



بیست و ششمین کنفرانس اپتیک و  
فوتونیک ایران و دوازدهمین کنفرانس  
مهندسی و فناوری فوتونیک ایران،  
دانشگاه خوارزمی،  
تهران، ایران.  
۱۵-۱۶ بهمن ۱۳۹۸



## تشکیل ساختار TiN بر روی هدف تیتانیوم توسط کندوسوزلیزری در جو نیتروژن

انسیه شعبانلو<sup>۱</sup>، بابک ژاله<sup>۱</sup>، بهناز فیضی مهذب<sup>۱</sup>، فاطمه محمودی<sup>۲</sup> و امیر مومنی<sup>۲</sup>

<sup>۱</sup>گروه فیزیک، دانشکده علوم پایه، دانشگاه بوعلی سینا، همدان

<sup>۲</sup>گروه علوم و مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی همدان، همدان

en30.sh.sh73@gmail.com, jaleh@basu.ac.ir, behnazfeizi@yahoo.com, irfatimeh.m1997@gmail.com,  
momeni@hut.ac.ir

چکیده - در این پژوهش با هدف افزایش سختی مکانیکی سطح تیتانیوم، سطح این فلز توسط لیزر تار نوری در محفظه حاوی گاز نیتروژن پرتودهی شد. به منظور بررسی اثر زمان پرتودهی، با ثابت نگه داشتن پارامترهای لیزر به جز زمان پرتودهی نمونه‌هایی متفاوت آماده شدند. پراش پرتو ایکس، میکروسکوپ الکترونی روبشی و میکروسختی ویکرز به ترتیب برای بررسی ساختار کریستالی، مورفولوژی و سختی مکانیکی نمونه‌ها بکار گرفته شدند. نتایج حاکی از تشکیل ساختار تیتانیوم نیتريد بر روی سطح می‌باشد. افزایش مدت زمان پرتودهی منجر به ایجاد ساختار تیتانیوم نیتريد متراکم‌تر و در نتیجه افزایش بیشتر سختی مکانیکی سطح تیتانیوم شد. کلید واژه- تیتانیوم، تیتانیوم نیتريد، سختی مکانیکی، زمان پرتودهی، گاز نیتروژن.

## The Formation of TiN Structure on Titanium Target in Nitrogen Atmosphere by Laser Ablation

Ensiyeh Shabanlou<sup>1</sup>, Babak Jaleh<sup>1</sup>, Behnaz Feizi Mohazzab<sup>1</sup>, Fatemeh mahmoudi<sup>2</sup>, Amir Momeni<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Department of Physics, Faculty of Science, Bu-Ali Sina University, Hamedan.

<sup>2</sup>Materials Science and Engineering Department, Hamedan University of Technology, Hamedan.  
en30.sh.sh73@gmail.com, bkjaleh@yahoo.com, behnazfeizi@yahoo.com, irfatimeh.m1997@gmail.com,  
momeni@hut.ac.ir

**Abstract-** In this research with the objective of increment in the mechanical hardness of titanium, its surface was irradiated using fiber laser in the nitrogen gas chamber. To investigate the irradiation time, different samples were prepared with the same irradiation conditions except irradiation time. X-ray diffraction, scanning electron microscopy, and Vicker's microhardness indenter were utilized to scrutinize the crystalline structure, morphology, and mechanical hardness of samples, respectively. Results show the titanium nitride formation on the surface. In addition, increase in the irradiation time results in a denser titanium nitride structure and higher microhardness of titanium surface.

