

بررسی تاثیر پارامترهای مختلف بر سینتیک رسوبدهی پوشش SiC اعمال شده به روش CVD بر روی کامپوزیت کربن - کربن

ناصر حسینی^۱، حسین آقاجانی^{۲*}

۱- کارشناسی ارشد، گروه مهندسی مواد، دانشگاه تبریز، تبریز، ایران

۲- استادیار، عضو هیئت علمی، گروه مهندسی مواد، دانشگاه تبریز، تبریز، ایران

*h_aghajani@tabrizu.ac.ir

(تاریخ دریافت: ۹۳/۱۲/۰۵، تاریخ پذیرش: ۹۴/۰۳/۰۹)

چکیده

در این پژوهش پس از اعمال پوشش SiC به روش رسوبدهی شیمیایی فاز بخار (CVD) بر روی کامپوزیت کربن-کربن، به بررسی تاثیر پارامترهای مختلف بر سینتیک رسوبدهی پرداخته شده است. به منظور بررسی فازی پوشش SiC از آنالیز XRD، ریز ساختار کامپوزیت کربن-کربن قبل و پس از اعمال پوشش SiC از آنالیز SEM و بررسی فرآورده‌های جانبی فرآیند از آنالیز EDS استفاده شده است. بر این اساس تاثیر پارامترهای دما، ترکیب گاز ورودی، زمان و موقعیت نمونه در رآکتور بر سرعت رسوبدهی بررسی شد. نتایج نشان می‌دهد با تغییر پارامترهای رسوبدهی با توجه به تغییر مکانیزم رسوبدهی، سرعت آن تحت تاثیر قرار می‌گیرد. همچنین تصاویر SEM نشان می‌دهد اندازه بلورهای SiC و ضخامت پوشش در شرایط بهینه رسوبدهی به ترتیب حدود ۳۰۰ nm و ۳ μm است. در نهایت، تصویر SEM سطح کامپوزیت کربن-کربن قبل و بعد از اعمال پوشش SiC مقایسه شده است.

واژه‌های کلیدی:

CVD، کامپوزیت کربن-کربن، پوشش SiC، سینتیک

۱- مقدمه

کامپوزیت‌ها، اکسیداسیون در دماهای بالاتر از ۵۰۰°C است که باعث ایجاد محدودیت در استفاده از این کامپوزیت در دماهای بالا شده است. مهمترین روش جلوگیری از اکسیداسیون این کامپوزیت‌ها اعمال پوشش بر روی سطح کامپوزیت و جلوگیری از نفوذ اکسیژن به داخل آن است [۷-۱۱]. محققان در طی سه دهه اخیر، مواد مختلفی را به عنوان پوشش برای جلوگیری از نفوذ اکسیژن به کامپوزیت و افزایش مقاومت به اکسیداسیون استفاده کرده‌اند. این مواد شامل بوریدها (مانند

کامپوزیت‌های کربن-کربن مواد پیشرفته کامپوزیتی بر پایه کربن هستند که خواص ویژه‌ای مانند وزن کم، استحکام دما بالای مناسب، سفتی زیاد، رسانایی حرارتی عالی، مقاومت در برابر شوک حرارتی عالی و مقاومت فرسایش دما بالای مناسب دارند. این خواص منحصر به فرد باعث شده است که به طور وسیعی از کامپوزیت‌های کربن-کربن به عنوان مواد سازه‌ای دما بالا در رآکتورهای ذوب، شاتل‌های فضایی، نازل موشک‌ها و دیسک ترمز هواپیماها استفاده شود [۱-۶]. مهمترین نقص این

۲- مواد و روش تحقیق

در این پژوهش از دستگاه LPCVD جهت اعمال پوشش SiC بر روی کامپوزیت کربن-کربن استفاده شد. همه مراحل طراحی و ساخت دستگاه LPCVD استفاده شده برای پوشش دهی، در گروه مهندسی مواد دانشگاه تبریز انجام شده است. این دستگاه از نوع CVD کم فشار بوده و به منظور تامین انرژی مورد نیاز واکنش‌ها از انرژی حرارتی استفاده شد و رآکتور این دستگاه از نوع افقی و دیواره گرم است. کامپوزیت کربن-کربن استفاده شده برای اعمال پوشش بر روی آن، از صنعت تهیه شد. مواد SiCl_4 (merk)، گاز CH_4 (خلوص ۹۹/۹۹) و گاز N_2 (خلوص ۹۹/۹۹) استفاده شده است. ماده اولیه SiCl_4 منبع تامین کننده عنصر Si، CH_4 منبع تامین کننده عنصر C و گاز N_2 نیز نقش رقیق کننده مواد اولیه در در رآکتور را بر عهده داشت. به منظور بررسی تاثیر چهار پارامتر دما، زمان، نسبت گازهای ورودی و موقعیت نمونه در رآکتور CVD، فرآیند رسوب دهی انجام شد. شرایط رسوب دهی SiC بر روی کامپوزیت کربن-کربن در جدول (۱) آمده است. رسوب دهی در فشار تقریباً ثابت، زمان ۳ ساعت، دماهای ۹۰۰، ۱۰۰۰ و ۱۱۰۰°C و در ترکیب مواد اولیه ($\text{SiCl}_4:\text{N}_2:\text{CH}_4$) و با مقادیر (۲:۱۰۰:۱۰۰)، (۴:۱۰۰:۱۰۰) و (۶:۱۰۰:۱۰۰) sccm انجام شد. به منظور بررسی تاثیر زمان بر سرعت رسوب دهی SiC بر روی کامپوزیت کربن-کربن، آزمایش‌های شماره ۴، ۹ و ۱۴ را در زمان‌های ۱ و ۲ ساعت نیز انجام شد. در ضمن باید ذکر نمود که به منظور بررسی تاثیر موقعیت نمونه در رآکتور CVD بر سرعت رسوب دهی در هر آزمایش در رآکتور در سه موقعیت مختلف نمونه‌ها قرار داده می شدند.

