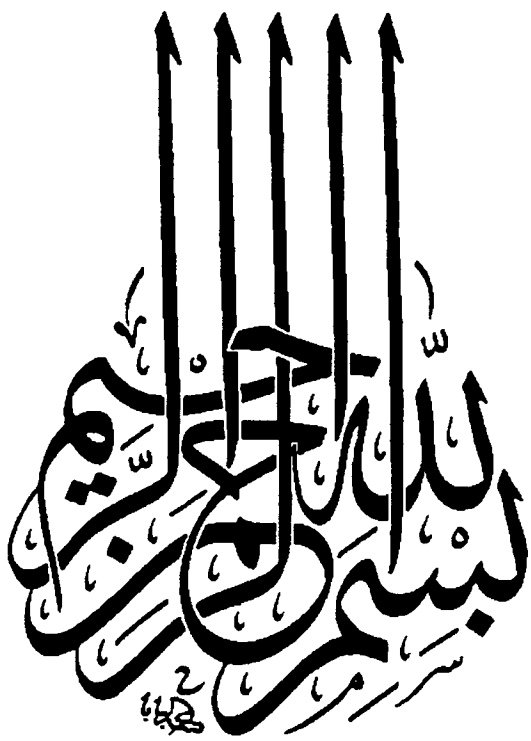


٢٠١٤١٥٣ـ٢٩٥٢٩٣

دانشگاه تربیت مدرس

دانشکده فنی و مهندسی

پایان نامه دوره کارشناسی ارشد نانوفناوری

ایجاد پوشش‌های نانوساختار TiN بر روی فولاد AISI H_{11} نیتروژن‌دهی پلاسمایی‌شده با استفاده از روش PACVD

حسن علم‌خواه

اساتید راهنما:

دکتر امیر عبداله زاده

دکتر فرزاد محبوبی

استاد مشاور:

دکتر شاهرخ آهنگرانی

[illegible]

بهمن ۱۳۸۸

۱۳۸۹/۳/۲۲

۱۳۶ ۵۳۹

بسمه تعالی

تاییدیه اعضای هیات داوران حاضر در جلسه دفاع از پایان نامه

آقای حسن علم خواه پایان نامه ۸ واحدی خود را با عنوان ایجاد پوشش های نانو ساختار TiN بر روی فولاد H۱۱ نیتروژن دهی پلاسمایی شده با استفاده از روش PACVD در تاریخ ۱۳۸۸/۱۱/۱۹ ارائه کردند.

اعضای هیات داوران نسخه نهایی این پایان نامه را از نظر فرم و محتوا تایید کرده و پذیرش آنرا برای تکمیل درجه کارشناسی ارشد مهندسی مواد - نانو فناوری پیشنهاد می کنند.

عضو هیات داوران	نام و نام خانوادگی	مرتبه علمی	امضا
استاد راهنما	دکتر امیر عبداله زاده	استاد	
استاد راهنمای دوم	دکتر فرزاد محبوبی	دانشیار	
استاد مشاور	دکتر شاهرخ آهنگرانی	استادیار	
استاد ناظر	دکتر علیرضا صبور روح اقدم	دانشیار	
استاد ناظر	دکتر سعیدرضا اله کرم زاکم	دانشیار	
مدیر گروه (یا نماینده گروه تخصصی)	دکتر سهراب سنجابی	استادیار	

۱۳۸۹/۳/۲۲

حوزه اطلاعات مدارک علمی دانشگاه

آیین نامه چاپ پایان‌نامه (رساله)های دانشجویان دانشگاه تربیت مدرس

نظر به اینکه چاپ و انتشار پایان نامه (رساله)های تحصیلی دانشجویان دانشگاه تربیت مدرس، مبین بخشی از فعالیتهای علمی - پژوهشی دانشگاه است بنابراین به منظور آگاهی و رعایت حقوق دانشگاه،دانش آموختگان این دانشگاه نسبت به رعایت موارد ذیل متعهد می‌شوند:

ماده ۱: در صورت اقدام به چاپ پایان نامه (رساله)ی خود، مراتب را قبلاً به طور کتبی به «دفتر نشر آثارعلمی» دانشگاه اطلاع دهد.

ماده ۲: در صفحه سوم کتاب (پس از برگ شناسنامه) عبارت ذیل را چاپ کند:

«کتاب حاضر، حاصل پایان نامه کارشناسی ارشد/ رساله دکتری نگارنده در رشته ماشین‌های ... است که در سال ... در دانشکده فنی مهندسی دانشگاه تربیت مدرس به راهنمایی سرکار خانم/جناب آقای دکتر ... ، مشاوره سرکار خانم/جناب آقای دکتر ... و مشاوره سرکار خانم/جناب آقای دکتر ... از آن دفاع شده است.»

