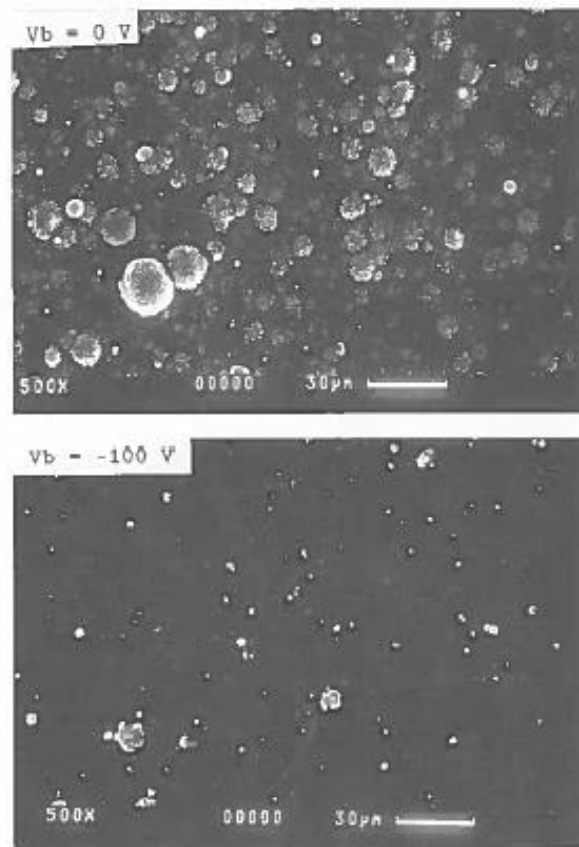


شکل ۲-۱ مدل نقطه کاتد [۲۸].

آهارونو^۱ و همکاران در سال ۱۹۹۵ عوامل مؤثر بر شکل‌گیری عیوب رشد در پوشش‌های نیتریدی را با استفاده از تبخیر قوس کاتدی مورد مطالعه قرار دادند و دریافتند که اشکال مخروطی دیده شده در سطح پوشش، نقص‌های رشد هستند که به وسیله درشت ذرات ایجاد شده‌اند. در حالت بایاس DC و با افزایش ولتاژ بایاس رشد نقص و انتشار کمتر می‌شود. همچنین در حالت بایاس پالس به این نتیجه دست یافتند، زمانی که فرکانس و ولتاژ بایاس ثابت باشند هرچه چرخه کار بیشتر شود پراکندگی عیوب کمتر می‌شود. ولتاژ بایاس بالا و یا چرخه کار بالا منجر به پوشش همه یا قسمتی از قطرات کوچک یا دانه‌ها طی فرایند پوشش‌دهی می‌شود. به نظر می‌رشد که دانسیته نقایص به میزان کمی وابسته به مقدار ولتاژ به کار برده شده می‌باشد، از طرف دیگر میزان درصد منطقه پوشش داده شده سریعاً از ۰V تا ۱۰۰V- کاهش می‌یابد برای بایاس‌های مساوی یا بیشتر از ۱۰۰ ولت نیز کاهش درصد منطقه پوشش داده شده کمتر است شکل ۲-۲ تغییرات ولتاژ بایاس را در دو بایاس ذکر شده نشان می‌دهد. به بیان دیگر افزایش ولتاژ بایاس سبب افزایش سطح انرژی پیوند یون‌ها می‌شود. بنابراین تحرک اتم‌ها و نفوذ سطح افزایش می‌یابد، دانسیته میدان الکتریکی بر روی قطرات کوچک در مقایسه با سطح زیرلایه بسیار

¹. Aharonov

بالاست در نتیجه جریانی ایجاد می کند که نرخ کندوپاش بالاتری دارد ترکیب دو مورد ذکر شده نرخ رسوب بالاتر بر روی زیرلایه نسبت به قطرات کوچک را تضمین می کند. در ولتاژ بایاس های پایین اتم ها پس از رسیدن به منطقه مورد نظر به اصطلاح می چسبند در این حالت یک نقص ایجاد می شود بلکه نرخ رسوب گذاری هم بر روی زیرلایه و هم قطرات کوچک قابل مقایسه می باشد [۲۹].

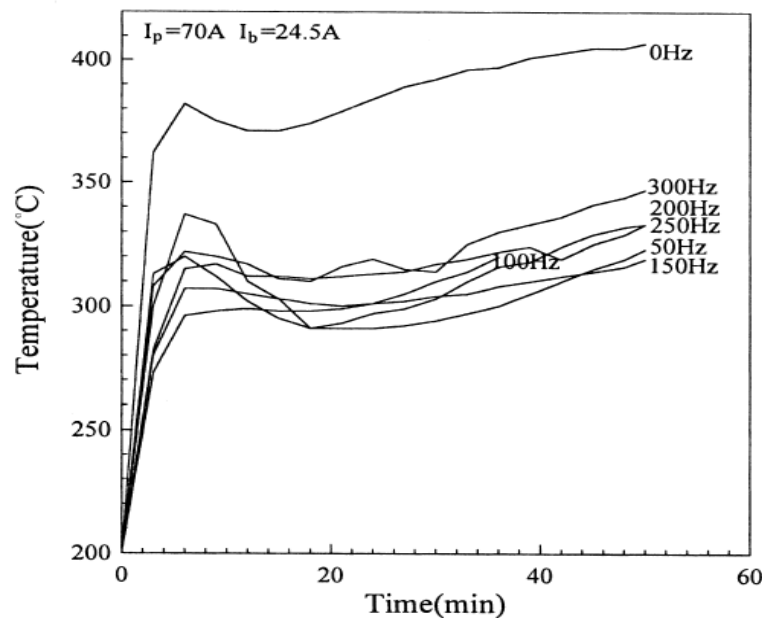


شکل ۲-۲ تغییرات درشت ذرات در ولتاژ بایاس های ۰ و ۱۰۰ ولت [۲۹].

وانگ^۱ و همکاران در سال ۲۰۰۱ پوشش CrN را با استفاده از روش تبخیر قوس کاتدی روی زیر لایه فولاد ابزار تند بر پوشش دادند و به این نتیجه رسیدند در روش فوق فرکانس پایین و مکانیزم چرخه جریان های بالا و پایین به طور مؤثر دمای زیر لایه را تا 80°C کاهش می دهد. این کاهش از تکنیک

¹.Wang

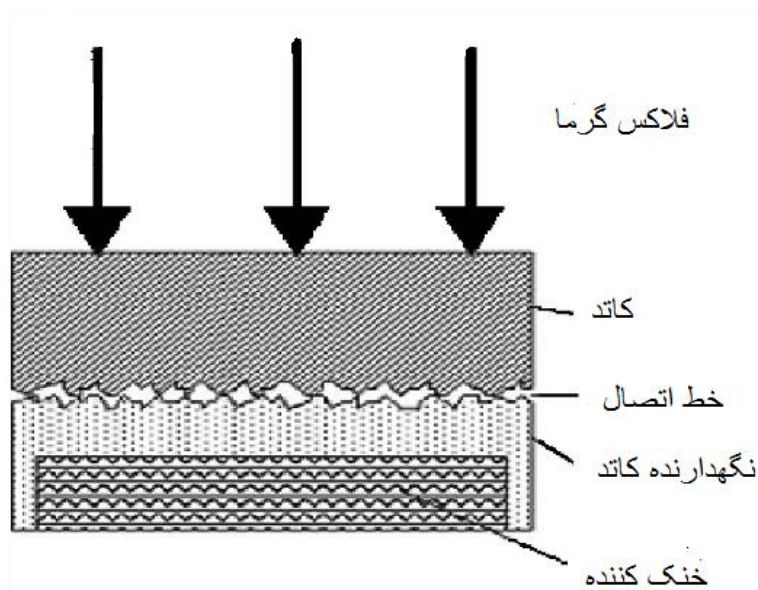
مدول جریان به دست می آید. بعد از ۲ دقیقه فرایند های CAE به بمباران پوشش یون CrN تغییر پیدا می کند. کاهش جریان گرما به دلیل واکنش های خفیف می باشد. شکل ۲-۳ نشان دهنده تغییرات دما برحسب زمان در پوشش های CrN را نشان می دهد. در فرایند CAE توان و دانسیته جریان های بالای یون نشات گرفته از کارایی بالای یونیزاسیون می باشد. دانسیته جریان یون به صورت مستقیم عملکردی از جریان قوس است. نرخ رسوب گذاری به نوسانات چرخه کار وابسته است و درمقابل هیچ ارتباطی با فرکانس ندارد و اثر فرکانس فقط بر روی تغییرات دمای کاتد و زیرلایه می باشد [۳۰].



شکل ۲-۳ نشان دهنده تغییرات دما برحسب زمان در پوشش های CrN [۳۰].

بوکس من و همکاران در سال ۲۰۰۶ مطالعاتی را روی دستگاه رسوب قوس خلأ انجام داده و دریافتند که طراحی سیستم رسوب قوس خلأ به مقدار زیادی به ویژگی های خاص فیزیکی قوس خلأ و پلاسمایی که تولید می شود وابسته است. در بیشتر سیستم های قوس کاتدی رایج، یک ترکیبی از پوشش و میدان مغناطیسی برای کنترل موقعیت و حرکت نقاط کاتد استفاده می شود. یکی از روش های استفاده برای کنترل موقعیت و حرکت نقاط کاتد این است که در اطراف سطحی که محافظ حرارتی نامطلوب است سپری ایجاد می کنیم. این سپر ممکن است در سطح باشد. در دستگاه های آزمایشگاهی اغلب تیوپ

شیشه ای ساده یا سرامیک به کار می‌برند. کاتدها ممکن است ساخته شده از موادی باشد که برای تولید جریان قوس بدون افت ولتاژ بکار روند، این امر شامل موادی از جمله فلزات خالص و آلیاژهای فلزی و در بعضی موارد نیمه هادی‌ها باشند. در صورتی که مواد به راحتی ماشین کاری شوند، کاتد می‌تواند به صورت مستقیم یا غیر مستقیم از سرد کننده ساخته شده باشد. در خیلی از موارد مواد کاتد از پودر زینترینگ می‌باشد. در برخی کاربردها درشت ذرات باید خارج شوند و این امر توسط هدایت مغناطیسی پرتو پلاسما ایجاد می‌شود. همان‌طور که در شکل ۲-۴ نشان داده شده است، ویژگی فیلم‌های رسوب‌کرده به دمای زیر لایه بستگی دارد. از طرفی انرژی یون‌های رسوب‌گذاری شده به وسیله بایاس منفی زیر لایه کنترل می‌شود. [۳۱].

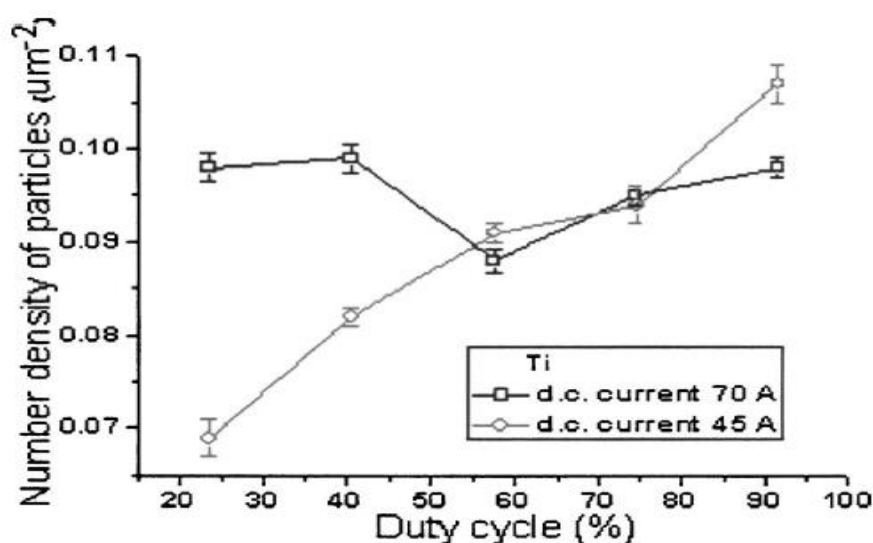


شکل ۲-۴- شماتیک دیاگرام در یک کاتد خنک کننده غیرمستقیم [۳۱].

در سال ۲۰۰۶ یاوی هو^۱ و همکاران تاثیر پارامترهای پالس نظیر چرخه کار، فرکانس و جریان قوس را روی تولید و توزیع درشت ذرات مورد مطالعه قرار دادند و دریافتند چگالی درشت ذرات ارتباط آشکاری با چرخه کار در جریان‌های بالا ندارد ولی در جریان‌های پایین سبب افزایش چگالی آن‌ها می‌شود.

¹ Hu

فرکانس نیز تاثیر مهمی بر روی تولید درشت ذرات دارد بدین گونه که افزایش فرکانس چگالی درشت ذرات را کاهش می‌دهد. افزایش دانسیته درشت ذرات به طور قابل توجهی همراه با مقدار های بالا چرخه می باشد، با افزایش فرکانس دانسیته درشت ذرات کاهش می یابد. بنابراین این اثر وقتی چرخه کار خیلی بالا یا پایین نیست به صورت واضح دیده نمی شود. شکل ۲-۵ تعداد دانسیته درشت ذرات را در چرخه های کار متفاوت نشان می دهد [۳۲].

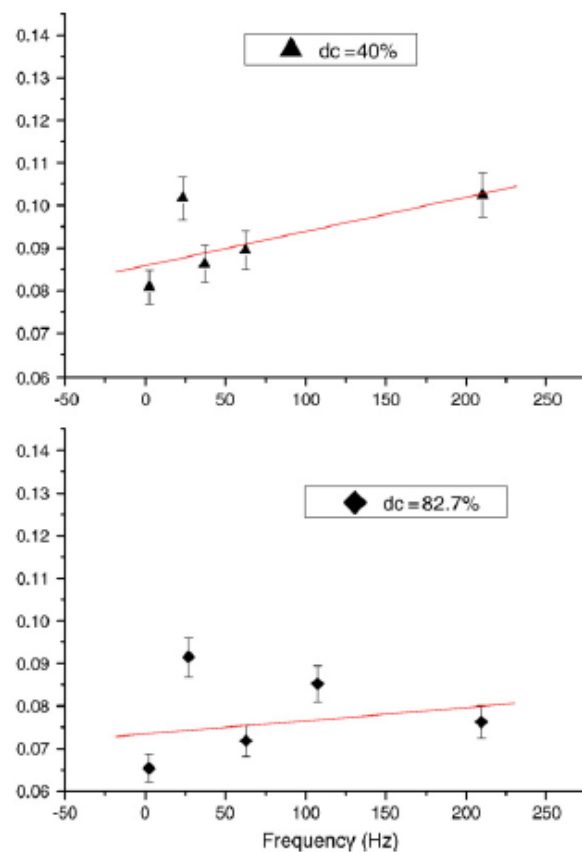


شکل ۲-۵- تعداد دانسیته درشت ذرات در چرخه های کار متفاوت [۳۲].

هیوادای^۱ و همکاران در سال ۲۰۰۷ پژوهش‌هایی در رابطه با تاثیر فرکانس‌های پالس بر آلودگی درشت ذرات در طول رسوب انجام دادند. آن‌ها نیز دریافتند که با افزایش فرکانس، اندازه درشت ذرات کاهش یافته و همچنین نرخ آلودگی درشت ذرات با افزایش چرخه کار از ۴۰٪ به ۸۲/۷٪ افزایش می‌یابد. نتایج به‌دست‌آمده در توافق خوبی با نتایج ناشی از تحقیق یاوی هو و همکاران بوده است. شکل ۲-۶ تغییرات فرکانس در چرخه کارهای ذکر شده را نشان می دهد. تفاوت در مورفولوژی سطح همراه با فرکانس های متفاوت بسیار کم هستند. با افزایش چرخه کار ورودی منبع (نیرو) نیز افزایش می یابد. از این رو نیروی

¹ Dai

منبع قوس بر روی شکل و سرعت نقاط کاتد تاثیر می گذارد، همچنین این مساله بر روی بخار فلز نیز تاثیر می گذارد. اگر قدرت منبع افزایش پیدا کند حجم زیادی از فلز تبخیر خواهد شد. هنگامی که این امر غالب می شود تعداد زیادی از قطرات کوچک مایع آسانتر تولید می شود. عوامل فوق الذکر در مورد اندازه قطرات کوچک نقش محدود کننده بیشتری را ایفا خواهند کرد بعلاوه با افزایش چرخه کار تفاوت کمی در مورفولوژی سطح درشت ذرات در فرکانس های متفاوت مشاهده خواهد شد.[۳۳].

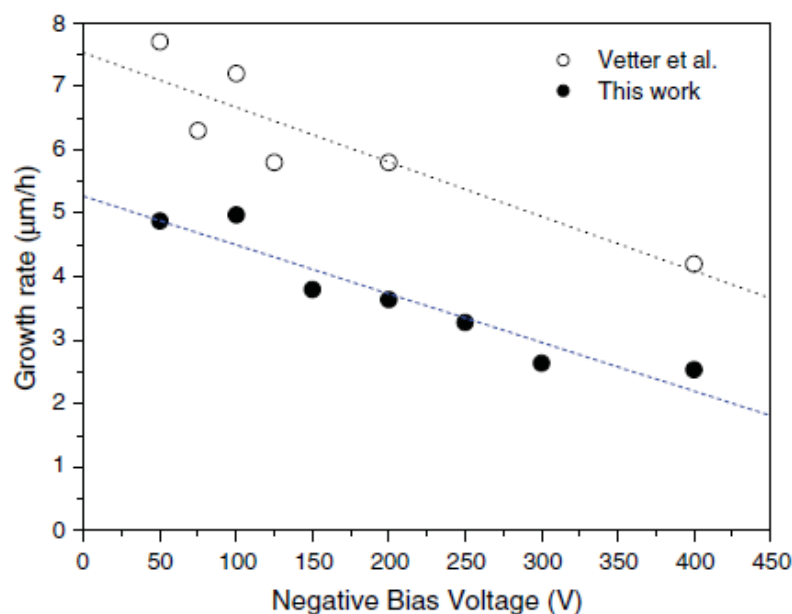


شکل ۲-۶ تغییرات فرکانس در چرخه های کار ۴۰٪ و ۸۲٫۷٪[۳۳].

رومه رو^۱ و همکاران نیز در سال ۲۰۰۶ به بررسی تاثیر ولتاژ بایاس روی خواص مکانیکی و تریبولوژیکی پوشش های CrAlN که به روش تبخیر قوس کاتدی رسوب گذاری شده بودند پرداختند. نتایج به

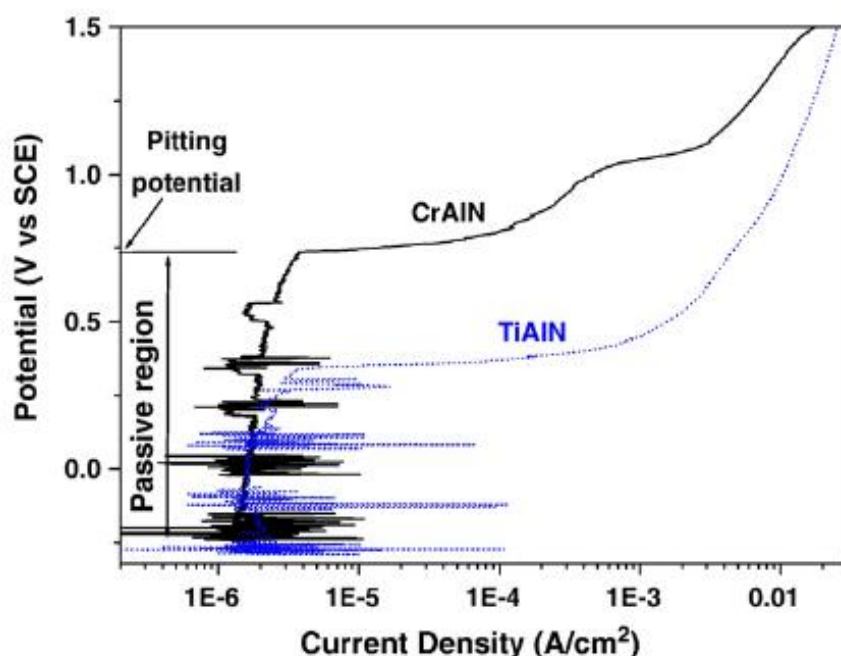
¹ Romero

دست‌آمده نشان داد که تغییر ولتاژ بایاس زیر لایه تاثیر مشخصی بر ویژگی‌های مکانیکی و تریبولوژیکی و فیزیکی پوشش‌ها نداشته است. اندازه گیری سختی نانو فرورونده از نمونه ها رسوب گذاری شده به دلیل حضور مشخصات درشت ذرات که معمولا بر روی سطح پوشش های رسوب داده شده به وسیله تبخیر قوس کاندی می باشد مشکل است. با افزایش ولتاژ بایاس از 50 V به 400 V - تغییرات چشمگیری در نرخ رشد لایه از $4/9\text{ }\mu\text{m/h}$ به $2/5\text{ }\mu\text{m/h}$ مشاهده گردید. شکل ۲-۷- تغییرات نرخ رشدپوشش های CrAlN در بایاس های متفاوت نشان می دهد. این رفتار به‌طور واضح به دلیل مکانیزم کند و پاش تولید شده به وسیله بمباران یونی در طول رشد فیلم است. از آنجائیکه ولتاژ بایاس منفی افزایش می یابد، جریان یونیزه شده بالایی از اتم های Al و Cr منتشر شده توسط کاتدهای رسیده به زیرلایه با یک انرژی جنبشی بالاتر و در نتیجه تعداد بالایی از اتم های فیلم در حال رشد re-sputter خواهند شد. [۳۴].



شکل ۲-۸- تغییرات نرخ رشدپوشش های CrAlN در بایاس های متفاوت [۳۴].

دینگ^۱ و همکاران در سال ۲۰۰۸ مقاومت به خوردگی پوشش‌های CrAlN و TiAlN تولید شده به روش قوس کاتدی را با یکدیگر مقایسه کردند و به این نتیجه رسیدند که در نسبت اتمی Cr/Al و Ti/Al حدود ۱/۱ هر دو نوع پوشش دارای مقاومت به خوردگی مناسب در محلول کلرید سدیم ۳ درصد وزنی هستند. این موضوع به علت رقابت هم‌زمان دو پدیده چیدمان ساختاری و افزایش زبری سطح در اثر افزایش مقدار آلومینیوم در پوشش است. در یک نسبت اتمی یکسان از Cr/Al و Ti/Al نتایج این تحقیق نشان داد که پوشش‌های CrAlN مقاومت به خوردگی بهتری در مقایسه با پوشش‌های TiAlN دارند. شکل ۹-۲ نشان دهنده منحنی‌های پلاریزاسیون پتانسیل نمونه‌های پوشش داده شده CrAlN و TiAlN است. هر دو آنها یک مرحله غیرفعال آشکار را نشان می‌دهد. در محدوده پتانسیل غیرفعال، جریان خوردگی باقی مانده در سطوح پایین در حدود $10^{-6} \times 2$ است. با این وجود زمانیکه پتانسیل به یک مقدار معین افزایش می‌یابد، یک افزایش ناگهانی در جریان خوردگی ایجاد می‌شود که نشان دهنده شکست واضح در مشخصات سیستم زیرلایه/پوشش است. [۳۵].



شکل ۹-۲- مقایسه مقاومت به خوردگی نمونه‌های CrAlN و TiAlN [۳۵].

¹ Ding

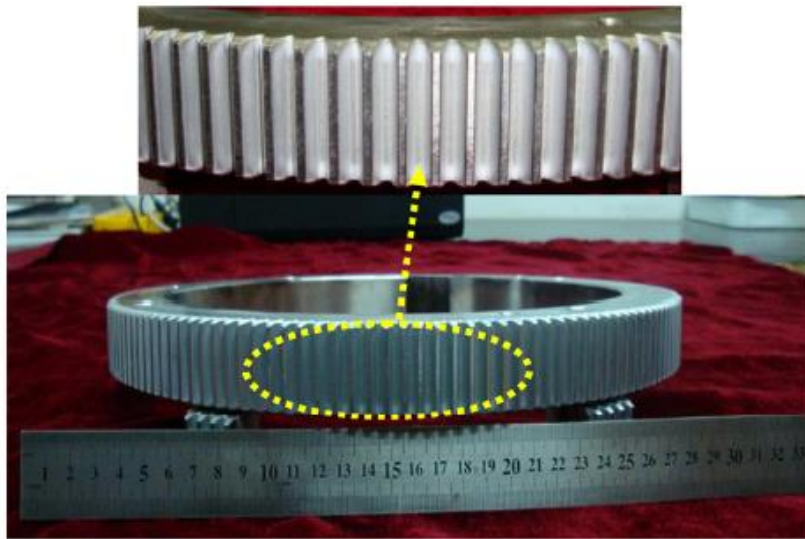
چیم^۱ و همکاران در سال ۲۰۰۹ مقاومت به اکسیداسیون پوشش‌های TiN-CrAlN-TiAlN-CrN پوشش داده شده به وسیله چرخش جانبی قوس کاتدی را مورد بررسی و مطالعه قرار دادند و دریافتند که پوشش‌های به جز CrAlN در دماهای ۶۰۰°C، ۷۰۰°C و ۸۰۰°C پوسته پوسته شده و یا سختی‌شان کاهش می‌یابد. به همین دلیل CrAlN برای ماشین‌کاری‌های خشک با سرعت بالا و سایر کاربردهای دما بالا امیدوارکننده است. در فرایند آنیل کردن اتم‌های اکسیژن به آسانی و به طور عمیق در پوشش میان ساختارهای ضعیف پیوند ذرات که بطور قائم برای سطح پوشش هستند نفوذ می‌کند. در ابتدا فرایند اکسیداسیون ترجیحا در مناطق مرزی دانه‌های عمودی اتفاق می‌افتد در حالیکه بخش‌های دانه تنها کمی تحت تاثیر قرار گرفتند. در نتیجه سختی پوشش بطور چشمگیری کاهش نیافته است. فرایند اکسیداسیون بر روی پوشش CrAlN ممکن است اتفاق بیوفتند بدین گونه که بطور یکنواخت در کل منطقه سطح پوشش و به صورت تدریجی به سمت زیرلایه پیشرفت می‌کند. بنابراین این رفتار اکسیداسیون یکنواخت پوشش CrAlN با تشکیل آشکار فازهای اکسید بعد از آنیل کردن در ۱۰۰۰ درجه سانتی گراد برای کاهش چشمگیر سختی پوشش‌ها مسئول خواهد بود.[۳۶].