به منظور محاسبه سرعت رسوب دهی پوشش‌های SiC اعمال شده بر روی کامپوزیت کربن-کربن از رابطه زیر استفاده شد [۲۴-۲۵].

$$R = \frac{W - W_0}{A \cdot t} \quad (1)$$

که در این رابطه W_0 وزن نمونه قبل از اعمال پوشش، W وزن

HfB_2 و ZrB_2 ، سرامیک‌های اکسیدی (مانند ZrO_2)، سرامیک‌های کاربیدی (مانند SiC ، TiC و HfC) و سرامیک‌های نیتریدی (Si_3N_4 و AlN) هستند که به صورت‌های تک‌لایه، چند لایه و کامپوزیتی بر روی سطح کامپوزیت‌های کربن-کربن اعمال شده‌اند. هر کدام از این پوشش‌ها دارای مزایا و معایبی هستند ولی مهمترین نقص همه پوشش‌ها، اختلاف ضریب انبساط حرارتی زیاد با زمینه کامپوزیتی است که باعث ایجاد ترک در پوشش شده و کارایی آن را کاهش می‌دهد [۹-۱۴]. پوشش-کاربید سیلیسیم (SiC) نسبت به پوشش‌های دیگر، اختلاف ضریب انبساط حرارتی کمتری با کامپوزیت کربن-کربن داشته و قدرت چسبندگی آن به زمینه نیز زیاد است. بنابراین می‌تواند به طور موثری باعث افزایش مقاومت به اکسیداسیون کامپوزیت کربن-کربن شود [۱۵-۱۹].

روش رسوب دهی شیمیایی فاز بخار (CVD) مهمترین روش اعمال پوشش SiC بر روی کامپوزیت کربن-کربن است که در این روش مواد اولیه مایع یا گازی وارد یک رآکتور با محیط خلا می‌شوند و با استفاده از انرژی موجود در رآکتور واکنش داده و رسوب دهی انجام می‌شود. پارامترهای مختلفی از جمله دما، فشار، فلوی گاز ورودی، موقعیت نمونه در رآکتور بر سرعت رسوب دهی پوشش در فرآیند CVD موثر هستند. با توجه به اینکه با تغییر سرعت رسوب دهی ریزساختار و خواص نهایی پوشش تحت تاثیر قرار می‌گیرد بررسی تاثیر پارامترهای مختلف بر سرعت رسوب دهی می‌تواند از این نظر حائز اهمیت باشد [۲۰-۲۳].

هدف از این پژوهش اعمال پوشش SiC با استفاده از روش رسوب دهی CVD بر روی کامپوزیت کربن-کربن و بررسی تاثیر پارامترهای مختلف بر سرعت رسوب دهی این پوشش است. بدین منظور رسوب دهی با استفاده مواد اولیه SiCl_4 ، گاز CH_4 و گاز N_2 و در شرایط مختلف انجام شد. با استفاده از آنالیزهای XRD و SEM به ترتیب به بررسی فازی پوشش SiC و ریزساختار کامپوزیت کربن-کربن قبل و پس از اعمال پوشش پرداخته شده است.

به منظور شناسایی و بررسی فازهای بلورین پوشش SiC اعمال شده بر روی کامپوزیت کربن-کربن از آنالیز X-ray diffractometer (Siemens D500, Germany) استفاده شد. شناسایی فازها از روی PDF کارت های مربوط به هر فاز و با استفاده از نرم افزار XPert-HighScore صورت گرفت. برای مشاهده مورفولوژی سطح کامپوزیت کربن-کربن قبل و پس از اعمال پوشش SiC و ضخامت آن از آنالیز FE-SEM (Hitachi-Japan) استفاده شد.

کامپوزیت کربن-کربن پس از اعمال پوشش، A مساحت سطح نمونه و t زمان رسوب‌دهی است. برای همه نمونه‌های پوشش داده شده با توجه به نتایج آزمایش‌ها و رابطه (۱) سرعت رسوب‌دهی محاسبه شد. شایان ذکر است که به منظور بررسی دقیق‌تر سرعت رسوب‌دهی پوشش SiC، نمونه‌ها قبل از اعمال پوشش به مدت ۲ ساعت در داخل خشک‌کن با دمای ۲۵۰°C قرار داده شد و پس از خشک شدن، نمونه‌ها توزین شده و داخل رآکتور قرار داده می‌شد. پس از اعمال پوشش نیز به منظور تعیین وزن نهایی نمونه‌ها عملیات توزین انجام شد.

