



مقاله پژوهشی

بررسی شرایط بهینه زمان کندوپاش مگنترونی و دمای آنیل در فیلم لایه نازک نانو شبه بلور AlCuFe بر روی فولاد ۳۱٦

محسن عبائی'، محمدرضا رحیمی پور*٬۰، محمد فرویزی۲ و محمدجواد اشراقی۳

۱- رشته مهندسی مواد، پژوهشگاه مواد و انرژی، کرج، ایران ۲- پژوهشکده سرامیک، پژوهشگاه مواد و انرژی، کرج، ایران ۳- پژوهشکده نیمه هادی، پژوهشگاه مواد و انرژی، کرج، ایران

تاريخ ثبت اوليه: ١٤٠٣/٠٣/١٢، تاريخ دريافت نسخه اصلاح شده: ١٤٠٣/٠٥/١٣، تاريخ پذيرش قطعي: ١٤٠٣/٠٥/١٨

چکیدہ

پوشش های شبه کریستالی Al-Cu-Fe در دماهای بالا به عنوان پوشش مانع حرارتی باعث بهبود خواص سطحی فولاد ۳۱۹ می گردد. مدت زمان فرآیند کندوپاش مغناطیسی و دمای آنیل پوشش های کندوپاش شده در ایجاد فاز شبه بلور تاثیر تعیین کنندهای دارد. برای دست یابی به شرایط بهینه مدت زمان کندوپاش و دمای آنیل پوشش های کندوپاش شده در ایجاد فاز شبه بلور تاثیر تعیین کنندهای دارد. برای دست یابی به گاز آرگون در دماهای ۲۰۰، ۵۰۰۰ و ۲[°] ۹۰۰ به مدت ۲ ساعت با نرخ گرمایش ¹⁻C.min[°] ۱۰ آنیل شدند. مورفولوژی و شناسایی فازی پوشش ها و سطح مقطع پوشش و زیرلایه به کمک میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی (EE-SEM) و آنالیز اشعه (XRD) X آنالیز گردید. تتایج حاکی از این است که فیلم لایه ناز ک عمال بر روی زیرلایه فولادی ۳۱۶ بدون هیچگونه تر ک و ناپیوستگی حاصل گردید. فیلم لایه ناز ک AlCuFe بعد از آنیل به مدت زمان ۲ ساعت در دمای ۲[°] ۷۰۰ حاصل گردید. این مورفولوژی نشاندهنده حضور نانو شبه بلور است که میانگین اندازه ذرات پنج و جهی، ۱۹۲۳ محاسبه شده و شناسایی فازهای AlcuFe و دراد مان دهنده حضور نانو شبه بلور پوشش شبه بلور AlcuFe است.

واژه های کلیدی: نانوشبه بلور، کندوپاش مغناطیسی، فیلم لایه ناز ک.

۱- مقدمه

روش های رسوب فیزیکی بخار بر اساس اصل تبدیل یک ماده از حالت جامد به فاز بخار با رسوب متعاقب بر روی یک زیرلایه هستند. تشکیل فاز شبه بلوری به دمای زیرلایه بستگی دارد. همانطور که بطور تجربی نشان داده شد، بـرای بدست

آوردن یک پوشش شبهبلوری تکفاز، زیرلایه باید تا دمای بالاتر از C° ۵۰۰ گرم شود. اگر رسوب گذاری در دمای اتاق انجام شود، فاز شبه کریستالی پس از آنیل متعاقب تشکیل میشود. از مزایای این روش می توان به سرعت پاشش بالا در ولتاژهای عملیاتی پایین (۸۰۰–۶۰۰ ولت) و فشار گاز کراری کم (Pa¹⁻¹×۱۰–۵)، درجه کم آلودگی فیلم حاصله و