وانگ^۲ و همکاران در سال ۲۰۱۰ ساخت فیلم‌های نانو کامپوزیت CrAlN با سختی و مقاومت سایشی بالا را با هدف استفاده در چرخ دنده مورد بررسی قرار دادند. شکل ۲-۱۰ نشان دهنده چرخ دنده پوشش داده شده با نانو کامپوزیت CrAlN می‌باشد. لذا مشاهده گردید که پوشش‌های نانو کامپوزیت در مقایسه با پوشش‌های CrN دارای سختی قابل توجه و مقاومت به سایش بالاتری هستند و به همین دلیل چنین فیلم‌های نانو کامپوزیتی به عنوان یک لایه با پتانسیل بالا و به عنوان محافظ در نظر گرفته می‌شوند و برای سطوحی همانند چرخ دنده، ابزار برش و شفت‌های مورد استفاده در موتورهای مناسب هستند. فیلم‌های CrN خالص نشان دهنده ساختار ستونی قوی می‌باشد و هیچ گونه تفاوت چشمگیری بعد از آلیاژ

¹ Chim

² Wang

کردن Al دیده نمی شود. با این وجود فیلم های CrAlN دارای اندازه دانه بسیار کوچکتر و ساختار چگال تر در مقایسه با فیلم های CrN رسوب داده شده در شرایط یکسان می باشد. ویژگی های مکانیکی فیلم های CrAlN در مقدار های متفاوت آلومینیوم افزایش می یابد که می توان به وسیله سخت شدن حلال جامد، پیوندهای قوی و پیچیده شیمیایی و ریز ساختارهای نانو کامپوزیت جدید که قدرت مواد را به وسیله اثر قفل کردن نابجایی ها افزایش می دهد توضیح داد چراکه جنبش نابجایی ها وابسته به پیوند شیمیایی است.[۳۷].

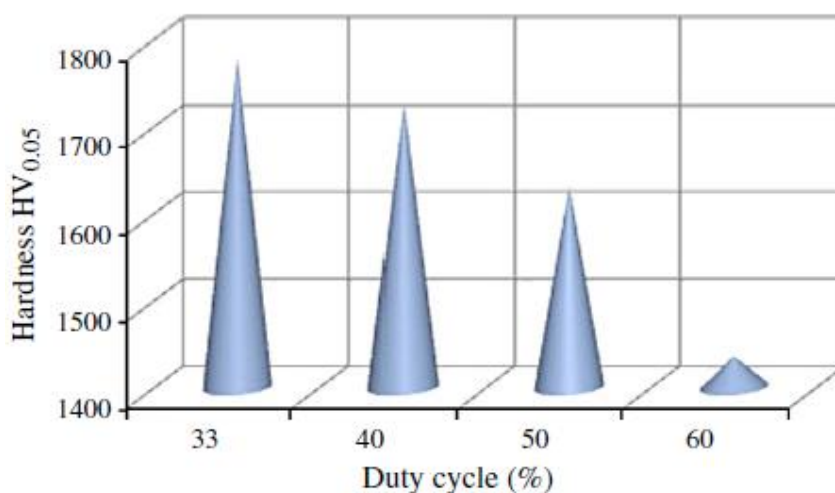


شکل ۱-۲ چرخ دنده پوشش داده شده با نانو کامپوزیت CrAlN[۳۷].

در سال ۲۰۱۱ رئوفی^۱ و همکاران ارتباط بین مشخصات سطح و چرخه کار برای فیلم های نانو ساختار TiN را مورد بررسی قرار دادند و به این نتیجه رسیدند که به کار بردن چرخه کار بالاتر منجر به افزایش زمان پالس طولانی تر می شود. بمباران فیلم های در حال رشد با یون های پرانرژی منجر به اصلاح مورفولوژی سطح و اصلاح اندازه دانه ها می شود. استفاده از فرایند کمکی پلاسما در چرخه کار پایین، ذرات ریزتر، ساختار چگال تر، ضخامت بالاتر و سختی بیشتر را در پوشش ایجاد می کند. سختی پوشش

¹ Raoufi

های TiN با افزایش چرخه کار کاهش می یابد. کاهش سختی می تواند به ۲ علت نسبت داده شود، با گذشت زمان که چرخه کار افزایش یافته، اندازه دانه پوشش های TiN نیز افزایش می یابد همچنین به دلیل افزایش اندازه دانه سختی پوشش ها کاهش می یابد. شکل ۲-۱۱ نشان دهنده تغییرات سختی در چرخه های کار متفاوت است. علاوه بر این در چرخه کار پایین تر مقاومت به خوردگی بهتر به دست آمد. نرخ خوردگی پوشش ها نشأت گرفته از چرخه های کار بالا سریعتر از فیلم های رشد یافته در چرخه های کار پایین است. فیزیک پنهان پشت این مساله می تواند به مورفولوژی پوشش ها نسبت داده شود. [۲۷].

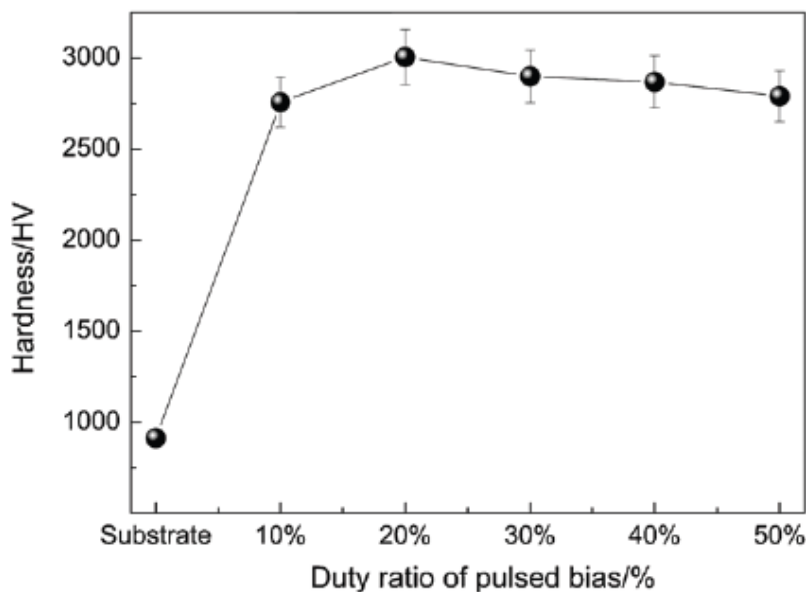


شکل ۲-۱۱ تغییرات سختی در چرخه های کار متفاوت پوشش های TiN [۲۷].

بعلاوه در همین سال وی^۱ و همکاران تأثیرات نرخ چرخه بایاس پالس روی ریزساختار و ویژگی های مکانیکی پوشش های چندلایه TiAlN/TiN را بررسی کردند. نتایج به دست آمده نشان می دهد که افزایش نرخ چرخه بایاس پالس بمباران یونی قدرتمند باعث کاهش درشت ذرات و بهبود مورفولوژی سطح می شود؛ بطوریکه بیشترین سختی در چرخه ۲۰٪ و کمترین زبری سطح در چرخه ۵۰٪ مشاهده

¹ Wei

شد. بنابراین دریافتند که چنین پارامترهایی برای کاربردهای صنعتی در آینده مفید خواهد بود. شکل ۲-۱۲ تغییرات سختی را در نرخ های متفاوت بایاس پالس نشان می دهد. سختی پایین پوشش ها در نرخ چرخه پایین تر بایاس پالس می تواند به دلیل دمای پایین نمونه در طول رسوب گذاری باشد که انرژی یون ها را کاهش داده و منجر به ساختار متخلخل می شود. بعلاوه حضور تعداد زیادی درشت ذرات در نرخ چرخه پایین تر ممکن است منجر به خطا در اندازه گیری های سختی شود. در نرخ چرخه های بالاتر بایاس پالس کاهش نرخ اتمی Al/Ti می تواند و منجر به کاهش سختی شود. با افزایش نرخ چرخه، بمباران یون سبب فقدان (کاهش) محتوای Al در پوشش های چندلایه می شود. تفاوت اندکی در محتوای Al بین آنها وجود دارد که ممکن است به تنوع کم در نرخ چرخه بایاس پالس در طول رسوب گذاری نسبت داده شود [۳۸].

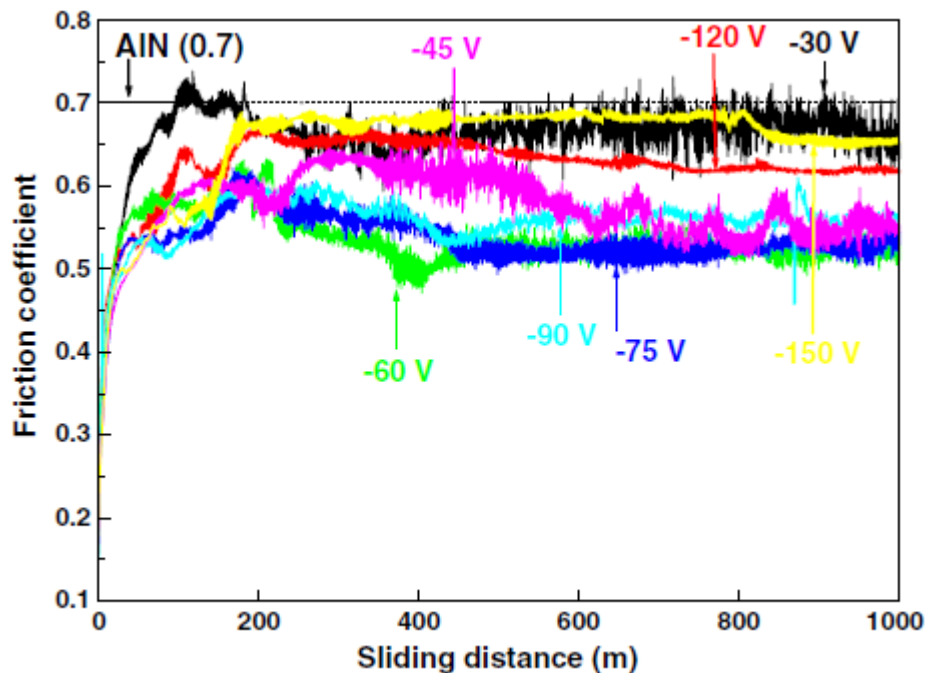


شکل ۲-۱۲ تغییرات سختی در نرخ های متفاوت چرخه بایاس پالس [۳۸].

ویژگی های سایشی و خواص مکانیکی پوشش های $AlSiN$ توسط چانگ^۱ و همکاران در همین سال نشان داد که مکانیزم سخت شدن پوشش شامل تقویت پراکندگی محلول جامد و تقویت مرزدانه است.

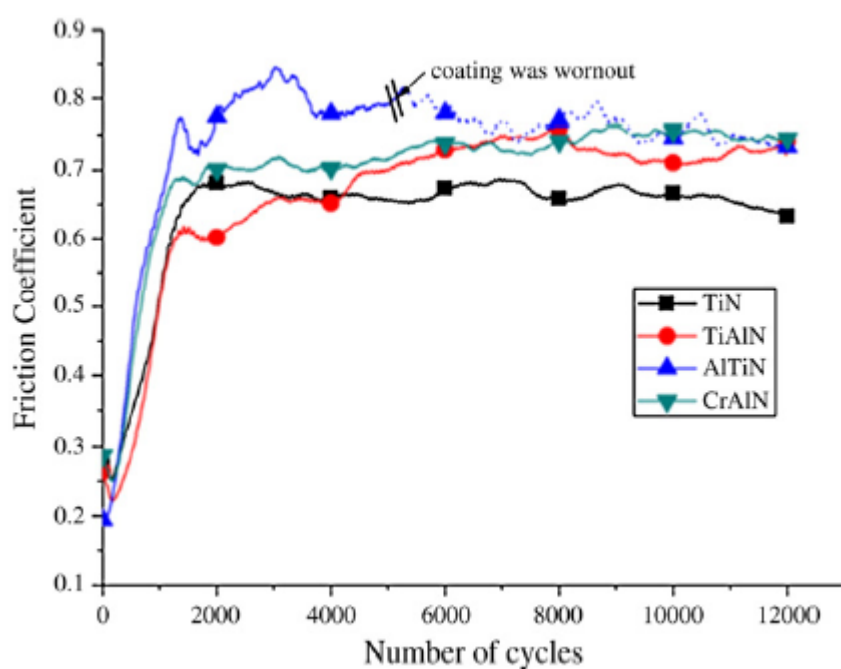
¹ Chang

از طرفی ولتاژ بایاس اعمال شده به زیر لایه تاثیر قوی بر نرخ رسوب پوشش‌های فوق داشته است. بطور کلی اندازه گیری نانو سختی، مدول یانگ، تنش پسماند و اندازه دانه در فیلم‌ها بطور واضح به ولتاژ بایاس وابسته است. با افزایش ولتاژ بایاس زیرلایه، نانوسختی و مدول یانگ افزایش می‌یابد که این امر به دلیل پدیده بمباران یون‌ها می‌باشد. دانه‌های کوچک‌تر در فیلم‌های AlSiN رسوب گذاری شده با سختی بالاتر مطابقت داشت بنابراین افزایش میزان سختی به وسیله اندازه دانه و ترکیبات شیمیایی که می‌توانند به وسیله کنترل ولتاژ را بایاس کنترل شوند تحت سلطه است. منحنی‌های سایش با افزایش ولتاژ بایاس صاف‌تر می‌شوند به دلیل اینکه مقاومت مواد برای شکل‌گیری پلاستیک در طول فرایند سایش افزایش می‌یابد. شکل ۲-۱۳ ضریب اصطکاک پوشش‌های Al-Si-N در بایاس‌های متفاوت را نشان می‌دهد [۳۹].



شکل ۲-۱۳- ضریب اصطکاک پوشش‌های Al-Si-N در بایاس‌های متفاوت [۳۹].

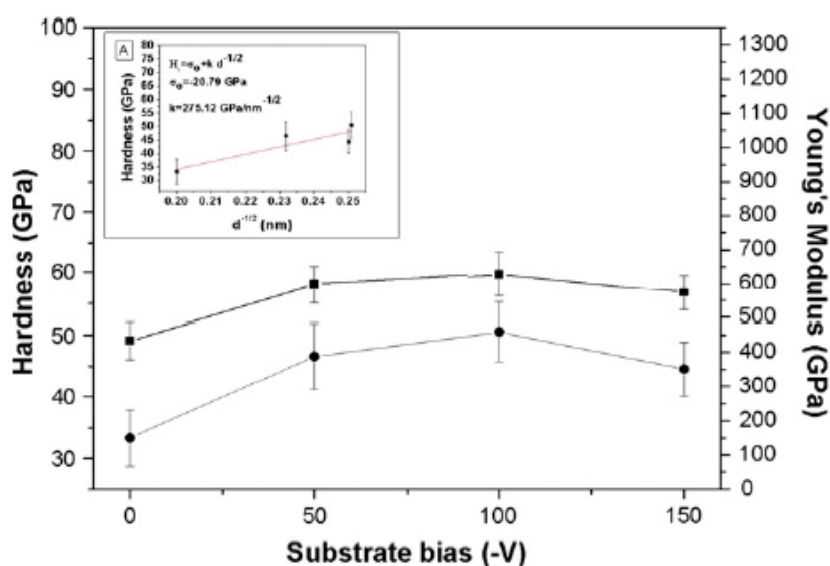
آهایوا^۱ و همکاران در سال ۲۰۱۲ ویژگی‌های سایش و اصطکاک را با استفاده از روش پین بر روی دیسک در سرعت ۱۲۰ m/min روی پوشش‌های CrAlN، TiAlN، AlTiN اعمال شده به روش قوس کاتدی مورد بررسی قرار دادند. مشاهده کردند که محتوای بالای Al در پوشش‌های AlTiN و CrAlN ویژگی‌های ضد سایشی بهتری نسبت به TiN و TiAlN نشان نمی‌دهند. وابستگی ضریب اصطکاک بر روی تعداد چرخه‌ها و تعداد استاندارد ۱۲۰۰۰ ارزیابی شده است. مقایسه ضریب اصطکاک این پوشش‌ها نیز به صورت $AlTiN > CrAlN > TiAlN > TiN$ گزارش شد. بدین ترتیب که مسیر سایش پوشش‌های TiN/TiAlN میکرو ناهموار بودند. در مورد پوشش‌های AlTiN بطور نسبی دارای زمینه خشن با شیارهای بزرگتر می‌باشد. و در این میان CrAlN صاف‌ترین مسیر سایش را در بین ۴ پوشش داشته است. شکل ۲-۱۴ تغییرات ضریب اصطکاک در نمونه‌های مختلف را نشان می‌دهد [۴۰].



شکل ۲-۱۴ تغییرات ضریب اصطکاک در نمونه‌های مختلف [۴۰].

¹ Aihua

لومیلو^۱ و همکاران در سال ۲۰۱۳ تاثیر ولتاژ بایاس روی ویژگی‌های پوشش AlCrN اعمال شده با استفاده از روش قوس کاتدی را بررسی نموده و دریافتند که ولتاژ بایاس تاثیر بسزایی بر ویژگی‌های مکانیکی و تریبولوژیکی دارد. با افزایش ولتاژ بایاس مقدار سختی نیز افزایش می‌یابد و به دنبال آن اندازه دانه کاهش یافته که به خوبی به وسیله رابطه هال پچ قابل توصیف است اثر دیگر سختی در مقدار ولتاژهای بایاس بالا به کارگیری تنش پسماند می‌باشد. همان‌طور که در شکل ۲-۱۵ مشاهده می‌شود، ولتاژ بایاس منفی اجازه می‌دهد حداکثر میزان سختی ۵۰ GPa به دست آید که این مقدار سختی در بایاس ۱۰۰ V- به دست آمد. نتایج ویژگی‌های مکانیکی تاثیر مستقیم بر رفتار تریبولوژیکی دارد و با افزایش ولتاژ بایاس تنش پسماند افزایش یافته و به مقدار ۸/۹۴ GPa- رسیده، اندازه ذرات نیز کاهش پیدا کرده است و به ۱۶ nm رسیده است. نرخ رسوب گذاری در حالت شناور تا ۱۵۰- ولت کاهش می‌یابد این امر مرتبط با پدیده کندوپاش با توجه به انرژی برخورد بالاتر بوده لذا پوشش‌های چگال‌تر تولید می‌شود. [۴۱].

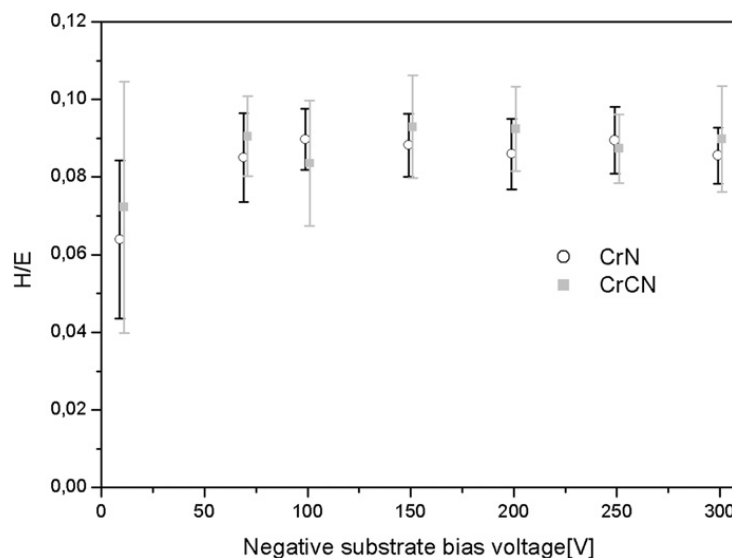


شکل ۲-۱۵- ارزیابی ویژگی‌های مکانیکی فیلم CrAlN در ولتاژهای بایاس متفاوت [۴۱].

¹ Lomello

در همین سال وارچولونیسکی^۱ و همکاران بررسی‌های مشابهی را روی پوشش‌های CrN و CrCN انجام دادند و دریافتند که با افزایش بایاس منفی زیر لایه، ویژگی‌های مکانیکی نیز افزایش می‌یابد این تغییرات در شکل ۲-۱۶ نشان داده شده است. در ولتاژ بایاس‌های پایین زبری سطح هر دو پوشش CrN و CrCN بالاست و با افزایش ولتاژ بایاس این مقدار کاهش می‌یابد. زبری پوشش‌ها در ارتباط با دانسیته درشت ذرات سطح می‌باشد. در پایین‌ترین مقدار ولتاژ بایاس تعداد درشت ذرات بیشترین مقدار است و با افزایش ولتاژ بایاس بطور دائم کاهش می‌یابد. استفاده از ولتاژ بایاس منفی منجر به حذف پیوند ضعیف پوشش‌ها و بهبود سطح پوشش می‌شود. زبری سطح بالا مرتبط با ساختار ستونی پوشش‌های رشد یافته به خصوص ذرات پرانرژی در طول رسوب فیلم شده و افزایش زبری سطح را به دنبال دارد. از آنجاییکه بایاس زیرلایه (انرژی یون‌ها) افزایش می‌یابد تعداد درشت ذرات کاهش یافته و ساختار پوشش فشرده می‌شود. سایر اثرات احتمالی بمباران به وسیله سرعت بالای ذرات سبب می‌شوند که اتم‌ها در پوشش مجبور به ترک محل‌های شبکه‌ای شان و حرکت به سمت موقعیت بین‌نشین یا آرامش یا باز تبلور می‌کند. اول از همه این اثرات سبب افزایش سختی می‌شود و دوم اینکه سبب کاهش سختی می‌شود، این تغییرات نیز مرتبط با تغییرات تنش است. [۴۲].

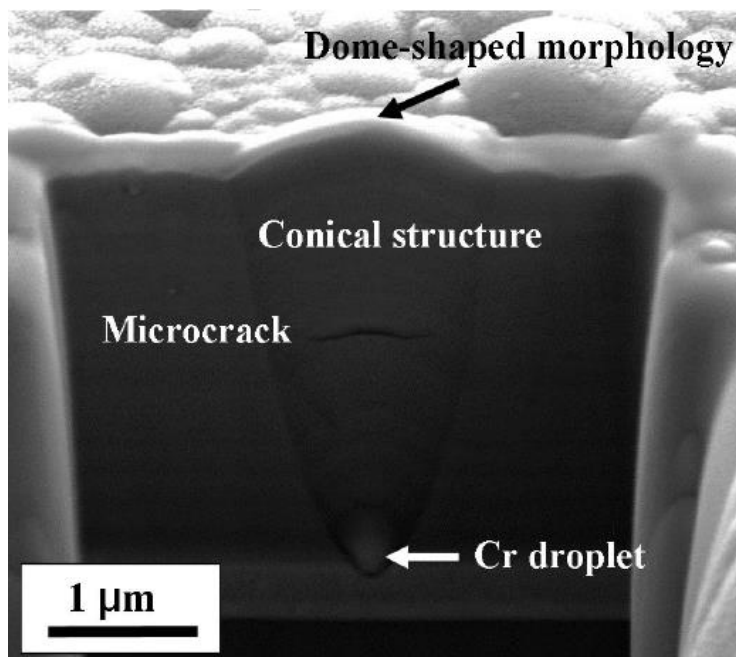
¹ Warcholinski



شکل ۲-۱۶ تغییرات سختی با افزایش ولتاژ بایاس در نمونه های CrN و CrC [۴۲].