جدول (۱): شرایط اعمال پوشش SiC با استفاده از روش CVD در این پژوهش

شماره آزمایش	دمای رآکتور (°C)	فشار رآکتور (Torr)	ترکیب مواد اولیه ورودی به رآکتور SiCl ₄ :N ₂ :CH ₄ (sccm)	زمان پوشش‌دهی (hr)
۱	۹۰۰	$\sim 2 \times 10^{-2}$	(۲:۱۰۰:۱۰۰)	۳
۲	۹۰۰	$\sim 4 \times 10^{-2}$	(۴:۱۰۰:۱۰۰)	۱
۳	۹۰۰	$\sim 4 \times 10^{-2}$	(۴:۱۰۰:۱۰۰)	۲
۴	۹۰۰	$\sim 4 \times 10^{-2}$	(۴:۱۰۰:۱۰۰)	۳
۵	۹۰۰	$\sim 7 \times 10^{-2}$	(۶:۱۰۰:۱۰۰)	۳
۶	۱۰۰۰	$\sim 3 \times 10^{-2}$	(۲:۱۰۰:۱۰۰)	۳
۷	۱۰۰۰	$\sim 5 \times 10^{-2}$	(۴:۱۰۰:۱۰۰)	۱
۸	۱۰۰۰	$\sim 5 \times 10^{-2}$	(۴:۱۰۰:۱۰۰)	۲
۹	۱۰۰۰	$\sim 5 \times 10^{-2}$	(۴:۱۰۰:۱۰۰)	۳
۱۰	۱۰۰۰	$\sim 8 \times 10^{-2}$	(۶:۱۰۰:۱۰۰)	۳
۱۱	۱۱۰۰	$\sim 3 \times 10^{-2}$	(۲:۱۰۰:۱۰۰)	۳
۱۲	۱۱۰۰	$\sim 5 \times 10^{-2}$	(۴:۱۰۰:۱۰۰)	۱
۱۳	۱۱۰۰	$\sim 5 \times 10^{-2}$	(۴:۱۰۰:۱۰۰)	۲
۱۴	۱۱۰۰	$\sim 5 \times 10^{-2}$	(۴:۱۰۰:۱۰۰)	۳
۱۵	۱۱۰۰	$\sim 8 \times 10^{-2}$	(۶:۱۰۰:۱۰۰)	۳

پراش‌هایی که نشان دهنده وجود β -SiC در سطح نمونه است، در زوایای $2\theta = 35.73^\circ$ ، $2\theta = 60.13^\circ$ و $2\theta = 71.95^\circ$ اتفاق افتاد که به ترتیب مربوط به صفحات بلوری (۱۱۱)، (۲۲۰) و (۳۱۱) در ساختار fcc این ماده است. علاوه بر پیک‌های مربوط به β -SiC، یک پیک مربوط به گرافیت در $2\theta = 26.42^\circ$ نیز شناسایی شده است که مربوط به گرافیت موجود در کامپوزیت کربن-

۳- نتایج و بحث

۳-۱- بررسی فازی پوشش SiC اعمال شده بر روی کامپوزیت کربن-کربن
شکل (۱) نتایج آنالیز XRD پوشش‌های SiC اعمال شده در دماهای مختلف را نشان می‌دهد. همان‌طور که مشاهده می‌شود در طیف XRD، β -SiC فاز غالب پوشش رسوب‌داده شده است.

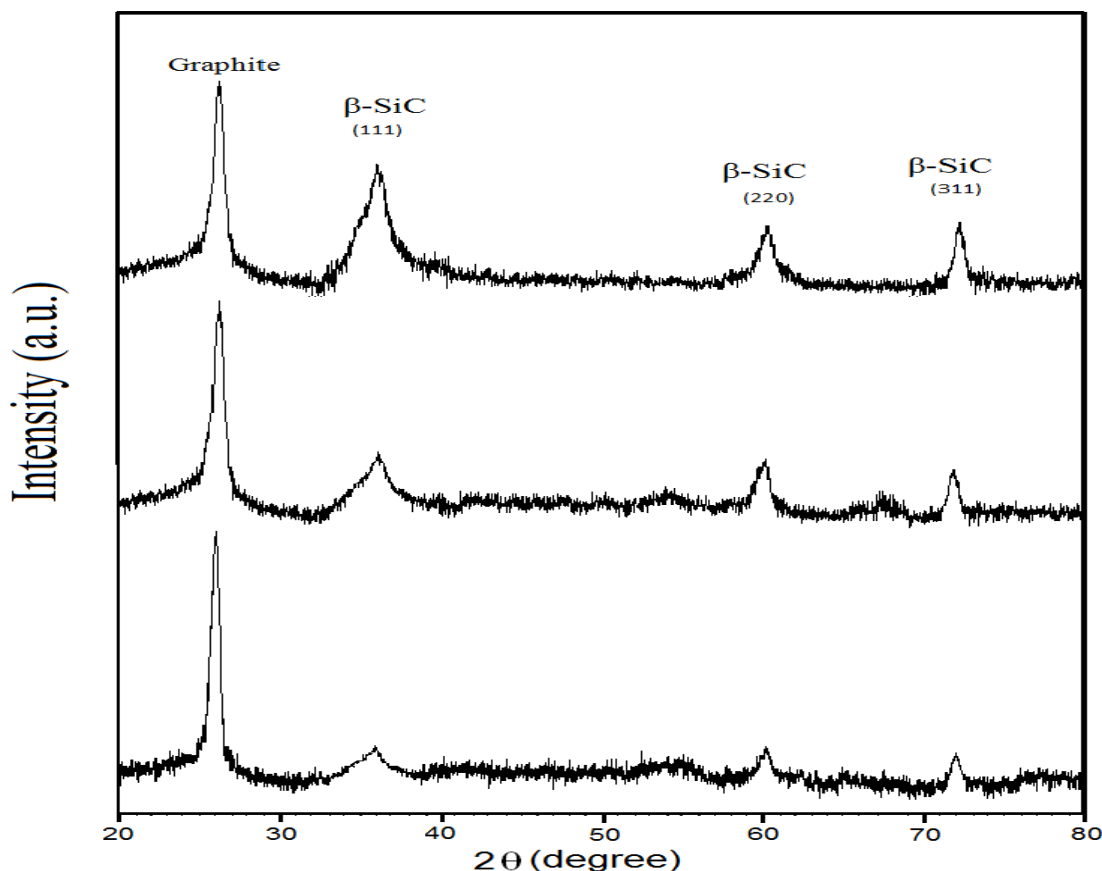
۳-۲- تاثیر پارامترهای مختلف بر سرعت رسوبدهی

۳-۲-۱- دما

یکی از مهمترین و موثرترین پارامترها بر سرعت رسوبدهی پوشش‌های SiC، دمای رسوبدهی است. شکل (۲) منحنی تاثیر دما بر سرعت رسوبدهی SiC در دستگاه CVD را نشان می‌دهد. همان‌طور که مشاهده می‌شود با تغییر دمای رسوبدهی از ۹۰۰ تا ۱۱۰۰°C سرعت رسوبدهی افزایش می‌یابد.

