

جامعة قاصدي مرباح ورقلة

رقم الترتيب:.....
رقم التسلسلي:.....

كلية الرياضيات وعلوم المادة

قسم الفيزياء



مذكرة

ماستر أكاديمي

مجال: علوم المادة

فرع: فيزياء

تخصص : فيزياء الإشعاعات، كاشف وبصريات إلكترونية

من إعداد : بلحاج حسبية

بعنوان:

تأثير التركيب الكيميائي للمساند على التفاعل البيني بين طبقات رقيقة من التيتان و
مساند فولاذية

نوقشت يوم: 29 / 05 / 2016

أمام لجنة المناقشة المكونة من:

رئيسا	جامعة ورقلة	أستاذ تعليم عال	أ. بوكراع عمر
مناقشا	جامعة ورقلة	أستاذ مساعد (أ)	أ.غربي ابراهيم
مناقشا	جامعة ورقلة	أستاذة محاضرة (أ)	أ.بلعكروم كريمة
مشرفا	جامعة ورقلة	أستاذ محاضر (أ)	أ.غرياني رشيد

الموسم الجامعي : 2015/2016

تشكرات

الحمد لله الذي أنار لي درب العلم و المعرفة ووفقني في انجاز هذا العمل اتوجه بجزيل الشكر والامتنان إلى كل من ساعدني من قريب او بعيد على أنجاز هذا العمل . خاصة أستاذي الفاضل الدكتور غرياني راشيد الذي رافقني طيلة أنجاز هذا العمل بنصائحه و توجيهاته القيمة و الذي ساعدني كثير في أنجاز هذه المذكرة .

كما أتقدم بجزيل الشكر الى أساتذتي الكرام على قبولهم مناقشة هذا العمل

. الاستاذ بوكراع عمر أستاذ تعليم عالي بجامعة قاصدي مرباح ورقلة رئيس لجنة المناقشة .

. الاستاذ غربي إبراهيم أستاذ مساعد(أ) , الاستاذة بلعروم كريمة أستاذة محاضرة (أ).

كما أشكر كل أعضاء فريق البحث بمخبر الإشعاع و البلازما وفيزياء السطوح بقسم علوم المادة جامعة قاصدي مرباح ورقلة .

و أقدم خالص الشكر لكل صديقاتي في الدفعة .

اهداء

إلى من أجلسني على مقعد الدراسة , فغرس في نفسي حب العلم وأمدني بما
أسعفني على تحصيله، أبي الغالي قدرني الله على طاعته .

إلى التي كانت ولا زالت تتعب معي إلى من غمرتني بدعائها و بحنانها كيف لا و الجنة تحت قدميها

والدتي العزيزة قدرني الله على طاعتها

إلى من كانوا رمزا للإخوة و الصداقة و الوفاء إلى أخواتي الأعتز .

إلى كل صديقاتي و خاصة منهم: بن حامد عقيلة, نور خلف.

إلى كل هؤلاء اهدي ثمرة هذا العمل المتواضع .



فهرس الأشكال

فهرس الأشكال

الصفحة	الرقم	العنوان
05	1 - I	منحني اتزان الأطوار (تيتان - كربون)
08	2-II	منحني اتزان الأطوار (كربون - حديد)
10	1-III	تقنيات ترسيب الطبقات الرقيقة
11	2-III	رسم تخطيطي لترسيب كيميائي حراري للبخار ذو الجدار الساخن
11	3-III	رسم تخطيطي لترسيب كيميائي مدعم بالبلازما للبخار
15	1-IV	مخطط لأنبوب كوليديج للأشعة السينية
16	2- IV	مخطط يوضح انعكاس الأشعة السينية عبر شبكة بلورية (انعراج براغ)
18	3- IV	رسم تخطيطي لجهاز الرش المهبطي
21	4-VI	منحي يوضح مراحل التلدين
23	5-VI	صورة توضح غرفة العينة و ملحقاتها
24	6-VI	رسم تخطيطي لمجهر الالكتروني الماسح
27	V_1	الاثر المحصل عليه باستعمال الشاهد الميكانيكي
29	2-V	مخطط إنعراج الأشعة السينية لطبقات رقيقة من التيتان قبل المعالجة الحرارية
30	3-V	مخطط إنعراج الأشعة السينية ملدنة عند 400 درجة مئوية لمدة نصف ساعة
32	4-V	الدراسة المورفولوجية لحالة سطح العينات بعد الترسيب و قبل المعالجة الحرارية بالمجهر الالكتروني الماسح (MEB)
32	5-V	الدراسة المورفولوجية لحالة سطح العينات بعد الترسيب و بعد المعالجة الحرارية عند 800 م° لمدة نصف ساعة بالمجهر الالكتروني الماسح (MEB)
33	V_6	مخطط يمثل طيف EDS لطبقات رقيقة من التيتانمرسبة على مساند من الفولاذ بدون معالجة حرارية
34	V_7	مخطط يمثل طيف EDS لمساند فولاذية بعد المعالجة الحرارية عند 800 درجة مئوية لمدة نصف ساعة
34	V_8	مخطط يمثل طيف EDS لطبقات رقيقة من التيتانمرسبة على الفولاذ بعد المعالجة الحرارية عند 800 درجة مئوية لمدة نصف ساعة

فهرس الجداول

فهرس الجداول

الصفحة	الرقم	العنوان
06	1 . II	بعض المقادير الأساسية للخواص الفيزيائية للفولاذ
09	2 . II	النسب القسوى للشوائب في الفولاذ الكربوني
18	1 . IV	الخصائص الأساسية لنظام (EDS)
25	1 . V	نسب العناصر الداخلة في تركيب الداخلة في تركيب المساند
26	2 . V	الشروط التجريبية لعملية التنظيف الأيوني و الترسيب
35	3 . V	جدول يبين تغير تراكيز العناصر
36	4 . V	بعض الخواص الفيزيائية و الميكانيكية لكربيد التيتان بدلالة تركيز الكربون
38	5 . V	متغيرات الانتشار
38	6 . V	جدول يلخص أهم العناصر الظاهرة في مخططات انعراج الأشعة السينية لمختلف العناصر
39	7 . V	جدول يلخص أهم العناصر الظاهرة في مخططات التحليل الكيفي و الكمي بمطيافية الأشعة السينية

أهداء

تشكرات

الفهرس

فهرس الأشكال

فهرس الجدوال

01

المقدمة العامة

الفصل الاول : كربيد التيتان

03

1. كربيد التيتان

03

1.1. مقدمة

03

1.2. تعريف

03

1.3. الخواص الفيزيائية و الكيميائية

03

1.1.3. الخواص الفيزيائية

03

1.2.3. الخواص الكيميائية

04

1.4. مجالات إستعماله

04

1.5. بيان ائزان الاطوار Ti - C

الفصل الثاني : عموميات حول الفولاذ

06

1. مقدمة

06

2. تعريف الفولاذ

06

3. بيان ائزان الاطوار حديد - كربون

07

4. الحديد النقي Fe

07

1. تعريف

07

2. أنواع الحديد

08

5. أنواع الفولاذ

08

5.1. الفولاذ القاسي جدا

08

5.2. الفولاذ الأقل قساوة

09	II.6 . تصنيف الفولاذ
	الفصل الثالث : الطبقات الرقيقة و طرق ترسيبها
10	III.1 . مقدمة
10	III.2 . الطرق العامة لتوضع الطبقات الرقيقة
11	1.2 . III. التوضع الكيميائي للطور البخاري (CVD)
11	2.1.1.1. III. انواع الترسيب الكيميائي للبخار
13	2.2. III. التوضع الفيزيائي للطور البخاري (PVD)
13	2.2.1.1. III. انواع الترسيب الفيزيائي للبخار
	الفصل الرابع : التقنيات المستعملة في الدراسة
	IV.1 . الاشعة السينية
14	1.1. IV. مقدمة
14	1.2. IV. انتاج الاشعة السينية
15	1.3. IV. حيود الاشعة السينية
16	1.4. IV. قانون براغ
17	1.5. IV. إمتصاص الأشعة السينية
17	2. IV. مطيافية أصفاء الطاقة (EDS)
18	3. IV. الرش المهبطي
19	3.2. IV. أنواع الرش المهبطي
19	4. IV. المعالجة الحرارية
19	4.1. IV. تعريف
20	4.2. IV. عوامل المعالجة الحرارية
20	4.3. IV. أنواع المعالجة الحرارية
21	4.4. IV. أهداف المعالجة الحرارية
21	5. IV. المجهر الالكتروني الماسح
22	5.1. IV. مبدأ عمل المجهر الالكتروني الماسح
22	5.2. IV. مكونات المجهر الالكتروني الماسح

الفصل الخامس : الجانب العملي (المناقشة و تحليل النتائج)

25	V.1. الفولاذ المستعمل
25	V. 2. تحضير العينات
25	V.1.2. التقطيع و الصقل الميكانيكي
25	V.2.2. التنظيف الكيميائي
26	V.3.2. التنظيف الأيوني
26	V.4.2. ترسيب الطبقات الرقيقة
27	V.3. المعالجة الحرارية
27	V.4. قياس سمك الطبقة الرقيقة
28	V.5. التحليل بواسطة إنعراج الأشعة السينية
31	V.6. الدراسة بالمجهر الإلكتروني الماسح
33	V.7. التحليل الكمي والكيفي بواسطة مطيافية الأشعة السينية
33	V.1.7 التحليل الكيفي
35	V.2.7 التحليل الكمي
37	V. 8. المناقشة
40	الخلاصة العامة
41	قائمة المراجع

العلماء العلماء

المقدمة :

تعد تقنية الطبقات الرقيقة من أهم التقنيات التي عرفت تطورا سريعا في مجال الميكرواليكترونيك و لقد استخدمت في الكثير من التطبيقات العملية منها تصنيع الخلايا الشمسية و الضوئية , صناعة الكواشف. [1]

ان لسبائك الحديد أهمية كبيرة في مجال الصناعة ومن اهم السبائك هي الصلب (الفولاذ) و الحديد الزهر و هي سبائك للحديد مع الكربون, ولتحسين خصائص الفولاذ نستعمل عدة طرق من بينها المعالجة الحرارية و السطحية بدون طبقة و بترسيب طبقة من مادة ذات الخواص المرغوب فيها. [2]

لكربيدات العناصر الانتقالية عدة تطبيقات تكنولوجية وتدخل في كثير من المجالات الصناعية كأدوات القطع و القطع العاملة تحت اجهادات ميكانيكية و حرارية عالية .

من المعادن الانتقالية عنصر التيتان الذي يتميز بعدة خواص منها مقاومته لدرجة الحرارة العالية حتى 600 _ 800 °م, الناقلية الجيدة للكهرباء و الحرارة , مقاومته للتآكل و الصدأ. [3]

في هذا العمل سنتطرق إلى دراسة التفاعل بين طبقات رقيقة من (التيتان) و مساند من الفولاذ X210Cr12 الذي يحتوي على 2.07 % من الكربون تحت تأثير المعالجة الحرارية في أنبوب من الكوارتز مفرغ من الهواء (10^{-4} ميلي بار), الهدف من هذا العمل هو الحصول على كربيد التيتان TiC ذو الخواص الفيزيائية و خاصة الحرارية و الميكانيكية الجيدة .

بالإضافة إلى المقدمة , الخلاصة العامة و قائمة المراجع المستعملة يشمل هذا العمل على خمسة فصول.

الفصل الأول يتطرق الى كربيد التيتان و خصائصه و مجالات استعماله و بيان اتران الأطوار (كربون _ تيتان) إما الفصل الثاني يتطرق إلى عموميات حول الفولاذ و بيان اتران الأطوار (كربون _ حديد) أنواعه و تصنيفاته و الفصل الثالث نقدم فيه طرق ترسيب الطبقات الرقيقة و أنواعها .

المقدمة العامة

الفصل الرابع يشمل التقنيات المستعملة في الدراسة و فيما يخص الفصل الخامس نتطرق من خلاله الى الجانب العملي و تحليل و مناقشة النتائج و فيه تحضير العينات : التقطيع, الصقل الميكانيكي , التنظيف الكيميائي و الأيوني ثم نتطرق إلى تقنية و شروط ترسيب الطبقة و قياس سمكها و معالجتها حراريا ثم الدراسة باستعمال الأشعة السينية و التحليل الكمي و الكيفي بواسطة مطيافية الأشعة السينية (EDS) في المجهر الالكتروني الماسح (MEB) .

الفصل الأول :-

كربيد التيتان

1. كربيد التيتان

1.1 . مقدمة:

إن سبائك التيتانيوم عبارة عن عنصر التيتانيوم مضاف إليه عناصر سبائكية كالكروم و الالومنيوم و الفاناديوم و الموليبدنيوم و القصدير و معادن أخرى و لهذه السبائك مجال استخدام واسع وهذا لتمييزها بخواص ميكانيكية منها مقاومتها للصدأ و درجات الحرارة العالية. [3]

1.2. تعريف :

التيتان عنصر كيميائي لونه ابيض فضي رمزه Tiرقمه الذري 22 و كتلته المولية 47,86 غ/مول يتميز التيتان بأرتفاع مقاومته ضد الصدأ ا و هو فلز أنتقالي خفيف الوزن . [2]

1.3 . الخواص الفيزيائية و الكيميائية : [4]

1.1.3. الفيزيائية :

- لامع ذو كثافة عالية .
- درجة أنصهار عالية تقدر ب 1668 درجة مئوية .
- صلب و ناقل جيد للكهرباء و الحرارة .
- مقاوم لدرجات الحرارة العالية(من 600 إلى 800 م°).

1.2.3. الكيميائية :

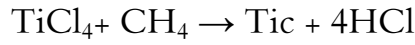
- مقاوم للتآكل و الصدأ .
- يتفاعل بسهولة مع الأكسجين .