ماده ۳: به منظور جبران بخشی از هزینه‌های انتشارات دانشگاه، تعداد یک درصد شمارگان کتاب (در هر نوبت‌چاپ) را به «دفتر نشر آثارعلمی» دانشگاه اهدا کند. دانشگاه می‌تواند مازاد نیاز خود را به نفع مرکز نشر درمعرض فروش قرار دهد.

ماده ۴: در صورت عدم رعایت ماده ۳، ۵۰٪ بهای شمارگان چاپ شده رابه عنوان خسارت به دانشگاه تربیت‌مدرس، تأدیه کند.

ماده ۵: دانشجو تعهد و قبول می کند در صورت خودداری از پرداخت بهای خسارت، دانشگاه می‌تواندخسارت مذکور را از طریق مراجع قضایی مطالبه و وصول کند؛ به علاوه به دانشگاه حق می‌دهد به منظور استیفای حقوق خود، از طریق دادگاه، معادل وجه مذکور در ماده ۴ را از محل توقیف کتابهای عرضه شده‌نگارنده برای فروش، تامین نماید.

ماده ۶: اینجانب ... دانشجوی رشته ... مقطع کارشناسی ارشد

تعهد فوق وضمانت اجرایی آن را قبول کرده، به آن ملتزم می شوم.

نام و نام خانوادگی: ...

تاریخ و امضا:

۸۹/۲/۲۱

دستورالعمل حق مالکیت مادی و معنوی در مورد نتایج پژوهشهای علمی دانشگاه تربیت مدرس

مقدمه: با عنایت به سیاست‌های پژوهشی دانشگاه در راستای تحقق عدالت و کرامت انسان‌ها که لازمه شکوفایی علمی و فنی است و رعایت حقوق مادی و معنوی دانشگاه و پژوهشگران، لازم است اعضای هیات علمی، دانشجویان، دانش‌آموختگان و دیگر همکاران طرح، در مورد نتایج پژوهش‌های علمی که تحت عناوین پایان‌نامه، رساله و طرح‌های تحقیقاتی که با هماهنگی دانشگاه انجام شده است، موارد ذیل را رعایت نمایند:

ماده ۱- حقوق مادی و معنوی پایان‌نامه‌ها/ رساله‌های مصوب دانشگاه متعلق به دانشگاه است و هرگونه بهره‌برداری از آن باید با ذکر نام دانشگاه و رعایت آیین‌نامه‌ها و دستورالعمل‌های مصوب دانشگاه باشد.

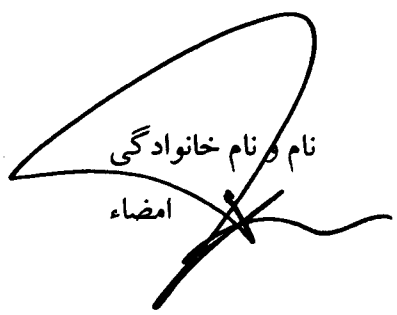
ماده ۲- انتشار مقاله یا مقالات مستخرج از پایان نامه/ رساله به صورت چاپ در نشریات علمی و یا ارائه در مجامع علمی باید به نام دانشگاه بوده و استاد راهنما مسئول مکاتبات مقاله باشد.

تبصره: در مقالاتی که پس از دانش‌آموختگی بصورت ترکیبی از اطلاعات جدید و نتایج حاصل از پایان‌نامه/ رساله نیز منتشر می‌شود نیز باید نام دانشگاه درج شود.

ماده ۳- انتشار کتاب حاصل از نتایج پایان‌نامه / رساله و تمامی طرح‌های تحقیقاتی دانشگاه باید با مجوز کتبی صادره از طریق حوزه پژوهشی دانشگاه و بر اساس آئین نامه‌های مصوب انجام می‌شود.

ماده ٤- ثبت اختراع و تدوین دانش فنی و یا ارائه در جشنواره‌های ملی، منطقه‌ای و بین‌المللی که حاصل نتایج مستخرج از پایان نامه/ رساله و تمامی طرح‌های تحقیقاتی دانشگاه باید با هماهنگی استاد راهنما یا مجری طرح از طریق حوزه پژوهشی دانشگاه انجام گیرد.

ماده ٥- این دستورالعمل در ۵ ماده و یک تبصره در تاریخ ۱۳۸۴/۴/۲۵ در شورای پژوهشی دانشگاه به تصویب رسیده و از تاریخ تصویب لازم‌الاجرا است و هرگونه تخلف از مفاد این دستورالعمل، از طریق مراجع قانونی قابل پیگیری می‌شود.



تشکر و قدردانی

با حمد و سپاس به درگاه ایزد منان

بر خود لازم می‌دانم تا به این وسیله از تمامی عزیزانی که همواره در طول زندگی و در راه کسب علم و دانش مشوق و یاور من بوده‌اند و به نوعی بر اندوخته‌های علمی من افزوده‌اند تشکر نمایم.

اینجانب از رهنمودهای ارزنده و روشنگرانه اساتید راهنما، جناب آقای دکتر امیر عبداله‌زاده و آقای دکتر فرزاد محبوبی و استاد مشاور آقای دکتر شاهرخ آهنگرانی کمال تشکر دارم.

