

## ایجاد پوشش روانکار جامد دی سولفید مولیبدن روی فولاد با استفاده از روش

### رسوب بخار شیمیایی

مهدی اکبرزاده مقدم، مرتضی زندرحیمی

دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه شهید باهنر کرمان

### احسان مرادپور تاری

دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه تهران

(دریافت مقاله: ۱۷/۰۸/۹۵ - پذیرش مقاله: ۲۵/۰۵/۹۶)

#### چکیده

دی سولفید مولیبدن ( $\text{MoS}_2$ ) یکی از پرکاربردترین روانکارهای جامد است که به روش‌های مختلف، روی سطوح تحت سایش اعمال می‌شود. در این پژوهش با استفاده از روش رسوب بخار شیمیایی (CVD) پوشش  $\text{MoS}_2$  در دماهای ۴۰۰، ۵۰۰، ۶۰۰ و ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد، روی زمینه فولادی اعمال شد. پوشش با استفاده از EDX، XRD، FTIR، سختی سنج و زبری سنج، مشخصه‌یابی شد. نتایج نشان داد که با تبخیر همزمان پودر گوگرد و تری اکسید مولیبدن ( $\text{MoO}_3$ )، در محفظه CVD، پوششی پیوسته و یکنواخت با ترکیبی از  $\text{MoS}_2$  و دی‌اکسید مولیبدن ( $\text{MoO}_2$ ) ایجاد می‌شود. افزایش دمای زیرلایه باعث افزایش ضخامت پوشش و افزایش نسبت فاز  $\text{MoS}_2$  به  $\text{MoO}_2$  می‌گردد. اندازه دانه پوشش‌های ایجاد شده در شرایط مختلف رسوب‌دهی ۱۲۰-۵۰ نانومتر و ضخامت و سختی پوشش به ترتیب ۳۰-۱۷ میکرومتر و ۴۸۰-۲۶۰ ویکرز بود. واژه‌های کلیدی: رسوب بخار شیمیایی، پوشش روانکار جامد، دی سولفید مولیبدن، ضخامت، میکروسختی.

## Synthesis of Molybdenum Disulfide Solid Lubricant Coating on Steel Using Chemical Vapor Deposition Method

Mehdi Akbarzadeh, Morteza Zandrahimi

Department of Material Engineering, Sahid bahnar University of Kerman

Ehsan Moradpour

Department of Material Engineering, University of Tehran

(Received 7 November 2016, accepted 16 August 2017)

#### Abstract

Molybdenum disulfide ( $\text{MoS}_2$ ) is one of the most widely used solid lubricants applied in different ways on the surfaces under friction. In this work, AISI 316 austenitic stainless steel was coated with  $\text{MoS}_2$  using chemical vapor deposition (CVD) at four different temperatures (400, 500, 600 and 700°C). Coatings properties were investigated using SEM, EDX, XRD and FTIR, Hardness Tester and Roughness tester. The results showed that with simultaneous evaporation of sulfur and molybdenum trioxide ( $\text{MoO}_3$ ) in the CVD chamber, a uniform coating layer containing  $\text{MoS}_2$  and  $\text{MoO}_2$  phases is formed. Increase in the substrate temperature resulted in the rise in the proportion of  $\text{MoS}_2$  to  $\text{MoO}_2$  phases as well as the thickness of coating. The thickness, grain size and the hardness of the coating were 17-29  $\mu\text{m}$ , 50-120 nm and 260-480 HV respectively.

**Keywords:** chemical vapor deposition, solid lubricant coating, molybdenum disulfide, thickness, microhardness.

**E-mail of Corresponding author:** akbarzadeh@ing.uk.ac.ir.

## مقدمه

پوشش‌های روانکار جامد یکی از رایج‌ترین پوشش‌هایی هستند که امروزه در کاربردهای مختلف صنعتی به‌عنوان پوشش ابزار برشی و قالب‌های شکل‌دهی و ریخته‌گری مورد استفاده زیادی قرار گرفته‌اند. تاکنون تحقیقات زیادی به‌منظور بهبود خواص، کاربری و نحوه اعمال آن‌ها صورت گرفته است. پوشش‌های دارای ساختار لایه‌ای یکی از مهم‌ترین پوشش‌های روانکار جامد بوده که به علت وجود پیوند ضعیف میان لایه‌ها، با اعمال تنش برشی اندک، صفحه‌های آن‌ها به‌آسانی روی هم لغزیده که این موضوع عامل اصلی روانکاری و مهم‌ترین دلیل پایین بودن ضریب اصطکاک این پوشش‌ها است [۱].  $\text{MoS}_2$  یکی از رایج‌ترین و بهترین پوشش‌های روانکار جامد بوده که دارای ساختاری لایه‌ای و تنش برشی معادل  $25\text{MPa}$  است. گزارش شده است که اعمال آن بر روی سطح فولاد ابزار باعث کاهش ضریب اصطکاک از  $0/9$  به  $0/1$  در بارهای اعمال‌شده کم ( $2\text{ N} - 0/1$ ) می‌شود [۲]. در بین روش‌های اعمال پوشش  $\text{MoS}_2$ ، روش رسوب فیزیکی بخار (PVD) مهم‌ترین روشی است که امروزه مورد استفاده زیادی قرار گرفته است. اما استفاده از این روش نیازمند تجهیزات و ابزارآلات گران‌قیمت و ویژه است. همچنین اعمال پوشش‌هایی با ضخامت کمتر از  $5$  میکرون از محدودیت‌های جدی این روش پوشش‌دهی است. علاوه بر این، اعمال این نوع پوشش‌ها توسط روش PVD به علت چسبندگی اندک پوشش به زیرلایه نیازمند استفاده از پوشش‌های میانی از جمله  $\text{TiN}$ ،  $\text{TiAlN}$  است [۳]. روش رسوب‌گذاری شیمیایی بخار (CVD) یکی دیگر از روش‌های نسبتاً رایج و گسترده در عرصه پوشش‌دهی بشمار می‌رود. این روش نسبت به روش PVD دارای مزایایی از جمله چسبندگی بالاتر و امکان پوشش‌دهی یکنواخت قطعات پیچیده است که این امر باعث توجه بیشتر مهندسان سطح، به این روش شده است [۴]. اصول فرآیند CVD تا حدی شبیه فرآیند PVD است، با این