1.4. مجالات إستعماله: [2]

يستعمل التيتانيوم و سبائكه في عدة مجالات التي تلعب فيها المتانة النوعية و المقاومة الجيدة ضد الصدأ الدور الأساسي فيستخدم فيما يلي :

- صناعة الطائرات و الصواريخ .
- صناعة المكائن المنتجة للكيماويات .
- يخلط مع الفولاذ لخفض محتوى الكربون لمقاومة الصدأ.
- يستعمل في مجال الطب . [2]

. يعتبر كربيد التيتان المرسب بطرق CVD و PVD الأكثر دراسة وكان أول استعمال له بطريقة CVD في سنة 1950 وفي هذه طريقة يأني الكربون من الميثان حسب المعادلة الكيميائية: [5]



كما يمكن تحضيره بطريقة غير مباشرة بترسيب أفلام رقيقة من التيتان على مساند فولاذية و بالمعالجة الحرارية للعينات ينتشر الكربون من مساند نحو الطبقات الرقيقة مشكلا كربيد التيتان . [6]

1.5. منحني اتزان الأطوار Ti – C: [5]

للتيتان تحول طوري عند درجة 882 درجة مئوية و أقل من هذه الدرجة لديه بنية سداسية كثيفة تسمى $\text{Ti} - \alpha$ و فوق هذه الدرجة لديه بنية مكعبة ممرزة تسمى $\text{Ti} - \beta$ درجة أنصهاره 1668 درجة مئوية .

. للتيتان كربيد واحد هو TiC_X ببنية cfc حيث (X نسبة تركيز الكربون)

. في المجال acbe يظهر محلول أنغراسي من التيتان في المواقع الأصلية للشبكة $\text{Ti} - \alpha$ و الكربون في المواقع البينية أقصى نسبة أنحلال للكربون تحول حوالي 2% .

. في المجال cfgd يظهر محلول أنغراسي من Ti في المواقع الأصلية β - Ti و الكربون في المواقع البنية و أقصى نسبة انحلال للكربون تكون حوالي 1.8 % .

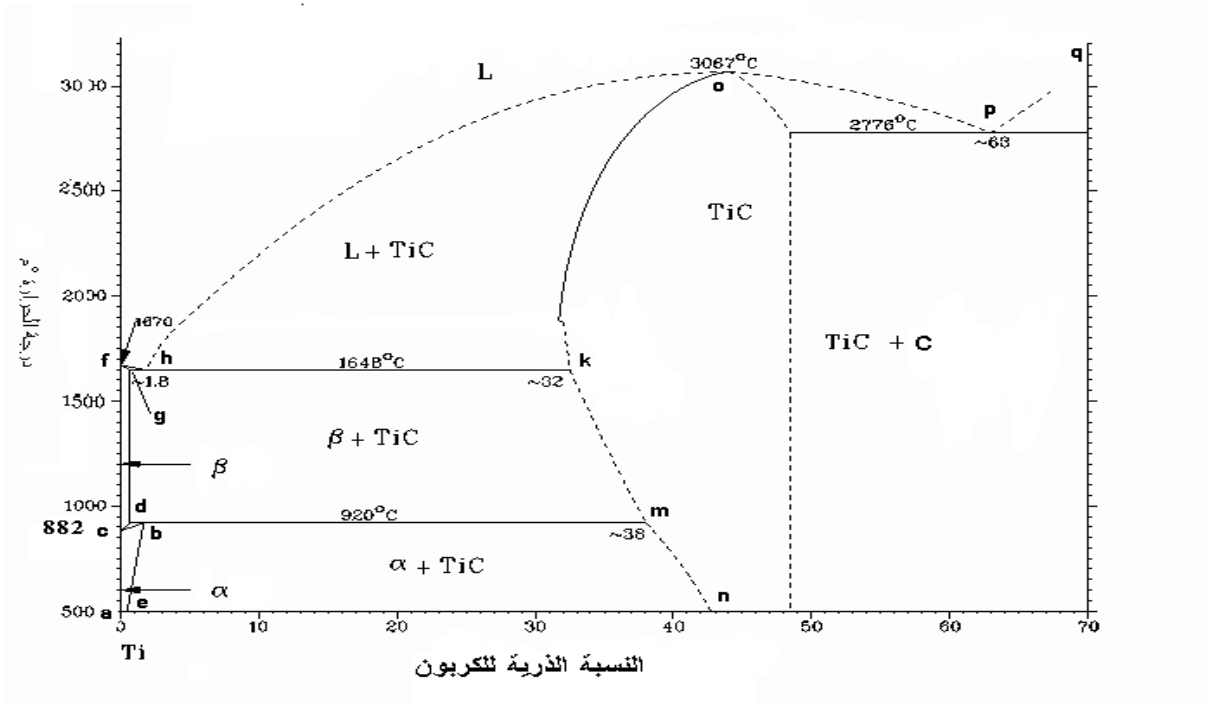
. في المجال ebmn خليط من الطور α و TiC الذي تكون به نسبة الكربون حوالي 38 إلى 43 % حسب درجة الحرارة .

. في المجال dgkm خليط من الطور β و TiC الذي تكون به نسبة الكربون من حوالي 32 إلى 38 % حسب درجة الحرارة.

. في المجال hok يكون خليط من الطور السائل و TiC الذي تتغير به نسبة الكربون من حوالي 32 الى 44% حسب درجة الحرارة .

. أعلى من fhopk عبارة عن طور سائل من الكربون و التيتان .

. في حالة درجة الحرارة أقل من 2776 درجة مئوية يكون خليط من الغرافين و TiC بنسبة كربون 48.5% .



الشكل (I. 1) : بيان اتزان الأطوار (التيتان . الكربون) [5]

الفصل الثاني :

عموميات حول القول لأن

11.1 . المقدمة :

تحتوي سبائك الحديد بأنتشار واسع في المجال الصناعي و من بين هذه السبائك سبائك الحديد و الكربون التي تنقسم حسب نسبة الكربون فيها إلى زهر و فولاذ . [2]

11.2 تعريف الفولاذ :

الفولاذ عبارة عن حديد يحتوي على نسبة من الكربون تتراوح بين 0.1% الى 1.5% و الكبريت و نسب معينة من العناصر الإضافية مثل التنغستن و الكروم و الفاناديوم النيكل و الفسفور و يمتاز الفولاذ بصلابته و مرونته إلا أن درجة مرونته تتعلق بالمعالجة الحرارية . [7]

❖ بعض المقادير الأساسية للخواص الفيزيائية للفولاذ: [8]

الجدول (1.11) : بعض المقادير الأساسية للخواص الفيزيائية للفولاذ [8]

الخصائص	الكثافة (Kg/dm)	وحدة المرونة (Gpa)	التوصيل الحراري [W/mK]	التمدد الحراري [10 ⁻⁶ / K]
القيمة	7.9→8.1	190→210	11.2 → 48.3	9 →27

11 . 3 . بيان الاتزان حديد كربون Fe- C : [5]

يبين الشكل (1. 11) منحنى إتزان الاطوار حديد كربون الذي يوضح مختلف الاطوار

البلورية بين العنصرين تبعا لدرجة الحرارة و التركيز النسبي لهما .

II. 4. الحديد النقي Fe :

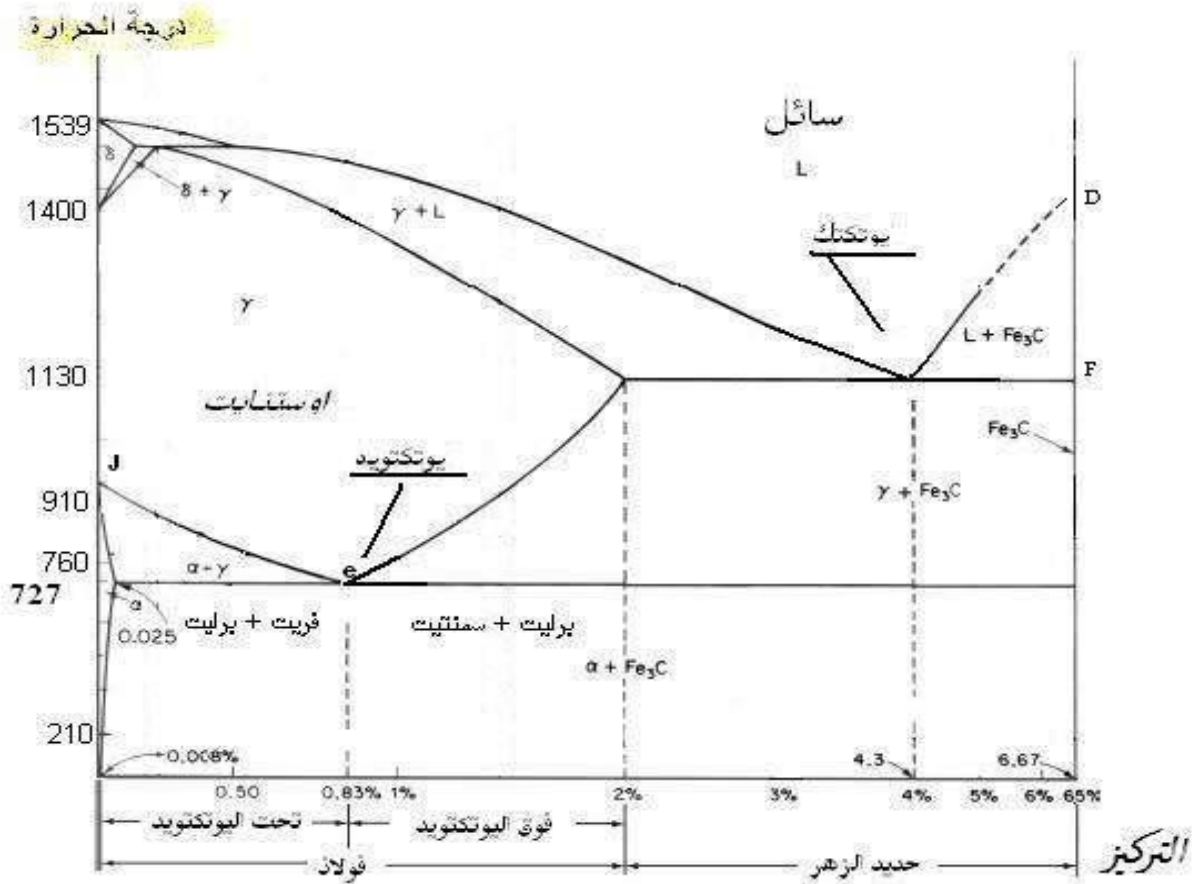
II. 4. 1. تعريف :

عنصر كيميائي عدده الذري 26 , كتلته الذرية 55,8475 درجة إنصهاره 1536° م درجة تخره 3000 درجة مغوية و كتلته الحجمية 7,66 غ / سم³ . [2]

II. 4 . 2. أنواع الحديد الصلب : [8]

يصنف الحديد الصلب حسب طرق إستعماله و إمكانيات إستغلاله إلى عدة أنواع نذكر منها :

- الصلب البنائي : يستخدم في بناء الآلات و هو سهل التشكيل .
- الصلب الآلي : يحتوي على نسبة أعلى من سابقه من الكبريت ليتحمل التشغيل و يستخدم في آلات إنتاج الأدوات أليا بدون الحاجة إلى رقابة العامل .
- صلب التقوية : و هو المستخدم مع خرسانة البناء يتميز بقدرة عالية على تحمل الأثقال و الحمولات كما يتحمل الشد .
- صلب الإنشاءات : يتميز بقدرته العالية على التحمل .
- صلب اللولب : هذا النوع يحتوي على نسبة عالية من السيلكون تزيد من مرونته كما يخلط به أحيانا عنصر الكروم .
- صلب مقاوم للأحماض : يتصف الصلب المحتوي على نسبة 17% من الكروم على الأقل خاصية مقاومة الأحماض و هو يقاوم أيضا المحاليل القلوية و يستخدم في صناعة الزجاجات الحديدية التي تحتوي على مواد التنظيف و غيرها . [8]



الشكل (1.11) : بيان إتران الاطوار Fe - C [8]

5 . 11 . أنواع الفولاذ: [7]

11 . 5 . 1. الفولاذ القاسي جدا:

نحصل عليه بطريقة الإستقاء وهي تسخين الفولاذ إلى درجة عالية من الحرارة ثم نقوم بتبريده بسرعة كبيرة وفي هذه الحالة يتشكل السيمنتيت (Fe_3C) وهو جسم قاسي .

11 . 5 . 2. الفولاذ الأقل قساوة :

ونحصل عليه بالتسخين وهي تسخين الفولاذ لدرجة حرارة عالية و تركه يبرد ببطء عندها يكتسب الفولاذ مقاومة كبيرة جدا للكسر .

II.6. تصنيف الفولاذ: [3]

يصنف الفولاذ على أساس المركبات الكيميائية إلى :

. فولاذ كربوني .

. فولاذ سبائكي .

تكون نسبة الشوائب في الفولاذ الكربوني كحد أقصى كالآتي:

الجدول (II.2) : النسب القصوى للشوائب في الفولاذ الكربوني [3]

العنصر	النسبة الحدية القصوى (%)
المنغنيز Mn	1.0
السيليوم Si	0.8
الكروم Cr	0.3
النيكل Ni	0.3

. إذا زادت النسبة على ذلك يعد الفولاذ سبائكي .

الفصل الثالث :-

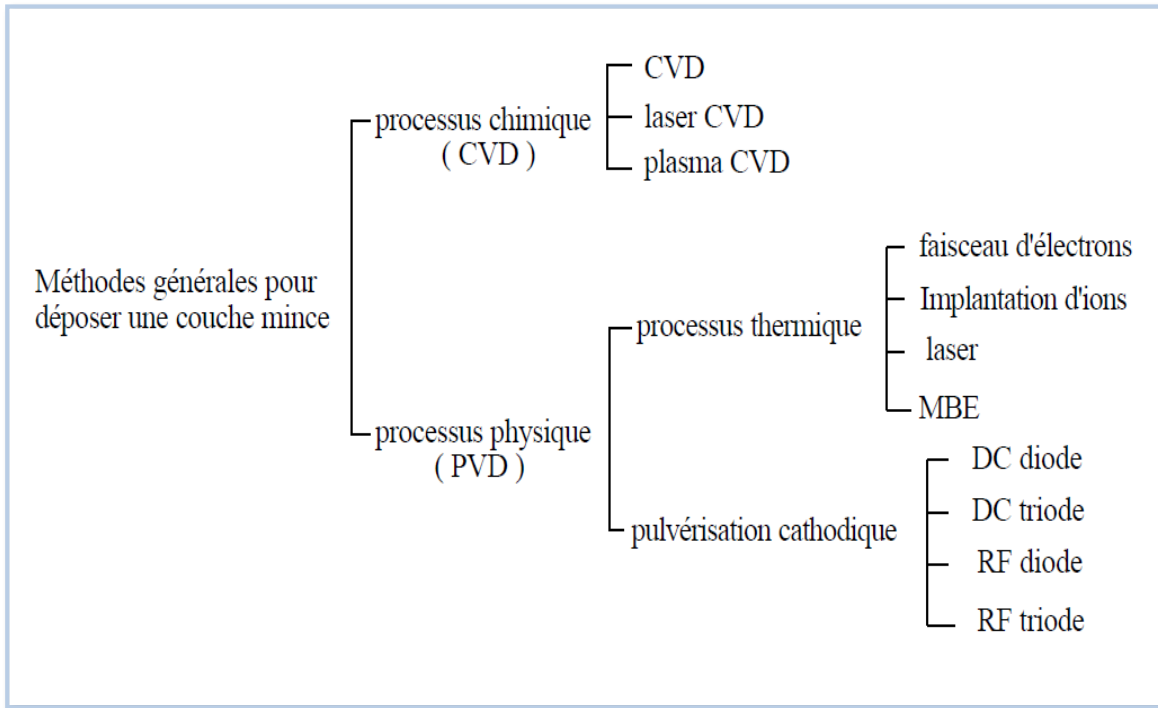
الطبقات الرقيقة وطرق ترسيبها

III. 1. مقدمة :

تعد تقنية الطبقات الرقيقة واحدة من أهم التقنيات التي عرفت تطورا سريعا في مجال الميكروالالكترونيك ولقد استخدمت في الكثير من التطبيقات العملية منها : تصنيع الخلايا الشمسية و الضوئية , صناعة الكواشف الخ [1].
و لقد تنوعت طرق ترسيبها و من بين هذه الطرق نذكر تقنيتي الترسيب الكيميائي و الترسيب الفيزيائي للطور البخاري.