همچنین از هم‌فکری و هم‌یاری دوستان عزیزم آقایان مهندس مهدی رئوفی و مهندس صادق مهدی‌پور که در انجام این تحقیق با بنده همراهی نمودند، سپاسگزاری می‌نمایم.

در پایان لازم است از مدیران و پرسنل محترم پژوهشکده علوم و فنون مهام به ویژه آقایان مهندس فیاض‌پور، مهندس محمدی، مهندس مرادی، مهندس نعمت‌پور و مهندس هاشمی نیز سپاسگزاری نمایم.

چکیده

در این تحقیق، با استفاده از روش رسوب‌گذاری شیمیایی از فاز بخار با بهره‌گیری از پلاسما (PACVD) بر روی فولاد گرم‌کار AISI H11 (۱.۲۳۴۳) با لایه‌ای از TiN پوشش‌دهی شد. برای دست‌یابی به خواص مطلوب پوشش، قبل از عملیات لایه‌نشانی، بستر آزمایش با ترکیب گاز ۲۵٪ نیتروژن و ۷۵٪ هیدروژن مورد عملیات نیتروژن‌دهی پلاسمایی قرار گرفت.

متغیرهای آزمایش عبارتنداز درصد چرخه کار، دمای لایه‌نشانی، مدت زمان رسوب‌دهی، فرکانس، ولتاژ اعمالی و ترکیب گازهای نیتروژن، هیدروژن، آرگون و ترا کلرید تیتانیم می‌باشد. با توجه به پیچیدگی فرایند لایه-نشانی، آزمایش‌های مورد نیاز فقط با دو متغیر دمای لایه‌نشانی و درصد چرخه کار طراحی شد. دمای عملیات لایه نشانی ۴۷۰، ۴۹۵ و ۵۲۰ درجه سانتیگراد و درصد چرخه کاری ۳۳٪، ۴۰٪ و ۵۰٪ در نظر گرفته شد. ساختار، خواص مکانیکی و خواص شیمیایی پوشش‌ها با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)، میکروسکوپ الکترونی روبشی مجهز به تفنگ الکترونی نشر میدانی (FE-SEM) و نیروی اتمی (AFM)، پراش اشعه ایکس (XRD)، آزمون ریزسختی سنجی، آزمون زبری سنجی، آزمون خوردگی و آزمون سایش مورد ارزیابی قرار گرفت.

بر اساس نتایج به دست آمده از این تحقیق، با افزایش دمای رسوب‌گذاری از ۴۷۰ °C به ۵۲۰ °C، اندازه دانه-های پوشش از حدود ۵ به ۸ نانومتر افزایش یافته و در نتیجه آن زبری سطح نمونه‌ها نیز افزایش پیدا کرد. به دلیل افزایش پستی و بلندی و زبری سطحی و بالا رفتن نقاط مستعد به خوردگی، با افزایش دمای رسوب‌گذاری رفتار خوردگی پوشش بدتر شد. همچنین با افزایش چرخه کار فرایند از ۳۳ درصد به ۵۰ درصد، به‌دلیل کاهش زمان لایه‌نشانی، اندازه دانه‌های TiN بزرگتر شد و در نتیجه زبری سطحی افزایش یافته و از مقاومت خوردگی قطعه به مقدار جزئی کاسته شد.

بنابراین با افزایش زبری‌سطحی (با افزایش دمای لایه‌نشانی و یا با افزایش چرخه کار) موجب کنده شدن بیشتر پوشش می‌شود و به تبع مقاومت سایشی و خوردگی آن تضعیف می‌شود. این بدان معناست که هرچه سطح پوشش یکنواخت‌تر و صیقلی‌تر (پستی و بلندی کمتر) باشد، مقاومت به سایش و مقاومت به خوردگی پوشش بهبود می‌یابد. در نتیجه هرچه اندازه ذرات پوشش نانوساختار کوچک‌تر شود، به بهبود خواص پوشش کمک می‌نماید.

کلمات کلیدی: پوشش نانوساختار TiN، فولاد گرم‌کار H_{11}، نیتروژن‌دهی پلاسمایی، رسوب‌دهی شیمیایی از بخار به کمک پلاسما (PACVD)، درصد چرخه کار، رفتار خوردگی.

