



## بررسی زاویه ای لایه نشانی فیلم های نازک نیتريد نیکل بر روی استنلس استیل با استفاده از دستگاه پلاسمای

### کانونی شریف

علی صفرزاده ، سید عبدالهادی حسین زاده\* ، ناصر وثوقی

دانشگاه صنعتی شریف، دانشکده مهندسی انرژی، گروه مهندسی هسته ای

### چکیده

دستگاه پلاسمای کانونی دستگاهی است که قابلیت تولید یون، نوترون، ایکس و امواج الکترومغناطیسی را در بازه ی وسیعی از انرژی ها دارد. در این مقاله با استفاده از یون های تولیدی از دستگاه پلاسمای کانونی دانشگاه صنعتی شریف (SUT-PF)، به بررسی اثر زاویه بر لایه نشانی فیلم های نازک نیتريد نیکل بر روی زیرلایه استنلس استیل پرداخته شده است. آنالیزهای انجام گرفته SEM, XRD, EDS، آنالیز خوردگی و تصاویر استروگرافی می باشند. نتایج نشان داد که فرم تشکیل لایه ها آمورف نمی باشد و بلورینگی را می توان در فیلم های نازک مشاهده کرد. میزان نرخ خوردگی بدست آمده از آنالیز خوردگی نشان داد که با افزایش زاویه نمونه ها نسبت به سر آند ، شاهد افزایش چشمگیری در این کمیت هستیم و این با درصد نیکل موجود در نمونه ها، بدست آمده از آنالیز EDS ، کاملاً در ارتباط است.

کلمات کلیدی: پلاسمای کانونی، SEM, XRD, EDS، آنالیز خوردگی، استروگرافی

## مقدمه

دستگاه پلاسمای کانونی به عنوان یک منبع یونی قوی جهت فرایند لایه نشانی به شدت مورد توجه قرار گرفته است [۱-۴]. روش های متفاوتی جهت لایه نشانی وجود دارد که از آن میان می توان به لایه نشانی تبخیر فیزیکی (PVD)، لایه نشانی تبخیر شیمیایی (CVD)، روش اسپاترینگ<sup>۳</sup> و غیره اشاره کرد. در این پژوهش از روش پلاسمای کانونی و دستگاه پلاسمای کانونی دانشگاه صنعتی شریف (SUT - PF) استفاده شده است. دستگاه پلاسمای کانونی (DPF) و وسیله ای است که توانایی تشکیل پلاسمای ناپایدار، داغ (1Kev) و چگال (حدود  $10^{19} \text{ cm}^{-3}$ ) و همچنین توانایی تولید اشعه های ایکس، نوترون و یون را در گستره ی پیوسته ای از طول موج و انرژی و در دمای بسیار بالا (حدود  $10^7 \text{ K}^0 - 5 \times 10^5$ ) و طی فرآیند یونیزاسیون را دارا می باشد [۵-۸].

<sup>۱</sup>Physical vapor deposition

<sup>۲</sup>Chemical Vapor Deposition

<sup>۳</sup>Sputtering

<sup>۴</sup>Dense Plasm Focus



این مورد انجام گرفته  
در دانشکده مهندسی صنایع  
[۹] با استفاده از

بست و ششمین کنفرانس هسته‌ای ایران

۸ و ۷ اسفندماه ۱۳۹۸ - دانشگاه صنعتی خواجه نصیرالدین طوسی - تهران



پروژه‌های مختلفی در  
است. ذکاالله و همکاران

در انرژی پایین

دستگاه پلاسمای کانونی

زیرکونیوم کربید به صورت کریستالی تولید کردند. مرتضی و همکاران [۱۰] با استفاده از دستگاه پلاسمای کانونی در انرژی پایین به بررسی تاثیر فشار گاز و تعداد شات در لایه‌نشانی زیرکونیوم کربید بر روی