2. III. الطرق العامة لتوضع الطبقات الرقيقة :

توجد عدة طرق لتوضع الطبقات الرقيقة تصنف إلى مجموعتين :



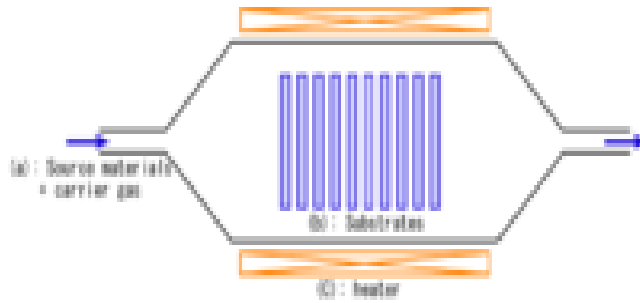
الشكل (III.1): تقنيات ترسيب الطبقات الرقيقة [13]

2.1. التوضع الكيميائي للطور البخاري (CVD):

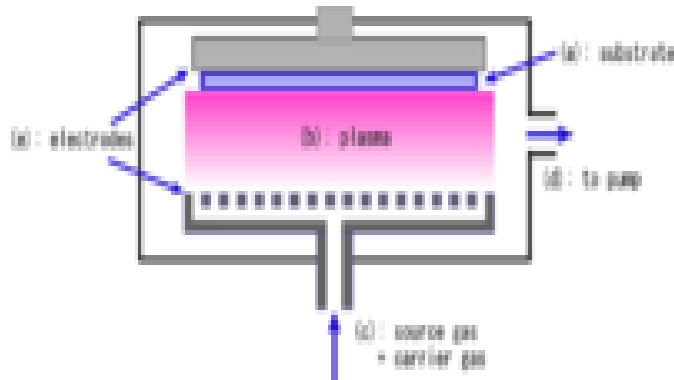
هي عملية كيميائية تستخدم لإنتاج مواد صلبة و لهذه العملية عدة استعمالات أهمها أشباه الموصلات [9,10] و توجد عدة طرق متفرعة لهذه الطريقة منها ما يتم في درجة حرارة مرتفعة أو في درجة حرارة منخفضة وهي تكمن في ترسيب أشكال معينة و محدودة (استعمال البلازما). [4]

2.1.1. أنواع الترسيب الكيميائي للبخار: [9,10]

تختلف أنواع الترسيب الكيميائي للبخار عن بعضها في كيفية تحريض (حث) التفاعل الكيميائي على الحدوث وفي شروط العملية



الشكل (2.111): رسم تخطيطي لترسيب كيميائي حراري للبخار ذو الجدار الساخن



الشكل (3.111): رسم تخطيطي لترسيب كيميائي مدعم بالبلازما للبخار

❖ مصنفة حسب الضغط المطبق :

- ترسيب كيميائي للبخار عند الضغط الجوي.
- ترسيب كيميائي للبخار عند ضغوط منخفضة مما يقلل من التفاعلات الجانبية الغازية غير المرغوبة، ويحسن من انتظام توزيع ترسيب كيميائي للبخار عند ضغوط فائقة الانخفاض (UHVCVD) والتي تطبق عند ضغوط أقل من 10^{-6} باسكال .

❖ مصنفة حسب الخصائص الفيزيائية المميزة للبخار:

- ترسيب كيميائي للبخار مدعم بالرداذ : حيث تنقل الطلائع إلى الركازة بواسطة رذاذ (سائل/غاز)، والذي يمكن توليده بالأموح فوق الصوتية هذه التقنية ملائمة للطلائع غير المتطايرة .
- ترسيب كيميائي للبخار بالحقن المباشر للسائل : حيث تكون الطلائع في حالة سائلة أو بحالة منحلّة (على شكل محلول إذا كانت صلبة) وتحقن إلى حجرة التبخير، بعد ذلك تنقل أبخرة الطلائع إلى الركازة كما في حالة الترسيب الكيميائي للبخار التقليدية.

❖ طرق البلازما

- ترسيب كيميائي للبخار مدعم ببلازما الأمواج القصيرة (أمواج الميكرويف)
- ترسيب كيميائي للبخار مدعم بالبلازما: والتي تستعمل البلازما لتحسين معدل سرعة التفاعل الكيميائي للطلائع تمكن هذه الطريقة من إجراء العملية عند درجات حرارة منخفضة نسبياً والذي يكون أمراً بالغ الأهمية في صناعة أشباه الموصلات.
- ترسيب كيميائي للبخار مدعم بالبلازما البعيدة: تختلف هذه الطريقة عن سابقتها أن الركازة لا تكون في منطقة تفرغ شحنة البلازما، مما يمكن من العمل عند درجات حرارة تصل إلى درجة حرارة الغرفة .

❖ طرق أخرى

- ترسيب كيميائي للبخار بالاشتعال .
- تنضيد الطبقة الذرية .
- ترسيب كيميائي - فيزيائي مهجن للبخار الطبقة على الرقاقة.

III 2.2. التوضع الفيزيائي للطور البخاري (PVD): [11,12]

هي عملية ترسيب البخار تحت الفراغ من اجل تكوين طبقة سطحية رقيقة على سطح الركازات و ذلك بواسطة طرق فيزيائية مثلا إجراء عملية التبخير عند درجة حرارة مرتفعة و تحت الفراغ مع إجراء عمليات تكثيف متتالية أو القذف بالرش المهبطي .

III.2.2.1[11,12] أنواع الترسيب الفيزيائي للبخار

يشمل الترسيب الفيزيائي للبخار كل من:

- ترسيب القوس المهبطي، حيث تحدث عملية تفريغ قوس كهربائي عالي الشدة على المادة الهدف الموجودة على المهبط ، مما يؤدي إلى تشكل أيونات في الحالة الغازية (بخار)، والذي يتم ترسيبه وتكثيفه على المادة الهدف.
 - ترسيب فيزيائي للبخار بالحزمة الالكترونية، حيث تسخن المادة المراد ترسيبها إلى درجات حرارة عالية لتصبح بالحالة الغازية وذلك بواسطة تسليط حزمة إلكترونية تحت التفريغ العالي، ومن ثم القيام بعملية انتشار للبخار يترسب بالتكثيف على السطح الهدف.
 - ترسيب بالتبخير، حيث تسخن المادة المراد ترسيبها إلى درجات حرارة عالية لتصبح بالحالة الغازية وذلك بواسطة وشيعة كهربائية تحت التفريغ المنخفض.
 - ترسيب الليزر النبضي حيث يستخدم ليزر نبضي عالي الشدة من أجل تدرية المواد إلى بخار.
- ترسيب بالرش المهبطي، ترسيب بالرش المهبطي، حيث تلفظ الذات من مادة صلبة لدى تعريضها إلى قذف من جسيمات عالية

الطاقة

الفصل الرابع :

التقنيات المستعملة في الدراسة

المستعملة في الدراسة

1.1.1.1. الأشعة السينية

1.1.1.1. مقدمة

أكتشفت الأشعة السينية عام 1895 على يد العالم رونجنج وأكدت التجارب بأن هذه الأشعة هي موجات مستعرضة، هذه الموجات كهرومغناطيسية لها طول موجي يتراوح بين 0.1Å وهو الحد الأدنى لأشعة جاما و 100 Å وهو الحد الأقصى للموجات فوق البنفسجية.

وتتراوح طاقتها ما بين 0.1 كيلوالكترون فولط و 100 كيلو إلكترون فولط ولهذا الأشعة قدرة كبيرة على اختراق المواد

تحتسب E ب (eV) طاقة الفوتون من الأشعة السينية و الذي طول موجته λ (Å) من العلاقة: [14]

$$(1) \quad E = \frac{12400}{\lambda}$$

$$[14] \left(E = \frac{ch}{\lambda} \right), \quad [1 \text{ eV}] = 1.6 \times 10^{-19} [\text{J}]$$

2.1.1.1. إنتاج الأشعة السينية :

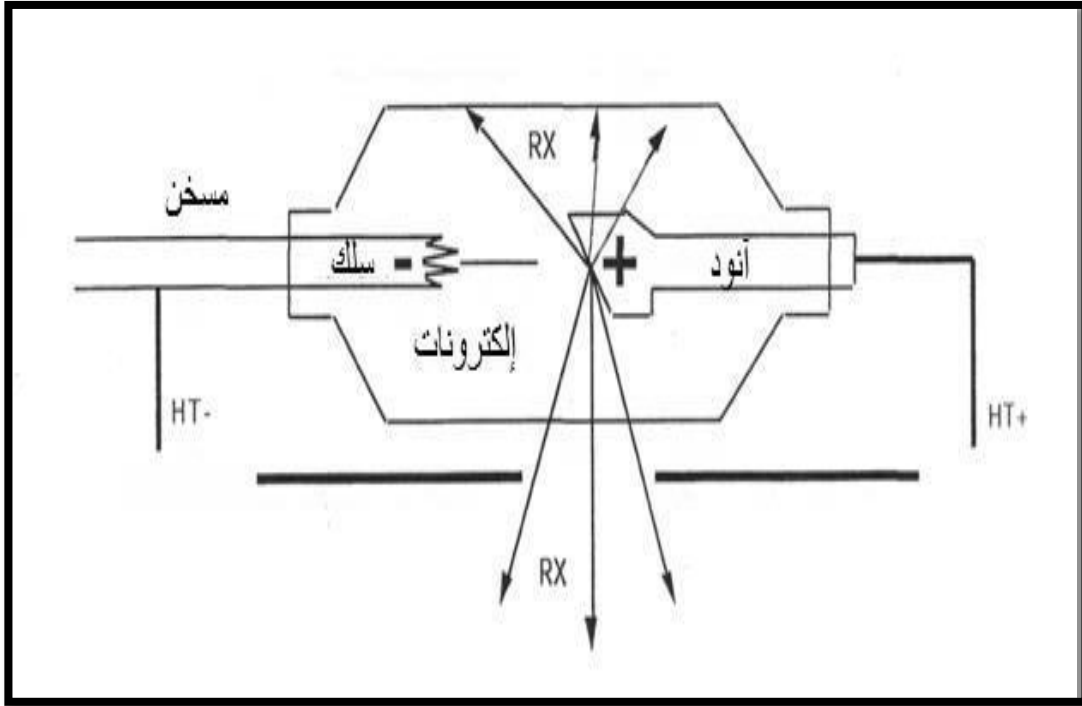
تنشأ الأشعة السينية عند اصطدام إلكترونات تم تسريعه في مجال كهربائي بهدف مصنوع من مادة فلزية و يسمى هذا الهدف

بالمصعد. [14] ويتم هذا من خلال أنبوبة كوليديج للأشعة السينية الموضحة في الشكل (1). [15]

إشتقت تسمية أنبوبة كوليديج من أسم صانعه وهو أنبوب مفرغ من الهواء و مكون من إلكترونين :

- مهبط باعث للإلكترونات و هو عبارة عن سلك من التنغستانت مسخن بفعل جول الحراري .
- مصعد يمثل الهدف المعدني الذي يحمل داخل الأنبوب العادي على توتر موجب مقداره من الرتبة 10 إلى

50 كيلوفولط. [15]



الشكل (1. IV) : مخطط لأنبوب كوليديج للأشعة السينية [15]

و لا تتحول كل طاقة الإلكترون إلى طاقة إشعاعية و لذلك اصطلاح على تعريف مقدار يسمى بكفاءة الأشعة السينية η . [14]

$$(2) \quad \eta = \frac{\text{طاقة الفوتون}}{\text{طاقة الإلكترون}} = 1.1 \times 10^{-9} \cdot Z \cdot V$$

Z : العدد الذري للمصعد .

V : الجهد الكهربائي المستخدم في تسريع الإلكترونات (فولط).

قد تصل كفاءة مصعد التنغستن مثلا إلى نحو 0.8% إذا كان يعمل عند جهد مقداره 100 كيلوفولط

3.1.IV. حيود الأشعة السينية :

يتم حيود الأشعة السينية عند إنعكاسها على المسطحات شبكية تحتوي على عدد من الذرات المكونة للبلورة و يحصل الإنعكاس حسب قانون براغ بحيث جزء من الأشعة السينية ينعكس و الجزء الآخر يكمل طريقه لينعكس على مسطحات أخرى .

و عند التقاء الأشعة المنعكسة تحدث مايسمى بظاهرة التداخل في حقل البصريات الفيزيائية والتي أثبتتني تجربة لاو عام 1912 [16].

