

## بررسی تأثیر مدت زمان رسوب دهی بر خواص لایه های نازک تیتانیم ایجاد شده

### با روش PVD

علی امیرعبداللهیان

دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه آزاد اسلامی واحد علوم و تحقیقات، تهران

عبداله افشار

دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی شریف، تهران

( دریافت : ۸۹/۱۲/۱۸ - پذیرش : ۹۰/۲/۲۸ )

#### چکیده

هدف از تحقیق حاضر بررسی تأثیر افزایش مدت زمان رسوب دهی و در نتیجه افزایش ضخامت بر خواص لایه های نازک تیتانیم ایجاد شده روی زیرلایه فولاد زنگ نزن 316L با استفاده از روش رسوب دهی فیزیکی بخار (PVD) است. به این منظور، عملیات رسوب دهی در مدت زمان های مختلف ۵، ۱۰، ۱۵ و ۲۰ دقیقه انجام شد تا لایه هایی با ضخامت های مختلف ایجاد شود. سپس ضخامت لایه های نازک تیتانیم با استفاده از دستگاه پروفیل سنج اندازه گیری و ترکیب شیمیایی آنها توسط روش توزیع انرژی پرتو X (EDX) تعیین شد. همچنین مورفولوژی لایه ها با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FESEM) و توپوگرافی آنها توسط میکروسکوپ نیروی اتمی (AFM) بررسی شد. ساختار لایه های نازک تیتانیم نیز با استفاده از روش پراش پرتو X (XRD) تعیین و استحکام چسبندگی آنها به زیرلایه توسط آزمون کیفی Heat & Quench بررسی شد. نتایج حاصل از این آزمون ها نشان داد که با افزایش مدت زمان رسوب دهی، ضخامت لایه های نازک تیتانیم از حداقل ۸۸ nm به حداکثر ۲۹۸ nm افزایش می یابد. همچنین اندازه دانه میانگین تیتانیم از حداقل ۱۲ nm به حداکثر ۶۵ nm افزایش یافته و ساختار متراکم تر و یکنواخت تر می شود. مقدار زبری میانگین سطح لایه های نازک تیتانیم نیز از حداقل ۲/۱۰۸ nm به حداکثر ۳/۷۶۷ nm افزایش می یابد. به علاوه لایه های نازک تیتانیم دارای جهت ترجیحی (۰۰۲) هستند و استحکام چسبندگی خوبی را به زیرلایه نشان می دهند.

واژه های کلیدی: لایه های نازک تیتانیم، رسوب دهی فیزیکی بخار، مدت زمان رسوب دهی، خواص.

## Investigation of the effect of deposition time on the properties of created titanium films by PVD method

A. Amirabdollahian

Department of Materials Engineering, Science and Research Branch, Islamic Azad University, Tehran

A. Afshar

Department of Materials Engineering, Sharif University of Technology, Tehran

(Received 8 March 2011, accepted 18 May 2011)

#### Abstract

The aim of this study is to investigate the effect of increasing deposition time and thus increasing thickness on the properties of created titanium films on 316L stainless steel substrate by using physical vapor deposition (PVD) method. To achieve this, deposition operation in various duration times of 5, 10, 15 and 20 minutes were set to obtain films with different thicknesses. Then, thickness of the titanium films were measured by using the profilometer set up and their chemical composition were determined by energy dispersive X-ray (EDX) technique. morphology of the films were investigated by using field emission scanning electron microscopy (FESEM) and their topography by atomic force microscopy (AFM). Structure of the titanium films were determined by using X-ray diffraction (XRD) technique and their adhesion strength to substrate were investigated by heat and quench quality test. The results of these tests showed that by increasing deposition time, thickness of titanium films increases from 88 nm to 298 nm. Average titanium particles size increased from 12 nm to 65 nm and structure becomes more dense and uniform. Average surface roughness of titanium films increased from 2.108 nm to 3.767 nm. Titanium films had a preferred orientation of (002) and showed good adhesion strength to the substrate.

**Keywords:** Titanium Films, Physical Vapor Deposition, Deposition Time, Properties.

**E-mail of corresponding author:** amirabdollahian\_ali@yahoo.com

## مقدمه

تیتانیم به خاطر خواص جالب آن مانند نسبت استحکام به وزن بالا، پایداری حرارتی عالی، مقاومت به خوردگی در شرایط حاد و زیست سازگاری ذاتی، یک کاندید بالقوه برای استفاده به عنوان توده یا پوشش در بیومواد، صنایع هوایی، شیمیایی و دیگر کاربردهای صنعتی است [۱-۳]. همچنین پوشش های تیتانیم برای کاربردهای میکروالکترونیکی در تکنولوژی تجمع در مقیاس بسیار زیاد<sup>۱</sup> (VLSI) و ابزارهای پایه ای سیستم میکروالکترومکانیکی<sup>۲</sup> (MEMS) به خدمت گرفته می شوند. به علاوه آنها به عنوان بولومتر<sup>۳</sup> در حسگرهای مادون قرمز، اتصال دهنده های الکتریکی در ساختارهای عایق حرارتی، حسگرهای لبه ای ابر رسانا در میکروکالری سنج و آشکارسازهای نوری و در ترانزیستورهای تک الکترونی<sup>۴</sup> استفاده می شوند [۱]. پوشش های تیتانیم برای ساخت ابزارهای نیمه رسانا نیز به طور وسیعی به کار برده می شوند [۴].

