

مشخصه‌یابی پوشش کربنی الماس‌گون (DLC) ایجادشده به روش الکترونهشت ولتاژ پائین به کمک طیف‌سنجی رامان

نوع مقاله: علمی پژوهشی

پوریا حبیب‌زاده اصل ممقانی^{۱*}، علیرضا ذاکری^۲

^۱ دانش‌آموخته کارشناسی‌ارشد، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران، ایران

^۲ دانشیار، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران، ایران

* Pouriahabibzadeh@gmail.com

چکیده:

در تحقیق حاضر اثر پوشش‌دهی کربن الماس‌گون جهت اصلاح سطح آلیاژ Ti-6Al-4V توسط طیف‌سنجی رامان به کمک روش نهشت الکترولیتی در پتانسیل اعمالی ۱۶ ولت مورد ارزیابی قرار گرفت. در این راستا، اثر متغیرهای فرایند همچون غلظت مواد تشکیل‌دهنده حمام الکترولیت، فاصله بین‌الکترودی، پتانسیل اعمالی، دما و زمان بر کیفیت پوشش تشکیل‌شده مورد مطالعه قرار گرفت. ماهیت و مشخصات ساختاری پوشش به‌دست‌آمده در بهترین شرایط عملیاتی به کمک طیف‌سنجی رامان شناسایی و معلوم شد که نسبت I_D/I_G برابر با ۱/۹۲، محتوای sp^3 ۲۰٪، خوشه‌های کربنی به ابعاد ۱۰/۰۱ نانومتر و چگالی آن $1/37 \text{ g/cm}^3$ است. در تکمیل طیف‌سنجی رامان، از آزمون GIXRD ساختار بی‌شکل پوشش و از طیف‌سنجی FT-IR تشکیل پوشش کربن الماس‌گون هیدروژن‌دار (a-C:H) معلوم گردید. بررسی‌های ریزساختاری مقطع پوشش و مورفولوژی سطح با استفاده از تصاویر میکروسکوپ FE-SEM ضخامتی به اندازه $0/17 \pm 1/74 \mu\text{m}$ را نشان داد.

اطلاعات مقاله:

دریافت: ۱۷ اردیبهشت ۱۴۰۳

پذیرش: ۲۲ مهر ۱۴۰۳

صفحه ۵۵ تا صفحه ۷۱

در دسترس در نشانی:

www.ijcse.ir

زبان نشریه: فارسی

شاپا چاپی: ۲۳۵۲-۲۳۲۲

شاپا الکترونیکی:

۳۰۰۳-۲۷۸۳

کلیدواژه:

آلیاژ Ti6Al4V، کربن الماس‌گون،

الکترولیز ولتاژ پائین، طیف‌سنجی

رامان.

20.1001.1.23222352.1403.13.1.2.8

:DOR

۱- مقدمه

پائین و همچنین هزینه کم کاربردهای گسترده‌ای داشته است. به کمک این فرایند پوشش‌هایی را با سرعت نسبتاً زیاد می‌توان روی اجسام با شکل‌های پیچیده به راحتی نشان داد که

لایه‌نشانی به روش نهشت الکترولیتی (الکترونهشت)^۱ روی فلزات از گذشته تاکنون به دلیل تجهیزات ساده، درجه حرارت

¹ Electrolytic deposition (Electrodeposition)



عموماً دارای ضخامت بسیار یکنواخت و بدون تخلخل هستند، به‌صورتی که هم در داخل حفرات و هم بر سطوح بیرونی پوشش اعمال شود. اما متأسفانه در سال‌های اخیر با وجود کاربری آسان و مزیت‌های بالقوه این روش محققین لایه‌نشانی را از طریق روش‌های پیچیده و پرهزینه در آزمایشگاه‌های تحقیقاتی انجام می‌دهند که با روش الکترونهشت به سهولت انجام‌پذیر است. در این میان پوشش‌های کربنی الماس‌گون^۱ (DLC) که ویژگی‌های مشابه و نزدیک به الماس، همچون سختی بالا، مقاومت به خوردگی بالا، خنثی‌بودن به لحاظ شیمیایی، هدایت حرارتی بالا، مقاومت الکتریکی بالا، مقاومت به سایش خوب، زیست‌سازگاری بالا، پایداری در محیط اسیدی و بازی دارا است [۱-۳] نیز از این قاعده مستثنی نبوده و در سال‌های اخیر از طریق روش‌های نظیر لایه‌نشانی فیزیکی بخار^۲ (PVD)، لایه‌نشانی شیمیایی بخار^۳ (CVD)، فرکانس رادیویی^۴ (RF)، لایه‌نشانی پرتو یونی^۵، لایه‌نشانی لیزر پالسی^۶ (PLD) و کندوپاش^۷ انجام شده است. با اینکه روش‌های نام‌برده دارای کیفیت و سرعت رشد بالایی هستند، اما نیاز به خلا و دمای بالا و همچنین شرایط آماده‌سازی دشواری دارند. بر همین اساس روش نهشت الکترونیکی برای تشکیل پوشش‌های کربن الماس‌گون بر زیرلایه‌های فلزی مورد توجه قرار گرفته‌است [۴-۶]. اولین بار نامبا [۶] در سال ۱۹۹۲ از طریق الکترونهشت به پوشش‌دهی DLC بر زیرلایه سیلیکونی با استفاده از محلول اتانول در دمای کم‌تر از ۷۰ درجه سانتی‌گراد پرداخت. پس از آن حلال‌های مختلف

آلی مانند: متانول، اتانول، اسید استیک و دی‌متیل فرمامید (DMF) مورد استفاده واقع شدند [۵، ۷-۱۲]. بیش‌تر تحقیقات انجام‌شده در مورد الکترونهشت پوشش‌های کربنی الماس‌گون نیز در پتانسیل‌های بالا در حدود ۳۰۰ تا چند کیلوولت بوده است و پژوهش‌های خیلی کمی در مورد ایجاد پوشش‌های DLC در پتانسیل پائین وجود دارد. پژوهش حاضر به هدف ایجاد پوشش کربنی الماس‌گون روی زیرلایه Ti-6Al-4V به روش نشست الکترونیکی ولتاژ پائین و مشخصه‌یابی آن به کمک طیف‌سنجی رامان، آزمون پراش اشعه ایکس و طیف‌سنجی تبدیل فوری‌هی مادون قرمز (FT-IR) انجام شده‌است.

۲- کار تجربی

۲-۱- مواد و تجهیزات مورد استفاده

هدف در این پژوهش لایه‌نشانی پوشش کربنی الماس‌گون به روش الکترونیکی ولتاژ پائین بر زیرلایه تیتانیوم گرید ۵ (Ti6Al4V) می‌باشد. برای رسیدن به این مهم، از الکترولیت‌های موجود، استیک اسید به دلیل داشتن پیوندهای ضروری همچون گروه متیل و هیدروکسیل که برای تشکیل پوشش (DLC) به روش الکترولیز حیاتی هستند و همچنین نیازمند پتانسیل اعمالی پایینی جهت شکسته‌شدن پیوندهایش می‌باشد، انتخاب شد [۱۳]. جهت فرایند پوشش‌دهی از تیتانیوم گرید ۵ (Ti6Al4V)، که به‌طور گسترده برای ساخت کاشتنی‌ها مورد استفاده قرار می‌گیرد به‌عنوان زیرلایه استفاده شد. به‌منظور حصول اطمینان از ترکیب شیمیایی ورق تیتانیوم،

^۵ Ion Beam Deposition

^۶ Pulsed Laser Deposition

^۷ Sputtering

^۱ Diamond-like carbon

^۲ Physical Vapor Deposition

^۳ Chemical Vapor Deposition

^۴ Radio Frequency



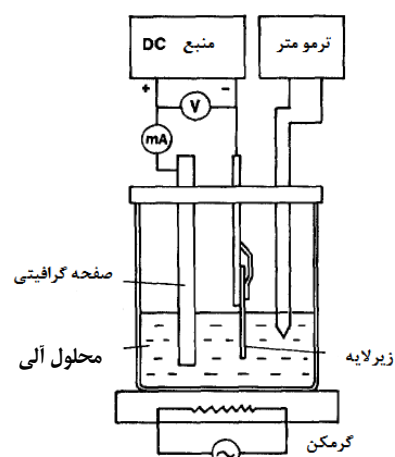
می‌باشد، نیم‌واکنش کاهش در سطح کاتد که قطب منفی می‌باشد و نیم‌واکنش اکسایش در سطح آند که قطب مثبت است رخ می‌دهد. با توجه به متغیرهای اصلی فرایند همچون غلظت محلول آلی و فاصله بین الکترودها، می‌توان با تغییر پتانسیل اعمالی منبع تغذیه به چگالی جریان‌های مختلف برای کنترل لایه‌نشانی دست یافت.

۲-۲- روش لایه‌نشانی

زیرلایه تیتانیومی ابتدا در ابعاد $60 \times 8 \times 1/5 \text{ mm}^3$ توسط دستگاه گیوتین برش داده شد، و سطح نمونه‌ها از سنباده درجه ۴۰۰ تا ۳۰۰۰ پرداخت شدند. نمونه‌ها جهت آیین‌های شدن سطح با استفاده از سوسپانسیون آلومینا پولیش شدند. سپس جهت چربی‌زدایی و حذف آلودگی‌های سطحی، نمونه‌ها در استون به مدت ۱۰ دقیقه التراسونیک، با آب مقطر شسته و خشک شدند. از صفحه گرافیتی نیز در ابعاد $60 \times 20 \times 5 \text{ mm}^3$ به‌عنوان آند استفاده شد.

