

رسالة الروح من الروح



دانشکده مهندسی شیمی و مواد

پایان نامه کارشناسی ارشد مهندسی مواد سرامیک

مطالعه خصوصیات پوشش‌های کاربید سیلیسیوم بر سطح

آلومینا تهیه شده به روش سل ژل

نگارنده: مجید یوسفی

اساتید راهنما:

مجتبی قطعی

ماشاءالله رضا کاظمی

شهریور ۱۳۹۷

شماره: ۹۷، ۱۲۲
تاریخ: ۹۷، ۷، ۷

باسمه تعالی



مدیریت تحصیلات تکمیلی

فرم شماره (۳) صورتجلسه نهایی دفاع از پایان نامه دوره کارشناسی ارشد

با نام و یاد خداوند متعال، ارزیابی جلسه دفاع از پایان نامه کارشناسی ارشد آقای مجید یوسفی با شماره دانشجویی ۹۴۱۹۲۸۴ رشته مهندسی مواد گرایش سرامیک تحت عنوان مطالعه خصوصیات پوشش‌های کاربرد سیلیسیم بر سطح آلومینا تهیه شده به روش سل ژل که در تاریخ ۱۳۹۷/۰۶/۲۱ با حضور هیأت محترم داوران در دانشگاه صنعتی شاهرود برگزار گردید به شرح ذیل اعلام می‌گردد:

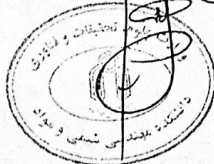
قبول (با درجه: خیب) / مردود
نوع تحقیق: نظری / عملی

امضاء	مرتبه علمی	نام و نام خانوادگی	عضو هیأت داوران
	استادیار	دکتر مجتبی قطعی	۱- استاد راهنمای اول
	استادیار	دکتر ماشالله رضا کاظمی	۲- استاد راهنمای دوم
	-	-	۳- استاد مشاور
	استادیار	دکتر اسماعیل سلیمی	۴- نماینده تحصیلات تکمیلی
	استادیار	دکتر مجید محمدی	۵- استاد ممتحن اول
	استادیار	دکتر محسن کریمی	۶- استاد ممتحن دوم

نام و نام خانوادگی رئیس دانشکده: مهر عزیز

تاریخ و امضاء و مهر دانشکده:

۹۷، ۷، ۴



تقدیم نامہ

تقدیم بہ پدر و مادر

سپاس‌گذاری

با تشکر و سپاس بی‌حد به درگاه باری‌تعالی که نخستین و بزرگ‌ترین یاری‌گر بندگان در آغاز و پایان هر کاری است و با تقدیر و تشکر از استاد محترم جناب آقای دکتر مجتبی قطعی که به حق مرا در طول دوره تحصیل و دوره کارشناسی ارشد و نیز در طی مراحل مختلف این تحقیق، صبورانه و مشفقانه راهنمایی کرده‌اند. با تشکر از استاد محترم جناب آقای دکتر ماشالله رضا کاظمی و در نهایت سپاس فراوان از یاری پدر و مادر عزیزم که در تمامی مراحل زندگی در کنار من بوده‌اند.

با سپاس فراوان خدمت دوستان گرامی آقایان سید خشایار شاهرخی، علی عابدی، پیمان صفرزاده کرمانی و مهران حسنی که مرا یاری داده‌اند.

با تشکر خدمت همه کسانی که به نوعی مرا در این کار یاری نمودند.

تعهد نامه

اینجانب مجید یوسفی دانشجوی دوره کارشناسی ارشد رشته مهندسی مواد گرایش سرامیک دانشکده شیمی و مواد دانشگاه صنعتی شاهرود نویسنده پایان نامه **مطالعه خصوصیات پوشش های کاربید سیلیسیوم بر**

سطح آلومینا تهیه شده به روش سل ژل تحت راهنمایی دکتر مجتبی قطعی متعهد می شوم:

- تحقیقات در این پایان نامه توسط اینجانب انجام شده است و از صحت و اصالت برخوردار است.
- در استفاده از نتایج پژوهش های محققان دیگر به مرجع مورد استفاده استناد شده است.
- مطالب مندرج در پایان نامه تاکنون توسط خود یا فرد دیگری برای دریافت هیچ نوع مدرک یا امتیازی در هیچ جا ارائه نشده است.
- کلیه حقوق معنوی این اثر متعلق به دانشگاه صنعتی شاهرود می باشد و مقالات مستخرج با نام «دانشگاه صنعتی شاهرود» و یا «Shahrood University of Technology» به چاپ خواهد رسید.
- حقوق معنوی تمام افرادی که در به دست آمدن نتایج اصلی پایان نامه تأثیرگذار بوده اند در مقالات مستخرج از پایان نامه رعایت می گردد.
- در کلیه مراحل انجام این پایان نامه، در مواردی که از موجود زنده (یا بافت های آنها) استفاده شده است ضوابط و اصول اخلاقی رعایت شده است.
- در کلیه مراحل انجام این پایان نامه، در مواردی که به حوزه اطلاعات شخصی افراد دسترسی یافته یا استفاده شده است، اصل رازداری، ضوابط و اصول اخلاق انسانی رعایت شده است.

تاریخ

امضای دانشجو

مالکیت نتایج و حق نشر

- کلیه حقوق معنوی این اثر و محصولات آن (مقالات مستخرج، کتاب، برنامه های رایانه ای، نرم افزار ها و تجهیزات ساخته شده است) متعلق به دانشگاه صنعتی شاهرود می باشد. این مطلب باید به نحو مقتضی در تولیدات علمی مربوطه ذکر شود.
- استفاده از اطلاعات و نتایج موجود در پایان نامه بدون ذکر مرجع ----- مجاز نمی باشد.

چکیده

پوشش‌های کاربید سیلیسیم به عنوان پوشش‌های سرامیکی مهم مورد بررسی و مطالعه هستند. این پوشش‌ها به علت مدول الاستیک و سختی بالا، مقاومت به خوردگی و خصوصیات الکتریکی مناسب انتخاب خوبی برای پوشش محافظ بر روی فلزات، شیشه‌ها و دیگر مواد مورد توجه قرار گرفت. یکی از روش‌های اعمال پوشش کاربید سیلیسیم روی زیرلایه سرامیکی استفاده از فرایند سل-ژل می‌باشد. هدف از انجام این پژوهش بررسی خواص مکانیکی و الکتریکی و جرقه زن پوشش اعمال شده به روش سل-ژل می‌باشد. سه روش پوشش دهی شامل تجزیه پلیمر سل ژل، سل ژل کامپوزیتی و روش سل ژل تزریق برای بهبود این نوع پوشش‌ها بر روی سطح آلومینا استفاده شد. در انجام این تحقیق برای تولید لایه نازک کاربید سیلیسیم از ماده اولیه پلی کربوسیلان استفاده شده است. به منظور بررسی خواص مکانیکی و تریبولوژیکی پوشش، آزمون‌های اندازه گیری، نانوفروندگی و سایش انجام شده است. به منظور بررسی خواص الکتریکی و جرقه زن، آزمون مقاومت الکتریکی و آزمون جرقه صورت گرفت. به منظور بررسی ریزساختار و آنالیز فازی پوشش و از آنالیز میکروسکوب الکترونی روبشی (SEM) و تفرق پرتو اشعه ایکس استفاده شده است. مکانیزم سختی پوشش کاربید سیلیسیم با مقدار ۱۸/۵ گیگاپاسکال بود. وجود آلومینا باعث بهبود چسبندگی پوشش کاربید سیلیسیم به زیر لایه آلومینا می‌شود. نمونه‌ها مقاومت مناسبی در برابر سایش جرقه ای و مکانیکی نشان دادند براساس خواص بدست آمده بهترین دما برای تولید پوشش کاربید سیلیسیم دمای ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد بود.

واژگان کلیدی: پوشش سیلیکون کاربید، آلومینا، روش سل ژل، پلی کربوسیلان

فهرست مطالب

م	فهرست اشکال
س	فهرست جداول
ع	فهرست علائم
۱	فصل ۱ مقدمه
۳	۱-۱- تاریخچه
۴	۲-۱- زیرلایه
۵	۱-۲-۱ خواص الکتریکی و حرارتی آلومینا
۵	۲-۲-۱ ویژگی‌های کلیدی آلومینا
۶	۳-۱- خصوصیات SiC
۶	۱-۳-۱ سیستم Si-C
۷	۲-۳-۱ ساختار کریستالی SiC
۸	۳-۳-۱ مقاومت به اکسیداسیون SiC
۹	۴-۳-۱ هدایت حرارتی SiC
۹	۵-۳-۱ انبساط حرارتی
۱۰	۴-۱- روش‌های ساخت پوشش‌های SiC و چالش‌های روبرو
۱۰	۱-۴-۱ روش سل ژل
۱۳	۵-۱- مواد پلیمری پیش‌سرامیک شامل سیلیکون
۱۵	۱-۵-۱ پلی‌کربوسیلان (PCS)
۱۶	۶-۱- فرآیند تبدیل پلیمر به سرامیک
۱۷	۱-۶-۱ اتصال جانبی
۱۸	۲-۶-۱ تولید سرامیک
۱۹	۷-۱- مروری بر مطالعات گذشته
۲۵	فصل ۲ روش آزمایشگاهی
۲۶	۱-۲- مواد اولیه و تجهیزات مورد استفاده
۲۸	۲-۲- روش انجام آزمایش
۲۹	۱-۲-۲ ساخت زیرلایه
۳۲	۲-۲-۲ ساخت پوشش به روش سل ژل

۳۳ پارامترهای بررسی شده در ساخت زیر لایه متخلخل KMS92
۳۴ پارامترهای بررسی شده در ساخت پوشش به روش سل ژل
۳۷ ۳-۲- بررسی خواص مکانیکی و الکتریکی
۳۷ ۱-۳-۲ آزمون میکروسکوپ الکترونی روبشی SEM
۳۸ ۲-۳-۲ آزمون XRD
۳۸ ۳-۳-۲ آزمون جرقه
۳۹ ۴-۳-۲ آزمون مقاومت الکتریکی
۴۰ ۵-۳-۲ آزمون نانوفروروندگی
۴۱ ۶-۳-۲ آزمون سایش
۴۲ ۷-۳-۲ آزمون چسبندگی
۴۵ فصل ۳ نتایج و بحث
۴۶ ۱-۳- بررسی اثر غلظت و دماهای مختلف درمقاومت الکتریکی و چسبندگی پوشش
۴۹ ۲-۳- نتیجه آنالیز پراش اشعه ایکس (XRD)
۵۱ ۳-۳- نتایج حاصل از آنالیز میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)
۵۹ ۴-۳- نتایج آزمون فروروندگی
۶۱ ۵-۳- نتایج آزمون چسبندگی
۶۴ ۶-۳- آزمون مقاومت الکتریکی
۶۵ ۷-۳- نتایج آزمون جرقه
۶۶ ۸-۳- نتایج آزمون سایش
۷۱ فصل ۴ نتیجه گیری
۷۲ ۱-۴- خلاصه نتایج
۷۲ ۲-۴- پیشنهادات
۷۴ منبع ها

فهرست اشکال

- شکل ۱-۱: ساختار کریستالی کورانوم [7] ۴
- شکل ۲-۱: دیاگرام فازی Si-C[4] ۷
- شکل ۳-۱: ساختار کریستالی SiC (الف) ساختار ZB (ب) ساختار ورتزایت [4] ۸
- شکل ۴-۱: شماتیک روش پوشش چرخشی [20] ۱۲
- شکل ۵-۱: شماتیک روش غوطه‌وری [22] ۱۳
- شکل ۶-۱: پیش‌ماده‌های پلیمری برای تولید سرامیک SiC [24] ۱۴
- شکل ۷-۱: مکانیزم اتصال عرضی پلیمر PCS [27] ۱۶
- شکل ۸-۱: مراحل تبدیل پلیمر به سرامیک [24] ۱۷
- شکل ۱-۲: شکل ظاهری پودر KMS92 ۲۶
- شکل ۲-۲: شکل ظاهری پودر PCS ۲۷
- شکل ۳-۲: شکل ظاهری پودر نترات آلومینیوم ۲۸
- شکل ۴-۲: روند کلی انجام آزمایش ۲۹
- شکل ۵-۲: دستگاه پرس ۳۰
- شکل ۶-۲: نمونه‌ها بعد از پرس ۳۰
- شکل ۷-۲: (الف) کوره باکسی برای پخت دما بالا (ب) کوره برای پیش‌پخت و خروج چسب PVA ۳۱
- شکل ۸-۲: نمونه‌های پوشش داده شده با نترات آلومینیوم ۳۶
- شکل ۹-۲: نمونه‌های پوشش داده شده با سل حاوی نانوالومینا ۳۷
- شکل ۱۰-۲: (الف) جرقه‌زن کامپوزیتی (ب) جرقه‌زن با پوشش نفوذی ۳۹
- شکل ۱۱-۲: دستگاه تست جرقه ۳۹
- شکل ۱۲-۲: دستگاه میگر مدل D3900 ۴۰

- شکل ۲-۱۳: موقعیت نمونه در دستگاه تست سایش ۴۱
- شکل ۲-۱۴: دستگاه تست سایش ۴۲
- شکل ۲-۱۵: (الف) نحوه بارگذاری نمونه (ب) نمودار نانو فروروندگی [43] ۴۳
- شکل ۳-۱: عکسهای مربوط به لف) دمازینترزیر لایه ۱۶۰۰ درجه سانتیگراد (ب) دمازینترزیر لایه ۱۵۰۰ درجه سانتیگراد (ج) دمازینترزیر لایه ۱۴۰۰ درجه سانتیگراد (د) دمازینترزیر لایه ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد ۴۸
- شکل ۳-۲: الگو پراش اشعه ایکس پودر که به مدت ۲ ساعت در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد پخت شده است ۵۰
- شکل ۳-۳: الگو پراش اشعه ایکس از سطح پوشش نمونه کد S1 ۵۱
- شکل ۳-۴: تصاویر SEM مربوط به الف) مورفولوژی سطحی نمونه S1 (ب) مورفولوژی سطح مقطع نمونه S1 ۵۳
- شکل ۳-۵: تصاویر SEM مربوط به مورفولوژی سطحی نمونه های الف) 4SIM3 و ب) SCS3 ۵۶
- شکل ۳-۶: تصویر FESEM مربوط به نمونه کد SCS3 ۵۷
- شکل ۳-۷: تصویر FESEM مربوط به نمونه کد 4SIM1 ۵۸
- شکل ۳-۸: نمودار تغییر سختی و تافنس. الف) کد S1، ب) کد 4SIM1 و ج) کد SCS1 ۶۱
- شکل ۳-۹: رفتار چسبندگی با تغییرات بار اعمالی در الف) کد S1، ب) کد 4SIM1 و ج) کد SCS1 ۶۴
- شکل ۳-۱۰: تصویر میکروسکوپ نوری بعد از آزمون سایش ۶۷
- شکل ۳-۱۱: تصویر SEM الف) قبل از سایش و ب) بعد از سایش ۷۰

فهرست جداول

- جدول ۱-۲: آنالیز شیمیایی پودر KMS92 (بر حسب درصد وزنی) ۲۶
- جدول ۲-۲: خواص فیزیکی پودرهای مورد استفاده ۲۷
- جدول ۳-۲: خصوصیات الکل متانول و زایلن ۲۸
- جدول ۴-۲: سیکل حرارتی پخت زیرلایه ۳۱
- جدول ۵-۲: سیکل حرارتی بهینه شده برای پخت زیرلایه ۳۱
- جدول ۶-۲: سیکل حرارتی پخت نهایی پوشش در اتمسفر آرگون ۳۲
- جدول ۷-۲: دماهای پخت زیرلایه ۳۳
- جدول ۸-۲: سیکل حرارتی به منظور خروج چسب PVA و گرافیت ۳۴
- جدول ۹-۲: غلظت‌های مختلف سل ۳۵
- جدول ۱-۳ پارامترهای غلظت با دما ۴۶
- جدول ۲-۳ پارامترهای غلظت با دما ۴۶
- جدول ۳-۳: کدهای استفاده شده در این پژوهش ۴۸
- جدول ۴-۳: نتایج حاصل از آزمون فروروندگی ۵۹
- جدول ۵-۳: نتایج حاصل از آزمون چسبندگی ۶۲
- جدول ۶-۳: نتایج حاصل از آزمون مقاومت الکتریکی ۶۵
- جدول ۷-۳: نتایج حاصل از آزمون جرقه ۶۶
- جدول ۸-۳: نتایج بدست آمده آزمون سایش ۶۸

فهرست علائم

t	زمان	C	غلظت
F	ثابت فارادی	m	جرم
R	ثابت جهانی گازها	M	مولار
P	فشار	T	دما

فصل ۱ مقدمه

فیلم‌های کاربید سیلیسیم^۱ (SiC) در حال حاضر به عنوان پوشش‌های سرامیکی مهم مورد بررسی و مطالعه هستند. این پوشش‌ها به دلیل سختی و چقرمگی بالایی که دارند به انتخابی مناسب برای پوشش محافظ بر روی فلزات، شیشه‌ها و دیگر مواد مورد توجه صنعتگران می‌باشد. فیلم‌های SiC همچنین می‌تواند برای وسایل فوتوالکترونیکی و الکترونیکی در گستره دما و توان بالا در نسل آینده بکار روند. فیلم‌های پلی کریستال و آمورف SiC برای کاربردهایی هم‌چون پوشش‌های محافظ، نیمه رساناها و مواد ساختاری برای محیط‌های خشن بسیار مورد توجه هستند. خواصی که نشان می‌دهد SiC برای این کاربردها مناسب و مورد اطمینان است عبارت هستند از [1]:

۱. گپ انرژی بالا^۲،
۲. میدان شکست الکتریکی بالا،
۳. هدایت حرارتی بالا،
۴. پایداری حرارتی،
۵. بی اثر بودن نسبت به محیط‌های شیمیایی،
۶. تحرک پذیری بالا^۳.

روش‌های رسوب بخار شیمیایی^۴ رسوب بخار فیزیکی^۵، اسپاترینگ^۶ و به کمک لیزری^۷ روش‌هایی هستند که تاکنون برای پوشش فیلم SiC به صورت موفقیت آمیز استفاده شده است. با این وجود این روش‌ها نیاز به تجهیزات گرانبه دارند و مواد اولیه مورد نیاز به منظور پوشش‌دهی گران می‌باشد. زمان بر بودن این تکنیک‌ها چالشی دیگر، در محدود کردن آن‌ها در مقیاس صنعتی است. شکل‌گیری

^۱Silicon carbide

^۲Band gap

^۳High mobility

^۴Chemical vapor deposition

^۵Physical vapor deposition

^۶Sputtering

^۷Laser ablation

عیوب و حفرات در فصل مشترک پوشش (SiC) زمینه در مراحل اولیه رشد پوشش منجر به بوجود آمدن یکسری مشکلات در سیستمی می‌شود که از پوشش SiC در آن‌ها استفاده شده است. علاوه بر این عملکرد پوشش‌های SiC به فصل مشترک پوشش و زمینه بستگی دارد که عدم انطباق ضریب انبساط حرارتی^۱ مواد پوششی و مواد بکار رفته در زمینه و عدم انطباق ثابت شبکه این مواد باعث ایجاد ترک در پوشش می‌شود و همچنین تجمع تنش باقیمانده در فصل مشترک باعث خمیدگی در پوشش می‌شود. چالش‌هایی که در بالا بیان شد همگی دلیلی روشن برای استفاده از یک تکنیک جدید به منظور اعمال پوشش SiC می‌باشد تا تفاوت قابل توجه بین ضریب انبساط حرارتی پوشش و زمینه از بین برود [2,3]. از اینرو در این پروژه با بکارگیری تکنیک سل‌ژل، پوشش SiC ساخته می‌شود در ادامه این فصل خصوصیات زیرلایه (آلومینا) و پوشش SiC، روش‌های ساخت و پوشش‌دهی فیلم‌های SiC و روش مورد استفاده در این پروژه (سل ژل) بررسی می‌شود. کارهای دیگر محققان پیرامون این موضوع در انتهای این فصل بیان می‌شود.

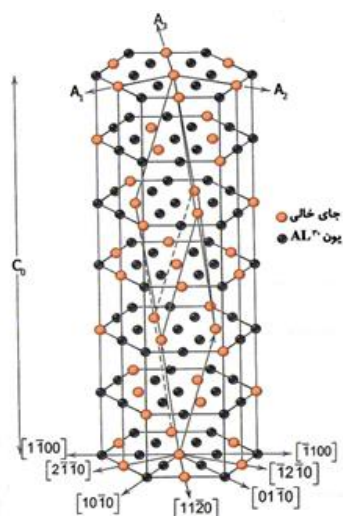
۱-۱- تاریخچه

کاربرد سیلیسیم (SiC) در سال ۱۸۹۰ توسط ادوارد جی آپسون به صورت تصادفی کشف شد. آپسون که دستیار ادیسون در فرآیند ساخت الماس بود به صورت اتفاقی به وجود ذرات SiC پی برد. آپسون در ابتدا فکر می‌کرد که این ماده جدید ترکیبی از کربن و آلومینای موجود در خاک رس است به همین دلیل نام آن را کربورانوم نامید که این نام هنوز در بعضی موارد استفاده می‌شود. سیلیکون کاربرد به صورت طبیعی در شهاب سنگ‌ها وجود دارد هر چند در این شکل بسیار نادره و در مقادیر بسیار کم یافت می‌شود. بعد از کشف SiC، آپسون با عبور جریان الکتریسیته از مخلوط خاک رس و کربن اقدام به ساخت این ماده کرد. امروزه SiC هنوز از طریق یک واکنش حالت جامد بین ماسه سیلیسی و کربن در دماهای بالا و در کوره قوس الکتریکی تولید می‌شود [4,5].

^۱Thermal expansion coefficient

۲-۱- زیرلایه

در ساخت پوشش ، انتخاب یک زیرلایه مناسب خیلی مهم می‌باشد. خواص ساختاری و کریستالی زمینه می‌بایست نزدیک به پوششی که اعمال می‌شود، باشد تا از ترک خوردن و ورقه ورقه شدن پوشش در حین عملیات حرارتی جلوگیری شود. در این پروژه از اکسید آلومینیوم به عنوان زیرلایه استفاده شده است. اکسید آلومینیوم یک ترکیب غیرآلی با فرمول شیمیایی Al_2O_3 می‌باشد. این اکسید با نام‌های تجاری مختلفی همچون آلومینا، کوراندوم و ... در صنعت شناخته می‌شود که نشان دهنده گستره وسیع کاربرد این اکسید در صنعت می‌باشد. کوراندوم عمده‌ترین و پرکاربردترین شکل اکسید آلومینیوم می‌باشد. در شکل (۱-۱) ساختار کریستالی کوراندوم مشاهده می‌شود در ساختار کوراندوم یون‌های اکسیژن و آلومینیوم به شکل هگزاگونال فشرده (hcp) آرایش گرفته‌اند [6].



شکل ۱-۱: ساختار کریستالی کوراندوم [7]

آلومینا همچنین به صورت فازهای دیگر نیز وجود دارد که آن‌ها را بر اساس حروف یونانی مشخص می‌کنند هر کدام از این فازها دارای ساختار کریستالی و ویژگی‌های منحصر به فرد خود هستند. البته تمامی این فازها، فازهای میانی و ناپایدار می‌باشند که با حرارت دادن به کوراندوم تبدیل می‌شوند [6].