فرآیندهای رسوب دهی فیزیکی بخار به خصوص پراکنش به طور گسترده ای برای تهیه لایه های نازک تیتانیم استفاده می شوند [۱]. در پراکنش مرسوم (دوقطبی) هدف پراکنش توسط یون های شتاب گرفته از یک تخلیه گاز، بمباران می شود و ذرات پراکنش شده روی زیرلایه رسوب داده شده و یک پوشش ایجاد می شود. در حالی که پراکنش مگنترونی یک فرآیند پراکنش تقویت شده توسط میدان مغناطیسی است که میزان یونیزاسیون گاز توسط مسیر الکترونی ماریچی به شدت بهبود می یابد. توسط میدان مغناطیسی، تخلیه تابشی به یک ناحیه نزدیک هدف محدود می شود که بازدهی پراکنش را در حدود ۱۰۰ برابر نسبت به پراکنش مرسوم افزایش می دهد. همچنین اجازه عملکرد سیستم در فشارهای پایین را نیز می دهد. ایجاد پوشش ها توسط پراکنش مگنترونی، برخی مزایای خاص دیگر مانند تجهیزات با قیمت پایین،

سرعت های رسوب دهی بالا، پوشش هایی با دانسیته بالا و چسبندگی خوب بین پوشش و زیرلایه را فراتر از فرآیندهای دیگر ارائه می دهد [۵].

لایه های نازک تیتانیم ایجاد شده در شرایط خلأ پایه مرسوم ( $10^{-6}$  torr) ممکن شامل ناخالصی هایی در شکل اکسید، نیتريد و کاربید باشد که آنها را کمتر درخور کاربردهایی با حساسیت بالا مانند میکروالکترونیک ها و حسگرها قرار می دهد. بنابراین این شرایط می تواند برای کاربردهای محافظتی مورد ملاحظه قرار گیرد. در کاربردهای محافظتی مانند مقاومت به خوردگی یا پوشش های بیومواد، ضخامت لایه ها تاثیر زیادی بر خواص ساختاری، سطحی و استحکام چسبندگی آنها به زیرلایه دارد [۶].

در این تحقیق عملیات رسوب دهی لایه های نازک تیتانیم در مدت زمان های مختلف ۵، ۱۰، ۱۵ و ۲۰ دقیقه انجام شد و تأثیر مدت زمان رسوب دهی و در نتیجه ضخامت بر خواص لایه ها مورد بررسی قرار گرفت.

## مواد و روش آزمایش ها

در این تحقیق از ورق فولاد زنگ نزن 316L با ضخامت 1 mm به عنوان زیرلایه استفاده شد. ترکیب شیمیایی این آلیاژ با استفاده از آزمون کوانتومتری تعیین و در جدول ۱ آورده شده است.

نمونه ها توسط دستگاه گیوتین در ابعاد  $20 \times 10 \text{ mm}^2$  بریده شدند و سپس عملیات سنباده زنی با ورق های SiC انجام شد تا سطوحی کاملاً صاف و بدون شیار بدست آید. پس از عملیات سنباده زنی، نمونه ها در محلول استن خالص به مدت ۱۵ دقیقه به صورت آلتراسونیک چربی گیری شدند. سپس با آب دو بار تقطیر کاملاً شسته شده تا هیچ اثری از محلول چربی گیری روی نمونه ها باقی نماند. پس از عملیات شستشو، نمونه ها تحت جریان هوای گرم، خشک شده و بلافاصله در یک دسیکاتور قرار داده شدند.

به منظور ایجاد لایه های نازک تیتانیم از یک دستگاه PVD-DC Magnetron Sputtering استفاده شد. در این دستگاه

1. Very Large Scale Integration

2. MicroElectroMechanical System

3. Bolometer

4. Single electron transistors

جدول ۱. ترکیب شیمیایی فولاد زنگ نزن 316L به کار برده شده در تحقیق حاضر

عنصر	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Fe
درصد وزنی	۰/۰۳	۰/۴۴	۱/۲	۰/۰۳۴	۰/۰۰۳	۱۶/۶	۲/۲۵	۱۰/۳	باقیمانده

Hitachi مدل S-4160 بررسی شد. در این آزمون، ولتاژ کاری ۱۵ kV در نظر گرفته شد. به علاوه توپوگرافی سطح لایه ها توسط یک دستگاه میکروسکوپ نیروی اتمی Park Scientific Instrument مدل Autoprobe CP با مد تماسی<sup>۱</sup> بررسی شد. در این آزمون محدوده آنالیز  $1 \times 1 \mu\text{m}^2$  و سرعت روبش ۱ Hz در نظر گرفته شد.

همچنین ساختار لایه های نازک تیتانیم با استفاده از روش پراش پرتو X (XRD) تعیین شد. در این روش از یک دستگاه پراش سنج Philips مدل X'Pert MPD با لامپ Cuka و طول موج تابش  $1/54056$  آنگسترم عمل کننده در ولتاژ ۴۰ kV و جریان ۴۰ mA استفاده گردید. در این آزمون روبش به صورت grazing angel با زاویه تابش  $1^\circ$  در محدوده  $2\theta$ ،  $10^\circ$ - $20^\circ$  و با اندازه گام  $0/02^\circ/\text{s}$  انجام شد. استحکام چسبندگی لایه ها به زیرلایه نیز توسط آزمون چسبندگی کیفی Heat & Quench مطابق با استاندارد ASTM B 571-97 بررسی شد. سپس سطح لایه ها مورد ارزیابی چشمی قرار گرفته و به صورت استریوگراف (ماکروسکوپی) از آنها تصویربرداری شد تا میزان تخریب احتمالی پوشش تعیین شود.