تلفن: ۳۶۲۸۰۰۴۰، دورنگار: ۳۶۲۰۱۸۸۸، پست الکترونیکی: m-rahimi@merc.ac.ir

^{*} **عهدهدار مکاتبات:** محمدرضا رحیمی پور

نشانی: پژوهشگاه مواد و انرژی، جاده مشکین دشت-بلوار امام خمینی، کرج، ایران

امکان بدست آوردن فیلمهایی با ضخامت یکنواخت اشاره کرد. از این روش برای بدست آوردن لایههای شبه کریستالی Al-Cu-Fe و آنیل خلاء متعاقب انجام شده است. در رسوب پوشش های شبه بلوری، مشکلات اصلی تولید استو کیومتری دلخواه فیلمها با خطای بیش از چند درصد و بدست آوردن پوشش های بسیار همگن است.لازم است سرعت پاشش مواد به دقت نظارت شود تا استو کیومتری مورد نیاز فیلم بدست آید. پاشش از یک هدف، چه آلیاژ شده یا فشرده شده از پودرهای اولیه، مشکلات قابل توجهی در انتقال ترکیب هدف دارد و به اهداف بسیار همگن نیاز دارد. کاربرد بیشتر روش های حرارتی در این مورد به دلیل تغییری که در ترکیب هدف به دلیل تبخیر انتخابی عناصر رخ میدهد، محدود می شود [۵–۱].

شناسایی فازهای شبه بلور Al-Cu-Fe بعد از کندوپاش و عملیات حرارتی مورد تحقیق و بررسی قرار گرفته است. عملیات حرارتی آلیاژ Al-Cu-Fe در دمای C° ۷۰۰ منجر به ایجاد محدوده های دو فازی با شبه بلور بیست وجهی شده است. بعد از کندوپاش (در حالت آنیل نشده) پراش ها حاکی از فازهای آمورف یا نانو کریستال ها گزارش شده است. بعد از خنک سازی تا دمای محیط، پیک شبه بلور فاز ایکذورهدرال گزارش شده است. همچنین بعد از خنک سازی آلیاژ مذکور از دمای ۸۰۰ تا C° ۶۰۶ نیز شبه بلور تشکیل شده است [۹–۶].

در تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی SEM آلیاژ Al₆₃Cu₂₄Fe₁₂ که به مدت ۴ ساعت در دمای C[°] ۷۰۰ آنیل شده است، بعد از خنک سازی نظمی از بلورهای دوازده وجهی (پنج ضلعی) به شکل گل کلم نمایان است. لازم بذکر است که علاوه بر نفوذ، سطح مشترک و انرژی های سطحی فازها نیز نقش مهمی در تحول ریزساختاری دارند. انرژی سطح پایین تر فاز بیست وجهی در مقایسه با فازهای کریستالی منجر به ترجیح برای رشد به صورت جزیره می شود [۱۰]. نو آوری تحقیق حاضر می توان به مواردی از جمله حصول پوشش شبه بلور AlCuFe بر روی زیرلایه ۳۱۶ به روش

JR

کندوپاش مغناطیسی، آمادهسازی تارگت سه عنصری به روش مخلوط سازی و دست یابی به دمای بهینه عملیات حرارتی اشاره کرد. پوشش شبه بلور AlCuFe با هدف بهبود نحواص سطحی فولاد ۱۳۱۶ انتخاب گردید. در این تحقیق لایه نشانی فیلم لایه نازک به روش کندوپاش مگنترونی انجام گرفته در ادامه پوشش ها در کوره تحت اتمسفر آرگون آنیل شدند. هدف از آنیل دستیابی به شرایط شبه بلور است. شرایط بهینه مدت زمان کندوپاش مگنترونی و دمای آنیل در فیلم لایه نازک شبه بلور P1۶ مورد بررسی قرار گرفت.

۲- فعالیتهای تجربی

برای این منظور، ابتدا یک تارگت به شکل قرص پرس شده از پودرهای آسیا شده آلومینیوم، آهن و مس با خلوص بالا با نسبت ترکیبی Al_{62.5}Cu₂₅Fe_{12.5} تهیه شد. شرایط آسیا کاری مدت زمان ۲ ساعت، در آسیای سیارهای با نسبت گلوله به پودر ۵ به ۱ انجام گرفت. میلهای از جنس فولاد ۳۱۶ با قطر Mm ۸ به عنوان زیرلایه انتخاب و به قطعاتی استوانهای با ارتفاع ۵ میلی متر برش داد شد. زیرلایه فولاد ۳۱۶ با ورق سنباده سیلیسیم کاربید از مش شماره ۱۰۰ الی ۲۰۰۰ تحت سایش قرار گرفت و در ادامه در حمام اولتراسونیک، با استون چربی زدایی گردید.