زیرکونیوم پرداخته اند. حسین زاده و همکاران [۱۱] با استفاده از دستگاه پلاسمای کانونی دانشگاه صنعتی شریف (SUT - PF)، با نشان دادن مولیبدن بر روی استیل 304L تحت زوایای ۰، ۵ و ۱۰ درجه و در فاصله‌ی ثابت ۷ سانتی متری و بررسی ویژگی‌هایی آن نشان دادند که در نمونه‌ی لایه نشانده شده، تعداد فرورفتگی‌های کوچک با افزایش زاویه بیشتر شده و در نمونه ۱۰ درجه نسبت به آند، این میزان نسبت به سایر نمونه‌ها بیشتر بوده است. آقای حسین نژاد و دیگران [۱۲] نیتريد تنگستن را بر روی زیرلایه‌ی استیل 304L در فاصله‌ی ۸ سانتی متر و تحت زوایای ۰، ۱۰ و ۳۰ درجه به کمک دستگاه پلاسمای کانونی با انرژی پایین (2 KJ) نشان دادند. نتیجه‌ی پژوهش نشان داده است که درجه بلورینگی فیلم‌های نازک به شدت به موقعیت محوری و زاویه ای نمونه بستگی دارد. در این پژوهش از فلز نیکل به عنوان لایه و استیل 304L جهت نمونه‌برداری استفاده شده است. نمونه‌ها در ۴۰ شات و در فاصله‌ی ۵ سانتی متری آند و تحت زوایای ۰، ۵ و ۱۰ درجه لایه‌نشانی شده اند. آنالیزهای صورت گرفته بر روی نمونه‌ها شامل: XRD, SEM, EDS, Corrosion Resistance بوده است.

## مواد و روش‌ها

دستگاه پلاسمای کانونی دانشگاه صنعتی شریف، از نوع مدر با مشخصات  $L = 170 \text{ nH}$ ,  $V = 20 \text{ KV}$ ,  $C = 39 \mu\text{F}$  و 7 KJ ساخته شده است که مشخصات آن در جدول (۱) آورده شده است.

جدول (۱). مشخصات دستگاه پلاسمای کانونی دانشگاه صنعتی شریف

پارامتر	مقدار
طول مؤثر آند	۱۴ cm
طول مؤثر کاتد	۱۳,۵ cm
شعاع کاتد	۱,۲۵ cm
شعاع آند	۱,۸ cm
تعداد کاتد	۶
جریان بیشینه	۲۵۰ KA

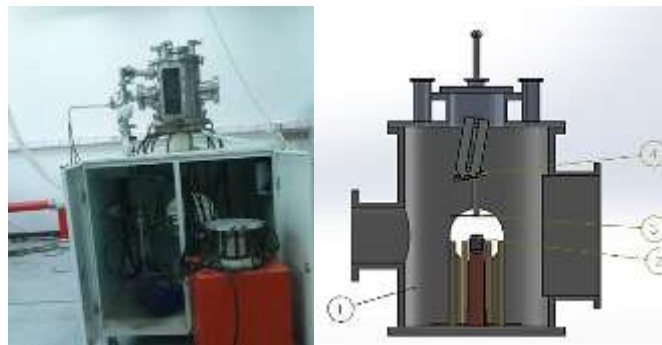
طول مؤثر عایق	۲,۴۵ cm
ضخامت عایق	۳ mm

جهت انجام این پژوهش، از دستگاه پلاسمای کانونی در  $V = 12 \text{ KV}$  و فشار گاز نیتروژن  $P = 0.38 \text{ Torr}$  استفاده شده است. این آزمایش در فاصله‌ی ۵ سانتی‌متر و با ۴۰ شات و زوایای ۰، ۵ و ۱۰ درجه انجام شده است. در جدول (۲)، نمونه‌ها با توجه به شرایط مختلف شماره گذاری شده اند.