تفاوت که در اینجا فاز گازی که قرار است درون محفظه، چگالش یافته و به پودر تبدیل شود، از طریق واکنش با مواد و به‌ویژه گازهای موجود در اتمسفر سیستم و به طریق شیمیایی ایجاد می‌شود. برخلاف روش PVD که اتم‌ها به‌صورت مستقیم روی سطح رسوب می‌کنند، در روش CVD اتم‌ها به‌طور یکنواخت و در تمام زوایا و قسمت‌های مختلف زیرلایه، به‌طور یکسان می‌نشینند. با وجود خواص منحصر به فرد پوشش‌های حاصل از CVD و استفاده گسترده و روزافزون این روش، تاکنون تحقیقی جامع و کاملی با هدف ایجاد پوشش‌های ضخیم  $\text{MoS}_2$  دارای قابلیت کاربری به‌عنوان پوشش روانکار انجام نشده است. تحقیقاتی که تاکنون در این زمینه صورت گرفته است؛ عموماً با رویکرد کاربری آن به‌عنوان لایه‌نازک (ضخامت کمتر از  $500$  نانومتر) در صنایع اپتوالکترونیکی و سلول‌های خورشیدی انجام شده است. با توجه به دیرگدازی مولیبدن و عدم امکان تبخیر مستقیم  $\text{MoS}_2$  (به دلیل تجزیه ترکیب قبل از تبخیر آن) تاکنون تحقیقات زیادی با هدف تعیین مواد واکنش‌دهنده مناسب برای ایجاد پوشش  $\text{MoS}_2$  به روش CVD صورت گرفته است. در جدول ۱ تعدادی از مهم‌ترین تحقیقات انجام شده در این زمینه ارایه شده است.

در این پژوهش پوشش‌های  $\text{MoS}_2$  توسط روش CVD با استفاده از دو پیش ماده S و  $\text{MoO}_3$  در دماهای مختلف رسوب‌دهی، روی سطح فولاد اعمال گردید و سپس خواص پوشش‌ها مورد بررسی و ارزیابی قرار گرفت.

## روند عملی

از فولاد زنگ نزن AISI316 با ترکیب شیمیایی  $14\%$  نیکل،  $17\%$  کروم،  $2\%$  منگنز،  $17\%$  سیلیسیم،  $0/08\%$  کربن و  $50\%$  آهن استفاده شد. برای ایجاد پوشش قطعاتی به ابعاد  $10\text{mm} \times 10\text{mm} \times 2\text{mm}$  از این فولاد تهیه شد. در مرحله بعد نمونه‌ها با کاغذ سنباده SiC تا شماره  $1200$  پولیش و با دستگاه آلتراسونیک در محلول

ابتکار پایدار) با قابلیت برنامه‌ریزی و دارای محفظه‌ای از جنس کوارتز به طول ۱ متر و قطر ۲۰ سانتی‌متر بود.

استون و متانول چربی‌گیری شدند و پس از شست‌وشو با آب مقطر در هوای داغ، خشک گردیدند.

کوره حرارتی مورد استفاده در این پژوهش، یک کوره الکتریکی (مدل 3Z-M.T.D.I.900، ساخت شرکت نانو

جدول ۱. تعدادی از مهم‌ترین تحقیقات انجام شده برای ایجاد رسوب  $\text{MoS}_2$  به روش CVD با استفاده از پیش‌ماده‌های گوناگون.