1.3.1.IV. قانون براغ :

لقد برهن براغ في قانونه المعروف إنالأماكن الشديدة الضوء يمكن تحديدها بزوايا بحيث نحصل على المعادلة التالية: [16]

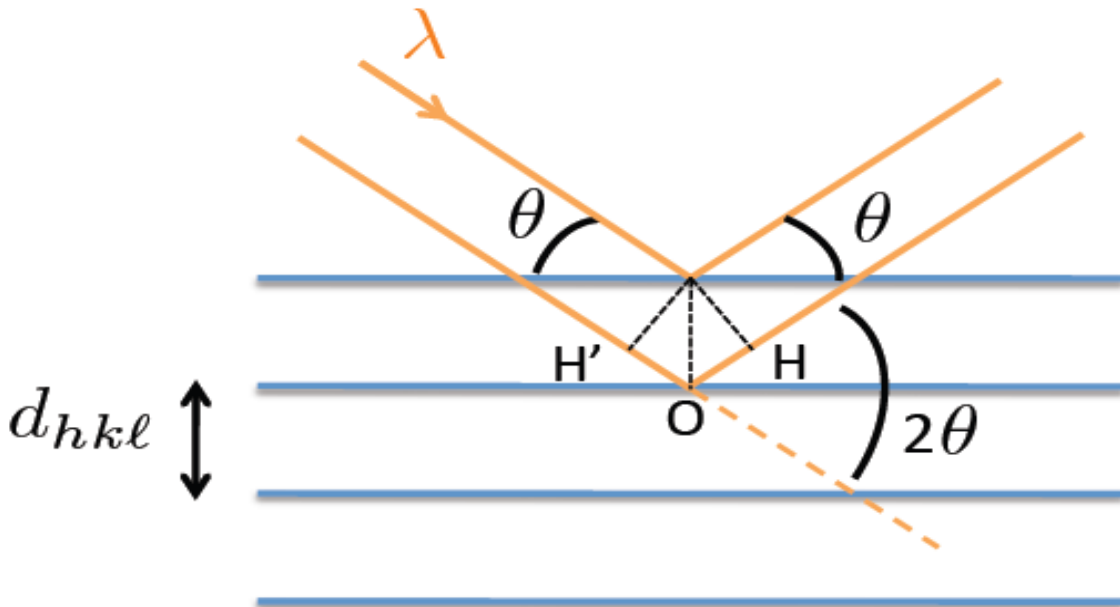
$$(3) \quad 2d \sin \theta = n\lambda$$

d : البعد بين مستويين بلوريين .

λ : طول موجي الاشعاع السيني (Å) .

θ : زاوية الانعكاس (°) .

n : رتبة الانعكاس .



الشكل(IV.2): مخطط يوضح إنعكاس الأشعة السينية عبر شبكة بلورية. (إنعراج براغ)

4.1.IV. إمتصاص الأشعة السينية :

تمتص الأشعة السينية في الأجسام المختلفة بسبب ظاهرتين هما التشتت و الأثر الكهروضوئي بحيث تكون تأثيرات التشتت ضعيفة مقارنة بالأثر الكهروضوئي ويشمل التشتت نوعين هما : [14]

1.4.1.IV. التشتت المترابط :

هو الذي لا يصاحبه تغير في الطول الموجي و يعرف بتشتت طومسون .

2.4.1.IV. التشتت غير مترابط :

ويسمى بتشتت كومتون .

IV. 2 . مطيافية إصطفاء الطاقة (EDS) :

الشعاع السيني المنبعث من مادة مقذوفة بحزمة الكترونية يمكن تحليله بطريقتين إحداهما مطيافية تشتت الطول الموجي WDS والأخرى مطيافية اصطفاء الطاقة EDS هذها الأخيرة تسمح بدراسة غير هدامة و عنصرية في نفس الوقت وفي اغلب الأحيان تكون هذه الدراسة كمية للعناصر مكونة للمادة . ففي ما يخص مطيافية اصطفاء الطاقة فتتكون من صمام كاشف من مادة نصف ناقلة و هو الذي يستقبل كل الأشعة السينية ثم يحولها بعد المعالجة إلى محلل متعدد القنوات الذي يرتب مختلف خطوط الطيف بدلالة طاقة كل منها و من الوهلة الأولى يعطي المطياف في لحظة صغيرة نظرة شاملة على العناصر التي قابلها بعد مطابقتها مع القمم ومن المميزات المهمة للصمام النصف ناقل السابق الذكر هي سرعة إستقبال و تحليل الأطياف بدرجة عالية من مردودية الكشف كما يمكن القيام بتحليل الأشعة السينية المنبعثة من المادة في ظروف عمل منسجمة مع رؤية جيدة بواسطة المجهر الإلكتروني الماسح (MEB) .

الصمام الكاشف لا يحلل الإشعاعات ضعيفة الطاقة اقل من (1000eV). [17]

أما الخصائص الأساسية لنظام (EDS) فيمكن تلخيصها في الجدول التالي :

الصورة العظمى (X)	حدود الكشف (ppm)	قدرة التحليل (eV)	العناصر القابلة للتحليل	زمن إحرار الطيف (S)	التيار الإلكتروني (A)	حساسية الكاشف
بضعة ملليمترات	1000	150	Na→U	100	10^{-11} → 5.10	10000

الجدول (1.Ⅳ): الخصائص الأساسية لنظام (EDS) [17]

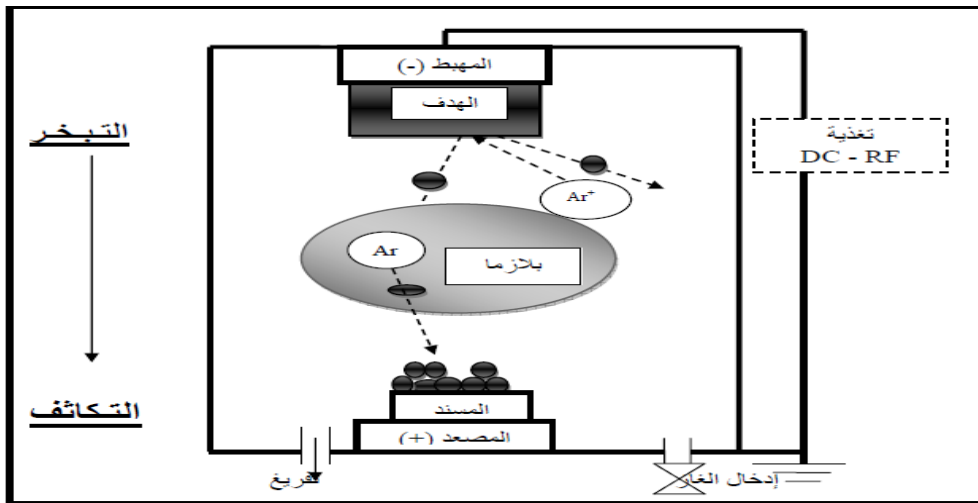
3.Ⅳ . طريقة الرش المهبطي

تعتبر تقنية الرش المهبطي من بين التقنيات التي تمكننا من الحصول على الشرائح الرقيقة للمعادن و لقد ظهرت طريقة الرش المهبطي 1852GROV. على يد عام

. تعتمد طريقة الرش المهبطي على قذف مادة الهدف (المهبط) بأيونات ناتجة عن تأين غاز (الأرغون) فيحدث أقتلاع لذرات الهدف تحت ضغط منخفض يتراوح بين 1 و 0,001 ميلي بار.

عملية التفريغ تتم داخل غاز الأرغون بواسطة لبوسين إحداهما يرتبط بالهدف و يسمى المهبط والثاني يرتبط بالمسند و يسمى بالمصعد إما الغرفة التي تتم فيها عملية التفريغ موصولة بمجموعة ضخ تستخدم لتفريغ الغرفة إلى ضغط يتراوح بين 10^{-5} و

10⁻⁵ ميلي بار [18].⁷



الشكل (3.Ⅳ): رسم تخطيطي لجهاز الرش المهبطي [19]

1.3.IV. أنواع الرش المهبطي: [19]

يوجد نوعان من الرش المهبطي هما :

❖ الرش المهبطي المستمر

❖ الرش المهبطي المتناوب

4.IV. المعالجة الحرارية :

توجد عدة طرق لتحسين الخواص الفيزيائية و الكيميائية و من بين هذه الطرق المعالجة الحرارية

1.4.IV. تعريف.

هي عملية تسخين المعدن إلى درجة حرارة معينة ثم الإحتفاظ به عند تلك الدرجة لفترة من الزمن ثم التبريد بمعدل محدد و تجرى

عمليات المعالجة الحرارية لتحسين خواص المعدن ومنها: [20]

- زيادة الصلادة
- زيادة قابلية المعدن لعمليات التشكيل و التشغيل.
- إزالة تأثيرات عمليات التشكيل على البارد .
- زيادة قيمة المتانة
- إزالة الإجهادات الداخلية الناتجة عن عمليات التشغيل

2.4.IV. عوامل المعالجة الحرارية:

للمعالجة الحرارية ثلاث عوامل أساسية هي :

- التسخين
- زمنا لإبقاء
- التبريد

3.4.IV. أنواع المعالجة الحرارية :

. التلدين

. التطبيع

. السقاية

. الإرجاع

التلدين: هي تسخين الصلب إلمافوق درجة حرارته لمدة زمنية ثم التبريد في الفرن حتتأخذ السبيكة وضع الاستقرار .

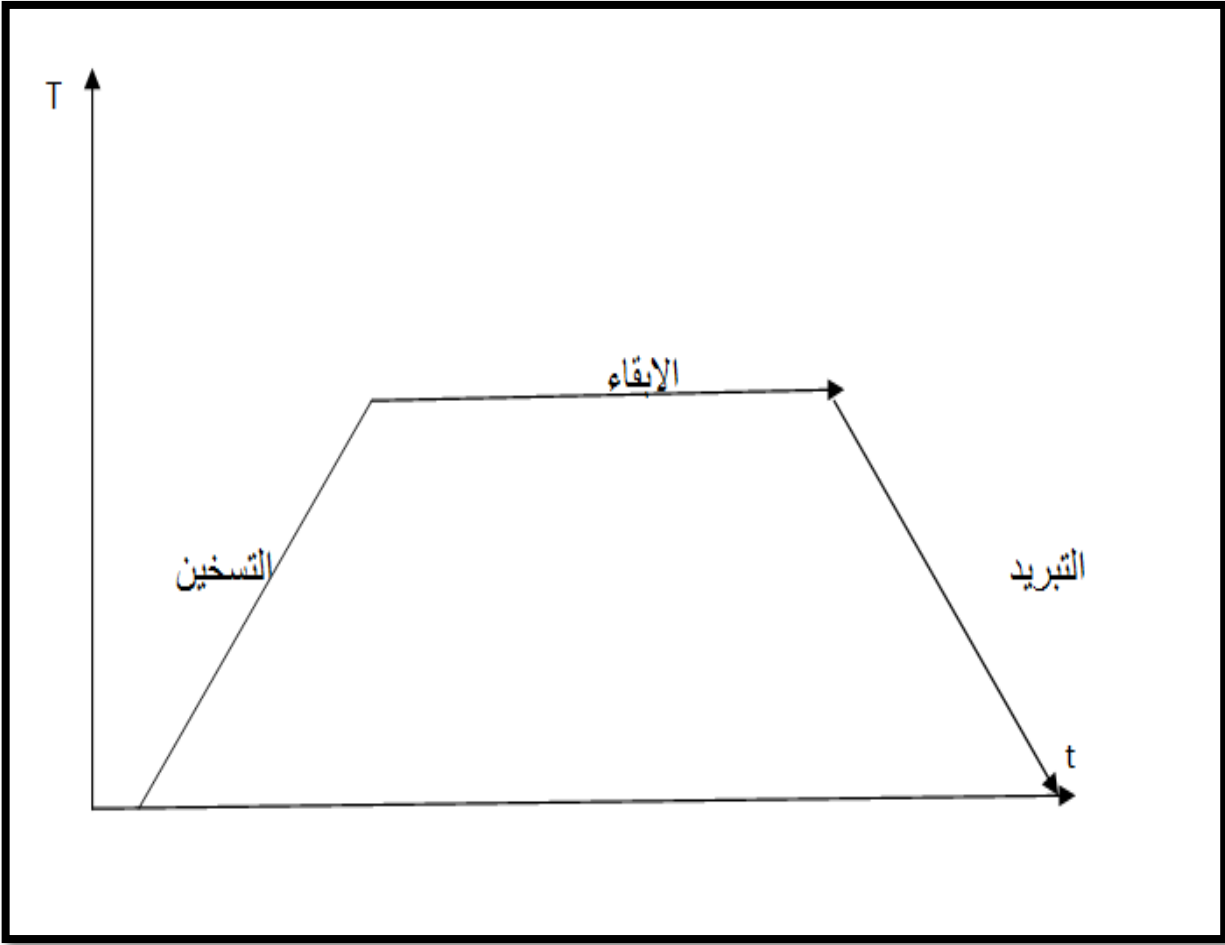
هناك نوعان من التلدين :

أ. التلدين من النوع الأول: عبارة عن معالجة تكمن في تسخين الخليطة الموجودة في حالة عدم استقرار و تحويلها إلى حالة

التوازن .

ب . التلدين من النوع الثاني: هو التسخين إلى درجة حرارة أعلى من التحولات الطورية ثم تبريدها ببطء بمهدف الحصول

على حالة عدم التوازن . [2]



الشكل (4.1V): مخطط يوضح مراحل التلدين

4.4.1V أهداف المعالجة الحرارية: [4]

- زيادة الصلادة السطحية للمعدن .
- الحصول على بنية بلورية منتظمة و متجانسة .

4.1.5. المجهر الالكتروني الماسح :

يعتبر المجهر الالكتروني الماسح من أهم الأجهزة التي لها الكثير من التطبيقات الرئيسية و المهمة في مجال علوم المواد و العلوم الطبية و هذا لتميزه بقدرته التكبيرية التي تصل إلى أكثر من نصف مليون مرة فبواسطة هذا المجهر نستطيع دراسة أسطح العينات و تركيباتها الدقيقة و مكوناتها الكيميائية و سماكتها و كذلك دراسة إحصام الجسيمات و الجزيئات . [22]

2.2.5. مبدأ عمل المجهر الإلكتروني الماسح :

عند إستخدام المجهر الإلكتروني الماسح لا ضرورة لتقطع العينة لرؤيتها إنما ترسل حزمة من الإلكترونات فوق سطح العينة مما يؤدي إلى إطلاق سيل من الإلكترونات نحو شاشة أو لوح تصوير فتعطي صورة لسطح العينة حيث تستطيع المجاهر الإلكترونية الماسحة بتكبير العينات فهي لا تقوم بتصوير العينة مرة واحدة ، وإنما تقوم بتركيز حزمة ضيقة من الإلكترونات ماسحة للعينة من الأمام والخلف , فالمجهر الماسح لا يحصل على صورة العينة بأكملها وإنما يلتقطها نقطة تلوى الأخرى فتقوم العينة بإصدار إلكترونات (الإلكترونات الثانوية) يمكن إستخدام هذه الإلكترونات لتكوين الصورة النهائية الكاملة للعينة على شاشة الحاسوب وذلك عن طريق برنامج حاسوبي يتم فيه جمع النقاط المصورة لتكوين الصورة النهائية للعينة وبفضل هذه الميزات أصبح المجهر الإلكتروني الماسح يستخدم على نطاق واسع وله دور بارز في الأبحاث العلمية . [21]

IV.3.5. مكونات المجهر الإلكتروني الماسح : [22]

1.3.5.IV المدفع الإلكتروني :

المدفع الإلكتروني عبارة عن سيل من الإلكترونات اللازمة لعمل جهاز وهو نوعان :

أ. المدفع الحراري :

وهو الأكثر شيوعا و يعمل من خلال إستخدام الطاقة الحرارية في فتيلة تمتلك نقطة إنصهار عالية و غالبا ما تكون الفتيلة من التنغستين تعمل هذه الأخيرة عند إرتفاع درجة الحرارة نتيجة مرور تيار كهربائي فيها على إرسال فيض من الإلكترونات تتوجه هذه الإلكترونات إلى العينة المراد فحصها .