هائولیانگ^۱ و همکاران در سال ۲۰۱۵ به بررسی ساختار و ویژگی‌های مکانیکی پوشش‌های شبه الماس رسوب داده شده با روش قوس کاندی پرداختند. همانطور که در شکل ۲-۱۷ مشاهده می شود در ریز ساختار سطح این پوشش‌ها یک ساختار مخروطی ترک‌دار مشاهده گردید که با افزایش ولتاژ بایاس اندازه و شدت این ناحیه مخروطی کاهش یافت. مکانیزم شکل گیری ریز ترک در ساختارهای مخروطی شکل احتمالاً به تنش‌های بالاتر تولید شده در طول فرآیند رسوب نسبت داده می شود. با افزایش ولتاژ بایاس زبری سطح فیلم‌ها کاهش می یابد که این مساله همراه با تغییرات چشمگیر در اندازه و دانسیته مورفولوژی گنبدی شکل می باشد که نشان می دهد تغییرات ولتاژ بایاس بطور قابل توجهی رفتار رشد را تحت تاثیر قرار می دهد به طور کلی انرژی جنبشی یون‌ها در PVD تقریباً در ولتاژ بایاس زیر ۱۰۰۰ ولت یکسان است. از طرفی با توجه به کاهش نواقص سطحی در اثر افزایش ولتاژ بایاس، مقاومت خوردگی این پوشش‌ها در محلول H₂SO₄-0.5M بهبود زیادی از خود نشان داد و بهترین مقاومت خوردگی در ولتاژ بایاس ۴۵۰V گزارش شد [۴۳].

¹ Liang

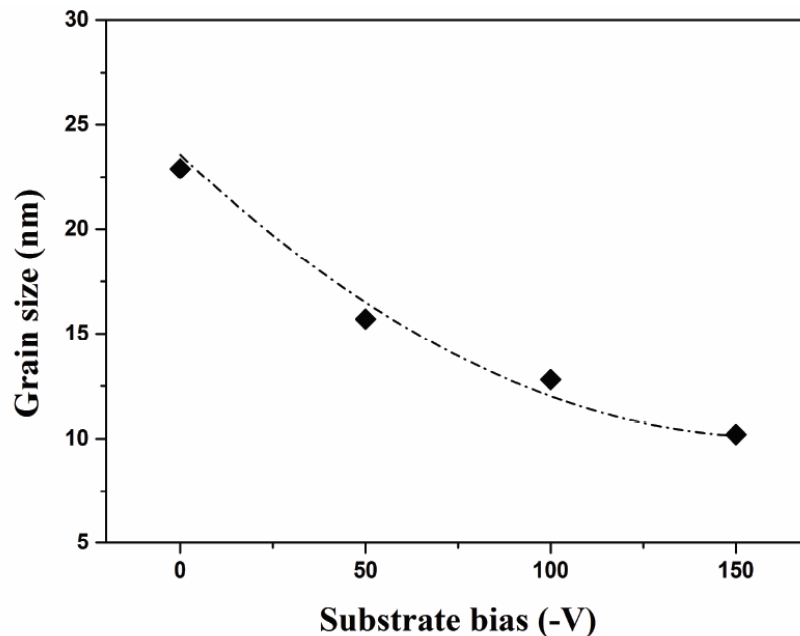


شکل ۲-۱۷ ریز ساختار مخروطی ترک دار پوشش های شبه الماسه [۴۳].

چن^۱ و همکاران نیز در همین سال مشخصات نانو پوشش های چندلایه CrAlN/TiAlSiN اعمال شده به وسیله قوس کاتدی را مورد بررسی قرار دادند. در این تحقیق مشخص شد با افزایش ولتاژ بایاس، نرخ رسوب گذاری این نانو بلورها افزایش یافته و تعداد ذرات کاهش می یابد. شکل ۲-۱۸ نشان دهنده تغییرات اندازه دانه ها با افزایش ولتاژ بایاس می باشد. ولتاژ بایاس زیر لایه و فشار کاری پارامترهای رسوب گذاری چشمگیری هستند که برای تاثیر گذاری انرژی جنبشی یون بکار می روند. عبارتی انرژی جنبشی یون متناسب با ولتاژ بایاس زیر لایه است هنگامیکه فشار کاری و سایر پارامترهای رسوب گذاری ثابت باشند. زمانیکه یون های کند و پاش شده بر روی سطح زیر لایه تاثیر می گذارند یون های بمباران شده در چندین جای خالی تولید خواهد شد. با اضافه کردن ولتاژ بایاس فیلم ها یک ساختار هموزن، چگال تر و صافتر با نقایص کمتر همانند منافذ را خواهیم داشت، چون یون هایی با انرژی جنبشی بالاتر به دست آمده علاوه بر این، سختی این پوشش ها ابتدا با افزایش ولتاژ بایاس به سرعت افزایش یافته و سپس کم کم روند کاهشی از خود

¹ Chen

نشان می‌دهد. پوشش‌های رسوب داده‌شده در ولتاژ بایاس -120 V - نشان‌دهنده پایین‌ترین ضریب اصطکاک هستند [۴۴].



شکل ۲-۱۸- تغییرات اندازه ذرات در بایاس‌های متفاوت پوشش‌های TiN/CrAlN [۴۴].

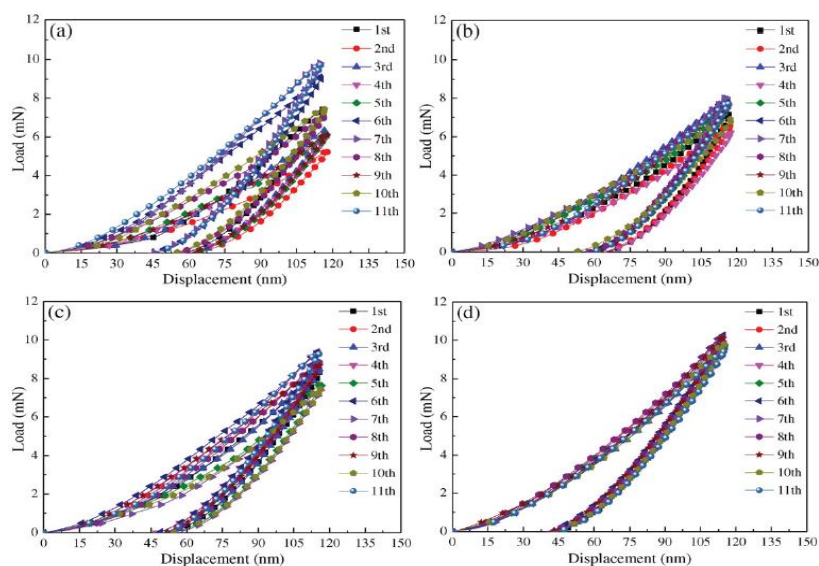
در سال ۲۰۱۶ وانگ^۱ و همکاران با استفاده از آزمون نانو فرورونده و خراش به مطالعه و ارزیابی ویژگی‌های مکانیکی و مقاومت به ترک پوشش‌های CrTiAlN ، CrTiN/CrAlN و CrN پرداختند و نتایج زیر را گزارش نمودند:

- پوشش‌های CrAlN با سختی تقریبی $17/7\text{ GPa}$ دارای بالاترین مقدار سختی در میان پوشش‌های فوق هستند. پوشش‌های CrTiN با سختی $13/9\text{ GPa}$ دارای سختی پایین‌تری نسبت به پوشش‌های CrN با سختی حدود $14/5\text{ GPa}$ هستند که این موضوع به دلیل اثر هال پیچ است.

¹ Wang

- پوشش‌های CrTiAlN قوی‌ترین مقاومت را در برابر ترک‌های شعاعی از خود نشان می‌دهد، درحالی‌که پوشش‌های CrN ضعیف‌ترین تافنس شکست با مقدار ($1/0.6 \text{ MPa } 1/\text{m}^{-1}$) را از خود نشان می‌دهند. از طرفی پوشش‌های سه‌گانه دارای تافنس شکست متوسط حدود $1/\text{m}^{-1} \text{ MPa}$ است.¹

- پوشش‌های چهارگانه نیز پایین‌ترین قدرت چسبندگی را دارا هستند
- شکل ۲-۱۹ منحنی‌های بارگذاری شده در ۱۱ منطقه متفاوت را برای نمونه‌های متفاوت نشان می‌دهد [۴۵].



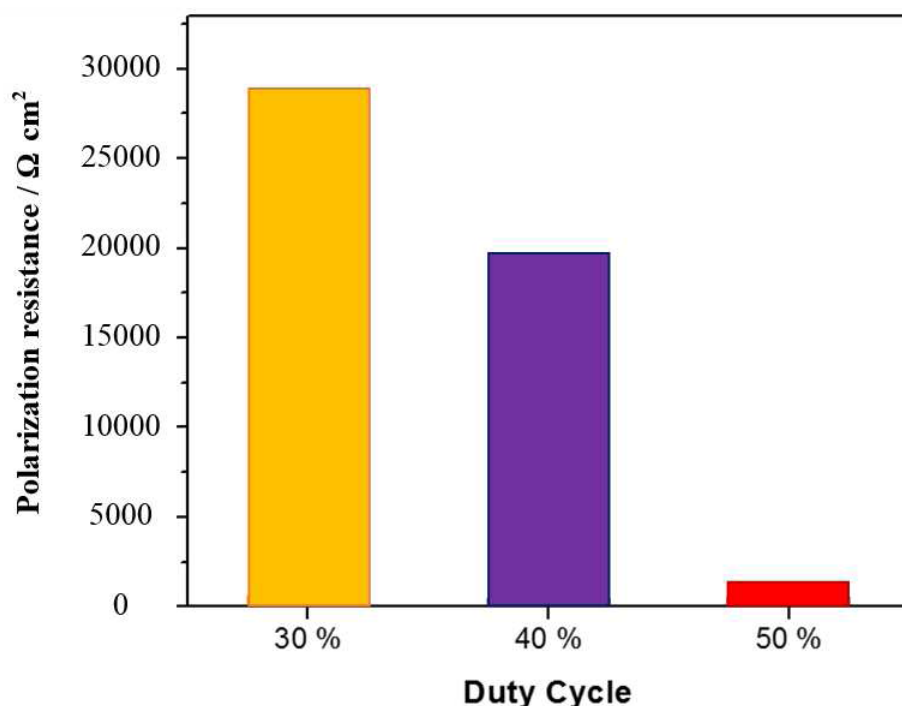
شکل ۲-۱۹ منحنی‌های بارگذاری شده در پوشش‌های (a) CrN (b) CrTiN (c) CrAlN (d) CrTiAlN [۴۵].

در سال ۲۰۱۷ علم‌خواه^۱ و همکاران ارتباط بین چرخه کار و مشخصات سطح پوشش‌های نانو ساختار TiAlN رسوب داده شده به وسیله تکنیک پالس PACVD^۲ را مورد بررسی قرار دادند و دریافتند که چرخه کار نقش مهمی در ساختار بلوره‌ای، مکانیزم هسته گذاری، رشد و همچنین نرخ رسوب‌گذاری ایفا می‌کند به گونه ای که با افزایش چرخه کار چگالی یون‌ها در پلاسما افزایش یافته است. از طرفی با

¹ Elmkhah

² Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition

کاهش چرخه کار احتمال هسته گذاری و رشد بهبود یافته و منجر به پیشرفت نرخ رسوب گذاری می شود. از این رو با کاهش چرخه کار از ۵۰٪ به ۳۰٪ ضخامت پوشش ها افزایش یافته است. حداقل مقدار چگالی جریان خوردگی در پایین ترین چرخه کار ۳۰٪ به دست آمده و همان طور که در شکل ۲-۲۰ نشان داده شده است، این پوشش ها در چرخه کار ۳۰٪ بهترین مقاومت به خوردگی را دارند. با این حال مقاومت به پلاریزاسیون در چرخه کار ۳۰٪ بالاترین مقدار را داشته که به طور کامل با نتایج به دست آمده از منحنی تافل مطابقت دارد. یکی از پارامتر های مهم در اندازه کریستال زمان اختصاص داده شده به هسته گذاری است در چرخه های کار پایین زمان خاموشی بیشتر به دست می آید که افزایش چشمگیری در احتمال هسته گذاری ایجاد می کند بعلاوه افزایش انرژی الکترون در چرخه های کار بالا به دلیل افزایش در شدت بمباران یون است بنابراین می تواند سبب افزایش اندازه دانه پوشش های TiAlN شود. همچنین با افزایش چرخه کار به دلیل افزایش زمان on بودن دانسیته یون در پلاسما افزایش یافته است. از طرفی حجم کریستال های هموزن به وسیله کاهش چرخه کار کاهش می یابد به گونه ای که در چرخه کار ۳۰٪ هیچ کریستال هموزنی در پوشش TiAlN مشاهده نمی شود. ظهور کریستال های هموزن ممکن است به دانسیته بالای یون ها در پلاسمای محیط نسبت داده شود. در زمان on بودن یون های پلاسما تولید شده که در چرخه های کار پایین به حداقل می رسد بنابراین می توان نتیجه گرفت که چگالی یون ها در چرخه های کار پایین کاهش یافته و اندازه کریستال ها کوچکتر و کوچکتر می شود [۴۶].

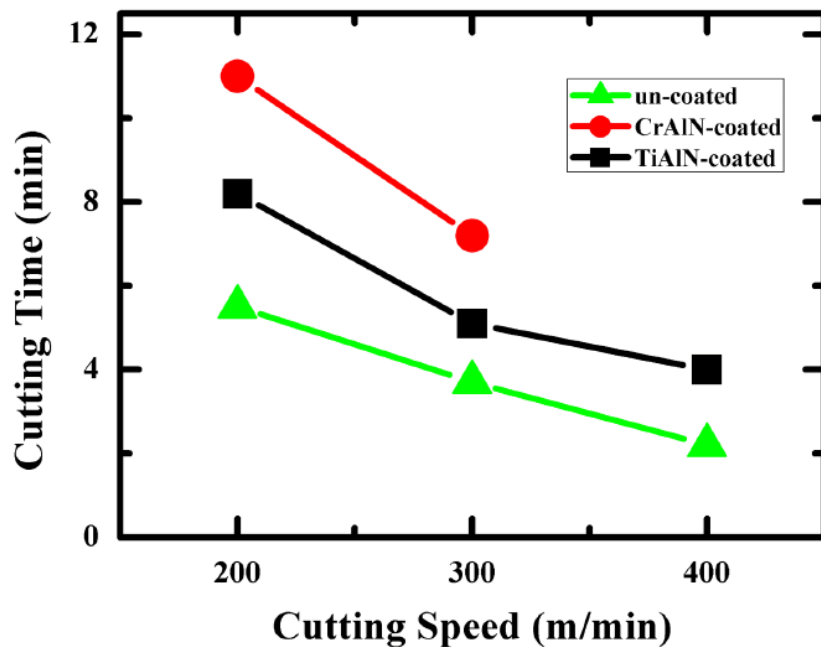


شکل ۲۰-۲ - تاثیر چرخه کار بر روی مقاومت پلاریزاسیون پوشش‌ها در چرخه کارهای متفاوت [۴۶].

در همین سال لئو^۱ و همکاران به بررسی ریزساختار و مکانیزم سایش پوشش‌های CrAlN و TiAlN تولید شده روی زیر لایه Si₃N₄ پرداختند. در پوشش‌های CrAlN ریزساختار چگال تر با اندازه ذرات ریزتر و سختی بالاتر ایجاد گردید و در مقایسه با پوشش‌های TiAlN عمر مفید بیشتری از خود نشان دادند. پوشش‌های CrAlN بسیار چگال و بدون هیچ ترکی بین دانه‌ها می‌باشد. دانه‌های موجود در این پوشش بطور نسبی کوچک هستند و هیچ گونه شکل خاصی در دانه‌ها قابل تشخیص نیست برای پوشش‌های TiAlN دانه‌های کریستالی ستونی مشاهده شده و این دانه‌ها بطور نسبی بزرگ بوده و از زیرلایه به سطح پوشش‌ها ادامه پیدا کردند. سختی CrAlN بیشتر از TiAlN می‌باشد که احتمالاً مربوط به ریز ساختار پوشش‌هاست. علاوه بر آن ساختار چگال پوشش‌های CrAlN با دانه‌های ریز نیز منجر به سختی بالاتر می‌شود. CrAlN پوشش داده شده با کیفیت ماشین‌کاری مشابه نسبت به TiAlN پوشش داده شده برتر است. بطور مستقیم کیفیت ماشین‌کاری ابزار برش را به وسیله ارجاع

¹ Liu

دادن به زبری سطح از قطعه ماشین کاری شده مشخص می شود زبری سطح بالاتر، کیفیت ماشین کاری پایین تر خواهد بود. برش ورقه های TiAlN پوشش داده شده و CrAlN پوشش داده نشده با افزایش سرعت برش افزایش یافته است. این امر احتمالاً به دلیل سرعت برش متفاوت خواهد بود. علاوه با افزایش سرعت برش درجه تغییر برش و تغییر شکل پلاستیک در لایه سطحی که قبلاً ماشینکاری شده کاهش یافته است که منجر به مقدار ماشین کاری بهتر در سرعت های برش بالاتر می شود. شکل ۲-۲۱ تغییرات برش را در نمونه های مختلف نشان می دهد [۴۷].

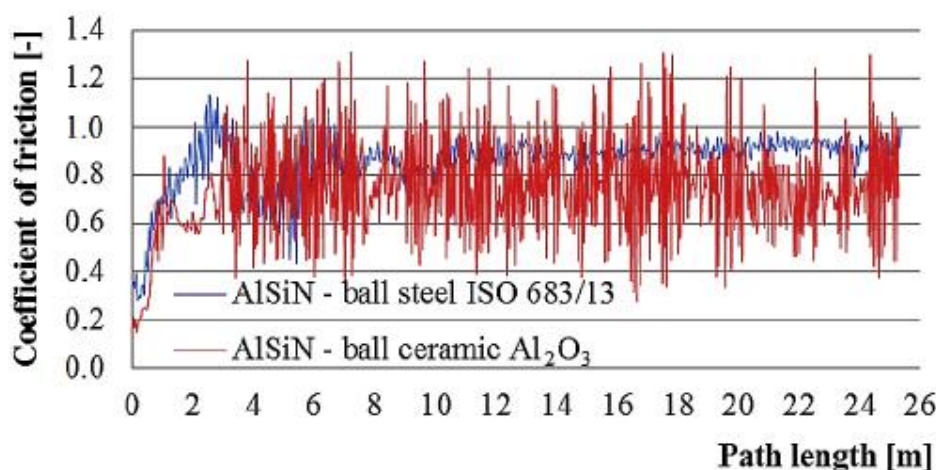


شکل ۲-۲۱ تغییرات سرعت برش بر حسب زمان برش در نمونه های متفاوت [۴۷].

در همین سال نیز پتو^۱ و همکارانش به مطالعه مورفولوژی سطح، ساختار، ویژگی های مکانیکی و تریبولوژیکی پوشش های AlSiN به روش رسوب قوس کاتدی پرداختند و متوجه شدند که این پوشش چسبندگی مناسبی به مواد پایه و ابزار فلزی دارد و دارای ویژگی نانو سختی بالا و سایش مناسب هستند. زمانی که پوشش به منظور استفاده در ابزارهای برشی به کار برده می شود، ضخامت پوشش در تعیین نرخ

¹ Petkov

سایش اهمیت زیادی داشته و بدین گونه این پوشش برای ابزار برش در ماشین کاری و برش قسمت‌های فولادی بسیار مناسب است. شکل ۲-۲۲ ضریب اصطکاک پوشش های AlSiN را نشان می دهد. نانو سختی و ویژگی های سایش بالا در پارامتر های خاص رسوب گذاری شناسایی می شود. این امر در اثر متقابل پوشش با توپ های فولادی جاییکه سایش فولاد خیلی شدید است مشاهده می شود. نرخ سایش و ضریب اصطکاک پوشش با استفاده از توپ سرامیکی آلومینیوم اکسید تعیین می شود به این علت که در این مورد نرخ سایش نمونه کمتر از پوشش است در این پژوهش ضخامت پوشش هیچ اثر چشمگیری بر روی نانو سختی پوشش یا ویژگی های تریبولوژیکی پوشش ندارد با این وجود ضخامت پوشش در تعیین نرخ سایش بسیار مهم است [۴۸].



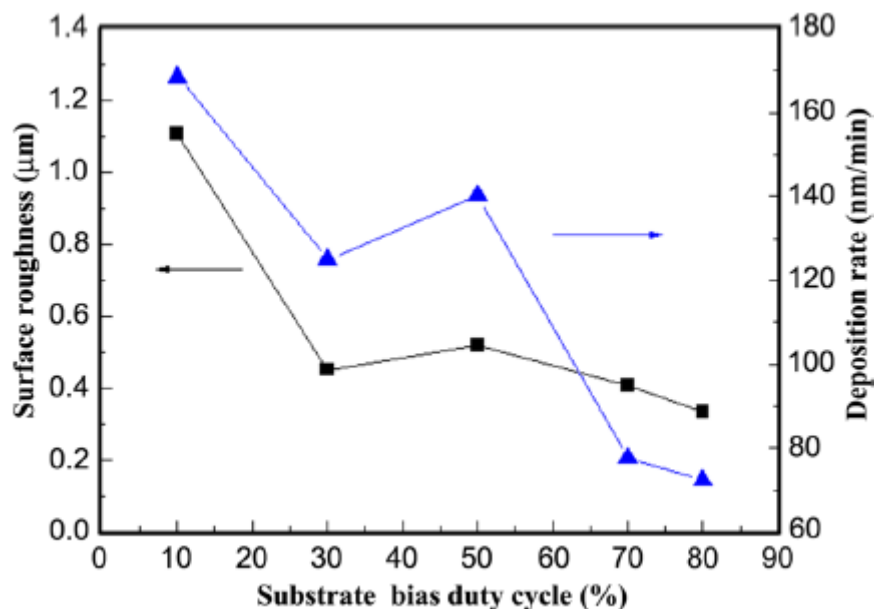
شکل ۲-۲۲- ضریب اصطکاک پوشش های AlSiN [۴۸].

ژائو^۱ نیز در سال ۲۰۱۷ تاثیر چرخه کار را روی ریزساختار و ویژگی های مکانیکی فیلم های Ti-Cu-N که به وسیله قوس الکتریکی میدان مغناطیسی بر روی زیر لایه HSS^۲ رسوب داده شده بود مطالعه کرده و دریافتند که به دلیل افزایش تدریجی بمباران یونی تاثیر re-sputtering بیشتر بوده همانطور که در شکل ۲-۲۳ دیده می شود بدین گونه با افزایش چرخه کار زبری سطح و نرخ رسوب گذاری کاهش

¹ Zhao

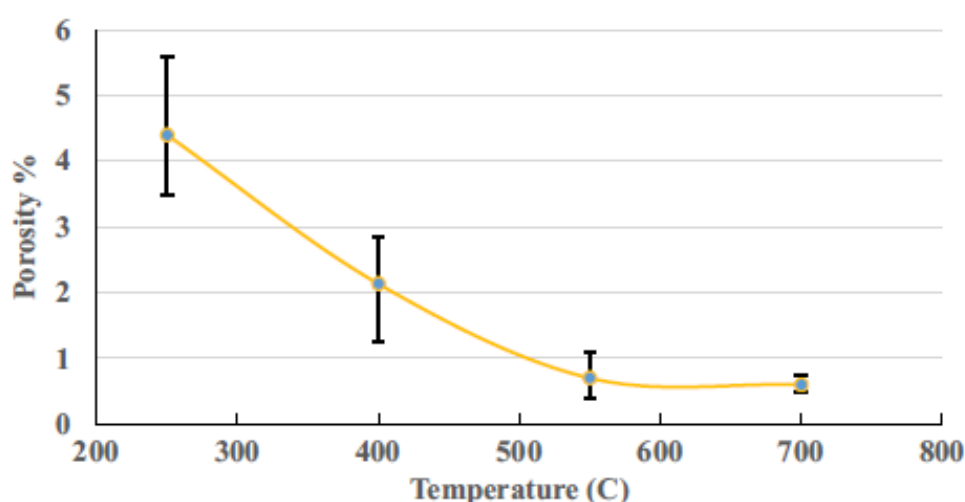
² Hard Stainless Steel

می‌یابد که به درشت ذرات کمتر و حفره های ناشی از کندوپاش بر روی سطح فیلم نسبت داده می شود، کاهش نرخ رسوب گذاری نیز احتمالاً به دلیل افزایش چرخه کار است که می تواند بمباران یونی را بهبود بخشد که خود این امر سبب افزایش شدت کندوپاش در طول رسوب گذاری فیلم می شود. در این تحقیق فیلم با چرخه کار ۵۰٪ نشان‌دهنده ویژگی‌های مکانیکی جامع شامل سختی بالا، تنش پسماند مناسب، چسبندگی بهتر و نرخ سایش کمتر است. چنین فرایند بهینه شده‌ای از چرخه کار می‌تواند برای کاربردهای صنعتی در آینده مناسب باشد. تحقیقات نشان داد که بایاس پالس منفی معمولاً برای تولید یک میدان الکتریکی با حالت پالس (نه حالت مستقیم) استفاده می شود و می تواند انرژی و مقدار پلاسما رسیده به زیرلایه را افزایش دهد. زمانی که پالس در حالت on است یک غلاف پلاسما تولید می شود و همه ی یون های باردار مثبت که وارد غلاف پالس شده اند به منظور دست یابی به انرژی بیشتر شتاب خواهند گرفت. چرخه کار یک نسبتی از مدت پالس جهت کامل کردن دوره چرخه است. هرچه چرخه کار بزرگتر باشد مقدار بیشتری از پلاسما شتاب خواهد گرفت و بطور همزمان انرژی متوسط بالاتری از پلاسما به زیرلایه خواهد رسید [۴۹].