### نتایج و بحث

شکل ۱ منحنی تغییرات ضخامت لایه های نازک تیتانیم نسبت به مدت زمان رسوب دهی را نشان می دهد. همان طوری که مشاهده می شود با افزایش مدت زمان رسوب دهی، مقدار ضخامت لایه های نازک تیتانیم افزایش می یابد که این امر می تواند به دلیل افزایش میزان پراکنش هدف تیتانیم باشد؛ به عبارت دیگر هر چه مدت زمان رسوب دهی افزایش می یابد،

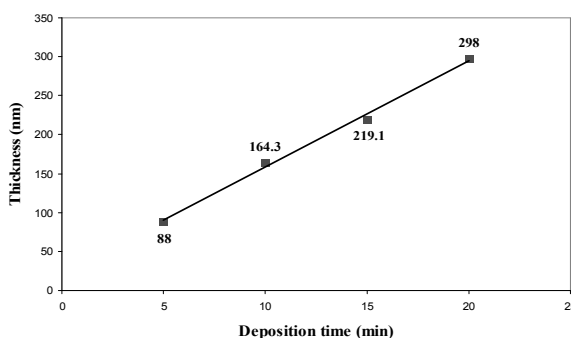
از یک هدف تیتانیم با درجه خلوص ۹۹/۹۹٪ استفاده گردید. همچنین گاز آرگون به عنوان گاز کاری به کار برده شد. خلوص گاز ۹۹/۹۹٪ و جریان آن در طول فرآیند پراکنش ثابت بود. با توجه به قابلیت ها و شرایط بهینه دستگاه، خلأ پایه  $2 \times 10^{-6}$  torr، فشار گاز آرگون  $2/4 \times 10^{-2}$  torr و توان کاتدی ۱۰۰ W در نظر گرفته شد. فاصله هدف- زیرلایه (cm)  $3/2$  و دمای زیرلایه ( $300^\circ\text{C}$ ) نیز ثابت بود. همچنین مدت زمان رسوب دهی ۵، ۱۰، ۱۵ و ۲۰ دقیقه تعیین شد. پیش از عملیات رسوب دهی، هدف تیتانیم به منظور تمیزکاری و زدودن آلودگی ها و اکسیدهای سطحی اش تحت عملیات پیش- پراکنش قرار گرفت. به این منظور محفظه رسوب تا خلأ پایه  $2 \times 10^{-6}$  torr پمپ شده و هدف در فشار گاز آرگون  $2/4 \times 10^{-2}$  torr و توان کاتدی ۱۰۰ W پراکنش شد. پیش- پراکنش به مدت ۱۵ دقیقه یعنی تا زمانی که تابش پلاسما معرف تیتانیم (رنگ آبی تیره) ظاهر شد، انجام گرفت.

ضخامت لایه های نازک تیتانیم با استفاده از یک دستگاه پروفیل سنج Dektak 3 مدل 2.13 اندازه گیری شد. برای تعیین ضخامت، ابتدا ماسک نمونه های ماسک دار جدا شده تا یک پله به ارتفاع اختلاف سطح لایه از زیرلایه به وجود آید. در این آزمون طول روبش  $1200 \mu\text{m}$  و سرعت روبش پایین (۳۰ ثانیه) در نظر گرفته شد و داده های مربوط به  $1200$  نقطه ثبت گردید.

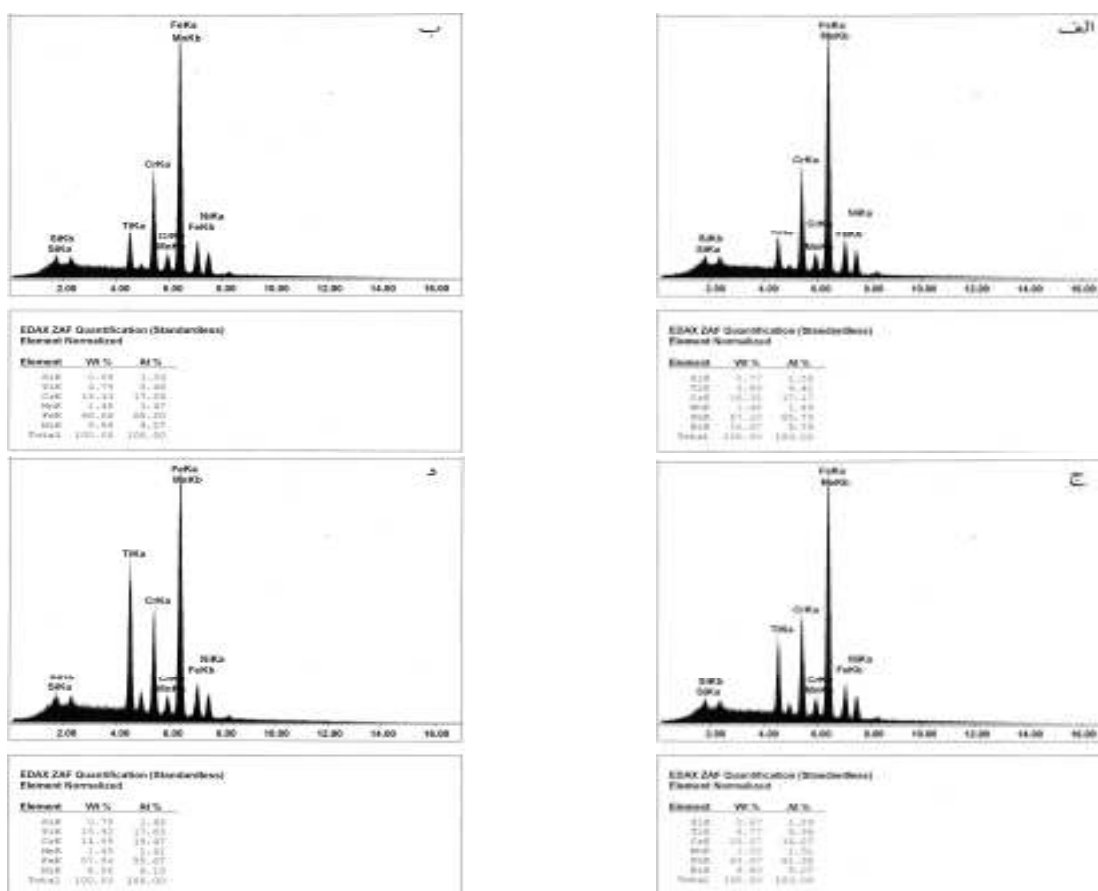
همچنین ترکیب شیمیایی لایه ها توسط روش توزیع انرژی پرتو X (EDX) تعیین شد. در این روش از یک دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی Philips مدل XL30 استفاده گردید. در این آزمون، ولتاژ کاری ۱۷ kV در نظر گرفته شد. مورفولوژی سطح لایه های نازک تیتانیم نیز با استفاده از یک دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی

مشاهده می شود در همه طیف ها علاوه بر عنصر تیتانیوم، عناصر زیرلایه نیز آشکار شده اند که این امر می تواند به دلیل شکل ۲ طیف های EDX لایه های نازک تیتانیوم ایجاد شده در مدت زمان های مختلف را نشان می دهد. همان طوری که ضخامت پایین لایه های نازک تیتانیوم باشد. با افزایش مدت زمان رسوب دهی و در نتیجه افزایش ضخامت لایه های نازک تیتانیوم، مقدار درصد وزنی و درصد اتمی عنصر تیتانیوم افزایش یافته و میزان درصد وزنی و درصد اتمی عناصر زیرلایه از جمله آهن، کرم، نیکل و غیره کاهش می یابد. کمترین مقدار درصد وزنی و درصد اتمی عنصر تیتانیوم (۳/۸۶ و ۴/۴۱) آشکار شده مربوط به لایه نازک تیتانیوم ایجاد شده در مدت زمان ۵ دقیقه و بیشترین میزان (۱۵/۹۲ و ۱۷/۸۳) مربوط به لایه ایجاد شده در مدت زمان ۲۰ دقیقه است. همچنین کمترین مقدار عناصر فولاد زنگ نزن آشکار شده مربوط به

مقدار تیتانیوم رسوب داده شده روی زیرلایه افزایش یافته و منجر به افزایش ضخامت لایه های نازک تیتانیوم می شود. شیب منحنی "ضخامت نسبت به مدت زمان رسوب دهی" نشان دهنده سرعت رسوب دهی است. همان طوری که در شکل مشاهده می شود در طول فرآیند رسوب دهی تقریباً ثابت بوده و برابر با ۱۳/۶۹۶ nm/min است.



شکل ۱. منحنی تغییرات ضخامت لایه های نازک تیتانیوم نسبت به مدت زمان رسوب دهی



شکل ۲. طیف های EDX لایه های نازک تیتانیوم ایجاد شده در مدت زمان های الف) ۵ min، ب) ۱۰ min،

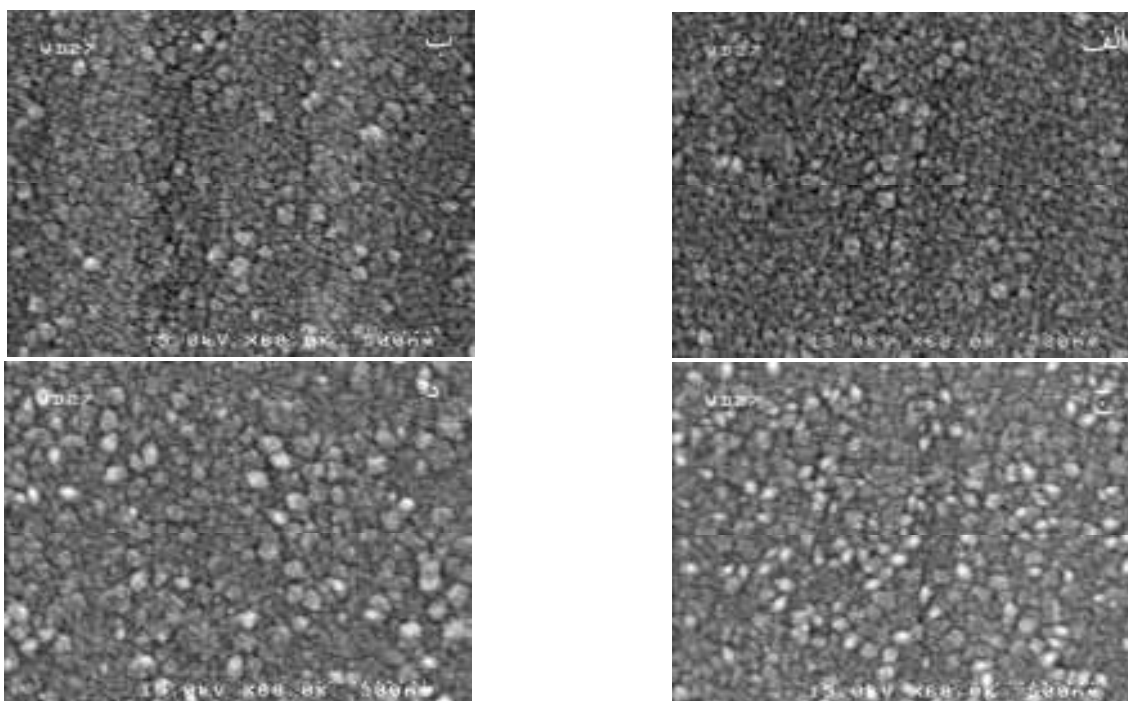
ج) ۱۵ min و د) ۲۰ min

نرم افزار Clemex Image Analysis از تصاویر FESEM آنها استخراج گردیده است.