فهرست مطالب

فصل اول: مقدمه ۱

فصل دوم: مروری بر منابع ۵

۲-۱- معرفی فولاد H_{11} ۶

۲-۱-۱- ترکیب شیمیایی فولاد H_{11} ۶

۲-۱-۲- عملیات حرارتی فولاد H_{11} ۷

۲-۲- نیتروژن‌دهی ۷

۲-۲-۱- تاریخچه فرایند نیتروژن‌دهی ۷

۲-۲-۲- معرفی فرآیند نیتروژن‌دهی ۸

۲-۲-۳- روش‌های مختلف نیتروژن‌دهی ۱۰

۲-۲-۳-۱- نیتروژن‌دهی گازی ۱۱

۲-۲-۳-۲- نیتروژن‌دهی مایع ۱۲

۲-۲-۳-۳- نیتروژن‌دهی پلاسمایی ۱۳

۲-۳- نیتروژن‌دهی پلاسمایی ۱۳

۲-۳-۱- معرفی فرایند نیتروژن‌دهی پلاسمائی ۱۳

۲-۳-۲- پلاسما چیست؟ ۱۴

۲-۳-۳- تشکیل پلاسما ۱۵

۲-۳-۴- اندرکنش‌های موجود در فرآیند تولید پلاسما ۱۵

۲-۳-۵- تجهیزات نیتروژن‌دهی پلاسمایی ۱۶

۲-۳-۶- فولادهای مناسب برای نیتروژن‌دهی ۱۷

۲-۳-۷- عوامل موثر در عملیات نیتروژن‌دهی پلاسمایی ۱۸

۲-۳-۸- مزایای نیتروژن‌دهی پلاسمایی ۱۸

۲-۳-۹- خواص مورد نظر در نیتروژن‌دهی پلاسمایی ۱۹

۲-۳-۹-۱- تاثیر نیتروژن‌دهی بر روی سختی و مقاومت به سایش ۱۹

۲-۳-۹-۲- تاثیر نیتروژن‌دهی بر روی افزایش استحکام خستگی ۱۹

۲-۳-۹-۳- تاثیر نیتروژن‌دهی بر روی افزایش مقاومت به خوردگی ۲۰

۲-٤- رسوب‌دهی شیمیایی از فاز بخار (CVD) ۲۰

۲-۴-۱- مقدمه ۲۰

۲-۴-۲- تاریخچه روش CVD ۲۱
۲-۴-۳- اصول کلی فرآیند CVD و مکانیزم رسوب گذاری ۲۲
۲-۴-۴- فرآیندهای شیمیایی در روش CVD ۲۴
۲-۴-۵- فواید روش CVD ۲۵
۲-۴-۶- معایب و مضرات روش CVD ۲۶
۲-۴-۷- مقایسه مزایا و معایب روش‌های مختلف CVD ۲۶
۲-۵- رسوب‌دهی شیمیایی از فاز بخار به کمک پلاسما (PACVD) ۲۷
۲-۵-۱- مقدمه ۲۷
۲-۵-۲- مزایای استفاده از روش PACVD ۲۸
۲-۵-۳- اصول رسوب‌گذاری شیمیایی از فاز بخار به کمک پلاسما ۲۹
۲-۵-۴- اجزای سیستم PACVD ۳۰
۲-۵-۵- مراحل تشکیل پوشش ۳۰
۲-۵-۶- فرآیندهای اولیه در تخلیه پلاسما ۳۱
۲-۵-۷- علت جایگزینی فرآیندهای PVD و CVD با PACVD ۳۲
۲-۵-۸- مواد رسوب‌گذاری شده به روش PACVD ۳۳
۲-۵-۹- فواید رسوب‌دهی شیمیایی از بخار به کمک پلاسما ۳۴
۲-۵-۱۰- محدودیت‌های رسوب‌گذاری شیمیایی از بخار به کمک پلاسما ۳۴
۲-۶- خواص و کاربردهای نیترید تیتانیوم (TiN) ۳۵
۲-۶-۱- مقدمه ۳۵
۲-۶-۲- ویژگی‌های TiN ۳۶
۲-۶-۳- روش‌های تولید پوشش TiN ۳۷
۲-۶-۴- ایجاد پوشش TiN به روش PACVD ۳۷
۲-۶-۵- خواص خوردگی و سایشی پوشش‌های TiN ۳۸
۲-۶-۶- مطالعه برخی خواص پوشش‌های TiN رسوب‌گذاری به روش PACVD ۳۹
۲-۶-۶-۱- اثر ولتاژ بر روی خواص پوشش‌های TiN ۴۰
۲-۶-۶-۲- اثر فشار بر روی پوشش‌های TiN ۴۰
۲-۶-۶-۳- اثر گاز هیدروژن ۴۱
۲-۶-۶-۴- اثر گاز نیتروژن ۴۱

۲-۶-۶-۵- اثر گاز کلرید تیتانیم ۴۲
۲-۶-۷- تاثیر پیش‌عملیات نیتروژن‌دهی پلاسمایی بر روی خواص پوشش TiN ۴۲
۲-۷- نانوپوشش‌ها ۴۴
۲-۷-۱- مقدمه ۴۴
۲-۷-۲- علل استفاده از نانوپوشش‌ها ۴۵
۲-۷-۳- مزایای فنی استفاده از نانوپوشش‌ها ۴۶
۲-۷-۴- طبقه‌بندی نانوپوشش‌ها ۴۷
۲-۷-۵- ارزیابی اندازه پوشش‌های نانوساختار ۴۷