شکل ۲-۲۳ تغییرات زبری سطح و نرخ رسوب گذاری در فیلم های Ti-Cu-N [49].

در سال ۲۰۱۸ خاکزادیان^۱ و همکاران تاثیر دمای زیر لایه روی ویژگی‌های ریزساختار پوشش‌های NiCrAl در رسوب قوس کاتدی را بررسی کرده و دریافتند که افزایش دمای زیر لایه سبب کاهش حجم تخلخل در پوشش‌ها می‌شود. شکل ۲-۲۴ تغییرات تخلخل در دماهای مختلف را نشان می‌دهد. زمانی که فشار Ar در طول رسوب‌گذاری 2Pa و دمای زیر لایه 250°C باشد رشد ترجیحی در فاز α -Cr مرتبط با صفحه (۲۰۰) است. آنها دریافتند که در طول رسوب‌گذاری و فرایند تمیزکاری یون در صورتی که دمای زیر لایه کم باشد گازهای بمباران شده همانند آرگون می‌توانند به سطح زیر لایه ملحق شده و منجر به شکل‌گیری نقایص در پوشش و همچنین کاهش چسبندگی پوشش به زیر لایه شود. بدین منظور با افزایش دمای زیر لایه به 300°C درجه سانتی‌گراد و بالاتر گاز آرگون به سطح زیر لایه ملحق نشده و جدایش در قسمت فصل مشترک پوشش و زیر لایه از بین می‌رود. یکی دیگر از اثرات دمای زیر لایه بر روی ویژگی‌های پوشش، تغییر دادن درجه تبلور پوشش است. با افزایش دمای زیر لایه نقایص در پوشش کاهش یافته و به موجب آن درجه تبلور افزایش می‌یابد. بعلاوه با افزایش دمای زیر لایه تحرک نمونه‌های هم‌چگال بر روی سطح زیر لایه افزایش می‌یابد همچنین از جذب اتم‌های گازی روی زیر لایه جلوگیری می‌کند بدین وسیله نقص در پوشش را کاهش می‌دهد [۵۰].



شکل ۲-۲۴ تغییرات تخلخل در دماهای متفاوت زیر لایه [۵۰].

¹ Khakzadian

هدف از انجام این پروژه اعمال پوشش CrAlN به روش تبخیر قوس کاتدی روی زیر لایه فولاد زنگ نزن به منظور کاهش مقدار و اندازه درشت ذرات بوده است که سبب کاهش زبری سطح از ۰/۶ میکرومتر به ۰/۴ میکرومتر می شود علاوه بر آن سرعت لایه نشانی نیز افزایش داده شود. لذا جهت رسیدن به اهداف مورد نظر از دو پارامتر چرخه کار و ولتاژ بایاس در دو مرحله به طور کاملاً مجزا استفاده گردید؛ بدین گونه که در مرحله اول پس از بررسی مقدار چرخه کار و یافتن مقدار بهینه، از آن در مرحله دوم استفاده کرده تا مقدار بایاس بهینه نیز تعیین شود.

فصل ۳

مواد و روش تحقیق

۳ مواد و روش تحقیق

این فصل تجهیزات به کاررفته در این تحقیق، روش انجام آزمایش‌ها، پارامترهای پوشش دهی، آنالیز و بررسی خواص تریبولوژیکی، مکانیکی و خوردگی پوشش‌ها مورد بحث قرار می‌گیرد. بنابراین در ابتدا مراحل مورد نیاز برای آماده‌سازی نمونه‌ها معرفی می‌شود، سپس پارامترهای پوشش دهی لایه فلزی CrAlN توسط فرایند تبخیر قوس کاتدی تشریح می‌گردد. در پایان بعد از توضیح کلی در مورد روش انجام پوشش، روش‌های بررسی و شناسایی خواص پوشش‌ها معرفی می‌شوند.

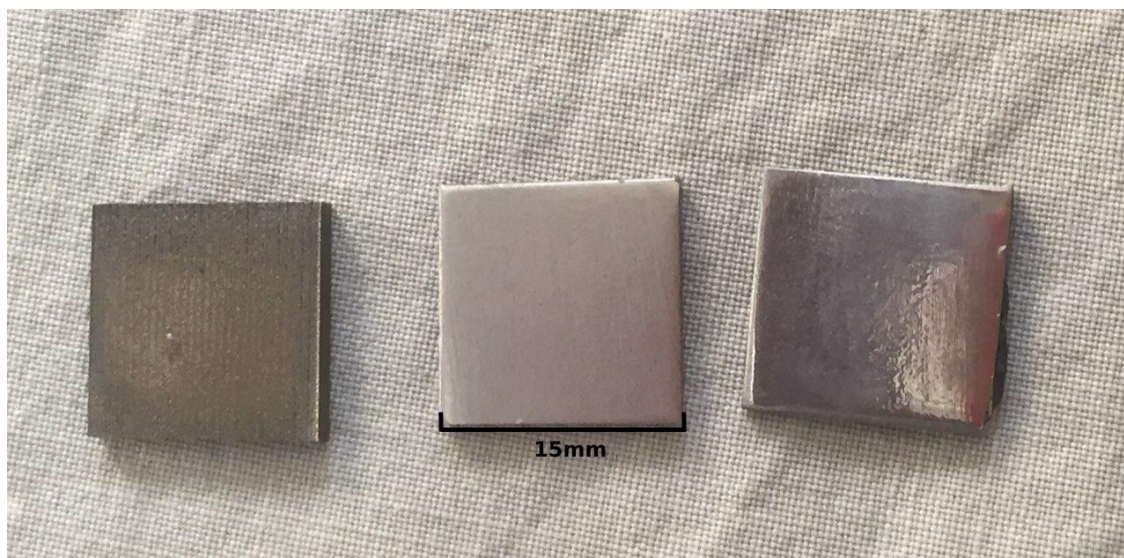
۳-۱- مواد اولیه و تجهیزات مورد استفاده برای اعمال پوشش

۳-۱-۱- زیر لایه

در این تحقیق نمونه‌های مربعی شکل با قطر ۱۵ mm و ضخامت ۳ mm از جنس فولاد زنگ نزن ۴۲۰ به عنوان زیر لایه مورد استفاده قرار گرفت. جدول ۳-۱ آنالیز کوانتومتری زیر لایه را نشان می‌دهد. تصویر نمونه قبل از پوشش دهی در شکل ۳-۱ قابل مشاهده است.

جدول ۳-۱: آنالیز کوانتومتری زیر لایه

نام عنصر	درصد وزنی	درصد اتمی
Cr	۱۱/۲۵	۱۲/۰۱
Fe	۸۵/۲۳	۸۵/۱۴
Ni	۳/۰۲	۲/۸۵



شکل ۳-۱- نمونه‌های آماده‌شده قبل از پوشش دهی.

۳-۱-۲- تجهیزات مورد استفاده در این آزمایش

دستگاه وایرکات جهت برش نمونه‌ها واقع در دانشگاه تربیت مدرس

دستگاه سند پلاست واقع در سازمان پژوهش‌های علمی صنعتی ایران

دستگاه پوشش دهی Cathodic Arc Evaporation واقع در سازمان پژوهش‌های علمی صنعتی ایران

دستگاه آزمون سایش واقع در دانشگاه صنعتی شاهرود

دستگاه آزمون نانو فرورونده واقع در دانشگاه صنعتی شاهرود

دستگاه آزمون خوردگی شرکت Ivium (مدل Vertex. One) واقع در دانشگاه صنعتی شاهرود

دستگاه آزمون SEM واقع در پژوهشگاه متالورژی رازی مدل (MIRA3, TESCA) ساخت کشور

جمهوری چک

دستگاه آزمون XRD واقع در دانشگاه صنعتی شریف مدل (Rigaku.ultimaiv)

دستگاه پروفیلومتر واقع در سازمان پژوهش های علمی صنعتی ایران مدل (TR200) ساخت کشور

انگلستان

۳-۲- اعمال پوشش فلزی

پس از آماده سازی سطح نمونه ها توسط سمباده و پولیش، به منظور صاف نمودن سطح در اثر برش با وایر کات، نمونه ها سند بلاست شدند. شکل ۳-۱ نمونه های سند بلاست شده را نشان می دهد. بعد از آن نمونه ها به مدت ۱۵ دقیقه در محلول استون باقی مانده و در نهایت نمونه ها جهت فرآیند پوشش دهی آماده شدند. پوشش فلزی CrAIN مطابق با پارامترهای مؤثر در فرآیند قوس کاتدی که شامل پارامترهای بهینه شده از جمله (جریان، ولتاژ تارگت، زمان رسوب گذاری، دمای رسوب گذاری، فرکانس، ولتاژ قوس، نسبت گاز آرگون به نیتروژن) است، در شرکت سخت آرا توسط دستگاه پوشش دهی Arc CA601 Cathode Deposition ساخت شرکت یار نیکان بر روی فولاد زنگ نزن ۴۲۰ اعمال گردید. در حین فرایند به منظور بهبود چسبندگی پوشش CrAIN، ابتدا یک لایه پوشش کروم روی زیر لایه اعمال گردید. در ادامه با استفاده از دو تارگت Cr و CrAl و همچنین وارد کردن گازهای Ar و N₂ به درون محفظه پوشش CrAIN با تغییر استوکیومتری به صورت چند لایه روی پوشش کروم اعمال گردید. ترکیب شیمیایی تارگت های مورد استفاده به همراه پارامترهای فرایند پوشش دهی در جدول شماره ۳-۲ ارائه شده است.

فرایند پوشش دهی در دو مرحله انجام گرفت؛ بدین ترتیب که در مرحله اول جهت بهینه کردن مقدار چرخه کار در ولتاژ بایاس ثابت، فرایند پوشش دهی در چرخه های کار متفاوت انجام گرفت. پس از بهینه کردن مقدار چرخه کار تغییرات ولتاژ بایاس روی خواص مورد نظر نیز می بایست بررسی می شد. به همین دلیل مرحله دوم پوشش دهی با استفاده از مقدار بهینه چرخه کار و همچنین به کار بردن ولتاژ بایاس در سه مقدار متفاوت (۵۰-۱۰۰-۱۵۰) ولت صورت گرفت.

جدول ۳-۲: پارامترهای فرایند پوشش دهی CrAlN با استفاده از تکنیک رسوب قوس کاتدی.

Al ₃₀ Cr ₇₀	ترکیبات تارگت ها
Cr	
۱۳۰ - ۱۰۰ A	جریان تارگت
۱۰۰ V	ولتاژ تارگت
۹۰ min	زمان رسوب گذاری
۲۵۰°C	دمای رسوب گذاری
۱۰ kHz	فرکانس
۱ : ۴	Ar/N ₂
۱۰ ^{-۳} torr	فشار کاری
۸۰ V	ولتاژ قوس

۳-۳- ارزیابی خواص پوشش

به منظور ارزیابی و بررسی رفتار و خواص پوشش ها از تکنیک های آزمون میکروسکوپ الکترونی روبشی (FESEM) مجهز به EDAX، پراش اشعه ایکس (XRD)، آزمون امپدانس الکتروشیمیایی (EIS)^۱، آزمون خواص مکانیکی (Nano indentation)^۲، و آزمون زبری سطح استفاده گردید. در ادامه روش آماده سازی نمونه ها به همراه توضیحات ارائه شده مربوط به هریک از تکنیک های آنالیز استفاده شده در این تحقیق مورد بررسی قرار می گیرند.

¹ Electrochemical impedance spectroscopy

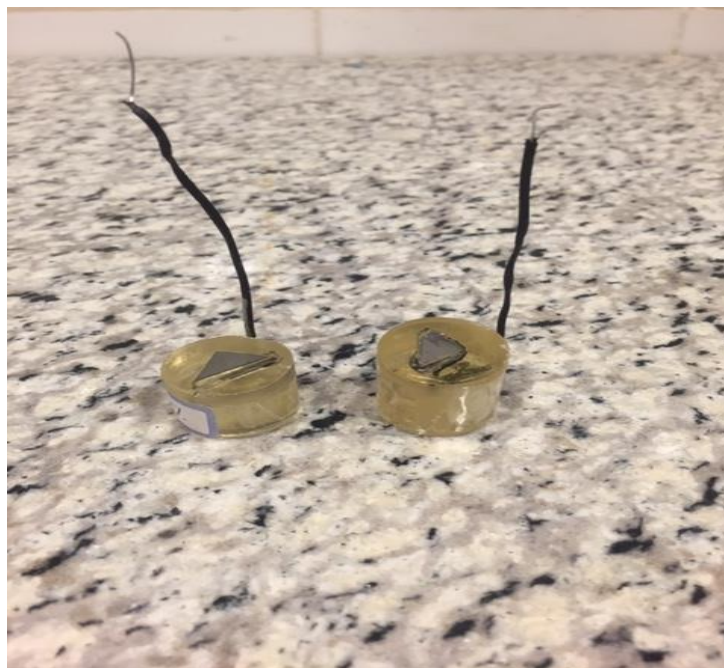
² Nano indentation

۳-۳-۱- متالوگرافی نمونه‌ها

پس از پوشش دهی به منظور بررسی سطح مقطع، نمونه‌ها با استفاده از کاتر مخصوص سرامیک C-BN با سرعت ۲۰۰۰ دور بر دقیقه برش داده شدند تا کمترین آسیب به پوشش‌ها وارد شود. برای بررسی‌های SEM، نمونه‌ها باید دارای سطحی صاف و صیقلی باشند و به‌صورت ثابت در زیر میکروسکوپ قرار بگیرند. بنابراین نمونه‌های برش داده‌شده با ارتفاع زیاد مانت سرد شدند. در ادامه نمونه‌ها با کاغذ سمباده با مش‌های ۸۰ تا ۳۰۰۰ پرداخت شدند. درنهایت به منظور از بین بردن خراش‌های ناشی از سمباده زنی نمونه با استفاده از نمد پولیش و خمیر الماس پولیش زده شدند.

۳-۳-۲- آزمون امپدانس الکتروشیمیایی (EIS)

برای بررسی‌های آزمون EIS نیاز به برقراری اتصال بین الکتروود و نمونه است. از آنجاییکه جهت انجام آزمون فقط سطح پوشش داده شده باید مورد آزمایش قرار گیرد و در حین آزمون محلول به سایر سطوح نمونه نرسد بدین منظور نمونه‌ها مانت شدند. جهت بررسی آزمون EIS به صورتی مانت را در قالب می‌ریزیم که ماده مانت به سطح پوشش نرسد و صرفاً اتصال از پشت نمونه برقرار باشد. آزمون EIS با اعمال ولتاژ ۱۰ mV و در محدوده فرکانسی ۱۰۰ kHz تا ۱۰ MHz روی نمونه‌ها انجام گرفت. شکل ۳-۳ نمونه مانت شده را نمایش می‌دهد.

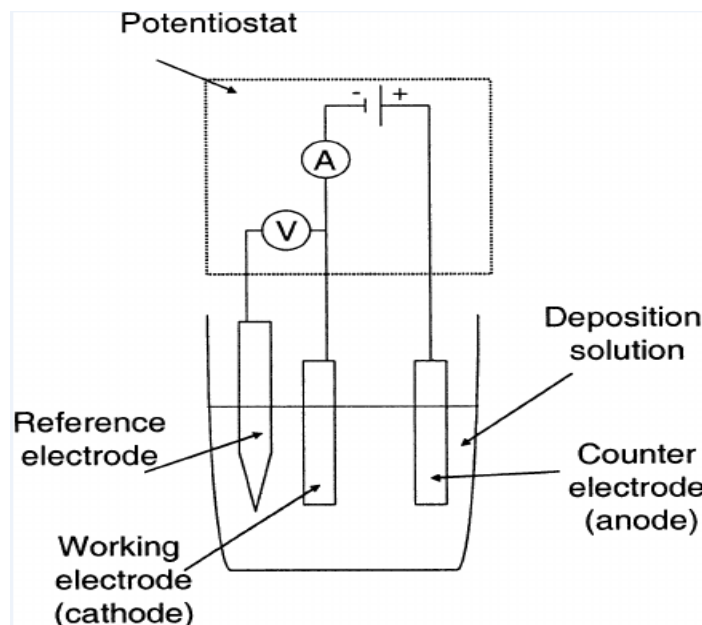


شکل ۳-۲- نمونه‌های مانع شده جهت آزمون خوردگی.

۳-۳-۳- آزمون پلاریزاسیون

جهت انجام این آزمون از دستگاه و نرم‌افزار شرکت Ivium (مدل Vertex.one) استفاده شد. برای انجام این آزمون، در هر دو مرحله محلول مورد استفاده در آزمون خوردگی با ترکیب NaCl، ۳ درصد وزنی ساخته شد. سپس در مرحله اول نمونه‌ها با درصدهای مختلف چرخه کار (۰.۲٪، ۰.۴٪، ۰.۶٪ و ۰.۸٪) برای انجام آزمون انتخاب گردیدند. در مرحله دوم نیز نمونه‌ها با مقادیرهای متفاوت ولتاژ بایاس (۵۰-، ۱۰۰-، ۱۵۰-) ولت برای انجام آزمون انتخاب شدند. این نمونه‌ها حداقل ۳ ساعت قبل از انجام آزمون برای ثابت شدن عدد OCP^۱، به صورت مجزا درون محلول قرار گرفتند. در این تست، نمونه به عنوان الکتروودکار، الکتروودپلاتین به عنوان الکتروود کمکی و از الکتروود کالومل جهت اندازه‌گیری پتانسیل استفاده شد. در شکل ۳-۲ دستگاه و نحوه اتصالات صحیح قابل مشاهده است. آزمون پلاریزاسیون با سرعت اسکن ۱ mv/s و در محدوده $\pm 1/5V$ اطراف عدد OCP انجام گردید.

¹ Open Circuit Potentiometry



شکل ۳-۳- شماتیک سل خوردگی.

۳-۳-۴- آزمون میکروسکوپ الکترونی روبشی (FESEM)

به منظور بررسی و تحلیل دقیق ریزساختار، مورفولوژی سطح و آنالیز شیمیایی از میکروسکوپ الکترونی واقع در موسسه متالورژی رازی (مدل MIRA3، TESCA) ساخت کشور جمهوری چک استفاده گردید. این میکروسکوپ با آشکارساز الکترون‌های برگشتی و مجهز به سیستم آنالیزی EDS مناسب برای بررسی‌های سطح مقطع و آنالیز فازی در بزرگنمایی‌های بالا است.

۳-۳-۵- آزمون پراش اشعه ایکس (XRD)

شناسایی فازهای تشکیل شده در حین فرایند پوشش دهی با استفاده از دستگاه پراش اشعه ایکس مدل (Rigaku ultima iv) واقع در دانشگاه صنعتی شریف انجام شد. آزمون با استفاده از تابش $\text{CuK}\alpha$ با طیف ثبت شده در محدوده 20° تا 80° و با گام 0.02° انجام شد. شناسایی فازهای بلورین با استفاده از نرم افزار X-pert انجام گرفت.

۳-۳-۶-آزمون نانوفروروندگی

به منظور اندازه گیری مدول یانگ و نانو سختی لایه های پوشش داده شده آزمون نانو فروروندگی روی نمونه ها انجام شد. برای انجام این آزمون از دستگاه نانو فرورونده مدل NHT³ ساخت شرکت Anton Paar استفاده شده ابتدا سطح نمونه موردنظر جهت حذف میکرو ذرات پولیش گردید. به منظور دستیابی به دقت بالاتر در نتایج به دست آمده و بررسی پراکندگی داده ها، در نقاط مختلفی از سطح نمونه این آزمون انجام شد. بار اعمالی در محدوده ۵ mN تا ۱۰ mN برای اندازه گیری سختی و مدول الاستیک به سطح پوشش اعمال گردید و منحنی نیرو بر حسب جابجایی رسم گردید. در شکل ۳-۴ تصویر دستگاه نانو فرورونده مورد استفاده در این تحقیق نشان داده شده است.



شکل ۳-۴- دستگاه نانو فروروندگی.

۳-۳-۷-آزمون زبری سطح

به منظور ارزیابی میزان زبری سطح پوشش های ایجاد شده در هر مرحله، از دستگاه پروفیلومتر (مدل TR200) شکل (۳-۵) ساخت کشور انگلستان واقع در سازمان پژوهش های علمی صنعتی ایران استفاده شد. بدین منظور میزان زبری سطح هریک از نمونه ها پس از پوشش دهی در چرخه کار و ولتاژ بایاس متفاوت، توسط دستگاه اندازه گیری شد.



شکل ۳-۵- دستگاه پروفیلومتر.

فصل چہارم

بحث و نتائج

۴ نتایج و بحث

در این فصل ابتدا نتایج به دست آمده در مورد تولید پوشش‌ها در مرحله اول (ثابت بودن ولتاژ بایاس و متغیر بودن چرخه کار) و سپس در مرحله دوم (مقدار بهینه چرخه کار به دست آمده از مرحله اول و متغیر بودن ولتاژ بایاس) و در نهایت ارتباط و جمع‌بندی هر یک بیان می‌گردد.