محقق	سال	پیش ماده	شرایط رسوب (فشار، دما)	زیرلایه	ضخامت
Tan و همکاران [۵]	۲۰۱۴	$\text{H}_2\text{S}$ و $\text{MoCl}_5$	اتمسفر، $300^\circ\text{C}$	یاقوت کبود	۹-۱/۵ nm
Imanishi و همکاران [۶]	۱۹۹۲	$\text{H}_2$ و $\text{H}_2\text{S}$ , $\text{MoCl}_5$	۱، ۲-۱۰ Torr، $500^\circ\text{C}$	فولاد زنگ نزن	$<1 \mu\text{m}$
Kim و همکاران [۷]	۲۰۱۶	$\text{H}_2\text{S}$ , $\text{MoO}_3$	اتمسفر، $500^\circ\text{C}$	سیلیکون	$<1 \text{nm}$
Li و همکاران [۸]	۲۰۱۴	$\text{MoO}_3$ , S	اتمسفر، $650^\circ\text{C}$	سیلیکون	$<1 \text{nm}$
Perkgöz و همکاران [۹]	۲۰۱۷	$\text{MoO}_3$ , S	اتمسفر، $700^\circ\text{C}$	سیلیکون	$<1 \text{nm}$

برای بررسی‌های فازی، ساختاری و پیوندی استفاده شد. از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و آنالیز تفکیک انرژی (EDX) جهت مطالعه مورفولوژی و ترکیب پوشش استفاده گردید. به منظور تعیین زبری سطوح زیرلایه و پوشش‌ها از دستگاه زبری سنج مدل Wiliam Haspon استفاده شد. ریزسختی سنجی ویکرز از سطح نمونه‌ها توسط میکروهاردنس shimadzu تحت بار ۵۰ گرم انجام گرفت.

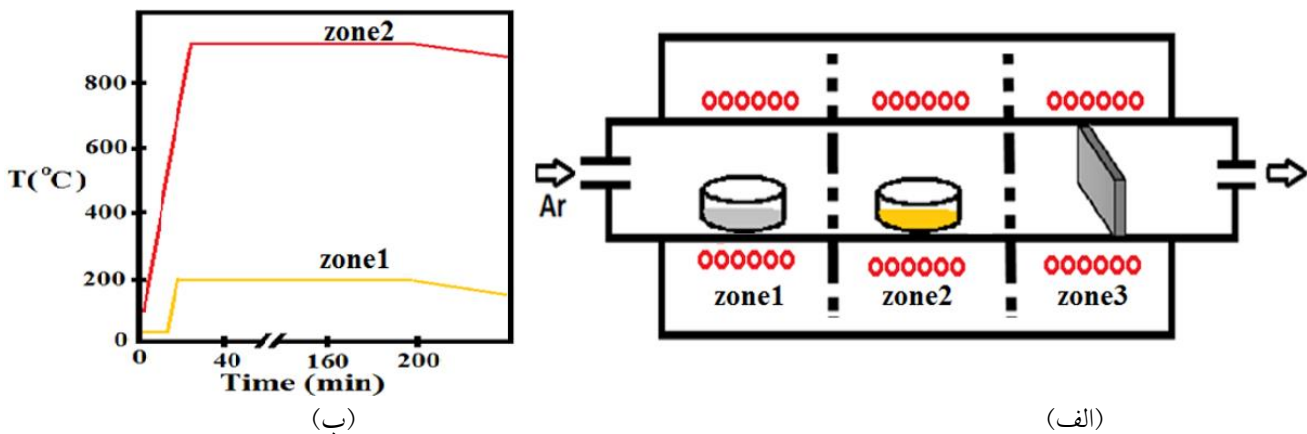
### نتایج و بحث

شکل ۳، تصویر SEM از سطح پوشش در دمای  $400^\circ\text{C}$  را نشان می‌دهد. همان‌طور که مشاهده می‌شود پوشش ایجادشده منسجم، یکنواخت، پیوسته و عاری از تخلخل است. برخلاف پوشش‌های رایج CVD، سطح دارای مورفولوژی مشخصی نیست. زبری پوشش،  $0.7$  میکرومتر است؛ که در مقایسه با دیگر پوشش‌های CVD، دارای زبری بالاتریست که علت آن، زمان زیاد فرآیند رسوب‌دهی به‌منظور دست‌یابی به پوششی با ضخامت بالا توسط این روش است.

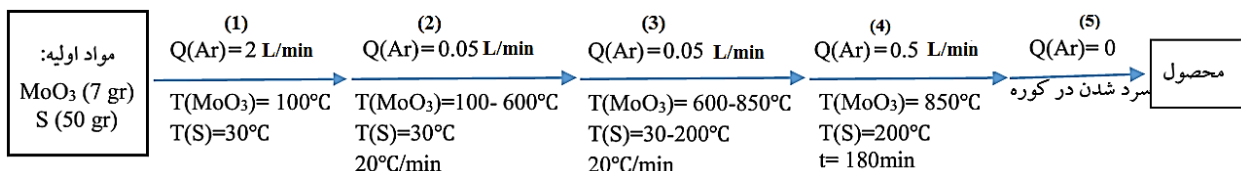
در شکل ۱-الف شمایی از دستگاه پوشش‌دهی CVD آورده شده است. این کوره دارای سه منطقه حرارتی بوده که هر منطقه دارای یک کنترلر دمای جداگانه است و امکان ورود سه نوع گاز مختلف به‌طور همزمان به داخل راکتور با نرخ ورودی کنترل‌شده را دارد. امکان افزایش دما تا  $900^\circ\text{C}$  در حین لایه نشانی توسط این دستگاه وجود دارد. جهت ایجاد پوشش  $\text{MoS}_2$  بوته‌های سرامیکی حاوی پودرهای گوگرد (خلوص ۹۹٪) و اکسید مولیبدن (خلوص ۹۷٪) به نسبت ۷ به ۱ (مطابق تحقیق Bin و همکاران [۱۰]) و زیرلایه فولادی، هرکدام به‌طور جداگانه به ترتیب در مناطق حرارتی اول، دوم و سوم، درون کوره قرار گرفتند.