لایه نشانی فیلم لایه ناز ک به کمک دستگاه کندوپاش مگنترونی انجام گرفت و در ادامه پوشش ها در کوره تحت اتمسفر آرگون آنیل شدند. در نهایت، مورفولوژی پوشش ها و سطح مقطع پوشش و زیرلایه به کمک میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی (FE-SEM) آنالیز گردید. در الکترونی روبشی نشر میدانی (FE-SEM) آنالیز گردید. در ماد دقیقه با ولتاژ ۵۰۰۷ و فشار mbar - 10 × 4.7 تحت تخلیه مطحی قرار گرفت. در ادامه برای شروع فر آیند لایه نشانی، فشار سیستم به mbar + 10 × 1.8 کاهش یافت. نشست و رسوب دهی در فشار mbar - 10 × 8 تحت اتمسفر گاز آرگون با خلوص ۸۹۸/۹۹٪ در دمای محیط و به مدت ۶ و

۱۳۵ دقیقه با ۱۰۰W توان اعمال شده به هدف انجام شد. هدف کندوپاش، قرص تهیه شده با ترکیب Al62.5Cu25Fe12.5 و است.

با توجه به تحقیقات گذشته و نتایج قبلی در مورد محدوده دمایی عملیات حرارتی جهت دستیابی به فازهای شبه بلور[۱۱]، نمونههای کندوپاش شده در کوره تیوبی تحت گاز آرگون و در دماهای ۲۰۰، ۲۰۰ و ۲° ۹۰۰ به مدت ۲ ساعت و با نرخ گرمایش ^{۱-}C.min ۱۰ آنیل شدند. موفولوژی پوشش لایه نازک و نیز سطح مقطع پوشش و زیرلایه با پوشش داده دستگاه با آرفتند. برای شناسایی فاز نمونه های پوشش داده دستگاه با مدل Philips PW1730 با لامپ اشعه ایکس ۲/۲ کیلووات شده استفاده شد.

۳- نتايج و بحث

شکل ۱ سطح مقطع پوشش AlCuFe اعمال شده بر روی زیرلایه فولادی ۳۱۶ به روش کندوپاش مغناطیسی به مدت زمان ۴۵ و ۱۳۵ دقیقه را نشان می دهد. با توجه به اینکه اندازه گیری ضخامت از سه نقطه متفاوت انجام شده است، ضخامت ميانگين سه نقطه فيلم لايه ناز ک AlCuFe به ترتيب ۳۶۶ و ۸۵۱ nm برای مدت زمان کندویاش ۴۵ و ۱۳۵ دقیقه محاسبه شد. با افزایش مدت زمان کندوپاش ضخامت فیلم لايه نازك تقريبا دو برابر حاصل شده است. به دليل آمادهسازی مناسب همدف مورد استفاده در کندوپاش و استحکام کافی آن، در حین کندوپاش هیچ گونه ترک خوردگی در هدف مشاهده نشد و تشکیل فیلم لایه نازک AlCuFe بر روی زیرلایه فولادی ۳۱۶ با موفقیت انجام گردید. با این حال، در مطالعات قبلی شرایط محدود کنندهای مانند ترک خوردن هدف کندوپاش برای مدت زمان كندوپاش بالا گزارش شده است. ضخامت فیلم های ناز ک Al-Cu-Fe و Al-Co-Cu رسوب داده شده روی کلرید سدیم ۸۵ تا ۲۶۰ nm گزارش شده که فیلمهای نازک به

خوبی به زیرلایه ها می چسبند و می توانند کرنش های پلاستیکی کوچک را بدون شکست تحمل کنند [۱۲،۱۳].





شکل ۱: سطح مقطع پوشش AlCuFe اعمال شده بر روی زیرلایه فولادی ۳۱٦ توسط کندوپاش، زمان کندوپاش الف) ۱۳۵ دقیقه، ب) ٤٥ دقیقه.