جدول (۲). خلاصه‌ای از شرایط مختلف لایه‌نشانی در حالت زاویه‌دار

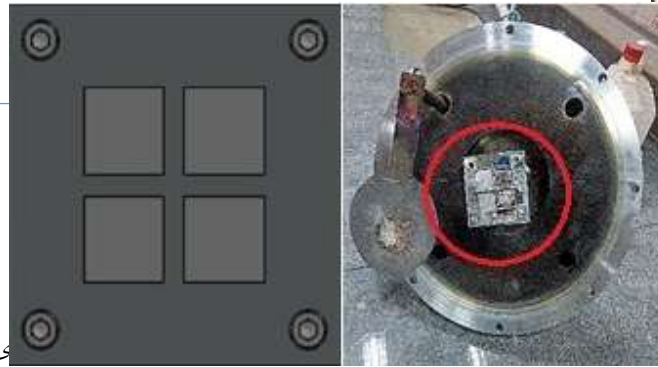
نمونه	فاصله نمونه (cm)	تعداد شات	(زاویه- تعداد شات- فاصله آند تا نمونه)
۰ (پایه)	۰	۰	۰۰-۰۰-۰۰
۱	۵	۴۰	۰۵-۴۰-۰۰
۲	۵	۴۰	۰۵-۴۰-۰۵
۳	۵	۴۰	۰۵-۴۰-۱۰

شمای کلی از آزمایش انجام شده در شکل (۱) نشان داده شده است.



شکل (۱). نمونه‌ای از شکل ظاهری دستگاه پلاسمای کانونی. ۱. بدنه دستگاه، ۲. محل قرارگیری نیکل بر روی محور آند در مرکز، ۳. شاتر و ۴. نگه‌دارنده‌ی نمونه.

در این لایه‌نشانی، فلز نیکل به صورت قرص دایره‌ای به قطر ۱۸ میلی‌متر و ارتفاع ۲۰ میلی‌متر به عنوان جنس لایه و استیل 304L در ابعاد  $1 \times 10 \times 10$  میلی‌متر با جایگذاری در موقعیت مناسب مطابق با شکل (۲)، به عنوان زیرلایه قرار گرفته است. پس از اعمال شات‌های مورد نظر، یون‌های نیکل بر روی زیرلایه استیل 304L نشانده شده و به صورت یکنواخت لایه‌ای را تشکیل داده‌اند.



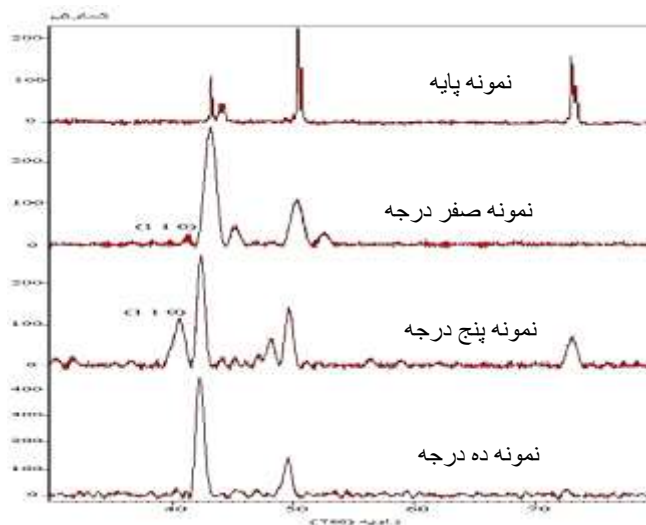
شکل (۲). نمایشی از

شکل (۲). نمایشی از

## نتایج و تحلیل‌ها

### ۱- آنالیز XRD

در شکل (۳)، آنالیز XRD، نشان داد که ذرات نیکل به صورت کریستالی بر روی زیرلایه استیل 304L نشانده شده‌اند. بررسی‌ها نشان داده است که با افزایش زاویه به دلیل کاهش یون‌های نیکل رسیده به زیرلایه میزان لایه کاهش یافته است. با استفاده از پیک‌های به دست آمده در طیف XRD های به دست آمده و همچنین تطابق نمودارهای حاصله با نمودارهای نیکل و نیتريد نیکل، می‌توان مشاهده کرد که ذرات نیکل به صورت کریستالی (بلوری) بر روی زیرلایه استیل نشانده شده است.