۴-۱- مرحله اول: نتایج مربوط به مرحله تغییر چرخه کار

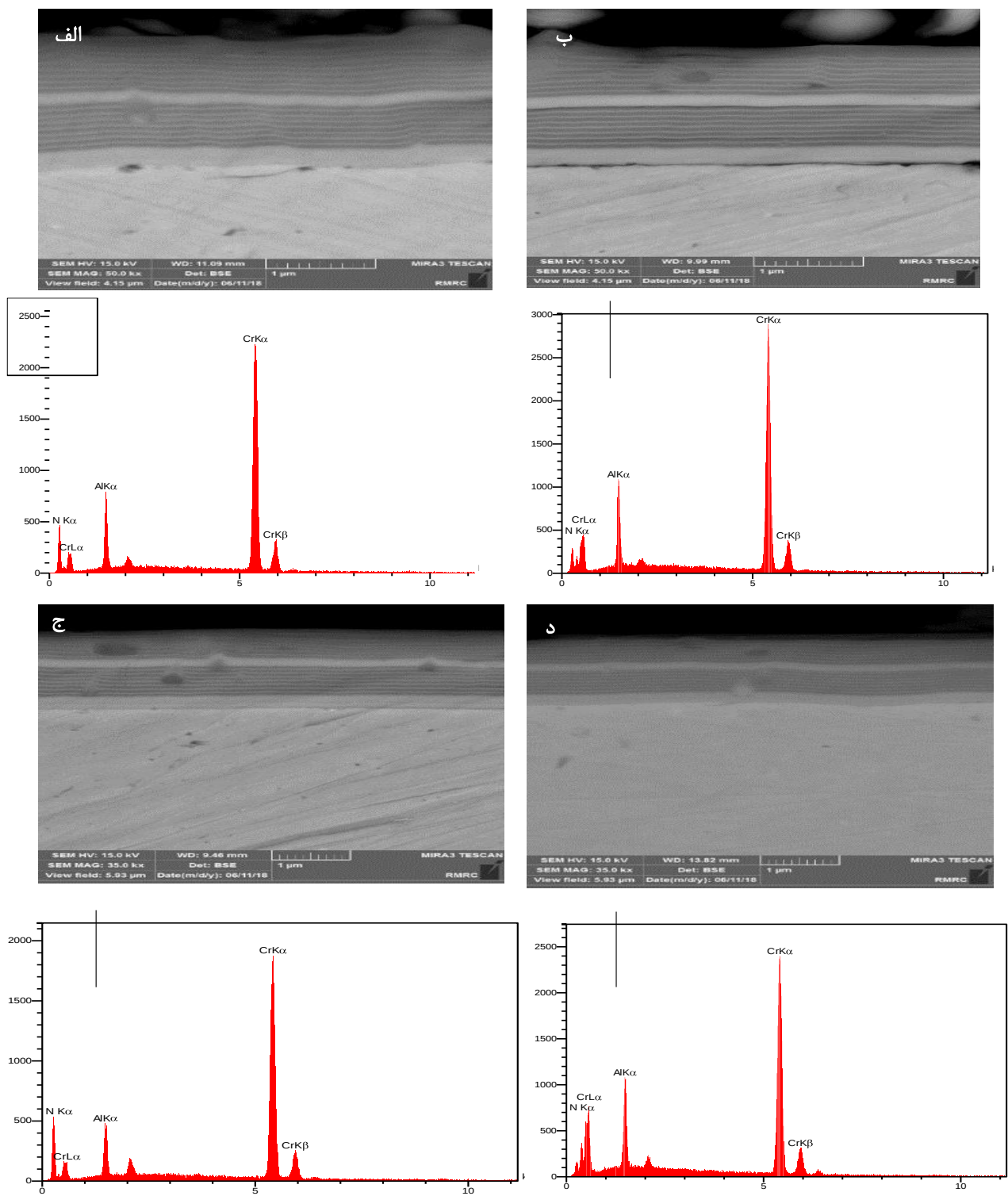
۴-۱-۱- بررسی ریزساختار سطح مقطع پوشش‌های CrAlN

شکل ۴-۱ ریزساختار سطح مقطع پوشش‌های اعمال شده روی زیر لایه فولاد زنگ نزن را در چرخه‌های کار متفاوت نشان می‌دهد. به منظور بهبود چسبندگی پوشش و زیر لایه، یک لایه کروم روی زیر لایه اعمال گردید که در سطح مقطع به رنگ روشن قابل تشخیص است. در ادامه پوشش چندلایه CrAlN/CrN با تغییر تارگت به صورت متناوب، در حین فرایند پوشش دهی روی لایه کروم ایجاد گردید. در سطح مقطع پوشش، لایه CrN و CrAlN به ترتیب به رنگ روشن و تیره روئیت می‌شوند. ساختارهای چندلایه CrAlN و CrN به وسیله قوس متناوب با دو تارگت متفاوت (Cr و کامپوزیت AlCr) شکل گرفته‌اند. وجود اتم‌های بیشتر کروم در لایه CrN نسبت به CrAlN، منجر به تولید الکترون‌های متقارن بیشتری شده و این لایه به رنگ روشن دیده می‌شود. این نوع ساختار در پوشش‌ها منجر به کاهش تنش‌های داخلی ناشی از رشد لایه و مقاومت بهتر در برابر خوردگی خواهد شد. وی^۱ و همکارانش نیز به چنین نتیجه مشابهی در رابطه با TiN و TiAlN دست یافته‌اند [۳۸]. بررسی ریزساختار سطح مقطع پوشش در روند افزایشی چرخه کار نشان می‌دهد که نقص‌های قابل توجه (به عنوان مثال حفره، ترک و ...) در پوشش‌ها وجود ندارد و به نظر می‌رسد چسبندگی مناسبی بین زیر لایه و پوشش

¹ Wei

و بین سایر لایه‌ها ایجاد گردیده است. تغییرات ضخامت پوشش‌های اعمال شده در چرخه‌های کار متفاوت در جدول شماره ۱ بیان شده است. در چرخه کار ۲۰٪ و ۸۰٪ ضخامت فیلم‌ها به ترتیب $2/07 \mu\text{m}$ و $56/1 \mu\text{m}$ هستند. با توجه به این که زمان رسوب‌گذاری برای همه نمونه‌ها ۹۰ دقیقه در نظر گرفته شد، نرخ رسوب‌گذاری برای چرخه‌های متفاوت بر مبنای ضخامت پوشش‌ها نیز محاسبه گردید. زمان رسوب‌گذاری از $1/38 \mu\text{m}$ برای چرخه کار ۲۰٪ به $1/23 \mu\text{m}$ در چرخه کار ۸۰٪ افت کرد. چرخه کار یکی از پارامترهای ضروری به منظور تغییر مشخصات پلازما در سیستم‌های ^۱CAD است. درصد چرخه کار، نرخ زمان روشن بودن به کل بازه زمانی (زمان روشن + زمان خاموش) و ولتاژ بایاس است (رابطه ۱-۱). رسوب‌گذاری و هسته‌گذاری از فاز بخار، بیشتر در زمان خاموش بودن اتفاق می‌افتد. اگر چه در چرخه کار بالاتر، زیر لایه می‌تواند یون‌های فلزی بیشتری را جذب کند، اما سطح بمباران طولانی‌تری را توسط یون‌های مثبت تجربه خواهد کرد که این موضوع منجر به کند و پاش مجدد لایه رسوب‌کرده روی سطح و کاهش سرعت لایه نشانی خواهد شد. علاوه بر این افزایش چرخه کار باعث کاهش زمان خاموشی چرخه کار (off time) شده که این عامل نیز نقش زیادی در کاهش سرعت هسته‌گذاری پوشش و کاهش نرخ رشد خواهد داشت. شنگ ژائو و همکاران نیز بر روی ویژگی‌های مکانیکی و ریز ساختار پوشش‌های Ti-Cu-N تحقیق کردند و دریافتند که چرخه کار بایاس پالس به صورت کاملاً واضح بر روی ترکیبات و ریزساختار این فیلم‌های تاثیر می‌گذارد. به گونه‌ای که با افزایش تدریجی بمباران یونی، پدیده کندوپاش بیشتر افزایش یافته است بنابراین زبری سطح و نرخ رسوب‌گذاری کاهش می‌یابد [۴۹].

¹ Cathodic Arc Deposition



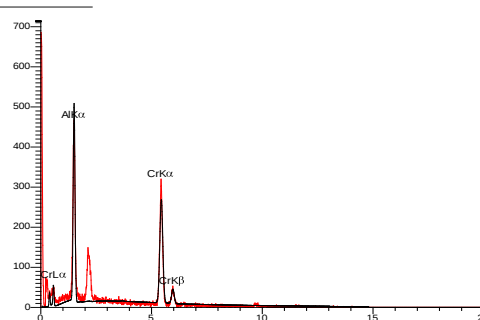
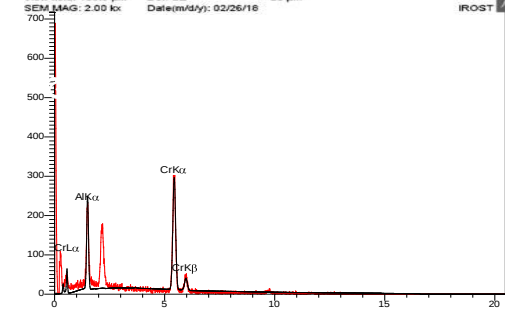
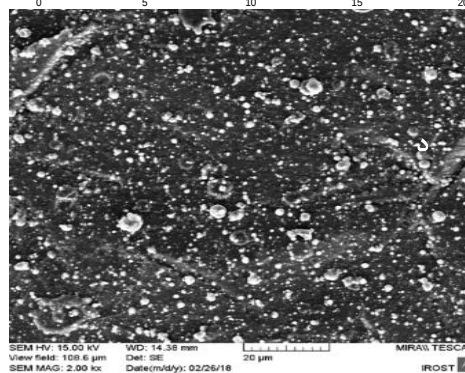
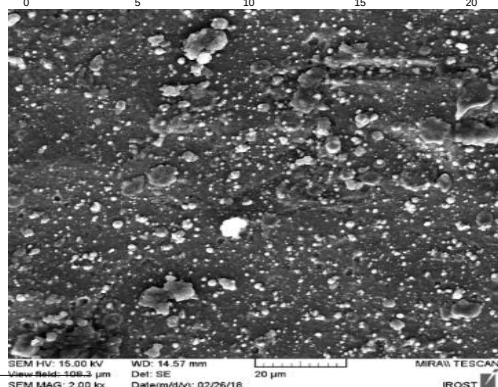
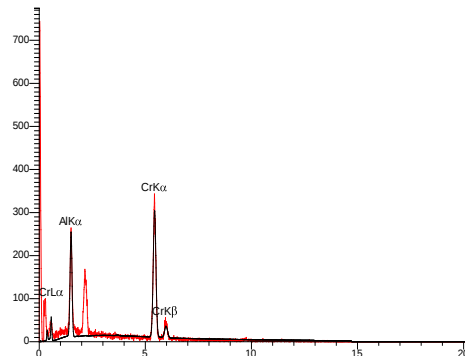
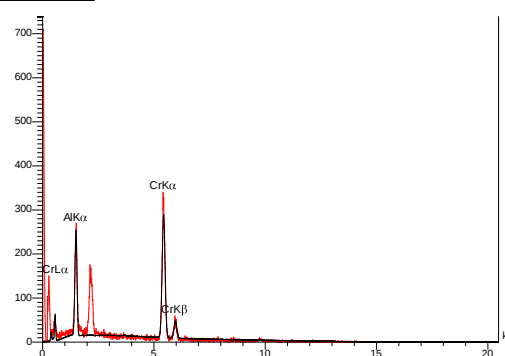
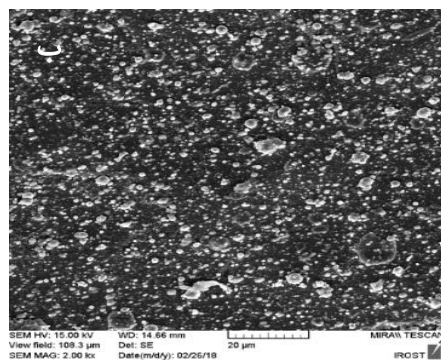
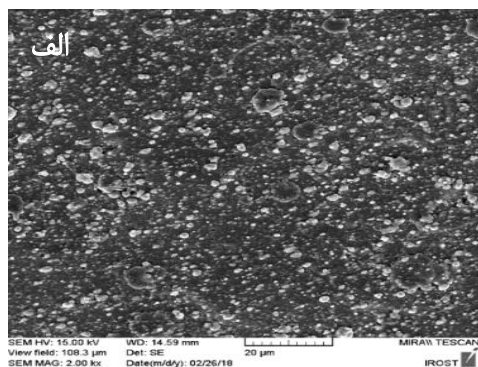
شکل ۴-۱- تصاویر میکروسکوپ الکترونی از سطح مقطع نمونه‌های پوشش داده‌شده به همراه نتایج EDS در چرخه‌های کار الف) ۲۰٪، ب) ۴۰٪، ج) ۶۰٪ و د) ۸۰٪.

جدول ۴-۱: ضخامت نمونه‌های پوشش داده در چرخه‌های کار متفاوت.

نمونه	۲۰٪	۴۰٪	۶۰٪	۸۰٪
ضخامت (μm)	۲/۰۷	۱/۷۸	۱/۸۴	۱/۵۶
سرعت رسوب- گذاری ($\mu\text{m/h}$)	۱/۵	۱/۲۶	۱/۳۳	۱/۱۱

۴-۱-۲- بررسی مورفولوژی پوشش‌های CrAlN در مرحله اول

تصاویر میکروسکوپ الکترونی از ریزساختار مورفولوژی سطح پوشش‌های اعمالی در چرخه‌های کار متفاوت، در شکل ۴-۲ ارائه شده است. مشاهده می‌شود در چرخه‌های کار متفاوت، ذرات به صورت یکنواخت با تقسیم بندی مشابه در سطح پوشش قرار گرفته‌اند. بزرگ‌ترین چالش در پوشش‌های رسوب داده شده به وسیله تبخیر قوس کاتدی، شکل‌گیری درشت ذرات (ماکرو ذرات) است که تاثیر نامطلوبی روی خواص سطحی پوشش ایجاد می‌کنند. منشأ تشکیل این درشت ذرات، شکل‌گیری قطرات مایع در حین فرایند لایه نشانی است. زمانی که قوس شروع به برخورد به سطح کاتد می‌کند، نقاط کاتدی خیلی کوچکی به طور اتفاقی بر روی سطح ایجاد می‌شود. در هر مکانی که نقطه عبور می‌کند، فلز کاتد تبخیر می‌شود و ممکن است در مجاورت (همسایگی) کاتد بخار جمع شود. اگر هیچ نیرو و اجباری برای پراکندگی بخار وجود نداشته باشد قطرات مایع شکل خواهند گرفت و همراه با جریان پلاسما به سمت زیر لایه برای شکل‌گیری درشت ذرات حرکت خواهند کرد. علاوه بر این تعداد زیادی از قطرات مایع، به دلیل بار حرارتی بالا، توسط ذوب موضعی کاتد تولید می‌شوند. آنجایی که منشأ شکل‌گیری درشت ذرات از کاتد است، آشکار است که اندازه دانه‌ها با تغییرات چرخه کار تغییر نمی‌کند. هرچند که باید ذکر شود پارامتر چرخه کار استفاده شده در این پژوهش مرتبط با ولتاژ بایاس بوده نه قدرت کاتد. این در حالی است که سایر محققان دریافته‌اند که در روش کند و پاش، نقص‌های بیشتر در فیلم‌های در حال رشد، سبب افزایش مکان‌های هسته گذاری شده و از مهاجرت مرز دانه‌ها جلوگیری می‌کند و این امر منجر به کاهش اندازه ذرات در چرخه‌های کار بالا می‌شود [۲۶].



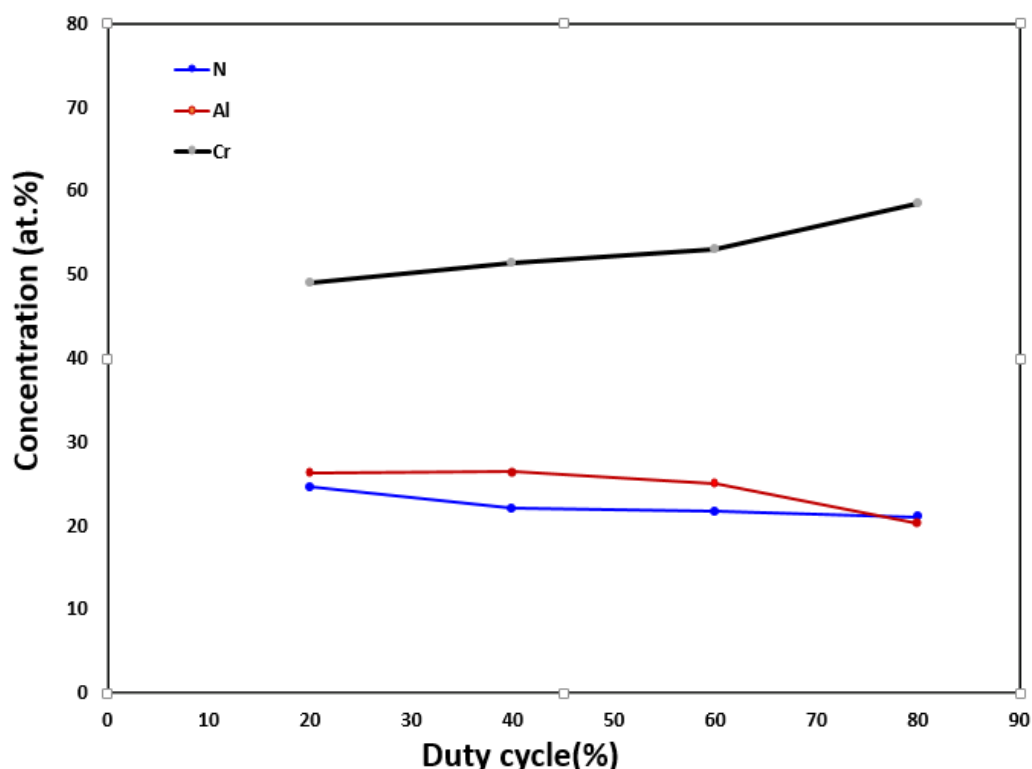
شکل ۴-۲- ریزساختار مورفولوژی سطح پوشش CrAlN اعمالی چرخه‌های کار (الف) ۲۰٪، (ب) ۴۰٪، (ج) ۶۰٪ و (د) ۸۰٪.

نتایج آنالیز EDS و درصد اتمی عناصر موجود در سطح پوشش‌های CrAlN برحسب چرخه کار، در جدول ۴-۲ ارائه شده است. بررسی نتایج با توجه به شکل ۴-۳ نشان می‌دهد که غلظت اتمی Al و N با افزایش چرخه کار کاهش می‌یابد درحالی‌که غلظت اتمی Cr گرایش عکس دارد. این رفتار به‌وضوح به دلیل تاثیر کند و پاش مجدد القاشده به وسیله بمباران یونی در طول رشد فیلم است [۲۶]. با افزایش چرخه کار از ۴۰٪ به ۶۰٪ زمان روشن بودن (pulse on-time) افزایش یافته و سطح فیلم تحت تاثیر بمباران طولانی‌تری قرار می‌گیرد، در نتیجه میانگین انرژی تصادفی بیشتر می‌شود و مشخص است که اتم‌های سبک‌تر آلومینیوم و نیتروژن به وسیله یون‌های برخوردکننده با انرژی بالا از اتم‌های Cr آسان‌تر کند و پاش مجدد می‌شوند و این موضوع منجر به کاهش درصد این عناصر در پوشش با افزایش چرخه کار می‌شود. یان هونگ^۱ و همکاران بر روی ساختار و ویژگی‌های فیلم‌های CrAlN که به روش کند و پاش در چرخه‌های کار متفاوت بایاس زیر لایه پوشش داده‌شده‌اند پژوهش‌هایی انجام دادند و دریافتند که اتم‌های آلومینیوم سبک‌تر و نیتروژن به‌وسیله یون‌های شتاب گرفته با انرژی بالاتر نسبت به اتم‌های کروم، بسیار آسان‌تر کند و پاش می‌شوند [۲۶].

جدول ۴-۲: درصد اتمی مربوط به آنالیز EDS در چرخه کارهای مختلف

چرخه کار	Al (at. %)	Cr (at. %)	N (at. %)
۲۰٪	۲۶/۳۴	۴۹/۰۱	۲۴/۶۵
۴۰٪	۲۶/۴۷	۵۱/۴۵	۲۲/۰۸
۶۰٪	۲۵/۱۳	۵۳/۱۲	۲۱/۷۵
۸۰٪	۲۰/۳۵	۵۸/۶۱	۲۱/۰۴

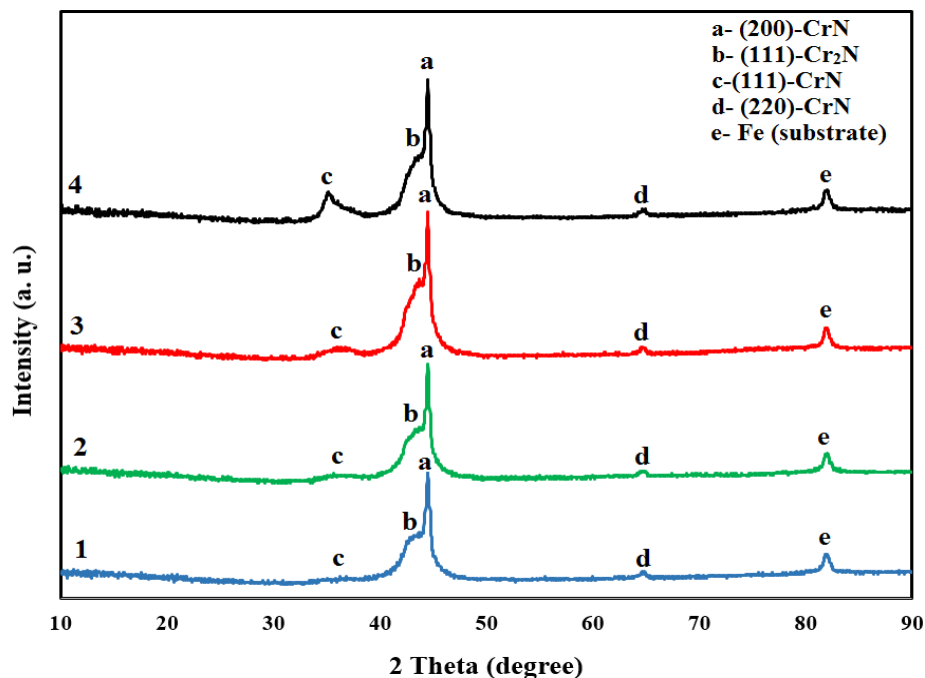
¹ Hung



شکل ۴-۳- غلظت اتم‌های CrAlN در چرخه‌های کار متفاوت.

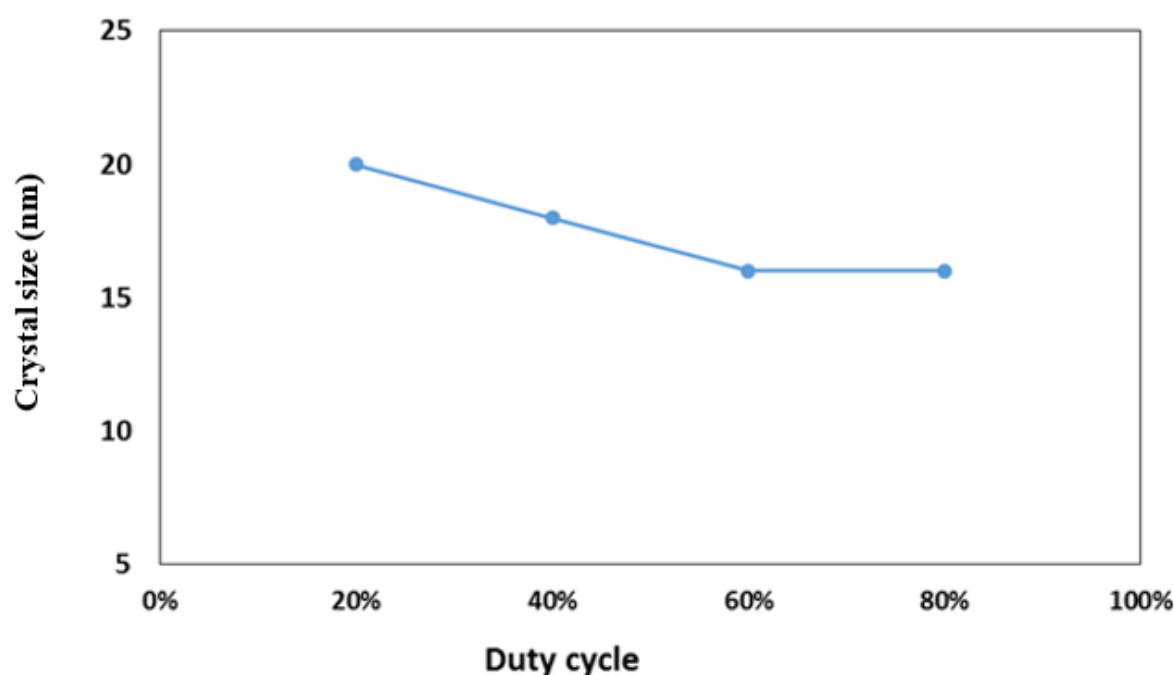
نتایج آنالیز پراش اشعه ایکس از سطح پوشش‌های CrAlN اعمال شده در چرخه‌های کار متفاوت در شکل شماره ۴-۴ نشان داده شده است. بررسی نتایج برای فازهای تشکیل شده در سطح، ساختار کریستالی مکعبی را ارائه می‌دهند و نشان می‌دهند که ساختارهای کریستالی فیلم‌های CrAlN عموماً همانند CrN مکعبی هستند. پیک‌های پراش صفحات (۱۱۱)، (۲۰۰)، (۲۲۰) مطابق با فاز CrN شناسایی گردید. پیک (۲۰۰) در استاندارد (JSPDF ۶۵-۲۸۹۹) $43/59^\circ$ است، درحالی که پیک‌های (۲۰۰) در فیلم CrAlN رسوب داده شده در چرخه‌های کار متفاوت به ترتیب $43/29^\circ$ ، 43° ، $43/77^\circ$ و $44/63^\circ$ هستند و شدت سایر پیک‌ها نسبتاً پایین بودند. این انحراف بین پیک استاندارد (۲۰۰) CrN و فیلم‌های CrAlN بیانگر کاهش در پارامتر شبکه‌ای CrAlN است که این مورد را می‌توان به ورود اتم‌های Al به شبکه مکعبی نسبت داد. علاوه بر این یک جهت‌گیری تصادفی کریستالی در فرایند رشد پوشش و در پیک (۲۰۰) قابل تشخیص است که با افزایش چرخه کار به ۸۰٪ پیک (۲۰۰) دارای

وضوح بیشتری شده و شدت آن افزایش می‌یابد. واضح است که صفحه (۲۰۰) پایین‌ترین انرژی سطحی را در فیلم دارد. بنابراین زمانی که انرژی تصادفی بمباران یونی روی سطح فیلم در حال رشد افزایش می‌یابد صفحه (۲۰۰) برای کاهش انرژی فیلم به‌طور ترجیحی رشد بیشتری پیدا کرده است. بنابراین همان‌طور که چرخه کار افزایش می‌یابد، فیلم کریستالینه بالایی از صفحات (۲۰۰) را از خود نشان می‌دهد. یان هونگ و همکاران نیز پس از بررسی ریزساختار و ترکیبات فیلم‌های CrAlN که به روش کند و پاش مغناطیسی رسوب داده شده بودند به نتایج مشابهی دست یافتند؛ بدین ترتیب که پیک استاندارد (JSPDF۶۵-۲۸۹۹) $43/59^\circ$ بوده درحالی‌که در بررسی‌های صورت گرفته این مقدار متفاوت است. بدین‌صورت که با افزایش چرخه کار تا ۶۰٪ جهت‌گیری ترجیحی CrN(200) به‌صورت چشمگیری مشاهده می‌شود [۲۶].



شکل ۴-۴- نتایج مربوط به آنالیز پراش اشعه ایکس برای فیلم CrAlN اعمال‌شده در چرخه کار (۱) ۲۰٪، (۲) ۴۰٪، (۳) ۶۰٪ و (۴) ۸۰٪.