فصل سوم: مواد و روش‌ها
۳-۱- آماده سازی نمونه‌ها ۵۰
۳-۲- عملیات حرارتی ۵۰
۳-۳- فرآیندهای پوشش‌دهی ۵۱
۳-٤- مراحل انجام فرآیندهای پلاسمایی ۵۲
۳-۴-۱- تمیز کردن دستگاه و نمونه‌ها ۵۲
۳-۴-۲- ایجاد خلاء در محفظه ۵۲
۳-۴-۳- تنظیم فشار و ترکیب مخلوط گازی ۵۲
۳-۴-۴- فرآیند تخلیه نورانی و گرم کردن قطعه کار ۵۳
۳-۴-۵- سرد کردن ۵۳
۳-۵- شرایط انجام آزمایش ۵۳
۳-٦- آزمون‌های مورد استفاده ۵۶
۳-۶-۱- آزمون طیف‌نگاری اشعه ایکس (XRD) ۵۶
۳-۶-۲- آزمون SEM و FE-SEM ۵۶
۳-۶-۳- آزمون ریز سختی‌سنجی ۵۶
۳-۶-۴- آزمون زبری سنجی ۵۶
۳-۶-۵- آزمون AFM ۵۷
۳-۶-۶- آزمون خوردگی ۵۷
۳-۶-۷- آزمون سایش ۵۷

فصل چهارم: نتایج و بحث

٤-١- شکل ظاهری ۶۰

٤-٢- آنالیز شیمیایی پوشش‌های TiN با روش EDS ۶۱

۴-۲-۱- وجود عنصر آهن ۶۳

۴-۲-۲- وجود عنصر اکسیژن ۶۳

۴-۲-۳- وجود عنصر کلر ۶۴

٤-٣- بررسی نتایج XRD نمونه‌های پوشش داده شده با TiN ۶۵

۴-۳-۱- بررسی ساختار پوشش ۶۵

۴-۳-۲- بررسی اندازه دانه ریزساختار ۶۶

٤-٤- تصاویر میکروسکوپی از پوشش‌های TiN ۶۸

۴-۴-۱- تصاویر سطح لایه‌ها و تعیین اندازه متوسط دانه‌ها ۶۸

۴-۴-۲- تصاویر سطح مقطع لایه‌ها و تعیین ضخامت پوشش ۷۰

٤-٥- بررسی و تحلیل عوامل موثر در ابعاد نانوساختار پوشش TiN ایجاد شده ۷۲

۴-۵-۱- تاثیر دما در اندازه نانوساختار پوشش TiN ایجاد شده ۷۲

۴-۵-۲- تاثیر چرخه کاری در اندازه نانوساختار پوشش TiN ایجاد شده ۷۴

۴-۵-۳- نمودار شبیه‌سازی از تاثیر شرایط آزمایش تحقیق در اندازه نانوساختارTiN ۷۵

٤-٦- توپوگرافی سطح ۷۵

۴-۶-۱- آنالیز میکروسکوپ نیروی اتمی (AFM) ۷۵

۴-۶-۲- آزمون زبری‌سنجی ۷۸

٤-٧- بررسی نتایج آزمون ریزسختی‌سنجی ۷۹

۴-۷-۱- تاثیر فرایند PN و پوشش TiN در سختی نمونه ۷۹

۴-۷-۲- تاثیر دمای رسوب‌گذاری TiN در سختی نمونه ۸۱

۴-۷-۳- تاثیر چرخه کاری در سختی نمونه ۸۲

٤-٨- بررسی نتایج آزمایش سایش ۸۳

٤-٩- بررسی نتایج آزمایش خوردگی ۸۶

۴-۹-۱ مقایسه رفتار خوردگی نمونه پوشش‌دار، نیتروژن‌دهی شده و بدون پوشش ۸۶

۴-۹-۲- تاثیر دمای رسوب‌گذاری در رفتار خوردگی پوشش TiN ۸۸

۴-۹-۳- تاثیر چرخه کاری در رفتار خوردگی پوشش TiN ۹۱

۴-۹-۴- تاثیر پیش‌عملیات نیتروژن‌دهی پلاسمایی بر روی رفتار خوردگی ۹۲

فصل پنجم: نتیجه‌گیری و پیشنهادها

۵-۱- نتیجه‌گیری ۹۵

۵-۲- پیشنهادها ۹۷

فصل پایانی: منابع و مراجع ۹۹

فصل اول:

مقدمه

۱- مقدمه

از لحاظ کاربردی، فیزیک سطح و فصل مشترک را می‌توان به عنوان علم پایه برای تعدادی از شاخه‌های مهندسی و فناوری پیشرفته در نظر گرفت. درک بهتر فرایندهای خوردگی و بنابراین پیشرفت روش‌های حفاظت از سطح را می‌توان فقط بر اساس مطالعات سطح انتظار داشت [۱].

