



جامعة قاصدي مرباح ورقلة

كلية العلوم والتكنولوجيا وعلوم المادة

قسم علوم المادة

رقم الترتيب:

الرقم التسلسلي:

مذكرة مقدمة لنيل شهادة الماجستير

تخصص فيزياء

فرع فيزياء المواد

من إعداد الطالب إدريس سليمان

تحت عنوان:

**مساهمة في دراسة طبقات رقيقة معدنية من مركب
التيتان مرسبة على مساند فولاذية**

يوم المناقشة:

لجنة المناقشة:

رئيسا	جامعة ورقلة	أستاذ محاضر	د.عمار بوكراع
مناقشا	جامعة ورقلة	أستاذ تعليم عالي	أ.د.كمال الدين عيادي
مناقشا	جامعة ورقلة	أستاذ تعليم عالي	أ.د.صالح صاولي
مقررا	جامعة ورقلة	أستاذ محاضر	د.رشيد غرياني

قال تعالى:

(أَتُونِي زُبَرَ الْحَدِيدِ حَتَّىٰ إِذَا سَاوَىٰ بَيْنَ الصَّدَفَيْنِ قَالَ
انفُخُوا حَتَّىٰ إِذَا جَعَلَهُ نَارًا قَالَ أَتُونِي أُفْرِغْ عَلَيْهِ قِطْرًا
فَمَا اسطَّاعُوا أَن يَظْهَرُوهُ وَمَا اسْتَطَاعُوا لَهُ نَقْبًا)

(الكهف: 96,97)

شكر و عرفان

إن الشكر و الحمد لله أحمدده حمدا كثيرا طيبا مباركا فيه. ومن تمام شكره عز وجل أن تشكر من أدى لك معروفا, ولذلك أتقدم بالشكر الجزيل إلى كل من ساهم من قريب أو من بعيد في إنجاز هذه المذكرة وأخص بالذكر الدكتور رشيد غرياني على كل ما فعل من اقتراح و إشراف و اسهام وتتبع لهذا البحث كما أتقدم بشكري الجزيل إلى الدكتور عمار بوكراع على تفضله برئاسة لجنة المناقشة.

و أتقدم بشكري إلى الأستاذ الدكتور كمال الدين عيادي و الأستاذ الدكتور صالح صاولي أعضاء لجنة المناقشة ، على موافقتهم المشاركة في اللجنة .

شكري أيضا للمشرفين على مخبر فيزياء الإشعاع و البلازما و فيزياء السطوح LRPPS وأخص بالذكر الدكتور فتحي خلفاوي.

أشكر كل من أحسن استقبالي و قدم لي يد العون بمركز تنمية التكنولوجيات المتطورة CDTA وأخص بالذكر الدكتور محمد أو شعبان.

والشكر الجزيل للدكتور محفوض بن كري الأستاذ بجامعة سطيف عضو مخبر دراسة السطوح و السطوح البيئية للمواد الصلبة (L.E.S.I.M.S) .

والشكر الجزيل للزميل والصدیق الأستاذ بجامعة ورقلة محجوبي جعفر على مساعدته وإرشاداته القيمة كما لا أنسى مجهودات الصدیق الأستاذ بجامعة الأغواط سويده السايح .

والشكر الجزيل لكل من للدكتور عمار موسي الأستاذ بجامعة بسكرة , والأستاذ بجامعة البليدة عبد الرحمان عبد الرحمان .

مقدمة :

تعتمد الخواص الفيزيائية والكيميائية للمواد بشكل عام على بنيتها البلورية و تراكيبها الكيميائية التي تعتمد بدورها على شروط تحضيرها, ويمكن أن نرى ذلك جلياً في الأفلام الرقيقة بسبب خواصها المميزة التي جعلتها واحدة من أهم التقنيات التي ساهمت في تطوير عدة مجالات صناعية . تحضى سبائك الحديد بأوسع انتشار في الصناعة , واهم هذه السبائك هي الصلب (الفولاذ) والحديد الزهر وهي سبائك للحديد مع الكربون [5] , لتحسين خصائص الفولاذ تستخدم عدة طرق من بينها المعاملة الحرارية الكيميائية (التصليد بالتغليف) ويطلق هذا المصطلح على عمليات التشبيع السطحي للفولاذ بعنصر مناسب (مثل الكربون الازوت , الألمنيوم , الكروم و غيرها) [5] , ومن فروع هذه الطريقة تقنية الرش المهبطي وهي من التقنيات المستخدمة لوضع الأغشية الرقيقة .