آند و کاتد با استفاده از سلول الکترولیز طراحی‌شده در فاصله‌ای میلی‌متری از سطح یکدیگر ثابت شدند. از ۰/۵ لیتر الکترولیت برای پوشش‌دهی استفاده گردید و فرایند الکترودنشت در مدت زمان مناسب در دمای اتاق و پتانسیل اعمالی پایین انجام پذیرفت. بعد از فرایند لایه‌نشانی سطح کاتد با آب دیونیزه شسته و با درجه خنک سشوار خشک گردید.

آنالیز طیف‌سنجی نشر جرقه^۱ (اصطلاحاً کوانتومتری) انجام شد که نتایج آن در جدول ۱ ارائه شده است. همچنین از صفحه گرافیتی به‌عنوان آند استفاده شد. حمام الکترولیت نیز از استیک اسید (CH_3COOH) از شرکت مرک آلمان و آب دیونیزه تشکیل شده‌است. در این پژوهش از منبع تغذیه ۳۰ V و ۵ A مگاتک مدل MEGATEK MP-3005 استفاده شد. جهت اتصال صفحه گرافیتی به قطب مثبت منبع تغذیه توسط گیره سوسماری، از سیم مسی استفاده‌شد. همان‌طور که در شکل ۱ نشان داده شده است در فرایند پوشش‌دهی، از یک سلول الکترولیز دو الکترودی استفاده شده‌است که در آن کاتد مواد زیرلایه تیتانیومی است که باید لایه‌نشانی شود و آند صفحه گرافیتی است.



شکل ۱- طرح‌واره سیستم نهشت الکترولیتی [۶]

در حمام الکترولیت که متشکل از آب دیونیزه و استیک اسید

جدول ۱- ترکیب شیمیایی تیتانیوم درجه ۵ (Ti6Al4V)

عنصر	Al	V	Fe	Si	باقی عناصر	Ti
درصد وزنی (wt%)	۵/۸۷	۴/۵۸	۰/۴۸۴	۰/۲۹۴	≤۰/۲۳	باقیمانده

¹ Spark Emission Spectroscopy



و در نهایت سطح نمونه با استفاده از الکل ۹۶ درصد تمیز و سپس با ششوار خشک گردید. متغیرهای در نظر گرفته‌شده در این پژوهش، براساس مطالعات انجام‌شده در زمینه لایه‌نشانی کربن الماس‌گون (DLC) به روش الکترونهشت شامل زمان، فاصله بین‌الکترودی، غلظت استیک اسید در حمام، پتانسیل اعمالی توسط منبع تغذیه و دمای پوشش‌دهی می‌باشند. در ادامه اثر متغیرها براساس نسبت I_d/I_g به دست آمده از طیف‌سنجی رامان بررسی و با ثابت در نظر گرفتن پارامترها و تغییر تنها یک پارامتر مطلوب‌ترین پاسخ طیف‌سنجی رامان در شرایط ثابت آزمون به دست آمد.

۲-۳- مشخصه‌یابی و ارزیابی پوشش DLC

طیف‌سنجی رامان آزمایش‌ها، توسط دستگاه طیف‌سنج رامان Technooran ساخت ایران مدل (Microspectrophotometer-ram-532-004) بررسی شد و نتایج حاصل با استفاده از نرم‌افزار Origin Pro 2022 v9.9.0.225(SR1) تجزیه و تحلیل شدند. برای شناسایی ساختار آمورف، مشخصه‌یابی پراش پرتو ایکس با استفاده از دستگاه Bourevestnik مدل Dron8 مجهز به تولیدکننده $CuK\alpha$ با طول موج $1/54$ آنگستروم با سرعت $0/04-0/05$ درجه بر ثانیه استفاده شد. همچنین، آزمون Grazing با دستگاه D8 advance ساخت شرکت Bruker کشور آلمان برای بررسی ساختار آمورف پوشش DLC تهیه‌شده انجام شد. ساختار پوشش تشکیل‌شده براساس الگوی XRD با استفاده از نرم‌افزار HighScore Plus رسم شد. جهت اندازه‌گیری طیف FT-IR پوشش کربن الماس‌گون از دستگاه FTIR مدل Spectrum RX 1 ساخت شرکت PerkinElmer کشور آمریکا در فرکانس بین $400-4000\text{ cm}^{-1}$ استفاده شده است.

مورفولوژی سطح پوشش DLC لایه نشانی‌شده بر زیرلایه تیتانیومی توسط دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FE-SEM) TESCAN مدل MIRA2 ساخت جمهوری چک مورد بررسی قرار گرفت. همچنین ضخامت پوشش با گرفتن تصاویر BSE از مقطع زیرلایه و استفاده از نرم‌افزار ImageJ تعیین شد. قبل از اندازه‌گیری ضخامت پوشش، زیرلایه‌ها توسط مانت سرد درون قالب رزینی قرار گرفتند و در نهایت با کاغذ سنباده از درجه ۴۰۰ تا ۵۰۰۰ پرداخت شدند و سپس با سوسپانسیون آلومینا تا آیین‌های شدن سطح پولیش و خشک شدند. لازم به ذکر است، تمامی نمونه‌ها برای مشخصه‌یابی FE-SEM، پوشش طلا داده شدند تا باتوجه به نانومتري بودن ماهیت آن‌ها، تصاویر از کیفیت مطلوبی برخوردار باشند. تصاویر FE-SEM با استفاده از آشکارساز الکترون برگشتی (BSE)، الکترون ثانویه (SE) و In-Beam جهت مشاهده جزئیات سطح و برجسته‌سازی توپوگرافی به دست آمدند. همچنین آنالیز EDS جهت شناسایی ترکیب عنصری سطح نمونه‌ها، با استفاده از دستگاه SAMx ساخت کشور فرانسه گرفته شد.

۳- نتایج و بحث

۳-۱- طیف‌سنجی رامان

طیف‌سنجی رامان یکی از رایج‌ترین روش‌ها جهت توصیف ساختاری مواد مبتنی بر کربن است. طیف رامان مربوط به الماس یک قله در طول موج 1332 cm^{-1} دارد، و گرافیت تک‌بلور نیز دارای قله‌ای در عدد موج 1580 cm^{-1} می‌باشد که به قله G معروف است [۱۴]. قله G مربوط به ارتعاشات کششی پیوندی sp^2 است، که در مورد پیوندهای زنجیری

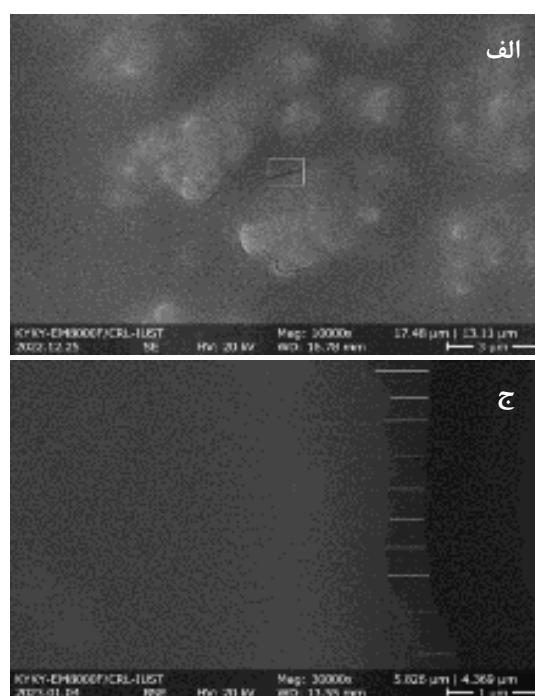
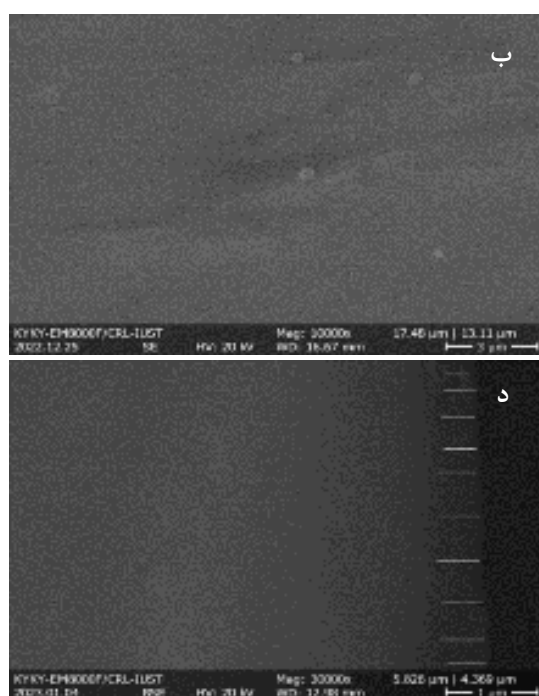


شکل $C=C$ و حلقه‌های آروماتیکی $C-C$ صادق می‌باشد. در طیف رامان گرافیت بس‌بلور و یا بی‌نظم، علاوه بر قله G ، در محدوده 1369 cm^{-1} نیز قله‌ای وجود دارد که به قله D مشهور است و مربوط به عیوب ساختاری گرافیت می‌باشد. بنابراین حضور قله D را می‌توان به حضور عیب‌ها و بی‌نظمی نسبت داد، که در اثر نوسانات پیوندهای sp^2 فقط در حلقه‌های آروماتیکی ظاهر می‌شود. از نسبت شدت قله D به قله G در طیف رامان ساختارهای کربنی، اطلاعات مفیدی از میزان نظم ساختار می‌توان به دست آورد. شایان ذکر است که الگوهای رامان ارائه شده در این بخش برآزش شده‌اند تا طرح‌واره کلی آن‌ها نشان داده شود.