**Keywords:** Irradiation time, Nitrogen gas, Mechanical hardness, Titanium, Titanium nitride.

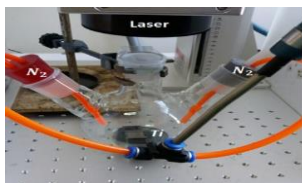
## مقدمه

پوشش‌های نیتریدی اغلب به منظور بهبود خواص سطحی مواد از جمله افزایش مقاومت در مقابل سایش و خوردگی و افزایش سختی استفاده می‌شود. یکی از پوشش‌های متداول نیتریدی، تیتانیوم نیترید (TiN) می‌باشد [۱]. از تمیزترین روش‌های تولید لایه TiN، می‌توان به روش لیزری اشاره کرد به صورتی که نرخ لایه نشانی بالاست، ترکیب کاملاً به هدف زیر لایه منتقل می‌شود، کم هزینه است و با تنظیم پارامترهای لیزر می‌توان فرایند را کنترل نمود [۲]. یکی از انواع روش‌های لیزری فرایند نیترید کردن مستقیم می‌باشد به صورتی که هدف تیتانیوم توسط پرتو لیزر و تزریق مستقیم و همزمان گاز نیتروژن بر روی سطح نمونه، پرتودهی سطح انجام می‌شود. به دلیل واکنش مولکولهای گاز نیتروژن و مولکولهای سطح ذوب شده در اثر حرارت لیزر و نهایتاً رسوب محصولات بر روی سطح می‌توان به لایه‌ی نیتریدی دست یافت [۳]. نوع دیگر این روش، کندوسوز لیزری در محیط گاز نیتروژن می‌باشد که در این پژوهش از آن استفاده شده است. در این روش، پرتودهی در محفظه بسته‌ای دارای گاز نیتروژن انجام می‌شود. لایه‌نشانی با استفاده از خاصیت جذب پرتو لیزر توسط هدف و گسترش ذرات با تشکیل پلاسما، لایه نشانی صورت می‌گیرد و می‌توان به لایه‌هایی در ابعاد نانومتر و میکرومتر دست یافت [۴]. در این پروژه بعد از ساخت نمونه‌های TiN توسط روش کندوسوز لیزری، به تحلیل نتایج حاصل از پراش پرتو ایکس (XRD)، تصاویر میکروسکوپ الکترون روبشی (SEM) و سختی نمونه‌ها توسط دستگاه میکروسختی ویکرز پرداخته شده است.

## مواد و روش‌ها

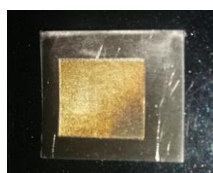
ابتدا ورقه تیتانیوم با ساختار کریستالی هگزاگونال به ضخامت ۰/۶ mm تهیه گردید. سپس ورقه‌ی تیتانیوم به

قطعاتی در ابعاد  $17 \times 17 \text{ mm}^2$  برش داده شدند. سپس قطعات را درون بشرهای حاوی استون و آب مقطر توسط دستگاه اولتراسونیک به مدت ۱۵ min، شست‌وشو داده‌ایم. سپس قطعه هدف را جهت مورد تابش قرار دادن پرتو لیزر، درون یک محفظه بالنی شکل طراحی شده مطابق با شکل ۱ قرار می‌دهیم.



شکل ۱: محفظه‌ی طراحی شده به عنوان محیط گازی نیتروژن.

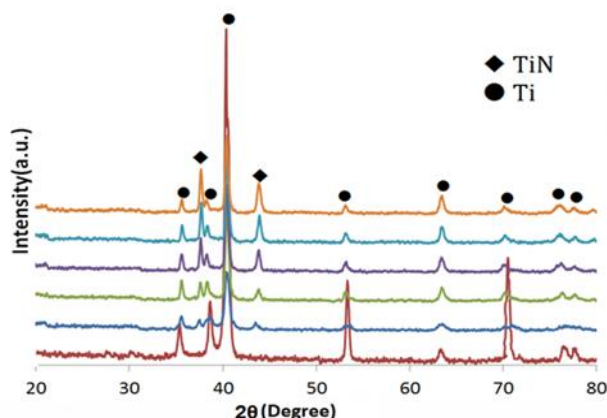
بعد از انتخاب گاز نیتروژن به عنوان محیط پرتودهی با متمرکز کردن پرتو لیزر تار نوری با طول موج ۱۰۶۴ nm و بیشینه‌ی توان ۳۰ W، پرتودهی لیزری بر نمونه‌های آماده شده، انجام شد. فرایند پرتودهی لیزری با توان ۲۷ W، سرعت جاروب  $200 \frac{\text{mm}}{\text{sec}}$ ، فرکانس ۲۰ KHz در فشار ۲۰ Bar  $1/5$  گاز نیتروژن موجود در محفظه در ابعادی از قطعه Ti به اندازه  $10 \times 10 \text{ mm}^2$  صورت پذیرفت. لازم به ذکر است در تمام مدت زمان انجام فرایند پرتودهی تزریق گاز به داخل محفظه ادامه داشت. این فرایند در محیط گاز نیتروژن به صورت اسکن افقی و عمودی تنها با تغییر مدت زمان انجام فرایند پرتودهی لیزری بر روی ۵ نمونه انجام شد. به صورتی که S0 نمونه‌ی مرجع تیتانیوم است و نمونه‌های S1، S2، S3، S4 و S5 به ترتیب مربوط به بازه‌های زمانی پرتودهی ۲۱، ۴۲، ۶۳، ۸۴ و ۱۰۵ ثانیه می‌باشد. بعد از اعمال فرایند پرتودهی، نمونه‌های پرتودهی شده به رنگ زرد طلایی درمی‌آیند (شکل ۲).