مفید بودن خصوصیات لایه‌های نازک و جالب توجه بودن مطالعه بر روی رفتار جامدهای دوبعدی باعث شده که چه از نظر عملی و چه از نظر فناوری به لایه نازک توجه ویژه‌ای شود [۲].

از دو دهه قبل درک این حقیقت که بسیاری از قطعات صنعتی در حین کار توسط یکی از مکانیزم‌های سایش، خوردگی و خستگی از بین می‌روند، سبب گسترش شاخه علمی- کاربردی «مهندسی سطح» شده است. مهندسی سطح شامل گروه بزرگی از انواع فرآیندها مانند آبکاری، رسوب‌دهی از فاز بخار، پاشش (حرارتی، پلاسمایی و انفجاری) و پوشش‌دهی است که روی سطح حالت جامد هستند. در این فرآیندها خواص جدید سطح قطعه، همان خواص ماده جدیدی نشانده شده است [۳].

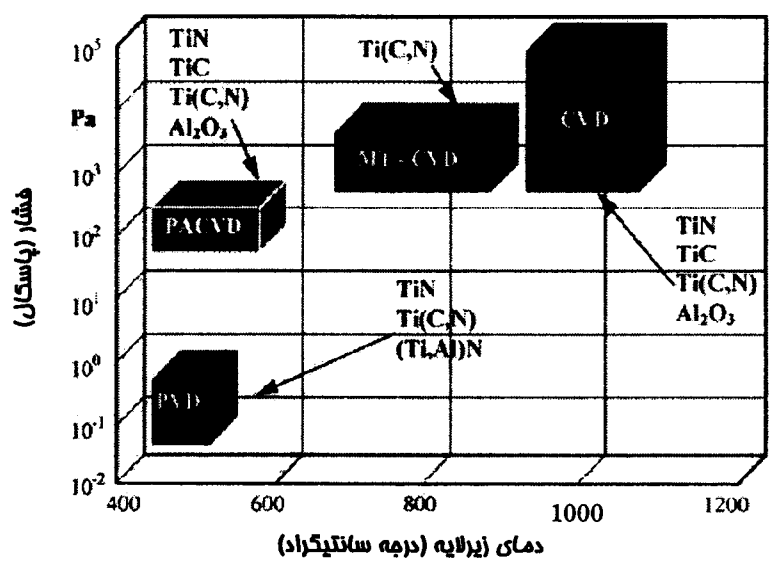
علاوه بر بهبود خواص مواد، امروزه از فناوری لایه نازک در ساخت وسایل نوری و الکترونیکی و اپتوالکترونیک، آیینه‌های لیزر و قطعات آکوستیکی نیز استفاده می‌شود. همچنین برای بالا بردن تمرکز مدارهای مجتمع، فناوری ساخت لایه‌های نازک نقش بسزایی در صنعت الکترونیک ایفا می‌کند [۲].

فرآیندهای رسوب‌دهی از فاز بخار از جمله روش‌هایی هستند که امروزه توجه ویژه‌ای را به خود جلب کرده‌اند. این فرآیندها به دو دسته کلی فرآیندهای رسوب‌دهی فیزیکی از فاز بخار (PVD)[1] و رسوب-دهی شیمیایی از فاز بخار (CVD)[2] تقسیم می‌شوند. فرآیندهای PVD و CVD به طور متداول برای ایجاد

---

[1]- Physical Vapor Deposition (PVD)
[2] - Chemical Vapor Deposition (CVD)

پوشش‌های مختلف روی قطعات فولادی در صنعت به کار می‌روند. فرآیند PVD ماهیتی جهت‌دار[1] دارد و امکان پوشش‌دهی قطعات با اشکال هندسی پیچیده را فراهم نمی‌کند. البته دمای لایه‌نشانی در این فرایند نسبتا پایین است [۴]. در حالی در فرایند CVD دمای فرآیند در حدود ۹۰۰°C است که بالای دمای برگشت (تمپر) فولادهاست و باعث کاهش استحکام زیرلایه بعد از فرآیند می‌شود [۵]. دو محدودیت ذکر شده در بالا توجیه‌کننده استفاده از پلاسما در جریان رسوب‌دهی شیمیایی از فاز بخار است. پلاسما در جریان رسوب‌دهی شیمیایی از بخار با تولید یون‌ها و رادیکال‌های فعال باعث کاهش دمای فرآیند می شود. به این منظور امروزه فرآیند رسوب‌دهی شیمیایی از فاز بخار به کمک پلاسما (PACVD)[2] ایجاد لایه‌های سخت مقاوم به خوردگی و سایش از جمله TiN روی قطعات فولادی با اشکال هندسی پیچیده و زیر دمای برگشت آن‌ها را فراهم می‌کند [۶]. پوشش‌های TiN، به خاطر داشتن ویژگی‌های منحصر به فردی مانند سختی بسیار بالای آن‌ها، مقاومت به خوردگی و سایش عالی و هم‌چنین ظاهر طلایی پوشش، به طور بسیار گسترده‌ای در کاربردهای صنعتی برای محافظت کردن ابزارهای برش و شکل دادن و کاربردهای تزئینی مورد استفاده قرار می گیرند [۷]. نمودار شکل ۱-۱ مقایسه بین روش‌های رسوب-گذاری شیمیایی و فیزیکی از فاز بخار را نشان می‌دهد. در این نمودار مقدار بازه پارامترهای فشار و دمای لایه‌نشانی در فرایندهای CVD و PVD در نظر گرفته شده است [۸].