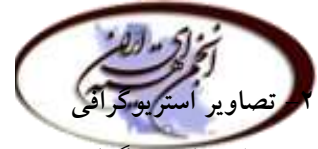




میزان پوشش حاصل

بیست و ششمین کنفرانس هم‌تای ایران

۸ و ۷ اسفندماه ۱۳۹۸ - دانشگاه صنعتی خواجه نصیرالدین طوسی - تهران



تصاویر استریوگرافی

در تصاویر استریوگرافی

های به‌دست آمده

از لایه‌نشانی را در نمونه -

است. این تصاویر در شرایط متفاوت زاویه صفر و پنج و ده درجه و در فاصله ثابت ۵ سانتی متر و شات ثابت ۴۰،

افزایش زاویه، کاهش میزان

گرفته شده است. با

روی زیرلایه استیل با درصد

ذرات نشسته شده بر

شکل (۴) نشان داده شده

پوشش آن در

است.



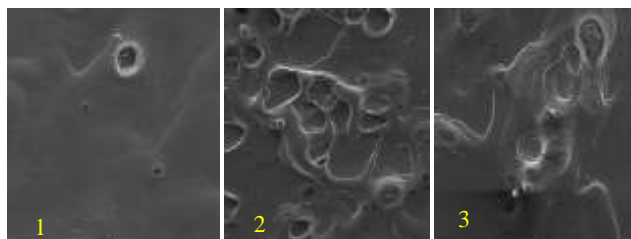
شکل (۴). تصاویر استریوگرافی.

### SEM-۳- آنالیز

آنالیز SEM، جهت تحلیل تصاویر حاصل از میکروسکوپ الکترونی روبشی که مورفولوژی سطح را نشان داده است، به کار گرفته شد. آنالیز SEM سطحی و عرضی از نمونه‌ها به دست آمده است.

### ۴- آنالیز SEM سطحی

با توجه به تصاویر به دست آمده حاصل از نمونه‌های پایه و نمونه‌های موجود در جدول (۲)، نتایج زیر به دست آمده است. نمونه‌ی بدون زاویه نسبت به نمونه‌های زاویه‌دار دارای میزان پوشش بیشتری است. شار یون‌های نیکل رسیده به نمونه در حالت بدون زاویه از تعداد بیشتری برخوردار هستند و هرچه قدر زاویه بیشتر شود و از سر آند دورتر شویم، شار یون‌های رسیده به سطح نمونه کاهش یافته و میزان پوشش آن کمتر شده است. در شکل (۵) تصاویر SEM سطحی آورده شده است.



شکل (۵). تصاویر SEM به دست آمده از نمونه‌های ۱، ۲ و ۳.

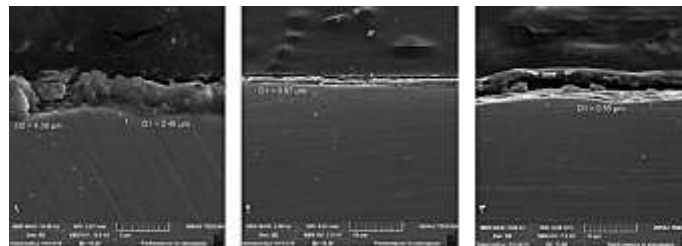
### ۵- آنالیز SEM عرضی

در این آنالیز، هدف ما مطالعه ضخامت و زبری سطح (Roughness) نمونه‌های ۰، ۵ و ۱۰ درجه در فاصله ثابت ۵ سانتی متر و شات ثابت ۴۰ می باشد. ضخامت نمونه صفر درجه از همه بیشتر بوده است و زبری سطح این نمونه نیز ماکزیمم

است. می توان نتیجه گرفت شار یونی در این زاویه بیشترین است. جدول (۳) و شکل (۶) این نتایج را به خوبی نشان می دهد.

جدول (۳). مقایسه ضخامت لایه‌های نشانده شده

ضخامت ( $\mu\text{m}$ )	شماره نمونه
$2/52571 \pm 0/469$	۰۵-۴۰-۰۰
$1/4625 \pm 0/3199121$	۰۵-۴۰-۰۵
$0/66875 \pm 0/17127737$	۰۵-۴۰-۱۰

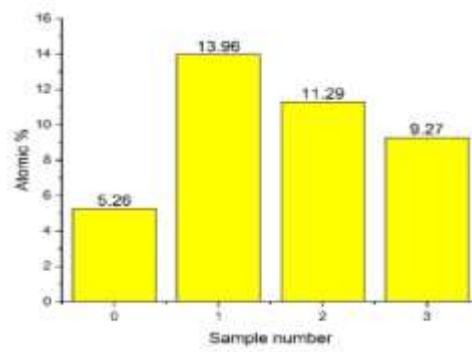


شکل (۶). سطح مقطع SEM عرضی.