تصاویر میکروسکوپی مقطع عرضی و توزیع عناصر پوشش AlCuFe اعمال شده بر روی زیرلایه فولاد ۳۱۶ به روش کندوپاش مگنترونی به مدت ۱۳۵ دقیقه در شکل ۲ نشان داده شده است. کاهش توزیع عناصر کروم و آهن و افزایش توزیع عناصر آلومینیم و مس در محدوده پوشش (ناحیه بالایی تصویر) حاکی از ایجاد پوشش AlCuFe بر روی زیرلایه ۳۱۶ است. توزیع عناصر آلومینیم، مس و آهن در

پوشش بطور یکنواخت بوده و هم چنین کاهش مقدار آهن تائیدی بر موفقیت آمیز بودن ایجاد پوشش AlCuFe در ناحیه فیلم نازک است.



شکل۲: الف) مقطع عرضی پوشش AlCuFe اعمال شده بر روی زیر لایه فولاد ۳۱۳ روش کندوپاش مگنترونی به مدت ۱۳۵ دقیقه، ب) توزیع عناصر آلومینیم، مس و آهن، ج) توزیع عنصر کروم، د) توزیع عنصرآلومینیم، و) توزیع عنصر مس، ی) توزیع عنصر آهن.

نتایج XRD پوشش AlCuFe اعمال شده بر روی زیرلایه فولادی ۳۱۶ در شکل ۳۱رائه شده است. بر اساس نتایج XRD پوشش AlCuFe بعد از آنیل در دمای ۲° ۷۰۰ به مدت (Al₁₃Cu4Fe₃ ،Al₁₃Fe₄ بعد از آنیل در دمای ۲° ۵۰۰ به مدت درمان ۱۳۵ دقیقه کندوپاش، فازهای 4 ماره است که فازهای (Al₆₅Cu₂₀Fe₁₅ و Cu₉Al₄ حاصل شده است که فازهای ماره است که فازهای شبه بلوری هستند. در تحقیقات قبلی گزارش شده است در یک رسوب کندوپاش فیلم لایه ناز ک Al-Cu-Fe، فازهای سه گانه حاوی آلومینیم از نظر ترمودینامیکی پایدارتر از سیستم دوتایی در دمای بالا هستند [۱۴]. همچنین در تحقیقات مشابه حضور فازهای شبه

JR

بلوری از جمله Al₁₃Cu₄Fe₃ و Al₆₅Cu₂₀Fe₁₅ گزارش شده است [۱۵،۱۶]. این پیکربندی اتمی مذاب های فلزی مانع دیگری برای جوانهزنی فازهای کریستالی با تقارن بالا، مانند فازهای مکعبی، ایجاد می کند، زیرا برای مرتب شدن مجدد در موقعیت های شبکه ای ساختار کریستالی، نظم بیست و جهی باید شکسته شود. با این حال، در مورد QQها و تقریبی هایی مانند Al₁₃Fe4، پیکربندی های اتمی بیست و جهی شبیه به پیکربندی های موجود در مذاب است، که منجر به ایجاد مانع پیکربندی های موجود در مذاب است، که منجر به ایجاد مانع پایین تری بین فازهای مایع و جامد منعکس شده است. به دلیل رشد کند فاز QC-، ساختار دانه ای نانو کریستالی حتی پس از آنیل در دمای C



شکل ۳: نتایج XRD پوشش AlCuFe اعمال شده بر روی زیرلایه فولادی ۳۱۲.

در شکل ۴ مورفولوژی و نقشه توزیع عناصر سطح پوشش AlCuFe اعمال شده به روش کندوپاش مگنترونی بر روی زیرلایه فولادی ۳۱۶ گزارش شده است که هیچ گونه ترک و ناپیوستگی در سطح ظاهر نشده است. حضور عناصر آلومینیم، مس و آهن تشکیل فیلم لایه نازک AlCuFe است. همچنین حضور عناصر نیکل و کروم که مربوط به زیرلایه بوده تائیدی بر ایجاد فیلم لایه نازک AlCuFe بر روی فولاد ۱۹۶۹ می گردد.