تغییرات اندازه دانه برحسب چرخه کار در پوشش CrAlN که از رابطه شرر محاسبه گردیده است در شکل ۴-۵ نشان داده شده است. مشخص است که با افزایش چرخه کار از ۲۰٪ تا ۸۰٪ اندازه متوسط کریستالیت فیلم ها از ۲۰ nm به ۱۶ nm کاهش می یابد. با افزایش چرخه کار نقص های بیشتری در روند رشد فیلم به دلیل انرژی یون های بمباران شده ایجاد می گردد. بدیهی است نقص های بیشتر در طی کند و پاش فیلم تعداد مکان های هسته گذاری بیشتری را ایجاد خواهد نمود و از مهاجرت مرز دانه ها جلوگیری کرده و در نتیجه کاهش اندازه دانه ها با افزایش چرخه کار اتفاق خواهد افتاد یان هونگ و همکاران نیز به نتایج مشابه دست یافتند به گونه ای که با افزایش چرخه کار از ۵۰٪ تا ۸۰٪ اندازه دانه ها از ۱۲ nm تا ۸/۴ nm کاهش می یابد [۲۶].



شکل ۴-۵- اندازه ذرات فیلم های CrAlN در چرخه های کار متفاوت.

۴-۱-۳- زبری سطح پوشش‌های CrAlN مرحله اول

نتایج مربوط به اندازه‌گیری زبری سطح در پوشش‌های CrAlN رسوب داده‌شده در چرخه‌های کار متفاوت در جدول ۳-۴ ارائه شده است. در روش قوس کاتدی، به دلیل حجم بالای درشت ذرات توزیع شده در سطح پوشش، زبری سطح به مقدار بسیار زیادی توسط تعداد و اندازه درشت ذرات تحت تاثیر قرار می‌گیرد. با توجه به این که تعداد درشت ذرات در مقادیر مختلف چرخه کار تغییر نکرد، انتظار می‌رود تغییرات زیادی در زبری سطح پوشش‌ها مشاهده نشود. زبری سطح برای مقادیر مختلف چرخه کار تقریباً در حدود $0.6 \mu\text{m}$ ثابت باقی می‌ماند.

جدول ۳-۴: تغییرات زبری سطح و نرخ رسوب‌گذاری فیلم‌های CrAlN برحسب چرخه کار.

چرخه کار (%)	نرخ رسوب گذاری ($\mu\text{m/h}$)	میانگین زبری سطح (μm)
۲۰٪	۱/۵	0.617 ± 0.04
۴۰٪	۱/۲۶	0.684 ± 0.08
۶۰٪	۱/۳۳	0.615 ± 0.06
۸۰٪	۱/۱۱	0.623 ± 0.02

۴-۱-۴- بررسی خواص مکانیکی پوشش

از نانو فرورونده الماسی برکویچ مدل (Anton paar, NHT³) جهت ارزیابی ویژگی‌های مکانیکی پوشش‌های CrAlN استفاده گردید. به منظور به حداقل رساندن تاثیر زیر لایه و تضمین در قابل قبول بودن نتایج انتخابی عمق فرورونده کمتر از ۱۰٪ ضخامت پوشش انتخاب گردید نتایج حاصل از اندازه‌گیری نانو سختی بر روی پوشش‌های CrAlN شامل مدول یانگ و سختی در جدول شماره ۴-۴ ارائه شده است. هر مقدار گزارش شده در جدول ۴-۴ میانگینی از تعداد ۵ اندازه‌گیری است.

جدول ۴-۴: نتایج آزمون نانو فروورونده روی پوشش‌های CrAlN در چرخه‌های کار متفاوت.

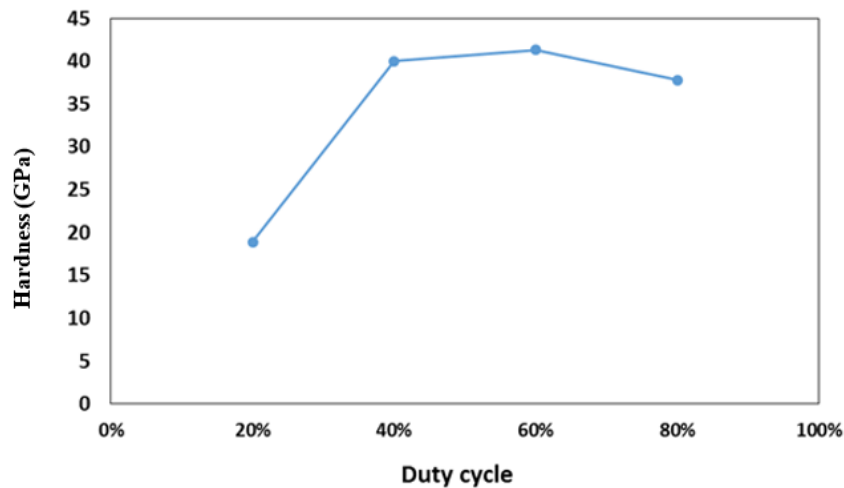
نمونه	٪۲۰	٪۴۰	٪۶۰	٪۸۰
سختی (GPa)	۱۸/۸۹	۴۰	۴۱/۳۲	۳۷/۷۹
مدول یانگ (GPa)	۵۰۱/۵	۵۱۱/۵۳	۴۸۳/۳۳	۵۰۴/۴۱

تغییرات سختی برحسب چرخه کار در نمودار شکل ۴-۶ ارائه شده است. مشاهده می‌شود با افزایش چرخه کار، سختی نمونه‌ها از ۱۸ GPa به ۴۱ GPa افزایش می‌یابد. در چرخه کار ۸۰٪ کاهش کمی در سختی و مدول یانگ دیده می‌شود. افزایش سختی می‌تواند به تنش پسماند فشرده در فیلم رسوب داده‌شده، ریزساختار متراکم و اندازه دانه کمتر نسبت داده شود. سختی پایین‌تر در چرخه کار ۲۰٪ به دلیل کریستالیت‌های بزرگ‌تر (در حدود ۲۴ nm) است. با افزایش چرخه کار، نرخ رشد افزایش یافته و اندازه ذرات به ۱۶ نانومتر در چرخه کار ۶۰٪ و ۸۰٪ کاهش پیدا کرده که این امر منجر به افزایش سختی پوشش به ۴۱/۳ GPa و مدول یانگ به ۷۵۵/۹ GPa شده است. می‌توان نتیجه گرفت که مقدار سختی، تافنس، و مدول یانگ را به ریزساختار پوشش و تنش پسماند در فیلم‌های رسوب داده‌شده می‌توان نسبت داد. بیشترین مقدار سختی و مدول یانگ برای پوشش‌های CrAlN توسط لین^۱ و همکاران در روش کندو پاش به ترتیب ۳۴ GPa و ۳۶۸ GPa گزارش شده است [۵۱].

عنصر Al موجود در ترکیب پوشش، تفاوت در مقدار سختی را تعیین می‌کند، به‌طور طبیعی همه کریستال‌های CrN و AlN مشخصات کوالانسی مشابه داشته و انرژی پیوند شیمیایی هرکدام به ترتیب ۳۷۷/۱۸±۸ kJ/mol و ۲۹۷/۹۶±۸ kJ/mol است. همچنین اتم‌های موجود در CrN-AlN نسبت به

¹ Lin

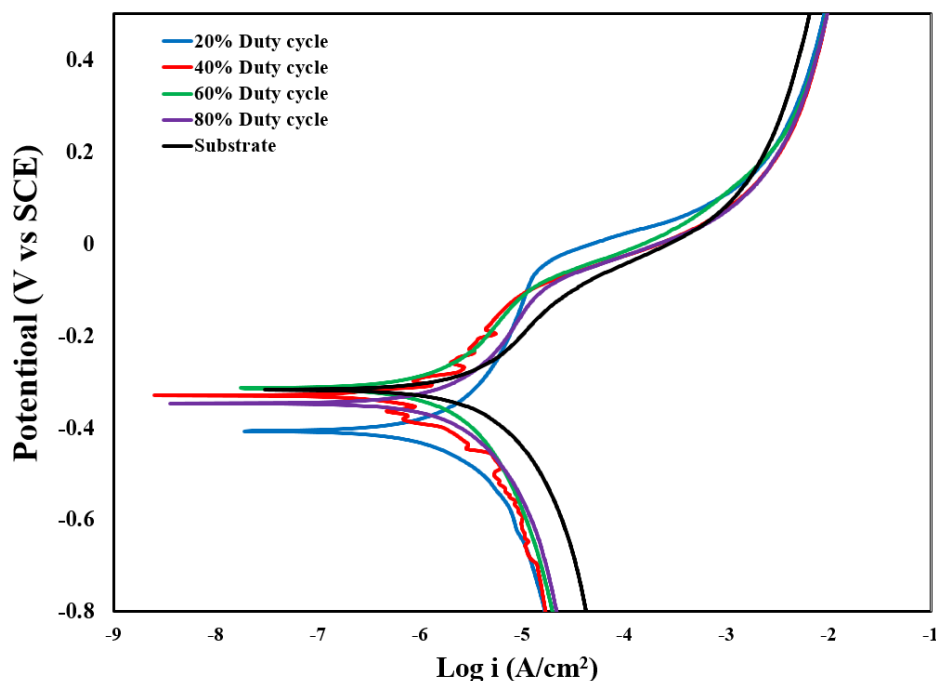
اتم‌های TiN به راحتی از هم جدا می‌شوند. بطور کلی سختی کریستال‌ها به صورت $TiN > CrN > AlN$ است.



شکل ۴-۶- نتایج آزمون سختی فیلم‌های CrAlN در چرخه کارهای متفاوت.

۴-۱-۵- بررسی تاثیر چرخه کار روی مقاومت به خوردگی پوشش‌ها

شکل ۴-۷ نتایج آزمون پلاریزاسیون پوشش‌های CrAlN اعمال شده در چرخه‌های کار متفاوت را نشان می‌دهد. مقادیر جریان خوردگی، پتانسیل خوردگی، شیب نمودار آندی و کاتدی و مقاومت پلاریزاسیون نمونه‌ها بر اساس روش تافل مشخص گردید که نتایج آن در جدول ۴-۵ ارائه شده است. در این پژوهش نمونه با چرخه کار ۴۰٪ دارای دانسیته جریان خوردگی $0.591 \mu A/cm^2$ و پتانسیل خوردگی $-0.338 V$ است که نسبت به سایر نمونه‌ها دارای جریان خوردگی کمتری است. چگالی جریان خوردگی نمونه‌ها با چرخه‌های کار ۲۰٪، ۴۰٪، ۶۰٪ و ۸۰٪ و زیر لایه به ترتیب $2.27, 0.591, 0.291, 0.340$ و $6.38 \mu A/cm^2$ است. کمتر بودن این پارامتر در چرخه کار ۴۰٪ نشان می‌دهد که پوشش رسوب داده شده در این چرخه کار بهترین مقاومت به خوردگی را دارد.



شکل ۴-۷- نمودار پلاریزاسیون برای زیر لایه فولاد زنگ نزن و پوشش‌های CrAlN در چرخه‌های کار متفاوت.

رفتار خوردگی نمونه‌های پوشش داده‌شده نه تنها به ویژگی‌های ذاتی الکتروشیمیایی فیلم‌ها بلکه به نقص‌هایی در فیلم‌های CrAlN بستگی دارد که برای مقاومت در برابر خوردگی مضر است. ایجاد درشت ذرات در حین تبخیر تارگت توسط منبع قوس، بزرگترین نقص این روش پوشش دهی است. درشت ذرات رسوب داده‌شده روی سطح فیلم‌ها یا قرار گرفته درون فیلم‌ها، ساختار یکنواخت پوشش را از بین می‌برد و نواقص داخلی را ایجاد می‌کند. نواقص ایجادشده در فیلم (برای مثال منافذ ریز) مسیر مستقیمی را برای نفوذ الکترولیت خوردگی و رسیدن آن به فصل مشترک فیلم/ زیر لایه فراهم می‌کند. این پدیده احتمالاً منجر به شکل‌گیری پیل‌های گالوانیک خیلی کوچک در این نواحی شده و مقاومت به خوردگی پوشش را شدیداً تحت تأثیر قرار می‌دهند. بنابراین انتظار می‌رود بهترین مقاومت به خوردگی در ضخامت‌های بالاتر و پوشش‌های چگال‌تر اتفاق بیافتد. علم‌خواه و همکاران نیز به نتایج مشابهی در فیلم‌های TiAlN که با روش CVD رسوب داده شدند دست یافته‌اند بدین صورت که حداقل دانسیته جریان خوردگی در چرخه کار ۳۰٪ مشاهده گردید و بدان معناست که پوشش رسوب داده‌شده در این

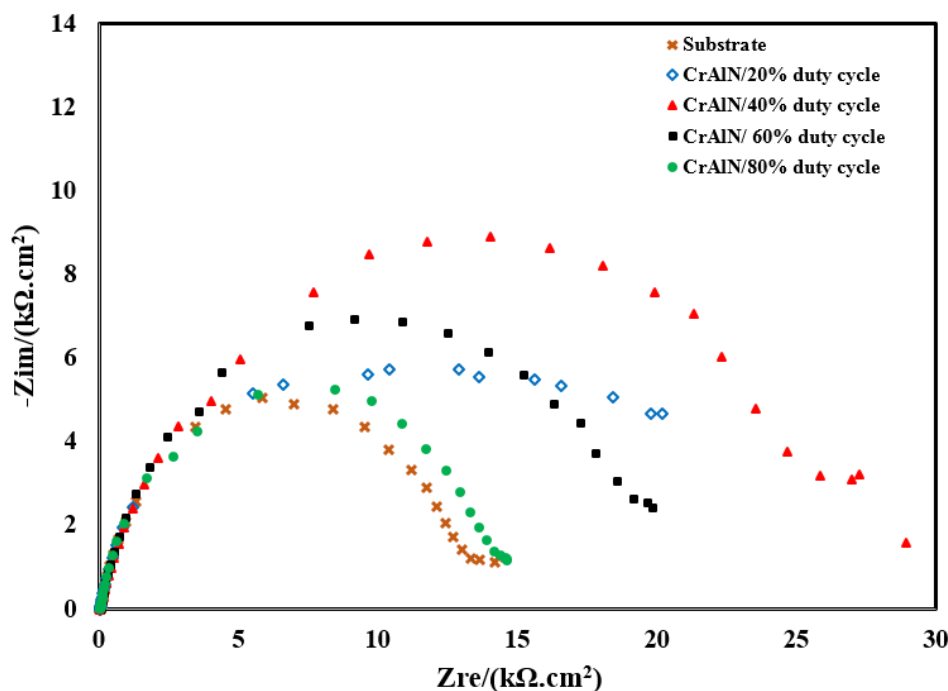
چرخه کار بهترین مقاومت به خوردگی را دارد [۴۶]. همان‌طور که در جدول ۴-۵ آمده است، در چرخه‌های کار بالاتر از ۴۰ درصد، دانسیته جریان خوردگی روند کاهشی از خود نشان می‌دهد که این موضوع بیانگر سرعت بالای خوردگی در چرخه‌های بالا است. به‌طور کلی در روش های PVD و CVD به دلیل نوع پوشش دهی درشت ذرات ایجاد می‌شوند. در روش صورت گرفته در این پژوهش به دلیل یکسان بودن میزان درشت ذرات تاثیری در روند سرعت خوردگی ایجاد نمی‌کند.

جدول ۴-۵: پلاریزاسیون غلظتی در چرخه کارهای متفاوت.

نمونه های چرخه کار	E_{corr} (V vs SCE)	$I_{cor.}$ ($\mu A/cm^2$)	R_p ($\Omega.cm^2$)
زیر لایه	-۰/۳۱۷	۶/۳۸	$1/32 \times 10^4$
٪۲۰	-۰/۴۰۸	۲/۲۷	$2/78 \times 10^4$
٪۴۰	-۰/۳۳۸	۰/۵۹۱	6×10^4
٪۶۰	-۰/۳۱۵	۲/۹۱	$77 \times 2/10^4$
٪۸۰	-۰/۳۴۶	۳/۴۰	$2/23 \times 10^4$

نمودار نایکوئیست ناشی از مطالعات امپدانس الکتروشیمیایی زیر لایه و پوشش‌های CrAlN اعمال شده در چرخه‌های کار متفاوت در شکل ۴-۸ ارائه شده است. نمودار نایکوئیست به صورت نیم دایره است. مقدار امپدانس با توجه به محورهای عمودی و افقی بدین صورت است که هر چه حلقه نایکوئیست کوچکتر باشد، مقدار امپدانس کمتر و مقاومت پوشش در برابر خوردگی کمتر است. همان‌طور که در نمودار نایکوئیست مشخص است، در همه نمونه‌ها حلقه ای وجود دارد که به دلیل مقاومت بالای پوشش این حلقه دارای قطر نسبتاً بزرگی است. با کاهش چرخه کار حلقه نایکوئیست بزرگ‌تر شده و میزان امپدانس افزایش می‌یابد. در شکل ۴-۸ نمونه ٪۴۰ دایره بزرگی دارد که مقاومت به خوردگی بالایی از

خود نشان می‌دهد. در سایر نمونه‌ها احتمال دارد با افزایش چرخه کار مقدار تخلخل‌ها افزایش یابد. بدین جهت محلول بیشتری به درون پوشش نفوذ می‌کند و باعث می‌شود که قوس به نصف دایره تبدیل شود. مقدار بیشتر مواد افزودنی باعث افزایش خوردگی خواهد شد. در نتیجه قطر نیم دایره نمونه‌های دیگر کاهش یافته است حلقه نایکوئیست کوچکتر شده است. این امر نشان می‌دهد که مقاومت الکتریکی پوشش کاهش یافته است. به‌طور کلی روند مقاومت به خوردگی نمونه‌ها به‌صورت زیر لایه $80\% > 60\% > 40\% > 20\%$ است. همان‌طور که در شکل نیز مشخص است زیر لایه و چرخه کار 80% نیز دارای نیم دایره‌های نزدیک به یکدیگر هستند که این امر نشان از امپدانس پایین و کوچک‌تر شدن حلقه نایکوئیست دارد. نتایج به دست آمده در آزمون امپدانس در توافق با نتایج آزمون پلاریزاسیون است.



شکل ۴-۸- نمودار نایکوئیست بعد از خوردگی در چرخه‌های کار متفاوت.

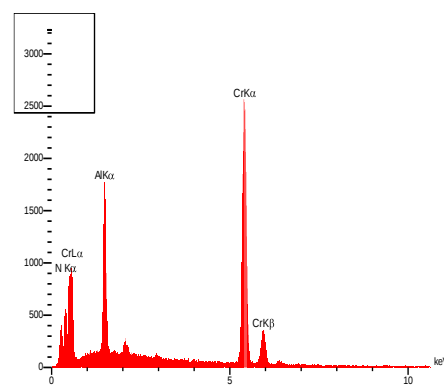
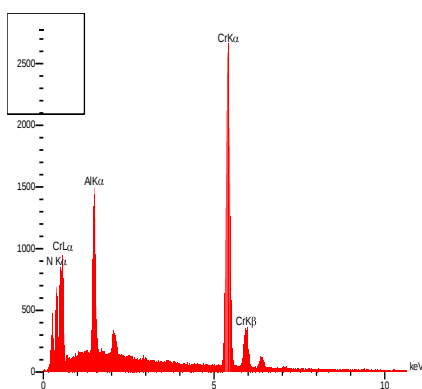
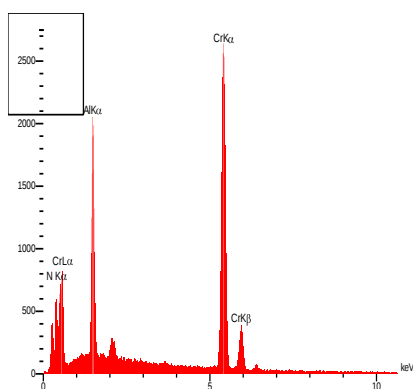
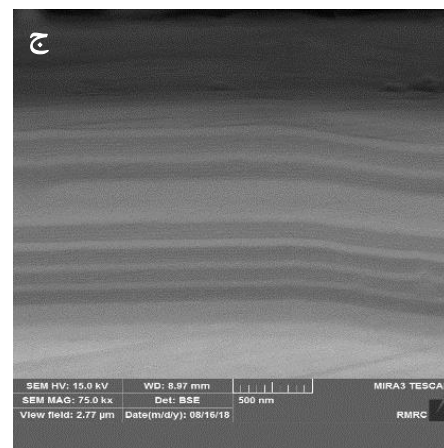
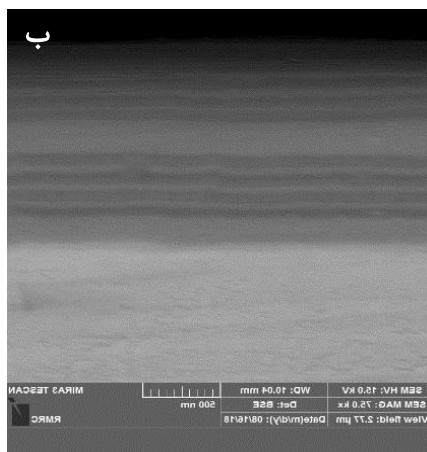
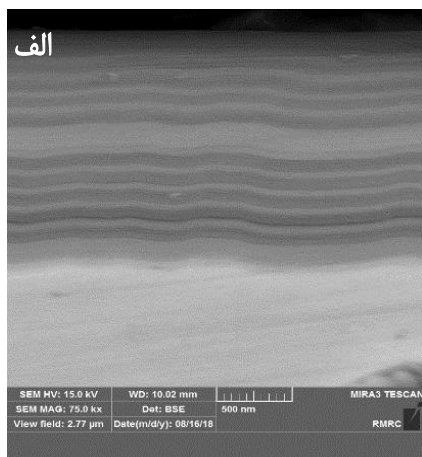
۴-۲- مرحله دوم: نتایج مربوط به مرحله تغییر ولتاژ بایاس

پس از بررسی نتایج مرحله قبل و انتخاب چرخه کار بهینه که با توجه به کاربرد مصرفی در صنعت و اهداف موردنظر که شامل کاهش زبری سطح و بهبود سرعت لایه نشانی است چرخه کار ۲۰٪ انتخاب گردید، در این چرخه کار خواص مکانیکی از مقدار استاندارد تعیین شده نیز کمی بالاتر است همچنین دارای نرخ رسوب گذاری و ضخامت بیشتر و زبری سطح مناسب است. در این قسمت مطالعات بر روی نقش ولتاژ بایاس روی خواص مکانیکی، خوردگی و تریبولوژیکی با ثابت نگه داشتن مقدار چرخه کار در مقدار ۲۰٪ انجام شد. در این مرحله نیز همانند مرحله قبل به منظور بررسی آزمون های پوشش های اعمال شده توسط فرایند تبخیر قوس کاتدی نمونه ها جهت بررسی میکروساختار و ضخامت پوشش به آزمایشگاه مرکز پژوهش متالوژی رازی ارسال شدند.

۴-۲-۱- بررسی ریزساختار سطح مقطع پوشش های CrAIN

تصاویر میکروسکوپ الکترونی از سطح مقطع پوشش های CrAIN، اعمال شده در ولتاژهای بایاس متفاوت در شکل ۴-۹ نشان داده شده است. همان طور که در شکل مشخص است با افزایش ولتاژ بایاس از ۵۰ تا ۱۵۰V - ضخامت لایه ها از $1/80 \mu m$ به $1/74 \mu m$ کاهش می یابد. ساختار متراکم و چسبیده ای از پوشش چندلایه Cr/CrAIN/CrN که نشان دهنده شکل گیری لایه هایی با استوکیومتری متفاوت است، در هر سه مورد ولتاژ بایاس روی سطح فولاد زنگ نزن شکل گرفته است. در سیستم قوس کاتدی درجه یونیزاسیون بالا و به کاربردن ولتاژ بایاس در محدوده ۱۰۰V به زیر لایه، تاثیر بسزایی در حجم یونیزاسیون نخواهد داشت بلکه اثر چشمگیر ولتاژ بایاس ورود یون های مثبت بیشتری به غلاف پلاسما است. علاوه بر این، یون های مثبت وارد شده در غلاف لایه های در حال رشد، سطح را با انرژی جنبشی بالاتر بمباران خواهد کرد. با این حال، این مساله منجر به کند و پاش مجدد جزئی فیلم در حال رشد می شود. در واقع باتوجه به این ویژگی ها ولتاژ بایاس به وسیله محققان زیادی به منظور بهبود هسته گذاری و تولید فیلم های چگال تر استفاده شده است. تاثیر اصلی ولتاژ بایاس روی نرخ رشد نمونه های

رسوب داده شده است، به گونه ای که با افزایش ولتاژ بایاس منفی، نرخ رشد پوشش به دلیل مکانیزم کند و پاش مجدد به وسیله بمباران یون در طول رشد فیلم کاهش می یابد. همانطور که بایاس منفی افزایش می یابد، جریان بالایی از اتم های Cr و Al یونیزه شده با انرژی جنبشی بالاتر به زیر لایه رسیده و این امر منجر به خروج تعداد بالایی از اتم ها می گردد که در طول رشد فیلم کند و پاش مجدد شده است [۳۹]. در این مرحله نیز تفاوت رنگ لایه ها همانند مرحله قبل است به گونه ای که لایه CrN الکترون های متقارن بیشتری به دلیل تعداد اتم های بیشتر (بالاتر) کروم تولید می کند. با این وجود لایه های CrN روشن تر از لایه های CrAlN ظاهر می شوند. ساختار این لایه برای کاهش تنش کلی پوشش ها استفاده شده است. رومر و همکاران نیز به این نتیجه رسیدند در پوشش های CrAlN رسوب داده شده به روش قوس کاتدی که با افزایش ولتاژ بایاس ضخامت پوشش کاهش می یابد به گونه ای که در بازه ۵۰ تا ۴۰۰ ولت ضخامت از ۴/۹ به ۲/۵ میکرومتر کاهش می یابد. این رفتار به دلیل مکانیزم کند و پاش مجدد در طول رشد فیلم است [۳۴].