به‌طور کلی در دماهای پایین، افزایش دما تاثیر به‌سزایی بر افزایش رسوبدهی دارد، ولی در دماهای بالا تاثیر دما کمتر است. با تغییر دمای رسوبدهی از دمای ۹۰۰ به ۱۰۰۰°C سرعت رسوبدهی از $0.17 \text{ mg.cm}^{-2}.\text{hr}^{-1}$ به 0.32 تغییر می‌یابد. ولی با تغییر دما از ۱۰۰۰ به ۱۱۰۰°C سرعت رسوبدهی از 0.32 به 0.41 تغییر می‌کند. بنابراین با افزایش دما، موانع ترمودینامیکی رسوبدهی رفع شده و سرعت رسوبدهی افزایش می‌یابد.

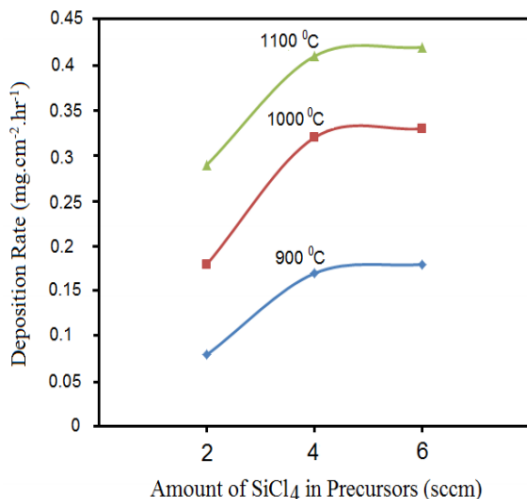
کربن است. وجود این پیک ممکن است دلایل مختلفی داشته باشد ولی به نظر می‌رسد دلیل اصلی آن کم بودن ضخامت پوشش SiC اعمال شده بر روی کامپوزیت کربن-کربن است. اشعه X برخوردی به سطح نمونه با توجه به جنس سطح ماده می‌تواند تا ضخامت $30 \mu\text{m}$ نفوذ کند [۲۶]. در ادامه مشاهده خواهد شد که ضخامت پوشش اعمال شده در این تحقیق کمتر از این مقدار است. بنابراین با برخورد اشعه X به پوشش از آن عبور کرده و به زیرلایه کامپوزیتی که درصد بالایی گرافیت دارد نیز برخورد می‌کند و پراش اشعه X از زیرلایه نیز اتفاق می‌افتد. قابل توجه است که شدت پیک مربوط به گرافیت با افزایش دمای رسوبدهی که ضخامت پوشش نیز افزایش می‌یابد، کم می‌شود. با افزایش ضخامت پوشش، برخورد اشعه X با زمینه نیز کمتر شده و شدت پیک مربوط به گرافیت نیز کاهش می‌یابد.



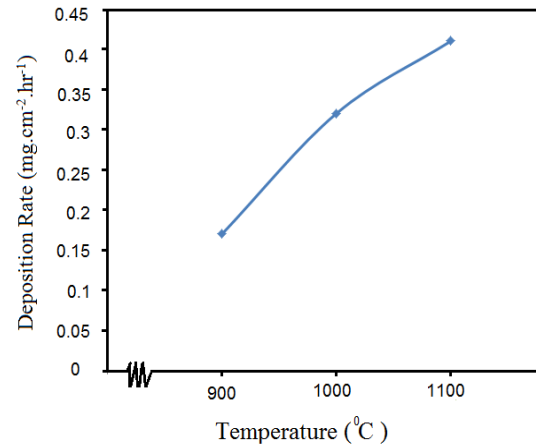
شکل (۱): طیف پراش اشعه X از پوشش‌های SiC اعمال شده در دماهای: (الف): ۹۰۰°C، (ب): ۱۰۰۰°C و (پ): ۱۱۰۰°C

رسوب‌دهی افزایش می‌یابد. با افزایش میزان SiCl_4 از ۴ به ۶ sccm سرعت رسوب‌دهی تقریباً ثابت است. این ثبات تقریبی بدین معنی است که در حالت ورود ۴ sccm ماده SiCl_4 به درون رآکتور، مقدار ذرات حاوی Si و C تقریباً یکسان است و با افزایش میزان ورود این ماده تا ۶ sccm تغییر چندانی در سرعت رسوب‌دهی مشاهده نمی‌شود. دلیل این امر این است که با افزایش SiCl_4 به مقداری بیش از اندازه باعث می‌شود غلظت مواد اولیه در سیستم بالا رفته و مانع خروج محصولات جانبی زاید مانند HCl از رآکتور می‌شود و سرعت رسوب‌دهی افزایش نمی‌یابد. بنابراین مقدار بهینه مواد اولیه $\text{SiCl}_4:\text{N}_2:\text{CH}_4$ در رسوب‌دهی SiC بر روی کامپوزیت کربن-کربن برابر $(4:100:100)$ است.