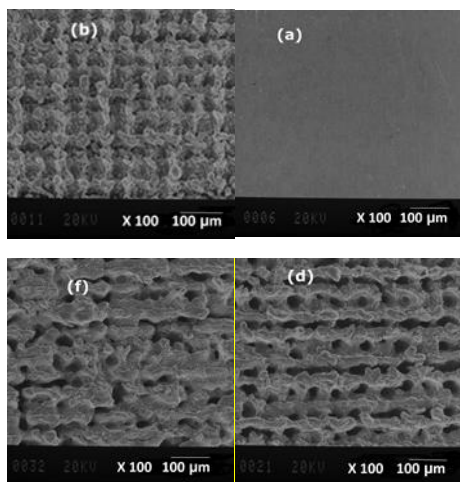
شکل ۲: نمونه‌ی پوشش دهی شده TiN توسط روش کندوسوز لیزری.

## نتایج و بحث

نمونه‌ها پس از پایان فرایند پرتودهی برای انجام آزمایش مشخصه‌یابی پراش پرتو ایکس (XRD) آماده شدند. از دستگاه پراش اشعه ایکس به منظور مشخصه‌یابی ساختار کریستالی نمونه پرتودهی‌شده‌ی لیزری استفاده شد و نتایج حاصل از XRD در شکل ۳ آورده شده است. شکل ۳ (a) الگوی پراش اشعه ایکس از سطح هدف تیتانیوم (S0) پیش از پرتودهی لیزری و در همان شکل (b-f) الگوهای پراش اشعه ایکس از سطوح تیتانیوم پرتودهی شده که متناظر با نمونه‌های S1، S2، S3، S4 و S5 می‌باشد را نشان می‌دهد. همان‌طور که در کلیه الگوها مشاهده می‌شود، همه الگوها با تیتانیوم هگزاگونال (ICDD Card ۰۱-۱۱۹۸) تطبیق دارند. بعد از انجام فرایند پرتودهی دو پیک حدوداً در زوایای  $36/80^\circ$  و  $42/61^\circ$  در الگوی نمونه‌های پرتودهی (S1-S5) که متناظر با صفحات براگ (۱۱۱) و (۰۰۲) تیتانیوم نیتريد (ICDD Card ۰۶-۰۶۴۲) می‌باشد، افزوده شد. این دو پیک تاییدی بر تشکیل TiN طی فرایند کندوسوز لیزری می‌باشد. خوشبختانه هیچ پیک ناشناخته و یا پیک مربوط به تشکیل تیتانیوم اکساید در این فرایند وجود نداشت. فرایند نیتريد کردن سطح، توسط اسکن لیزری سطح هدف در محیط گاز نیتروژن آغاز می‌شود. وقتی دمای هدف توسط پرتو لیزر به بالاتر از دمای ذوب خود می‌رسد، ناحیه‌ی پرتودهی شده توسط لیزر ذوب می‌شود و پلاسمایی بر سطح آن تشکیل می‌شود. پلاسمای ایجاد شده با فشار و دمای بالا که در نتیجه‌ی برهم‌کنش‌های بین لیزر، پلاسما و هدف ایجاد شده است، منجر به یونیزاسیون و تجزیه نیتروژن می‌شود. نیتروژن یونیزه و تجزیه شده یا به عبارت دیگر اتم‌ها و یونهای نیتروژن توسط سطح ذوب شده جذب می‌شوند و پس از سرد شدن لایه‌ای از تیتانیوم نیتريد تشکیل می‌دهند [۵]. نتایج کیفی حاصل از XRD نشان می‌دهد که با افزایش زمان پرتودهی، شدت دو پیک مربوط



شکل ۳: الگوهای پراش اشعه ایکس فلز مرجع تیتانیوم (S0) و نمونه‌های پرتودهی شده S1(b)، S2(c)، S3(d)، S4(e) و S5(f).



شکل ۴: تصویر SEM از سطح هدف تیتانیوم قبل از فرایند پرتودهی (a) و تصاویر SEM از نمونه‌های پرتودهی شده S1(b)، S3(d) و S5(f).

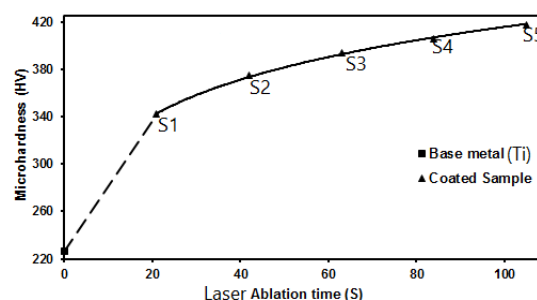
شکل ۴، تصاویر SEM از سطح هدف تیتانیوم قبل از فرایند پرتودهی (a) و در همان شکل، تصاویر (b)، (d) و (f) به ترتیب تصاویری از سطوح پوشش‌دهی شده‌ی تیتانیوم نیتريد S1، S3 و S5 بعد از فرایند پرتودهی درون محفظه‌ی نیتروژن، در بزرگ‌نمایی ۱۰۰ برابر و مقیاس  $100 \mu\text{m}$  را نشان می‌دهد. همان‌طور که از تصاویر پیداست، آثار کندگی بعد از فرایند پرتودهی به خوبی دیده می‌شود. از مقایسه