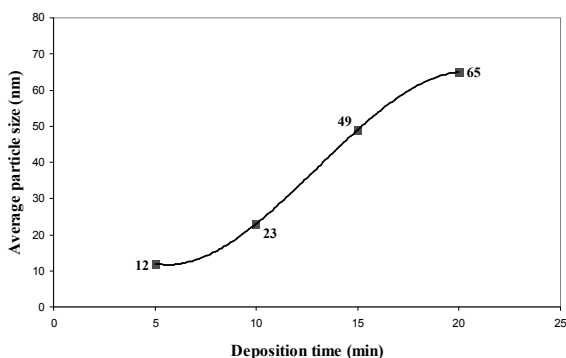
همان طوری که مشاهده می شود با افزایش مدت زمان رسوب دهی و در نتیجه افزایش ضخامت لایه های نازک تیتانیم، اندازه دانه میانگین تیتانیم افزایش می یابد. این امر می تواند به این دلیل باشد که وقتی جوانه ها به تراکم می رسند با ادامه برخورد ذرات به سطح، دیگر جوانه جدیدی تشکیل نمی شود بلکه این ذرات به جوانه های قبلی اضافه شده و باعث رشد آنها می گردند [۷].

لایه نازک تیتانیم ایجاد شده در مدت زمان ۲۰ دقیقه و بیشترین میزان مربوط به لایه ایجاد شده در مدت زمان ۵ دقیقه است.

شکل ۳ تصاویر FESEM سطح لایه های نازک تیتانیم ایجاد شده در مدت زمان های مختلف را نشان می دهد. همان طوری که مشاهده می شود در همه تصاویر ریزساختاری متراکم، بدون تخلخل و با تفکیک کریستالی خوب وجود دارد [۱ و ۶] که این تراکم و تفکیک کریستالی با افزایش مدت زمان رسوب دهی و در نتیجه افزایش ضخامت لایه های نازک

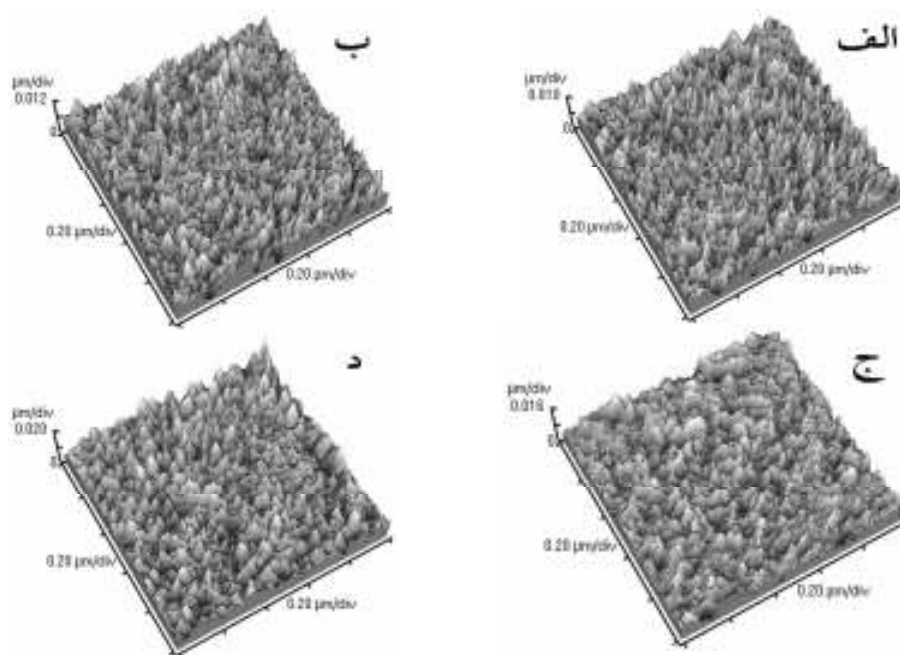


شکل ۳. تصاویر FESEM سطح لایه های نازک تیتانیم ایجاد شده در مدت زمان های الف) ۵ min ، ب) ۱۰ min ، ج) ۱۵ min و د) ۲۰ min

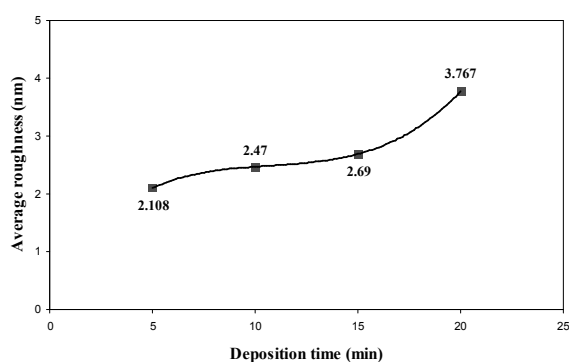


شکل ۴. منحنی تغییرات اندازه دانه میانگین تیتانیم در لایه های نازک تیتانیم نسبت به مدت زمان رسوب دهی