ب.مدفع المجال الكهربائي:

يعمل من خلال إنتاج مجال كهربائي كبير يعمل على سحب الإلكترونات من ذرات المادة التي ستنتج الإلكترونات.

. يوضع المدفع الإلكتروني بنوعيه عادة إما في أعلى الجهاز أو في أسفله و يقوم بإطلاق سيل من الإلكترونات على العينة هذه الإلكترونات تحتاج إلى توجيهها من طرف العينة .

2.5.IV. العدسات :

يستخدم جهاز عدسات مثل الميكروسكوب الضوئي لإظهار صورة دقيقة و مفصلة تكون هذه العدسات مصنوعة من مغناطيسيات قادرة على توجيه مسار الإلكترونات و التحكم في مسارها مما يضمن أن تصل إلى المكان المطلوب بدقة .

IV.3.5. غرفة العينة :

غرفة العينة في الجهاز هي المكان الذي يتم فيه وضع العينة المراد فحصها و يجب أن تكون هذه العينة ثابتة و لا تتعرض لأي حركة حتى تظهر الصورة دقيقة فإن غرفة العينة يجب أن تكون قوية و معزولة عن أي إهتزازات و لها دور أساسي في تحريك العينة بزوايا محددة لفحص أجزاء مختلفة فيها دون حاجة لإعادة تثبيتها في كل مرة يراد النظر إلى جزء أو زاوية مختلفة من العينة .



صورة توضح غرفة العينة

الشكل (5. IV): صورة توضح غرفة العينة و ملحقاتها [22]

IV.4.5. الكواشف :

الكواشف المستخدمة في جهاز ترصد تفاعل سيلب الإلكترونات مع العينة بعدة طرق مختلفة :

كواشف الإلكترونات الثانوية: للدراسة المرفولوجية.

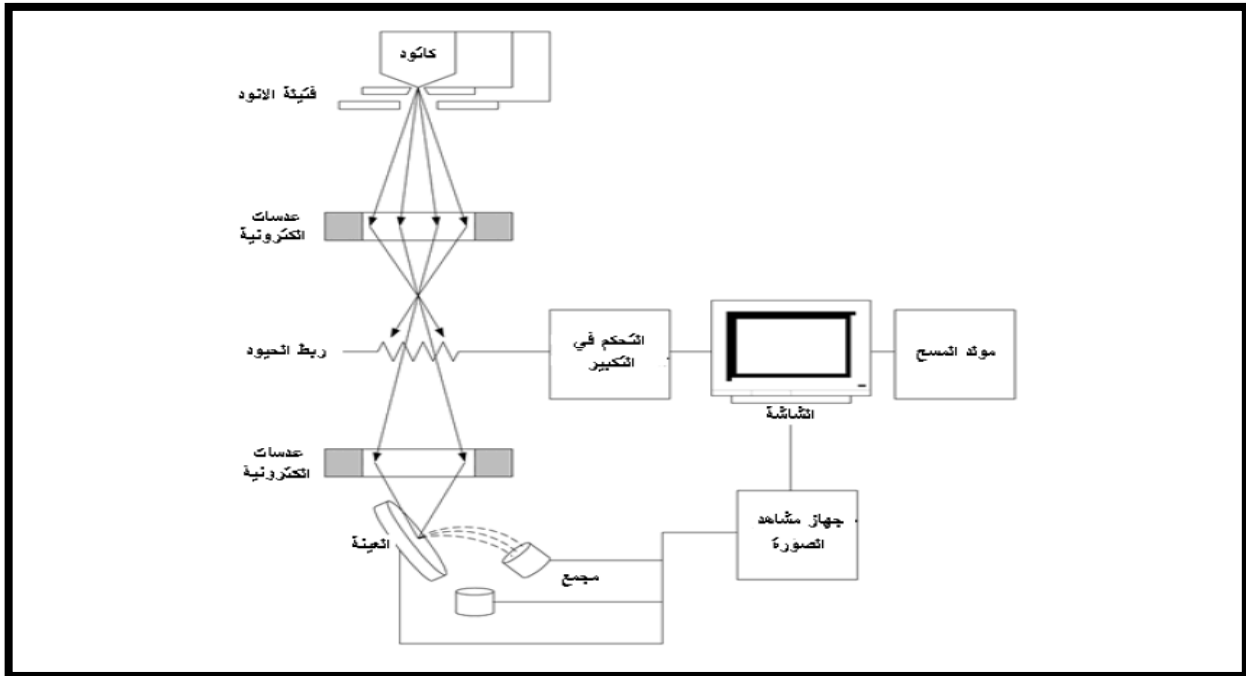
كواشف RX : مستعملة في التقنية EDS مطيافية الأشعة السينية للتحليل الكمي والكيفي.

كواشف ذات الإستطارة الخلفية : مثل الانعراج .

IV.5.5. نظام التفريغ :

يتطلب تشغيل الجهاز العمل في الفراغ حيث أن الإلكترونات يمكن أن تصطدم بجزيئات الهواء و لا تصل للعينة و قد تدفع هذه

الإلكترونات جزيئات الهواء للتفاعل مع سطح العينة فتتغير ملامح العينة .



الشكل (IV.6) : رسم تخطيطي لمجهر الالكتروني الماسح [22]

الفصل الخامس :

الجانب العملي (تحليل و مناقشة النتائج)

1.V . الفولاذ المستعمل :

في هذا العمل قمنا بترسيب شرائح رقيقة من التيتان على مساند من الفولاذ من نوع X210Cr12 الذي يحتوي على

2.07 % من الكربون ونسبة العناصر الأخرى موضحة في الجدول (V.1) .

% Cr	% S	% P	% Mn	% Si	% C	العناصر الفولاذ
12_11	0.035	0.035	0.4_0.2	0.4_0.2	2.07	X201Cr12

الجدول (V.1) : نسبة العناصر الداخلة في تركيب المساند .

V. 2 . تحضير العينات :

V.1.2 . التقطيع و الصقل الميكانيكي :

بعد تقطيع العينات بالأقراص ذات سمك 2 مم و قطر 1 سم قمنا بعملية الصقل الميكانيكي الأولى بسلسلة من الأوراق الكاشطة

المكونة أساسا من كربيد السليسيوم (100→1000) ثم الصقل النهائي بواسطة محلول الالمين في مراحل مختلفة (3 سا , 6 سا

, 12سا , 48سا) لنزع الآثار الدقيقة للصقل الأولى هذه العملية تسمح بالحصول على سطح أملس للمساند .

V.2.2 . التنظيف الكيميائي :

يستعمل التنظيف الكيميائي لإزالة آثار الزيوت الناتجة عن عملية التقطيع و الصقل وقد قمنا بالتنظيف الكيميائي لمدة 10 دقائق

في حمام فوق صوتي وذلك بإتباع الخطوات التالية :

1 . تنظيف العينات بوضعها في إناء به ماء مقطر مع التحريك ثم تجفيفها بالهواء الساخن .

2 . تنظيف العينات بثلاثي كلور الايثلين لإزالة الآثار الناتجة عن عملية القطيع و الصقل .

3 . التنظيف بالايثانول .

V. 3.2 . التنظيف الأيوني :

التنظيف الأيوني هوأخر عملية و يكون قبل عملية ترسيب الطبقات ويتم بجهاز الرش المهبطي بحيث نضع العينات في غرفة جهاز الرش المهبطي ثم توصيل العينات بالمهبط و الهدف بالمصعد ليتم قذف العينات بأيونات الأروغون^{Ar+} لمدة 04 دقائق ومن خلال هذا التنظيف تتم إزالة طبقات الأكاسيد و أثار التنظيف الكيميائي .

V.4.2 . ترسيب الطبقات الرقيقة :

بعد عملية التنظيف الأيوني وبواسطة تقنية الرش المهبطي نقوم بترسيب طبقات رقيقة من التيتان على مساند فولاذية شروط العمليتين موضحة في الجدول (V.2) .

❖ درجة حرارة المسند :

لغرض الحصول على سمك متجانس لطبقة رقيقة مرسبة بقية المساند عند 200 °م أثناء عملية الترسيب

العملية	الزمن (min)	الشدة (A)	التوتر (V)	الضغط (mbar)	درجة حرارة المسند (C°)
التنظيف الأيوني	4	1	320	3.4×10^{-3}	25
الترسيب	30	0.5	298	3.4×10^{-3}	200

الجدول (V. 2) : الشروط التجريبية لعمليتي التنظيف الأيوني و الترسيب

V. 3 . المعالجة الحرارية :

لتنشيط التفاعل بين المساند و طبقة رقيقة لتيتان قمنا بعملية تلدين العينات في مجال درجات الحرارة 400°C و 800°C وذلك بوضع العينات في أنبوب من الكوارتز تحت الفراغ و لمدة نصف ساعة .

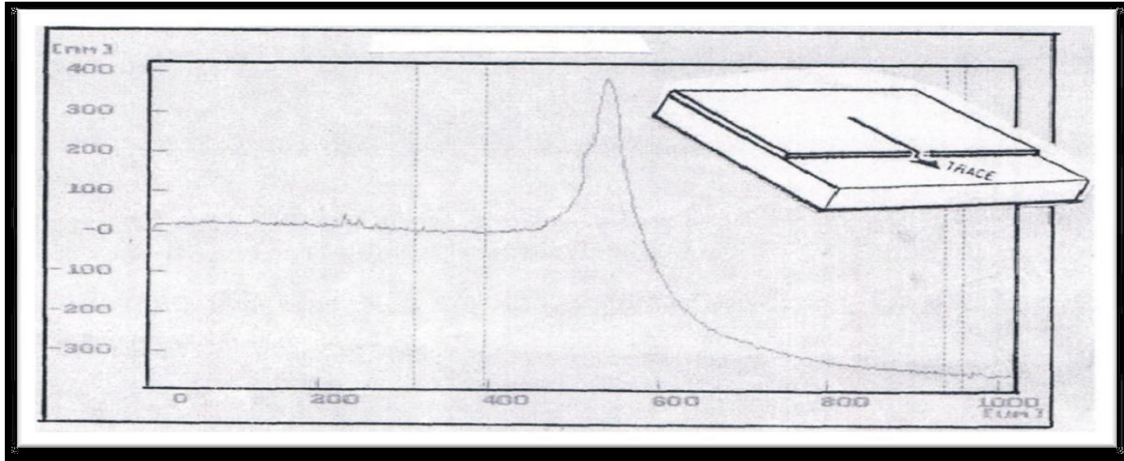
V. 4 . قياس سمك الطبقة :

نميز طريقتين لقياس سمك الطبقة الرقيقة :

1 . داخل غرفة الترسيب كالطريقة ضوئية .

2 . خارج غرفة الترسيب كالطريقة الشاهد الميكانيكي .

في هذا العمل تم قياس السمك بطريقة الشاهد الميكانيكي حيث يتم نزع جزء من الطبقة المرسبة على المسند أو يتم وضع شريحة زجاجية نصف مغطاة بجانب المساند , عموماً نستعمل الطريقة الثانية لأنها الأسلم , الانتقال الأفقي لإبرة لشاهد الميكانيكي على الجزء المغطى من العينة و الجزء الأخرى محول إلى إشارة كهربائية ثم تضخم بواسطة محول يبين الشكل (V. 2) الأثر المحصل عليه بإستعمال الشاهد الميكانيكي فوجد ان السمك المتوسط ل 5 قياسات يساوي 0.7 ميكرومتر .



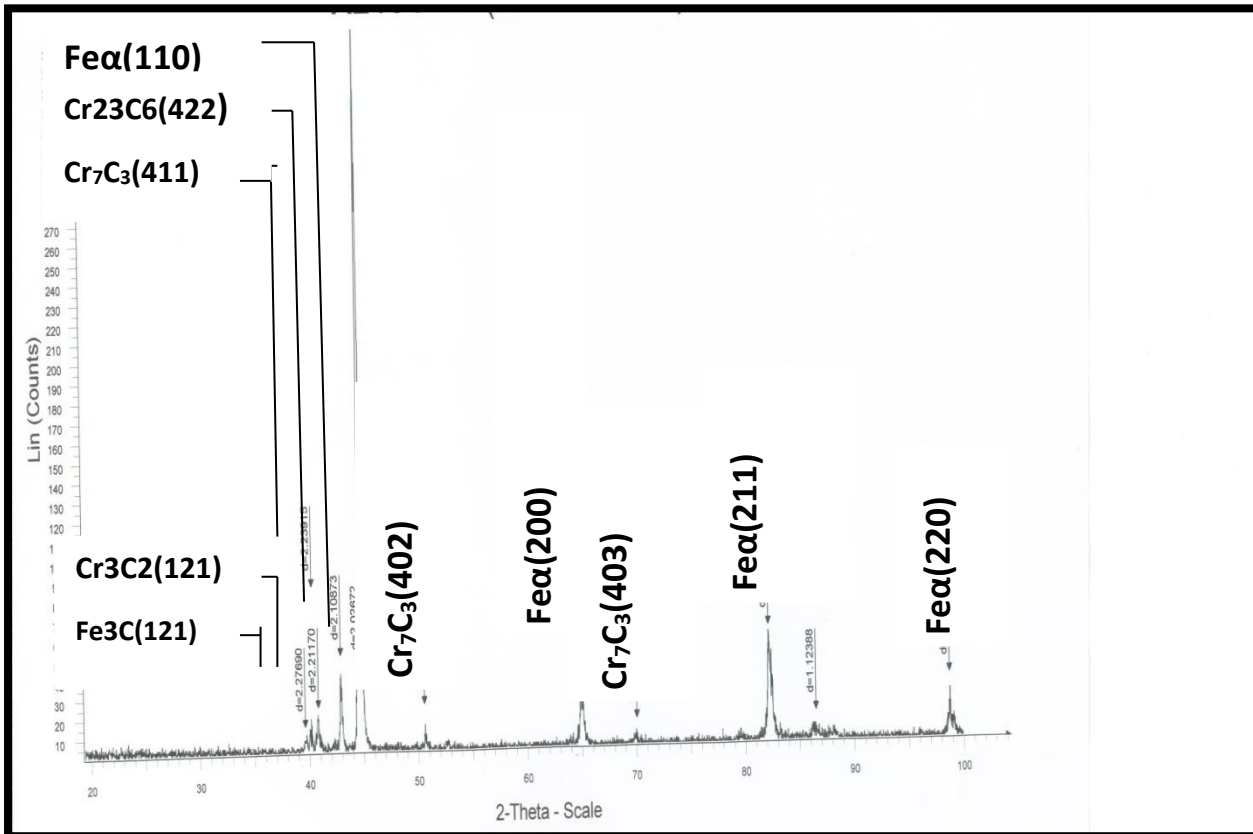
الشكل (V. 1) : الأثر المحصل عليه بإستعمال الشاهد الميكانيكي .

