بسم الله الرحمن الرحيم

دانشگاه آزاد اسلامی

واحد تهران مرکزی

دانشکده علوم پایه، گر.ه فیزیک

پایان نامه برای دریافت درجه کارشناسی ارشد(M.Sc)

گرایش:حالت جامد

عنوان:

مطالعه نانو ساختار و خواص مکانیکی لایه های نازک نیترید کروم به صورت تابعی از شرایط کندوپاش

استاد راهنما:

دکتر کیخسرو خجیر

استاد مشاور:

دکتر ناصر زارع دهنوی

پژوهشگر :

مرتضی جعفرزاده کنارسری

تابستان ۹۲

تقدیم به:

به روح پاک پدر که عالمانه به من آموخت تا چگونه در عرصه زندگی، ایستادگی را تجربه نمایم.

و به مادرم، دریای بی کران فداکاری و عشق که وجودم برایش همه رنج بود و وجودش برایم همه مهر، که با دعای خود پشتوانه من بود.

و به همسرم، پناه خستگیم و امید بودنم که در راه تحصیل علم با صبر و محبت خود باعث دلگرمی من می شد.

تشکر و قدر دانی:

در اینجا بر خود لازم می دانم از استاد گرانقدر، جناب آقای دکتر کیخسرو خجیر که به عنوان استاد راهنما ی پایان نامه با کمک های دلسوزانه خود مرا در طول مراحل تحقیق و انجام آن ارشاد و راهنمایی نمودند، تشکر و قدر دانی نمایم و همچنین از جناب آقای دکتر ناصر زارع دهنوی به عنوان استاد مشاور تشکر وقدر دانی به عمل آورم. همچنین از دوستانی که در طول انجام این پایان نامه همراه و راهنمای من بوده اند کمال سپاسگزاری را دارم.

معاونت پژوهش و فناوری

به نام خدا

منشور اخلاق پژوهش

با یاری از خداوند سبحان و اعتقاد به این که عالم محضر خداست و همواره ناظر بر اعمال انسان و به منظور پاس داشت مقام بلند دانش و پژوهش و نظر به اهمیت جایگاه دانشگاه در اعتلای فرهنگ و تمدن بشری، ما دانشجویان و اعضاء هیات علمی واحدهای دانشگاه آزاد اسلامی متعهد می گردیم اصول زیر را در انجام فعالیت های پژوهشی مد نظر قرار داده و از آن تخطی نکنیم:

۱- اصل برائت: التزام به برائت جویی از هر گونه رفتار غیر حرفه ای و اعلام موضع نسبت به کسانی که حوزه علم و پژوهش را به شائبه های غیر علمی می آلایند.

۲- اصل رعایت انصاف و امانت: تعهد به اجتناب از هر گونه جانب داری غیر علمی و حفاظت از اموال، تجهیزات و منابع در اختیار.

۳- اصل ترویج: تعهد به رواج دانش و اشاعه نتایج تحقیقات و انتقال آن به همکاران علمی و دانشجویان به غیر از مواردی که منع قانونی دارد.

۴- اصل احترام: تعهد به رعایت حریم ها و حرمت ها در انجام تحقیقات و رعایت جانب نقد و خودداری از هر گونه حرمت شکنی.

۵- اصل رعایت حقوق: التزام به رعایت کامل حقوق پژوهشگران و پژوهیدگان (انسان، حیوان و نبات) و سایر صاحبان حق.

۶- اصل رازداری: تعهد به صیانت از اسرار و اطلاعات محرمانه افراد، سازمان ها و کشور و کلیه افراد و نهادهای مرتبط با تحقیق.

۷- اصل حقیقت جویی: تلاش در راستای پی جویی حقیقت و وفاداری به آن و دوری از هر گونه پنهان سازی حقیقت.

۸- اصل مالکیت مادی و معنوی: تعهد به رعایت کامل حقوق مادی و معنوی دانشگاه و کلیه همکاران پژوهش.

۹- اصل منافع ملی: تعهد به رعایت مصالح ملی و در نظر داشتن پیشبرد و توسعه کشور در کلیه مراحل پژوهش.