۱-۲-۱ خواص الکتریکی و حرارتی آلومینا

اکسید آلومینیوم یک عایق الکتریکی است اما دارای رسانایی حرارتی بالایی (۳۰۱ w.m.k) می‌باشد. البته این رسانایی گرمایی با دما تغییر می‌کند. رسانایی حرارتی آلومینا در بین سرامیک‌ها بالاست. به دلیل نقطه‌ی ذوب بالایی (۲۰۷۲ درجه سانتیگراد) که دارد این ماده دارای ثبات حرارتی خوبی می‌باشد و در کاربردهای دما بالا معمول است. همچنین سختی بالای آلومینا باعث شده این ماده به عنوان یک جز مناسب برای کاربردهای ساینده و ابزار برش باشد. آلومینا همچنین استحکام دی‌الکتریک خوبی دارد و الکترولیت جامد نمی‌باشد و خواص دی‌الکتریک آن به فشار اکسیژن بستگی ندارد [8].

۱-۲-۲ ویژگی‌های کلیدی آلومینا

خصوصیاتی که باعث می‌شود آلومینا به عنوان یک سرامیک اکسیدی پرکاربرد مدنظر مهندسان و صنعتگران باشد، در زیر لیست شده است [9]:

۱- استحکام فشاری بالا،

۲- سختی بالا،

۳- مقاومت به سایش بالا،

۴- مقاومت در برابر حملات شیمیایی حتی در دماهای بالا،

۵- رسانایی گرمایی بالا،

۶- مقاومت در برابر شک حرارتی،

۷- دیرگدازی بالا،

۸- مقاومت دی‌الکتریک بالا،

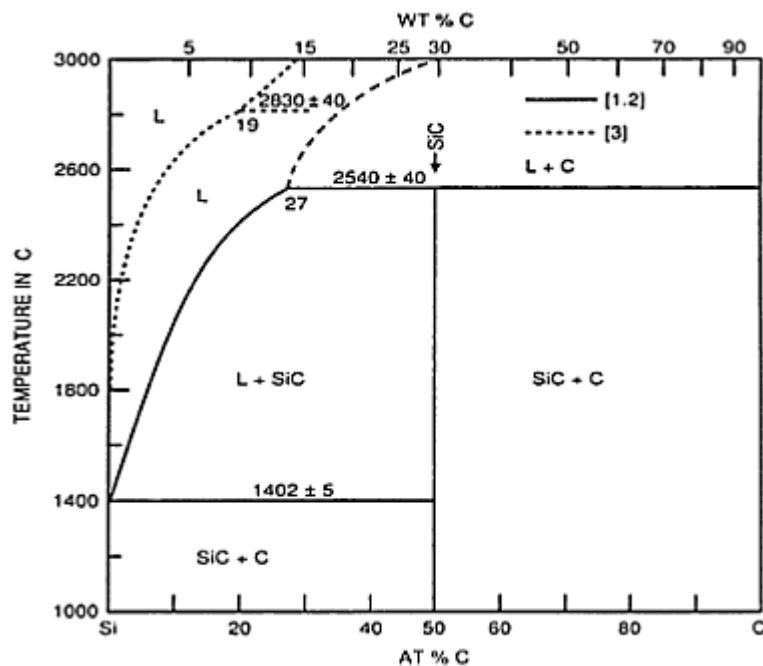
- ۹- مقاومت الکتریکی بالا حتی در دماهای بالا،
- ۱۰- شفافیت در برابر فرکانس‌های اشعه مایکروویو،
- ۱۱- ماده‌ی اولیه آن به سهولت در دسترس است.

۳-۱- خصوصیات SiC

در این بخش به خصوصیات SiC شامل ساختار کریستالی، مقاومت به اکسیداسیون، هدایت حرارتی و انبساط حرارتی این سرامیک پر کاربرد پرداخته می‌شود.

۱-۳-۱ سیستم Si-C

سیلیکون کاربید از واکنش بین سیلیسیم و کربن در دماهای زیر نقطه‌ی ذوب سیلیسیم شکل می‌گیرد. دیاگرام فازی Si-C در شکل (۱-۲) مشاهده می‌شود. SiC تنها ترکیب سیلیسیم و کربن است که در حالت فشرده بدست می‌آید. نقطه یوتکتیک بین سیلیسیم و SiC در دمای ۱۴۰۲ درجه سانتیگراد و ۰/۷۵ درصد اتمی در دیاگرام مشخص می‌باشد. منحنی‌های لیکوئیدوس بین Si و SiC در دمای بالاتر از ۲۶۰۰ درجه سانتیگراد قرار دارند [4].



شکل ۱-۲: دیاگرام فازی Si-C[4]

۱-۳-۲ ساختار کریستالی SiC

تقریباً ۲۰۰ نوع متفاوت از SiC وجود دارد که فقط تعداد کمی از آن‌ها معمول هستند. همه ساختارهای موجود بر پایه یک واحد اصلی (یک لایه تتراهدرال) شکل می‌گیرند که در آن هر اتم سیلیسیم با چهار اتم کربن پیوند می‌دهد و متعاقباً هر اتم کربن با چهار اتم سیلیسیم پیوند برقرار می‌کند. تفاوت بین انواع SiC موجود، در مقدار انباشت این لایه‌های تتراهدرال^۱ می‌باشد. یک سیستم نام‌گذاری معمول برای تمیز دادن انواع مختلف پلی کریستال‌ها در یک گونه، شامل اختصاص دادن یک حرف اختصاصی مربوط به لایه موجود و تعداد آن در سلول واحد می‌باشد (C برای سیستم مکعبی^۲، H برای هگزاگونال^۳، R برای رمبوهدرال^۴ و T برای تتراگونال). انواع SiC رایج ۳C، ۴H، ۶H،

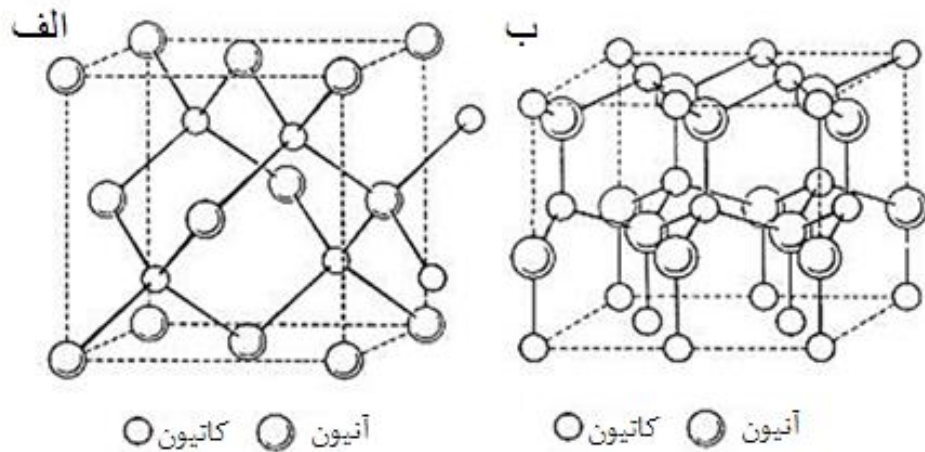
^۱Tetrahedral

^۲Cubic

^۳Hexagonal

^۴Rhombohedral

۱۵R و ۹T می‌باشند. ۳C معمولا اشاره به وجود β -SiC دارد که دارای ساختار زینک بلند^۱ است و ۴H، ۶H، ۱۵R و ۹T وجود فاز α -SiC را نشان می‌دهد که دارای ساختار ورتزایت^۲ است. در شکل (۱-۳) این دو ساختار مشاهده می‌شود. تغییر فاز SiC از فاز بتا به آلفا در دمای بالای ۲۰۰۰ درجه سانتیگراد اتفاق می‌افتد [10].



شکل ۱-۳: ساختار کریستالی SiC الف) ساختار ZB (ب) ساختار ورتزایت [4]

SiC جزو سرامیک‌های کوالانسی با وزن سبک می‌باشد دانسیته تئوری برای نوع β آن $3/210 \text{ gr/cm}^3$ و برای نوع α ، $3/208 \text{ gr/cm}^3$ می‌باشد. ترکیب، وزن سبک به همراه پیوند کوالانسی قوی در این سرامیک و همچنین ضریب انبساط حرارتی پایین و رسانایی گرمایی بالا موجب شده این سرامیک یک انتخاب مناسب برای جایگزینی فلزات و آلیاژهای سنگین وزن باشد [11].

۳-۳-۱ مقاومت به اکسیداسیون SiC

کاربید سیلیسیم در دمای بالای 1650°C مقاومت به اکسیداسیون عالی از خود نشان می‌دهد. مقاومت به اکسیداسیون به مقدار زیادی به میزان تخلخل و اندازه ذرات موجود در پوشش یا توده SiC

^۱Zinc blend

^۲Wurtzite

بستگی دارد، که این پارامترها میزان سطح در معرض اکسیژن را مشخص می‌کند بعبارتی مساحت سطح بالا باعث افزایش سرعت اکسیداسیون می‌شود. SiC تا دمای 1000°C در اتمسفر محیط پایدار می‌باشد در رنج دمایی 1000 تا 1150 درجه سانتیگراد یک فیلم نازک از SiO_2 بر روی آن شکل می‌گیرد. دردهماهای بالاتر از 1150°C فیلم نازک SiO_2 ضخیم و چگال می‌شود که نفوذ اکسیژن را کاهش می‌دهد. فاکتور تاثیرگذار بر ثبات و یکپارچگی فیلم SiO_2 حضور ناخالصی‌هایی می‌باشد که ویسکوزیته فیلم را کاهش می‌دهد. در دماهای بالای 1650°C واکنش SiO_2 با SiC (زمینه) در فصل مشترک باعث شکل‌گیری گونه فرار SiO و گونه گازی CO می‌شود این گونه‌های گازی باعث گسیختگی فیلم محافظ (SiO_2) از طریق ایجاد کانال‌های باز در سطح این پوشش می‌شود که سرعت نفوذ اکسیژن را افزایش می‌دهد. وجود بخار آب در اتمسفر اکسیدکننده باعث متخلخل شدن لایه محافظ و در نتیجه افزایش سرعت اکسیداسیون SiC می‌شود. بطور کلی سرعت اکسیداسیون SiC در هوای خشک آهسته و در حضور گازهای H_2O ، CO_2 و O_2 افزایش می‌یابد [12].

۴-۳-۱ هدایت حرارتی SiC

به علت هدایت گرمایی بالای SiC، این سرامیک گزینه مناسبی برای کاربرد در دماهای بالا می‌باشد. هدایت حرارتی SiC بیشتر از Cu، BeO، Al_2O_3 و AlN است. هدایت حرارتی SiC تک کریستال بیشتر از 500 W/m.K گزارش شده است با این وجود هدایت حرارتی گریدهای تجاری SiC در گستره $50-120\text{ W/m.K}$ می‌باشد [13].

۵-۳-۱ انبساط حرارتی

برای سرامیک‌ها انبساط حرارتی به نوع و استحکام پیوندها بستگی دارد (برای مثال پیوند یونی باشد یا کوالانسی). با افزایش درصد پیوندهای کوالانسی و استحکام پیوند، انبساط حرارتی کاهش می‌یابد از آنجاییکه SiC کاملاً با پیوندهای کوالانسی ساخته شده دارای ضریب انبساط حرارتی پایین‌تری نسبت به بقیه سرامیک‌ها است. مواد با ساختار مکعبی دارای انبساط حرارتی یکسان در سه جهت می‌باشند.

رابطه جالبی که برای بیشتر فلزات و ساختارهای سرامیکی مشاهده شده است، وابستگی خطی ضریب انبساط خطی و نقطه ذوب به ساختار کریستالی می‌باشد، این به این دلیل است که نقطه ذوب این مواد خود تابعی از نوع و استحکام پیوند می‌باشد، برای SiC بیان این مسئله مشکل است زیرا این سرامیک تحت فشار محیط ذوب نمی‌شود [14].

۱-۴-۱- روش‌های ساخت پوشش‌های SiC و چالش‌های روبرو

پیرامون ساخت و بررسی خواص فیلم‌های کاربید سیلیسیم مطالعات زیادی انجام شده است. به طور کلی ضخامت فیلم‌های سیلیکون کاربید از چند نانومتر تا چند میکرومتر متغیر می‌باشد. معمولاً فیلم‌های نازک از جمله پوشش‌های SiC به روش‌های مختلف رسوب بخار شیمیایی^۱، کاشت یونی^۲، اسپاترینگ^۳ و سل ژل^۴ و ... پوشش داده می‌شوند. همه این تکنیک‌ها بجز روش سل ژل نیاز به دمای بالا و تجهیزات گران‌قیمت دارد که استفاده از این روش‌ها را در مقیاس صنعتی محدود می‌کند هر چند این روش‌ها مزایایی از جمله تولید پوشش نازک با خلوص بالا، فیلم یکپارچه و... را نیز با خود یدک می‌کشند [15,16,17,18].

۱-۴-۱-۱ روش سل ژل

روش سل ژل یک روش شیمیایی تر می‌باشد که برای ساخت پودر و پوشش‌های نازک کاربرد دارد. مواد اولیه در این روش می‌تواند محلول شیمیایی همگن یا یک سوسپانسیون کلوئیدی (sol) باشد. آلوکسیدهای فلزی محلول و کلریدهای فلزی به عنوان پیش ماده استفاده می‌شوند که تحت عملیات پیرولیز و تغلیظ به ذرات جامد در رنج ۱ نانومتر تا یک میکرومتر تبدیل می‌شوند. سل با رسوب بر

^۱Chemical Vapor Deposition

^۲Ions Implantation

^۳Sputtering

^۴Sol Gel

روی زیرلایه به شکل فیلم یا به شکل پودری در می‌آید. با تغلیظ Sol، ژل^۱، که فازی پیوسته و غیرآلی است شکل می‌گیرد این فاز پیوسته دارای ذرات به شکل مایع است که بعد از فرآیند خشک کردن ساده تبدیل به ماده متخلخل (ایروژل^۲) می‌شود. ایروژل به ندرت بعد از خشک کردن به صورت مستقیم استفاده می‌شود. به منظور بهبود خواص مکانیکی و عملکردی ایروژل، با انجام عملیات حرارتی بر روی این ماده غیرآلی، فرآیند کریستاله شدن و تغلیظ با سهولت بیشتری انجام می‌گیرد. مزیت بزرگی که روش سل ژل برای ساخت پوشش‌های نازک دارد، دمای پایین و ارزان بودن این روش می‌باشد که کنترل بر روی محصولات نهایی را آسان می‌کند. دوپ کردن عناصر در این روش به راحتی انجام می‌گیرد. مسئله مهم در تولید پوشش به وسیله این روش اعمال یکنواخت زیرلایه به وسیله سل می‌باشد. چندین روش برای پوشش زیرلایه با سل استفاده می‌شود که در این بین روش‌های چرخشی^۳ و غوطه‌وری^۴ بیشترین کاربرد را دارد [19].

- پوشش چرخشی

این روش شامل اعمال یکنواخت پیش ماده بر روی زیرلایه تخت می‌باشد. مقدار زیادی از محلول حاوی مواد پیش ماده بر روی زیرلایه قرار می‌گیرد و سپس زیرلایه با سرعت بالا می‌چرخد تا سیال توسط نیروی گریز از مرکز بر روی زیر لایه پخش شود. شکل (۴-۱) یک ماشین معمولی برای چرخش زیرلایه را نشان می‌دهد. بسته به ضخامت مورد نظر چرخش ادامه پیدا می‌کند. در حین چرخش حلال مورد نظر از سطح خارج می‌شود. هر چه سرعت چرخش بیشتر باشد فیلم با ضخامت نازک‌تر تولید می‌شود. غلظت محلول و حلال نیز بر روی ضخامت پوشش تاثیر دارد. فیلم‌های نازک زیر ۱۰ نانومتر با این روش بدست آمده است [20].

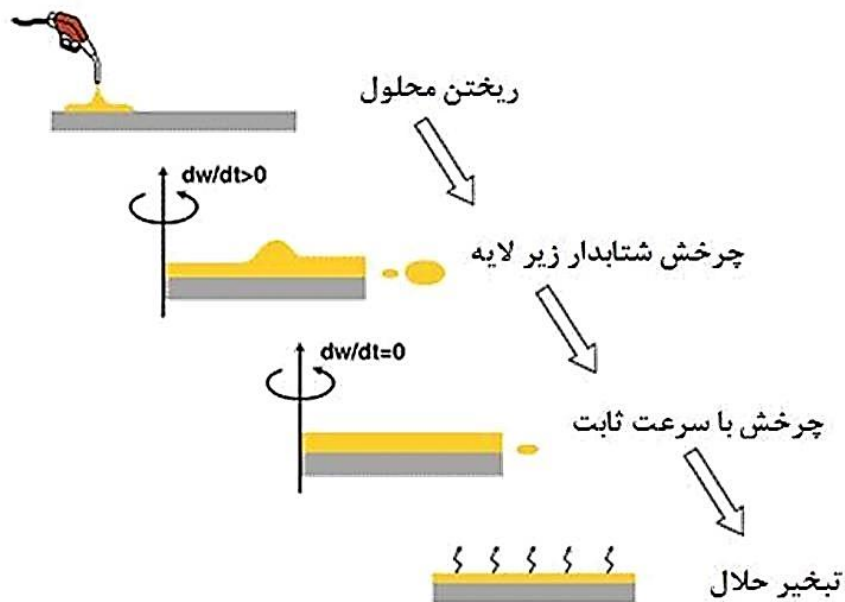
^۱Gel

^۲Xerogel

^۳Spin-Coating

^۴Dip-Coating

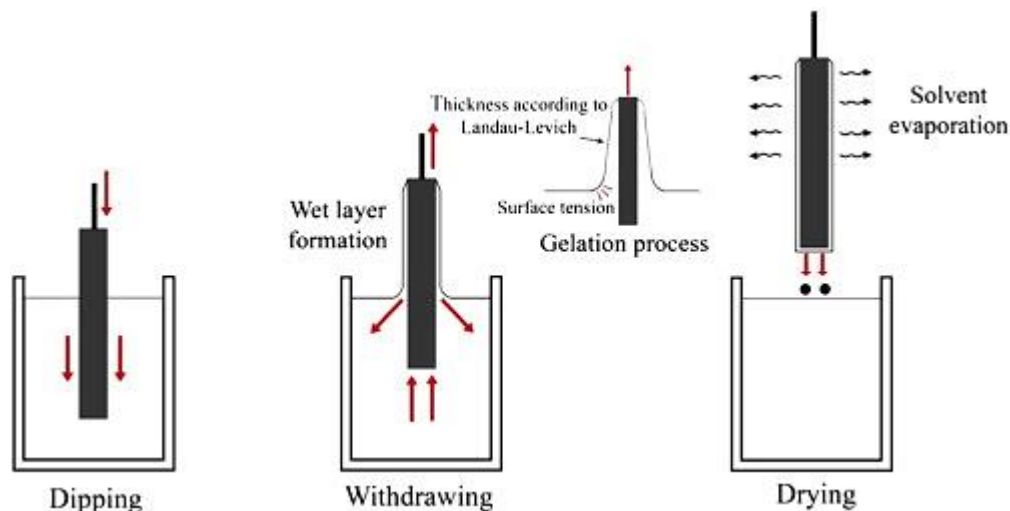
مراحل نوعی لایه نشانی به روش چرخشی



شکل ۱-۴: شماتیک روش پوشش چرخشی [20]

• غوطه‌وری

این روش با غوطه‌ور ساختن زیرلایه در محلول پیش ماده انجام می‌گیرد. با کنترل سرعت خروج زیرلایه از محلول ضخامت پوشش کنترل می‌شود. ضخامت در این روش همچنین به ویسکوزیته مایع، چگالی مایع و کشش سطحی آن بستگی دارد. در شکل (۵-۱) شماتیکی از این روش مشاهده می‌شود. کیفیت بالا و یکنواختی مناسب پوشش‌های ساخته شده با این روش‌ها، کنترل دقیق و محیط‌کاری از آلودگی را می‌طلبد. فیلم‌های پوشش داده شده برای چند دقیقه در محیط قرار می‌گیرند تا حلال آن‌ها به طور کامل خارج شود. این مرحله را می‌توان با توجه به ترکیب شیمیایی سل، با حرارت معمولی یا پخت با اشعه UV و IR سرعت بخشید [21].

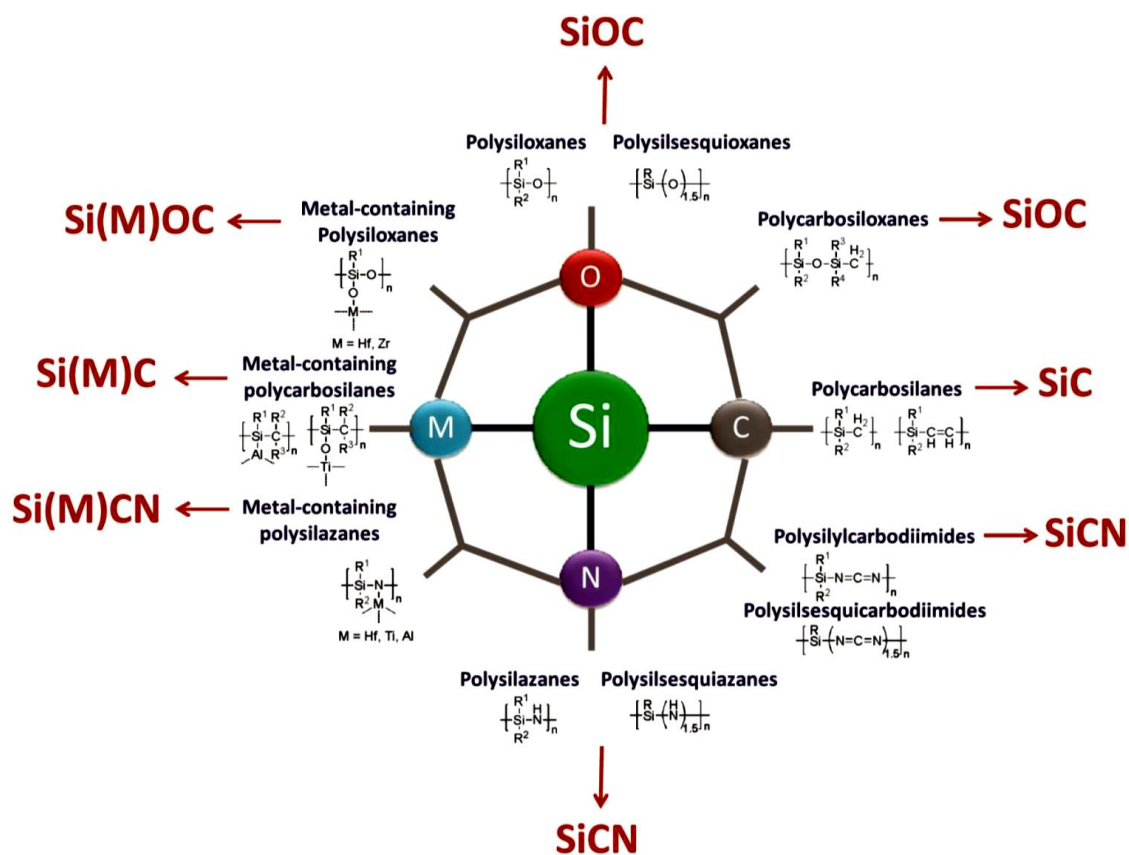


شکل ۱-۵: شماتیک روش غوطه‌وری [22]

۱-۵- مواد پلیمری پیش‌سرامیک شامل سیلیکون

گروه‌های معمول پلیمرهای حاوی Si که به عنوان پیش‌ماده تولید سرامیک استفاده می‌شوند به هشت کلاس مختلف تقسیم می‌شوند که در شکل (۶-۱) آورده شده است. پلیمر پیش‌ماده تولید سرامیک مورد استفاده در این پروژه پلی کربوسیلان^۱ (PCS) می‌باشد که در ادامه خصوصیات این پلیمر به همراه فرآیندهای صورت گرفته تا تبدیل شدن این پلیمر به سرامیک مورد نظر بررسی می‌شود [23].