V. 5 . التحليل بواسطة انعراج الأشعة السينية :

بواسطة جهاز إنعراج الأشعة السينية من نوع philips بطول موجة $\lambda_{K\alpha Cu} = 1.54 \text{ \AA}$ ووفقا لنظام براغ أجريت قياسات على مختلف العينات بطبقة و بدون طبقة قبل و بعد المعالجة الحرارية لمراقبة تأثير ترسيب الطبقة الرقيقة و المعالجة الحرارية على الخواص البنوية للعينات فكانت النتائج لبعض التحاليل كمايلي :

1. العينات غير معالجة حراريا و بدون طبقة :

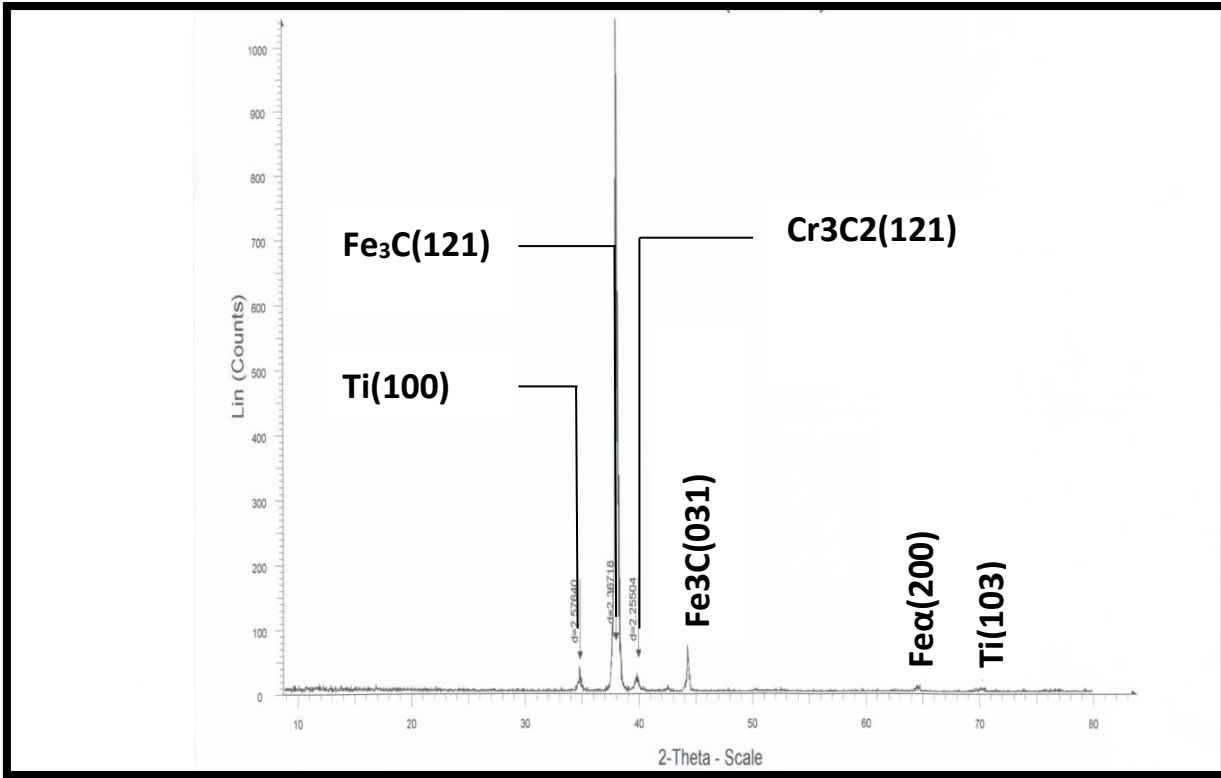
الشكل (V.2) يمثل مخطط إنعراج الأشعة السينية لمساند من الفولاذ X210Cr12 و بدون معالجة حرارية يبين الشكل خطوط طيفية مميزة للفريت ($Fe\alpha$) و للسيمونيت (Fe_3C) بحيث أن خطوط (Fe_3C) تظهر بشدة ضعيفة و نلاحظ أيضا ظهور الكثير من خطوط لكربيدات الكروم ($Cr_{23}C_6$; Cr_7C_3 ; Cr_3C_2) . و هذا راجع إلى أن المساند تحتوي على نسبة كبيرة من الكروم .



الشكل (V.2): مخطط إنعراج الأشعة السينية لمساند من الفولاذ X210Cr12 قبل المعالجة الحرارية

2. العينات الغير معالجة حراريا وبوجود طبقة :

الشكل (V. 3) يمثل مخطط إنعراج الأشعة السينية لطبقات رقيقة من التيتانرسبة على مساند من الفولاذ X210Cr12 و بدون معالجة حرارية نلاحظ ظهور خطوط مميزة للفريت $Fe\alpha$ و السيمونتيت Fe_3C و كربيد الكروم Cr_3C_2 كما نلاحظ أيضا ظهور سلسلة من الخطوط المميزة للتيتان و هذا يدل على ترسيب طبقة نقيه من التيتان .

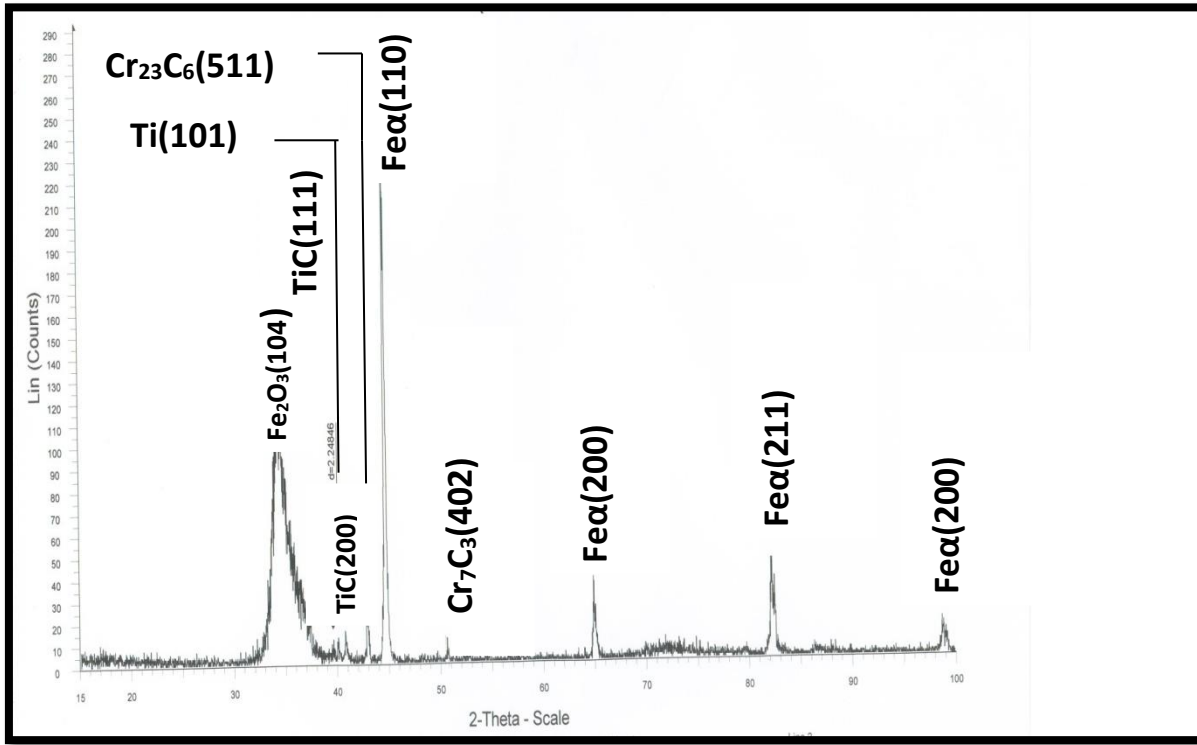


الشكل (V. 3): يمثل مخطط إنعراج الأشعة السينية لطبقات رقيقة من التيتانرسبة على مساند للفولاذ X210Cr12 قبل

المعالجة الحرارية .

3. العينات المعالجة حراريا و بوجود طبقة :

الشكل (V.4) يمثل مخطط إنعراج الأشعة السينية المحصل عليه بالنسبة لعينة من الفولاذ X210Cr12 بعد ترسيب الطبقة و معالجتها حراريا عند 400 °م نلاحظ ظهور خطوط مميزة لكربيد التيتان يقابله التناقص التدريجي لخطوط التيتان وهذا راجع إلى تشكل و نمو كربيد التيتان نتيجة تفاعل بين طبقة التيتان المترسبة و الكربون المنتشر من الفولاذ إضافة لإظهار أكسيد الحديد Fe_2O_3 الناتج من تفاعل الحديد الموجود في المسند مع الأكسجين المتبقي على العينة و كذلك ظهور خطوط مميزة للحديد من أجل درجة حرارة التلدين .



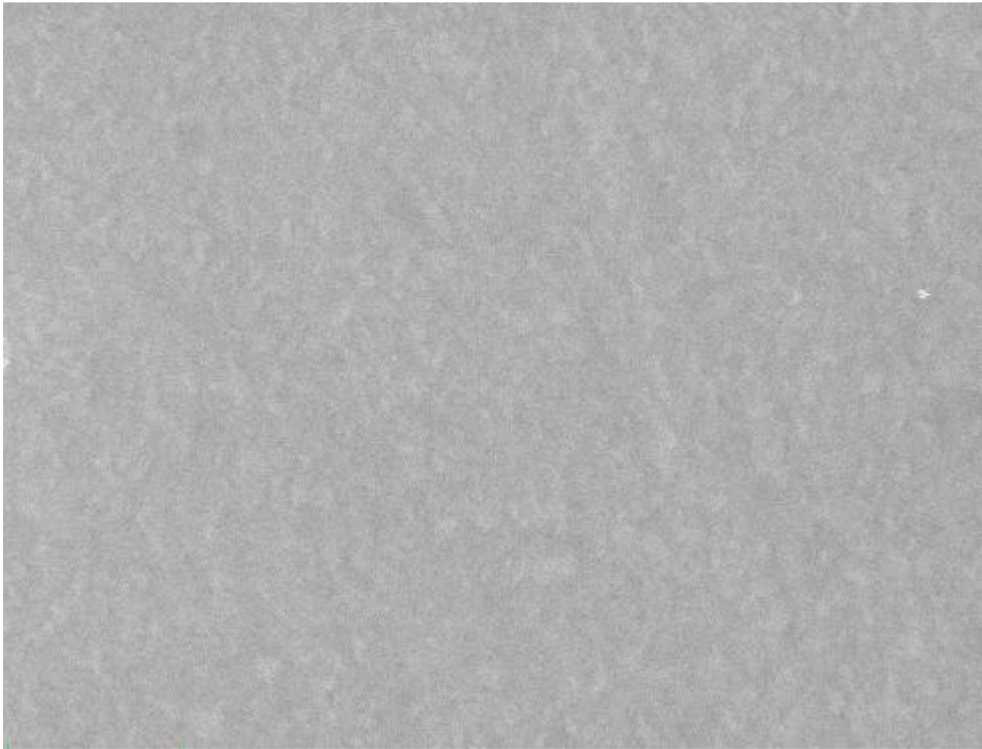
الشكل (V. 4) : يمثل مخطط إنعراج الأشعة السينية لطبقات رقيقة من التيتان مرسبة على مساند من الفولاذ X210Cr12

معالجة حراريا عند 400 °م لمدة نصف ساعة

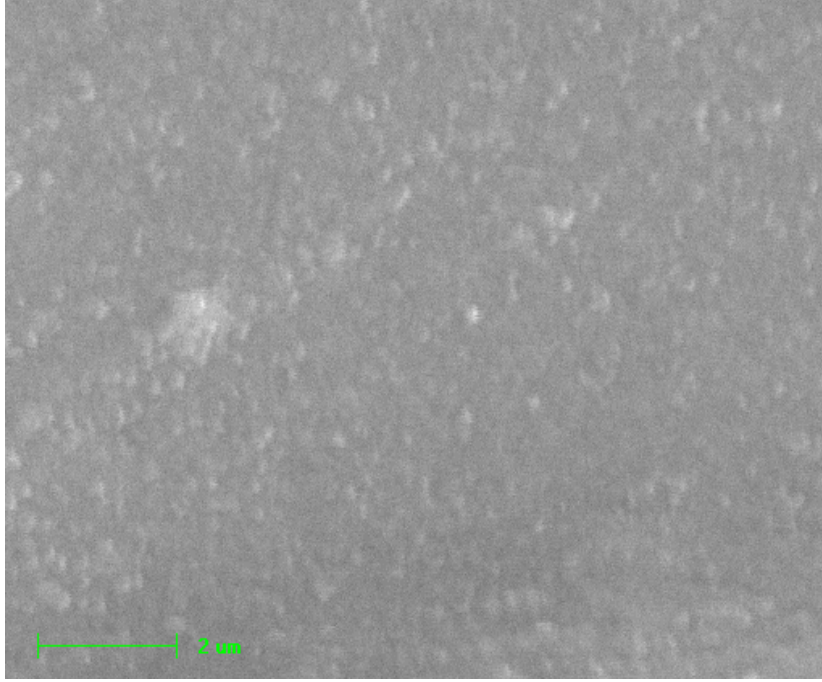
V.6 . الدراسة بالمجهر الالكتروني الماسح :

. العينات المرسبة و المعالجة حراريا عند 800 °م لمدة نصف ساعة :

الشكل (V. 6) تبين الدراسة المورفولوجية للعينات المرسبة و المعالجة حراريا عند 800 °م, اللون الرمادي الداكن للسطح و أنتشار نقاط بيضاء اللون. بينت النتائج المتحصل عليها في دراسات سابقة ([1]) مفعول درجة حرارة التلدين على تحفيز العناصر الداخلة في التركيب الكيميائي للمساند بالانتشار إلى السطح الحر للعينات و الذي يمكن على أساسه تفسير ظهور النقاط البيضاء و الأكثر احتمالا هي أن تكون مواقع غنية بالكروم نظرا لنسبة العالية لهذا الأخير في التركيب الكيميائي للمساند المستعملة .