در فاز نخست باتوجه به تصاویر FE-SEM و مقالات موجود در این حوزه، پوشش ایجادشده بر زیرلایه با گذشت مدت

زمان لایه‌نشانی از ۱ ساعت دچار ترک می‌شود، به همین علت آزمایش‌ها در مدت زمان ۶۰ دقیقه دنبال شدند (شکل ۲ الف، ب). همچنین تفاوت چشمگیری در ضخامت پوشش با گذشت ۲ برابری زمان وجود ندارد (شکل ۲ ج، د). لذا، برای ارزیابی تاثیر زمان بر کیفیت پوشش آزمایش‌هایی در زمان‌های مختلف انجام شد. بهترین مدت زمان طبق نتایج طیف‌سنجی رامان شکل ۳ گزارش شده است، مدت ۹۰ دقیقه می‌باشد.

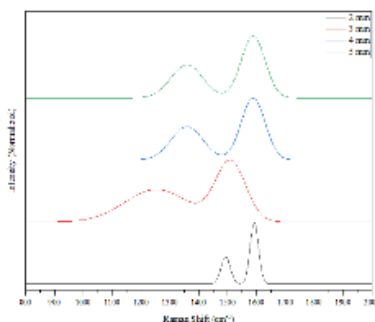
در گام بعدی، سلول‌هایی با فواصل بین‌الکترودی ۲، ۳، ۴ و ۵ میلی‌متری طراحی شدند. سپس باتوجه به پارامترهای آزمایش مقدماتی و ثابت‌گرفتن دیگر متغیرها، آزمایش‌هایی با هدف بررسی اثر فاصله بین‌الکترودی بر فرایند پوشش‌دهی انجام شدند.



شکل ۲- تصاویر FE-SEM: الف) مورفولوژی سطح پوشش داده شده در ۱۲۰ دقیقه، ب) مورفولوژی سطح پوشش داده شده در ۶۰ دقیقه، ج) سطح مقطع پوشش ایجادشده در ۱۲۰ دقیقه با ضخامت 80 ± 420 نانومتر، د) سطح مقطع پوشش ایجاد شده در ۶۰ دقیقه با ضخامت 70 ± 400 نانومتر

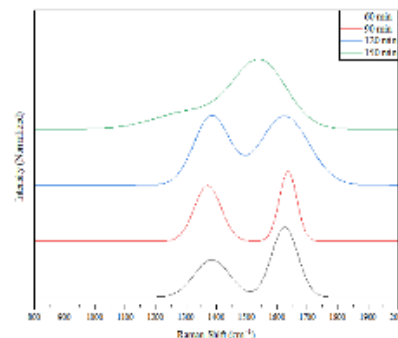


پوشش‌دهی به دلیل یکنواختی و نسبت I_D/I_G مطلوب پوشش در فاصله ۴ میلی‌متری نسبت به هم ثابت شدند.



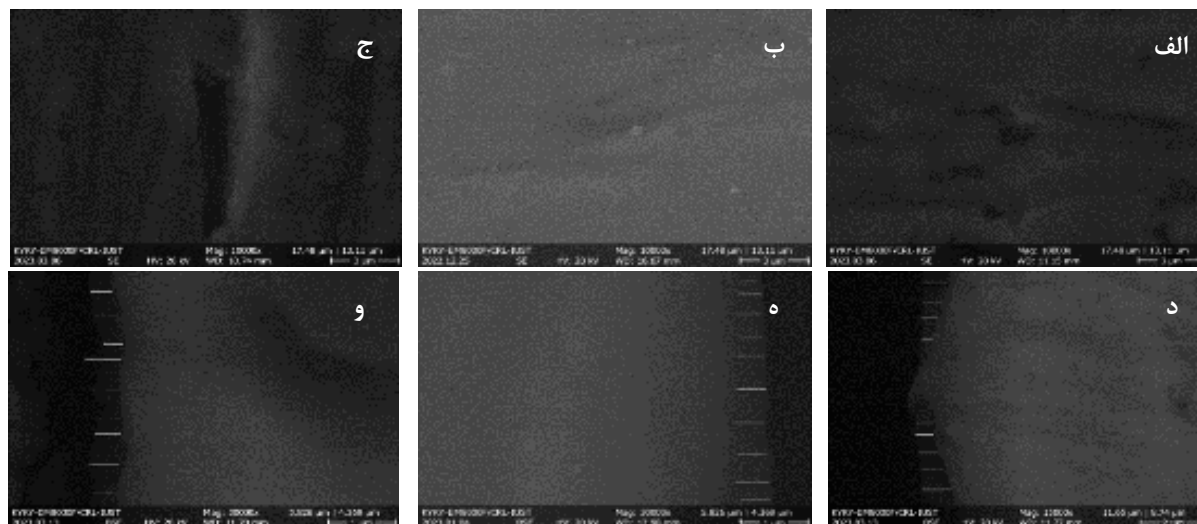
شکل ۴- طیف رامان مربوط به پوشش‌های ایجادشده در فواصل بین‌الکترودی مختلف

باتوجه به اینکه در تمامی آزمایش‌های این پژوهش، غلظت استیک اسید ثابت و برابر با ۵ درصد وزنی حمام بود، در فاز سوم برای ثابت و یا متغیرگرفتن غلظت استیک اسید، آزمایش‌هایی با درصدهای مختلف وزنی انجام گرفت.



شکل ۳- طیف رامان مربوط به پوشش‌های ایجادشده در زمان‌های مختلف

طبق اطلاعات به‌دست آمده از با بیش‌تر و یا کم‌تر شدن فاصله بین الکترودی از مقدار ۳ میلی‌متر با کاهش نسبت I_D/I_G مواجه هستیم لذا باتوجه به گزارش‌های دیگر محققین و نتایج به‌دست آمده از طیف‌سنجی رامان و تصاویر FE-SEM مورفولوژی و مقطع پوشش‌ها که در شکل ۵ آورده شده‌است، برای ادامه روند آزمایش‌ها فاصله بین‌الکترودی در فرایند



شکل ۵- تصاویر FE-SEM: (الف) مورفولوژی سطح پوشش داده‌شده در فاصله بین‌الکترودی ۳ میلی‌متری، (ب) مورفولوژی

سطح پوشش داده‌شده در فاصله بین‌الکترودی ۴ میلی‌متری، (ج) مورفولوژی سطح پوشش داده‌شده در فاصله

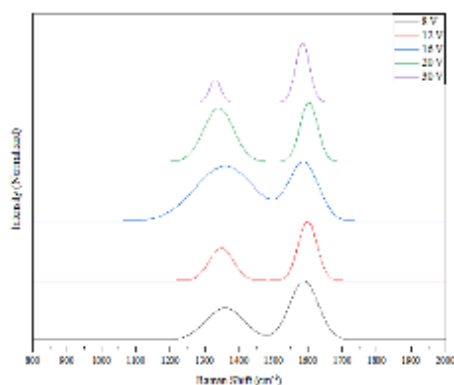
بین‌الکترودی ۵ میلی‌متری، (د) سطح مقطع پوشش ایجادشده در فاصله بین‌الکترودی ۳ میلی‌متری با ضخامت 170 ± 61

نانومتر، (ه) سطح مقطع پوشش ایجادشده در فاصله بین‌الکترودی ۴ میلی‌متری با ضخامت 70 ± 40 نانومتر، (و) سطح

مقطع پوشش ایجادشده در فاصله بین‌الکترودی ۵ میلی‌متری با ضخامت 70 ± 38 نانومتر



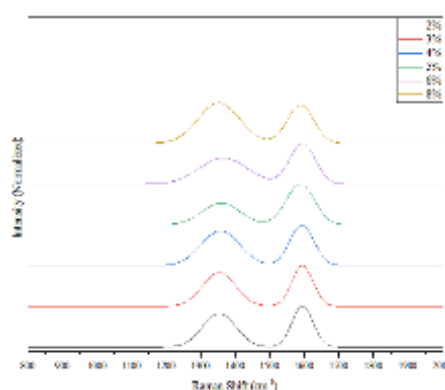
بیش تر گرمای موضعی بیش تری در اطراف محل پوشش دهی تولید می شود. اما، باید توجه داشت که افزایش این نسبت دارای حد بهینه ای می باشد. در پتانسیل های اعمالی بیش تر از ۱۶ ولت با وجود افزایش چگالی جریان، با کاهش مقدار I_D/I_G روبه رو خواهیم شد. چنین وضعیتی به این علت است که افزایش بیش از حد پتانسیل اعمالی، سبب افزایش دمای حمام و به خصوص دمای موضعی محل پوشش دهی خواهد شد. در نتیجه گرانیوی محلول الکترولیت از حد مطلوب بیش تر شده و امکان تکمیل فرآیند هیدروژن زدایی وجود نخواهد داشت. حباب های تشکیل شده روی سطح آند و کاتد که از جنس اکسیژن و هیدروژن می باشند، با سرعت زیادی تشکیل می شوند و شکلی مانند آبشار به خود می گیرند که نقش سدی در مقابل تکمیل فرایند پوشش دهی و رسیدن رادیکال های گروه متیل به سطح کاتد می شوند. در آخر، این امر از تشکیل پوشش یکنواخت کربنی الماس گون جلوگیری کرده و پوششی ناهمگون و متخلخل ایجاد می کند.