تیتانیم، افزایش می یابد. همچنین با افزایش مدت زمان رسوب دهی، یکنواختی ساختار بیشتر می شود. تصویر FESEM سطح لایه نازک تیتانیم ایجاد شده در مدت زمان ۲۰ دقیقه (شکل ۳-د) متراکم ترین و یکنواخت ترین ساختار با بالاترین تفکیک کریستالی را نشان می دهد که در آن نانو ذرات تیتانیم با ساختار هگزاگونال، مشهود است. شکل ۴ منحنی تغییرات اندازه دانه میانگین تیتانیم در لایه های نازک تیتانیم نسبت به مدت زمان رسوب دهی را نشان می دهد که با استفاده از



شکل ۵. تصاویر AFM (سه بعدی) سطح لایه های نازک تیتانیم ایجاد شده در مدت زمان های الف (۵ min، ب) ۱۰ min، ج) ۱۵ min و د) ۲۰ min



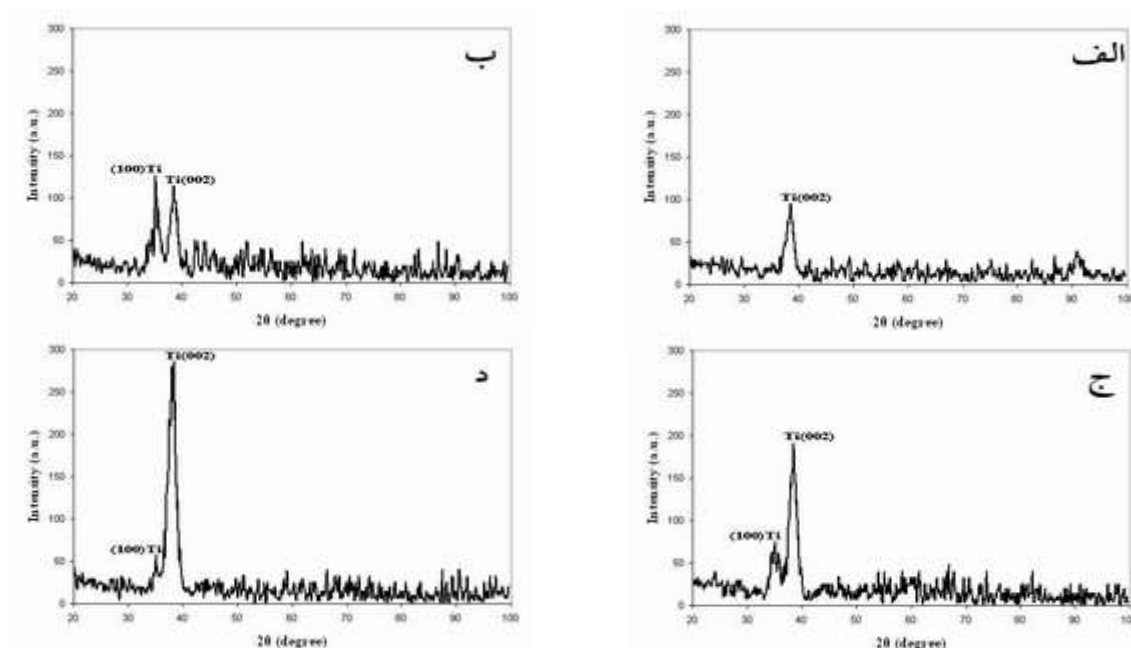
شکل ۶. منحنی تغییرات زبری میانگین سطح لایه های نازک تیتانیم نسبت به مدت زمان رسوب دهی

جیاچاندرا<sup>۱</sup> و همکارانش گزارش نموده اند که خصوصیات توپوگرافی سطح لایه های نازک تیتانیم ایجاد شده تحت شرایط مرسوم به عوامل خلأ پایه، فشار گاز آرگون و توان کاتدی بستگی ندارند [۱].

شکل ۷ الگوهای XRD لایه های نازک تیتانیم ایجاد شده در مدت زمان های مختلف را نشان می دهد. همان طوری که مشاهده می شود همه الگوها ساختار کریستالی را نشان

شکل ۵ تصاویر AFM (سه بعدی) سطح لایه های نازک تیتانیم ایجاد شده در مدت زمان های مختلف را نشان می دهد. همان طوری که مشاهده می شود در همه تصاویر توزیع پستی و بلندی ها تقریباً یکسان است؛ به عبارت دیگر توزیع پستی و بلندی ها مستقل از مدت زمان رسوب دهی است.

شکل ۶ منحنی تغییرات زبری میانگین سطح لایه های نازک تیتانیم نسبت به مدت زمان رسوب دهی را نشان می دهد که از تصاویر AFM آنها استخراج گردیده است. همان طوری که مشاهده می شود با افزایش مدت زمان رسوب دهی و در نتیجه افزایش ضخامت لایه های نازک تیتانیم، مقدار زبری میانگین سطح افزایش می یابد که این امر می تواند به دلیل افزایش برخورد ذرات باردار و الکترون ها به سطح در طول فرآیند رسوب دهی باشد؛ به عبارت دیگر هر چه مدت زمان رسوب دهی افزایش می یابد، میزان برخورد ذرات باردار و الکترون ها به سطح لایه افزایش یافته و منجر به ایجاد پستی و بلندی های بیشتر و بالا رفتن زبری می شود.