^۱Polycarbosilan



شکل ۱-۶: پیش‌ماده‌های پلیمری برای تولید سرامیک SiC [24]

مواد پلیمری برای تبدیل به سرامیک می‌بایست دارای خصوصیات زیر باشند [24]:

- وزن مولکولی مناسب،
 - انحلال پذیری و خواص رئولوژیکی مناسب جهت فرآیند شکل‌دهی،
 - دارا بودن گروه‌های فعال واکنشی جهت انجام فرآیند پخت و اتصال زنجیره‌ها.
- تولید مواد سرامیکی با استفاده از مواد پلیمری پیش سرامیک نسبت به دیگر روش‌ها مزیت‌هایی دارد که در زیر لیست شده است [24].
- ✓ خلوص بالای مواد اولیه،
 - ✓ امکان تغییر ساختار مولکولی پیش‌ماده‌ها با انواع واکنش‌های شیمیایی،
 - ✓ استفاده از شکل‌دهی پلاستیک،
 - ✓ ماشین‌کاری آسان ماده خام،

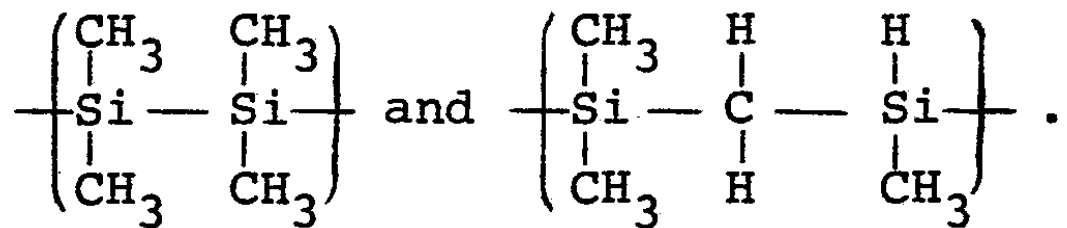
✓ دمای ساخت نسبتاً پایین در مقایسه با تکنیک‌های معمول ساخت سرامیک‌ها،

۱-۵-۱ پلی کربوسیلان (PCS)

فرمول کلی پلی کربوسیلان $[R^1R^2Si-C(R^3)(R^4)]_n-(R^1,R^2,R^3,R^4)$ می‌باشد. این ماده یک جامد پلیمری با زنجیره اصلی Si-C است که برای تولید سرامیک‌های SiC مقاوم در دمای بالا کاربرد دارد. این پلیمر با رنگ زرد روشن دارای وزن مولکولی در یک گستره وسیع (۱۵۰۰-۲۵۰۰ g/mol) می‌باشد. PCS با چگالی $1/15 \text{ g/cm}^3$ در رنج دمایی ۱۸۰ تا ۲۲۰ درجه سانتیگراد ذوب می‌شود. در دمای ۹۰۰ درجه سانتیگراد بیش از ۵۵٪ سرامیک از این پلیمر بدست می‌آید. مزایای این ماده شامل موارد زیر است [25]:

- پایداری حرارتی بالا،
- خلوص بالا تا ۹۹٪،
- دارا بودن بیش از ۵۵٪ مواد سرامیکی،
- عدم انتشار گازهای مضر در حین تولید،
- زمان آماده‌سازی کوتاه،
- هدایت گرمایی مناسب،
- واکنش‌های یکنواخت.

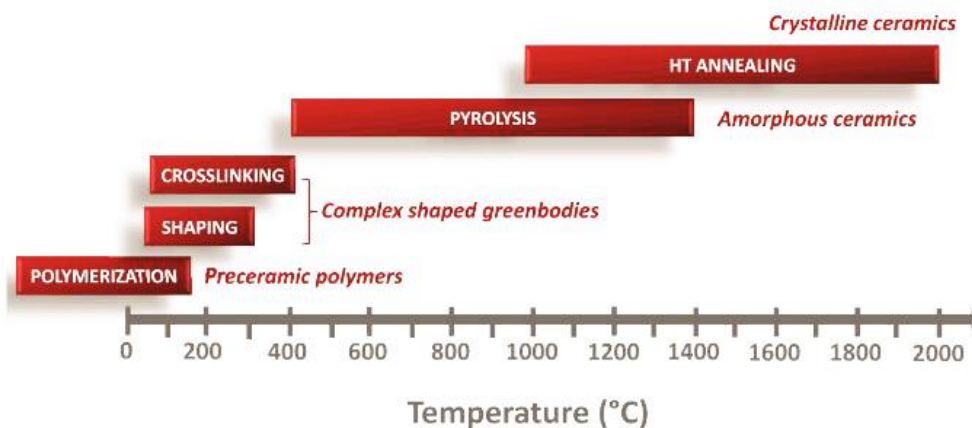
از جمله کاربردهای این ماده به عنوان یک پلیمر پیش سرامیک برای تولید فیبر، نانوپودر و فیلم‌های بر پایه SiC می‌باشد. همچنین به عنوان پوشش، چسب و عامل تخلخل‌ساز بخصوص در کامپوزیت‌های SiC/C استفاده می‌شود. در شکل (۱-۷) ساختار این پلیمر نشان داده شده است [26].



شکل ۱-۷: مکانیزم اتصال عرضی پلیمر PCS [27]

۱-۶- فرآیند تبدیل پلیمر به سرامیک

با کنترل تجزیه مواد پلیمری دارای Si، به وسیله حرارت می‌توان سرامیک‌هایی با ساختار نانو و میکرو بدست آورد. ساختارهای تولید شده به شدت تابع ساختار و ترکیب مواد اولیه پلیمری، جزئیات فرآیند و متغیرهای عملیات پیرولیز (سرعت حرارت‌دهی، اتمسفر مورد استفاده و زمان نگهداری) می‌باشند. با توجه به درجه حرارت مورد استفاده، این پلیمرها در طی تبدیل شدن به سرامیک، فرآیندهای مختلفی را متحمل می‌شوند. در دماهای پایین ابتدا عملیات پلیمره شدن و اتصال جانبی صورت می‌گیرد که در نتیجه ماده پلیمری شکل گرفته و با حرارت در دمای بالاتر و انجام عملیات پیرولیز، سرامیک مورد نظر ایجاد می‌شود. تمامی این مراحل همراه با فرآیندهای شیمیایی صورت گرفته در شکل (۸-۱) مشاهده می‌شود [24].



شکل ۱-۸: مراحل تبدیل پلیمر به سرامیک [24]

۱-۶-۱ اتصال جانبی^۱

فرآیند اتصال جانبی باعث تولید مواد ترموست می‌شود که در طی عملیات پیرولیز شکل خود را حفظ می‌کند. فرآیند اتصال جانبی در پلی کربوسیلان در اثر پخت در اتمسفر جو انجام می‌شود. با پخت در اتمسفر محیط، باندهای Si-H و Si-CH₃ اکسید شده و گروه‌های Si-OH، Si-O-Si و C=O شکل می‌گیرد. انجام فرآیند در حضور اکسیژن منجر به تولید SiC حاوی ۱۰-۱۲٪ اکسیژن می‌شود. انجام فرآیند در غیاب اکسیژن باعث شکل‌گیری باندهای Si-H و گروه‌های Si-CH₃ می‌شود که زنجیره Si-CH₂-Si را به وجود می‌آورد. جالب اینجاست که هیچ باند Si-Si در طول فرآیند شکل نمی‌گیرد. کاربید سیلیسیم تولید شده از انجام این فرآیند با پرتو الکترونی دارای درصد اکسیژن پایینی است (۰/۳ - ۰/۲). درصد کم اکسیژن در ترکیب نهایی باعث بهبود موثر خواص مکانیکی و پایداری حرارتی می‌شود [24].

^۱Cross-Linking

۱-۶-۲ تولید سرامیک^۱

فرآیند تولید سرامیک از مواد اولیه پلیمری شامل تجزیه شیمیایی این مواد در اثر حرارت و آزاد شدن گروه‌های آلی در دمای ۶۰۰ تا ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد می‌باشد. در طی این فرآیند ترکیبات آلی به سرامیک‌های کوالانت آمورف تبدیل می‌شوند. چالشی که در تولید مواد سرامیکی با این روش، با آن مواجه هستند، انقباض و تخلخل بالای سرامیک‌های تولید شده می‌باشد. به منظور برطرف کردن این مشکل محققان از مواد پرکننده در داخل ماده پلیمر اولیه استفاده می‌کنند با استفاده از مواد پرکننده بی‌اثر^۲ مواد سرامیکی با کمترین میزان تخلخل می‌تواند بدست آید. تغییرات حجم در اثر تجزیه پلیمر با وجود سازگاری با محیط خود را به شکل تخلخل‌های بزرگ‌تر نشان می‌دهد. همچنین استفاده از پرکننده‌های فعال^۳ می‌تواند انقباض شبکه سرامیکی را کاهش دهد این اثر با انبساط این مواد به علت واکنش با گونه‌های گازی محقق می‌شود. از اینرو ترکیب مناسب پرکننده‌های فعال و بی‌اثر می‌تواند سرامیک چگال با کمترین میزان انقباض را تولید کند. تکنیکی دیگر برای تولید مواد سرامیکی چگال در این روش وسیع کردن مرحله اتصال زنجیره‌ها است که منجر به افزایش سرامیک تولید شده از دگرگونی پلیمر به سرامیک می‌شود این تکنیک به عنوان نمونه برای پلی سیلوکزان‌ها به وسیله پرتو نور UV انجام گرفته است تخلخل باقیمانده سرامیک SiOC بدست آمده تحت پیرولیز با نور UV کمتر از ۱٪ تخمین زده شده است. تبدیل پلیمر پیش سرامیک به مواد سرامیکی شامل فرآیندهای پیچیده‌ای می‌باشد که بررسی آن‌ها مشکل می‌باشد این به علت ساختار گنگ مواد پیش سرامیک و ماهیت آمورف سرامیک‌های تولید شده می‌باشد هر چند با استفاده از تکنیک‌های امروزی فرآیندهای انجام شده منطقی بنظر می‌رسد [24].

عملیات پیرولیز پلی کربوسیلان (PCS) منجر به تولید موادی بر پایه SiC می‌شود. این عملیات در دمای ۸۰۰ تا ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد تحت آزادسازی گونه‌های گازی شامل Si-H، Si-CH₃ و Si-

^۱Ceramization

^۲Inert Filler

^۳Active Filler

CH₂-Si انجام می‌شود. فرآیندهای تجزیه اضافی منجر به شکل‌گیری کربن جدایش یافته و همچنین باندهای معلق در سرامیک نهایی می‌شود. در نتیجه پیرولیز PCS در دمای ۸۰۰ درجه سانتیگراد سیلیکون کاربید هیدراته شده همراه با کربن جدایش یافته در ساختار را حاصل می‌کند که در دمای آنیل بالای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد هیدروژن آزاد شده و SiC آمورف به SiC مکعبی تبدیل می‌شود [24].

۱-۷- مروری بر مطالعات گذشته

با مرور خصوصیات مهم مواد بکار رفته در این پروژه و اهمیت کار بر روی پوشش‌های SiC در بخش‌های قبلی و همچنین اهمیت استفاده از روش سل ژل برای ساخت این پوشش (SiC) در این بخش به کارهای محققین پیشین پیرامون این موضوع پرداخته می‌شود.

لی و همکارانش [28]، خصوصیات پلی کربوسیلان (PCS) را تحت شرایط مختلف پخت مورد بررسی قرار دادند. آن‌ها با تبدیل PCS به سرامیک SiC به دنبال مشخصات پلی کربوسیلان و محصولات پخت حاصل از این دگرگونی بودند. جرم مولی متوسط ۱۲۰۰ g/mol برای PCS پیدا شد. فرمول کلی SiC_{2.2}H_{5.3}O_{0.3} برای این پلیمر بدست آمد. دانه‌های SiC در دمای ۲۴۰°C شروع به شکل‌گیری می‌کنند. ماده پلیمری پلی کربوسیلان حتی در اتمسفر خنثی (گاز آرگون) اکسید شد که احتمالاً بخاطر اکسیژن موجود در خود PCS و یا حضور عناصر ناخالصی در اتمسفر کوره است. ماده پلیمری PCS خیلی به اکسیژن حساس است. اثر سرعت و زمان حرارت دادن و همچنین زمان نگهداری در ۲۰۰°C بر روی تغییرات ترکیب شیمیایی در طول فرآیند پخت مشاهده شد. زمان پخت طولانی اندازه دانه را افزایش داده و وسعت واکنش‌های اکسیداسیون را بیشتر می‌کند. نتایج حاکی از وجود گستره وسیعی از جرم مولکولی در PCS دارد. به منظور کنترل فرآیند اکسیداسیون مدت زمان پخت در دمای ۲۰۰ درجه سانتیگراد هر چقدر کم‌تر باشد مطلوب‌تر است.

کیتا و همکاران [29]، کاربرد سیلیسیم را بر روی زیرلایه‌هایی از جنس B_4C ^۱ پوشش دادند. این کار با هدف افزایش مقاومت به خوردگی قطعات کاربرد بور انجام شد. برای پر کردن ترک‌های موجود در B_4C از آلومینیوم مذاب استفاده شد از آنجاییکه آلومینیوم در محیط‌های خورنده به سرعت خورده می‌شود نیاز به محافظ دارد از اینرو از پوشش SiC به عنوان محافظ بر روی این قطعات استفاده شد. پخت در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد و تحت اتمسفر آرگون انجام گرفت. تست خمش نمونه‌ها بعد از خوردگی نشان داد که استحکام خمشی نمونه‌ها بعد از پوشش SiC تقریباً ۳۰۰ مگاپاسکال افزایش یافت. به علاوه اتصال لایه SiC به زیرلایه B_4C بدون هیچ عامل خارجی و دوپنت اضافی بسیار قوی بود که علت آن باندهای Si-H می‌باشد. دمای پخت SiC نباید کم‌تر از ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد باشد زیرا کریستال‌های این سرامیک در این دما شکل می‌گیرند که از تماس ناحیه اتصال داده شده با محلول خورنده جلوگیری می‌کند.

کیتا و همکاران [30]، در بررسی دیگر خصوصیات لایه SiC بدست آمده از پلیمر PCS بر روی آلومینا را مورد بررسی قرار دادند. ابتدا PCS برای بدست آوردن غلظت ۰/۱ مولار در تولوئن حل شد سپس نمونه‌ها در محلول غوطه‌ور شدند. پیش‌پخت در دمای ۲۵۳ درجه سانتیگراد و به مدت ۱۳/۵ ساعت انجام گرفت سپس پخت نهایی بر روی نمونه‌ها تحت اتمسفر آرگون و به مدت یک ساعت در دمای ۱۲۷۳ کلوین انجام گرفت. ضخامت لایه پوشش داده شده یک میکرومتر بود. بیشترین ضخامت پوشش داده شده، حدود ۰/۶ میکرومتر بود. درصد تماس بین لایه SiC پوشش داده شده و زیرلایه آلومینا در ۹۷۳ کلوین و ۱۳۷۳ کلوین تقریباً ۶۷٪ است. به منظور بررسی ترشوندگی بین لایه آلومینا و پوشش SiC قطرات مذاب آلومینیوم بر روی آن چکیده شد و بعد از ۵ دقیقه زاویه تماس بین هر نمونه با زیرلایه اندازه‌گیری شد. وقتی از پوشش SiC استفاده می‌شود زاویه تماس بین قطرات مذاب آلومینیوم و زیرلایه کمتر می‌شود. پخت پوشش در دمای ۱۱۷۳ کلوین کمترین زاویه تماس و بیشترین ترشوندگی را نشان می‌دهد.

^۱Boron Carbide

ترن و همکاران [31]، با تزریق شبکه آلومینا به وسیله محلول PCS اقدام به ساخت نانوکامپوزیت Al_2O_3-SiC کردند. آن‌ها با تزریق سل PCS به درون شبکه متخلخل آلومینا و پخت تحت شرایط کنترل شده (اتم‌سفر آرگون) در دمای $1750^\circ C$ درجه سانتیگراد خصوصیات نانوکامپوزیت بدست آمده را با بررسی نتایج بدست آمده از تست SEM و XRD گزارش کردند. نانوکامپوزیت ساخته شده با گستره چگالی $93-96\%$ دانستیه تئوری بدست آمد. کامپوزیت شامل $8\text{Wt.}\%$ کاربید سیلیسیم بود. برای بدست آوردن محلول رقیق PCS به آن آب و سیکلوهاگزان اضافه شد. نمونه‌های تزریق شده با پلیمر رقیق، دانسیته پایین و حفرات خطی شکل تولید می‌کنند و در مقابل نمونه‌هایی که با سل رقیق‌تر تزریق شد دارای دانسیته بالاتری بود. رسوب موضعی SiC در مرز دانه‌های آلومینا از رشد دانه به کمک قفل مرزدانه جلوگیری می‌کند. اندازه دانه‌های آلومینا حتی بعد از سه ساعت پخت در دمای $1750^\circ C$ درجه سانتیگراد از یک میکرومتر تجاوز نکرد.

در پژوهشی دیگر یاو و همکاران [32]، بر روی ساخت و بررسی خصوصیات فیلم‌های مستقل SiC بدست آمده از پلیمر پلی کربوسیلان کار کردند. روش تولید مبتنی بر چرخش مذاب پیش ماده (PCS) برای تولید فیلم نازک SiC بود. ضخامت فیلم‌های تولید شده از 8 تا $190\ \mu m$ میکرومتر و تابع سرعت چرخش مذاب پیش ماده متغیر است. فیلم‌های بدست آمده چگال و یکنواخت تولید شد. ساختار فیلم‌ها شامل SiO_xC_y آمورف، نانوکریستال‌های $\beta-SiC$ و کربن آزاد بود.

هی و همکاران [33]، با ساخت کامپوزیت SiC با دو روش پرس گرم - پیرولیز و تزریق - پیرولیز به ترتیب، اثر فرآیندهای آماده‌سازی بر روی ریزساختار و خواص مکانیکی کامپوزیت تولید شده را بررسی کردند. کامپوزیت ساخته شده با روش اول رفتار شکست ترد از خود نشان داد که این رفتار را می‌توان به پیوند قوی بین فیبر (رشته‌های تقویت کننده) و شبکه زمینه در کامپوزیت و همچنین تخریب فیبرها در دمای بالا نسبت داد. برعکس کامپوزیت آماده شده با روش دوم شکست نرم از خود نشان داد که احتمالاً به دلیل پیوند ضعیف شبکه و فاز تقویت کننده بود. در بین این دو روش روش دوم

خواص مکانیکی بهتری را ارائه می‌کند. استحکام خمشی 703 مگاپاسکال برای کامپوزیت ساخته شده به روش دوم بدست آمد.

پاولو و همکاران [34]، با پیرولیز پلی کربوسیلان به وسیله لیزر، پوشش‌های SiC را اعمال کردند. در این پژوهش بجای استفاده از روش معمول آنیل کردن در آون، فیلم‌های PCS به وسیله لیزر بر روی زیرلایه‌های Si و SiO₂ رسوب داده شد. فیلم‌های تولید شده به وسیله لیزر شبیه به روش خشک کردن در آون در دمای بین $1000-1200$ درجه سانتیگراد شکل می‌گیرد. انجام پوشش به وسیله روش لیزر امکان تولید پوشش‌های عاری از اکسیژن را فراهم می‌سازد. به منظور تبدیل کامل مواد پیش ماده به سرامیک بدون تخریب زیرلایه، افزایش جذب تابش لیزر ضروری می‌باشد.

جانسن و همکاران [35]، بر روی فرآیندها و خواص نانوکامپوزیت‌های Al₂O₃-SiC بدست آمده با روش سل ژل کار کردند. از آنجاییکه ساخت نانوکامپوزیت به روش معمول (مخلوط کردن در حالت جامد)، سطح چگالش پایین و در نتیجه خواص مکانیکی نامناسب را حاصل می‌کند استفاده از روش سل ژل به منظور رسیدن به ساختاری همگن همراه با ذرات ریز و پراکنده SiC پیشنهاد شد. ذرات SiC ابتدا با نیترات آلومینیوم تزریق شده و بعد از پیش پخت، این ذرات درون سل بوهمیت (AlOOH) غوطه‌ور شده و با انجام عملیات کلسینه کردن و پخت نهایی در دمای $1750-1850$ درجه سانتیگراد تحت اتمسفر آرگون نانوکامپوزیت ساخته می‌شود. با استفاده از این روش توزیع همگن ذرات SiC درون شبکه آلومینا ممکن می‌باشد. هدف تولید نانوکامپوزیتی با ریزساختار ریز و همگن می‌باشد.

قراخانی بنی و همکاران [36]، بر روی ساخت کامپوزیت SiC/C با روش تزریق ماده پلیمری و پیرولیز کار کردند. سیکل‌های متعدد تزریق پیش ماده پلی کربوسیلان (PCS) و پیرولیز برای رسیدن به دانسیته مناسب کامپوزیت انجام گرفت. با بررسی نتایج بدست آمده، استحکام خمشی بالای 56 مگاپاسکال و دانسیته پایین $1/81$ گرم بر سانتی‌متر مکعب بدست آمد که دستیابی به تکنولوژی ساخت این کامپوزیت‌ها را به روش تزریق-پیرولیز اثبات می‌کند.

ژانکویاک و همکاران [37] پیرامون گیرانه‌های کامپوزیتی-سرامیکی مورد استفاده در نوک شمع موتورهای هوایی تحقیق کردند. کامپوزیت مورد استفاده، از سیالون به عنوان فاز زمینه و میکرو ذرات SiC به عنوان فاز تقویت‌کننده و رسانا ساخته شده است. کسر حجمی SiC از ۵۰ تا ۷۰ درصد متغیر است. با وجود مقدار زیاد ذرات SiC در زمینه، رسانایی الکتریکی نسبتاً پایین است که به علت اکسیدشدن جزئی مرزخانه‌ها و وجود تخلخل (تقریباً ۲۰٪) در داخل کامپوزیت می‌باشد.

معرفی تحقیق حاضر

یکی از روش‌های معمول جهت ساخت کامپوزیت و پوشش‌های پایه SiC استفاده از روش سل ژل می‌باشد در این نوع پوشش‌ها اغلب از پلی کربو سیلان به عنوان پیش‌ماده تولید SiC استفاده می‌شود. یکی از مشکلات پوشش‌های کاربید سیلیکون چسبندگی مناسب به سطح زیر لایه آلومینا است. هدف از انجام این تحقیق بررسی اثر اضافه کردن آلومینا در پوشش پایه SiC به منظور بررسی خصوصیات لایه‌های نازک کاربید سیلیسیم می‌باشد. بنظر می‌رسد وجود آلومینا علاوه بر بهبود رفتار تف جوشی پوشش، باعث بهبود چسبندگی پوشش به سطح نیز می‌شود. ذرات آلومینا به سه روش تزریق پلیمری، پوشش‌دهی پودر و سل-ژل کامپوزیتی به پوشش SiC اضافه شد. در این تحقیق، ابتدا پایه‌هایی از جنس آلومینا تهیه و سپس در محلول پلی کربو سیلان غوطه ورمی شود. لایه حاصل در دمای ۲۰۰ درجه سانتیگراد خشک و در نهایت در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد، در کوره با اتمسفر محافظ پخت نهایی می‌شود. فازها و ساختار به کمک تفرق اشعه X و میکروسکوپ الکترونی روبشی بررسی می‌شود. به علاوه سختی پوشش‌های حاصل و رسانایی پوشش مورد بررسی قرار خواهد گرفت.

فصل ۲ روش آزمایشگاهی

در فصل پیش‌رو به معرفی مواد اولیه و تجهیزات مورد استفاده در ساخت نمونه‌ها و چگونگی تولید آن‌ها پرداخته می‌شود.

۱-۲- مواد اولیه و تجهیزات مورد استفاده

برای ساخت نمونه‌ها زیر لایه ابتدا می‌بایست زیرلایه آماده شود. ماده بکار رفته برای زیرلایه پودر گرانوله KMS92 می‌باشد. جدول (۱-۲) ترکیب این پودر را نشان می‌دهد.