شکل ۷- طیف رامان مربوط به پوشش های ایجاد شده در پتانسیل های اعمالی مختلف

آزمایش های انجام شده تا این مرحله در دمای محیط ($24 \sim 25^\circ\text{C}$) انجام شدند. لذا، در این بخش آزمایش هایی در

نتایج به دست آمده جهت بررسی اثر غلظت استیک اسید تشکیل دهنده حمام براساس آنالیز طیف سنجی رامان (شکل ۶)، همان طور که انتظار می رفت، با افزایش غلظت استیک اسید در حمام مقدار I_D/I_G افزایش یافت و در غلظت ۸ درصد وزنی این نسبت، به بیش ترین مقدار خود می رسد. اما، افزایش غلظت استیک اسید در حمام حد بهینه ای دارا است. زیرا با افزایش غلظت استیک اسید تشکیل دهنده در حمام به مقدارهای بالاتر از ۸ درصد وزنی به سبب افزایش هدایت الکتریکی محلول و در نتیجه آن کاهش دمای موضعی در سطح بسیار نزدیک الکترود مقدار نسبت I_D/I_G کاهش پیدا کرده و باتوجه به بررسی های دیگر محققین در این امر، میزان الماس پوشش نیز کاهش پیدا می کند که نسبت مستقیم با سختی پوشش دارد.

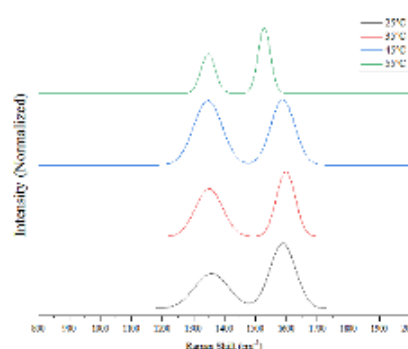


شکل ۶- طیف رامان مربوط به پوشش های ایجاد شده از حمام های حاوی غلظت های مختلف استیک اسید

در فاز چهارم آزمایش ها، تاثیر پتانسیل اعمالی در محدوده ۸ تا ۳۰ ولت بر فرایند پوشش دهی بررسی گردید. همان طور که مشاهده می شود، با افزایش پتانسیل اعمالی میزان نسبت I_D/I_G که در شکل ۷ طیف سنجی رامان آن نشان داده شده است، نیز افزایش می یابد. زیرا، باتوجه به چگالی جریان



دماهای مختلف انجام شد، تا تاثیر دما بر کیفیت پوشش مشخص گردد. مطابق با طیف‌سنجی‌های رامان انجام‌شده شکل ۸ با افزایش دمای حمام پوشش‌دهی تا دمای ۴۵ درجه سانتی‌گراد، شاهد افزایش در مقدار I_D/I_G بودیم. دلیل این رفتار را می‌توان به افزایش گرانروی الکترولیت و سهولت حرکت یون‌ها و رادیکال‌های شرکت‌کننده در امر پوشش‌دهی نسبت داد. شایان ذکر است، در دماهای بالاتر از ۴۵ درجه سانتی‌گراد با افزایش قابل توجه تشکیل حباب روی الکترودها (به‌صورت آبشاری و پیوسته) مواجه خواهیم شد که اجازه‌ی هیدروژن‌زدایی و تشکیل پوشش یکنواخت را نمی‌دهد، به همین علت شاهد افت نسبت I_D/I_G در دماهای بالاتر خواهیم بود.



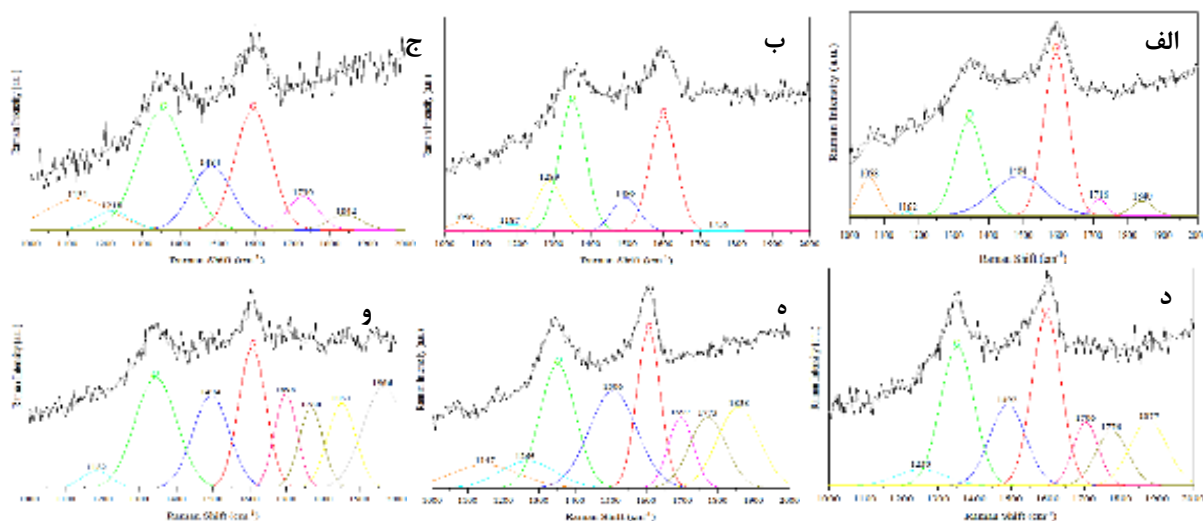
شکل ۸- طیف رامان مربوط به پوشش‌های ایجادشده در دماهای مختلف

در این پژوهش پاسخ متغیرهای آزمایش باتوجه به مقادیر I_D/I_G مورد سنجش قرار گرفته‌اند. در شکل ۹ طیف‌های رامان بهترین شرایط فرایند پوشش‌دهی که مشخصات آن‌ها در جدول ۲ آمده، نشان داده شده است. در این طیف‌ها که با استفاده از تابع گاوسی^۱ برازش شده‌اند؛ علاوه بر قله‌های اصلی D و G، قله‌های دیگر مشخصه‌یابی‌شده مربوط به ناخالصی و آلودگی سطحی به‌وجود آمده در مرحله آماده‌سازی نمونه جهت طیف‌سنجی رامان می‌باشند. با توجه به اطلاعات به دست آمده از این آزمایش‌ها، تصمیم بر این شد که با شرایط به دست آمده مطابق با جدول ۳ پوشش‌دهی انجام شود. در شکل ۹ قسمت (و)، طیف رامان این آزمایش آورده شده است. انتظار از انجام این آزمایش افزایش مقدار I_D/I_G تا مقدارهای بالاتر از ۲ بود، که متأسفانه این امر محقق نشد. دلیل آن می‌تواند برهم‌کنش اثر متغیرهای فرایند پوشش‌دهی بر یکدیگر باشد. در نتیجه با توجه به پاسخ‌های به دست آمده از طیف‌سنجی رامان، بیش‌ترین مقدار I_D/I_G مربوط به شرایط پتانسیل اعمالی ۱۶ V، ۵٪ غلظت استیک اسید، با فاصله بین‌الکترودی ۴ میلی‌متر، در زمان ۶۰ دقیقه و دمای محیط (۲۴~۲۵°C) می‌باشد.