تاریخ:
شماره:
پیوست:

تعهد نامه اصالت رساله یا پایان نامه

اینجانب مرتضی جعفرزاده کنارسری دانش آموخته مقطع کارشناسی ارشد ناپیوسته / دکترای حرفه ای / دکترای تخصصی در رشته فیزیک حالت جامد که در تاریخ ۹۲/۶/۱۷ از پایان نامه / رساله خود تحت عنوان " مطالعه نانو ساختار و خواص مکانیکی لایه های نازک نیترید کروم به صورت تابعی از شرایط کندوپاش" با کسب نمره ۲۰ دفاع نموده ام بدینوسیله متعهد می شوم :

۱) این پایان نامه / رساله حاصل تحقیق وپژوهش انجام شده توسط اینجانب بوده ودر مواردی که از دستاوردهای علمی وپژوهشی دیگران (اعم از پایان نامه، کتاب، مقاله و....) استفاده نموده ام، مطابق ضوابط ورویه موجود، نام منبع مورد استفاده و سایر مشخصات آن را در فهرست مربوط ذکر ودرج کرده ام.

۲) این پایان نامه / رساله قبلا برای دریافت هیچ مدرک تحصیلی (هم سطح، پایین تر یا بالاتر) در سایر دانشگاه ها و موسسات آموزش عالی ارائه نشده است.

۳) چنانچه بعد از فراغت تحصیل قصد استفاده و هرگونه بهره برداری اعم از چاپ کتاب، ثبت اختراع و ... از این پایان نامه داشته باشم، از حوزه معاونت پژوهشی واحد مجوزهای مربوطه را اخذ نمایم.

۴) چنانچه در هر مقطعی زمانی برخلاف موارد فوق ثابت شود، عواقب ناشی ازآن می پذیریم و واحد دانشگاهی مجاز است با اینجانب مطابق ضوابط و مقررات رفتار نموده ودر صورت ابطال مدرک تحصیلی ام هیچگونه ادعایی نخواهم داشت.

نام ونام خانوادگی : مرتضی جعفرزاده کنارسری

تاریخ وامضاء : ۹۲/۱۰/۱۷

بسمه تعالی

درتاریخ : ۹۲/۶/۱۷

دانشجوی کارشناسی ارشد آقای / خانم مرتضی جعفرزاده کناری از پایان نامه خود دفاع نموده وبا نمره ۲۰ بحروف بیست و با درجه عالی مورد تصویب قرار گرفت .