جدول ۱-۲: آنالیز شیمیایی پودر KMS92 (بر حسب درصد وزنی)

P ₂ O ₅	MnO	TiO ₂	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	CaO	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	Al ₂ O ₃
۰/۰۲۱	۰/۰۰۶	۰/۰۱۱	۰/۱۶	۰/۰۲	۰/۵۵	۲/۳۵	۰/۱۳	۲/۹۶	۹۲/۷۸

شکل ۱-۲ بیان‌گر شکل ظاهری این پودر می‌باشد.



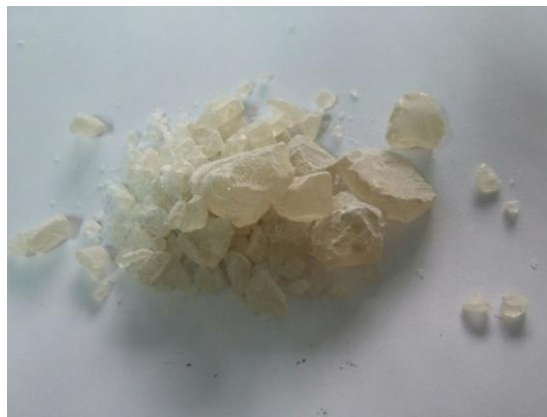
شکل ۱-۲: شکل ظاهری پودر KMS92

در جدول (۲-۲) پودرهای مورد نیاز همراه با خصوصیات آن به منظور پوشش SiC به ترتیب آورده شده است.

جدول ۲-۲: خواص فیزیکی پودرهای مورد استفاده

ماده	شکل ظاهری	جرم مولی (g/mol)	چگالی (g/cm ³)	نقطه ذوب (°C)	نقطه جوش (°C)
KMS92	پودر جامد سفیدرنگ	۱۰۱/۹۶	۳/۹۵	۲۰۷۲	۲۹۷۷
پلی کربوسیلان	بلور زرد کم رنگ	۱۵۰۰-۱۰۰۰	۱/۲ - ۱/۳	۱۷۵-۲۲۰	-
نیتрат آلومینیوم	بلورهای سفید	۳۷۵/۱۳	≤۱	۷۳	۱۳۵

در شکل (۲-۲) شکل ظاهری بلورهای PCS مشاهده می‌شود.



شکل ۲-۲: شکل ظاهری پودر PCS

در شکل ۳-۲ شکل ظاهری پودر نیترات آلومینیوم مشاهده می‌شود.



شکل ۳-۲: شکل ظاهری پودر نیترات آلومینیوم

▪ متانول و زایلن

خصوصیات الکل متانول (Merck، آلمان با خلوص ۹۹/۹٪) و زایلن در جدول ۳-۲ آورده شده است.

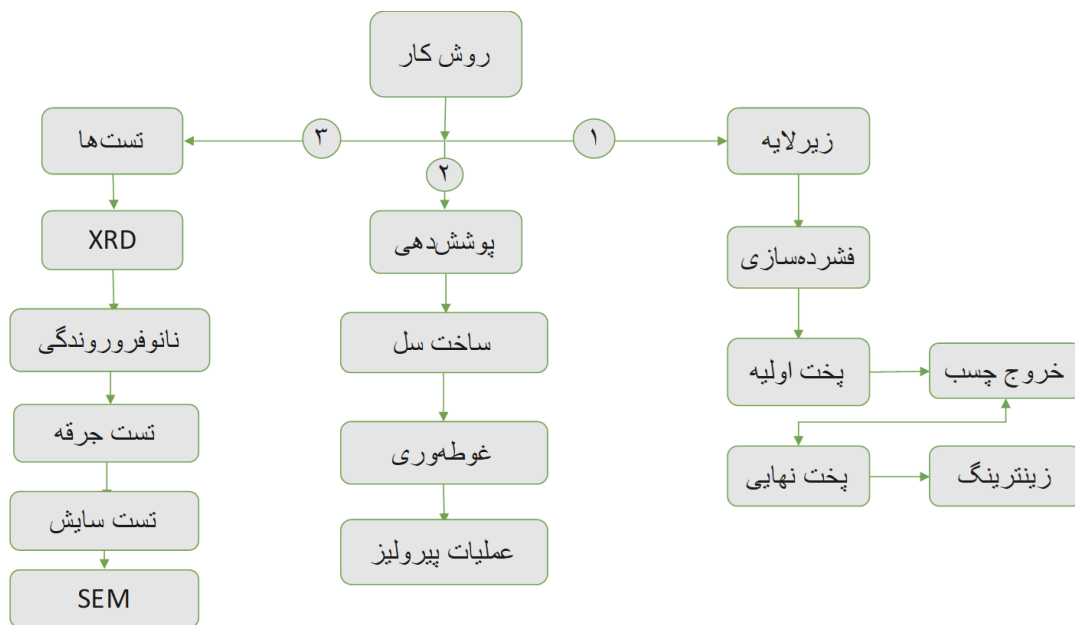
جدول ۳-۲: خصوصیات الکل متانول و زایلن

ماده	شکل ظاهری	فرمول شیمیایی	چگالی (g/cm ³)	جرم مولی (g/mol)	نقطه جوش (°C)
متانول	مایع بی‌رنگ	CH ₃ OH	۰/۷۹۱	۳۲/۰۴	۶۵
زایلن	مایع بی‌رنگ	C ₆ H ₁₄	۰/۶۵۵	۸۶/۱۸	۶۸

۲-۲- روش انجام آزمایش

در این بخش به توضیح مراحل ساخت زیرلایه و پوشش پرداخته شده است. در شکل (۲-۴) روند کلی

انجام کار بیان شده است و در ادامه هر مرحله بیشتر ارائه شده است.



شکل ۲-۴: روند کلی انجام آزمایش

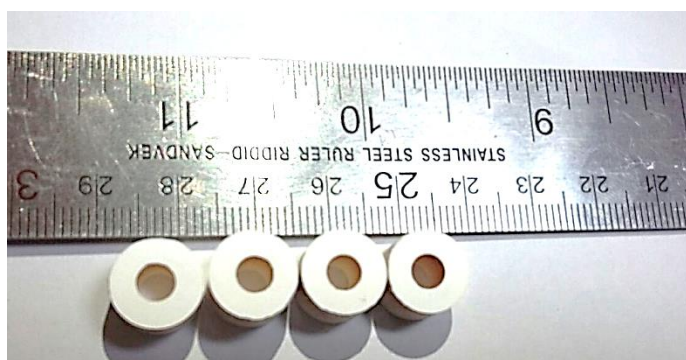
۲-۲-۱ ساخت زیرلایه

اولین مرحله برای ساخت پوشش ایجاد زمینه مناسب و قابل تطبیق با پوشش می‌باشد. با توجه به مطالعات و بررسی‌های صورت گرفته جنس زیرلایه از پودر آماده و گرانوله شده‌ی KMS92 که از گریدهای آلومینا می‌باشد، ساخته شدند. برای ساخت زیرلایه از روش پرس خشک که ساده و کم هزینه و در عین حال کاربردی است استفاده شد. شیوه کار بدین صورت است که ابتدا با وزن پودر با توجه به ابعاد زیرلایه مورد نیاز و فشرده کردن آن در قالب فلزی توسط پرس موجود در شکل (۲-۵) نمونه‌های خام زیرلایه تولید شد. میزان فشار مورد نیاز برای پرس پودر ۱۵۰ مگاپاسکال و وزن پودر مورد نیاز برای تولید هر نمونه ۲/۵ گرم نیاز است. در شکل (۲-۶) نمونه‌ها بعد از پرس مشاهده می‌شوند. بعد از آنکه تمامی نمونه‌ها پرس شدند با قرار دادن آن‌ها به ترتیب در کوره شکل ۲-۷-الف و ۲-۷-ب عملیات خروج چسب و پخت نهایی بر روی آن‌ها انجام گرفت. از آنجایی که پودر آماده

KMS92 حاوی چسب پلی وینیل الکل^۱ (PVA) می باشد ابتدا می بایست چسب از نمونه ها خارج شود در جدول (۲-۴) سیکل حرارتی صورت گرفته بر روی نمونه ها آورده شده است.



شکل ۲-۵: دستگاه پرس



شکل ۲-۶: نمونه ها بعد از پرس

^۱Poly vinyl alcohol



شکل ۲-۷: الف) کوره باکسی برای پخت دما بالا ب) کوره برای پیش پخت و خروج چسب PVA

جدول ۲-۴: سیکل حرارتی پخت زیر لایه

دما (°C)	زمان رسیدن (h)	زمان نگهداری (h)
۶۰۰	۲	۲
۱۶۰۰	۴	۲

با چگال شدن کامل زیر لایه با توجه به سیکل بالا، پوشش‌هایی که داده شد حاوی ترک بود از اینرو دمای پخت نهایی زیر لایه تغییر کرد که در جدول (۲-۵) سیکل حرارتی مورد نظر آورده شده است.

جدول ۲-۵: سیکل حرارتی بهینه شده برای پخت زیر لایه

دما (°C)	زمان رسیدن (h)	زمان نگهداری (h)
۶۰۰	۲	۲
۱۲۰۰	۴	۲

۲-۲-۲ ساخت پوشش به روش سل ژل

اولین مرحله در ساخت پوشش آماده‌سازی سل می‌باشد. با مخلوط کردن زایلن و بلورهای PCS با توجه به غلظت مولار مورد نیاز، سل ساخته می‌شود. شیوه کار بدین صورت بود که ابتدا مقدار ۵ گرم زایلن داخل بشر ۵۰ میلی‌لیتر ریخته می‌شود و در ادامه مقدار یک گرم از بلورهای PCS به آن اضافه می‌شود این مقادیر برای ساخت سل ۰/۱ مولار می‌باشد. سپس بشر بر روی همزن مغناطیسی قرار داده می‌شود. بشر بدون اعمال حرارت به مدت ۲ ساعت در دمای محیط (۲۵ درجه سانتیگراد) بر روی همزن مغناطیسی قرار داده می‌شود تا بلورهای PCS به طور کامل در حلال (زایلن) حل شود. بعد از آنکه محلول یکنواخت و همگن شد به مدت ده دقیقه بدون حرکت بر روی همزن باقی می‌ماند و پس از سپری شدن این زمان محلول آماده پوشش‌دهی می‌باشد. با غوطه‌ور ساختن نمونه‌ها در سل ساخته شده به مدت یک ساعت، پوششی از سل بر روی زیرلایه‌ها ایجاد می‌شود. بعد از اتمام این مرحله نمونه‌ها در آن به مدت یک ساعت و در دمای ۲۰۰ درجه سانتیگراد حرارت داده می‌شوند تا حلال آن خارج شود. فرآیند پوشش‌دهی با قرار دادن نمونه‌ها در کوره اتمسفر کنترل شونده در جریان گاز آرگون و تحت سیکل حرارتی ارائه شده در جدول (۶-۲) به پایان می‌رسد.

جدول ۶-۲: سیکل حرارتی پخت نهایی پوشش در اتمسفر آرگون

دما (°C)	زمان رسیدن (h)	زمان نگهداری (h)
۱۲۰۰	۴	۲

۳-۲-۲ پارامترهای بررسی شده در ساخت زیر لایه متخلخل KMS92

• دما

به منظور چسبندگی مناسب در فصل مشترک زمینه و پوشش و همچنین ساخت پوشش با ضخامت‌های متغیر نیاز به تولید زیرلایه‌ای متخلخل می‌باشد. ابتدا اثر دما بر روی میزان تخلخل زیرلایه بررسی شد. نمونه‌ها در سه سیکل موجود در جدول (۲-۷) پخت و پوشش داده شد تا دمای بهینه بدست آید.

جدول ۲-۷: دماهای پخت زیرلایه

دما (°C)	زمان رسیدن (h)	زمان نگهداری (h)
۱۶۰۰	۶	۲
۱۲۰۰	۴	۲
۱۱۰۰	۴	۲

- مخلوط کردن KMS92 با گرافیت

در این بخش از پودر گرافیت به عنوان عامل تخلخل‌ساز در زیرلایه استفاده شد. با افزودن ۱۵ درصد وزنی گرافیت به پودر آماده KMS92 و سپس پرس نمونه‌ها زیرلایه‌های متخلخل تولید شد. نمونه‌های پرس شده برای خروج چسب و گرافیت در درون کوره تیوبی قرار گرفت که سیکل حرارتی موجود در جدول (۲-۸) را طی می‌کند.

جدول ۲-۸: سیکل حرارتی به منظور خروج چسب PVA و گرافیت

دما (°C)	زمان رسیدن (h)	زمان نگهداری (h)
۶۰۰	۳	۱
۹۰۰	۲	۲
۱۱۰۰	۲	۲

۲-۲-۴ پارامترهای بررسی شده در ساخت پوشش به روش سل ژل

- تغییر غلظت

به منظور رسیدن به خواص الکتریکی و ضخامت پوشش مناسب ابتدا تغییر غلظت سل بررسی شد. سل با غلظت‌های مختلف با توجه به داده‌های موجود در جدول (۲-۹) ساخته و پوشش داده شد.

جدول ۲-۹: غلظت‌های مختلف سل

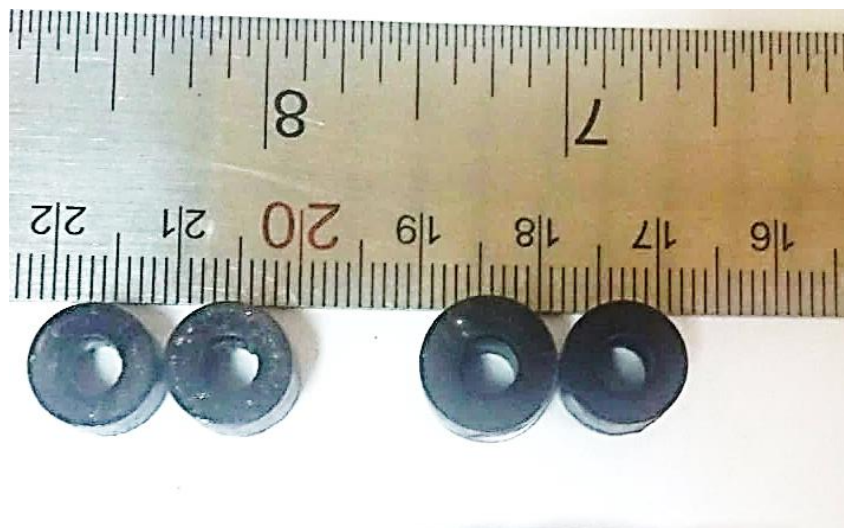
کد نمونه	غلظت (mol/L)	وزن PCS (g)	وزن زایلن (g)
A ₁	۰/۱	۱	۵
A ₂	۰/۲	۲	۵
A ₃	۰/۳	۳	۵
A ₄	۰/۴	۴	۵
A ₅	۰/۵	۵	۵
A ₆	۰/۶	۶	۵

نمونه‌ها بعد از پوشش‌دهی در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتی‌گراد و تحت اتمسفر خنثی پخت می‌شوند. به دلیل بدست آوردن مقاومتی در رنج مورد نظر نمونه‌هایی که با غلظت‌های ۰/۱ و ۰/۲ مولار پوشش داده شده‌اند دو و سه مرتبه عملیات پوشش‌دهی بر روی آن‌ها تکرار می‌شود.

• تزریق نیترات آلومینیوم در پوشش

پارامتر دیگر که برای رسیدن به خواص مکانیکی و الکتریکی مورد نظر از پوشش مورد بررسی قرار گرفت وارد کردن نیترات آلومینیوم با استفاده از روش تزریق بر روی سطح پوشش می‌باشد که در این بخش شرح داده می‌شود. ابتدا زیر لایه‌ها در دمای ۱۱۰۰ درجه سانتی‌گراد پخت و آماده پوشش دادن می‌شود. مرحله اول پوشش‌دهی با سل ۰/۲ مولار تا پخت نهایی پوشش ادامه پیدا می‌کند و بعد از یک مرحله پوشش نوبت به تزریق محلول نیترات آلومینیوم می‌رسد. روش ساخت محلول شامل حل کردن یک گرم پودر آماده نیترات آلومینیوم در ۵ گرم متانول می‌باشد که به آسانی محلول شکل می‌گیرد. بعد از ساخت محلول با یک عدد سرنگ ۵ میلی‌لیتر محلول بر روی سطح پوشش تزریق

می‌شود. دو مرحله تزریق و چهار مرحله تزریق به صورت جداگانه بر روی پوشش‌ها انجام گرفت بدین صورت که با تزریق مرحله اول نمونه در دمای ۴۰۰ درجه سانتیگراد به مدت یک ساعت پخت می‌شود و سپس مرحله دوم تزریق انجام می‌گیرد بعد از اتمام مراحل تزریق دوباره محلول ۰/۲ مولار پوشش داده می‌شود و خواص پوشش بررسی می‌شود. در شکل (۱۰-۲) نمونه‌های ساخته شده با استفاده از تزریق نیترات آلومینیوم مشاهده می‌شود. هدف از تزریق نیترات آلومینا برای افزایش ضخامت پوشش است.

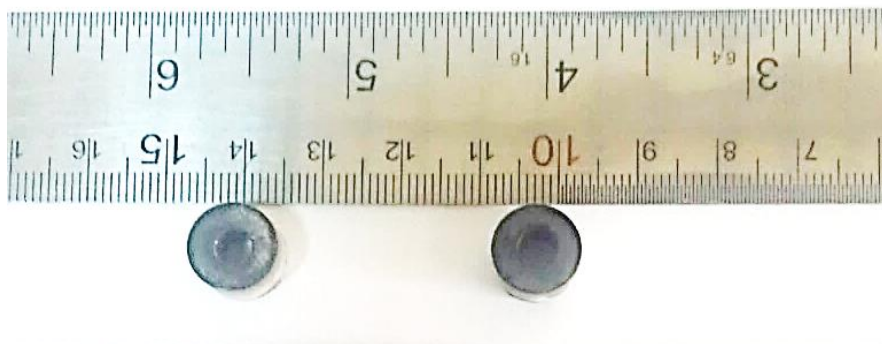


شکل ۲-۸: نمونه‌های پوشش داده شده با نیترات آلومینیوم

- وارد کردن نانوالومینا در پوشش (Composite sol gel)

نانوالومینا به عنوان ماده پرکننده به منظور افزایش ضخامت پوشش به آن افزوده می‌شود. شیوه کار بدین صورت می‌باشد که ابتدا سل ساخته می‌شود و در مرحله بعد پودر نانوالومینا به سل اضافه

می‌شود. بعد از وارد کردن نانو آلومینا به درون سل کل محلول به مدت یک ساعت بر روی همزن مغناطیسی به منظور همگن‌سازی قرار داده می‌شود. ترکیب سل ساخته شده شامل ۰/۵ گرم PCS، ۵ گرم زایلن و در انتها ۱/۲۵ گرم پودر نانوآلومینا می‌باشد. زیرلایه‌ها بعد از پوشش با این سل همانند پوشش‌های قبل در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد و تحت اتمسفر آرگون پخت می‌شود. برای دستیابی به خواص الکتریکی و ساختاری موردنظر زیرلایه‌ها چند مرحله با این سل پوشش داده می‌شوند و نتایج ثبت می‌شود. در شکل (۱۱-۲) نمونه‌های پخت شده حاوی نانوآلومینا مشاهده می‌شود.



شکل ۲-۹: نمونه‌های پوشش داده شده با سل حاوی نانوآلومینا

۲-۳- بررسی خواص مکانیکی و الکتریکی

در این بخش با انجام تست‌های زیر به بررسی خصوصیات الکتریکی و مکانیکی پوشش پرداخته شد.

۲-۳-۱ آزمون میکروسکوپ الکترونی روبشی SEM

هدف از انجام این آزمون بررسی مورفولوژی سطح پوشش و ریزساختار آن می‌باشد همچنین با استفاده از تصاویر SEM و با توجه به بزرگنمایی تصویر می‌توان ضخامت پوشش را بدست آورد. این آزمون با دستگاه مدل mira3 Tescan ساخت کشور چک انجام شد. نحوه آماده‌سازی نمونه‌ها بدین صورت است که ابتدا به وسیله میکروکاتر نمونه‌ها برش می‌خورد، سپس نمونه‌ها درون قالب پلاستیکی

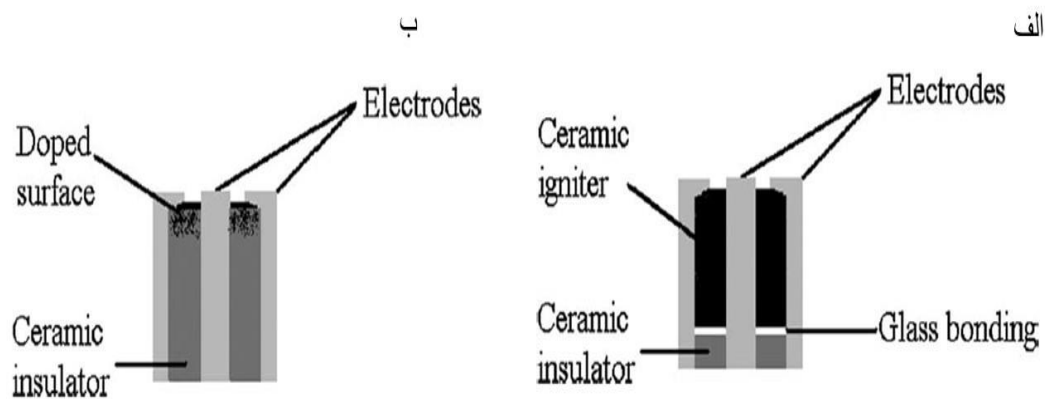
قرار می‌گیرد و ماده مانت سرد درون قالب ریخته می‌شود. بعد از خودگیری کامل مانت (بعد دو ساعت) سطح نمونه‌ها پالایش می‌شود. از سمباده ۸۰۰ تا ۳۰۰۰ عملیات سمباده‌زنی انجام می‌گیرد و در مرحله آخر به منظور آینه‌ای شدن سطح از خمیر الماسه استفاده شد. نمونه‌ها سپس با الکل یا آب مقطر شسته شده و خشک می‌شوند.

۲-۳-۲ آزمون XRD

هدف از انجام این آزمون بررسی فازهای موجود در پوشش می‌باشد. با بررسی الگوهای بدست آمده از این آزمون و تطبیق دادن با الگوهای مرجع، نوع فازهای موجود در ماده مشخص می‌شود. برای آنالیز، هر نمونه ابتدا به صورت پودر بسیار ریز در آمده و در معرض بمباران پرتوهای اشعه ایکس با طول موج ۰/۱-۱۰۰ آنگستروم قرار داده می‌شود. حاصل کار یک دیفراکتوگرام یا الگوی پراش است. هر نمونه بلورین الگوی پراش منحصر بفردی دارد که مقایسه آن با الگوهای پراش استاندارد، نوع ترکیب شناسایی می‌شود.

۲-۳-۳ آزمون جرقه

در شکل (۲-۱۲) شماتیک موقعیت الکترودهای فلزی و قسمت سرامیکی یک آتش‌زن مشاهده می‌شود. برای انجام آزمون جرقه مدار الکترونیکی شکل (۲-۱۳) طراحی و ساخته شد. وزن نمونه‌ها قبل و بعد از آزمون جرقه اندازه‌گیری می‌شود تا میزان فرسایش سطح بر اثر انرژی جرقه و تعداد آن محاسبه شود.



شکل ۱۰-۲ الف) جرقه زن کامپوزیتی ب) جرقه زن با پوشش نفوذی



شکل ۱۱-۲: دستگاه تست جرقه

۲-۳-۴ آزمون مقاومت الکتریکی

میزان مقاومت الکتریکی پوشش‌های اعمال شده به منظور دستیابی به خواص الکتریکی موردنظر به وسیله دستگاه میگر مدل D3900 که تصویر آن در شکل (۱۴-۲) مشاهده می‌شود اندازه‌گیری شد.