جدول ۲- خلاصه بهترین نتایج به دست آمده از بررسی تأثیر متغیرهای فرایند الکترونهشت

I_D/I_G	$FWHM_D$	$FWHM_G$	D	G	فاصله بین‌الکترودی (mm)	دما (°C)	چگالی جریان کاتدی (mA/cm^2)	زمان رسوب‌گذاری (min)	غلظت استیک اسید در الکترولیت (درصد وزنی)	پتانسیل اعمالی (V)
۰/۷۲	۱۳۰/۰۷	۹۷/۴۲	۱۳۵۹/۲۲	۱۵۸۸/۵۱	۴	۲۴~۲۵	۴۰/۶۳	۶۰	استیک اسید ۵/ وزنی	۸
۱/۶۵	۱۴۰/۹۶	۹۰/۱۲	۱۳۵۳/۰۴	۱۵۸۸/۹۳	۴	۲۴~۲۵	۵۰	۶۰	استیک اسید ۸/ وزنی	۸
۱/۹۲	۲۰۳/۶۲	۱۰۱/۰۴	۱۳۵۹/۱۸	۱۵۸۸/۱۴	۴	۲۴~۲۵	۱۲۵	۶۰	استیک اسید ۵/ وزنی	۱۶
۱/۱۷	۱۰۷/۴۷	۹۰/۹۷	۱۳۴۷/۰۱	۱۵۸۸/۵۲	۴	۴۵	۵۰	۶۰	استیک اسید ۵/ وزنی	۸
۱/۲	۹۸/۷۷	۶۵/۱۰	۱۳۴۶/۱۹	۱۵۹۸/۸۴	۴	۲۴~۲۵	۴۰/۶۳	۹۰	استیک اسید ۵/ وزنی	۸

¹ Gaussian



شکل ۹- طیف رامان بهترین شرایط آزمون؛ الف) ۴ mm، ب) ۸٪ استیک اسید، ج) ۱۶ V، د) ۴۵°C، ه) ۹۰ دقیقه، و) آزمایش انجام شده در شرایط منتخب

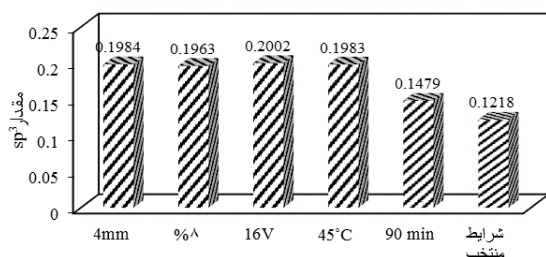
جدول ۳- نتایج آزمایش انجام شده در شرایط منتخب

پتانسیل اعمالی (V)	غلظت استیک اسید wt %	زمان رسوب گذاری (min)	چگالی جریان کاتدی (mA/cm²)	چگالی جریان آندی (mA/cm²)	دما (°C)	فاصله بین الکترودی (mm)	G	D	FWHM _G	FWHM _D	I _D /I _G
-۱۶	۸ wt %	۹۰	۱۷۵	۳۵	۴۵	۴	۱۶۰۴/۱۸	۱۳۳۸/۳۷	۵۱/۹۳	۸۷/۸۶	۱/۸

۳-۱-۱- محاسبه مقدار sp³

رامان استخراج نمود [۱۶]:

$$L_a \text{ (nm)} = \left(\frac{2}{4} \times 10^{-10} \right) \lambda^4 \left(\frac{I_D}{I_G} \right)^{-1} \quad (2)$$



شکل ۱۰- مقدار sp³ بهترین شرایط متغیرهای آزمون

در اینجا ۸ طول موج لیزر دستگاه طیف سنج رامان با واحد نانومتر است. در شکل ۱۱ ابعاد خوشه های کربنی به دست آمده از معادله (۲) برای هر کدام از بهترین شرایط متغیرهای ذکر شده، آورده شده است. افزایش I_D/I_G نشان دهنده کاهش

با استفاده از طیف سنجی رامان می توان مقدار پیوند sp³ را از طریق معادله (۱) به دست آورد [۱۵]. در شکل ۱۰ مقدار sp³ بهترین شرایط متغیرهای آزمون آورده شده است؛ براساس این شکل و معادله (۱) می توان دریافت که هرچه میزان عدد موج قله G کم تر باشد، مقدار پیوندهای sp³ افزایش می یابد. بیش ترین مقدار پیوندهای sp³ برابر با ۰/۲۰۰۲ و متعلق به شرایط آزمایش ۱۶ ولت و کم ترین مقدار برابر با ۰/۱۲۱۸ که شرایط منتخب مطابق با جدول ۸ دارا می باشد.

$$Sp^3 \text{ content} = \frac{0.24 - 48/9}{0.1580} \quad (1)$$

۳-۱-۲- محاسبه ابعاد خوشه های کربنی (L_a)

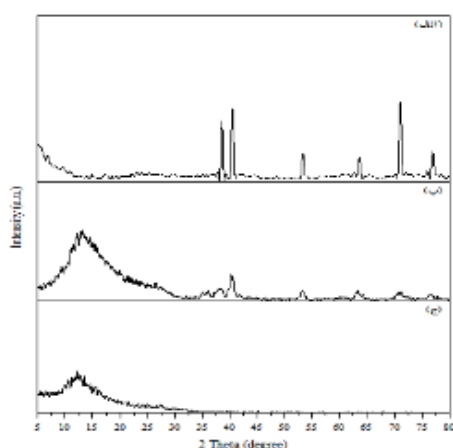
ابعاد خوشه های کربنی را می توان با کمک معادله ذیل از طیف



شده می‌باشد. همان‌طور که در این بخش گفته شد، بیش‌ترین مقدار I_D/I_G ، بیش‌ترین سهم پیوند sp^3 بیش‌ترین چگالی و کوچک‌ترین ابعاد خوشه‌های کربنی در پوشش DLC ایجاد شده توسط فرایند الکترونهشت مربوط به شرایط پتانسیل اعمالی ۱۶V، ۵٪ غلظت استیک اسید، با فاصله بین‌الکترودی ۴ میلی‌متر، در زمان ۶۰ دقیقه و دمای محیط ($24 \sim 25^\circ C$) می‌باشد. لذا، آزمون‌های مشخصه‌یابی آتی انجام‌شده در این پژوهش مربوط به پوشش ایجادشده با شرایط فوق می‌باشند.

۳-۲- آزمون پراش اشعه ایکس

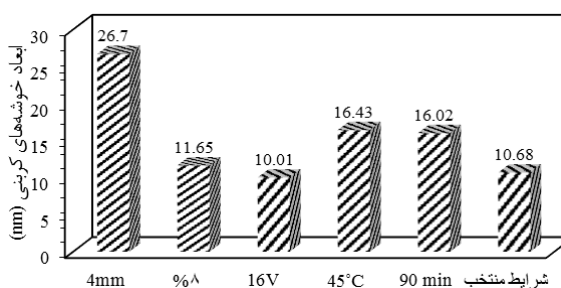
شکل ۱۳، نشان‌دهنده نمودار پراش اشعه ایکس برای پوشش DLC ایجادشده به روش الکترونهشت در شرایط پتانسیل اعمالی ۱۶V، ۵٪ غلظت استیک اسید، با فاصله بین‌الکترودی ۴ میلی‌متر، در زمان ۶۰ دقیقه و دمای محیط ($24 \sim 25^\circ C$) می‌باشد.



شکل ۱۳- نمودار پراش اشعه ایکس؛ (الف) زاویه 90° ، (ب) زاویه 2° ، (ج) زاویه 6°

در این پژوهش ابتدا آزمون XRD شکل ۱۳ قسمت (الف) گرفته شد. اما، باتوجه به اینکه در آنالیز XRD، به دلیل ضخامت کم پوشش و برخورد اشعه به سطح زیرلایه،

ابعاد خوشه‌های نانوذرات و افزایش میزان بی‌نظمی در لایه‌های نازک می‌باشد. همان‌طور که در شکل ۱۱ قابل مشاهده است، نمونه پوشش داده شده در پتانسیل اعمالی ۱۶ ولت دارای کم‌ترین مقدار ابعاد خوشه‌های کربنی ($10/01$ نانومتر) است.

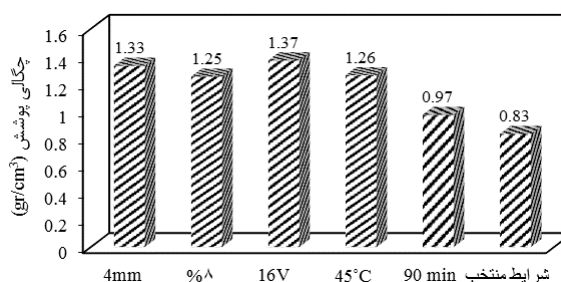


شکل ۱۱- ابعاد خوشه‌های کربنی بهترین شرایط به دست آمده برای متغیرهای فرایند پوشش‌دهی

۳-۱-۳- چگالی پوشش DLC

با توجه به معادله (۳) که برای به دست آوردن چگالی پوشش کربن الماس‌گون می‌باشد، اطلاعات به دست آمده در شکل ۱۲ نمایش داده شده‌است.

$$\rho \left[\frac{g}{cm^3} \right] = 0.257 + 0.011 FWHM_G [cm^{-1}] \quad (3)$$



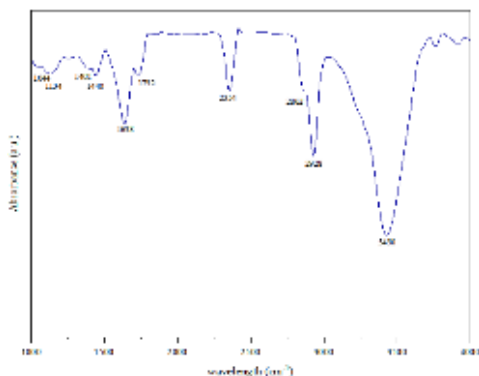
شکل ۱۲- چگالی پوشش DLC به دست آمده از آزمایش با متغیرهای مختلف

باتوجه به شکل ۱۲، بیش‌ترین چگالی پوشش ($1/37 g/cm^3$) مربوط به آزمایش با پتانسیل اعمالی ۱۶ ولت می‌باشد و کم‌ترین چگالی ($0/83 g/cm^3$) متعلق به شرایط منتخب انجام