پوشش‌دهی مطابق روندنمای ارایه شده در شکل ۲ طی ۵ مرحله در دماهای مختلف زیرلایه (۴۰۰، ۵۰۰، ۶۰۰ و ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد) صورت گرفت.

پس از ایجاد پوشش  $\text{MoS}_2$ ، از آنالیز پراش پرتوایکس (XRD) و طیف‌سنجی مادون‌قرمز تبدیل فوریه (FTIR)



شکل ۱. (الف) نمایی از قرار گرفتن مواد اولیه و زیرلایه در محفظه پوشش دهی CVD (ب) تغییرات دمایی منطقه اول و دوم کوره.

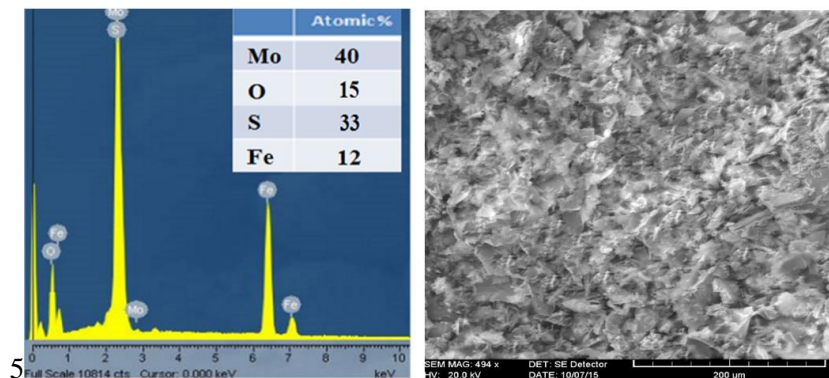


شکل ۲. روندنمای تغییرات دبی ورودی گاز آرگون و تغییرات دمایی منطقه اول و دوم کوره CVD در طی مراحل مختلف پوشش دهی Mo.

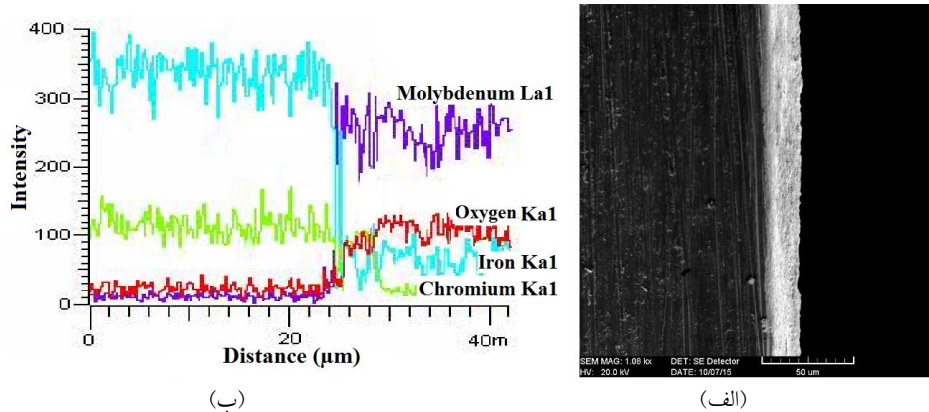
یافته است. این افزایش نه چندان زیاد ضخامت را می توان به فراهم بودن شرایط لازم برای ایجاد پوشش MoS<sub>2</sub> و نیز سرعت لایه نشانی بالاتر، در دمای بالا نسبت داد. پس از انتقال همرفت واکنش گرهای گازی MoO<sub>3</sub> و S به سمت زیرلایه، ایجاد پوشش مستلزم عبور این مواد از لایه غلظتی نازکی است که در نزدیک سطح زیر لایه تشکیل شده است. با توجه به اینکه با افزایش دمای زیرلایه، تحرک و انرژی اتم ها و نفوذ از لایه غلظتی به علت تأمین انرژی فعال سازی (با توجه به قانون فیک) افزایش می یابد، بنابراین نرخ عبور مواد واکنش گر از این لایه غلظتی و ضخامت پوشش افزایش می یابد [۱۱].

در شکل ۴ تصویر SEM از سطح مقطع پوشش ایجاد شده در دمای ۴۰۰°C و آنالیز خطی EDX آن ناحیه آورده شده است. همان طور که در تصاویر مشاهده می شود ضخامت پوشش ایجاد شده ۷µm، یکنواخت بوده و هیچ گونه جدایش، ناپیوستگی و تخلخلی بین زیرلایه و پوشش دیده نمی شود.