نمونه‌ها بعد از پخت در کوره تیویی و در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد تحت اتمسفر خنثی (گاز آرگون) برای تست مقاومت آماده می‌باشند. گستره مقاومتی که خواسته‌های این پروژه را برآورده می‌کند بین ۲۰-۲۰۰ کیلو اهم می‌باشد.



شکل ۲-۱۲: دستگاه میگر مدل D3900

۲-۳-۵ آزمون نانوفروروندگی

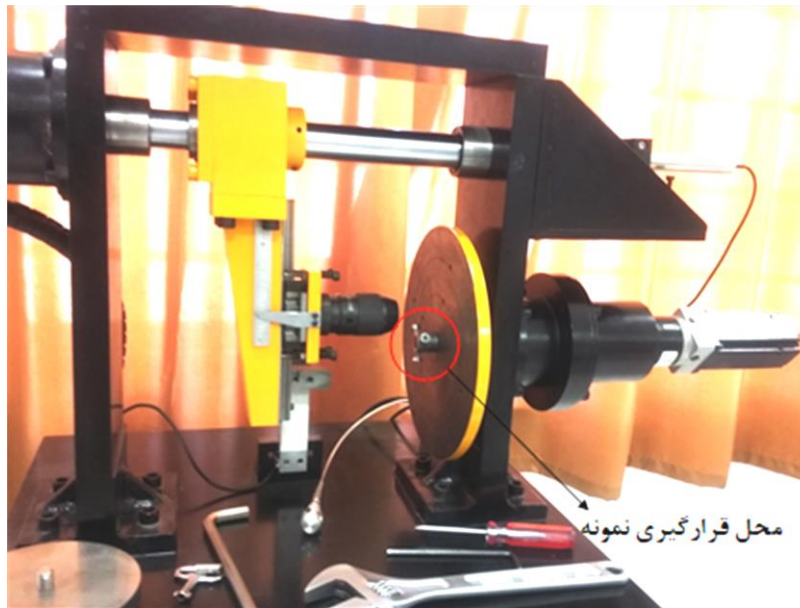
هدف اصلی از انجام تست نانوفروروندگی، بدست آوردن مدول الاستیک و سختی نمونه‌ها با تغییر بارگذاری می‌باشد. تست‌های سختی معمول، شامل اندازه‌گیری اثر باقیمانده از فرورونده در نمونه بر حسب میزان بار اعمالی توسط فرورونده بر سطح نمونه می‌باشد. در تست نانوفروروندگی اندازه اثر فرورونده فقط در حد چند میکرون می‌باشد و این باعث می‌شود اندازه‌گیری مستقیم اثر ایندنت با روش‌های نوری خیلی سخت شود. عمق نفوذ در زیر سطح نمونه بر حسب باری که به ایندنتور داده می‌شود اندازه‌گیری می‌شود. با توجه به هندسه فرورونده، اندازه سطح تماس بدست می‌آید. در این آزمون همچنین مدول نمونه‌ها با توجه به سختی تماس بدست می‌آید. که نرخ تغییرات بار و عمق می‌باشد.

۲-۳-۶ آزمون سایش

آزمون سایش با هدف اندازه‌گیری میزان مقاومت به سایش پوشش تحت میزان بارگذاری معین و در تعداد دوره‌های مختلف (۱۰۰۰ تا ۳۰۰۰ دور) انجام می‌گیرد. نمونه‌ها باید طوری ساخته شود تا در نمونه‌گیر دستگاه کاملاً ثابت و بدون کوچکترین انحرافی قرار گیرد تا از بوجود آمدن خطا در طول تست جلوگیری شود. نحوه انجام تست بدین صورت می‌باشد که ابتدا وزن پین فلزی و نمونه در ابتدای آزمون با ترازوی با دقت $0/0001$ اندازه‌گیری می‌شود. سپس پین و نمونه مانند شکل (۲-۱۵) بر روی دستگاه تست سایش نصب می‌شود. و با بارگذاری ۲ کیلوگرم و تعداد دور ۳۰۰۰ تست انجام می‌شود. بعد از به پایان رسیدن تعداد دوره‌های موردنظر بار دیگر پین و نمونه وزن می‌شود و از روی اختلاف وزن بوجود آمده میزان سایش سطح محاسبه می‌شود. نحوه انجام تست برای سطوح فلزی و سرامیکی متفاوت می‌باشد بدین صورت که در نمونه‌های حاوی پوشش سرامیکی به دلیل سایش دیسک وجود یک پین فلزی نیاز می‌باشد تا با توجه به تغییر وزن آن میزان سایش را محاسبه نمود. اما در نمونه‌هایی که پوشش فلزی می‌باشد نیازی به پین نبوده و از سطح خود نمونه باربرداری صورت می‌گیرد. این تفاوت در انجام تست بین دو نمونه فلزی و سرامیکی به دلیل سختی بالای سرامیک نسبت به دیسک فلزی تعبیه شده روی دستگاه می‌باشد.



شکل ۲-۱۳: موقعیت نمونه در دستگاه تست سایش



شکل ۲-۱۴: دستگاه تست سایش

۲-۳-۷ آزمون چسبندگی

به وسیله دستگاه نانوفروروندگی می توان استحکام پیوند بین زمینه و پوشش را اندازه گیری نمود. استحکام این پیوند به تنش های باقی مانده در فصل مشترک و نیروی اعمالی وابسته است. چسبندگی به وسیله نرخ آزاد شدن انرژی کرنشی کنترل می شود که به وسیله معادله ۲-۱ محاسبه میگردد [43].

$$G = \frac{h\sigma_I^2(1-\nu^2)}{2E_f} + (1-\alpha)\frac{h\sigma_R^2(1-\nu)}{E_f} - (1-\alpha)\frac{h(\sigma_I - \sigma_R)^2(1-\nu)}{E_f}$$

رابطه ۲-۱

σ_I : تنش فروروندگی

σ_R : تنش باقی مانده

α : ثابت بین صفر و یک

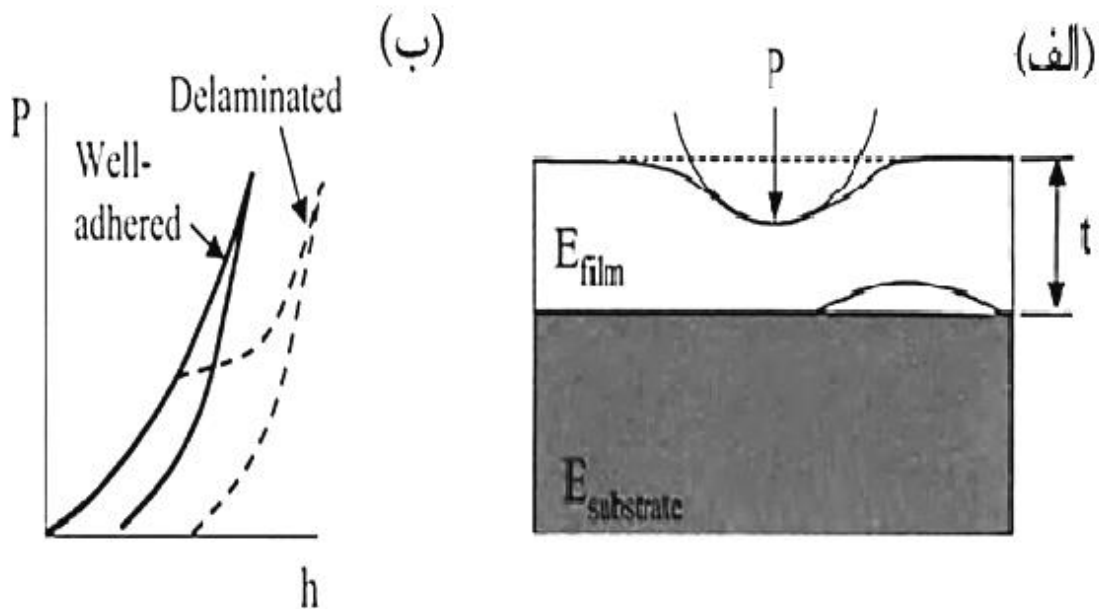
E_f : مدول الاستیک لایه نازک

ν : نسبت پواسون^۱

h : عمق فرورفتگی

G : نرخ آزادسازی انرژی کرنشی^۲

با استفاده از روش نانوفروروندگی با استفاده از بارگذاری و بار برداری آنی مطابق شکل (۲-۱۷) زیر می‌توان نیروی جدایش بین پوشش و زیر لایه را محاسبه نمود.



شکل ۲-۱۵: (الف) نحوه بارگذاری نمونه (ب) نمودار نانوفروروندگی [43].

^۱ Poission ratio

^۲ Strain energy release rate

فصل ۳ نتایج و بحث

در این بخش نتایج فعالیت‌های توضیح داده شده در فصل قبل به ترتیب بیان می‌شوند. بدین صورت که ابتدا در مورد پارامترهای غلظت با دما و نتایج تصاویر SEM و XRD بحث می‌شود و سپس به همراه نتایج سایر تست‌ها ارائه می‌شود. با هدف بیان واضح تر کد نمونه‌ها، این کدها در جدول ۱-۳ ارائه می‌شوند.

۱-۳- بررسی اثر غلظت و دماهای مختلف در مقاومت الکتریکی و چسبندگی پوشش

۱-۱-۳- غلظت ثابت ۰/۱ مولار و دما متغیر

جدول ۱-۳ پارامترهای غلظت با دما

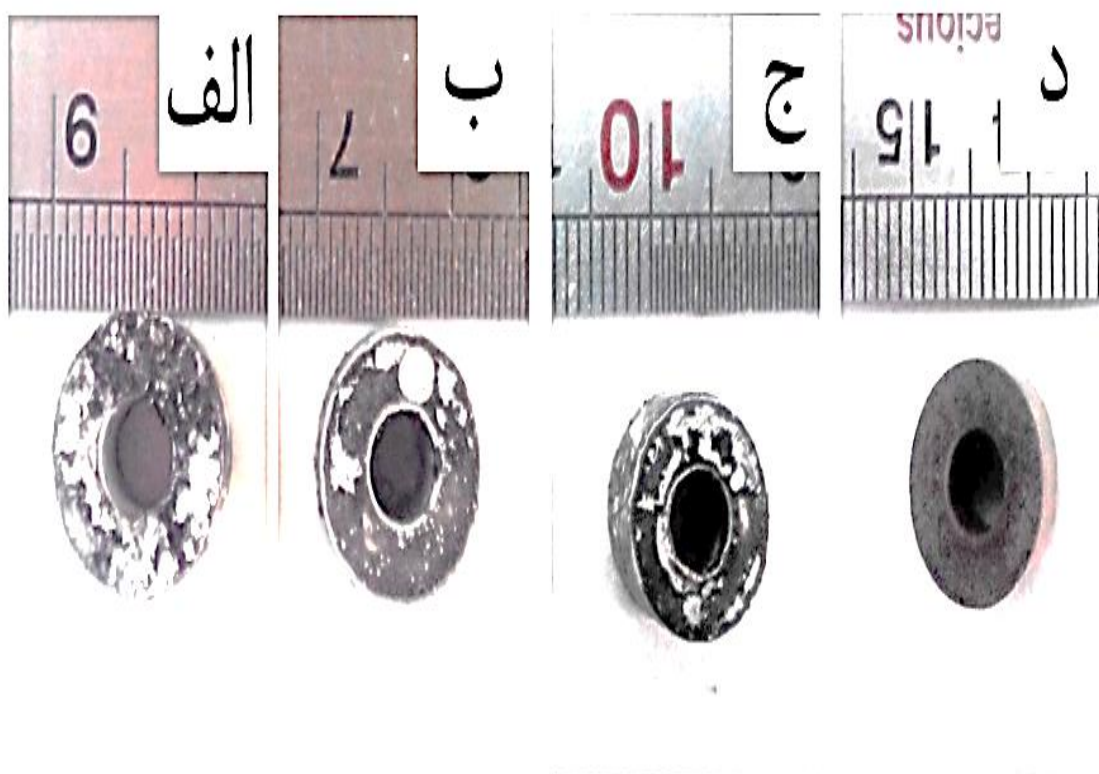
توضیحات	غلظت (M)	دما (°C)
چسبندگی ظاهری خوب و مقاومت بی‌نهایت	۰/۱	۱۶۰۰
چسبندگی ظاهری خوب و مقاومت بی‌نهایت	۰/۱	۱۵۰۰
چسبندگی ظاهری خوب و مقاومت بی‌نهایت	۰/۱	۱۴۰۰
چسبندگی ظاهری خوب و مقاومت بی‌نهایت	۰/۱	۱۲۰۰

۲-۱-۳- غلظت ثابت ۰/۲ مولار و دما متغیر

جدول ۲-۳ پارامترهای غلظت با دما

توضیحات	غلظت (M)	دما (°C)
چسبندگی ظاهری ندارد و پوشش ترک خورد و مقاومت بی‌نهایت	۰/۲	۱۶۰۰
چسبندگی ظاهری ندارد و پوشش ترک خورد و مقاومت بی‌نهایت	۰/۲	۱۵۰۰
چسبندگی ظاهری ندارد و پوشش ترک خورد و مقاومت بی‌نهایت	۰/۲	۱۴۰۰
چسبندگی ظاهری خوب و مقاومت $60 (M\Omega)$	۰/۲	۱۲۰۰

شکل ۱-۳ مربوط به زیرلایه‌های آلومینا که در دماهای ۱۶۰۰، ۱۵۰۰، ۱۴۰۰ و ۱۲۰۰ درجه سانتی‌گراد پخت شده و با سل با غلظت ۰/۲ مولار پوشش داده شده است. در شکل ۱-۳ نشان داده شده است که عملیات پوشش‌دهی نهایی در این نمونه‌ها در دمای ۱۲۰۰ انجام شده است. در پوشش‌هایی که زیرلایه آن در دماهای ۱۶۰۰، ۱۵۰۰ و ۱۴۰۰ درجه سانتی‌گراد صورت گرفت ترک مشاهده شد. ترک خوردن پوشش داده شده با سل غلظت ۰/۲ مولار به علت افزایش حجم مقدار دگرگونی و پلیمری شدن زیر لایه در کاربرد سیلیسیم افزایش می‌یابد. بنابراین در غلظت بالاتر از یک مولار دگرگونی زیاد می‌شود و حجم خروج گازها و محصولات تجزیه شده افزایش می‌یابد و باعث ایجاد ترک در پوشش می‌شود در نمونه که زیر لایه آن در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتی‌گراد زینتر شده و با سل ۰/۲ مولار پوشش داده شده و در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتی‌گراد عملیات حرارتی شده است به علت متخلخل بودن زیر لایه در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتی‌گراد گازهای ایجاد شده را در خود جذب می‌کند و مانع از ترک خوردن پوشش می‌شود.



شکل ۳-۱- عکسهای مربوط به لف) دمازینترزیر لایه ۱۶۰۰ درجه سانتیگراد ب) دمازینترزیر لایه ۱۵۰۰ درجه سانتیگراد ج) دمازینترزیر لایه ۱۴۰۰ درجه سانتیگراد د) دمازینترزیر لایه ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد

جدول ۳-۳: کدهای استفاده شده در این پژوهش

کد	ترکیب
S1	یک بار پوشش PCS، پخت نهایی در دمای ۱۲۰۰°C
S2	دو بار پوشش PCS پخت نهایی ۱۲۰۰°C
S3	سه بار پوشش PCS پخت نهایی ۱۲۰۰°C
4SIM1	یک بار پوشش PCS + ۴ بار تزریق نیترات آلومینیوم + یک بار پوشش PCS + پخت نهایی ۱۲۰۰°C
4SIM2	یک بار پوشش PCS + ۴ بار تزریق نیترات آلومینیوم + دو بار پوشش PCS پخت نهایی ۱۲۰۰°C

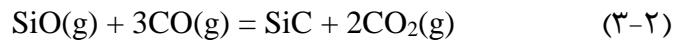
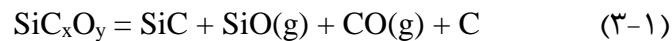
4SIM3	یک بار پوشش PCS + ۴ بار تزریق نیترات آلومینیوم + سه بار پوشش PCS پخت نهایی ۱۲۰۰ °C
2SIM1	یک بار پوشش PCS + ۲ بار تزریق نیترات آلومینیوم + یک بار پوشش PCS پخت نهایی ۱۲۰۰ °C
2SIM2	یک بار پوشش PCS + ۲ بار تزریق نیترات آلومینیوم + دو بار پوشش PCS پخت نهایی ۱۲۰۰ °C
2SIM3	یک بار پوشش PCS + ۲ بار تزریق نیترات آلومینیوم + سه بار پوشش PCS پخت نهایی ۱۲۰۰ °C
SCS1	یک بار پوشش PCS + پوشش نانو آلومینا پخت نهایی ۱۲۰۰ °C
SCS2	یک بار پوشش PCS + پوشش نانو آلومینا + یک بار پوشش PCS پخت نهایی ۱۲۰۰ °C
SCS3	یک بار پوشش PCS + پوشش نانو آلومینا + دو بار پوشش PCS پخت نهایی ۱۲۰۰ °C

۳-۲- نتیجه آنالیز پراش اشعه ایکس (XRD)

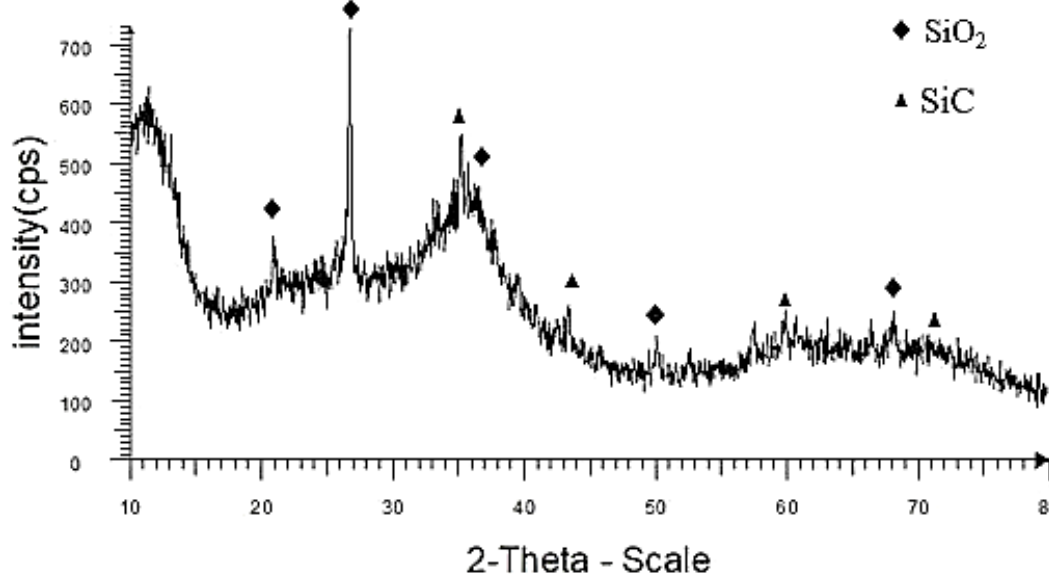
۳-۲-۱- آنالیز پراش اشعه ایکس پودر کاربید سیلیسیم

الگوه ای پراش اشعه X حاصل از پودر SiC حاصل از PCS حرارت داده شده و یا پیرولیز شده به مدت ۲ ساعت در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد قرار گرفته در شکل ۳-۲ به نمایش در آمده است. به طور کلی عملیات حرارتی دمای ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد تحت اتمسفرهای خنثی مانند آرگون باعث تشکیل نوعی ساختار آمورف سیلیس حاوی کربن می گردد که این پودر، شیشه آلی کاربیدی نام دارد. بنابراین محصول به دست آمده در شکل ۳-۲ شامل پودر آمورف با سطح مخصوص بسیار بالا با ترکیبات SiC و SiO₂ است. از طرفی شدت پیکهای حاصله ضعیف است و این موضوع بیانگر سرعت پایین

واکنش تولید SiC در این دما می باشد. بنابراین برای تشکیل بهتر و کامل تر ذرات SiC کریستالی دمای سنتز باید تا ۱۵۰۰ درجه سانتیگراد افزایش داده شود. با توجه به شکل ۱-۳ در می یابیم که، فاز قالب SiC و SiO₂ از نوع هگزاگونال می باشد. ویکس-گوتزل و همکاران [42]، پودر β-SiC را در دمای ۱۵۰۰ درجه سانتیگراد سنتز کردند، به طوریکه در پایان فرایند هیچ پیک اضافی مبنی بر تشکیل فاز کریستوبالیت یا فاز اضافی در الگوهای XRD مشاهده نشد. همچنین فاز گرافیت و فاز آلفا SiC به مقدار کم در کنار فاز اصلی کاربید سیلیسیم حضور دارند. فاز اصلی پوشش ثانویه فاز بتا SiC است. فاز SiC و SiO₂ موجود در پوشش ثانویه می تواند از پلی کربوسیلان حاصل شود. تغییرات فازی پلی کربوسیلان در دمای بیش از ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد می تواند طبق معادلات ۱-۳ و ۲-۳ انجام گیرد:



بدین ترتیب با عملیات حرارتی پوشش ثانویه که حاوی پلی کربوسیلان است، فازهای SiC، SiO و C

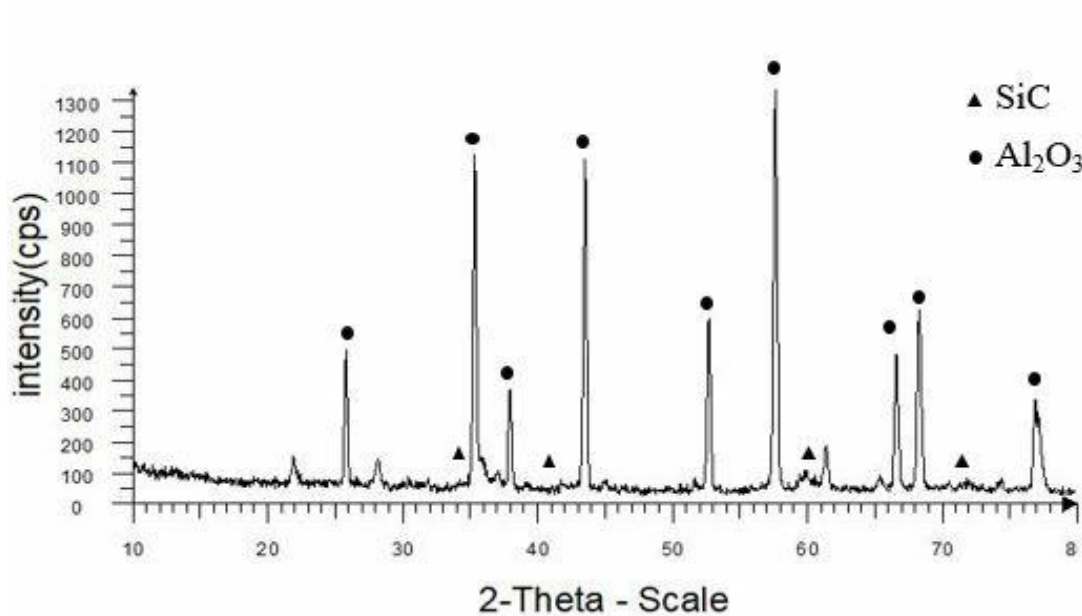


شکل ۲-۳ الگو پراش اشعه ایکس پودر که به مدت ۲ ساعت در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد پخت شده است

می‌تواند تشکیل شود. نتایج پراش اشعه ایکس نیز حاکی از حضور SiC است.

۳-۲-۱- آنالیز پراش اشعه ایکس پوشش کاربید سیلیسیم

در شکل ۳-۳ تصویر آنالیز فازی، سطحی نمونه S1 ارائه شده است. همان طور که در شکل ۳-۳ مشاهده می‌شود پوشش ایجاد شده ساختار آمورف دارد که تغییری در ساختار کریستالی نسبت به آنالیز پودر مشاهده نمی‌شود.