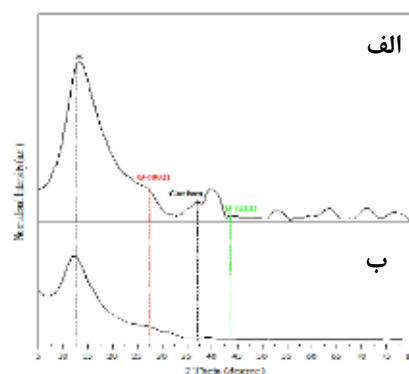
استفاده شد. هر یک از قله‌های مشخص شده در طیف مادون قرمز بیانگر پیوندهای خاصی در پوشش DLC ایجاد شده با شرایط پتانسیل اعمالی ۱۶ ولت می‌باشند. قله‌های موجود در شکل ۱۵ به شرح ذیل می‌باشند:

حدود 1044 cm^{-1} بیانگر پیوند CO-O-CO (ترکیب انیدرید)، حدود 1134 cm^{-1} بیانگر ارتعاشات کششی C-O، حدود 1402 cm^{-1} بیانگر پیوند O-H گروه کربوکسیلیک اسید، حدود 1440 cm^{-1} بیانگر CH_3 خمشی یا CH_2 آلیفاتیک، حدود 1638 cm^{-1} بیانگر ارتعاشات کششی آلینیک C=C، حدود 1732 cm^{-1} بیانگر پیوند آروماتیک C-H، حدود 2354 cm^{-1} بیانگر CO_2 موجود در هوا، حدود 2862 cm^{-1} بیانگر $\text{CH}_2\text{ sp}^3$ کربن‌های هیدروژن‌دار، حدود 2928 cm^{-1} بیانگر حالت کششی C-H sp^3 گروه آلکان و در نهایت حدود 3430 cm^{-1} بیانگر حالت کششی O-H گروه الکل می‌باشند [۱۷-۲۶].
باتوجه به اطلاعات مطرح شده، پوشش DLC ایجاد شده در شرایط پتانسیل اعمالی ۱۶۷، ۵٪ غلظت استیک اسید، با فاصله بین‌الکترودی ۴ میلی‌متر، در زمان ۶۰ دقیقه و دمای محیط ($24\sim 25^\circ\text{C}$)، پوشش کربن الماس‌گون هیدروژن‌دار a-C:H می‌باشد.



شکل ۱۵- طیف FT-IR پوشش DLC ایجاد شده در پتانسیل اعمالی ۱۶ ولت

پیک‌هایی با شدت بالا از سطح زیرلایه تیتانیومی را شناسایی کرد و ساختار پوشش قابل شناسایی نبود، بدین منظور از آزمون Grazing جهت شناسایی ماهیت آمورف گونه پوشش تشکیل شده استفاده شد. قسمت (ب) شکل ۱۳، نشان دهنده آنالیز انجام شده در زاویه ۲ درجه می‌باشد، در این بخش اثر خمیر استفاده شده برای ثابت نگه داشتن نمونه در طول آنالیز پراش اشعه ایکس به دلیل کوچک بودن ابعاد در $12/5^\circ$ مشاهده شد. برای تفکیک این اثر آنالیز دیگری در زاویه $0/6^\circ$ درجه انجام شد (قسمت ج) شکل ۱۳). با توجه به شکل ۱۴ قله‌های مشخص شده $26/3^\circ$ ، $36/3^\circ$ و $43/2^\circ$ به ترتیب مربوط به صفحه (۰۰۲) گرافیت، کربن و صفحه (۱۱۱) الماس می‌باشند [۷].



شکل ۱۴- تفکیک پیک‌های پراش اشعه ایکس؛ الف) زاویه 2° ، ب) زاویه $0/6^\circ$

۳-۳- طیف‌سنجی تبدیل فوری-مادون قرمز (FT-IR)

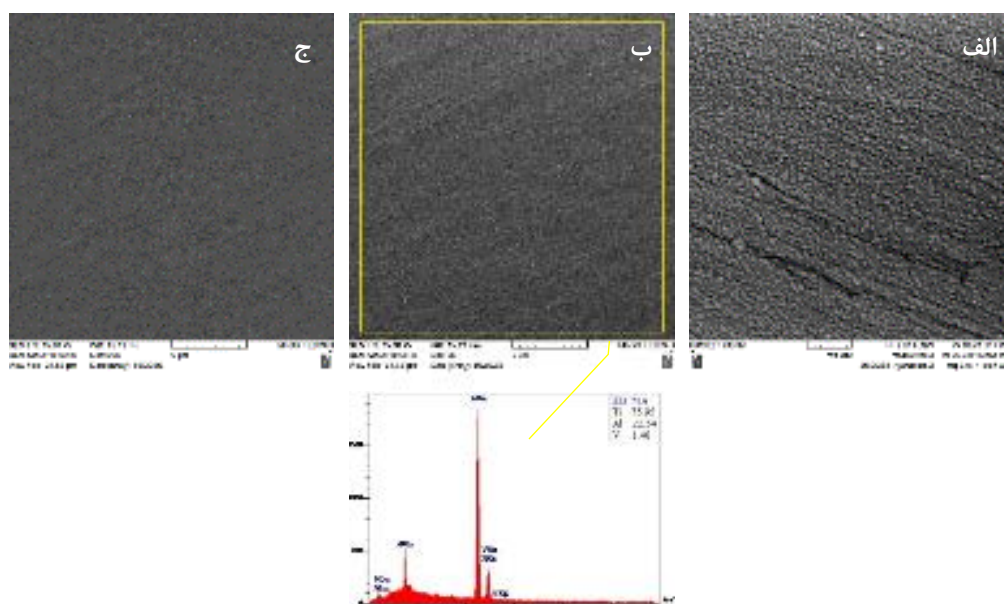
جهت تکمیل بررسی پیوندهای مولکولی موجود در پوشش DLC که برخی از پیوندهای فعال فروسرخ می‌باشند، همچون پیوندهای قطبی و مولکول‌های غیرمتقارن از طیف‌سنجی فروسرخ استفاده شد [۱۷]. در این پژوهش مطابق شکل ۱۵، از پرتوی فروسرخ میانه در محدوده $1000-4000\text{ cm}^{-1}$



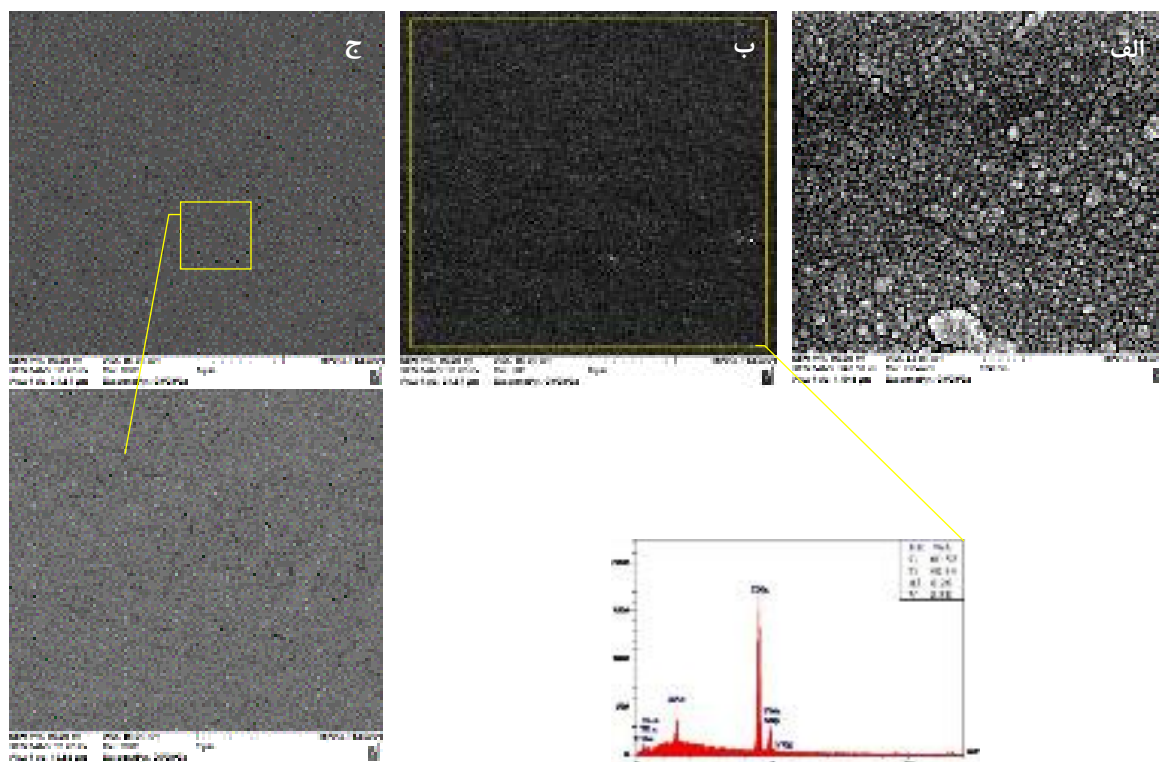
۳-۴- تصاویر FE-SEM

ابتدا در شکل ۱۶، تصاویری از مورفولوژی سطح زیرلایه تیتانیومی مورد استفاده در این پژوهش آورده شده است. سپس در شکل ۱۷، تصاویر مورفولوژی سطح پوشش DLC ایجادشده با مشخصات آزمایش منتخب مطابق با جدول ۳ نشان داده شده است. در شکل ۱۸ نیز، تصاویر مورفولوژی سطح پوشش DLC ایجادشده در شرایط پتانسیل اعمالی ۱۶۷، ۵٪ غلظت استیک اسید، با فاصله بین‌الکترودی ۴ میلی‌متر، در زمان ۶۰ دقیقه و دمای محیط ($25^{\circ}\text{C} \sim 24^{\circ}\text{C}$) نمایش داده شده است. در آخر شکل ۱۹، تصاویر گرفته‌شده از ضخامت پوشش DLC ایجادشده که مورفولوژی آن در شکل ۱۸ نشان داده شد، گزارش شده است. شکل ۱۶، مورفولوژی سطح زیرلایه تیتانیومی فاقد پوشش را نشان می‌دهد. باتوجه به حساسیت پوشش‌دهی در مقیاس نانومتری، آماده‌سازی سطح نمونه بسیار اهمیت دارد. زیرا، شکل نهایی مورفولوژی پوشش ایجادشده در این مقیاس همان‌طور که در بخش (الف) شکل ۱۷