مقادیر ضخامت پوشش در دماهای مختلف زیرلایه در شکل ۵ آورده شده است. همان طور که مشاهده می شود دمای زیرلایه در محدوده ۴۰۰-۶۰۰°C تأثیر چندانی بر ضخامت پوشش، ندارد؛ بنحوی که با افزایش دما از ۴۰۰ به ۶۰۰ درجه سانتیگراد ضخامت آن تنها ۳ میکرون افزایش

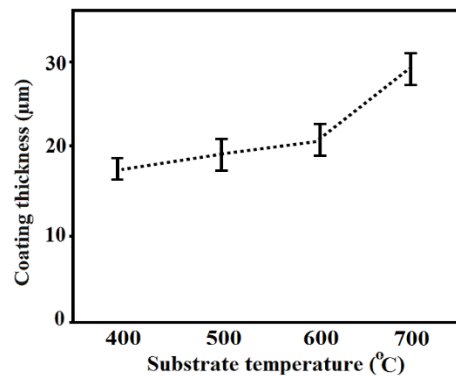


شکل ۳. (الف) تصویر SEM و (ب) آنالیز EDS از سطح پوشش ایجاد شده در دمای ۴۰۰°C.



شکل ۴. (الف) تصویر SEM و (ب) آنالیز EDS از سطح مقطع عرضی پوشش.

نداده و مقداری از آن نیز به هنگام جذب و رسوب واکنش گرما بر روی سطح، ایجاد می‌شود. با توجه به گرماگیر بودن واکنش  $\text{MoO}_3$  و  $\text{S}$  با افزایش دمای زیرلایه، میزان  $\text{MoS}_2$  در پوشش افزایش یافته و نسبت میزان گوگرد به اکسیژن نیز در پوشش افزایش می‌یابد. علت انتخاب دماهای بالاتر از ۴۰۰°C، جلوگیری از رسوب بخار گوگرد اضافی و واکنش نیافته در محفظه واکنش، به‌واسطه قرار گرفتن آن در دمایی بالاتر از نقطه‌جوش گوگرد، است.



شکل ۵. تأثیر دمای رسوب‌دهی بر ضخامت پوشش.

در جدول ۲ نتایج آنالیز EDX پوشش‌های ایجاد شده در دماهای مختلف زیرلایه، آورده شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود با افزایش دمای زیرلایه، نسبت میزان گوگرد به اکسیژن در پوشش افزایش می‌یابد. این موضوع نشان می‌دهد که تشکیل  $\text{MoS}_2$  تنها در فاز گازی روی

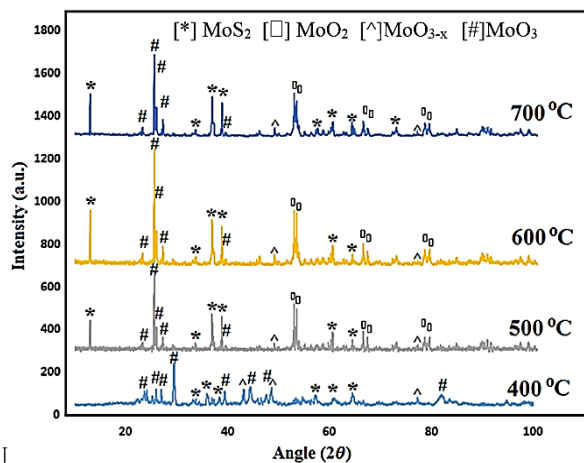
جدول ۲. آنالیز پوشش‌ها در دماهای مختلف زیرلایه.

نسبت اکسیژن به گوگرد	آهن	مولیبدن	گوگرد	اکسیژن	دمای زیرلایه
۲/۲	۱۲	۴۰	۳۳	۱۵	۴۰۰°C
۳/۲۵	۱۱	۳۸	۳۹	۱۲	۵۰۰°C
۳/۷	۱۲	۴۱	۳۷	۱۰	۶۰۰°C
۴/۲	۱۰	۳۸	۴۲	۱۰	۷۰۰°C

تماس بخار  $\text{MoO}_3$  با گاز گوگرد در دماهای کمتر از دمای واکنش  $\text{MoO}_3$  و  $\text{S}$  ( $800^\circ\text{C}$ ) وجود دارد؛ بنابراین  $\text{MoO}_3$  نیز در پوشش‌های نهایی مشاهده می‌گردد [۱۲].

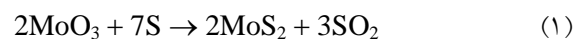
تماس بخار  $\text{MoO}_3$  و  $\text{S}$  در دماهای کمتر از دمای واکنش (در حین رسیدن دمای منطقه ۲ به  $900^\circ\text{C}$ ) و نیز عدم وجود زمان کافی برای انجام واکنش کامل و تبدیل آن به  $\text{MoS}_2$  از عوامل مؤثریست که در حضور فازهای  $\text{MoO}_3$  و  $\text{MoO}_2$  در کنار  $\text{MoS}_2$  نقش دارد.

بر اساس آنالیز ریتولد و با استفاده از الگوهای XRD مقادیر درصد وزنی سه فاز  $\text{MoS}_2$ ،  $\text{MoO}_3$  و  $\text{MoO}_2$  در پوشش‌ها محاسبه و در شکل ۷ ارایه شده است. مشاهده می‌شود با افزایش دمای رسوب‌دهی فاز  $\text{MoS}_2$  افزایش و فاز  $\text{MoO}_3$  کاهش می‌یابد؛ بنحوی که با افزایش دما از  $400^\circ\text{C}$  تا  $700^\circ\text{C}$  نسبت وزنی فاز  $\text{MoS}_2$  در پوشش از ۳۰ به ۸۰ درصد افزایش می‌یابد.