شکل ۱-۱- مقایسه روش PVD با روش‌های مختلف CVD [۸].

[1] - line-of-Sight
[2] - Plasma-Assisted Chemical Vapor Deposition (PACVD)

در این تحقیق، پوشش نانوساختار نیترید تیتانیم (TiN) بر روی نمونه فولادی H_{11} به روش PACVD (رسوب‌گذاری شیمیایی از فاز بخار به کمک پلاسما) با اعمال جریان پالسی رسوب‌گذاری شد. در این لایه‌نشانی از مخلوط گازی H_2, N_2, Ar و $TiCl_4$ استفاده شد. برای دست‌یابی به خواص مطلوب، نمونه‌ها بعد از فرایند عملیات حرارتی کوینچ و تمپر (Q&T) به مدت ۴ ساعت در دمای $500\,^{\circ}C$ و با ترکیب گازی ۲۵ ٪ نیتروژن و ۷۵ ٪ هیدروژن تحت عملیات نیتروژن‌دهی پلاسمایی (PN) قرار گرفتند. سپس برای به دست آوردن پوشش‌هایی با خواص بهینه، دما لایه‌نشانی بین ۴۷۰، ۴۹۵ و $520\,^{\circ}C$ و درصدهای چرخه‌کاری بین ۳۳، ۴۰ و ۵۰٪ فرآیند تغییر داده شدند. پوشش‌های به دست آمده با آزمون‌های مختلف مورد آزمایش قرار گرفت و نتایج حاصل از آن‌ها با یک‌دیگر مقایسه شدند.

فصل دوم:

مروری بر منابع

۲- مروری بر منابع

۲-۱- معرفی فولاد $AISI\ H_{11}$

۲-۱-۱- ترکیب شیمیایی فولاد $AISI\ H_{11}$

فولاد $AISI\ H_{11}$ از نوع فولادهای ابزار گرم‌کار بوده که به علت مقاومت بالا در برابر حرارت، بیش‌تر برای ساخت قالب‌های ریخته‌گری و اکستروژن آلیاژهای غیرآهنی مانند آلومینیم، منیزیم و مس مورد استفاده قرار می‌گیرد. سطوح این‌گونه قالب‌ها پس از گذشت مدت زمان مشخصی در اثر خوردگی، سایش و خستگی حرارتی تخریب می‌شود.

در بین فولادهای ابزار گرم‌کار، فولاد$AISI\ H_{11}$، یکی از پرمصرف‌ترین فولادهای دنیا محسوب می‌شود. ساختار این فولاد پس از عملیات حرارتی، شامل زمینه مارتنزیتی و کاربیدهای ریز است. عنصر آلیاژی اصلی آن کروم می‌باشد. در این فولاد، عناصر آلیاژی دیگری مانند مولیبدن و وانادیم نیز وجود دارند که به‌عنوان عوامل استحکام‌دهنده در آن به کار برده می‌شود. مقدار کروم موجود در این فولاد به آن کمک می‌کند تا در درجه حرارت‌های بالا از نرم شدگی فولاد جلوگیری به عمل آید.

ترکیب شیمیایی فولاد $AISI\ H_{11}$ بر حسب درصد وزنی در جدول ۲-۱ ارائه شده است.

جدول ۲-۱- ترکیب شیمیایی فولاد $AISI\ H_{11}$ (درصد وزنی) [۹]

عنصر	S	P	V	Mo	Cr	Mn	Si	C	Fe
درصد	0.0027	0.0043	0.55	0.66	4.72	0.37	0.55	0.36	باقیمانده

فولاد AISI H_{11} از مزیت‌های زیادی برخوردار است که عبارتند از:

۱- مقاومت بالا به حرارت

۲- مقاومت عالی به شوک‌های حرارتی در حین کار

۳- پایداری و ثبات خوب در اندازه

۴- سختی بسیار خوب در دماهای بالا

۲-۱-۲- عملیات حرارتی فولاد AISI H_{11}

فولاد AISI H_{11} در حالت آنیل‌شده دارای ریزساختاری با زمینه فریتی می‌باشد که ذرات کاربید کروی شده در تمام آن به صورت همگن پراکنده شده است. برای بررسی ریزساختار در شرایط آنیل ابتدا نمونه را پولیش کرده و سپس در محلول نایتال ۴٪ اچ می‌کنند [۱۰].