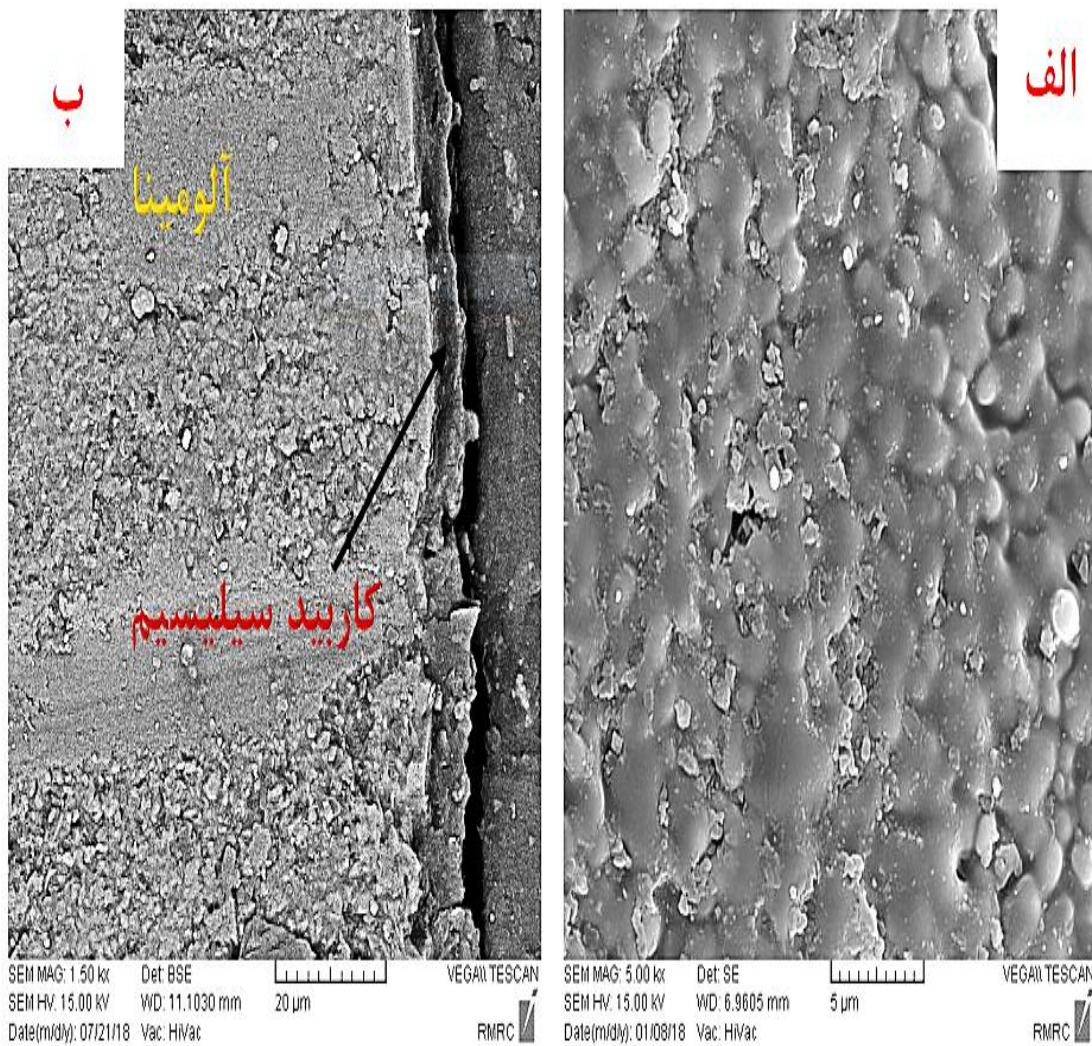


شکل ۳-۳ الگو پراش اشعه ایکس از سطح پوشش نمونه کد S1

۳-۳- نتایج حاصل از آنالیز میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)

در این بخش تصاویر SEM از سطح نمونه‌ها با کدهای S1، 4SIM3 و SCS3 در بزرگنمایی‌های مختلف آورده شده است.

در شکل ۳-۴ تصویر ریز ساختاری سطحی نمونه S1 ارائه شده است. همان طور که در شکل ۳-۴ (الف) مشاهده می شود اندازه ذرات حدوداً ۲ میکرون است. ذرات سنتز شده به صورت یکنواخت و چگال در سطح نمونه توزیع شده است. از آنجایی که نمونه ها یکبار پوشش داده شده اند می توان ذکر نمود که علت چگال شدن نمونه بعد از پخت در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتی گراد، وجود ذرات اکسید سیلیسیم و آلومینا و تشکیل لایه نازک پوشش کاربید سیلیسیم می باشد که چگالی بین ۲/۵ تا ۳ گرم بر سانتی متر مربع است. در شکل ۳-۴ (ب) تصویر مورفولوژی از سطح مقطع نمونه S1 ارائه شده است. همان طور که مشاهده می شود ضخامت پوشش کاربید سیلیسیم بین ۱۰ تا ۲۰ میکرون است. شیاری که در شکل مشاهده می شود مربوط است به فصل مشترک بین پوشش و نگهدارنده می باشد.

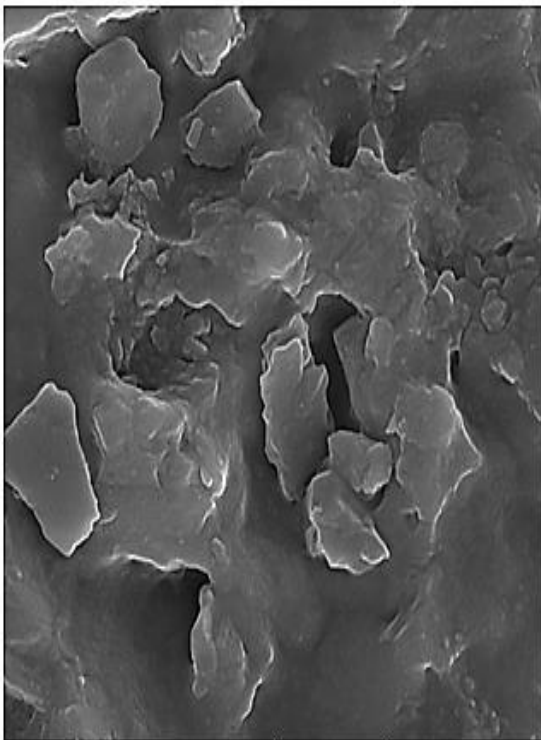


شکل ۳-۴ تصاویر SEM مربوط به الف (مورفولوژی سطحی نمونه S1 ب) مورفولوژی سطح مقطع نمونه S1

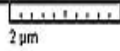
همچنین تصاویر SEM مربوط به مورفولوژی سطحی نمونه‌های 4SIM3 و SCS3 نیز به ترتیب در شکل ۳-۵ (الف) و ۳-۵ (ب) ارائه شده است. همانطور که از شکل مشاهده می‌شود، اندازه ذرات در اندازه زیر ۳ میکرون بدست آمده‌اند و توزیع ذرات تقریباً یکنواختی در آنها وجود دارد. سطح مقطع پودرها تقریباً کروی بوده و الگوی تفرق XRD این ماده نشان می‌دهد که پودرهای سنتز شده کاملاً

ریز دانه هستند. از طرفی شدت پیک‌های حاصله ضعیف است و این موضوع بیانگر سرعت پایین واکنش تولید SiC در این دما می‌باشد. بنابراین پیشنهاد می‌شود برای تشکیل بهتر و کامل‌تر ذرات SiC دمای سنتز تا ۱۵۰۰ درجه سانتیگراد افزایش یابد. با توجه به منبع [42] سنتز در دمای ۱۵۰۰ درجه سانتیگراد نسبت به ۱۴۰۰ درجه سانتیگراد سرعت بیشتری دارد و همچنین شدت پیک‌های تشکیل شده در این دما از سایر دماها بالاتر و قوی‌تر خواهد بود. الگوی XRD تهیه شده از پودر در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد نشان می‌دهد که پیک اصلی پودر در زاویه‌های تفرق 2θ برابر با ۳۶ درجه است. این زاویه در صفحه تفرق (۱۱۱) قرار دارد و متعلق به فاز β -SiC می‌باشد.

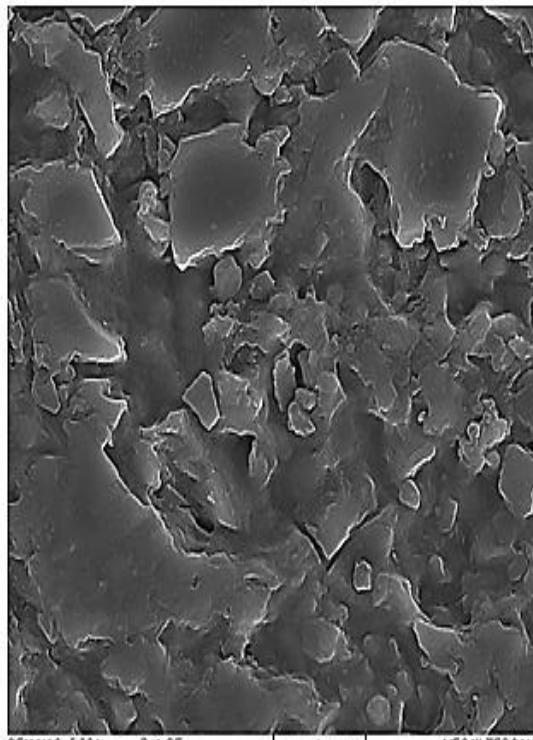
با توجه به تصاویر نمونه S1 ریزساختاری میکروسکوپ الکترونی (SEM) ملاحظه می‌گردد که اندازه دانه تشکیل شده کمتر از ۳ میکرومتر می‌باشد. تصاویر حاصل از SEM نشان می‌دهد که ریز ساختار و شکل ظاهری β -SiC متحد الشکل بوده و دارای سطح مقطع کروی می‌باشد. از تصاویر FESEM نیز این موضوع مشخص است. همچنین با استفاده از تصاویر FESEM و SEM در می‌یابیم میانگین اندازه ذره بسیار ریزدانه در ابعاد نانومتری است. همانطور که در تصاویر SEM مشخص است، پوشش حاصل بدون ترک عمودی هست و هیچ فصل مشترک مشخصی بین SiC و آلومینا مشاهده نمی‌شود.



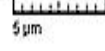
SEM MAG: 15.00 kx Det: SE
SEM HV: 15.00 kV WD: 6.4457 mm
Date(m/d/y): 07/21/18 Vac: HiVac



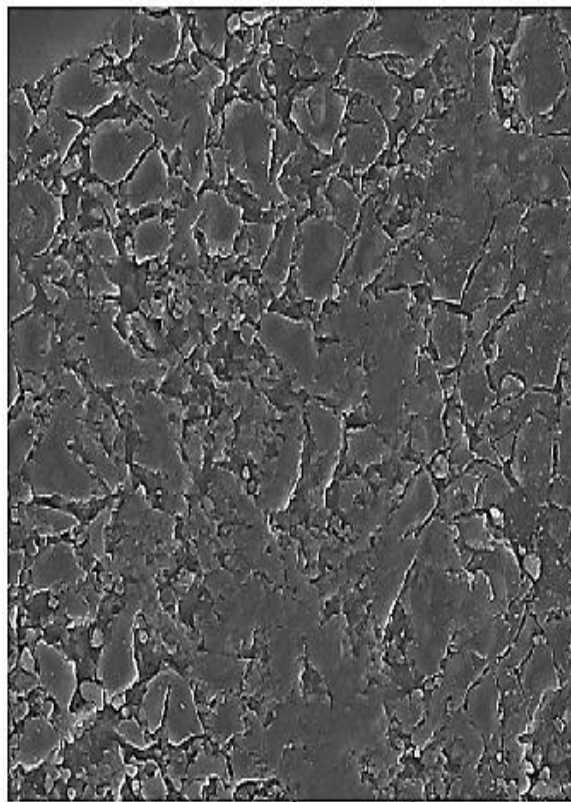
VEGA\\ TESCAN
RMRC



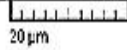
SEM MAG: 5.00 kx Det: SE
SEM HV: 15.00 kV WD: 6.4457 mm
Date(m/d/y): 07/21/18 Vac: HiVac



VEGA\\ TESCAN
RMRC

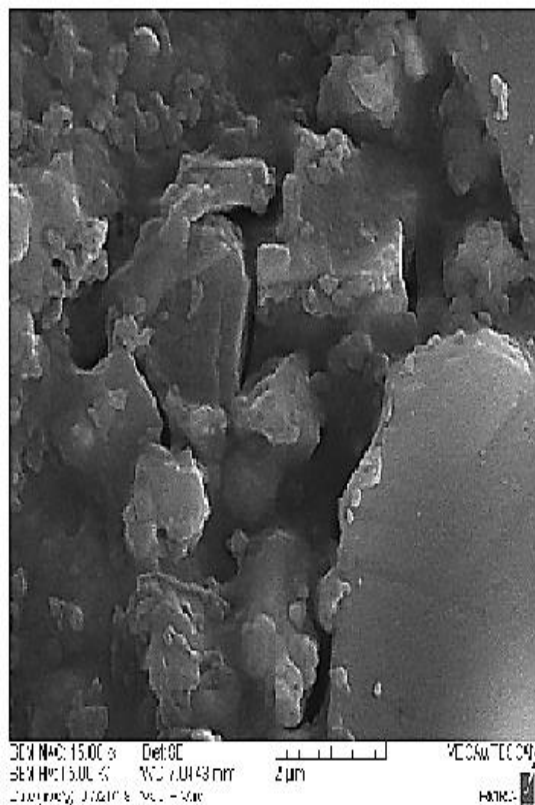
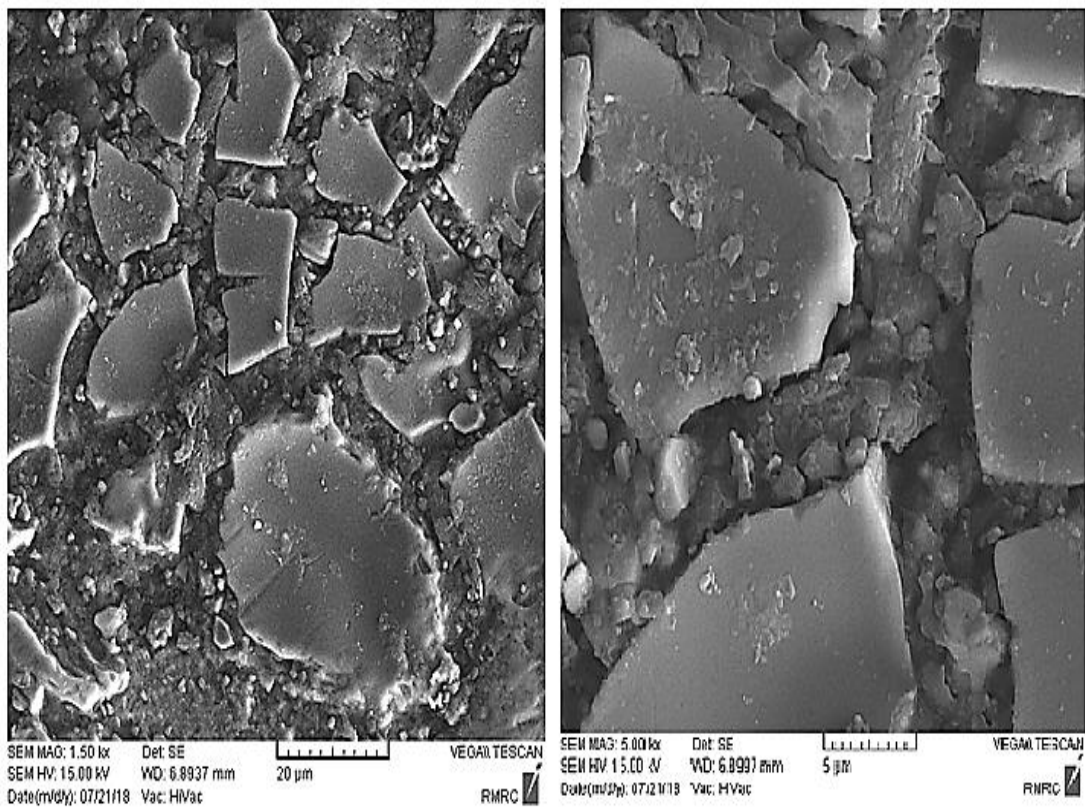


SEM MAG: 1.50 kx Det: SE
SEM HV: 16.00 kV WD: 6.4457 mm
Date(m/d/y): 07/21/18 Vac: HiVac



VEGA\\ TESCAN
RMRC

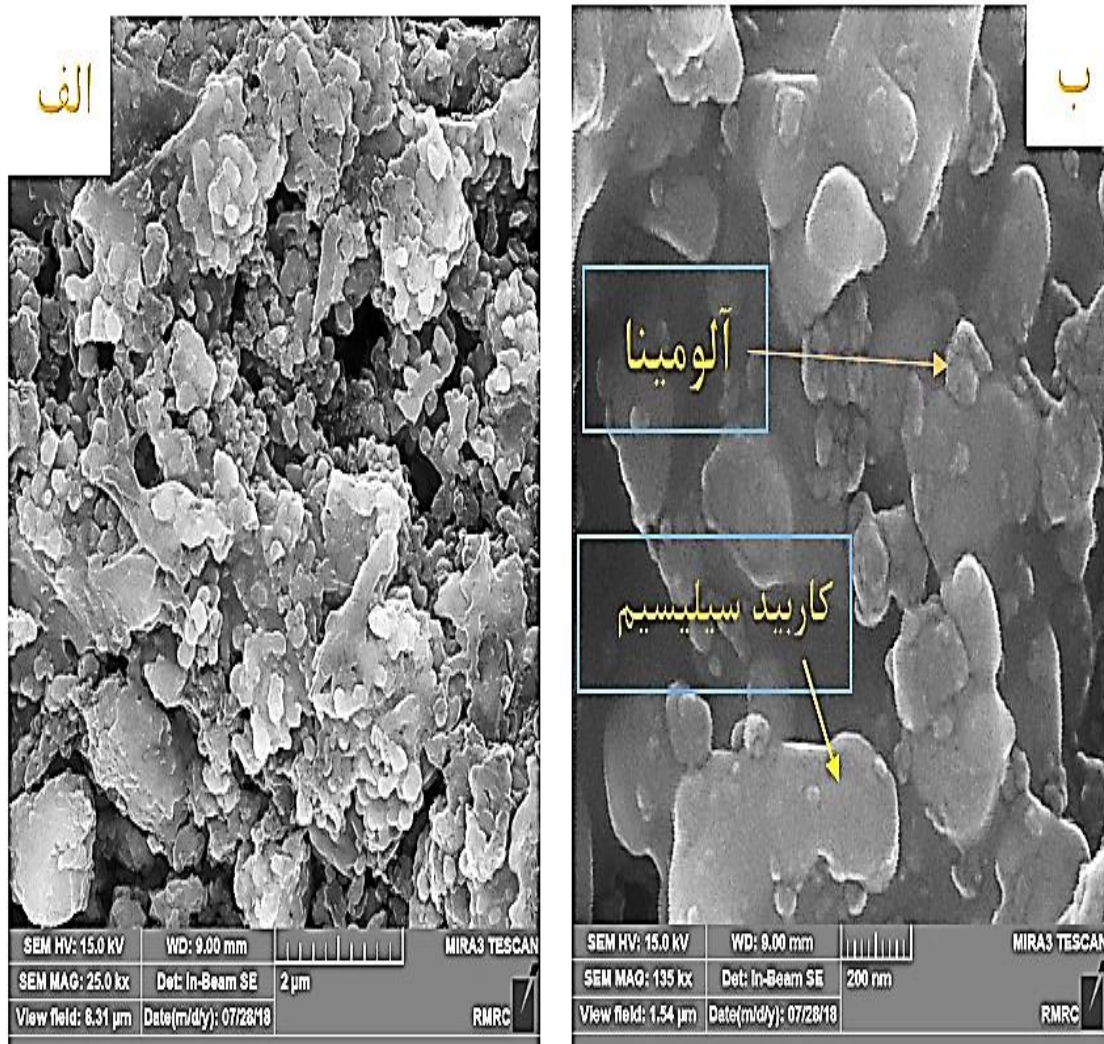
(الف)



(ب)

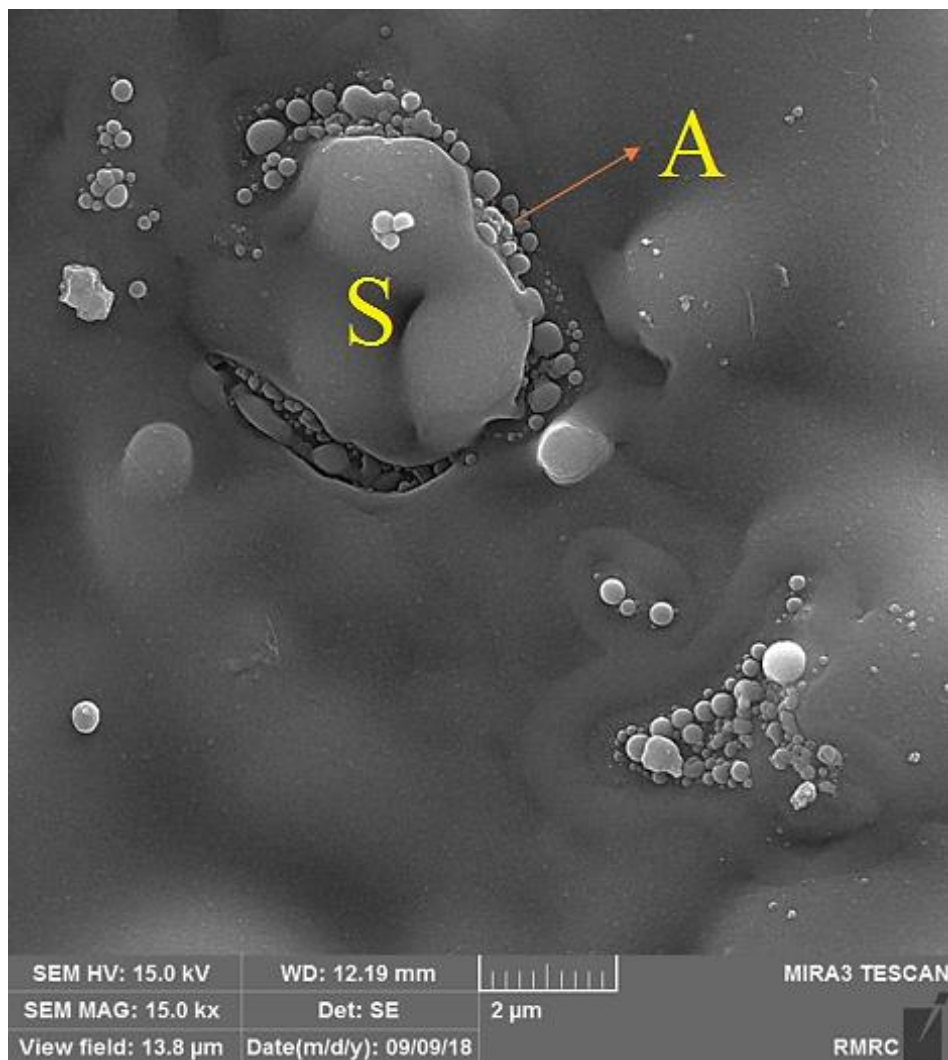
شکل ۳-۵ تصاویر SEM مربوط به مورفولوژی سطحی نمونه های الف (4SIM3 و ب) SCS3

موفورلوزی سطح نمونه کد SCS3 با استفاده از آنالیز میکروسکوب الکترونی نشر میدانی (FESEM) در شکل ۳-۶ برای تصویر بهتر و دیده شدن ذرات آلومینا ارائه شده است. با توجه به شکل، در می یابیم که اندازه ذرات بسیار ریز بوده و آلومینا، در محدوده نانومتری در پوشش قرار دارد.