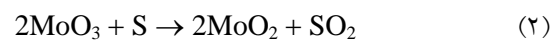
شکل ۶. الگوهای پراش اشعه ایکس پوشش در دماهای مختلف پوشش‌دهی.

در شکل ۶ الگوهای پراش اشعه ایکس پوشش‌های ایجادشده در دماهای مختلف لایه‌نشانی آورده شده است. همان‌طور که در این شکل مشاهده می‌شود با افزایش دمای زیرلایه، مقدار و شدت پیک‌های  $\text{MoS}_2$  افزایش می‌یابد.  $\text{S}$  و  $\text{MoO}_3$  در دمای  $500^\circ\text{C}$  واکنش داده و  $\text{MoS}_2$  ایجاد می‌شود:

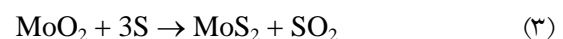


با توجه به اینکه بخار گوگرد در منطقه دمایی  $900^\circ\text{C}$  با بخار  $\text{MoO}_3$  تماس می‌یابد، انتظار می‌رود رسوب ایجادشده بر روی فولاد در منطقه سوم، تنها  $\text{MoS}_2$  باشد؛ اما همان‌طور که در شکل ۶ مشاهده می‌شود؛ علاوه بر فاز هگزاگونال  $\text{MoS}_2$  فازهای اورتورومبیک  $\text{MoO}_3$  و مونوکلینیک  $\text{MoO}_2$  نیز در پوشش حضور دارند.

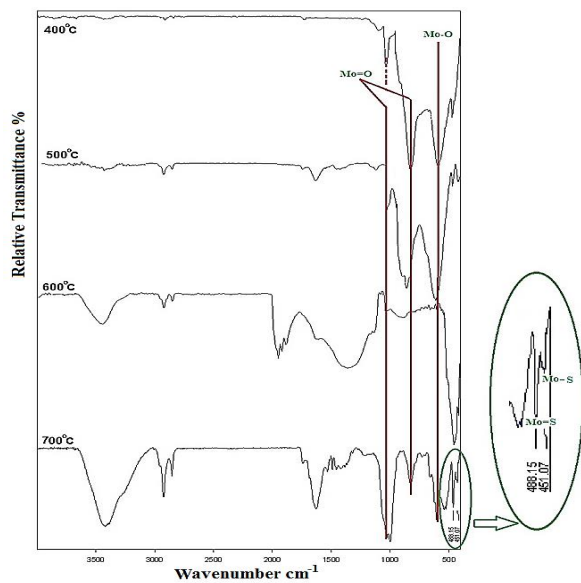
$\text{MoO}_2$  مطابق معادله ۲ در دمای  $775^\circ\text{C}$  از  $\text{MoO}_3$  تشکیل می‌شود.



سپس مطابق معادله ۳ با افزایش دما تا  $800^\circ\text{C}$ ،  $\text{MoO}_3$  به  $\text{MoS}_2$  تبدیل می‌شود.



فاز  $\text{MoO}_3$  موجود در پوشش نهایی، مربوط به ذره‌های بخار  $\text{MoO}_3$  بوده که فرصت لازم برای واکنش با بخار گوگرد در محفظه پوشش‌دهی برای آن فراهم نشده است. با توجه به اینکه دمای ذوب  $\text{MoO}_3$ ،  $780^\circ\text{C}$  است، دمای تامان (Tamman temperature) آن در  $400^\circ\text{C}$  است؛ بنابراین تبخیر آن در محدوده  $400^\circ\text{C}$  شروع شده و امکان



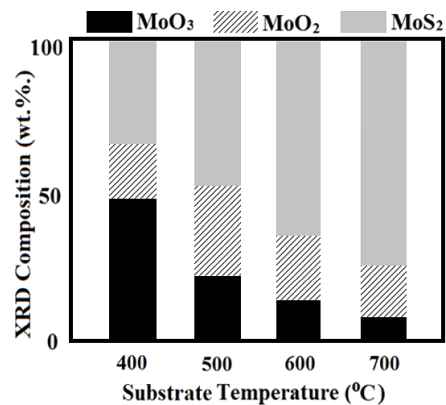
شکل ۵. منحنی‌های FTIR هر یک از پوشش‌ها در دماهای مختلف پوشش‌دهی.

اندازه دانه پوشش‌ها با استفاده از رابطه دبای شرر (رابطه ۴) محاسبه شده است.

$$\beta \cos \theta = \frac{K\lambda}{d} \quad (4)$$

در این رابطه  $\theta$  زاویه تفرق اشعه ایکس،  $\lambda$  طول موج اشعه ایکس برحسب نانومتر و  $K$  ثابت شرر (۰/۹۱) و  $d$  اندازه دانه برحسب نانومتر است. همچنین  $\beta$  پهن شونده پیک در نیمه ارتفاع برحسب رادیان است.