همچنین هنگامی که میزان SiCl_4 ورودی به رآکتور برابر ۶ sccm بود، مشاهده شد که پس از اعمال پوشش و بازکردن رآکتور پودر سفید رنگ مایل به سبز در انتهای رآکتور تشکیل شده است. این پودر فقط در این حالت تشکیل شد و در نسبت‌های دیگر ورود مواد اولیه این پودر تشکیل نمی‌شد. به منظور مطالعه این پودر و بررسی رسوب‌دهی در این شرایط، از این ماده سفید رنگ آنالیز EDS به عمل آمد. نتایج آنالیز EDS از پودر سفید رنگ تشکیل شده در انتهای رآکتور در شکل (۴) آمده است.



شکل (۳): منحنی تاثیر ترکیب مواد اولیه ورودی بر سرعت رسوب‌دهی SiC بر روی کامپوزیت کربن-کربن (زمان ۳ ساعت رسوب‌دهی)



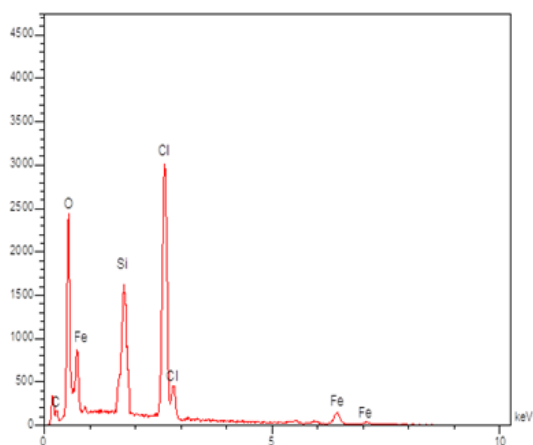
شکل (۲): منحنی تاثیر دما بر سرعت رسوب‌دهی SiC بر روی کامپوزیت کربن-کربن (ترکیب مواد اولیه $\text{SiCl}_4:\text{N}_2:\text{CH}_4 = (4:100:100)$ sccm (۴:۱۰۰:۱۰۰) و زمان ۳ ساعت رسوب‌دهی)

از طرفی دمای بالا باعث افزایش مصرف واکنش دهنده‌ها در دیواره گرم رآکتور می‌شود. بدین معنی مواد اولیه در سطح دیواره واکنش داده و با توجه به مکش پمپ خلا از سیستم خارج می‌شود و فرصت حضور بر روی سطح زمینه پیدا نمی‌کنند. بنابراین ذرات حاوی Si و C در نزدیکی سطح زمینه کاهش می‌یابد و سرعت رسوب‌دهی کاهش می‌یابد. پس به طور کلی افزایش دما به دلیل غلبه بر موانع ترمودینامیکی، باعث افزایش رسوب‌دهی می‌شود، ولی ممکن است در دمای بالا به دلیل مصرف شدن مواد اولیه در دیواره گرم رآکتور و کم شدن شانس رسیدن این مواد به سطح زمینه (در دمای ۱۱۰۰ °C) افزایش دما به عنوان عامل مزاحم در رسوب‌دهی تلقی شود.

۳-۲-۲- ترکیب گاز ورودی

منحنی تاثیر ترکیب گاز ورودی بر سرعت رسوب‌دهی در شکل (۳) آمده است. مواد اولیه استفاده شده $\text{SiCl}_4:\text{N}_2:\text{CH}_4$ در سه نسبت ترکیبی sccm $(2:100:100)$ ، $(4:100:100)$ و $(6:100:100)$ وارد سیستم شده است. در واقع در هر ترکیب نسبت به ترکیب قبلی میزان N_2 و CH_4 ثابت بوده و میزان SiCl_4 مصرفی تغییر می‌کند. همان‌طور که در شکل (۳) مشاهده می‌شود، به طور کلی با افزایش میزان SiCl_4 ترکیب مواد اولیه ورودی، سرعت

رسوب‌دهی به دلیل تشکیل جوانه‌ها و رشد کافی آن‌ها افزایش پیدا می‌کنند. شاید در مورد تاثیر دما و زیاد بودن سرعت رسوب‌دهی بتوان گفت که در زمان‌های کم، جوانه‌های SiC بر روی سطح کامپوزیت کربن-کربن تشکیل شده و مقداری رشد می‌کنند و فرصت رشد بیشتر را پیدا نمی‌کنند. ولی در زمان‌های طولانی پس از جوانه‌زنی تعداد زیادی جوانه در روی سطح کامپوزیت، بلورهای SiC فرصت کرده و به راحتی رشد می‌کنند. با توجه به این مباحث می‌توان نتیجه گرفت که ایجاد شدن جوانه‌های SiC بر روی سطح کامپوزیت کربن-کربن نسبت به رشد جوانه‌ها، انرژی بیش‌تری نیاز دارند و زمان ایجاد جوانه‌های SiC بر روی سطح کامپوزیت بیشتر از زمان رشد آن‌ها است. در واقع اگر جوانه‌ها بر روی سطح ایجاد شوند و شعاع آن‌ها به مقدار بحرانی برسند می‌توانند به راحتی رشد کنند و سرعت رسوب‌دهی افزایش یابد.