شکل ٤: الف) موفولوژی فیلم لایه ناز ک بعد از کندوپاش، نقشه توزیع عناصر پوشش AlCuFe اعمال شده بر روی زیرلایه فولادی ۳۱٦ ، ب) مس، ج) کروم، د) آلومینیم، و) نیکل و ی) آهن.

موفولوژی فیلم لایه نازک بعد از آنیل در دماهای ۷۰۰، ۸۰۰ و 2° ۹۰۰ به مدت دو ساعت در شکل ۵ نشان داده شده است. در شکل ۵–ب و شکل ۵–الف که فیلم لایه نازک در دماهای ۷۰۰ و 2° ۸۰۰ عملیات حرارتی شده در بزرگنمایی کم اثری از کندگی مشاهده نگردید. همانطور که قابل مشاهده است در دمای 2° ۹۰۰ (شکل ۵–ج) مذکور پوشش دچار کندگی شدید شده و با توجه به ترکیب استو کیومتری احتمالا فیلم لایه نازک AlcuFe تا نزدیکی دمای ذوب رسیده است.







شکل ۵: موفولوژی فیلم لایه ناز ∕ک بعد از ∕نندوپاش و آنیل به مدت دو ساعت در دماهای الف) ℃ ۲۰۰ ، ب) ℃ ۸۰۰ و ج) ℃ ۹۰۰.

موفولوژی فیلم لایه نازک بعد از کندوپاش و آنیل در دمای ° ۸۰۰ به مدت دو ساعت در شکل ۶ نشان داده شده است. همانطور که در شکل ۵-ب که فیلم لایه نازک در دمای ° ۸۰۰ عملیات حرارتی شده در بزرگنمایی کم اثری از کندگی مشاهده نگردید. با بررسی سطح فیلم لایه نازک در بزرگنمایی ۱۰۰۰ و ۵۰۰۰ (شکل۶ ب و ج) آثار ترک مشاهده گردید، لذا این دما نیز همانند دمای ۲° ۹۰۰ پوشش عاری از ترک حاصل نگردید.

موفولوژی فیلم لایه نازک بعد از آنیل در دمای C° ۷۰۰ به مدت دو ساعت در شکل ۷ نشان داده شده است. نتایج حاکی از آن است که مورفولوژی چند وجهبی تشکیل شده که در بزرگنمایی بالا اشکال پنج وجهی که نماینگر نانو شبه بلور بوده قابل رویت است. اندازه میانگین پنج وجهی های تشکیل شده (شکل ۷ ج و د) ۱۶۲ nm محاسبه شده است، این در حالی است که نانو شبه بلور (شکل ۷د) به اندازه ۷۲ nm نیے قابل مشاہدہ است. در تحقیقات مشابه میکرو گراف، ای SEM برای آلیاژ، ای میکرو گراف، Al₆₃Cu₂₄Fe₁₂ منجمد شده معمولی که به مدت ۴ ساعت در دمای [°]C ۷۰۰ آنیل شدهاند، نظمی از بلورهای دوازده وجهی پنج ضلعی را به شکل گل کلم گزارش شده است [۱۷]. علاوه بر نفوذ، سطح مشترک و انرژیهای سطحی فازها نیز نقش مهمی در تحول ریزساختاری دارند. انرژی سطح پایین تر فاز بیست وجهی در مقایسه با فازهای کریستالی منجر به ترجیح برای رشد به صورت جزیرههای با ابعاد نانو می شود [۱۴].

JR

بررسی قرار گرفته و نتایج مشابهی با تحقیق حاضرمنتشر شده است [۱۹،۲۱].



شکل ۲: موفولوژی فیلم لایه ناز ک بعد از آنیل به مدت ۲ h در دمای °C ۸۰۰، الف) بزرگنمایی ۲۵، ب) بزرگنمایی ۱۰۰۰ و ج) بزرگنمایی ۵۰۰۰. اندازه میانگین پنج وجهیهای تشکیل شده ۱۹۲ محاسبه شده است، این در حالی است که نانوشبه بلور به اندازه ۷۲ nm نیز قابل مشاهده است.

[1] A. Obeydavi, A. Shafyei, J.W. Lee, *Intermetallics*, **172**, 2024, 108369.