شکل ۳-۶ تصویر FESEM مربوط به نمونه کد SCS3

موفورلوژی سطح نمونه کد 4SIM1 با استفاده از آنالیز میکروسکوب الکترونی نشر میدانی (FESEM) در شکل ۷-۳ برای تصویر بهتر و دیده شدن ذرات آلومینا ارائه شده است. با توجه به شکل، در می یابیم که اندازه ذرات بسیار ریز بوده و آلومینا به روش تزریق در تخلخل های پوشش قرار گرفته و تولید شد.



شکل ۷-۳ تصویر FESEM مربوط به نمونه کد 4SIM1

۳-۴- نتایج آزمون فروروندگی

برای بررسی سختی و چسبندگی نمونه های سنتز شده از آزمون فروروندگی استفاده شد. از آنجایی که هدف بررسی چسبندگی بین پوشش و زیرلایه می باشد آزمون فروروندگی بر روی نمونه های S1، 4SIM1 و SCS1 انجام شد. نتایج حاصل از این تست در جدول ۳-۴ نشان داده شده است. همان طور که مشاهده می شود با افزودن نیترات آلومینیوم نانو سختی نمونه ۲/۷۲ گیگا پاسکال کاهش می یابد و مدول یانگ ۵۱/۶۵ گیگا پاسکال کاهش می یابد در حالی که حداکثرمیزان فروروندگی ۳۲/۶۱ نانو متر افزایش می یابد. در صورتی که نانو آلومینا به نمونه افزوده شود نانو سختی نمونه ۳/۹۵ گیگا پاسکال کاهش می یابد و مدول یانگ ۱۴۸/۸۲ گیگا پاسکال کاهش می یابد در حالی که حداکثرمیزان فروروندگی ۲۹۵/۹۹ نانو متر افزایش می یابد. در نتیجه، نتایج بیان گر آن است که افزودن پرکن سبب می شود که سختی کاهش یابد. علت کاهش کلی سختی نمونه ها به خاطر ناخالصی وارد شده در نمونه ها می باشد که به جای کربن در ساختار کریستالی کاربرد سیلیسیم نشسته است [44].

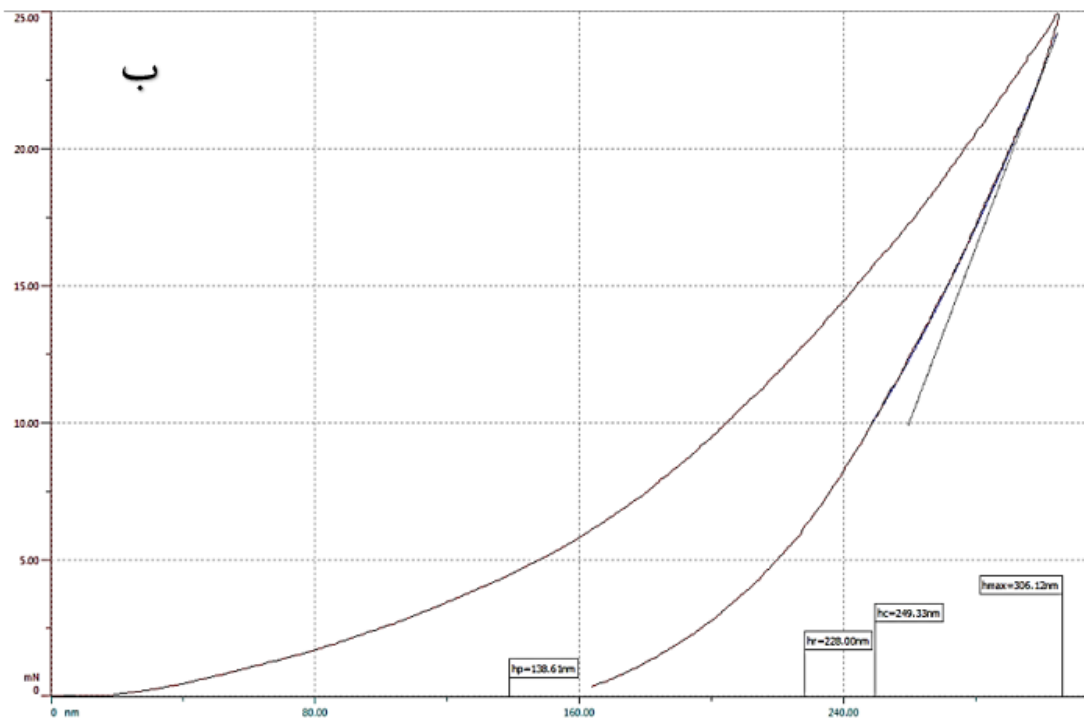
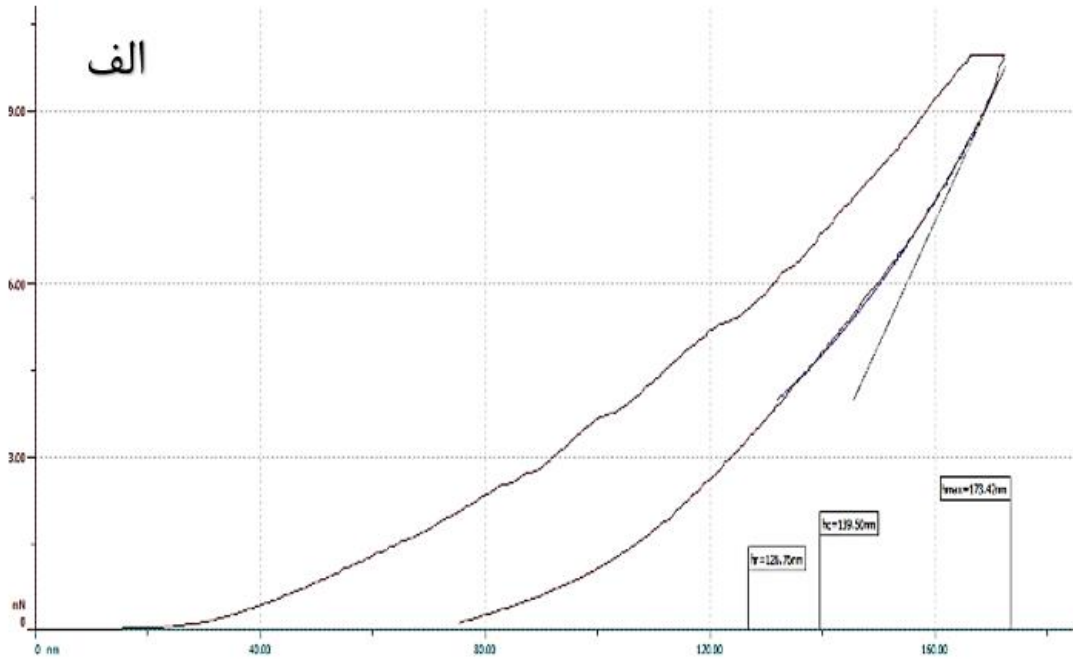
جدول ۳-۴ نتایج حاصل از آزمون فروروندگی

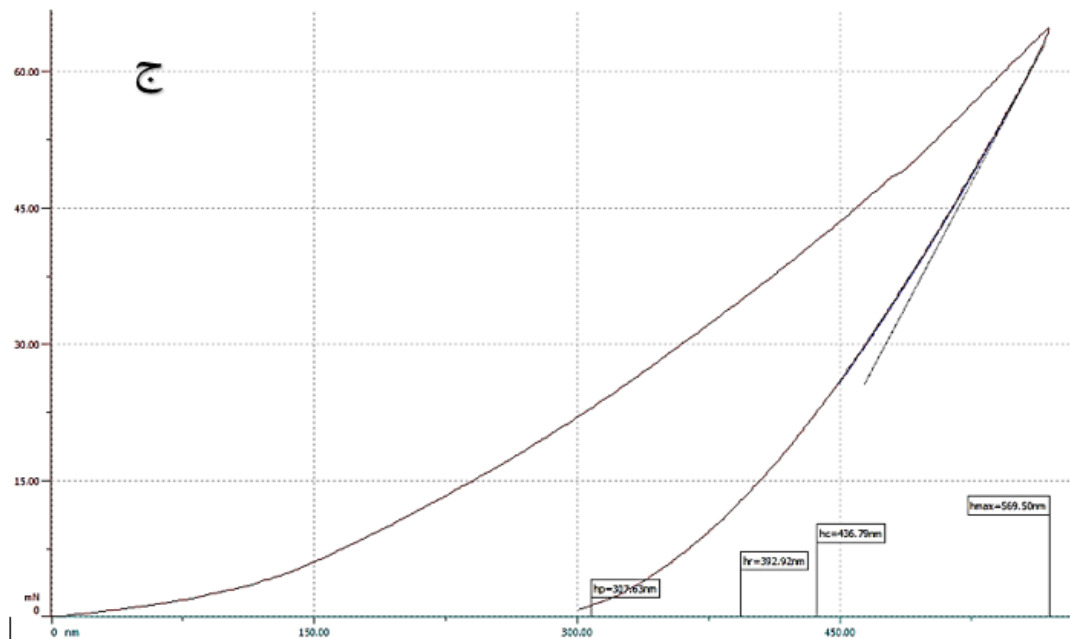
کد	نانو سختی (GPa)	مدول یانگ (GPa)	حداکثر میزان فروروندگی (nm)
S1	۱۸/۵۹	۳۱۹/۸۹	۲۷۳/۵۱
4SIM1	۱۵/۸۷	۲۶۸/۲۴	۳۰۶/۱۲
SCS1	۱۴/۶۴	۱۷۱/۰۷	۵۶۹/۵۰

همچنین تصاویر حاصل از آزمون نانوفرو رونده در شکل ۳-۸ آمده است. همانطور که مشاهده می شود در

شکل ۳-۸-الف) نوسانات منحنی به وجود تخلخل در نمونه مربوط است. در شکل ۳-۸-ب) و ج) و

منحنی تیز بوده و بدون هیچ نوسانی است که بیانگر چگال بودن و نداشتن ناهنگی در نمونه است.





شکل ۳-۸ نمودار تغییر سختی و تافنس. الف) کد S1، ب) کد 4SIM1 و ج) کد SCS1

۳-۵- نتایج آزمون چسبندگی

برای بررسی سختی و چسبندگی نمونه های سنتز شده از آزمون نانوفروروندگی استفاده شد. از آنجایی که هدف بررسی چسبندگی بین پوشش و زیرلایه می باشد آزمون چسبندگی بر روی نمونه های S1، 4SIM1 و SCS1 انجام شد. نتایج حاصل از این تست در جدول ۳-۵ نشان داده شده است. همان طور که مشاهده می شود با افزودن نیترات آلومینیوم نیروی اعمال شده برای شکست حدود ۱۵ میلی نیوتون افزایش می یابد و مدول یانگ ۵۱/۶۵ گیگا پاسکال کاهش می یابد در حالی که حداکثر میزان فروروندگی ۳۲/۶۱ نانو متر افزایش می یابد. در صورتی که نانو آلومینا به نمونه افزوده شود نیروی اعمال شده برای شکست حدود ۵۵ میلی نیوتون افزایش می یابد و مدول یانگ ۱۴۸/۸۲

گیگا پاسکال کاهش می یابد در حالی که حداکثرمیزان فروروندگی ۲۹۵/۹۹ نانو متر افزایش می یابد. بنابراین ، نتایج بیان گر آن است که افزودن پرکن سبب می شود که چسبندگی افزایش یابد. ذرات آلومینا باعث ایجاد پیوند بهتر در دمای بالا با زیر لایه آلومینا می شود. میزان چسبندگی کد 4SIM1 نسبت به کد SCS1 بیشتر است به علت درصد کم آلومینا و سیالان مایع تزریق شونده در 4SIM1 که کشش سطحی باعث تر شدن حفره و ایجاد فشار در دیواره ها تنش ایجاد به علت موپینگی (ناشی از نیروهای چسبندگی) سطحی است. باعث تخریب لایه متخلخل و ایجاد جدایش در فصل مشترک و در نتیجه کاهش چسبندگی 4SIM1 می شود. موپینگی طبق فرمول ۳-۳ انجام می گیرد [46].

$$h = \frac{2\gamma \cos \theta_c}{\rho Rg} \quad (3-3)$$

R شعاع

γ ضریب کشش سطحی

θ زاویه برخورد هوا و مایع

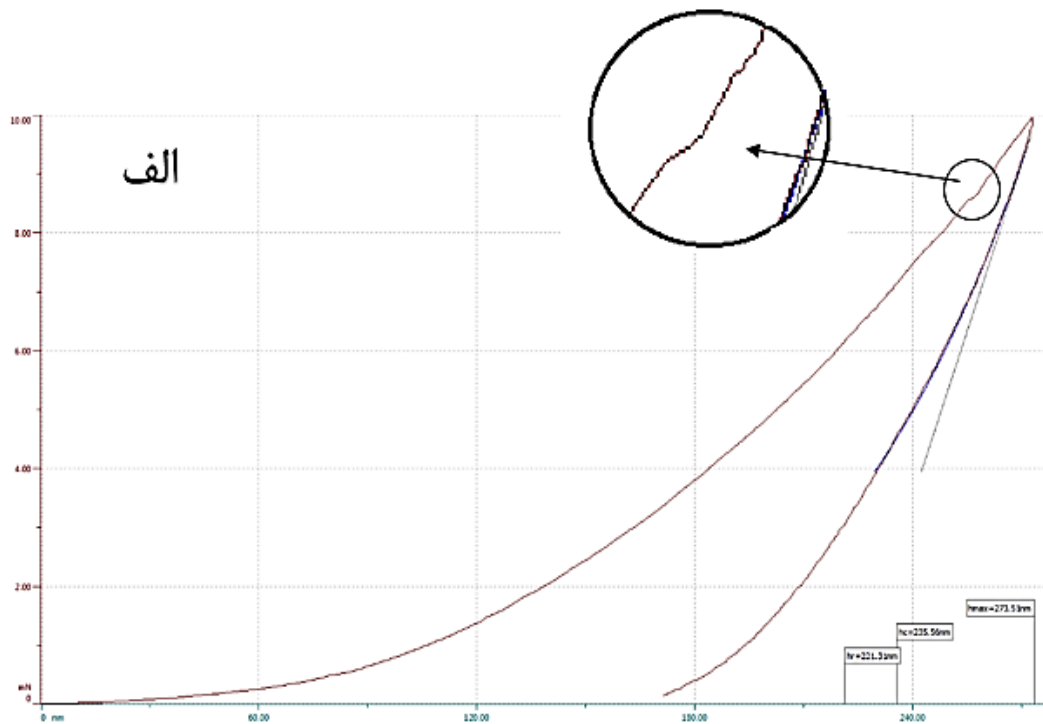
ρ چگالی مایع

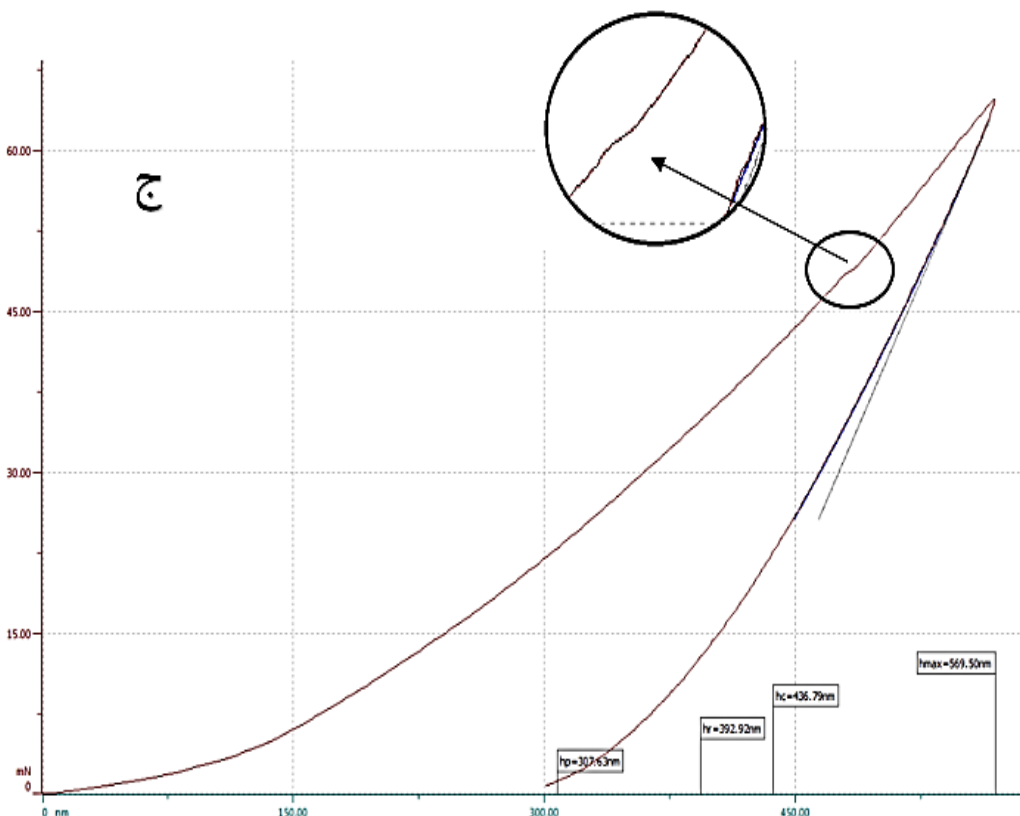
g شتاب گرانشی می باشد

جدول ۳-۵ نتایج حاصل از آزمون چسبندگی

کد	بار اعمالی (mN)	نانو سختی (GPa)	مدول یانگ (GPa)	حداکثر بار اعمالی (mN)	حداکثر میزان فروروندگی (nm)
S1	۱۰	۱۸/۵۹	۳۱۹/۸۹	۹/۸۶	۲۷۳/۵۱
4SIM1	۲۵	۱۵/۸۷۲	۲۶۸/۲۴	۲۴/۷۴	۳۰۶/۱۲
SCS1	۶۵	۱۴/۶۴۸	۱۷۱/۰۷	۶۴/۲۴	۵۶۹/۵۰

همچنین تصاویر حاصل از دستگاه نانوفروارونده در شکل ۳-۹ آمده است. همان طور که مشاهده می شود در شکل ۳-۹-الف) نوسانات منحنی به دلیل وجود تخلخل در نمونه است. در شکل ۳-۹-ب) و ج) منحنی تیز بوده و بدون هیچ نوسانی است که بیانگر چگال بودن و نداشتن ناهنگی در نمونه است.





شکل ۳-۹ رفتار چسبندگی با تغییرات بار اعمالی در الف) کد S1، ب) کد 4SIM1 و ج) کد SCS1

۳-۶- آزمون مقاومت الکتریکی

مقاومت الکتریکی نمونه‌های مختلف با استفاده از دستگاه میگر مدل D3900 بررسی شد و نتایج در جدول ۳-۶ ارائه شده است. مقدار مقاومت کد S3 و 2SIM3 کمترین میزان ممکن است. وجه مشترک این دو نمونه سه بار پوشش PCS است. از این رو می‌توان نتیجه گرفت که با استفاده از پوشش سه لایه PCS کمترین میزان مقاومت حاصل می‌شود. برخلاف این حالت، کد SCS1، که حاوی یک لایه پوشش PCS به همراه پوشش نانو آلومینا می‌باشد، بیشترین میزان مقاومت را نشان داده و اختلاف قابل توجهی با سایر کدها دارد که حضور آلومینا بابت ایجاد جرق زنی بهتر می‌شود.

در جدول ۳-۶ نشان داده شد که با افزایش تعداد دفعات پوشش، مقاومت الکتریکی پوشش کاهش می یابد، که به دلیل کاهش اثر زیرلایه عایق آلومینا می باشد. بعلاوه اضافه کردن آلومینا در لایه اول پوشش در تمامی پوشش ها منجر به افزایش مقاومت الکتریکی شده است.

جدول ۳-۶ نتایج حاصل از آزمون مقاومت الکتریکی

مقدار مقاومت (kΩ)	کد
۶۰	S1
۳۰	S2
۲۰	S3
۶۰	4SIM1
۴۵	4SIM2
۲۴	4SIM3
۵۰	2SIM1
۴۰	2SIM2
۱۹	2SIM3
۸۴۵	SCS1
۶۵	SCS2
۲۳	SCS3

۳-۷- نتایج آزمون جرقه

تست جرقه در ولتاژ ۱ و ۲ کیلو ولت انجام شد. بازه مقاومت در دمای محیط باید در محدوده ۸۰-۱۲۰ کیلو اهم باشد. هرچه میزان جرقه بیشتر شود، وزن نمونه کمتر خواهد شد. سطح انرژی استفاده شده در این تست ۲/۵ ژول بود. با افزایش سطح انرژی از یک تا پنج ژول تعداد جرقه در دقیقه کاهش می یابد، زیرا زمان شارژ خازن افزایش می یابد و مدت زمان تخلیه الکتریکی در سطح کامپوزیت، با

بیشتر شدن سطح انرژی، افزایش می‌یابد. این تست بر روی نمونه کدهای S1 و 4SIM1 صورت گرفت و نتایج حاصل از آن در جدول ۳-۷ به نمایش در آمده است. بر اساس نتایج حاصل از تست جرقه هیچ کاهش وزنی مشاهده نشده است. همچنین مقاومت الکتریکی قبل و بعد از آزمون ثابت باقی مانده که نشان از دوام و کیفیت بالای نمونه‌های کد S1 و 4SIM1 دارد. واپلر و همکاران [38]، به بررسی تست جرقه روی نیمه هادی هایی از جنس SiC پرداختند. آنها بیان کردند که تست جرقه انرژی بالا-ولتاژ پایین (HE-LV) در توربین های گازی و موتور جت کاربرد دارد. بر اساس نتایج و همکاران، کاربیدسیلیسیم با اندازه دانه ۳-۲۵ میکرومتر که به صورت یکنواخت در زمینه پخش شده نتایج مناسبی در تست جرقه از خود نشان داده است [39].

جدول ۳-۷ نتایج حاصل از آزمون جرقه

کد	وزن اولیه (g)	مقاومت اولیه (kΩ)	زمان (h)	تعداد جرقه	وزن بعد آزمون	مقاومت الکتریکی بعد آزمون (kΩ)
S1	۱/۴۳۶	۵۵	۱۰	۱۰۲۰۰	۱/۴۳۶	۵۵
4SIM1	۱/۵۵۵	۵۵	۱۰	۱۰۲۰۰	۱/۵۵۵	۵۵

۳-۸- نتایج آزمون سایش

با توجه به شکل ۳-۹ و بر اساس استاندارد ش ASTM G99 مکانیزم سایش از نوع خراشنده است

[45].