۶- آنالیز EDS



این آنالیز، خصوصیات شیمیایی و تجزیه و تحلیل ساختاری و درصد اتمی نمونه‌های مورد نظر را به خوبی نشان می‌دهد. با استفاده از این آنالیز می‌توان درصد اتمی نیکل نشانده شده را به دست آورد. در شکل (۷) میزان نیکل موجود در نمونه‌ی بدون زاویه نسبت نمونه‌های زاویه‌دار بیشتر بوده است چرا که میزان شار یونی رسیده به سطح نمونه با افزایش زاویه کاهش یافته و در نتیجه میزان پوشش و نیکل موجود در نمونه‌های زاویه‌دار با کاهش روبه‌رو شده است.



شکل (۷). درصد ات. ۵ درجه (۲) و ۱۰ درجه (۳).

## ۷- آنالیز Corrosion Resistance

در آنالیز مقاومت خوردگی از روش پلاریزاسیون ۳,۵ % NaCl برای بررسی نرخ خوردگی نمونه‌ها استفاده شده است. این آنالیز نشان داد که نمونه‌ی صفر درجه نسبت به نمونه‌های ۵ و ۱۰ درجه، میزان پوشش بیشتری داشته و

با دور شدن از راستای آند و کاهش شار یون‌های رسیده به زیر لایه، میزان پوشش کاهش یافته است به همین دلیل میزان خوردگی در واحد زمان برای این نمونه‌ها با افزایش رو به رو بوده است. نمونه‌ی بدون زاویه از مقاومت بیشتری در برابر خوردگی برخوردار است این امر با میزان نیکل پوششی آن ارتباط مستقیم دارد. در جدول (۴) نرخ خوردگی نمونه‌ها نشان داده شده است.





جدول (۴). مقایسه نرخ خوردگی، جریان خوردگی و پتانسیل خوردگی در نمونه‌های پایه، صفر، ۵ و ۱۰ درجه

شماره نمونه	نرخ خوردگی (mpy)(mm/year)	جریان خوردگی ( $\mu\text{A}$ ) $I_{Corr}$	پتانسیل خوردگی (mV) $E_{Corr}$
(۰۰-۰۰-۰۰۰)	$5.878 \times 10^{-2}$ ( $1.493 \times 10^{-3}$ )	$3.545 \times 10^{-2}$	-92.020
(۰۵-۴۰-۰۰۰)	$2.794 \times 10^{-2}$ ( $7.097 \times 10^{-4}$ )	$1.647 \times 10^{-2}$	38.122
(۰۵-۴۰-۰۰۵)	$2.924 \times 10^{-2}$ ( $7.427 \times 10^{-4}$ )	$1.723 \times 10^{-2}$	-119.288
(۰۵-۴۰-۱۰۰)	$4.603 \times 10^{-2}$ ( $1.169 \times 10^{-3}$ )	$2.713 \times 10^{-2}$	-43.265

## نتیجه گیری

- در این پژوهش، دستگاه پلاسمای کانونی، با موفقیت فلز نیکل را بر روی استیل 304L نشانده. نتایج این آزمایش با بررسی تغییر زاویه‌ی نمونه‌ها از سر آمد، با تعداد ۴۰ شات و در فاصله‌ی ۵ سانتی‌متری از آمد به شرح زیر است:
- ۱- پوشش نمونه‌ها در نمونه‌ی بدون زاویه در شات و فاصله‌ی یکسان بهترین حالت بوده و به دلیل اینکه پینچ تشکیل شده در راستای محور Z بیشترین میزان است، یا افزایش زاویه از سر آمد، میزان پوشش کاهش یافته است، به گونه‌ای که در زاویه ۱۰ درجه این میزان به شدت کاهش یافته است.
  - ۲- آنالیزهای XRD نشان داده است که ساختار سطحی به صورت بلوری بوده چرا که میزان مشاهده‌ی پیک‌های نیکل در نمونه‌های با فاصله‌ی بیشتر (10 cm) به دلیل فرصت کافی یون‌های نیکل برای نشست و رشد بلوری، بیشتر بوده است.
  - ۳- تصاویر استریوگرافی نشانده اند که میزان پوشش در شات ثابت و در حالت بدون زاویه نسبت به نمونه‌ی