الشكل (V. 5): الدراسة بالمجهر الالكتروني الماسح لحالة سطح العينات المرسبة و بدون معالجة حرارية [1]



الشكل (V.6): الدراسة لحالة سطح العينات المرسبة و المعالجة حراريا عند 800 °م لمدة نصف ساعة .

V.7. التحليل الكمي و الكيفي بواسطة مطيافية الأشعة السينية :

V.1.7 . التحليل الكيفي :

. في حالة المساند X210Cr12 بطبقة و بدون معالجة حرارية الشكل (V. 7) يبين ظهور إشارات عالية الشدة للتيتان هذا

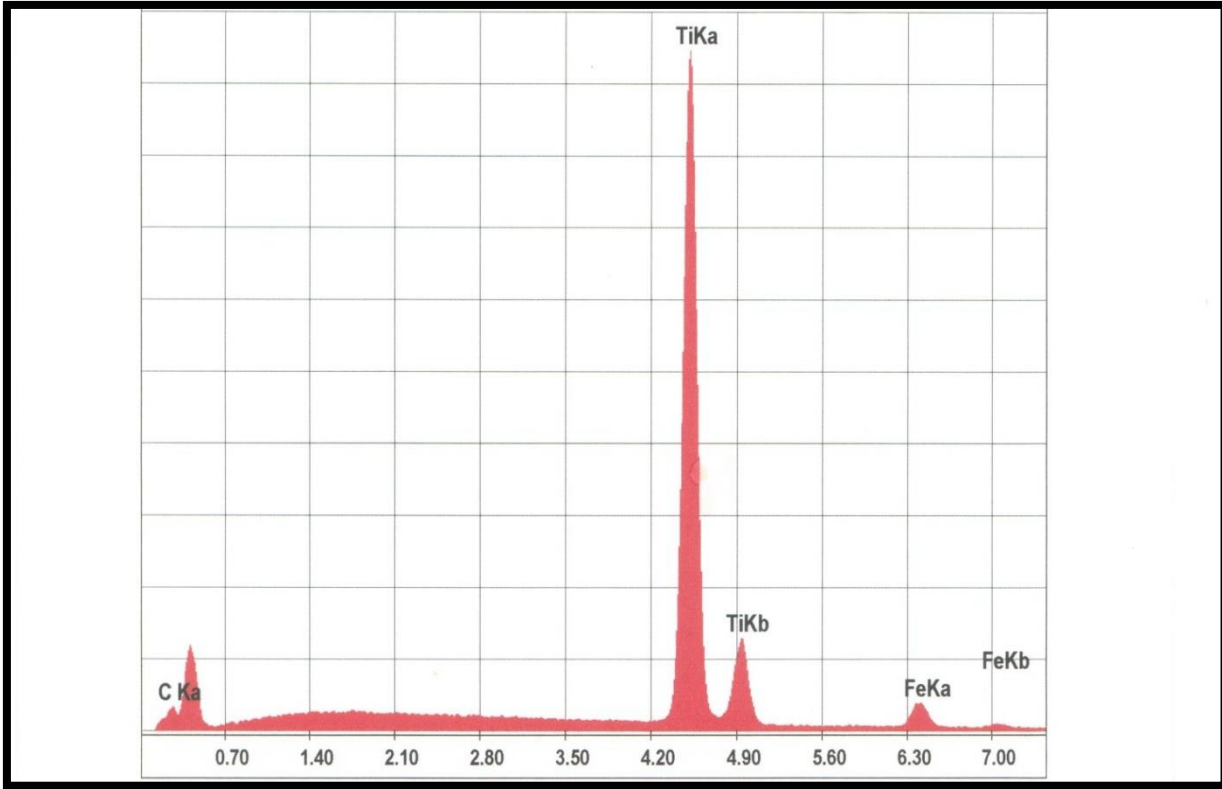
يدل على أن هذه العينات مكونة أساسا من عنصر التيتان بالإضافة إلى ظهور إشارات من الحديد و الكربون بشدات ضعيفة .

. في حالة المساند X210Cr12 بدون طبقة و معالجة حراريا عند 800 °م الشكل (V. 8) يبين ظهور الكثير من الخطوط

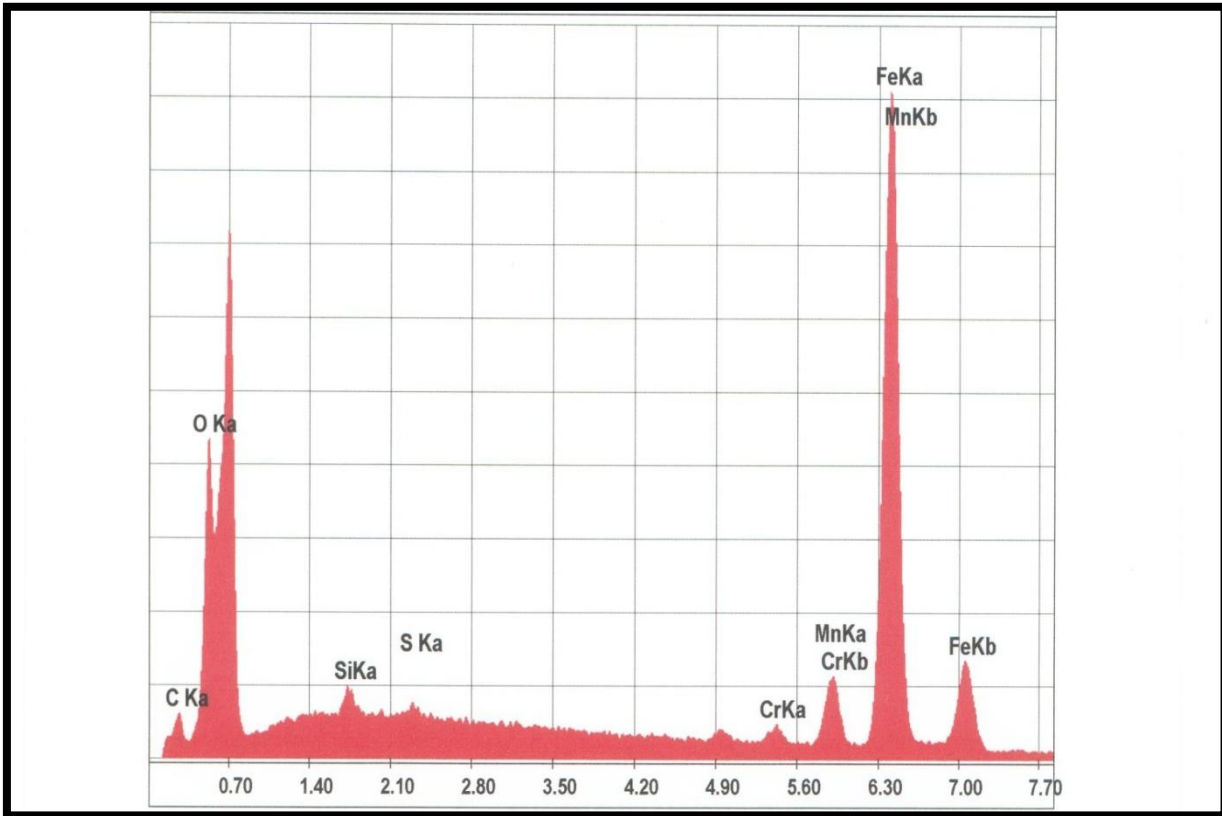
المميزة للحديد يمكن أن يعود ذلك إلى التركيز العالي للحديد في هذه المساند إضافة إلى ظهور مختلف عناصر التركيب الكيميائي .

. في حالة المساند X210Cr12 بطبقة و معالجة حراريا عند 800 °م الشكل (V. 9) يبين التناقص التدريجي لإشارات التيتان

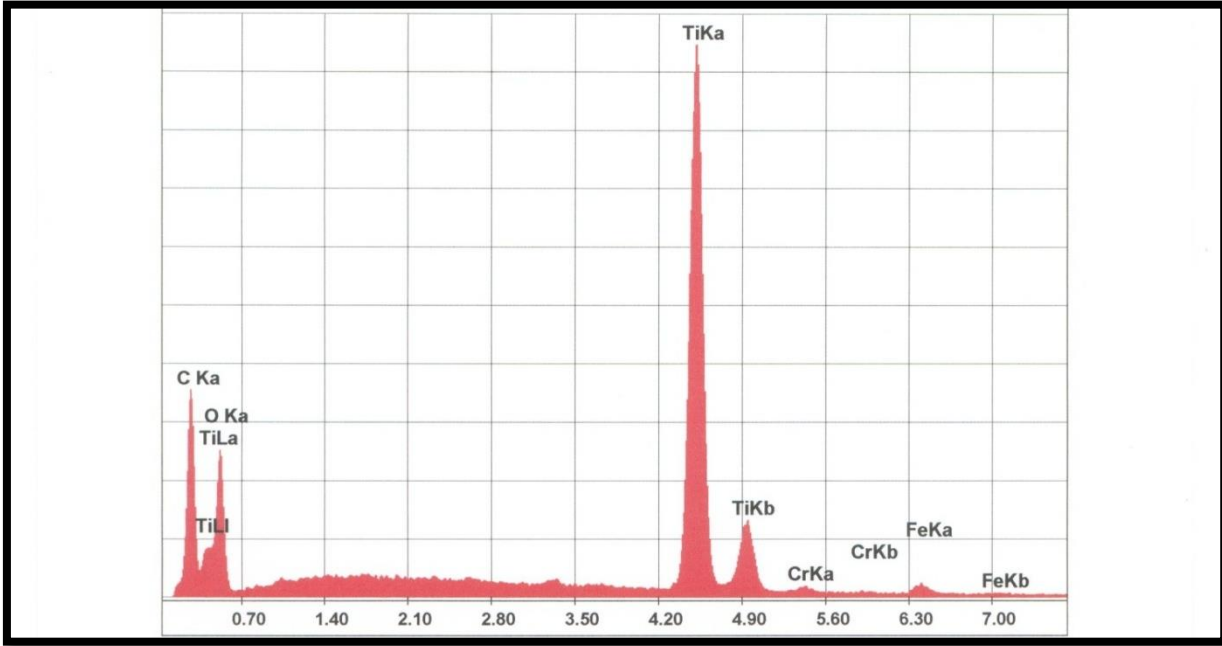
عند درجة حرارة التلدين بالإضافة إلى ظهور تدريجي لإشارات العناصر الإضافية للمسد .



الشكل (7. 7): يمثل طيف EDS لطبقات رقيقة من التيتانمرسبة على مساند فولاذية بدون معالجة حرارية



الشكل (8. V): طيف EDS لمساند فولاذية بعد المعالجة الحرارية عند 800 °م لمدة 30 دقيقة



الشكل (9. V): يمثل طيف EDS لطبقات رقيقة من التيتانمرسبة على الفولاذ معالجة حراريا عند 800 °م لمدة 30 دقيقة.

V. 2.7 . التحليل الكمي :

من خلال الجدول نلاحظ أن العينات المرسبة و المعالجة حراريا عند 800 °م تظهر إرتفاع تدريجي لتركيز الكربون بدلالة إرتفاع درجة حرارة التلدين و على العكس لاحظنا تناقص تدريجي في تركيز التيتان و الحديد مع إرتفاع درجة حرارة التلدين و هذا بالمقارنة مع العينات المرسبة و الغير معالجة حراريا .

أن تغير تركيز الكربون مع تغير درجة حرارة التلدين في كربيد التيتان له تأثير على الخواص الفيزيائية و الميكانيكية للكربيد كما هو موضح في الجدول (V.3).

Samples	Element	Wt %	At %	Z	A	F
---------	---------	------	------	---	---	---

X210Cr12/Ti	Ck	1.61	6.29	1.2040	0.3109	1.0011
	TiK	81.16	79.28	0.9966	0.9971	1.0093
	FeK	17.23		0.9914	0.9482	1.0000
	Total	100.00	14.43			
			100.0			
X210Cr12/Ti, 800°C	Ck	5.26	12.24	1.1316	0.3744	1.0010
	OK	28.32	49.48	1.1098	0.1500	1.0001
	TiK	60.49	35.30	0.9334	1.0038	1.0043
	CrK	1.41	0.72	0.9106	0.9538	1.0000
	FeK	4.52	2.26	0.9265	0.9655	1.0000
	Total	100.00	100.00			
X210Cr12, 800°C	Ck	2.02	7.50	1.1867	0.2213	1.0005
	Ok	6.67	18.61	1.1634	0.5324	1.0036
	Sik	0.67	1.06	1.1227	0.6190	1.0010
	Sk	0.32	0.45			1.0036
	Crk	1.13	0.97	1.1026	0.8043	1.2488
	Mnk	7.04	5.72		0.9961	1.0000
	Fek	82.15	65.68	0.9800	0.9991	1.0000
	Total	100.000	100.000	0.9619	1.0001	

الجدول (V. 3): يبين تغير تراكيز العناصر

ثابت الشبكة (انغستروم)	الكثافة (غ / سم ³)	الصلادة المهجرية (كغ / سم ³)	X =
------------------------	--------------------------------	--	-----

[25]	[24]	[23]	C/T
0.43223	4.74	2400	0.75
0.43243	4.84	2800	0.85
0.43258	4.92	3100	0.95
0.43270	4.93	3200	1

جدول (4 . V) : بعض الخواص الفيزيائية و الميكانيكية لكربيد التيتان بدلالة تركيز الكربون

V.8 . المناقشة :

إن تشكيل و نمو طور كربيد التيتان TiC راجع إلى الاستهلاك التدريجي للتيتان والذي ترجم بانخفاض في عدد و شدة الخطوط الموافقة للتيتان Ti .