شکل ۷. الگوهای XRD لایه های نازک تیتانیم ایجاد شده در مدت زمان های الف (۵ min، ب) ۱۰ min، ج) ۱۵ min و د) ۲۰ min

ضخامت، توسعه جهت (۱۰۰) در لایه ها ممکن است ناشی از مکانیزم های فعال شده تنش باشد. در مرحله ابتدایی رشد لایه های نازک تیتانیم، تنش کششی در لایه توسعه می یابد و در طول رشد به وجه فشاری تغییر می یابد. بنابراین باید رقابتی بین وجوه تنش کششی و فشاری در لایه ها با یک وجه تنش معین غالب شده در یک ضخامت مشخص یا محدوده ای از ضخامت وجود داشته باشد. در ضخامت های پایین تر جهت (۰۰۲) باید توسط تنش کششی غالب پشتیبانی شده باشد. با افزایش ضخامت، تنش فشاری در لایه ها رشد می کند که نتیجه آن توسعه جهت (۱۰۰) است. در ضخامت های بالاتر دوباره تنش کششی غالب شده و جهت ترجیحی (۰۰۲) به پایداری می رسد [۶]. در ضخامت های مختلف، مقدار کمی تغییر مکان در موقعیت پیک ها مشاهده می شود که ممکن است ناشی از وجود تنش داخلی یکنواخت توزیع شده در لایه ها باشد [۱].

همچنین با افزایش مدت زمان رسوب دهی و در نتیجه افزایش ضخامت لایه های نازک تیتانیم، شدت پیک ها افزایش یافته و تیزتر می شوند که این امر می تواند به دلیل افزایش کریستالی شدن در لایه ها باشد. این نتایج با نتایج حاصل از FESEM کاملاً سازگار است.

می دهند. دو پیک شاخص معرف تیتانیم در الگوها دیده می شود. پیک موجود در  $2\theta \sim 38/40^\circ$  مطابق با جهت (۰۰۲) است که در همه لایه های نازک تیتانیم ایجاد شده در مدت زمان های مختلف (لایه های نازک تیتانیم با ضخامت های مختلف) دیده می شود و جهت ترجیحی کریستال های تیتانیم در لایه های نازک تیتانیم حاصل از فرآیند پراکنش است [۱، ۶، ۸ و ۹]. جهت (۰۰۲) معرف ساختار هگزاگونال فشرده (HCP) بوده و ساختار HCP مشخصه فاز کریستالی تیتانیم در دمای اتاق است. این جهت انرژی سطحی پایینی داشته و بنابراین جهت ترجیحی در عوامل انرژی آزاد سطحی خواهد بود [۱ و ۶].

علاوه بر جهت ترجیحی (۰۰۲)، پیک دیگری در  $2\theta \sim 35^\circ$  مطابق با جهت (۱۰۰) وجود دارد [۶] که در لایه های نازک تیتانیم ایجاد شده در مدت زمان های ۱۰، ۱۵ و ۲۰ دقیقه (لایه های نازک تیتانیم با ضخامت های ۱۶۴/۳، ۲۱۹/۱ و ۲۹۸ nm) مشاهده می شود. شدت این پیک با افزایش ضخامت لایه ها کاهش می یابد [۶].

نتایج XRD ممکن است تا حدی براساس مکانیزم تغییر تنش و کرنش در لایه ها تفسیر شود. در حالت کلی جهت (۰۰۲) در لایه های نازک تیتانیم، جهت ترجیحی است. با افزایش

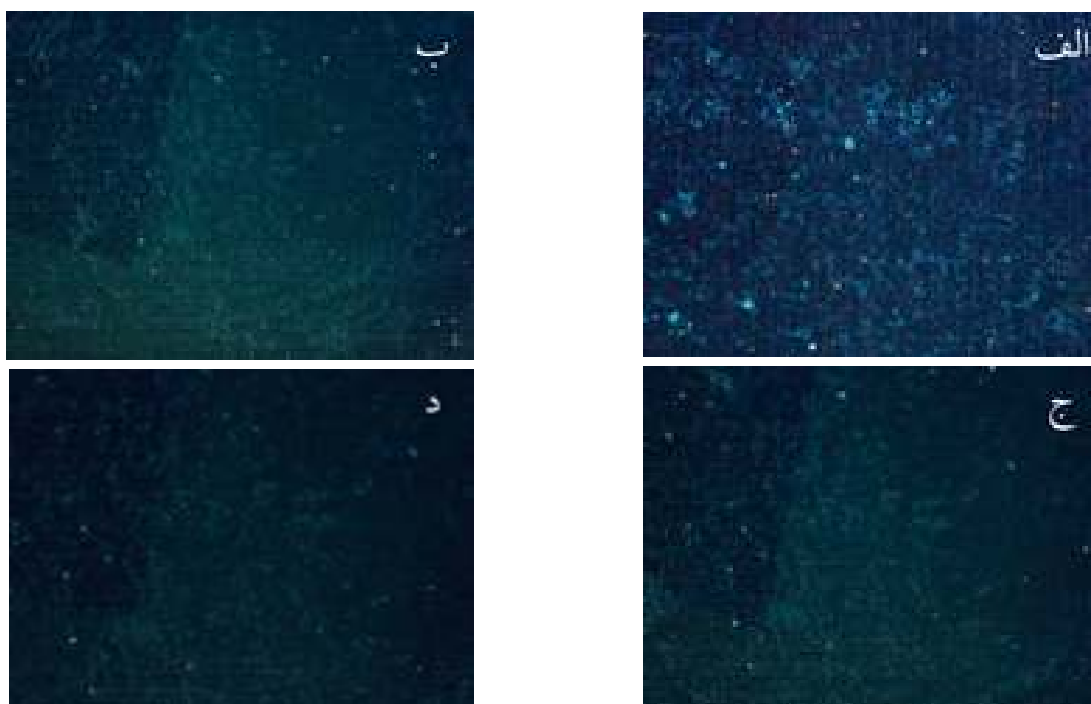
### نتیجه گیری

از مجموع مطالعات، آزمایش ها، نتایج و بحث های انجام شده، می توان نکات زیر را به صورت خلاصه استنتاج نمود:

(۱) با افزایش مدت زمان رسوب دهی، ضخامت لایه های نازک تیتانیم از حداقل  $88 \text{ nm}$  به حداکثر  $298 \text{ nm}$  افزایش می یابد. همچنین اندازه دانه میانگین تیتانیم از حداقل  $12 \text{ nm}$  به حداکثر  $65 \text{ nm}$  افزایش یافته و ساختار مترام تر و یکنواخت تر می شود. مقدار زبری میانگین سطح لایه های نازک تیتانیم نیز از حداقل  $2/108 \text{ nm}$  به حداکثر  $3/767 \text{ nm}$  افزایش می یابد.

(۲) لایه های نازک تیتانیم دارای جهت ترجیحی ( $002$ ) هستند و استحکام چسبندگی خوبی را به زیرلایه نشان می دهند. بیومواد، استحکام چسبندگی لایه به زیرلایه باید بیشتر از  $10 \text{ MPa}$  باشد [۱۰].

شکل ۸ تصاویر استریوگراف (ماکروسکوپی) سطح لایه های نازک تیتانیم ایجاد شده در مدت زمان های مختلف پس از آزمون Heat & Quench را نشان می دهد. با توجه به استاندارد ASTM B 571-97 هرگونه کندگی، ورقه ورقه شدن یا پوسته پوسته شدن لایه پس از این آزمون نشان دهنده چسبندگی ضعیف لایه به زیرلایه است. به علاوه اگر بعد از این آزمون، لایه دچار تاول شود به شرطی که این تاول باعث کندگی یا پوسته پوسته شدن آن نگردد، پیدایش تاول نباید به عنوان دلیلی بر چسبندگی ضعیف لایه به زیرلایه تفسیر شود. بررسی تصاویر نشان می دهد که هیچ اثری از کندگی یا پوسته پوسته شدن در آنها وجود ندارد که این امر بیانگر چسبندگی خوب لایه های نازک تیتانیم به زیرلایه در مدت زمان های رسوب دهی مختلف است. آیکدا<sup>۱</sup> و ناکاجیما<sup>۲</sup> گزارش نموده اند که برای کاربردهای



شکل ۸: تصاویر استریوگراف (ماکروسکوپی) سطح لایه های نازک تیتانیم ایجاد شده در مدت زمان های الف)  $5 \text{ min}$ ، ب)  $10 \text{ min}$ ، ج)  $15 \text{ min}$  و د)  $20 \text{ min}$ ، پس از آزمون Heat & Quench



## منابع

1. Y. L. Jeyachandran, B. Karunakaran, Sa. K. Narayandass, D. Mangalaraj, T. E. Jenkins and P. J. Martin, *Properties of titanium thin films deposited by dc magnetron sputtering*, Materials Science & Engineering A, 431 (2006) 277-284.
2. Y. Khelifaoui, M. Kerkar, A. Bali and F. Dalard, *Electrochemical characterisation of a PVD film of titanium on AISI 316L stainless steel*, Surface & Coatings Technology, 200 (2006) 4523-4529.
3. K. A. Whitehead and J. Verran, *The effect of surface properties and application method on the retention of Pseudomonas aeruginosa on uncoated and titanium-coated stainless steel*, International Biodeterioration & Biodegradation, 60 (2007) 74-80.
4. H. W. Han and N. E. Lee, *Sputter deposition modeling of Ti thin film on a sharp tip*, Thin Solid Films, 475 (2005) 144-149.
5. C. V. Franco, L. C. Fontana, D. Bechi, A. E. Martinelli and J. L. R. Muzart, *An electrochemical study of magnetron-sputtered Ti- and TiN-coated steel*, Corrosion Science, 40 (1998) 103-112.
6. Y. L. Jeyachandran, B. Karunakaran, Sa. K. Narayandass and D. Mangalaraj, *The effect of thickness on the properties of titanium films deposited by dc magnetron sputtering*, Materials Science & Engineering A, 458 (2007) 361-365.
7. L. Eckertova, *Physics of thin films*, Second Edition, plenum pub, 1990.
8. K. Kalantar-Zadeh, A. Z. Sadek, H. Zheng, J.G. Partridge, D.G. McCulloch, Y.X. Li, X.F. Yu and W. Wlodarski, *Effect of crystallographic orientation on the anodic formation of nanoscale pores/tubes in TiO<sub>2</sub> films*, Applied Surface Science, 256 (2009) 120-123.
9. X. Yu, Y. Li, W. Wlodarski, S. Kandasamy and K. Kalantar-Zadeh, *Fabrication of nanostructured TiO<sub>2</sub> by anodization: A comparison between electrolytes and substrates*, Sensors and Actuators B, 130 (2008) 25-31.
10. T. Ikeda and H. Nakajima, *Titanium coating of lotus-type porous stainless steel by vapour deposition technique*, Materials Letters, 58 (2004) 3807-3811.