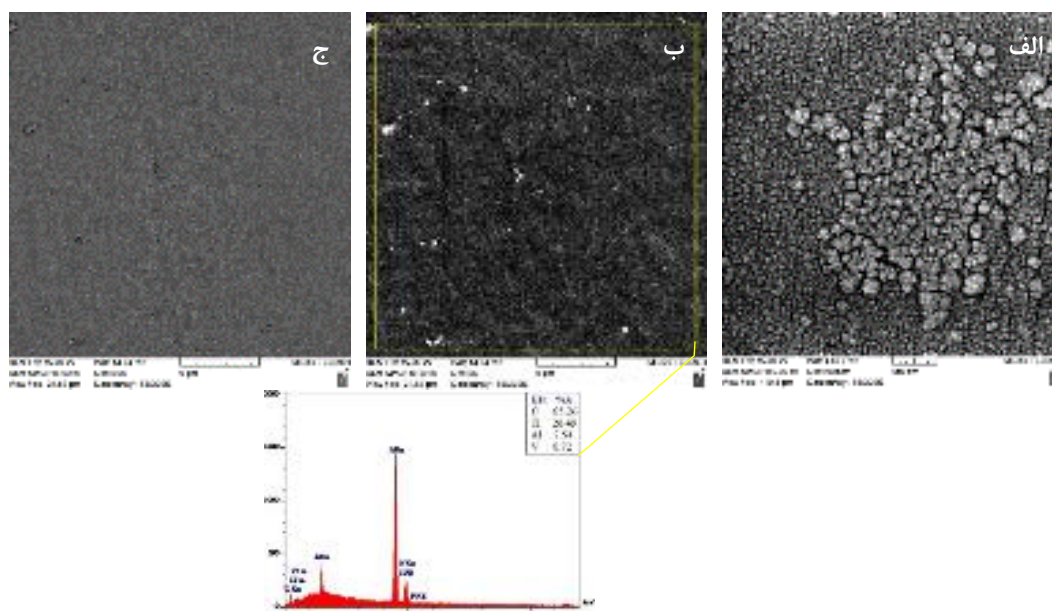
و شکل ۱۸ نشان داده شده، به سطح پرداخت‌کاری‌شده زیرلایه وابسته است. پوشش ایجادشده مطابق با جدول ۳، به دلیل برهم‌کنش متغیرهای فرایند پوشش‌دهی بر یکدیگر، انتظارات را جهت افزایش نسبت Id/Ig برآورده نکرد؛ در این بخش نیز برای تکمیل موضوع مورد اشاره در شکل ۱۷ قسمت (ج)، مشاهده می‌شود که پوشش ایجادشده با این شرایط دارای ترک‌های بی‌شماری در سطح خود می‌باشد. در شکل ۱۸، مورفولوژی سطح پوشش DLC ایجادشده در پتانسیل اعمالی ۱۶ ولت نشان داده شده است. در قسمت (الف) این شکل مشاهده می‌شود که با افزایش پتانسیل اعمالی نسبت به شکل ۱۷، دانه‌ها رشد کرده و بیش‌تر فشرده شده‌اند. به گزارش مقدم و همکاران [۲۷]، فیلم‌های DLC تولیدشده در پتانسیل کم، ساختار دانه ریزتری نسبت به فیلم‌های لایه نشانی‌شده در پتانسیل الکتریکی بالا دارند؛ همچنین در اثر افزایش دمای حمام رشد دانه‌ها اتفاق می‌افتد و مقدار فشردگی فیلم‌ها افزایش می‌یابد.



شکل ۱۶- مورفولوژی سطح زیرلایه تیتانیومی؛ (الف) تصویر In-Beam، (ب) تصویر SE به همراه آنالیز EDS آن، (ج) تصویر BSE



شکل ۱۷- موفولوژی سطح پوشش DLC ایجادشده با مشخصات: (الف) تصویر In-Beam، (ب) تصویر SE به همراه آنالیز EDS آن، (ج) تصویر BSE با دو بزرگ‌نمایی مختلف



شکل ۱۸- موفولوژی سطح پوشش DLC ایجادشده با مشخصات پتانسیل اعمالی ۱۶ V، ۵٪ غلظت استیک اسید، با فاصله بین الکترودی ۴ میلی‌متر، در زمان ۶۰ دقیقه و دمای محیط (۲۵~۲۴)°C: (الف) تصویر In-Beam، (ب) تصویر SE به همراه آنالیز EDS آن، (ج) تصویر BSE



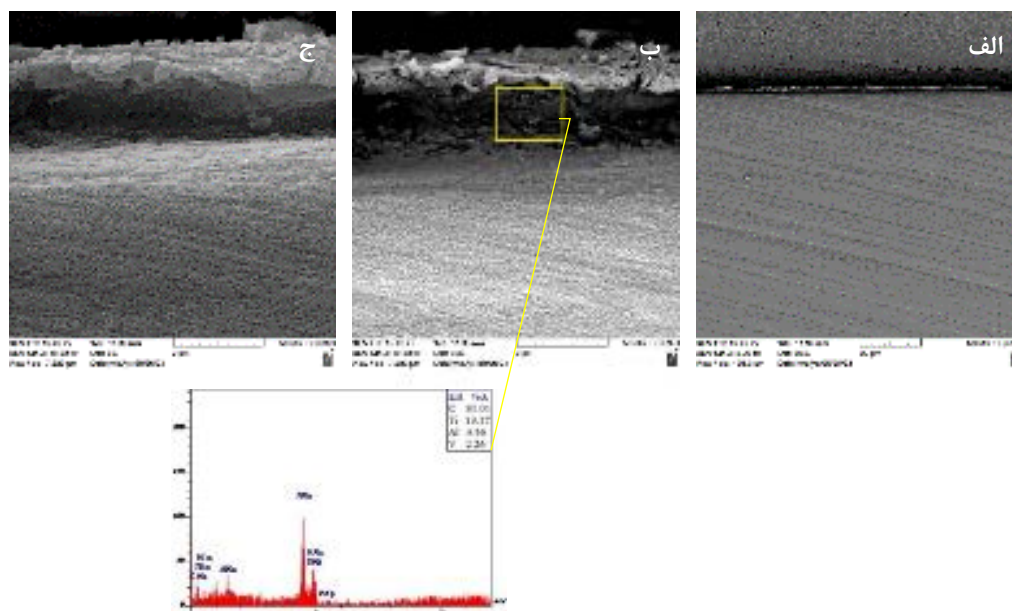
۵٪ غلظت استیک اسید، با فاصله بین‌الکترودی ۴ میلی‌متر، در زمان ۶۰ دقیقه و دمای محیط ($24\sim 25^{\circ}\text{C}$) حاصل شد و از مشخصه‌یابی و بررسی طیف‌سنجی رامان، آزمون پراش اشعه ایکس، طیف‌سنجی تبدیل فوریه‌ی مادون قرمز (FT-IR) و تصاویر FE-SEM پوشش مذکور نتایج ذیل به دست آمد:

۱. به کمک طیف‌سنجی رامان مقدار I_D/I_G برابر $1/92$ ، محتوای sp^3 پوشش ۲۰٪، ابعاد خوشه‌های کربنی $10/01$ نانومتر و چگالی آن $1/37 \text{ g/cm}^3$ محاسبه شد.
۲. در آنالیز XRD ماهیت آمورف گونه ساختار پوشش مشاهده شد و در تکمیل آن آزمون FT-IR ساختار کربن الماس‌گون هیدروژن‌دار a-C:H را تایید کرد.
۳. در طی آنالیز FE-SEM مشخص گردید که موفولوژی سطح پوشش نانومتری از همگنی خوبی با ضخامت $1/74 \pm 0/17 \mu\text{m}$ برخوردار است.

بنابراین، پوشش‌دهی باید در دما، غلظت و پتانسیل مناسب انجام گیرد. به این ترتیب، همان‌طور که در توضیحات بخش‌های قبلی اشاره شد، پوشش به دست آمده در شکل ۱۸ دارای بهترین شرایط جهت لایه‌نشانی می‌باشد. میانگین ضخامت پوشش تشکیل‌شده مطابق شکل ۱۹، برابر با $1/74 \pm 0/17 \mu\text{m}$ می‌باشد.