امضاء استاد راهنما

۹۲/۱۰/۱۶

فهرست مطالب

عنوان صفحه

فصل اول: معرفی لایه های نازک و روشهای رشد آن ۱

۱-۱ معرفی ۲

۱-۲ دسته بندی لایه نازک ۴

۱-۳ انواع لایه ها از نظر رسانایی ۵

۱- ۳-۱ لایه های رسانا ۵

۱-۳-۲ لایه های عایق یا دی الکتریک ۵

۱-۳-۳ لایه های نیمه رسانا ۵

۱-۴ روشهای ساخت لایه های نازک انباشت فیزیکی PVD ۶

۱-۴-۱ روش تبخیر حرارتی ۶

۱-۴-۲ روش حرارتی القایی ۸

۱-۴-۳ روش تبخیر مقاومتی ۸

۱-۴-۴ روش آنی تبخیر ۱۱

۱-۴-۵ تبخیر حرارتی به کمک گرمایش القایی(امواج RF) ۱۱

۱-۴-۶ تبخیر به روش باریکه الکترونی ۱۳

۱-۴-۷ تبخیر با استفاده از قوس الکتریکی ۱۷

۱-۴-۸ روش انفجاری سیم فلزی ۱۷

۱-۴-۹ روش تبخیر لیزری ۱۸

۱- ۵ معرفی روش کندوپاش (اسپاترینگ) ۱۸

۱-۵-۱ اسپاترینگ دیودی ۱۹

۱-۵-۲ روش کندو پاش RF ۲۳

۱-۵-۳ اسپاترینگ تریودی ۲۴

۱-۵-۴ لایه نشانی به روش اسپاترینگ مگنترونی ۲۵

۱-۵-۵ روش کندوپاش نامتوازن ۲۹

۱-۶ انباشت شیمیایی بخار CVD ۳۰

۱-۷ لایه نشانی به روش اپی تکسی باریکه مولکولی(MBE) ۳۲

۱-۸ لایه نشانی به روش پالس لیزری PLD ۳۳

۱-۹ لایه نشانی حمام شیمیایی CBD ۳۴

فصل دوم: معرفی آنالیزهای مورد استفاده در تحقیق ۳۶

۲ -۱ معرفی آنالیزهای مورد استفاده در تحقیق ۳۷

۲-۱-۱ سختی وسختی پذیری ۳۷

۲- ۱-۲ تاریخچه آزمایش سختی ۳۷

۲-۱-۳ آزمایش های سختی ۳۸

۲-۱-۴ انواع آزمایش سختی ۳۹

۲-۱-۴-۱ روش مقاومت در برابر فرورفتگی ۳۹

۲-۱-۴-۲ روش آزمون سختی ویکرز ۳۹

۲-۱-۴-۳ مزایای آزمون ویکرز ۴۲

۲ -۱-۴-۴ معایب آزمون ویکرز ۴۳

۲-۱-۴-۵ شرایط نمونه آزمایش ۴۳

۲-۱-۴-۶ آزمایش برینل ۴۴

۲-۱-۴-۷ آزمایش راکول ۴۷

۲-۱-۵ روش مقاومت در مقابل خراش دادن ۴۹

۲-۲-۱ میکروسکوپ الکترونی روبشی ۵۳

۲- ۲-۲ اساس کار میکروسکوپ الکترونی روبشی ۵۵

۲-۲-۳ آنالیز به روش **EDAX-SEM** ۵۶

فصل سوم: معرفی نیتزید کروم و کاربردهای آن ۵۸

۳-۱ ویژگی های عمومی و خواص کروم ۵۹
۳-۱-۱ خواص اتمی، فیزیکی کروم ۶۰
۳-۱-۲ ایزوتوپ های کروم ۶۰
۳-۲ تاریخچه کروم ۶۱
۳-۳ منابع کروم ۶۲
۳-۴ کاربردهای کروم ۶۲
۳-۵ خصوصیات نیترید کروم ۶۲
۳-۶ کاربردهای نیترید کروم ۶۲
۳-۶-۱ کاربرد نیترید کروم در ساخت فولادهای زنگ نزن ۶۳
۳-۶-۲ کاربرد نیترید کروم در لایه نشانی سطوح ۶۴

فصل ۴: شرح فعالیت های تجربی ۶۶
۴-۱ ساخت نمونه ها ۶۷
۴-۱-۱ آماده سازی زیر لایه ها ۶۷
۴-۱-۲ انباشت لایه های نیترید کروم ۶۸
۴-۲مشخصه یابی نمونه ها ۶۹
۴-۲-۱ بررسی ریخت شناسی سطح و ترکیب شیمیایی نمونه ۶۹

۴-۲-۲ بررسی خواص مکانیکی..... ۷۰

فصل ۵: تحلیل نتایج..... ۷۲

۵-۱ تحلیل ترکیب شیمیایی نمونه ها..... ۷۳

۵-۲ تحلیل ریخت شناسی سطح نمونه ها..... ۷۳

۵-۳ تحلیل خواص مکانیکی و اصطکاکی نمونه ها..... ۷۵

۵-۳ نتایج..... ۷۷

۵-۴ پیشنهادها..... ۷۸

فهرست منابع و ماخذ..... ۷۹

فهرست شکلها

عنوان **صفحه**

شکل (۱-۱) آینه های تلسکوپ فضایی جیمز وب..... ۴

شکل(۱-۲) ورقه سلول خورشیدی که با تکنولوژی لایه های نازک..... ۶

شکل(۱-۳) مدلهای مختلف فیلامان مورد استفاده در فرآیند تبخیرحرارتی..... ۹

شکل(۱-۴) مربوط به فشار بخار تعادلی برای چند فلز بر حسب دما..... ۹

شکل(۱-۵) محفظه خلا برای ساخت لایه های نازک به روش تبخیر حرارتی..... ۱۰

شکل(۱-۶) یک بوته و یک کویل که به منظور القای گرمایی برای عمل تبخیر حرارتی..... ۱۲