دمای سخت کاری فولاد AISI H_{11} در حدود ۱۸۵۰°F تا ۱۹۰۰°F می‌باشد که معادل با ۱۰۱۰°C تا ۱۰۶۰°C است. برای سخت کاری، این فولاد را از دمای محیط درون کوره قرار می‌دهند تا به دمای سخت‌کاری برسد و سپس برای هر یک اینچ ضخامت، به مدت نیم ساعت در دمای مورد نظر حرارت داده می‌شود.

بعد از حرارت دادن نمونه‌ها تا دمای ۱۰۵۰°C به مدت لازم برای به حداقل رساندن اعوجاج، آن‌ها را در روغن کوئنچ می‌کنند.

ریزساختار فولاد AISI H_{11} بعد از عملیات سخت‌کاری شامل تیغه‌های مارتنزیت است و به همین دلیل این ساختار دارای سختی بالایی بوده و باعث تردی قطعه می‌باشد که برای قطعه مضر است. به همین منظور، عملیات تمپر (بازگشت) بر روی فولاد انجام می‌شود تا از میزان سختی قطعه کاسته شود. بعد از عملیات تمپر، ساختار فولاد به صورت مارتنزیت تمپر شده در می‌آید [۱۰].

۲-۲- نیتروژن‌دهی

۲-۲-۱- تاریخچه فرایند نیتروژن‌دهی

بر خلاف آن چه تصور می‌شود نیتروژن‌دهی یک روش بسیار قدیمی می‌باشد. از اسناد به جای مانده می‌توان فهمید که در زمان‌های قدیم جنگجویان یونانی از این فرآیند برای بالا بردن کیفیت سلاح‌های خود استفاده می‌کردند. آن‌ها بعد از پایان جنگ و جمع‌آوری اسیران، شمشیرهای خود را در آتش حرارت داده و سپس شمشیرهای گداخته را در بدن اسیرانی که قابلیت انجام کارهای سخت را نداشتند فرو می‌بردند. در اثر این

کار، سختی شمشیرهای آن‌ها افزایش می‌یافته و علت این افزایش سختی به خاطر نفوذ نیتروژن درون خون اسیران به داخل شمشیرها گزارش شده است. با نفوذ نیتروژن به درون فولاد، نیتریدهای سخت در سطح شمشیرها ایجاد می‌شود و باعث افزایش سختی و بالا رفتن کیفیت آن‌ها می‌شود [۱۱].

اما امروزه از نیتروژن‌دهی به عنوان یک روش بسیار مهم در صنعت استفاده می‌شود. برای اولین بار نیتروژن-دهی به طور صنعتی در سال ۱۹۲۰ مورد استفاده قرار گرفت. به این لحاظ یکی از روش‌های مهندسی سطح برای افزایش خواص سطحی، عملیات سخت‌کاری سطحی به روش نیتروژن‌دهی می‌باشد. در این روش سخت کاری، نیتروژن که به صورت اتمی در آمده تحت شرایط خاص به درون سطح نمونه مورد نظر وارد می‌شود. نیتروژن‌دهی نیز همانند کربن‌دهی باعث می‌شود تا ترکیب شیمیایی سطح نمونه مورد نظر تغییر یابد، ولی بر خلاف کربن‌دهی که فولاد در حالت آستنیتی می‌باشد، نیتروژن‌دهی در حالت فریتی انجام می‌شود.

۲-۲-۲- معرفی فرآیند نیتروژن‌دهی

فرآیند نیتروژن‌دهی به‌عنوان یک عملیات سخت‌کننده سطح برای فولادها و چدن‌ها به کار می‌رود. مهمترین خصوصیت و مزیت آن ایجاد اعوجاج کم در قطعه می‌باشد. به همین دلیل به عنوان عملیات نهایی در قطعه به کار گرفته شده و پس از انجام آن احتیاج به عملیات پایانی گران‌قیمت نیست [۱۲]. نیتروژن‌دهی فرآیندی است که طی آن نیتروژن اتمی به داخل ساختار زمینه نفوذ می‌کند. در این فرآیند قطعاتی که باید فرآیند نیتروژن‌دهی بر روی آن‌ها صورت گیرد در داخل یک محفظه بسته قرار داده می‌شود و توسط یک منبع انرژی قطعات موردنظر تا دمای خاصی حرارت داده می‌شوند. سپس گاز آمونیاک وارد محفظه شده، به هیدروژن و نیتروژن اتمی تجزیه می‌شود و در نتیجه نیتروژن به وجود آمده به داخل ساختار ماده نفوذ می‌کند [۱۳].

نیتروژن‌دهی برای سخت کردن محدوده خاصی از فولادهای مهندسی کم‌آلیاژ و فولادهای ابزار در مدت زمان مشخصی انجام می‌شود. با وجود این که نیتروژن‌دهی یک روش مفید و مناسب برای سخت کردن سطح و بهبود خواص آن است، هیچ وقت از تمام پتانسیل و توانایی این روش استفاده نشده است.