۴- نتیجه‌گیری

این پژوهش با هدف ایجاد پوشش کربن الماس‌گون (DLC) روی تیتانیم به روش الکترونهشت ولتاژ پائین انجام شد. متغیرهای مورد بررسی تاثیرگذار بر کیفیت پوشش پتانسیل اعمالی، غلظت استیک اسید در حمام الکترولیت، فاصله بین‌الکترودی، زمان و دمای پوشش‌دهی بودند. بهترین شرایط لایه نشانی پوشش DLC توسط فرایند الکترونهشت در این تحقیق مربوط به شرایط پتانسیل اعمالی ۷ V،



شکل ۱۹- ضخامت پوشش DLC ایجادشده با مشخصات جدول (۷؛ الف) تصویر BSE با بزرگ‌نمایی ۲۰۰۰ برابر، (ب) تصویر BSE با بزرگ‌نمایی ۳۰/۰۰۰ برابر به همراه آنالیز EDS آن، (ج) تصویر SE با بزرگ‌نمایی ۳۰/۰۰۰ برابر



مراجع

- 2004.
- [10]. R. Roy, B. Deb, B. Bhattacharjee, and A. Pal, "Synthesis of diamond-like carbon film by novel electrodeposition route", *Thin solid films*, vol. 422, no. 1-2, pp. 92-97, 2002.
- [11]. S. Gupta, R. Roy, B. Deb, S. Kundu, and A. Pal, "Low voltage electrodeposition of diamond-like carbon films", *Materials letters*, vol. 57, no. 22-23, pp. 3479-3485, 2003.
- [12]. S. Wan, H. Hu, G. Chen, and J. Zhang, "Synthesis and characterization of high voltage electrodeposited phosphorus doped DLC films", *Electrochemistry Communications*, vol. 10, no. 3, pp. 461-465, 2008.
- [۱۳]. حبیب‌زاده اصل ممقانی. پوریا، بررسی خواص تریبولوژی و زیست‌سازگاری پوشش کربنی الماس‌گون (DLC) ایجادشده روی تیتانیوم به روش الکترولیز ولتاژ پائین، (۱۴۰۲) پایان‌نامه کارشناسی‌ارشد، دانشگاه علم و صنعت ایران.
- [14]. T. Falcade et al., "Electrodeposition of diamond-like carbon films on titanium alloy using organic liquids: Corrosion and wear resistance", *Applied Surface Science*, vol. 263, pp. 18-24, 2012.
- [15]. A. Singha, A. Ghosh, A. Roy, and N. R. Ray, "Quantitative analysis of hydrogenated diamondlike carbon films by visible Raman spectroscopy", *Journal of applied physics*, vol. 100, no. 4, 2006.
- [16]. M. Pimenta, G. Dresselhaus, M. S. Dresselhaus, L. Cancado, A. Jorio, and R. Saito, "Studying disorder in graphite-based systems by Raman spectroscopy", *Physical chemistry chemical physics*, vol. 9, no. 11, pp. 1276-1290, 2007.
- [17]. V. Tucureanu, A. Matei, and A. M. Avram, "FTIR spectroscopy for carbon family study", *Critical reviews in analytical chemistry*, vol. 46, no. 6, pp. 502-520, 2016.
- [18]. R. Sharma, P. Barhai, and N. Kumari, "Corrosion resistant behaviour of DLC films", *Thin Solid Films*, vol. 516, no. 16, pp. 5397-5403, 2008.
- [19]. S. Kundoo, P. Saha, and K. Chattopadhyay, Y. Peng, J. Peng, Z. Wang, Y. Xiao, and X. Qiu, "Diamond-like carbon coatings in the biomedical field: properties, applications and future development", *Coatings*, vol. 12, no. 8, p. 1088, 2022.
- [2]. M. R. Derakhshandeh et al., "Diamond-like carbon thin films prepared by pulsed-DC PE-CVD for biomedical applications", *Surface Innovations*, vol. 6, no. 3, pp. 167-175, 2018.
- [3]. T. Zhang et al., "Wear and corrosion properties of diamond like carbon (DLC) coating on stainless steel, CoCrMo and Ti6Al4V substrates", *Surface and Coatings Technology*, vol. 273, pp. 12-19, 2015.
- [4]. G. Dearnaley and J. H. Arps, "Biomedical applications of diamond-like carbon (DLC) coatings: A review", *Surface and Coatings Technology*, vol. 200, no. 7, pp. 2518-2524, 2005.
- [5]. K. Sreejith, J. Nuwad, and C. Pillai, "Low voltage electrodeposition of diamond like carbon (DLC)", *Applied surface science*, vol. 252, no. 2, pp. 296-302, 2005.
- [6]. Y. Namba, "Attempt to grow diamond phase carbon films from an organic solution", *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, vol. 10, no. 5, pp. 3368-3370, 1992.
- [7]. H. Pang, X. Wang, G. Zhang, H. Chen, G. Lv, and S. Yang, "Characterization of diamond-like carbon films by SEM, XRD and Raman spectroscopy", *Applied Surface Science*, vol. 256, no. 21, pp. 6403-6407, 2010.
- [8]. T. M. Manhabosco and I. L. Muller, "Electrodeposition of diamond-like carbon (DLC) films on Ti", *Applied Surface Science*, vol. 255, no. 7, pp. 4082-4086, 2009.
- [9]. S. Gupta, M. P. Chowdhury, and A. Pal, "Synthesis of DLC films by electrodeposition technique using formic acid as electrolyte", *Diamond and related materials*, vol. 13, no. 9, pp. 1680-1689,



- "Electron field emission from nitrogen and sulfur-doped diamond-like carbon films deposited by simple electrochemical route", *Materials Letters*, vol. 58, no. 30, pp. 3920-3924, 2004.
- [20]. M. Eluyemi et al., "Synthesis and characterization of graphene oxide and reduced graphene oxide thin films deposited by spray pyrolysis method", *Graphene*, vol. 5, no. 3, pp. 143-154, 2016.
- [21]. C. Nethravathi and M. Rajamathi, "Chemically modified graphene sheets produced by the solvothermal reduction of colloidal dispersions of graphite oxide", *Carbon*, vol. 46, no. 14, pp. 1994-1998, 2008.
- [22]. G. Lazar, K. Zellama, I. Vascan, M. Stamate, I. Lazar, and I. Rusu, "Infrared absorption properties of amorphous carbon films", *J. Optoelectron. Adv. Mater.*, vol. 7, no. 2, pp. 647-652, 2005.
- [23]. N. Dwivedi, S. Kumar, I. Rawal, and H. K. Malik, "Influence of consumed power on structural and nano-mechanical properties of nano-structured diamond-like carbon thin films", *Applied surface science*, vol. 300, pp. 141-148, 2014.
- [24]. P. K. Chu and L. Li, "Characterization of amorphous and nanocrystalline carbon films", *Materials chemistry and physics*, vol. 96, no. 2-3, pp. 253-277, 2006.
- [25]. F. Aghamir and A. Momen-Baghdadabad, "Characteristics of tungsten layer deposited on graphite substrate by a low energy plasma focus device at different angular position", *Thin Solid Films*, vol. 685, pp. 108-116, 2019.
- [26]. Y. Hayashi et al., "Spectroscopic properties of nitrogen doped hydrogenated amorphous carbon films grown by radio frequency plasma-enhanced chemical vapor deposition", *Journal of Applied Physics*, vol. 89, no. 12, pp. 7924-7931, 2001.
- [27]. M. Navvab Moghaddam and S. Khameneh Asl, "A Review on Applications and Tribological Properties of Diamond-Like Carbon Coatings", *Journal of Studies in Color World*, vol. 9, no. 3, pp. 1-14, 2019.

Characterization of Diamond-Like Carbon Coating (DLC) Deposited by Low Voltage Electrolytic Deposition Method with Raman Spectroscopy

Pouria Habibzadeh Asl Momghani^{1*}, Alireza Zakari²

¹ Master's degree, Faculty of Materials Engineering and Metallurgy, Iran University of Science and Technology, Tehran, Iran

² Associate Professor, Faculty of Materials Engineering and Metallurgy, Iran University of Science and Technology, Tehran, Iran

* Pouriahabibzadeh@gmail.com

Abstract: In the current research, Characterization of diamond-like carbon coating (DLC) deposited by low voltage electrolytic deposition method with Raman spectroscopy, the effect of diamond-like carbon coating to modify the surface of Ti-6Al-4V alloy was evaluated by examining its tribological properties and biocompatibility using the electrolytic deposition method at an applied potential of 16 volts. In this regard, the effect of deposition process variables such as the concentration of constituents of the electrolyte bath, inter-electrode distance, applied potential, temperature and time on the quality of the formed coating was studied. The nature and structural characteristics of the coating obtained in the best operating conditions were identified with the help of Raman spectroscopy and it was found that the ID/IG ratio is equal to 1.92, the sp^3 content is 20%, the carbon clusters are 10.01 nm in size, and its density is 1.37 g/cm³. In the completion of Raman spectroscopy, the amorphous structure of the coating was detected by GIXRD test and the formation of hydrogenated diamond-like carbon coating (a-C:H) was detected by FT-IR spectroscopy. FE-SEM microscope was used to investigate the microstructure of the coating cross-section and the morphology of the used surface and a thickness of $1.74 \pm 0.17 \mu\text{m}$ was detected.

Keywords: Ti6Al4V alloy, Diamond-like carbon, Low voltage electrolysis, Raman spectroscopy.