شکل(۱-۷) یک تبخیر کننده باریکه الکترونی دارای شتاب دهنده..... ۱۳

شکل(۱-۸) تبخیر کننده باریکه الکترونی دارای شتاب دهنده با یک الکترود استوانه ای متمرکز ۱۵

شکل(۱-۹) تبخیر کننده های باریکه الکترونی دارای شتاب دهنده الکترومغناطیس..... ۱۶

شکل(۱-۱۰) طرح ساده شده یک سیستم کندوپاش دیودی..... ۲۰

شکل(۱-۱۱) جزئیات عملکرد فرآیند لایه نشانی کندوپاش دیودی..... ۲۱

شکل(۱-۱۲) هدف کاتد شامل مواد، که در اثر قطب مثبت اسپاتر شده است..... ۲۲

شکل(۱-۱۳) جزییات اجزای یک سیستم لایه نشانی اسپاترینگ تریودی..... ۲۴

شکل(۱-۱۴) لایه نشانی اسپاترینگ مگنترونی سطحی..... ۲۷

شکل(۱-۱۵) یک تفنگ کندوپاش مغناطیسی..... ۲۷
شکل(۱-۱۶) جزییات مگنترون یا الکترومکنتها..... ۲۸
شکل(۱-۱۷) جزییات یک **post** مگنترون..... ۲۸
شکل(۱-۱۸) سیستم کندوپاش مغناطیسی عکس از سایت دانشگاه شهید بهشتی..... ۲۹
شکل(۱-۱۹) ادامه شکل شماره ۱۸..... ۳۰
شکل(۱-۲۰) دستگاه انباشت شیمیایی بخار..... ۳۱
شکل(۱-۲۱) دیاگرام شماتیک از پلاسما دستگاه **CVD**..... ۳۲
شکل(۱-۲۲) طرح ساده نشان دادن سیستم برآرایی باریکه مولکولی..... ۳۳
شکل(۱-۲۳) شکل شماتیک از سیستم لایه نشانی **PLD**..... ۳۴
شکل(۱-۲۴) یک سیستم **CBD**..... ۳۶
شکل(۲-۱) سنبه الماسی آزمون ویکرز..... ۴۱
شکل(۲-۲) سنبه آزمون ویکرز زاویه ۱۳۶درجه..... ۴۲
شکل(۲-۳) انواع شکل سر سنبه..... ۴۳
شکل(۲-۴) نمای شماتیک از آزمون برنیل..... ۴۵
شکل(۲-۵) نمای شماتیک از آزمایش خراش ۵۱
شکل(۲-۶) نمونه های آزمون خراش موس با توجه به شماره سختی آنها..... ۵۲