یا پیک‌های مربوط به تیتانیوم اکساید توسط این روش وجود ندارد. در نتایج کیفی حاصل از الگوهای مربوط به TiN مشخص شد که افزایش زمان پرتودهی، اثر بسزایی بر افزایش میزان کندوسوز و تشکیل TiN دارد. پوشش ایجاد شده TiN توسط روش کندوسوز لیزری چسبندگی خوبی با سطح تیتانیوم دارد، کم‌هزینه است و پیچیدگی ندارد، نیاز به آماده‌سازی نمونه‌ها نداریم و فرایند کاملاً توسط پارامترهای لیزر و محیط گاز نیتروژن قابل کنترل است. تصاویر SEM هم تاییدی بر افزایش میزان کندوسوز و افزایش خلل و فرج‌ها با افزایش زمان پرتودهی دارد. با اندازه‌گیری میزان سختی پوشش‌های TiN تحت نیروی اعمالی ۱۰۰ gr مشخص شد که در بین نمونه‌های پرتودهی شده، بیشترین سختی متعلق به نمونه‌ای هست که دارای بالاترین زمان پرتودهی است. لذا افزایش زمان پرتودهی عامل مهمی در بهبود کیفیت تیتانیوم نیتريد به شمار می‌آید.

### مرجع‌ها

- [1] H. O. Pierson, "Handbook of refractory carbides and nitrides: properties, characteristics, processing, and applications", William Andrew, 1996.
- [2] حمیدی سنگدهی. س.م، لایه نشانی به روش لیزر پالسی، پایان نامه ی کارشناسی ارشد فیزیک، ۱۳۸۳.
- [3] P. Schaaf, "Laser nitriding of metals", Progress in materials science, Vol. 47, pp. 1-161, 2002.
- [4] R. Teghil, L. D'Alessio, A. De Bonis, A. Galasso, P. Villani, A. Santagata, "Femtosecond pulsed laser ablation and deposition of titanium carbide", Thin Solid Films, Vol. 515, pp. 1411-1418, 2006.
- [5] Chi-Wai, L. Seunghwan, S. Graham, D. Clare, "Fibre laser nitriding of titanium and its alloy in open atmosphere for orthopaedic implant applications: Investigations on surface quality, microstructure and tribological properties", Surface Coatings Technology, Vol. 309, pp. 628-640, 2017.

تصاویر سطوح پوشش تیتانیوم نیتريد می‌توان فهمید با افزایش زمان پرتودهی، آثار کندگی و خلل و فرج‌ها بیشتر و آثار خطوط عمودی و افقی اسکن لیزر به تدریج کمتر می‌شود که به علت ادامه یافتن فرایند کندگی لیزری از ساختار تشکیل شده می‌باشد.



شکل ۵: آزمون میکروسختی از نمونه‌ی Ti و نمونه‌های پرتودهی شده ی S1، S2، S3، S4 و S5.

در شکل ۵ منحنی مربوط به آزمون سختی سنجی از نمونه‌های تیتانیوم مرجع و پرتودهی‌شده مشاهده می‌شود که نشان‌دهنده تغییرات میکروسختی برحسب زمان پرتودهی آن‌ها است. در این آزمون‌ها نیروی ۵۰ gr به مدت زمان ۱۵ s به فلز مرجع تیتانیوم و پنج نمونه پرتودهی شده، اعمال شد. با توجه به این نمودار مشاهده می‌شود که با افزایش زمان پرتودهی، سختی نمونه‌ها به طور محسوسی افزایش می‌یابد. همانطور که در الگوهای XRD نشان داده شده است، افزایش زمان پرتودهی منجر به تشکیل ساختار TiN روی سطح تیتانیوم می‌شود که در نتیجه باعث افزایش سختی می‌شود.

### نتیجه‌گیری

پرتودهی لیزری درون گاز نیتروژن در بازه‌های زمانی پرتودهی ۲۱، ۴۲، ۶۳، ۸۴ و ۱۰۵ ثانیه صورت گرفت. الگوی پراش اشعه ایکس XRD از سطح تیتانیوم پرتودهی شده درون گاز نیتروژن تاییدی بر تشکیل تیتانیوم نیتريد در روش کندوسوزلیزری دارد و نشان داد پیک‌های ناشناخته