Element	C	O	Si	Cl	Fe
W%	3.92	21.19	28.47	34.37	12.05

شکل (۴): نتایج آنالیز عنصری EDS از پودر سفیدرنگ تشکیل شده در انتهای رآکتور CVD

همانطور که مشاهده می‌شود O، Si، Cl، Fe و C عناصر تشکیل‌دهنده این پودر سفید رنگ هستند. درصد بالای Si موجود در این پودر (۲۸/۴۷٪ وزنی) نشان می‌دهد که به دلیل غلظت بالای ذرات حاوی Si موجود در رآکتور این ذرات فرصت واکنش با کربن و رسوب در سطح زمینه پیدا نکرده و در انتهای رآکتور رسوب می‌کنند. ذرات حاوی Si که در انتهای رآکتور رسوب کرده‌اند، احتمالاً هنگام کاهش دمای رآکتور با درصد کم اکسیژن موجود در رآکتور یا پس از شکستن خلا با اکسیژن-های موجود در اتمسفر محیط واکنش داده و تبدیل به SiO₂ می‌شوند. عنصر Cl موجود در این ترکیب احتمالاً به دلیل اینکه ذرات اولیه Si حاوی کلر بودند در این ترکیب رسوب کرده و فرصت خروج از این ترکیب را نداشتند، باشد و یا این که ناشی از برخورد گاز Cl هنگام خروج از سیستم با این رسوب و گرفتار شدن در آن باشد. وجود مقداری کربن (۳.۹۲٪ وزنی) نشان می‌دهد که ذرات حاوی کربنی که شانس واکنش و رسوب در سطح زمینه را نداشتند در انتهای رآکتور رسوب کرده‌اند. وجود Fe در این ترکیب نشان می‌دهد که در حین فرآیند رسوب‌دهی سطح رآکتور توسط گازهای HCl و Cl₂ خورده شده و عناصر Fe از رآکتور جدا شده و به دلیل سنگین بودن نمی‌توانند توسط پمپ خلا از رآکتور خارج شوند و در انتهای آن تجمع می‌کنند.

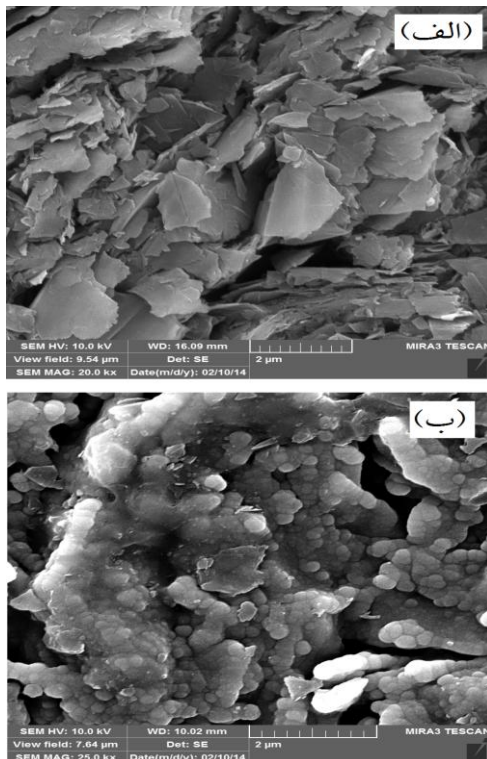
۳-۲-۳- زمان

با توجه به این که زمان رسوب‌دهی یکی از پارامترهای مهم و تاثیر گذار بر رسوب‌دهی SiC بر روی کامپوزیت کربن-کربن است، در این بخش به بررسی تاثیر این پارامتر بر سرعت رسوب‌دهی پرداخته می‌شود. منحنی تاثیر زمان بر سرعت رسوب‌دهی در شکل (۵) آمده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود در زمان رسوب‌دهی ۱ ساعت سرعت رسوب‌دهی بسیار کم است و با افزایش زمان رسوب‌دهی تا ۳ ساعت سرعت رسوب‌دهی به شدت افزایش می‌یابد. هنگامی که زمان رسوب‌دهی کم است، مواد اولیه موجود رآکتور فرصت چندانی برای واکنش و جوانه‌زنی و رشد بلورها پیدا نمی‌کنند. با افزایش زمان، سرعت

آن را بیش تر از عنصر Si نشان می‌دهد. وجود عنصر O در سطح نشان می‌دهد که مقداری از فازهای Si یا گرافیت موجود در سطح در حین فرآیند رسوب‌دهی یا بعد از رسوب‌دهی دچار اکسیداسیون شده است. ولی درصد کم عنصر O نشان می‌دهد که میزان اکسیداسیون کم بود.

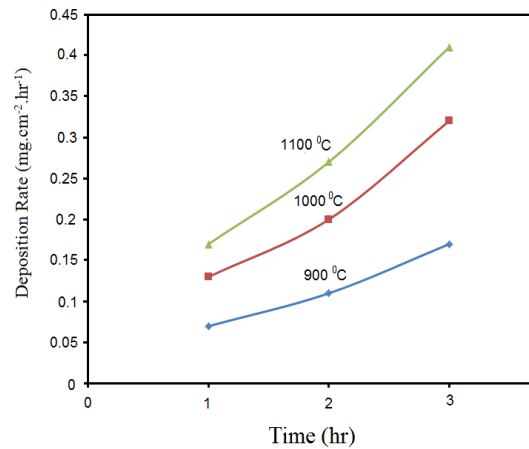
۳-۴- ضخامت پوشش SiC اعمال شده بر روی کامپوزیت کربن-کربن

شکل (۸) تصویر FE-SEM از مقطع عرضی پوشش‌های SiC اعمال شده در دماهای مختلف بر روی کامپوزیت کربن-کربن را نشان می‌دهد. همان‌طور که مشاهده می‌شود ضخامت پوشش در دمای 1100°C حدوداً برابر $3\mu\text{m}$ است. به دلیل همین ضخامت کم پوشش SiC اعمال شده بر روی کامپوزیت کربن-کربن است که اشعه x برخورد کرده به پوشش، از آن عبور کرده و به کامپوزیت کربن-کربن می‌رسند. بنابراین پیک گرافیت موجود در طیف XRD به همین دلیل است.