شکل ۴-۹- تصاویر میکروسکوپ الکترونی از سطح مقطع نمونه‌های پوشش داده‌شده به همراه نتایج EDS در ولتاژهای بایاس الف (۵۰V، ب) ۱۰۰V، ج) ۱۵۰V.

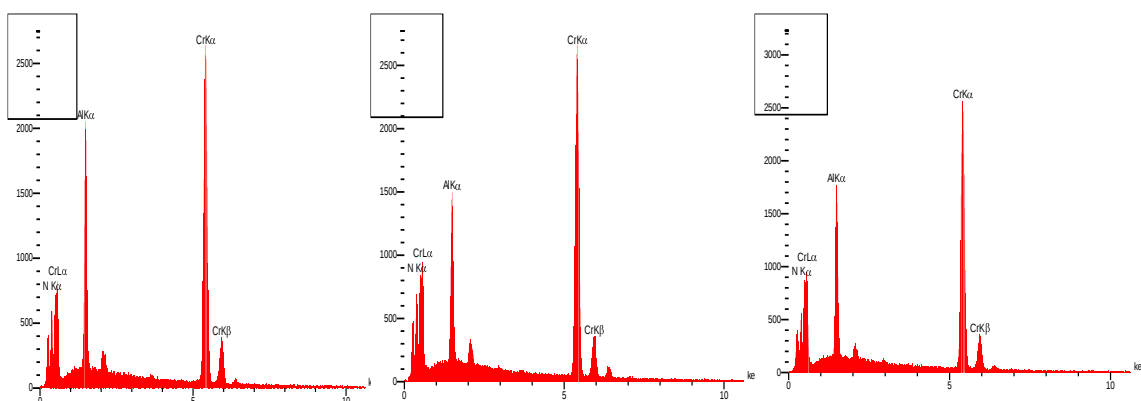
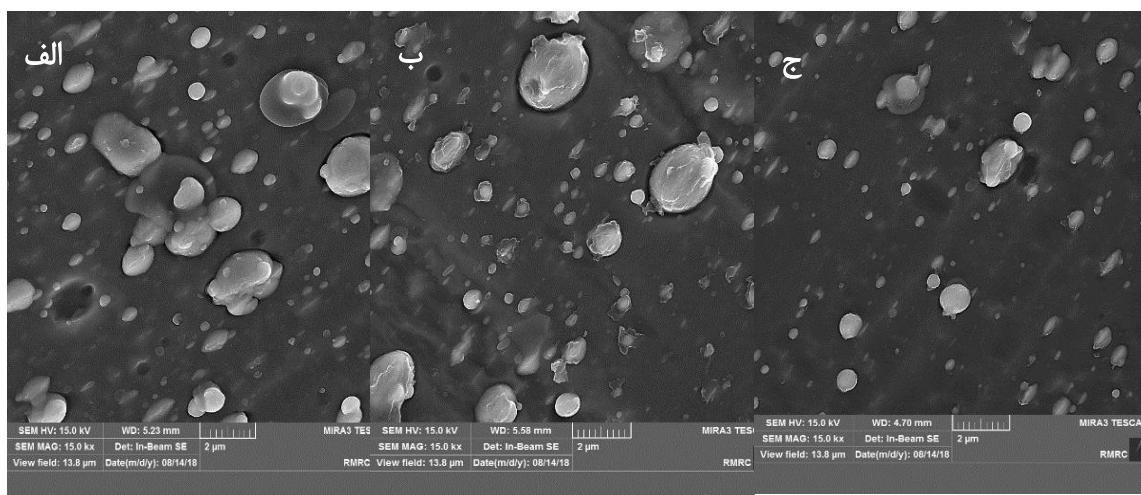
جدول ۴-۶ نتایج مربوط به بررسی ریزساختار سطح مقطع پوشش‌های CrAlN/CrN بر حسب تغییرات ولتاژ بایاس را نشان می‌دهد.

جدول ۴-۶- ضخامت و نرخ رشد و اندازه ذرات در ولتاژ بایاس های متفاوت.

نمونه	۵۰V	۱۰۰V	۱۵۰V
ضخامت (μm)	۱/۷۴	۱/۵۴	۱/۸۰
اندازه ذرات (μm)	۰/۵۲	۰/۵۵	۰/۶۲
نرخ رشد (μm /h)	۱/۲۶	۱/۱۱	۱/۳۰

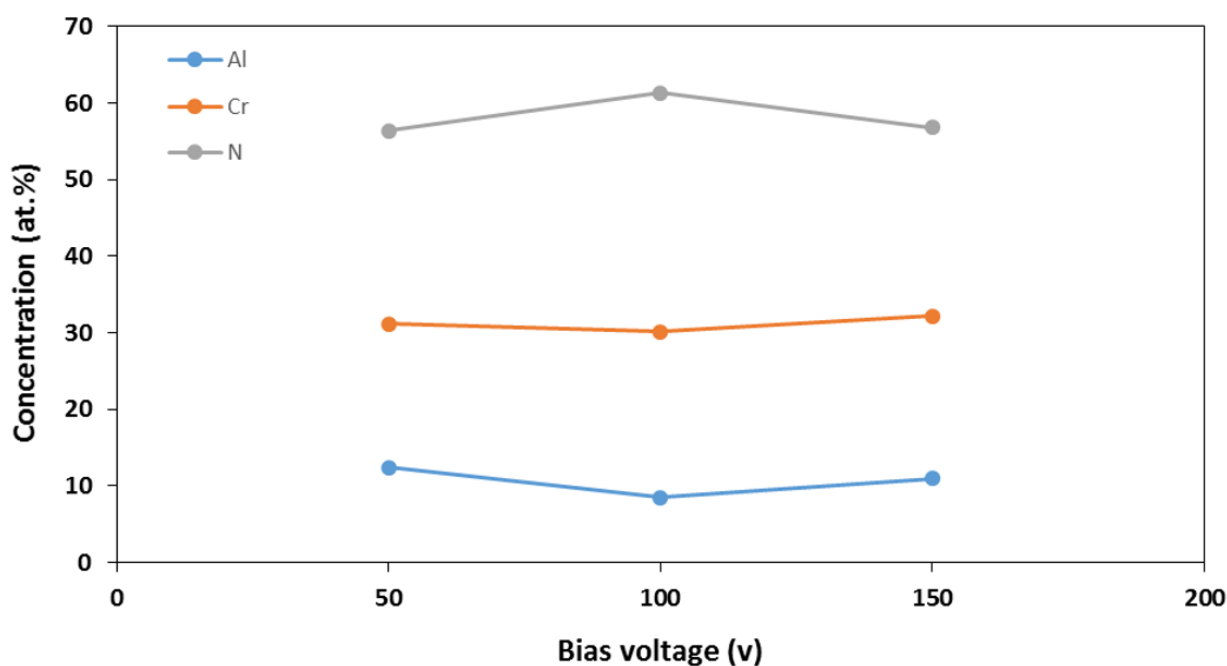
۴-۲-۲- بررسی مورفولوژی پوشش‌های CrAlN در مرحله دوم

تاثیر ولتاژ بایاس روی مورفولوژی سطح پوشش‌های CrAlN در شکل ۴-۱۰ نشان داده شده است. مشاهده می‌شود. با افزایش ولتاژ بایاس اندازه ذرات کاهش می‌یابد. علت این مساله توزیع گسترده انرژی و عمق نفوذ یون‌های القاشده توسط بایاس های متفاوت است؛ بدین صورت که با افزایش ولتاژ بایاس انرژی جنبشی اتم‌ها افزایش یافته، ریز ساختار همگن تر و متراکم تر شده و به دنبال آن اندازه متوسط کریستال ها کاهش می‌یابد. این رفتار ارتباط مستقیمی با پدیده کند و پاش تولید شده در طول رشد فیلم دارد. میانگین اندازه ذرات در ولتاژ بایاس های متفاوت زیر لایه با توجه به فرمول شرر محاسبه شده است و در جدول ۴-۶ ارائه شده اند.



شکل ۴-۱۰- تصاویر مورفولوژی سطح پوشش CrAlN رسوب داده شده در ولتاژ بایاس (الف) ۵۰ V - (ب) ۱۰۰ V - و (ج) ۱۵۰ V به همراه نتایج EDS برای هر نمونه.

بررسی نتایج شکل ۴-۱۱ نشان می‌دهد که غلظت نیتروژن برای تمام نمونه‌ها تقریباً ثابت است (در حدود ۵۰٪)، اما غلظت Cr و Al با افزایش ولتاژ بایاس به آرامی افزایش می‌یابد. این رفتار را می‌توان به بازه متفاوت اسپاترینگ Al و Cr در ترکیبات CrAlN نسبت داد. رومه رو و همکارانش نیز که بر روی پوشش‌های CrAlN رسوب داده‌شده به روش قوس کاتدی در ولتاژ بایاس های متفاوت تحقیق کرده اند و به نتایج مشابه با این پروژه دست یافته‌اند؛ به گونه‌ای که با افزایش ولتاژ بایاس غلظت نیتروژن تغییر چندانی نداشته و تقریباً ثابت است اما Cr و Al با افزایش ولتاژ بایاس افزایش می‌یابد [۱۰]. نتایج آنالیز EDS از سطح پوشش‌ها و درصد عناصر موجود در فیلم‌های رسوب‌گذاری شده در ولتاژ بایاس های متفاوت در جدول شماره ۴-۷ ارائه شده است.

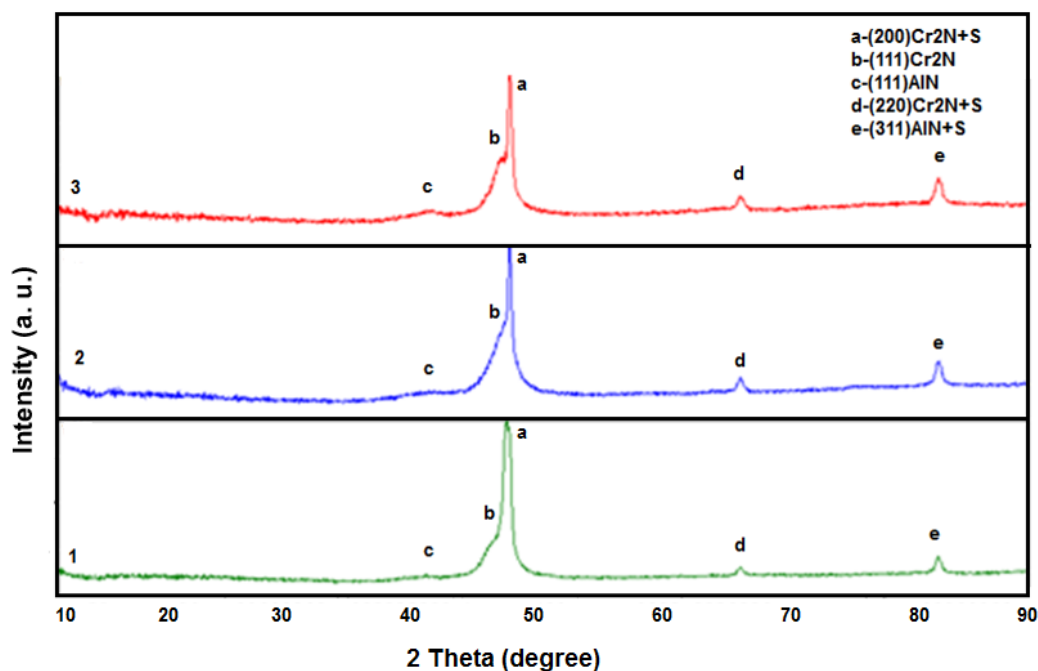


شکل ۴-۱۱- تغییرات غلظت اتمی در سطح پوشش برحسب ولتاژ بایاس.

جدول ۴-۷: درصدهای اتمی مربوط به آنالیز EDS در ولتاژ بایاس های متفاوت.

عنصر	Al at. %	Cr at. %	N at. %
۵۰ V	۱۲/۳۷	۳۱/۲۰	۵۶/۴۳
۱۰۰ V	۸/۵۱	۳۰/۱۲	۶۱/۳۶
۱۵۰ V	۱۰/۹۷	۳۲/۱۸	۵۶/۸۵

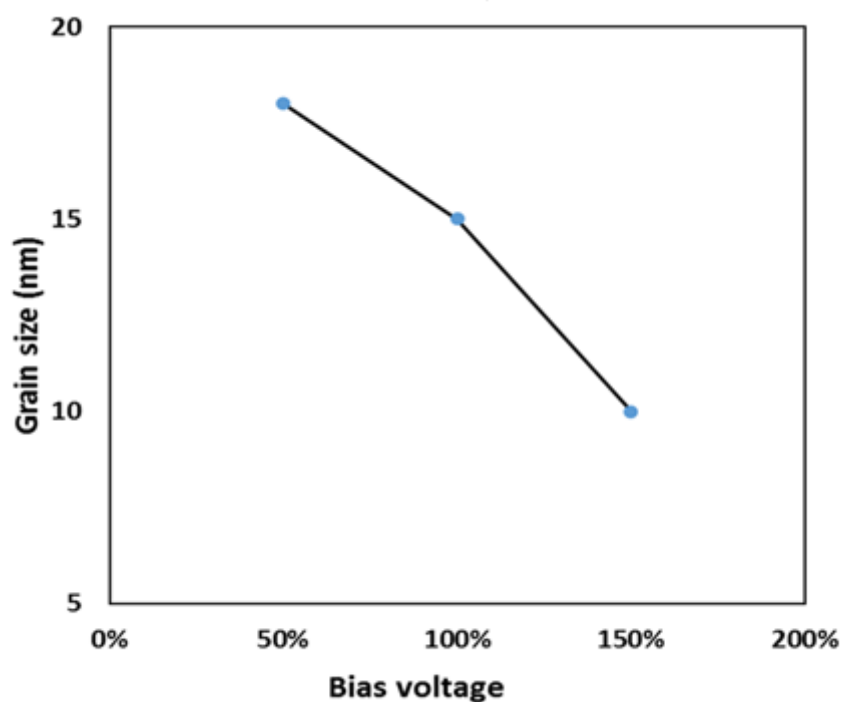
شکل ۴-۱۲ الگوهای پراش اشعه X به دست آمده برای پوشش های CrAlN در ولتاژ بایاس های متفاوت را نشان می دهد. با وجود برخی پیک های ضعیف به دست آمده از زیر لایه (که با حرف S نشان داده شده) سایر پیک های به دست آمده با ساختار کریستالی مکعبی مطابقت دارد. هنگامی که ولتاژ بایاس افزایش می یابد تاثیر مستقیم بر روی بافت می گذارد و ساختار کریستالی تر می شود. این امر توسط آگرن^۱ و همکارانش در سیستم های TiAlN زمانیکه بایاس افزایش می یابد نیز مشاهده شده است. در بازه ولتاژ بایاس متوسط (۱۰۰V تا ۱۵۰V) ساختاری (۱۱۱) با جهت گیری کامل مشاهده شده است. در این ساختار جهت گیری (۱۱۱) کاهش می یابد و پیک ها زمانی که ولتاژ بایاس منفی افزایش می یابد به سمت زوایای بزرگ تر شیفیت پیدا می کند. این تغییر در پیک ها با پهن شدگی همراه خواهد بود. در واقع دلیل آن را می توان کاهش اندازه متوسط کریستالیت ها بیان کرد.



شکل ۴-۱۲- الگوهای پراش اشعه ایکس از پوشش‌های CrAlN اعمال شده در ولتاژ بایاس ۱) ۵۰ V- ب) ۱۰۰ V- و ج) ۱۵۰ V-.

۴-۲-۳- تاثیر ولتاژ بایاس روی زبری سطح پوشش‌های CrAlN/CrN

جدول ۴-۸ تغییرات زبری سطح و نرخ رسوب‌گذاری فیلم‌های CrAlN در ولتاژ بایاس های گوناگون نشان داده شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود با افزایش ولتاژ بایاس از ۵۰ V تا ۱۵۰ V- زبری سطح از ۰/۶۲۹ تا ۰/۵۲۵ μm کاهش می‌یابد. بررسی‌های حاصل از محاسبات اندازه متوسط کریستالیت ها به وسیله فرمول شرر نشان می‌دهد که در ولتاژهای بایاس پایین تعداد درشت ذرات بیشتر است و به طور مداوم با افزایش بایاس کاهش پیدا می‌کند. ولتاژ بایاس بالا تحریک کننده انرژی بمباران ذرات در طول رسوب فیلم است که منجر به افزایش حرکت اتم‌های سطح و ارسال انرژی بیشتر به فیلم‌های در حال رشد می‌شود که این امر کاهش چشمگیر اندازه ذرات را به دنبال دارد. لوملو و همکارانش نیز به نتایج مشابهی دست یافتند به گونه‌ای که در پوشش‌های CrAlN رسوب داده شده به روش قوس کاتدی با افزایش ولتاژ بایاس از ۵۰ V به ۱۵۰ V- متوسط اندازه کریستالیت ها از ۲۴ nm به ۱۶ nm کاهش می‌یابد [۴۰].



شکل ۴-۱۳- اندازه متوسط کریستالیت ها فیلم های CrAlN در ولتاژ بایاس های متفاوت.

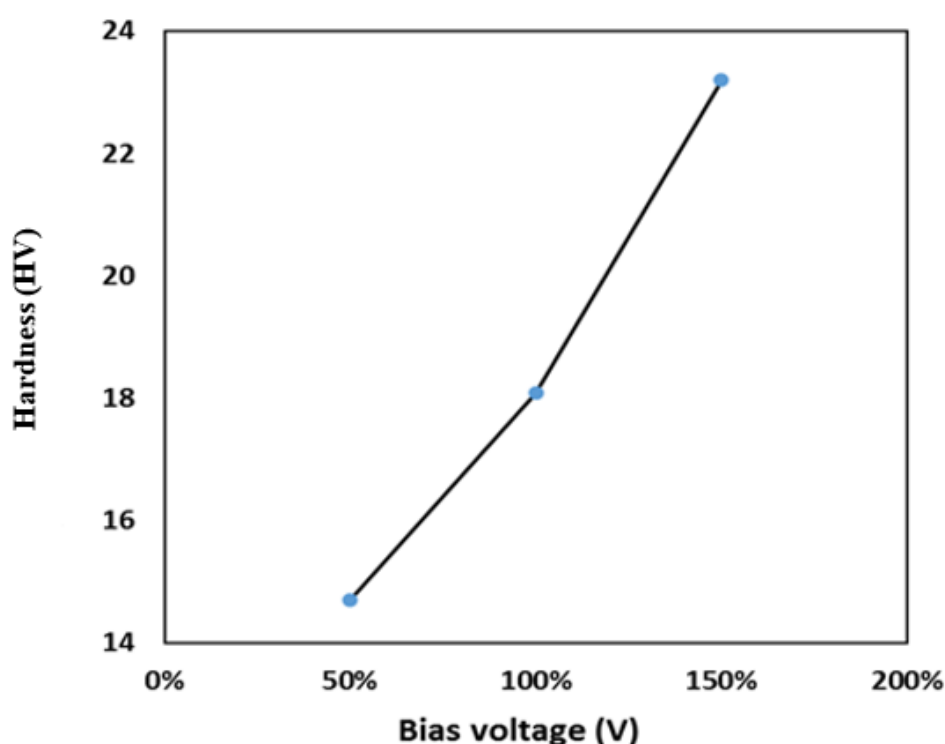
جدول ۴-۸: تغییرات زبری سطح و نرخ رسوب گذاری فیلم های CrAlN در ولتاژ بایاس های متفاوت.

ولتاژ بایاس (V)	نرخ رسوب گذاری ($\mu\text{m}/\text{h}$)	میانگین زبری سطح (μm)
۵۰	۱/۳۰	$۰/۶۲۹ \pm ۰/۰۷$
۱۰۰	۱/۱۱	$۰/۵۱۰ \pm ۰/۰۴$
۱۵۰	۱/۲۶	$۰/۵۲۵ \pm ۰/۰۳$

۴-۲-۴- تاثیر ولتاژ بایاس روی خواص مکانیکی پوشش های CrAlN/CrN

جدول ۴-۹ میزان سختی و مدول یانگ پوشش های CrAlN که در ولتاژ بایاس های متفاوت رسوب داده شده را نشان می دهد. مشاهده می شود که خواص مکانیکی با افزایش ولتاژ بایاس بهبود یافته است. درواقع انرژی بالای بمباران یون ها اجازه می دهد تا ساختار همراه با کوچکتر شدن درشت ذرات چگال

تر شود. از آنجایی که اتم‌ها محل‌های شبکه‌ای شان را ترک کرده و به سمت موقعیت‌های بین‌نشین حرکت می‌کنند و به طور هم‌زمان تعداد مناطق هسته‌گذاری ترجیحی به دلیل نقص سطحی بالا افزایش یافته و همچنین به اصلاح ذره کمک می‌کند، این مساله روند افزایشی سختی را با افزایش ولتاژ بایاس از ۵۰V تا ۱۵۰V را توضیح می‌دهد. شکل ۴-۱۳ نشان دهنده مقدار سختی در ولتاژهای بایاس متفاوت است.



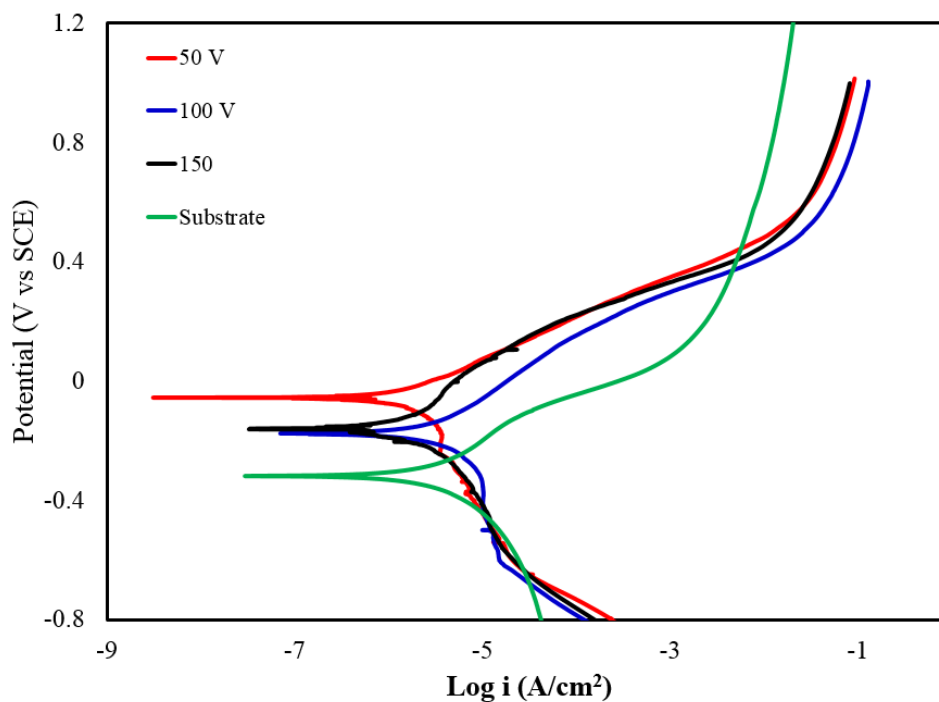
شکل ۴-۱۴- تغییرات سختی پوشش‌های CrAlN برحسب ولتاژ بایاس.

جدول ۴-۹- سختی فیلم‌های CrAlN در ولتاژهای بایاس متفاوت.