مراجع

- [2] K. Zhao, X. Hao, D. Ma, X. Zhao, J. Ma, C. Wang, Journal of Materials Research and Technology, 32, 2024, 1820.
- [3] E.U. Binczyk, K. Kulikowski, W. Chrominski, J. Smolik, M. Lewandowska, Archives of Civil and Mechanical Engineering, 23, 2023, 23.
- [4] Y. Ju, X. Qi, J. Li, W. Song, Materials, 16, 2023, 3764.
- [5] M. Abaei, M.R. Rahimipour, M. Farvizi, M.J. Eshraghi, International Journal of Engineering, 36, 2023, 1880.
- [6] L. Franklin, A. Fonseca Junior, Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, 149, 2024, 9175.
- [7] O.E. Polozhentsev, A.T. Kozakov, V.G. Vlasenko, M.A. Bryleva, S.P. Kubrin, A.V. Soldatov, *Materials Today Communications*, **39**, 2024, 108747.
- [8] V. Aghaali, M.R. Rahimipour, A. Faraji, T. Ebadzadeh, Materials Today Communications, 38, 2024, 107499.
- [9] F.L.A. Fonseca Júnior, D.D.S. Silva, B.A.S.G. Lima, T.A. Passos, T.A. Simões, R.M. Gomes, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 149, 2024, 9175.
- [10] T. Zhang, S. Huang, L. Chen, N. Shen, L. You, X. Hui, Journal of Materials Science, 59, 2024, 11559.
- [11] W. Wolf, S.A. Kube, S. Sohn, Y. Xie, J.J. Cha, B.E. Scanley, C.S. Kiminami, C. Bolfarini, W.J. Botta, J. Schroers, *Scientific Reports*, 9, 2019, 7136.
- [12] S.I. Ryabtsev, O.V. Sukhova, Problems of Atomic Science and Technology, 51, 2020, 145.
- [13] S.I. Ryabtsev, V.A. Polonskyy, O.V. Sukhova, Powder Metallurgy and Metal Ceramics, 58, 2019, 89.
- [14] E.J. Widjaja, L.D. Marks, Thin Solid Films, 441, 2003, 63.
- [15] L. Nascimento1, A. Melnyk, Mens Agitat, 16, 2021, 38.
- [16] C. Li, C. Carey, D. Li, M. Caputo, R. Bouch, H. Hampikian, *Materials Characterization* 140, 2018, 162.
- [17] L. Nascimento, Journal of Experimental and Technique, Instrumentation, 4, 2021, 1.
- [18] P. Brunet, L.M. Zhang, D.J. Sordelet, M. Besser, J.M. Dubois, *Materials Science and Engineering*, 296, 2000, 74.
- [19] E.J. Widjaja, L.D. Marks, *Thin Solid Films*, **421**, 2002, 295.
 [20] F.A. Namin, Y.A. Yuwen, L. Liu, A.H. Panaretos, D.H.
- Werner, T.S. Mayer, Scientific Reports, 6, 2016, 1.
 [21] Y. TP, Material Science & Engineering International Journal, 1, 2017, 1.



شکل ۷: موفولوژی فیلم لایه ناز ک بعد از آنیل به مدت ۲ h در دمای C° ۲۰۰، الف) بزرگنمایی ۲۵، ب) بزرگنمایی ۳۵٫۰۰۰ و ج) و د) بزرگنمایی ۱۰۰٫۰۰۰.

٤- نتيجه گيري

- فیلم لایه ناز ک AlCuFe بر روی زیرلایه فولادی ۳۱۶ به مدت زمان های ۴۵و ۱۳۵ دقیقه بدون هیچگونه ترک و ناپیوستگی به روش کندوپاش مگنترونی حاصل گردید. - مورفولوژی پنج وجهی فیلم لایه نازک AlCuFe بر روی زیرلایه فولادی ۳۱۶ بعد از آنیل به مدت زمان ۲ ساعت در دمای ۲° ۷۰۰ حاصل شده که نشاندهنده حضور نانو شبه ىلور است.

– بر اساس نتایج XRD پوشش AlCuFe بعد از آنیل، حضور فازهای شبه بلوری Al₆₅Cu₂₀Fe₁₅ و Al₁₃Cu₄Fe شناسایی شده است.