شکل (۶): تصویر FE-SEM مورفولوژی سطح کامپوزیت کربن-کربن (الف)

قبل و (ب) بعد از اعمال پوشش SiC



شکل (۵): منحنی تاثیر زمان بر سرعت رسوب‌دهی SiC بر روی کامپوزیت کربن-کربن

۳-۳- مورفولوژی کامپوزیت کربن-کربن قبل و بعد از اعمال پوشش SiC

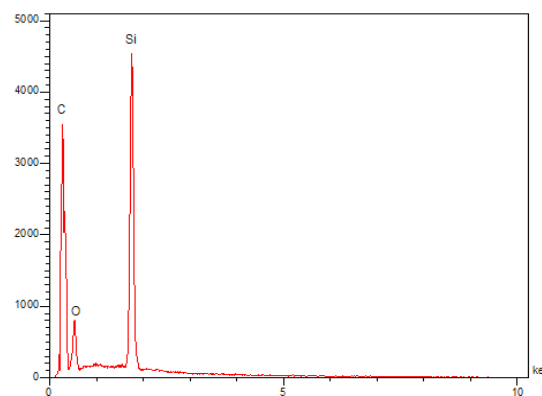
شکل (۶) تصویر FE-SEM از مورفولوژی سطح کامپوزیت کربن-کربن قبل و بعد از اعمال پوشش SiC را نشان می‌دهد. همان‌طور که مشاهده می‌شود کامپوزیت مورد نظر ریزساختاری ورقه‌ای داشته و این به دلیل ریزساختار ورقه‌ای فاز اصلی این کامپوزیت که گرافیت است، می‌باشد. هدف از این تصاویر داشتن دید مناسب از ریزساختار نمونه بدون پوشش و بررسی دقیق‌تر ریزساختار کامپوزیت کربن-کربن پس از رسوب‌دهی SiC است. مقایسه این دو تصویر FE-SEM نشان می‌دهد که بلورهای SiC بر روی محیط ورقه‌های گرافیت نسبت به روی سطح ورقه‌ها بیشتر رشد کرده‌اند. همچنین مشاهده می‌شود که بلورهای SiC قابلیت رشد در حفره‌های موجود در سطح کامپوزیت را ندارند و باید با افزایش زمان رسوب‌دهی امکان جوانه‌زنی و رشد بیشتر این بلورها فراهم شوند تا این حفره‌ها پوشانده شوند.

شکل (۷) نتایج آنالیز EDS از مورفولوژی سطح پوشش SiC اعمال شده بر روی کامپوزیت کربن-کربن را نشان می‌دهد. همان‌طور که مشاهده می‌شود سطح این پوشش حاوی درصد بالایی عناصر Si و C است. بیش تر بودن درصد عنصر C ناشی از برخورد اشعه x آنالیز EDS به گرافیت‌های زمینه است که درصد

می دهد که افزایش دبی SiCl_4 تا ۶ sccm باعث هدر رفتن مواد اولیه می شود و تاثیری بر افزایش سرعت رسوبدهی ندارد. تصاویر FE-SEM پوشش SiC نشان می دهد که اندازه بلورهای حدود 300 nm بوده و ضخامت آن حدود $3\text{ }\mu\text{m}$ است.

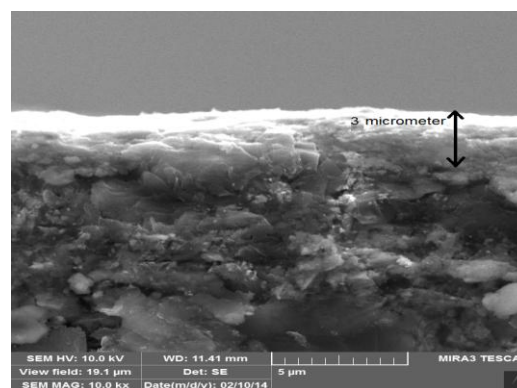
۵- مراجع

- [1] Delhaes, "Pierre, Fibers and Composites World of Carbon", Taylor & Francis Routledge, Vol. 2, France, 2003.
- [2] M. Inagaki, "New Carbons: Control of structure and Functions", Elsevier Science Ltd, Japan 2000.
- [3] T. D. Burchell, "Carbon materials for advanced Technologies", Elsevier Science Ltd, USA, 1999.
- [4] R. Luo, T. Liu, J. Li, H. Zhang, Zh. Chen & G. Tian, Thermophysical properties of carbon/carbon composites and physical mechanism of thermal expansion and thermal conductivity, Carbon, Vol. 42, pp. 2887–2895, 2004.
- [5] H. Liu, Zh. Jin, Zh. Haob & X. Zeng, Improvement of the mechanical properties of two-dimensional carbon/carbon composites, Materials Science and Engineering, Vol. 483–484A, pp. 316–318, 2008.
- [6] Sh. Sh. Tzeng & J. H. Pan, "Densification of two-dimensional carbon/carbon composites by pitch impregnation", Materials Science and Engineering, Vol. 316A, pp. 127–134, 2001.
- [7] M. P. Bacos, "Carbon-carbon composites: oxidation behavior and coatings protection", Journal de Physique, Vol. 111, pp. 1895-1903, 1993.
- [8] J. R. Strife, "Protective Coating for Carbon-Carbon Composites", in: ASM Hand Book, Surface Engineering, Vol. 5, pp. 2337- 2347, 1994.
- [9] J. Don, M. A. Wright & J. He, "Investigation of Oxidation protection Systems for Carbon-Carbon Composites: formed by chemical vapor deposition and plasma-assisted chemical vapor deposition technique", Air Force Office of Scientific Research, Vol. 0122, 1991.
- [10] G. A. Kravetskii, T. D. Firsova & S. A. Kolesnikov, "Composite Refractory Protective Coatings for Carbon-graphite Materials, Refractories and Industrial Ceramics", Vol. 49, No. 6, 2008.