إبتداء من درجة حرارة التلدين 400 °م لاحظنا ظهور طور كربيد التيتان TiC و هذا ناتج عن التفاعل الذي يحدث بين طبقة التيتان المترسبة و الكربون المنتشر من المساند. ارتفاع عدد خطوط TiC مع إزداد درجة حرارة التلدين يعود إلى زيادة تدفق أنتشار الكربون نحو المسند و تشكل و نمو الطور TiC .

أنتشار الكربون من المساند نحو الطبقات المرسبة لتشكيل ونمو كربيد التيتان هو الأكثر احتمالاً وهذا مبني على أسس فيزيائية وترموديناميكية ، فللكربون أصغر نصف قطر ذري مقارنة بالحديد والتيتان كما إن طاقة تنشيط أنتشار الكربون من المساند داخل

التيتان مساوية ل 30.5 kcal /mol في مجال درجة حرارة من 600 إلى 800° موهي بالتقريب نصف طاقة تنشيط انتشار التيتان داخل الحديد المساوية ل 60 Kcal/mol في مجال حراري أعلى (1075-1225° م) وأقل من طاقة تنشيط انتشار الحديد داخل التيتانالجدول (5.V).

و أن معامل أنتشار الكربون من المساند داخل التيتان يساوي 7.9×10^{-4} في مجال درجة الحرارة (600 الى 800 ° م) و هو أقل بكثير من معامل أنتشار الحديد داخل التيتان في مجال درجة الحرارة (900 إلى 1300 ° م) و أقل ايضا من معامل أنتشار التيتان داخل الحديد كما هو موضح في الجدول (5.V).

ظهور أكسيد الحديد Fe_2O_3 الناتج من تفاعل الحديد مع الاكسجين.

العنصر المنتشر	معامل الانتشار $D_0(\text{cm}^2/\text{s})$	طاقة الانتشار (kcal/mol)	مجال درجة الحرارة (°C)	المراجع
داخل التيتان				
^{14}C	7.9×10^{-4}	30.5	600-800	[26]
^{55}Fe	0.6	45.00	900-1300	[27]
داخل الحديد				
^{14}C	Fe(α) 6.2×10^{-3}	19.2	350-850	[26]
	Fe(γ) 0.1	32.4	950-1060	[26]
Ti	0.15	60.00	1075-1225	[28]

الجدول (5.V) : متغيرات الانتشار

❖ جدول مقارنة بين العينات المحصل عليها من مخططات إنعراج الأشعة السينية

العينات	العناصر ذات التراكيز العالية	العناصر ذات التراكيز الأقل
X210Cr12 / Ti بدون معالجة حرارية	Fe ₃ C(121)	Ti(100) ; Cr ₃ C ₂ (121) ; Cr ₂₃ C ₆ (511) ; Fe α (200) ; Ti(103)
X210Cr12 / Ti معالجة حراريا عند 400° م لمدة نصف ساعة	Fe α (110)	Ti(100) ; TiC(111) ; Cr ₃ C ₂ (121) ; TiC(200) ; Ti(101) ; Cr ₂₃ C ₆ (511) ; Fe α (200) ; Fe α (211) ; Fe α (220) Cr ₇ C ₃ (411) ; Cr ₂₃ C ₆ (422) ; Fe α (211) ; Fe α (220)
X210Cr12 بدون معالجة حرارية	Fe α (110)	Cr ₇ C ₃ (402) Cr ₇ C ₃ (411) ; Cr ₇ C ₃ (403) Fe α (220)Cr ₂₃ C ₆ (422) ; Cr ₃ C ₂ (121) ; Fe α (200); Fe α (211); ;

الجدول (V. 6) : جدول يلخص أهم العناصر الظاهرة في مخططات إنعراج الأشعة السينية لمختلف العينات.

❖ جدول مقارنة بين العينات بعد التحليل الكمي و الكيفي بمطيافية الأشعة السينية

العينات	العناصر ذات التراكيز العالية	العناصر ذات التراكيز المنخفضة
X210Cr12/Ti بدون معالجة حرارية	TiK α	CK α ; FeK α ; FeK β ; TiK β

<p>X210Cr12/Ti</p> <p>معالجة حراريا عند 800 °م لمدة نصف ساعة</p>	<p>TiKα ; OKα</p>	<p>CKα ; CrKα ; CrKβ ; CrKα ; FeKα ; FeKβ ; TiKα ; TiKβ ; TiKγ</p>
<p>X210Cr12</p> <p>معالجة حراريا عند 800 °م لمدة نصف ساعة</p>	<p>FeKαMnKβ ; OKα</p>	<p>CKα; SiKα; SKα; CrKα; CrKβ; MnKα; FeKβ</p>

جدول (7 . V) : جدول يلخص أهم العناصر الظاهرة في مخططات التحليل الكيفي و الكمي بمطيافية الأشعة السينية

خلاصة العروة

الخلاصة :

تطرقنا في هذا العمل إلى ترسيب طبقات رقيقة من التيتان على مساند فولاذية X210Cr12 تحتوي على 2.07 % بطريقة الرش المهبطي ومن أجل تنشيط التفاعل بين المساند و الأفلام الرقيقة قمنا بمعالجتها حراريا تحت الفراغ عند درجات حرارة 400° م , 800 ° م . لدراسة العينات إستعملنا الطرق التجريبية التالية : إنعراج الأشعة السينية , التحليل الكمي و الكيفي بواسطة مطيافية الأشعة السينية (EDS) , المجهر الإلكتروني الماسح (MEB) .

بينت مخططات إنعراج الأشعة السينية نمو و تشكيل كربيد التيتانTiC بأنتشار الكربون من المساند نحو الطبقات الرقيقة بفعل المعالجة الحرارية إبتداء من 400 °م.

ولدراسة العينات إستعملنا المجهر الإلكتروني الماسح (MEB) حيث وجدنا أن عند المعالجة الحرارية للعينات نلاحظ أنتشار العناصر الداخلة في تركيب المساند نحو السطح .

كما أستعنا بطريقة التحليل الطيفي EDS المستعمل في تحليل العينات الذي أعطى فكرة جيدة حول مختلف العناصر الموجودة في العينات قبل وبعد الترسيب بواسطة هذه التقنية أستطعنا مراقبة أنتشار العناصر بين المساند والطبقات , بالإضافة إلى الدراسة الكمية التي تحدد نسبة هذه العناصر في العينات بدلالة درجة الحرارة .

المراحم

قائمة المراجع

- [1]: R. Gheriani ; « influence de la proportion de phases dans le domaine de température (400-1000°c) sur des films de Ti et de Cr , déposés sur des substrats en aciers », thèse de doctorat , Université, DE CONSTANTINE 8juin2005.
- [2] : يولاختين , علم المعادن و المعاملة الحرارية " دار مير " للطباعة و النشر الاتحاد السوفيتي موسكو .
- [3] : أ.كوتشير , تكنولوجيا المعادن ترجمة المهندس عيسى الزيدى " دار مير " للطباعة و النشر الاتحاد السوفيتي موسكو .
- [4] : سماحي ايمان " تأثير المعالجة الحرارية على طبقات رقيقة من TiO_2 المترسبة على مساند من الزجاج " مذكرة ماستر اكاديمي جامعة ورقلة 2014 .
- [5] : سليمانى ادريس "مساهمة في دراسة طبقات رقيقة معدنية من مركب التيتانمرسبة على مساند فولاذية " مذكرة ماجستير
- [6] : Z. Guemmouda “ effet de plasmas des ions d’argon (Ar+) sur l’interaction entre des couches minces réfractaires et des substrats en acier : analyse par lerayonnement x. thèse de magister ,Univ . Ouargla . 2011.
- [7] : رانية عبد الظاهر نوايا ,طارق اسماعيل كاخيا " عنصر الحديد . وجوده . مركباته . استخدامه " الجمعية الكيميائية , كلية العلوم , جامعة البعث سوريا .
- [8] : عشور أم الخير " دراسة التفاعل بين طبقات رقيقة من معدن انتقالي مرسبة على مساند فولاذية بانعراج الاشعة السينية " مذكرة ماستر أكاديمي جامعة ورقلة 2015 .

- [9] : Low pressure Chemical vapor _ Technolgyand Equipment .
- [10] : Plasma Enhanced chemical vapor Deposition _ Technolgyand Equipment .
- [11] : He, Zhenping . Kretzschmar Template _ Assisted GLAD :
Approach to Single and Multipatch. Patchy Particlas with comtrolled patch shape 15761_15753 ; (51) 29, langmuirIlona (6 December 2013) .
- [12] :He, Zhenping . Kretzschmar Template _ Assisted Fabrication of patchy .Particleswith Uniform Patches Langmuir ; Ilona (18 June2012) .
- [13] : **Yan-mei JIANG** ; « Pulvérisation cathodique assistée par ordinateur » thèse de doctorat , paris ; 4 décembre 1992 .
- [14] : أ.د. نعيمة عبد القادر احمد , أ.د. محمد أمين سليمان , علم البلورات و الأشعة السينية , دار الفكر العربي 2005 .
- [15] :سميحة بضياف " دراسة التركيب الجزيئي لرمال كثبان منطقة ورقلة باستخدام مطيافية الأمتصاصاتحت الحمراء و حيود الأشعة السينية " مذكرة ماستر اكايمي جامعة ورقلة 2012 .
- [16] : أ.د. محمود نصر الدين , الأشعة السينية و بعض تطبيقاتها , الهيئة العربية للطاقة الذرية تونس . 2008 .
- [17] : عبد الله عطاف " ترسيب و تشخيص شرائح نيتريدالسيلاسيوم المحضرة بطريقة الرش المهبطي " مقدمة لنيل شهادة دكتوراة دولة جامعة بسكرة 2005 .
- [18] :B. Gharbi et AomarBoukra«UTILISATION DE L'HYDROGÈNE DANS LA PRÉPARATION DES COUCHES MINCES PAR PULVÉRISATION CATHODIQUE»
workshop National sur Lhydrogène – université KasdiMerbah – Ouargla 29 Avri2009 .

[19]: عبید سعیدة " دراسة في ثلاث أبعاد للمقادير الكهربائية في جهاز الرش المهبطي المغنطوني باستعمال طريقة الحجم المنتهية " مذكرة ماجستير جامعة ورقلة 2012 .

Matériaux [20]:S. Etienne, D. Laurent, E. Gaudry, P. Lagrange, J. Ledieu, J. Steinmetz, Les :
de A à Z, Belgique aout 2008

[21]:Pieface D'ALAIN GUIMER , METALLOGRAPHIE et TECHNIQUES D'ANALYSE
EDITION PYCUVRES , PARIS . P 92 –101 (1998)

[22]: د.حازم فلاح سكيك , الميكرو سكوبات الالكترونية , [www. hazemsakeek .net](http://www.hazemsakeek.net)

[23]: Holleck, j. Vac. Sci. Tech. A. 4 (6) 2661 (1996).

[24]: G. V. Samsonov , L. A. Klochkov, I. I. Tomofeva, Refractory Carbides
NoukovaDumka, Kive, (1975).

[25]: S. S. Kiparisov , Y. V ; Levinsky, A. P; Petrove, Titanium Carbide: Prodection
Properties and application,Moscow. Metallurgia, (1987).

[26]: the M_L.E .Toth ,Transition Metal Carbides and Nitrides,AcademiPress,New York
(1971) .

[27] :E.K.Storms ,theRefractoryCarbids , Academic Press , New York (1967)

[28]:M.Ohring,the Materials Science of Thin Films, Academi Press , San Diego547(1992).

الملخص

لغرض تحسين الخواص السطحية الفيزيائية والميكانيكية للمواد أو للحصول على خواص معينة , ترسب عليها طبقات رقيقة من معادن مختلفة . يهدف هذا العمل الى دراسة التفاعل بين طبقات رقيقة من التيتانمترسبة بطريقة الرش المهبطي على مساند من الفولاذ من النوع X210Cr12 يحتوي على 2.07% من الكربون , تحت تأثير المعالجة الحرارية في وسط مفرغ في المجال (400°م - 800°م) .

بينت التحليل بالمجهر الالكتروني الماسح المرفق بالمخططات انعراج الأشعة السينية (DRX) ومطيافية اصطفاء الطاقة (EDS) تشكل ونمو كريد التيتان نتيجة انتشار الكربون من المساند نحو الطبقات الرقيقة كما بينت نتائج الدراسة الكيفية والكمية بمطيافية اصطفاء الطاقة انتشار العناصر الإضافية للمساند نحو الطبقات الخارجية مع زيادة درجة حرارة التلدين تبعاً لتراكيزها . لكمية الكريد المتشكل وتركيز الكربون فيه له تأثير على الخواص السطحية للعينات .

الكلمات المفتاحية : فولاذ , تيتان , طبقات رقيقة , ترسيب , رش مهبطي , انعراج الاشعة (DRX) , مطيافية اصطفاء الطاقة (EDS) .

Résumé

Pour améliorer les caractéristiques superficielles physiques et mécaniques des matériaux ou pour l'obtention des caractéristiques spécifiques, les échantillons seront revêtus avec des couches minces de différents métaux .Le but de ce travail est d'étudier la réaction entre des couches minces de titane déposées avec la méthode de pulvérisation cathodique et des substrats en acier de type X210Cr12 contiennent 2,07% en carbone.Pour activer la réaction entre les couches minces et les substrats, les échantillons ont été traités thermiquement dans l'intervalle de température de 400 à 800°C.

L'analyse avec la diffraction des rayons x et le microscope électronique à balayage couplé avec une microanalyse à rayons X (EDS) a montré la formation et la croissance du carbure de titane après la diffusion de carbone de substrats vers les Couches minces déposées. L'étude qualitative et quantitative avec microanalyse a montré la diffusion des éléments d'addition des substrats vers les couches extérieures avec l'augmentation de la température de recuit suivant leurs concentrations. La quantité de carbure formée et la concentration de carbone dans le carbure ont une influence sur les propriétés superficielles des échantillons.

Mots clés : Titane, Acier, Couches minces, Déposition, pulvérisation cathodique, Diffraction des rayons x, Microanalyse x (EDS)