شکل(۲-۷) نیروی وارده در حالت های مختلف آزمون خراش شبیه سازی شده ۵۲

شکل(۲-۸)شماتیک دو حالت نیروی اعمالی نشان داده شده ۵۲

شکل(۲-۹) یک تصویر نوری از سطح پس از خراش ۵۳

شکل(۲-۱۰) نمای شماتیک از طرز کار میکروسکوپ الکترونی ۵۵

شکل(۳-۱) نمونه ای از سنگ کروم که نشان دهنده براق بودن و جلا پذیری آنست ... ۶۰

شکل (۳-۲) نمونه بلور نیترید کروم شبیه سازی شده..... ۶۴

شکل(۳-۳) نمونه ابزار برشی پوشش داده شده به کمک نیترید کروم ۶۶

شکل(۳-۴) نمونه بلبرینگ پوشش داده شده با نیترید کروم ۶۶

شکل(۴-۱) نمونه دستگاه حمام گرم فرا صوتی ۶۸

شکل(۴-۲) تصویری از یک دستگاه کندوپاش مغناطیسی **DC**..... ۷۰

شکل(۴-۳) عکس از دستگاه میکروسکوپ الکترونی میدان تشعشعی **FESEM**..... ۷۱

شکل(۴-۴) نمونه ای از دستگاه نانو ایندنتیشن..... ۷۲

شکل(۵-۱)شکل دانه ها به کمک میکروسکوپ الکترونی **SEM**..... ۷۵

شکل(۵-۲) وابستگی سختی لایه های کروم نیتراید به جریان گاز نیتروژن ۷۶

شکل(۵-۳) تغییرات ضریب اصطکاک و حجم خراش لایه نازک نیترید کروم ۷۷

فهرست جدولها

عنوان **صفحه**

جدول (۱-۱) گستره عادی پارامتر ها برای کار کردن تحت اسپاترینگ تریودی ۲۵

جدول (۲-۱) اعمال نیرو برای برخی مواد در آزمایش ویکرز ۴۲

جدول(۲-۲) نیروهای اعمال شده در آزمایش راکول برحسب جنس ماده..... ۴۹

جدول(۲-۳) برخی مشخصات مواد در ازمایش راکول..... ۵۰

جدول(۳-۱) خواص فیزیکی کروم..... ۶۱

جدول(۳-۲) انواع ایزوتوپ کروم..... ۶۱

جدول(۳-۳) نمونه بلور نیترید کروم شبیه سازی شده..... ۶۵

جدول(۵ -۱) نشان دهنده نسبتN/Cr با توجه به شار گاز نیتروژن..... ۷۴

فصل اول:

معرفی لایه های نازک و روشهای رشد آن

۱-۱ معرفی

تکنولوژی لایه های نازک یکی از قدیمی ترین هنرها ودر عین حال یکی از جدید ترین علوم به شمار می رود. تاریخچه استفاده از لایه های نازک فلزی به عهد باستان و در حدود ۳۴۰۰ سال پیش بر می گردد. طلا کاری، اکلیل زدن نمونه های بارزی از این هنرها در دوران گذشته می باشد و این روند تا به امروز ادامه دارد همانطور که در شکل ۱ نشان داده شده است آینه های تلسکوپ فضایی جیمز وب به کمک روش های لایه نشانی روکش طلا شده اند. اولین لایه های نازک مدرن احتمالا در سال ۱۸۳۸ میلادی به روش الکترولیز بدست آمده است. بونسن[۱]وگروو[۲] توانستند لایه های نازک فلزی را به ترتیب با روش واکنش شیمیایی و پراکنش تخلیه نور[۳] به دست آورند. فارادی در سال ۱۸۵۷ میلادی توانست با استفاده از تبخیر حرارتی[۴] ازسیمی که از آن جریان زیادی عبور می کرد لایه های نازک فلزی بدست آورد[۱].

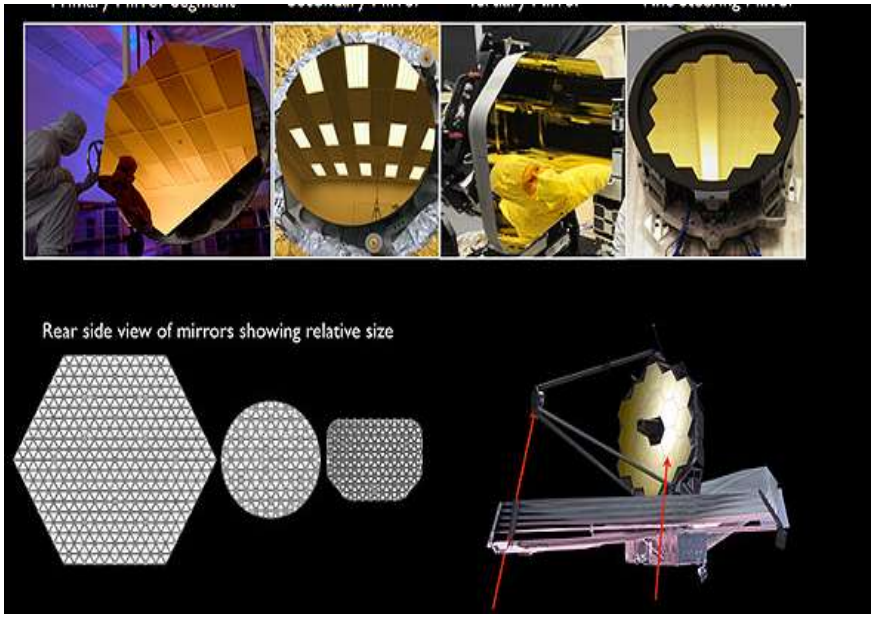
امروزه تکنولوژی ساخت لایه های نازک بسیار گسترده شده و هم اکنون ساخت لایه های نازک به سمت فناوری نانو سوق داده شده است.تکنولوژی ساخت لایه های نازک امروزه به سرعت در حال پیشرفت است. همچنین از لایه های نازک برای بهبود خواص سطحی استفاده می شود. در این فصل، روشهای ساخت لایه های نازک و کاربردهای آن ارائه می گردد. از سویی بسیاری از اهداف ساخت لایه های نازک با عملیات حرارتی همسو هستند. بنابر این می توان از لایه های نازک به عنوان یک سری از عملیات حرارتی سطحی در شرایط خاص استفاده کرد. به عنوان مثال می توان عملیات حرارتی سطحی مثل کربن- دهی، بور دهی و نیتروژن دهی سطحی را با ساخت لایه های نازک در سطح جایگزین کرد. روکش لایه های نازک ویژگیهای اپتیکی در موارد مختلفی از جمله در لنزهای دوربین تا