Element	C	O	Si
W%	47.65	8.44	43.91

شکل (۷): آنالیز عنصری EDS از سطح پوشش SiC اعمال شده بر سطح کامپوزیت کربن-کربن



شکل (۸): تصویر FE-SEM مقطع عرضی پوشش های SiC اعمال شده بر روی کامپوزیت کربن-کربن در دمای 1100°C

۴- نتیجه گیری

با توجه به نتایج فرآیند رسوبدهی SiC بر روی کامپوزیت کربن-کربن با استفاده از روش CVD و مباحث مطرح شده در این پژوهش، می توان موارد زیر را نتیجه گرفت.

- ۱- با افزایش دمای رسوبدهی میزان فاز $\beta\text{-SiC}$ ایجاد شده بر روی کامپوزیت کربن-کربن افزایش می یابد.
- ۲- با افزایش دمای رسوبدهی سرعت رسوبدهی افزایش می یابد که این به دلیل تاثیر دما بر موانع ترمودینامیکی رسوبدهی است.

۳- نتایج آنالیز EDS پودر تشکیل شده در انتهای رآکتور نشان

بر سختی پوشش‌های نانوکامپوزیتی Ni-SiC-Gr حاصل از آبکاری الکتریکی"، فصلنامه فرآیندهای نوین در مهندسی مواد، سال ششم، شماره اول، بهار ۱۳۹۱.

[20] Pierson, H. O. Handbook of Chemical Vapor Deposition (CVD): Principles, Technology, and Applications, Noyes Publications/William Andrew Pub, New Mexico, 1999.

[21] C. Jones & M. L. Hitchman, "Chemical Vapor Deposition: Precursors, Processes and Applications", Royal Society of Chemistry, Glasgow, 2008.

[22] K. L. Choy, "Chemical vapour deposition of coatings", Progress in Materials Science, Vol. 48, pp. 57-170, 2003.

[۲۳] ح. ملکی قلعه، ح. آقاجانی، م. محمودی، م. م. برجسته و ح. زمانی، "بررسی اتلاف حرارتی پوشش سد حرارتی نانو ساختار ساخته شده به روش EPD"، فصلنامه علمی پژوهش فرآیندهای نوین در مهندسی مواد، سال هشتم، شماره دوم، تابستان ۱۳۹۳.

[24] Y. Yan & Z. Weigang, "Kinetic and Microstructure of SiC Deposited from SiCl₄-CH₄-H₂", Chinese Journal of Chemical Engineering, Vol. 17, pp. 419-426, 2009.

[25] Y. J. Lee, D.J. Choi, J.Y. Park & G.W. Hong, "The effect of diluent gasses on the growth behavior of CVD SiC films with temperature", journal of materials science, Vol. 35, pp. 4519-4526, 2000.

[26] Y. Long, A. Javed, Z. k. chen, X. Xiong & P. Xiao, "Deposition Rate, Texture, and Mechanical Properties of SiC coatings Produced by Chemical Vapor Deposition at Different Temperatures", International Journal Applied Ceramic Technology, Vol. 10, pp. 11-119, 2013.

۶- پی نوشت

[1] Standard Cubic Centimeters per Minute

[11] M. P. Bacos, "Carbon-carbon composites: oxidation behavior and coatings protection", Journal De Physique, Vol. 3, pp. 1895-1903, 1993.

[12] P. Hu, K. Gui, Y. Yang, Sh. Dong & X. Zhang, "Effect of SiC content on the Ablation and Oxidation Behavior of ZrB₂-Based Ultra High Temperature Ceramic Composite", Materials, Vol. 6, pp.1730-1744, 2013.

[13] S. Jayarman, J. E. Gerbi, Y. Yang, D. Y. Kim, A. Chatterjee, P. Bellon, G. S. Girolami, J. P. Chevalier & J. R. Ableson, "HfB₂ and Hf-B-N hard coatings by chemical vapor deposition", surface & Coatings Technology, Vol. 200, pp. 6629-6633, 2006.

[14] S. Wei, X. Xiang, H. Bai-yun, L. Guo-dong, Zh. Hong-bo, Ch. Zhao-ke & Zh. Xiang-Lin, "ZrC ablation protective coating for carbon/carbon composites", carbon, Vol. 47, pp. 3365-3380, 2009.

[15] Y. K. Kim & J. Y. Lee, "The effect of SiC co deposition on the oxidation behavior of carbon/carbon composites prepared by chemical vapor deposition", Carbon, Vol. 31, pp. 1031-1038, 1993.

[16] X. Qiang, H. Li, Y. Zhang, Q. Fu, J. Wei & S. Tian, "A modified dual-layer SiC oxidation protective coating for carbon/carbon composites prepared by one-step pack cementation", Corrosion Science, Vol. 53, pp. 523-527, 2011.

[17] X. Qiang, H. Li, Y. Zhang, Q. Fu, J. Wei & S. Tian, "A modified dual-layer SiC oxidation protective coating for carbon/carbon composites prepared by one-step pack cementation", Corrosion Science, Vol. 53, pp. 523-527, 2011.

[۱۸] م. یاری، م. مجتهدزاده و ع. افشار، "تاثیر زمان لایه‌نشانی بر خواص ساختاری و فیزیکی پوشش‌های کربنی لایه‌نشانی شده با روش کندوپاش مگنترونی"، فصلنامه علمی پژوهشی مهندسی مواد مجلسی، سال پنجم، شماره دوم، تابستان ۱۳۹۰.

[۱۹] م. رستمی، ر. ابراهیمی و ا. ساعتچی، "اثر افزایش مقدار نانوذرات SiC