زاویه دار کاهش یافته است. تعداد یون‌های رسیده به سطح نمونه با افزایش میزان زاویه کاهش یافته و به همین دلیل میزان پوشش با کاهش همراه بوده است.

۴- آنالیزهای SEM سطحی نشان داده است که با افزایش زاویه میزان پوشش به دلیل کاهش تعداد یون‌های رسیده کاهش یافته و دارای ساختاری بلوری است. همچنین آنالیزهای SEM عرضی نشان داده است که مورفولوژی سطحی نمونه‌ها به صورت جزیره‌ای بوده و میزان ضخامت آن‌ها با افزایش زاویه کاهش یافته است.

۵- آنالیز EDS نشان داده است که میزان نیکل موجود در استیل 304L با افزایش زاویه رابطه‌ی عکس داشته و میزان پوشش نیز کاهش یافته است.

۶- آنالیز مقاومت خوردگی نشان داده است که میزان نرخ خوردگی با افزایش زاویه بدتر شده و مقاومت نمونه‌ها با افزایش زاویه و دورتر شدن از سطح آند کاهش یافته است. بنابراین نمونه بدون زاویه نسبت به نمونه‌های زاویه دار از مقاومت بیشتری به دلیل پوشش بیشتر برخوردار است.

#### مراجع

- [1] R.S. Rawat, W.M. Chew, P. Lee, T. White, S. Lee, Surf. Coat. Technol. 173 (2003) 276.
- [2] R.S. Rawat, P. Lee, T. White, L. Ying, S. Lee, Surf. Coat. Technol. 138 (2001) 159.
- [3] L.Y. Soh, P. Lee, X. Shuyan, S. Lee, R.S. Rawat, IEEE Trans. Plasma Sci. 32 (2004) 448.
- [4] Z.P. Wang, H.R. Yousefi, Y. Nishino, H. Ito, K. Masugata, Phys. Lett. A 372 (2008) 7179.
- [5] Y.kato, et, al., j vac.Sc.Technol.B,195-198(1988).
- [6] W. Neff, et al., SPIE, 1140, 1310(1989).
- [7] N. A. Nyson, X-rays in Atomic and Nuclear Physics, University of Birmingham, 2<sup>nd</sup> Edition(1990).
- [8] Alin Constantin Patran, PHD. Thesis, Nanyang Technological university(2002).
- [9] G. Murtaza, S.S. Hussain, N.U. Rehman, S. Naseer, M. Shafiq, M. Zakauallah, Surf. Coat. Technol. 205, 3012 (2011).
- [10] Murtaza G, Hussain SS, Rehman NU, Naseer S, Shafiq M, Zakauallah M (2011) Carburizing of zirconium using a low energy Mather type plasma focus. Surf Coat Technol 205(8-9):3012-3019.
- [11] Fereiduni, E., Hosseinzadeh, A., Nazmabadi, M., & Vosoughi, N. (2018). Effect of angular position on the quality of dense plasma focus-based additive layer manufactured molybdenum coatings. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology.
- [12] M. Hosseinejad, M. Ghorannevis, G. Etaati, M. Shirazi, and Z. Ghorannevis, "76.Deposition of tungsten nitride thin films by plasma focus device at different axial and angular positions," Applied Surface Science, vol. 257, pp. 7653-7658, 2011.



بیست و ششمین کنفرانس هم‌تای ایران

۸۰۷ اسفندماه ۱۳۹۸ - دانشگاه صنعتی خواجه نصیرالدین طوسی - تهران