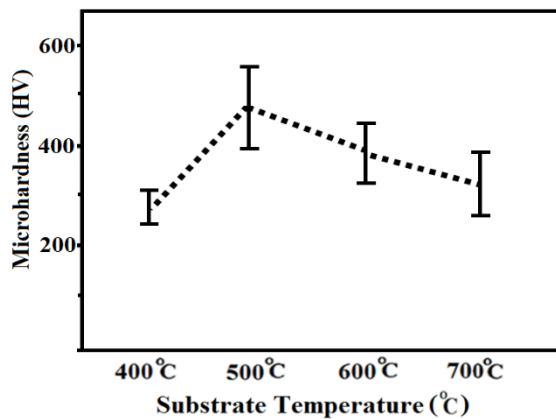
در فرآیند CVD با افزایش دمای زیرلایه انرژی و تحرک اتم‌ها روی سطح افزایش یافته و باعث افزایش سرعت رشد شده و بنابراین اندازه دانه بزرگ‌تر می‌شود. همچنین افزایش میانگین اندازه دانه نیز می‌تواند به این دلیل باشد که با افزایش دما، جوانه‌ها زودتر به تراکم بالایی رسیده بنحوی که با ادامه برخورد ذرات به سطح، جوانه جدیدی تشکیل نمی‌شود بلکه این ذرات به جوانه‌های قبلی اضافه شده و باعث رشد آن‌ها می‌گردد؛ اما همان‌طور که در نمودار شکل ۹ مشاهده می‌گردد با افزایش دمای زیرلایه از ۵۰۰ °C به ۶۰۰ °C، اندازه دانه کاهش می‌یابد. با وجود انتظار وجود چنین ارتباطی، کاهش اندازه دانه را می‌توان به‌واسطه افزایش شدت جوانه‌زنی به علت تأمین انرژی



شکل ۷. درصد وزنی سه فاز MoO<sub>3</sub>، MoS<sub>2</sub> بر اساس آنالیز ریتولد.

برای اینکه مدت‌زمان تماس بخار گوگرد و MoO<sub>3</sub> در منطقه دمایی ۹۰۰ °C قبل از رسوب بر روی زیرلایه در منطقه سوم، افزایش یابد، می‌بایست دبی ورودی گاز آرگون تا حد امکان کاهش یابد؛ اما کاهش دبی آرگون باعث کاهش بازده رسوب‌گذاری، به علت ضخیم شدن لایه غلظتی اطراف زیرلایه می‌شود. در این پژوهش، بر اساس آزمون‌های متعدد، دبی گاز آرگون، ۰/۵ L/min به‌عنوان دبی مناسب تعیین و پوشش‌ها در این شرایط بر روی فولاد اعمال گردید.

منحنی FTIR پوشش‌های ایجادشده در ۴۰۰، ۵۰۰، ۶۰۰ و ۷۰۰ درجه سانتیگراد در شکل ۸ ارائه شده است. وجود پیک‌هایی در محدوده انرژی ارتعاشی پیوندهای مولیبدن با گوگرد و نیز پیوندهای مولیبدن با اکسیژن مؤید فازهای تعیین‌شده در الگوی پراش اشعه ایکس نمونه است.



شکل ۷. تأثیر دمای زیرلایه بر سختی پوشش.

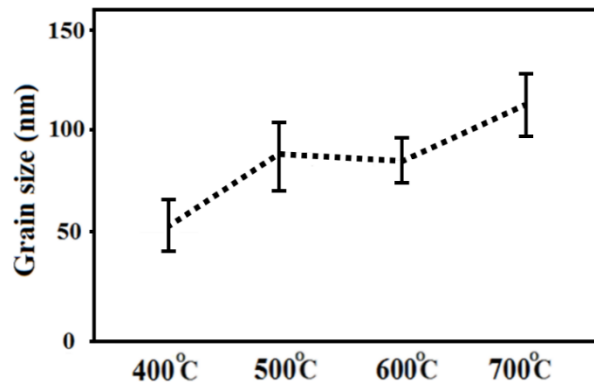
### نتیجه گیری

- ۱- پوشش روانکار  $\text{MoS}_2$  با استفاده از پیش ماده های S و  $\text{MoO}_3$  توسط روش رسوب بخار شیمیایی بر روی سطح فولاد اعمال شد.
- ۲- پوشش ایجادشده، حاوی فازهای  $\text{MoS}_2$ ،  $\text{MoO}_3$  و  $\text{MoO}_2$  بوده که با افزایش دمای زیرلایه میزان  $\text{MoS}_2$  در پوشش افزایش می یابد.
- ۳- اندازه دانه پوشش ۵۰-۱۲۰ nm بوده که با افزایش دمای زیرلایه، مقدار آن نیز افزایش می یابد.
- ۴- لایه ایجادشده بر روی سطح پیوسته و یکنواخت و ضخامت آن ۱۷-۳۰  $\mu\text{m}$  است.
- ۵- ریز سختی لایه ایجادشده وابسته به دمای زیرلایه بوده و مقدار آن HV ۴۸۰-۲۶۰ است.