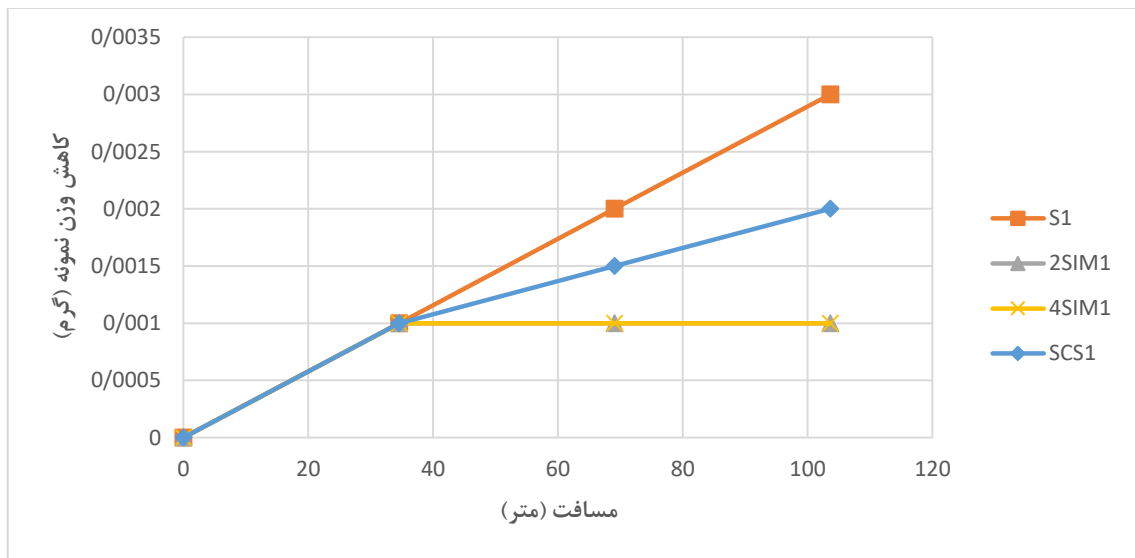


شکل ۳-۱۰ تصویر میکروسکوپ نوری بعد از آزمون سایش

آزمون سایش بر روی نمونه‌های S1، 4SIM1، 2SIM1 و SCS1 انجام شد. نتایج حاصل از این تست در جدول ۳-۸ نشان داده شده است. همچنین نمودار تغییر وزن حاصل از این آزمون در شکل ۳-۱۰ آمده است. بر اساس نتایج بدست آمده، SiC خالص وزن بیشتری نسبت به نمونه‌های که در آن آلومینا حضور دارد کم کرده است که علتش می‌تواند چسبندگی کمتر SiC باشد. از این رو می‌توان کاهش وزن بیشتر آن را توجیه کرد. کاهش وزن نمونه کد S1 بیشتر از سایر کدها می‌باشد. کدهای 2SIM1، 4SIM1 و SCS1 که به علت وجود کمک زینتر آلومینا دانسیته بالا است که مقاومت به سایش بالایی برد. پریچویسنکی و همکاران [40]، بر روی خواص مکانیکی و رفتار سایشی کامپوزیت های Al-SiC تحقیق کردند. بر اساس نتایج آنها نرخ سایش با افزایش میزان تقویت کننده به مراتب کاهش می‌یابد. ال رباعی و همکاران [41]، به بررسی رفتار سایشی کامپوزیت های Al-SiC در سه بخش پرداختند. بر اساس نتایج آنها قرار گرفتن SiC در آلومینا باعث افزایش مقاومت به سایش در برابر تمامی عوامل ساینده شد.

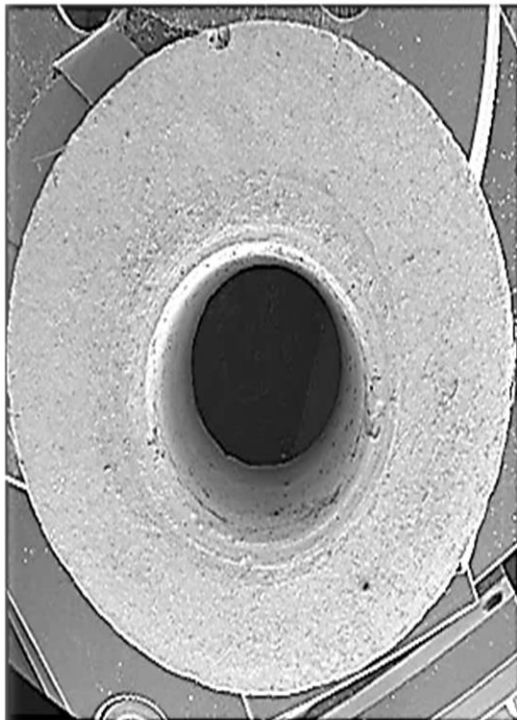
جدول ۳-۸ نتایج بدست آمده آزمون سایش

کد	کاهش وزن (g) نمونه در مسافت ۳۴,۵۴ (m)	کاهش وزن (g) نمونه در مسافت ۶۹,۰۸ (m)	کاهش وزن (g) نمونه در مسافت ۱۰۳,۰۸ (m)
S1	۰,۰۰۱	۰,۰۰۲	۰,۰۰۳
4SIM1	۰,۰۰۱	۰,۰۰۱	۰,۰۰۱
2SIM1	۰,۰۰۱	۰,۰۰۱	۰,۰۰۱
SCS1	۰,۰۰۱	۰,۰۰۱۵	۰,۰۰۲

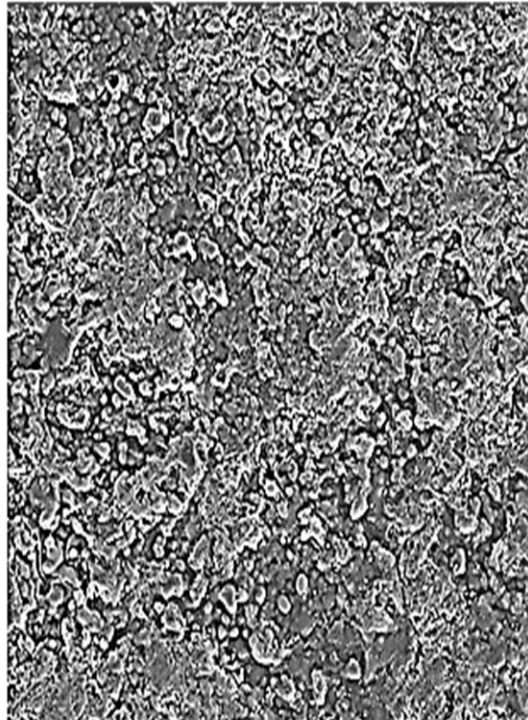


شکل ۳-۱۰ نمودار تغییرات کاهش وزن و مسافت در آزمون سایش. کد S1، کد 2SIM1، کد 4SIM1 و کد SCS1

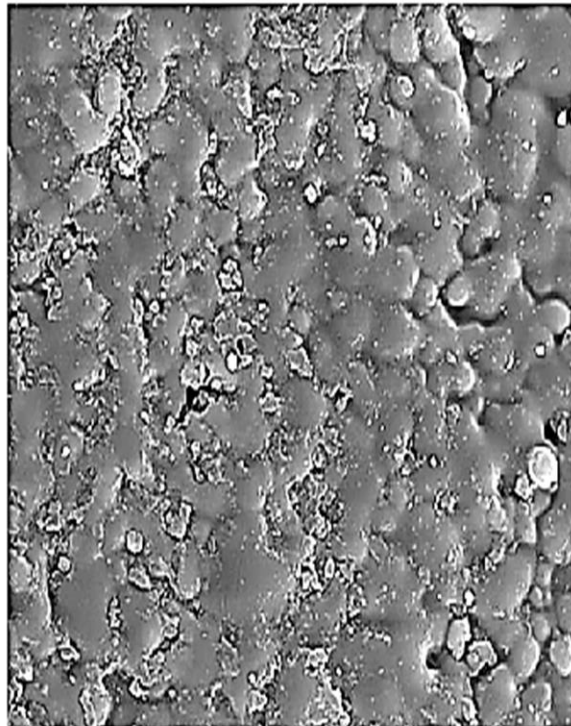
در شکل ۳-۱۱ قسمت (الف) تصویر SEM کد S1 قبل از آزمون سایش را مشاهده می‌کنید. همانطور که از شکل مشخص است، سطح نمونه تقریباً یکنواخت و بدون هرگونه تخلخل می‌باشد. در شکل ۳-۱۱ قسمت (ب) تصویر SEM کد S1 پس از آزمون سایش به نمایش در آمده است. همانطور که از شکل آشکار است، نمونه طی مسافت ۱۰۳/۶۲ متر بخشی از سطح در اثر تست سایش از بین رفته با اینحال سختی نمونه به گونه‌ای است که ترک و حفرات در آن مشاهده نمی‌شود.



SEM MAG: 14x Det SE
SEM HV: 15.00 kV WD: 17.0000 mm
Date (mm/dd): 01/08/18 Vac: HiVac
VEGA\\TESCAN
RMRC

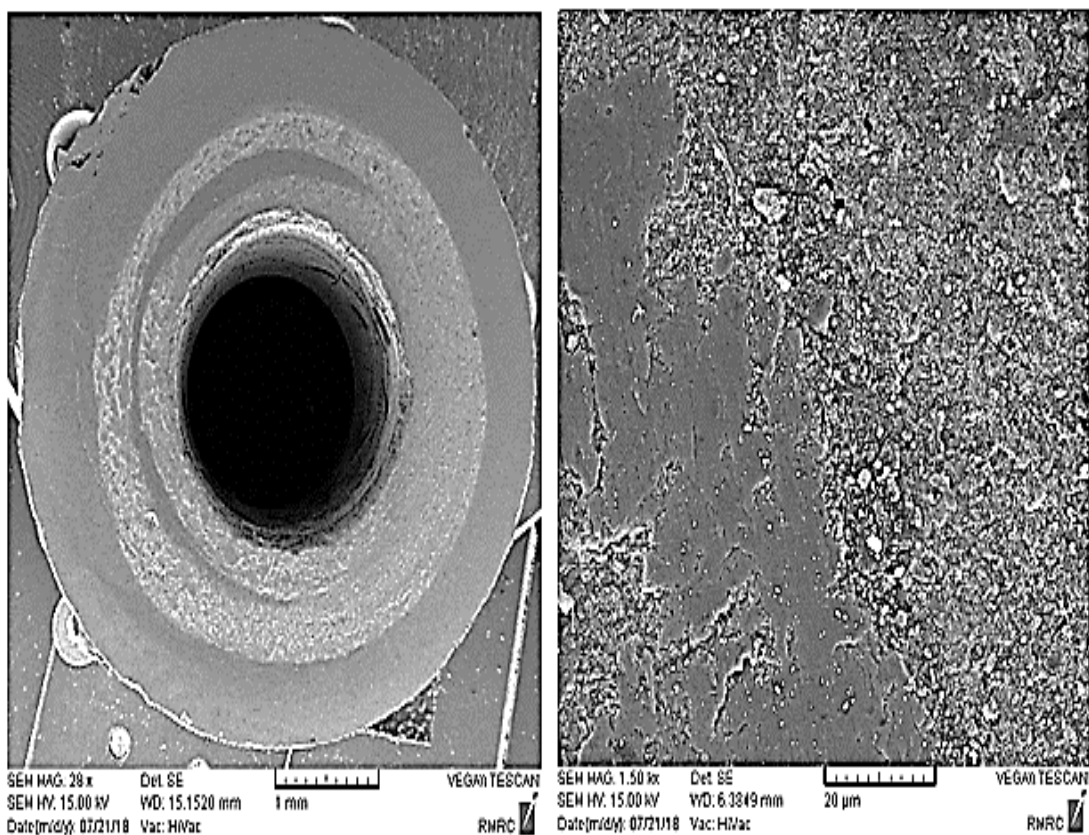


SEM MAG: 1.00 kx Det SE
SEM HV: 15.00 kV WD: 6.8635 mm
Date (mm/dd): 01/08/18 Vac: HiVac
VEGA\\TESCAN
RMRC



SEM MAG: 5.00 kx Det SE
SEM HV: 15.11 kV WD: 6.9601 mm
Date (mm/dd): 01/08/18 Vac: HiVac
VEGA\\TESCAN
RMRC

(الف)



(ب)

شکل ۳-۱۱ تصویر SEM الف) قبل از سایش و ب) بعد از سایش

فصل ۴ نتیجه‌گیری

۱-۴- خلاصه نتایج

نتایج حاصل از این پژوهش در این بخش ارائه خواهند شد:

۱- در این پژوهش از روش سل ژل استفاده شد تا بتوان چسبندگی مناسبی از کاربرد سیلیسیم بر روی زیرلایه آلومینا بدست آورد. نتایج تست چسبندگی شان از این دارد که چسبندگی عالی برای کدهای مختلف بدست آمده است. در نمونه کد 4SIM1، یک بار پوشش PCS + چهار بار تزریق با نیترات آلومینیوم + یک بار پوشش pcs + پخت در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد، میزان سختی بیشترین حد خود را داشت، ۱۸/۵ گیگاپاسکال، و بیشترین میزان نیز بر آن اعمال شد. از این رو می توان نتیجه گرفت که چسبندگی پوشش در این نمونه از میزان بالایی برخوردار است.

۲- به علت حضور نانو آلومینا در این پوشش، علاوه بر افزایش چسبندگی، مشاهده می کنیم که میزان سایش فیلم SiC نیز به میزان قابل قبولی کاهش داشته است و سختی کاهش یافته است.

۳- بررسی آزمون جرقه نشان می دهد که در کدهای مختلف هیچگونه کاهش وزنی مشاهده نشده است.

۴- سختی بدست آمده پوششها در این پژوهش در مقایسه با موارد گزارش شده در منابع از میزان بالاتری برخوردار هستند.

۲-۴- پیشنهادات

پیشنهاد می شود به جای پر کننده نیترات آلومینا از کاربرد سیلیسیم استفاده گردد. زیرا ک سیلیسیم مطابقت مناسبی با پوشش دارد.

به منظور بدست آوردن خواص بهتر و نیز ریزدانه شدن بیشتر و یکنواخت تر شدن پوشش، پیشنهاد می‌شود نمونه به جای ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد در ۱۵۰۰ درجه سانتیگراد پخت شود.

منبعها

- [1] P. Colombo, T. E. Paulson, and C. G. Pantano, "Synthesis of Silicon Carbide Thin Films with Polycarbosilane (PCS)," *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 40, no. 9, pp. 2333–2340, 2005.
- [2] B. R., "CHEMICAL VAPOUR DEPOSITION OF SILICON CARBIDE AND ITS APPLICATIONS," *Metall. Prot. COATINGS*, 1985.
- [3] I. Golecki, F. Reidinger, and J. Marti, "Single-crystalline, epitaxial cubic SiC films grown on (100) Si at 750°C by chemical vapor deposition," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 60, no. 14, pp. 1703–1705, 1992.
- [4] A. H. Rashed, "Properties and Characteristics of Silicon Carbide," 2002.
- [5] "www.monographs.iarc.fr/wp-content." .
- [6] T. Shirai, H. Watanabe, M. Fuji, and M. Takahashi, "Structural Properties and Surface Characteristics on Aluminum Oxide Powders," *Annu. Rep. Adv. Ceram. Res. Cent. Nagoya Inst. Technol.*, vol. 9, pp. 23–31, 2009.
- [7] "www.princeton.edu/~maelabs/mae324/glos324/al2o3.htm." .
- [8] M. MUNRO, "Evaluated Material Properties for a Sintered alpha-Alumina," *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 80, no. 8, pp. 1919–1928, 2005.
- [9] pertii Auerkari, "Mechanical and physical properties of engineering alumina ceramics," .
- [10] P. T. B. Shaffer, "A review of the structure of silicon carbide," *Acta Crystallogr. Sect. B Struct. Crystallogr. Cryst. Chem.*, vol. 25, no. 3, pp. 477–488, 1969.
- [11] R. A. Andrievski, "Synthesis, Structure and Properties of Nanosized Silicon Carbide," *Rev. Adv. Mater. Sci.*, vol. 22, pp. 1–20, 2009.
- [12] J. Roy, S. Chandra, S. Das, and S. Maitra, "Oxidation behaviour of silicon carbide - A review," *Rev. Adv. Mater. Sci.*, vol. 38, no. 1, pp. 29–39, 2014.
- [13] F. Lezhenin and G. Gnesin, "Thermal conductivity of silicon carbide at high temperatures," *Powder Metall. Met. Ceram.*, vol. 6, no. 2, pp. 114–116, 1967.
- [14] D. K. Palchaev, Z. K. Murlieva, and K. S. Palchaeva, "Thermal expansion of silicon carbide materials," *J. Eng. Phys. Thermophys.*, vol. 66, no. 6, pp. 660–662, 1994.
- [15] Z. Károly, C. Bartha, I. Mohai, C. Balázsi, I. E. Sajdó, and J. Szépvölgyi, "Deposition of silicon carbide and nitride-based coatings by atmospheric plasma spraying," *Int. J. Appl. Ceram. Technol.*, vol. 10, no. 1, pp. 72–78, 2013.
- [16] J. A. Powell, J. B. Petit, and L. G. Matus, "Advances in Silicon Carbide Chemical

Vapor Deposition (CVD) for Semiconductor Device Fabrication,” *NASA Tech. Memo. 104410*, no. Cvd, p. 9, 1991.

- [17] a. Mahmood, S. Muhl, L. Sansores Enrique, and E. Andrade, “Preparation of reactive magnetron sputtered SiC films by RF-RMS technique .,” *Superf. y Vacío*, vol. 9, pp. 52–55, 1999.
- [18] V. Raman, O. P. Bahl, and U. Dhawan, “Synthesis of silicon carbide through the sol-gel process from different precursors,” *J. Mater. Sci.*, vol. 30, no. 10, pp. 2686–2693, 1995.
- [19] E. Ko, “Sol-Gel Process.,” *Prep. Solid Catal.*, pp. 85–98, 2008.
- [20] N. Sahu, B. Parija, and S. Panigrahi, “Fundamental understanding and modeling of spin coating process : A review,” *Indian J. Phys*, vol. 83, no. 4, pp. 493–502, 2009.
- [21] J. Puetz and M. A. Aegerter, “Dip Coating Technique,” *Sol-Gel Technol. Glas. Prod. Users*, pp. 37–48, 2004.
- [22] M. F. Mohd Yusoff, M. R. Abdul Kadir, N. Iqbal, M. A. Hassan, and R. Hussain, “Dipcoating of poly (ϵ -caprolactone)/hydroxyapatite composite coating on Ti6Al4V for enhanced corrosion protection,” *Surf. Coatings Technol.*, vol. 245, pp. 102–107, 2014.
- [23] *Silicon-Containing Dendritic Polymers*, vol. 2. 2009.
- [24] G. Mera, M. Gallei, S. Bernard, and E. Ionescu, “Ceramic Nanocomposites from Tailor-Made Pre ceramic Polymers,” *Nanomaterials*, vol. 5, no. 2, pp. 468–540, 2015.
- [25] X. Cheng, Z. Xie, Y. Song, J. Xiao, and Y. Wang, “Structure and properties of polycarbosilane synthesized from polydimethylsilane under high pressure,” *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 99, no. 3, pp. 1188–1194, 2006.
- [26] L. V. Interrante, C. W. Whitmarsh, W. Sherwood, H.-J. We, R. S. Lewis, and G. Maciel, “High yield polycarbosilane precursors to stoichiometric SiC. Synthesis, pyrolysis and application,” *Mater. Res. Soc. Symp. - Proc.*, vol. 346, pp. 593–603, 1994.
- [27] “www.data.epo.org/publication-server/rest/v1.0/publication-dates/19820519/patents/EP0051855NWA1/document.html.” .
- [28] H. Q. Ly, R. Taylor, R. J. Day, and F. Heatley, “Conversion of polycarbosilane (PCS) to SiC-based ceramic Part 1 . Characterisation of PCS and curing products,” vol. 6, pp. 4037–4043, 2001.
- [29] K. Kita, N. Kondo, K. Sekine, and H. Kita, “Silicon carbide coating of the aluminum joined boron carbide by using polycarbosilane,” *Mater. Lett.*, vol. 112, pp. 8–11, 2013.

- [30] K. Kita, N. Kondo, Y. Izutsu, and H. Kita, "Investigation of the properties of SiC membrane on alumina by using polycarbosilane," *Mater. Lett.*, vol. 75, pp. 134–136, 2012.
- [31] G. Tren and A. Dub, "Al₂O₃-SiC Nanocomposites by Infiltration of Alumina Matrix with a Liquid Polycarbosilane," no. January 2005, 2016.
- [32] R. Yao, Z. Feng, Y. Yu, S. Li, L. Chen, and Y. Zhang, "Synthesis and characterization of continuous freestanding silicon carbide films with polycarbosilane (PCS)," vol. 29, pp. 2079–2085, 2009.
- [33] X. He and H. Yang, "Preparation of SiC fiber-reinforced SiC composites," vol. 159, pp. 135–138, 2005.
- [34] P. Colombo and P. Villoresi, "Silicon Carbide Films by Laser Pyrolysis of Polycarbosilane," vol. 26, pp. 224–226, 2001.
- [35] K. G. Warrier, "Processing and Properties of Sol – Gel-Derived Alumina / Silicon," vol. 1030, pp. 1024–1030, 2004.
- [36] E. Roghanian and M. Alipour, "Ar c hi ve of Ar c of," vol. 024, no. February, pp. 6–12, 2014.
- [37] A. Jankowiak and P. Blanchart, "Electrical behaviour of ceramic composite materials for aero-engine igniters," vol. 10, pp. 207–216, 2006.
- [38] Simone Wapler, Neuilly/ Seine; Patrick Balland, Rueil Malmaison, both of France, "Semi-Conducti'ive Ceramic Composition and Its Use in The Manufacture Of Spark Plugs," U.S. Patent 499137/1989.
- [39] Francis H. Dunn, Oakland Township, Oakland County, Mich, "Elecirically Semi-Conducting Ceramic Body," U.S. Patent 420829/1978.
- [40] M. Parchoviansk'y, J. Balkob, P. Svan'cáreka, J. Sedlá'cekc, J. Dusza, F. Lofajb, D. Galuseka, "Mechanical properties and sliding wear behaviour of Al₂O₃-SiCnanocomposites with 3–20 vol% SiC," *Journal of the European Ceramic Society*. 2017
- [41] Kassim S. Al-Rubaie, He'lio Goldenstein, Jose' Daniel Biasoli de Mello, "Three-body abrasion of Al–SiC composites," *Wear* 225–229, 1999. 163–173.
- [42] I. S. Seog, C. H. Kim, "Preparation of Monodispersed Spherical Silicon Carbide by the Sol-gel Method" *Journal of Materials Science*, Vol. 28.PP. 3277-3282, 1993
- [43] Anthony C. Fischer-Cripps, "Mechanical Engineering Series, Nanoindentation," Springer Science+Business Media, LLC, ISBN 978-1-4419-1962-5,

2004.

- [44] M. A. El Khakani, M. Chaker, A. Jean, S. Boily, and J. C. Kieffer, "Hardness and Young's modulus of amorphous α -SiC thin films determined by nanoindentation and bulge tests," Nano Instruments, Inc., P.O. Box 14211, Knoxville, Tennessee 37914, 1993.
- [45] Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus, Editorial corrections were made throughout in May 2000.
- [46] <https://fa.wikipedia.org/wiki>

Abstract

Silicon carbide coatings have attracted much attention in recent years due to unique properties including high hardness and young's modulus high corrosion resistance and proper electrical properties. One of the simplest method to prepare SiC coating is sol-gel method. In this research three different kinds of sol-gel processing method was used to prepare SiC coating on alumina substrate including sol-gel, composite sol-gel and impregnation sol-gel. Polycarbosilane was used as a starting material for preparation of sic thin layers. The mechanical properties coating was studied by nanoindentation method. The electrical conductivity was measured and the spark characteristics of coating was also evaluated. The microstructure and phase were studied by scanning electron microscopy (SEM) and X-ray diffraction (XRD) respectively. The maximum hardness was 18.5 GPa. It was found that the presence of Al_2O_3 in coating has improved adhesion of coating to substrate. All samples showed good spark and mechanical wear resistance. It was also found that the optimum temperature for sic coating was 1200°C.

Keywords: Silicon carbide coating, Alumina, Sol-Gel, Polycarbosilane



Shahrood University of
Technology

Faculty of Chemical and Materials Engineering

M.Sc. Thesis in Ceramic Engineering

Study of sol-gel derived SiC coating on alumina substrate

By : Majid Yusefi

Supervisors:

Dr Mojtaba Ghatee

Dr Mashaallah Reza Kazemi

September 2018