نمونه	۵۰ V	۱۰۰ V	۱۵۰ V
سختی (GPa)	۱۴/۷۰	۱۸/۰۸	۲۳/۲۰
مدول یانگ (GPa)	۲۸۵/۹۹	۴۴۷/۲۵	۳۰۴/۶۵

۴-۲-۵- بررسی آزمون های امپدانس با EIS

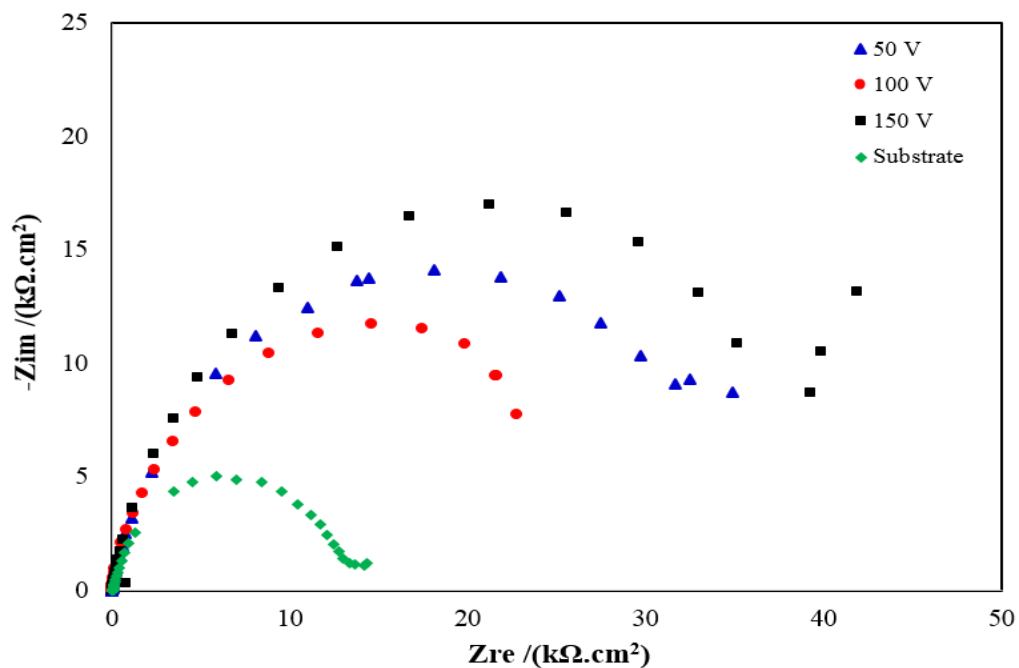
شکل ۴-۱۵ پلاریزاسیون نمونه های GrAlN را در ولتاژهای بایاس گوناگون نشان می دهد. در این آزمون جریان خوردگی و پتانسیل خوردگی مشخص شده و سرعت خوردگی به دست می آید. با رسم مماس بر منحنی در دو شاخه کاتدی و آنودی می توان مقدار جریان خوردگی را به روش تافل به دست آورد. باتوجه به نتایج به دست آمده مشاهده می کنیم که ولتاژ بایاس ۱۵۰V کمترین مقدار دانسیته جریان خوردگی را در بین سایر نمونه ها دارا می باشد. باتوجه به مطالعات به دست آمده در می یابیم با افزایش ولتاژ بایاس مقاومت به خوردگی بهبود می یابد که دلیل آن هم کاهش اندازه و تعداد درشت ذرات همزمان با افزایش ولتاژ بایاس است. این امر موجب کاهش سرعت خوردگی می گردد در این پژوهش این نتیجه در بایاس ۱۵۰V دیده می شود [۴۳]. نتایج حاصل از آزمون EIS در جدول ۴-۱۰ ارائه شده است.



شکل ۴-۱۵- نمودار پلاریزاسیون نمونه ها در ولتاژ های بایاس متفاوت.

جدول ۴-۱۰: نتایج پارامتر پلاریزاسیون نمونه ها در ولتاژهای متفاوت.

نمونه های بایاس	E corr (V vs SCE)	I cor. ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)	Rp ($\Omega.\text{cm}^2$) $\times 10^4$
۵۰ V	-۰/۰۵۴	۲/۲۹۶	۲/۰۳۱
۱۰۰ V	-۰/۱۷۴	۲/۷۴۲	۱/۲۲۱
۱۵۰ V	-۰/۱۶۱	۱/۱۵۱	۲/۷۵۹



شکل ۴-۱۶- نمودار نایکوئیست بعد از خوردگی در ولتاژهای بایاس متفاوت.

نمودار نایکوئیست مربوط به زیر لایه و نمونه‌های پوشش داده شده در ولتاژهای بایاس متفاوت در شکل شماره ۴-۱۶ نشان داده شده است. منحنی نایکوئیست الکتروشیمیایی برای زیر لایه فولاد زنگ نزن و همه نمونه‌های پوشش شده به صورت نیم دایره نامنظم می‌باشند. در همه ولتاژهای بایاس قطر نیم دایره به دست آمده نسبت به زیر لایه فولادی بیشتر است و در بین نمونه‌های پوشش شده بهترین مقاومت

به خوردگی در پوشش CrAlN اعمال شده در ولتاژ بایاس 150 V - دیده می شود. در این نمونه و در فرکانس های پایین امپدانس واربرگ مشاهده می شود که نشان دهنده کنترل نفوذی فرایند الکتروشیمیایی است [52]. این حالت زمانی ایجاد می گردد که فرایند نفوذ الکترولیت از میان فیلم های سطحی، کنترل کننده فرآیند باشد. کمترین مقاومت به خوردگی در بین پوشش ها مربوط به نمونه های رسوب داده شده در ولتاژ بایاس 150 V - است.

فصل ۵

نتیجه گیری و پیشنهادات

۵ نتیجه گیری و پیشنهادات

۵-۱- خلاصه نتایج

نتایج مرحله اول:

- (۱) با افزایش چرخه کار از ۲۰٪ به ۸۰٪ ضخامت لایه ها از $1/56 \mu\text{m}$ به $2/07 \mu\text{m}$ کاهش می یابد.
- (۲) بررسی های مورفولوژی سطح نشان می دهد با افزایش چرخه کار از ۲۰٪ به ۸۰٪ اندازه کریستالی ذرات از ۲۰ به ۱۶ nm رسیده است.
- (۳) سختی پوشش ها با افزایش چرخه کار از ۲۰٪ به ۸۰٪ از ۱۸/۸۹ به ۳۷/۷۹ GPa افزایش می یابد.
- (۴) میزان دانسیته جریان خوردگی پوشش ها با افزایش چرخه کار از ۲۰٪ به ۸۰٪ به ترتیب از ۲/۲۷ تا $3/40 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ افزایش می یابد.
- (۵) میزان زبری سطح با افزایش چرخه کار تغییرات چندانی نداشته و روند ثابتی در محدوده $0/6 \mu\text{m}$ دارد.

نتایج مرحله دوم:

- (۱) با افزایش ولتاژ بایاس از ۵۰ به ۱۵۰V ضخامت لایه ها از $1/74 \mu\text{m}$ به $1/80 \mu\text{m}$ افزایش می یابد.
- (۲) بررسی های مورفولوژی سطح نشان می دهد اندازه کریستالی ذرات با افزایش ولتاژ بایاس از ۵۰ به ۱۵۰V از ۱۸ به ۱۰ nm رسیده است.
- (۳) سختی با افزایش ولتاژ بایاس از ۵۰ به ۱۵۰ ولت ۲۶/۴ به ۲۳/۹۶ GPa کاهش می یابد.
- (۴) میزان دانسیته جریان خوردگی پوشش ها با افزایش ولتاژ بایاس از ۵۰ به ۱۵۰ ولت به ترتیب از ۲/۲۹ به $1/15 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ کاهش می یابد.
- (۵) میزان زبری سطح با افزایش ولتاژ بایاس از ۶۲/۰ به $0/52 \mu\text{m}$ کاهش می یابد.

۵-۲- پیشنهادات

(۱) افزایش دمای زیر لایه تا 90.0°C به منظور بهبود در مکانیزم های سایش و ویژگی های تریبولوژیکی

(۲) کاهش فشار کاری جهت کنترل فرایند های داخل محفظه پلاسما (جلوگیری از اثر نامطلوب

بمباران یونی در چرخه های کار بالا)

(۳) افزایش زمان رسوب گذاری به جهت رسیدن به پوشش هایی با زبری سطح کمتر

- [1] D.S.F. Crothers, F. Großmann, A. Anders, B.M. Smirnov, Springer Series on atomic, optical, and plasma physics 48 Theoretical Femtosecond Physics Atoms and Molecules in Strong Laser Fields 51 Reference Data on Atomic Physics and Atomic Process, n.d. doi:10.1007/9780387791081.
- [2] H.C. Patel, G. Deheri, H.S. Patel, S.M. Mehta, Proceedings of International Conference on Advances in Tribology and Engineering Systems, 2014. doi:10.1007/978-81-322-1656-8.
- [3] Key to Steel, Key to Steel, 2004. doi:10.1111/hiv.12147 LK - <http://bb2sz3ek3z.search.serialssolutions.com?sid=EMBASE&issn=14642662&id=doi:10.1111%2Fhiv.12147&atitle=Challenges+of+hepatitis+B-HIV+co-infection+screening+and+management+in+resource-limited+settings&stitle=HIV+Med.&title=HIV+Medicine&volume=15&issue=&spage=142&epage=&aulast=Murphy&aufirst=C.&auinit=C.&aufull=Murphy+C.&coden=&isbn=&pages=142-&date=2014&auinit1=C&auinitm=>.
- [4] Q. Yang, L.R. Zhao, Dry sliding wear of magnetron sputtered TiN/CrN superlattice coatings, Surf. Coatings Technol. 173 (2003) 58–66. doi:10.1016/S0257-8972(03)00516-4.
- [5] S. Zhang, L. Wang, Q. Wang, M. Li, A superhard CrAlSiN superlattice coating deposited by multi-arc ion plating: I. Microstructure and mechanical properties, Surf. Coatings Technol. 214 (2013) 160–167. doi:10.1016/j.surfcoat.2012.05.144.
- [6] S. Zhang, L. Wang, Q. Wang, M. Li, A superhard CrAlSiN superlattice coating deposited by a multi-arc ion plating: II. Thermal stability and oxidation resistance, Surf. Coatings Technol. 214 (2013) 153–159. doi:10.1016/j.surfcoat.2012.05.143.
- [7] Q. Luo, W.M. Rainforth, W.D. Münz, TEM studies of the wear of TiAlN/CrN superlattice coatings, Scr. Mater. 45 (2001) 399–404. doi:10.1016/S1359-6462(01)01018-1.
- [8] I. Kim, F. Khatkhatay, L. Jiao, G. Swadener, J.I. Cole, J. Gan, H. Wang, TiN-based coatings on fuel cladding tubes for advanced nuclear reactors, J. Nucl. Mater. 429 (2012) 143–148. doi:10.1016/j.jnucmat.2012.05.001.
- [9] G. Paller, B. Matthes, W. Herr, E. Broszeit, Tribological properties of r.f.-sputtered titanium-based hard coatings and their behaviour under plastics-processing conditions, Mater. Sci. Eng. A. 140 (1991) 647–654. doi:10.1016/0921-5093(91)90490-E.
- [10] M. Kawate, A. Kimura, T. Suzuki, Oxidation resistance of Cr 1, 165 (2003) 163–

- [11] F.L. O. Banakh¹, P.E. Schmid, R. Sanjine's, High-temperature oxidation resistance of Cr_{1-y}Al_xN thin films deposited, *J. Phys. D. Appl. Phys.* 45 (2012) 422001. doi:10.1088/0022-3727/45/42/422001.
- [12] Y. Küçük, A. Öztel, M.Y. Balali, M. Öge, M.S. Gök, Evaluation of the wear behavior of nitride-based pvd coatings using different multi-criteria decision-making methods, *Mater. Tehnol.* 51 (2017) 307–316. doi:10.17222/mit.2016.041.
- [13] S. Veprek, M.G.J. Veprek-Heijman, P. Karvankova, J. Prochazka, Different approaches to superhard coatings and nanocomposites, *Thin Solid Films.* 476 (2005) 1–29. doi:10.1016/j.tsf.2004.10.053.
- [14] J.L. Mo, M.H. Zhu, Tribological oxidation behaviour of PVD hard coatings, *Tribol. Int.* 42 (2009) 1758–1764. doi:10.1016/j.triboint.2009.04.026.
- [15] O. Banakh, C. Rojas, P.E. Schmid, F. Levy, Sanjinés et al. - 2002 - Electronic properties of Cr_{1-x}Al_xN thin films deposited by reactive magnetron sputtering - *Thin Solid Films.pdf*, 421 (2002) 312–317. doi:http://dx.doi.org/10.1016/B978-0-323-26278-1.00010-6.
- [16] J.L. Endrino, G.S. Fox-Rabinovich, C. Gey, Hard AlTiN, AlCrN PVD coatings for machining of austenitic stainless steel, *Surf. Coatings Technol.* 200 (2006) 6840–6845. doi:10.1016/j.surfcoat.2005.10.030.
- [17] W. Xu, X. Du, S. Wang, Z. Wang, Correlation of solidity and curved blade in compressor cascade design, *Appl. Therm. Eng.* 131 (2018) 244–259. doi:10.1016/j.applthermaleng.2017.12.003.
- [18] M. Keidar, R.L. Boxman, S. Goldsmith, Macroparticle interaction with a substrate in cathodic, *Surf. Coatings Technol.* 86–87 (1996) 415–420.
- [19] J. Vetter, E. Lugscheider, S.S. Guerreiro, (Cr:Al)N coatings deposited by the cathodic vacuum arc evaporation, *Surf. Coatings Technol.* 98 (1998) 1233–1239. doi:10.1016/S0257-8972(97)00238-7.
- [20] H. Willmann, P.H. Mayrhofer, L. Hultman, C. Mitterer, Hardness evolution of Al-Cr-N coatings under thermal load, *J. Mater. Res.* 23 (2008) 2880–2885. doi:10.1557/JMR.2008.0366.
- [21] P.H. Mayrhofer, H. Willmann, L. Hultman, C. Mitterer, Influence of different atmospheres on the thermal decomposition of Al-Cr-N coatings, *J. Phys. D. Appl. Phys.* 41 (2008). doi:10.1088/0022-3727/41/15/155316.
- [22] P.H. Mayrhofer, H. Willmann, A.E. Reiter, Structure and phase evolution of Cr-Al-N coatings during annealing, *Surf. Coatings Technol.* 202 (2008) 4935–4938. doi:10.1016/j.surfcoat.2008.04.075.
- [23] Q.M. Wang, K.H. Kim, Effect of negative bias voltage on CrN films deposited by arc ion plating. II. Film composition, structure, and properties, *J. Vac. Sci. Technol. A Vacuum, Surfaces, Film.* 26 (2008) 1267–1276. doi:10.1116/1.2966434.

- [24] C.L. Chang, C.S. Huang, Effect of bias voltage on microstructure, mechanical and wear properties of Al-Si-N coatings deposited by cathodic arc evaporation, *Thin Solid Films*. 519 (2011) 4923–4927. doi:10.1016/j.tsf.2011.01.054.
- [25] Z. Wu, X. Tian, Z. Wang, C. Gong, S. Yang, C.M. Tan, P.K. Chu, Microstructure and mechanical properties of CrN films fabricated by high power pulsed magnetron discharge plasma immersion ion implantation and deposition, *Appl. Surf. Sci.* 258 (2011) 242–246. doi:10.1016/j.apsusc.2011.08.039.
- [26] Y. Lv, L. Ji, X. Liu, H. Li, H. Zhou, J. Chen, The structure and properties of CrAlN films deposited by mid-frequency unbalanced magnetron sputtering at different substrate bias duty cycles, *Surf. Coatings Technol.* 206 (2012) 3961–3969. doi:10.1016/j.surfcoat.2012.03.068.
- [27] M. Raoufi, S. Mirdamadi, F. Mahboubi, S. Ahangarani, M.S. Mahdipoor, H. Elmkhah, Correlation between the surface characteristics and the duty cycle for the PACVD-derived TiN nanostructured films, *Surf. Coatings Technol.* 205 (2011) 4980–4984. doi:10.1016/j.surfcoat.2011.04.091.
- [28] R.L. Boxman, S. Goldsmith, Macroparticle contamination in cathodic arc coatings: generation, transport and control, *Surf. Coatings Technol.* 52 (1992) 39–50. doi:10.1016/0257-8972(92)90369-L.
- [29] R. Aharonov, R.; Chhowalla, M.; Dhar, S.; Fontana, 29.Factors_affecting_growth_defect_formatio.pdf, *Surf. Coatings Technol.* 82 (1996) 343–344.
- [30] K.-W. Wang, D. -Y; Weng, Deposition of CrN coatings by current-modulating cathodic arc evaporation, *Surf. Coatings Technol.* 137 (1365) 31–37. <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0257897200011117>.
- [31] R.L. Boxman, V.N. Zhitomirsky, Vacuum arc deposition devices, *Rev. Sci. Instrum.* 77 (2006). doi:10.1063/1.2169539.
- [32] Y. Hu, L. Li, H. Dai, X. Li, X. Cai, P.K. Chu, Effects of pulse parameters on macro-particle production in pulsed cathodic vacuum arc deposition, *Surf. Coatings Technol.* 201 (2007) 6542–6544. doi:10.1016/j.surfcoat.2006.09.071.
- [33] H. Dai, L. Li, Y. Hu, X. Li, P.K. Chu, Effects of pulsing frequencies on macro-particle contamination during pulsed vacuum arc deposition, *Surf. Coatings Technol.* 201 (2007) 6545–6549. doi:10.1016/j.surfcoat.2006.09.108.
- [34] J. Romero, M.A. Gómez, J. Esteve, F. Montalà, L. Carreras, M. Grifol, A. Lousa, CrAlN coatings deposited by cathodic arc evaporation at different substrate bias, *Thin Solid Films*. 515 (2006) 113–117. doi:10.1016/j.tsf.2006.01.061.
- [35] X.-Z. Ding, A.L.K. Tan, X.T. Zeng, C. Wang, T. Yue, C.Q. Sun, Corrosion resistance of CrAlN and TiAlN coatings deposited by lateral rotating cathode arc, *Thin Solid Films*. 516 (2007) 5716–5720. doi:10.1016/j.tsf.2007.07.069.
- [36] Y.C. Chim, X.Z. Ding, X.T. Zeng, S. Zhang, Oxidation resistance of TiN, CrN, TiAlN and CrAlN coatings deposited by lateral rotating cathode arc, *Thin Solid Films*. 517 (2009) 4845–4849. doi:10.1016/j.tsf.2009.03.038.

- [37] L. Wang, G. Zhang, R.J.K. Wood, S.C. Wang, Q. Xue, Fabrication of CrAlN nanocomposite films with high hardness and excellent anti-wear performance for gear application, *Surf. Coatings Technol.* 204 (2010) 3517–3524. doi:10.1016/j.surfcoat.2010.04.014.
- [38] Y. Wei, C. Gong, Effects of pulsed bias duty ratio on microstructure and mechanical properties of TiN/TiAlN multilayer coatings, *Appl. Surf. Sci.* 257 (2011) 7881–7886. doi:10.1016/j.apsusc.2011.04.066.
- [39] C.L. Chang, C.S. Huang, Effect of bias voltage on microstructure, mechanical and wear properties of Al-Si-N coatings deposited by cathodic arc evaporation, *Thin Solid Films.* 519 (2011) 4923–4927. doi:10.1016/j.tsf.2011.01.054.
- [40] A. Liu, J. Deng, H. Cui, Y. Chen, J. Zhao, Friction and wear properties of TiN, TiAlN, AlTiN and CrAlN PVD nitride coatings, *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 31 (2012) 82–88. doi:10.1016/j.ijrmhm.2011.09.010.
- [41] F. Lomello, F. Sanchette, F. Schuster, M. Tabarant, A. Billard, Influence of bias voltage on properties of AlCrN coatings prepared by cathodic arc deposition, *Surf. Coatings Technol.* 224 (2013) 77–81. doi:10.1016/j.surfcoat.2013.02.051.
- [42] B. Warcholinski, A. Gilewicz, Effect of substrate bias voltage on the properties of CrCN and CrN coatings deposited by cathodic arc evaporation, *Vacuum.* 90 (2013) 145–150. doi:10.1016/j.vacuum.2012.04.039.
- [43] C.H. Liang, C.F. Huang, H.Y. Tsai, The influence of substrate bias voltages on structure, mechanical properties and anti-corrosion performance of Cr doped diamond-like carbon films deposited by steered cathodic arc evaporation, *Thin Solid Films.* 597 (2015) 88–96. doi:10.1016/j.tsf.2015.11.010.
- [44] X. Chen, Y. Xi, J. Meng, X. Pang, H. Yang, Effects of substrate bias voltage on mechanical properties and tribological behaviors of RF sputtered multilayer TiN/CrAlN films, *J. Alloys Compd.* 665 (2016) 210–217. doi:10.1016/j.jallcom.2015.10.076.
- [45] Q. Wang, F. Zhou, J. Yan, Evaluating mechanical properties and crack resistance of CrN, CrTiN, CrAlN and CrTiAlN coatings by nanoindentation and scratch tests, *Surf. Coatings Technol.* 285 (2016) 203–213. doi:10.1016/j.surfcoat.2015.11.040.
- [46] H. Elmkhah, A. Abdollah-zadeh, F. Mahboubi, A.R.S. Rouhaghdam, A. Fattah-alhosseini, Correlation between the duty cycle and the surface characteristics for the nanostructured titanium aluminum nitride coating deposited by pulsed-DC PACVD technique, *J. Alloys Compd.* 711 (2017) 530–540. doi:10.1016/j.jallcom.2017.03.120.
- [47] W. Liu, Q. Chu, J. Zeng, R. He, H. Wu, Z. Wu, S. Wu, PVD-CrAlN and TiAlN coated Si₃N₄ ceramic cutting tools —1. Microstructure, turning performance and wear mechanism, *Ceram. Int.* 43 (2017) 8999–9004. doi:10.1016/j.ceramint.2017.04.041.
- [48] N. Petkov, T. Bakalova, T. Cholakova, H. Bahchedzhiev, P. Louda, P. Ryšánek,

- M. Kormunda, P. Čapková, P. Kejzlar, Study of surface morphology, structure, mechanical and tribological properties of an AlSiN coating obtained by the cathodic arc deposition method, *Superlattices Microstruct.* 109 (2017) 402–413. doi:10.1016/j.spmi.2017.05.022.
- [49] S.S. Zhao, Y.H. Zhao, L.S. Cheng, V.V. Denisov, N.N. Koval, B.H. Yu, H.J. Mei, Effects of substrate pulse bias duty cycle on the microstructure and mechanical properties of Ti-Cu-N films deposited by magnetic field-enhanced arc ion plating, *Acta Metall. Sin. (English Lett.* 30 (2017) 176–184. doi:10.1007/s40195-017-0536-0.
- [50] J. Khakzadian, S.H. Hosseini, K. Zangeneh Madar, The effect of the substrate temperature on the microstructure properties of the NiCrAl coating in cathodic arc deposition, *Surf. Coatings Technol.* 337 (2018) 342–348. doi:10.1016/j.surfcoat.2018.01.001.
- [51] J. Lin, M. Pinkas, W.D. Sproul, J.J. Moore, The phase and microstructure of CrAlN films deposited by pulsed dc magnetron sputtering with synchronous and asynchronous bipolar pulses, *Thin Solid Films.* 520 (2011) 166–173. doi:10.1016/j.tsf.2011.06.104.
- [52] ذولفقاری، سحر؛ علی اشرفی و احمد ساعتچی، ۱۳۹۲، بررسی تأثیر غلظت بازدارنده سدیم مولیبدات بر مکانیزم خوردگی فولاد زنگ نزن ۳۱۶ در محیط لیتیم بروماید با استفاده از امپدانس الکتروشیمیایی، چهاردهمین کنگره ملی خوردگی، تهران، انجمن خوردگی ایران، دانشکده فنی تهران، https://www.civilica.com/Paper-INCC14-INCC14_058.html

Abstract

CrAlN coatings have NaCl cubic structure. According to significant mechanical and tribological properties and high thermal stability, this kind of coatings is used mainly as resistant layer in metal shaping molds, casting molds plastic and abrasive components. In this project CrAlN coating was applied to the 420 steel substrate with cathode arc evaporation. The purpose of this work was improve the speed of deposition rate along with reducing the surface roughness from 0.6 μm to 0.4 μm . At first stage with consider the constant of the machine parameters such as: arc voltage, frequency and bias voltage, variable duty cycle at 4 values of 20%, 40%, 60%, 80% applied separately when it coated and after obtaining the optimum amount of duty cycle, in second step the effect of bias voltage variable in 3 values -50v, -100v, -150v were investigated separately. The mechanical and tribological characteristics of the coatings. Micro structure and thickness of the coatings with use of scanning electron microscope (SEM), identification of formed phases and determination of crystalline structure by X-ray diffraction (XRD) were investigated. The mechanical properties of coatings, including the hardness and modulus of young were determined by the nano indentation. Corrosion resistance was investigated by using corrosion test (Electrochemistry impedance and TOEFL). At first stage the layers thickness decrease with increase of duty cycle, and the increase of bias voltage at second stage. Mechanical properties and young's modul in both stage with increase the parameters mentioned in first step increase from 18.89 to 37.79 and in second stage decrease from 24.60 to 23.96 respectively. The density of corrosion coatings in first stage increase from 2.27 to 3.40 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ and in second stage decrease from 2.29 to 1.15 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$.

Keywords: CrAlN coatings, Duty cycle, Bias voltage, Cathodic arc, Corrosion.



Faculty of Chemical and Materials Engineering

M.Sc. Thesis in Ceramic Engineering

Investigating the effect of bias voltage and duty cycle on surface properties of CrAlN coatings produced by cathodic arc evaporation

By: Niloofar Arab Baseri

Supervisors:

Dr. Majid mohammadi

Dr. Mojtaba ghatee

Advisor:

Dr. Marziyeh abbasi

January 2018