### مراجع

1. T. Scharf and S. Prasad, *Solid lubricants: a review*, Journal of Materials Science, 48(2013)511-531.
2. I. Efeoglu, *Sputtering MoS<sub>2</sub>-based Coatings*, in Encyclopedia of Tribology, ed: Springer, 2013, pp. 3233-3252.
3. O. Smorygo, S. Voronin, P. Bertrand, and I. Smurov, *Fabrication of thick molybdenum disulphide coatings by thermal-diffusion synthesis*, Tribology Letters, 177(2004)23-726.
4. L. A. Dobrzański, D. Pakula, and M. Staszuk, *Chemical Vapor Deposition in Manufacturing*, in Handbook of

فعال سازی جوانه زنی و ایجاد شرایط ترمودینامیکی - سینتیکی مناسب و پایدارتر که با افزایش دمای زیرلایه در حین رسوب حاصل می شود، نسبت داد.



شکل ۶. تأثیر دمای زیرلایه بر اندازه دانه پوشش.

مقادیر سختی هر یک از پوشش ها در دماهای مختلف زیرلایه در شکل ۱۰ آورده شده است مقدار سختی پوشش با افزایش دمای منطقه رسوب دهی از ۴۰۰ به ۵۰۰ درجه سانتی گراد افزایش یافته و سپس مقدار آن کاهش می یابد. در محدوده دمای منطقه رسوب دهی  $400-700^\circ\text{C}$ ، با افزایش دما، فاز  $\text{MoO}_3$  تبدیل به فازهای  $\text{MoO}_2$  و  $\text{MoS}_2$  می گردد (شکل ۷). فاز  $\text{MoO}_2$  دارای ساختاری مونوکلینیک، پایدار، متراکم و فشرده بوده که داری سختی بالاتری نسبت به سایر ترکیبات اکسید مولیبدن است. در دمای  $500^\circ\text{C}$  بالاترین نسبت فاز  $\text{MoO}_2$  به دو فاز  $\text{MoO}_3$  و  $\text{MoS}_2$  در پوشش های رسوب یافته ایجاد می گردد؛ بنابراین سختی پوشش با افزایش دما از  $400^\circ\text{C}$  تا  $500^\circ\text{C}$  افزایش می یابد. در دماهای بالاتر از  $500^\circ\text{C}$ ، علاوه بر فاز  $\text{MoO}_3$  سایر فازهای اکسیدی مولیبدن از جمله  $\text{MoO}_2$  به  $\text{MoS}_2$  تبدیل می شوند؛ لذا فاز غالب در رسوب ایجاد شده در این محدوده دمایی  $\text{MoS}_2$  است (شکل ۷). با توجه به سختی کمتر  $\text{MoS}_2$  نسبت به ترکیبات اکسید مولیبدن با افزایش دمای رسوب دهی (بالاتر از  $500^\circ\text{C}$ )، مقدار سختی پوشش کاهش می یابد [۱۳-۱۵].



*lithium ion batteries: a review*, Science and Technology of Advanced Materials, (2016).

15. L. Wang, C.-Y. Bu, G.-H. Zhang, T. Jiang, and K.-C. Chou, *Preparation of MoO<sub>2</sub> by the solid state reaction between MoS<sub>2</sub> and MoO<sub>3</sub>*, JOM, 68(2016)1031-1036.

Manufacturing Engineering and Technology, ed: Springer,(2015)2755-2803.

5. L. K. Tan, B. Liu, J. H. Teng, S. Guo, H. Y. Low, and K. P. Loh, *Atomic layer deposition of a MoS<sub>2</sub> film*, Nanoscale, 6, (2014)10584-10588.

6. N. Imanishi, K. Kanamura, and Z. i. Takehara, *Synthesis of MoS<sub>2</sub> thin film by chemical vapor deposition method and discharge characteristics as a cathode of the lithium secondary battery*, Journal of the Electrochemical Society, 139(1992)2082-2087.

7. Y. Kim, H. Bark, G. H. Ryu, Z. Lee, and C. Lee, *Wafer-scale monolayer MoS<sub>2</sub> grown by chemical vapor deposition using a reaction of MoO<sub>3</sub> and H<sub>2</sub>S*, Journal of Physics: Condensed Matter, 28(2016) 184002.

8. H. Li, J. Wu, Z. Yin, and H. Zhang, *Preparation and applications of mechanically exfoliated single-layer and multilayer MoS<sub>2</sub> and WSe<sub>2</sub> nanosheets*, Accounts of chemical research, 47(2014) 1067-1075.

9. N. K. Perkgöz, *CVD growth and characterization of 2D transition metal dichalcogenides MoS<sub>2</sub> and WS<sub>2</sub>*,( 2017).

10. B. Gao and X. Zhang, *Synthesis of MoS<sub>2</sub> inorganic fullerene-like nanoparticles by a chemical vapour deposition method*, South African Journal of Chemistry, 67(2014)06-10.

11. J. H. Park and T. S. Sudarshan, *Chemical Vapor Deposition: A S M International*, (2001).

12. N. H. H. Phuc, T. Okuno, N. Hakiri, G. Kawamura, A. Matsuda, and H. Muto, *Synthesis of high-edge exposure MoS<sub>2</sub> nano flakes*, Journal of Nanoparticle Research, 16(2013)1-5.

13. P .W. Centers, *Molybdenum disulfide - molybdenum oxide lubricants*, ed: Google Patents, (1989).

14. Y. Zhao, Y. Zhang, Z. Yang, Y. Yan, and K. Sun, *Synthesis of MoS<sub>2</sub> and MoO<sub>2</sub> for their applications in H<sub>2</sub> generation and*