[1]-Bunsen
[2]-Grove
[3]-Glow Disharge Sputtering
[4]-Thermal Evoporation

عینکهای معمولی ارایه می کنند. در معماری ساختمانهای اداری بزرگ از شیشه هایی استفاده می شود که انتقال حرارت را کاهش دهد. لایه های تزئینی که بر روی جواهرات یا لوازم بهداشتی نشانده می شود یکی دیگر از صنایع بزرگ است که بر پایه تکنولوژی خلا میباشد. بسیاری از اجزای این لوازم از طریق لایه نشانی کروم بر روی بخش های قالب گیری شده پلاستیکی ساخته شده اند. عمر مفید ابزار با به کار بردن لایه های نازک که از جنس ترکیبات شیمیایی است افزایش می یابد. ابزاری که برای برش استیل در وسایل تراشکاری یا آسیاب ها وجود دارد اغلب با لایه هایی از ترکیب شیمیایی نیترید تیتانیوم پوشانده می شود تا خوردگی لبه ها ی آن ها را کاهش دهد. ساخت لایه های نازک که از جنس ترکیبات شیمیایی هستند ممکن است به چندین طریق صورت بگیرد. لایه نشانی اشتراکی تکنیکی است که بخارهای دو ماده مختلف بطور همزمان تولید می شود. این دو بخار به یکدیگر می پیوندند ویک آلیاژ یا ترکیب را تشکیل می دهند. روشهای دیگری برای لایه نشانی تر شامل تبخیر حرارتی ترکیب و کندوپاش[1] یا تبخیر واکنشی می باشد. در فرآیند ها ی واکنشی اتمهای ماده تبخیر شونده (که اغلب یک فلز است) با نمونه گازی فرایند شیمیایی انجام می دهد که این گاز به همین منظور به محفظه فرایند تزریق میشود[۲] .

روشهایی مثل PVD و CVD و... برای ساخت لایه های نازک در ادامه توضیح داده می شود.

[1]- Sputtering



شکل۱-۱ آینه های تلسکوپ فضایی جیمز وب .

۱-۲ دسته بندی لایه های نازک

لایه ماده یا مواد پوششی بر سطوح مختلف از نقطه نظر ضخامت به سه گروه تقسیم می شوند.

الف)لایه های بسیار نازک با ضخامت کمتر از ۵۰Å

ب)لایه های نازک با ضخامت بین ۵۰ - ۵۰۰۰ Å

ج)لایه های ضخیم با ضخامت بیش از ۵۰۰۰ Å

لایه ها به دقت اتمی طراحی شده از انواع مواد اعم از فلزات عایق ها و نیمه رساناها هستند. کاربرد عمده آنها در اصلاح خواص سطح جامدات است. گاهی هدف از لایه نشانی استحکام و گاه هدف رسانایی و یا حتی می تواند عایق نمودن ماده باشد. همچنین در ساخت وسایل پیچیده نوری و الکتریکی وآکوستیکی کاربرد دارد.