لكربيدات العناصر الانتقالية خصائص فيزيائية وميكانيكية جيدة ما جعلها مستعملة كأفلام رقيقة لتحسين الخواص السطحية للمعادن المستعملة في التطبيقات التي تحتاج إلى مقاومة حرارية وميكانيكية عالية .

في هذا العمل قمنا بتحضير و دراسة أفلام رقيقة من كربيد التيتان بطريقة غير مباشرة , حيث رسبنا طبقات نقية من التيتان على مساند من الفولاذ K80FF-1 يحوي 0.81 % من الكربون بطريقة الرش المهبطي في وسط مفرغ حيث تم الترسيب على سلسلتين , السلسلة الأولى رسبت تحت استطاعة قدرها 200 واط , السلسلة الثانية رسبت تحت استطاعة قدرها 100 واط , ثم قمنا بتلدين العينات تحت الفراغ عند درجات الحرارة 400°م , 700°م , 900°م من أجل تفعيل انتشار الكربون من المساند إلى الأفلام الرقيقة الذي يؤدي إلى تشكيل ونمو كربيد التيتان.

تشمل هذه المذكرة أربعة فصول تستهل بمقدمة عامة وتختتم بملخص بالإضافة إلى الخلاصة العامة, المصطلحات المستعملة و المراجع .

الفصل الأول يتطرق إلى الفولاذ و بيان ائزان الأطوار حديد – كربون (Fe-C) مع التحولات الطورية و أهم أطوار بيان الاتزان Fe-C مع البنية المجهرية للفولاذ ثم تقسيم الفولاذ حسب تركيبه وحسب استعماله.

الفصل الثاني فيه نظرة على العناصر الانتقالية , تقسيمها إلى عناصر انتقالية رئيسية و عناصر انتقالية داخلية , كما يتطرق الفصل بإيجاز إلى بعض كربيدات العناصر الانتقالية , بعض خصائص كربيدات العناصر الانتقالية , كربيد التيتان و منحنى ائزان الأطوار Ti – C .

الفصل الثالث وفيه إطلالة على التقنيات المستعملة، من الرش المهبطي و مبدئه إلى الأشعة السينية خصائصها و بعض ما تفيده في علم المعادن، ثم المعالجة الحرارية وقياس الصلادة وبعد ذلك المجهر الالكتروني الماسح و مبدأ عمله .

الفصل الرابع يتطرق إلى العمل المخبري المنجز و تحليل النتائج و مناقشتها , وفيه ملخص عن إعداد العينات من التقطيع إلى ترسيب الطبقة و قياس سمك الطبقة الرقيقة , والمعالجة الحرارية، ثم الدراسة بالأشعة السينية فالدراسة المورفولوجية بالمجهر الالكتروني , وبعد ذلك قياس الصلادة الدقيقة مع دراسة النتائج .

الفصل الأول

عموميات حول الفولانذ

1.1. مقدمة:

المعادن الحديدية هي سبائك من الحديد مع الكربون وعناصر أخرى منها السليسيوم والمنغنيز والفسفور وغيرها , وتنقسم سبائك الحديد والكربون حسب نسبة الكربون فيها إلى زهر و فولاذ. [1] يكون الحديد زهرا في حال كانت نسبة الكربون من 2% إلى 6.67% (من الكتلة).

2.1. تعريف:

نسمي فولادا (صلب) كل خلأط الحديد التي تحوي 0,10% إلى 1,70% (كتلة) من الكربون و الناتجة بالسقاية [2] , وفي الواقع فان نسبة الكربون في انواع الصلب التي تنتج عمليا يندر ان تتجاوز 1,4%. [1]

3.1. بيان الاتزان حديد كربون Fe-C:

يتكون هذا البيان من عنصرين متباينين في الخواص الفيزيائية و الكيميائية هما الحديد Fe والكربون C

1.3.1. الحديد النقي Fe:

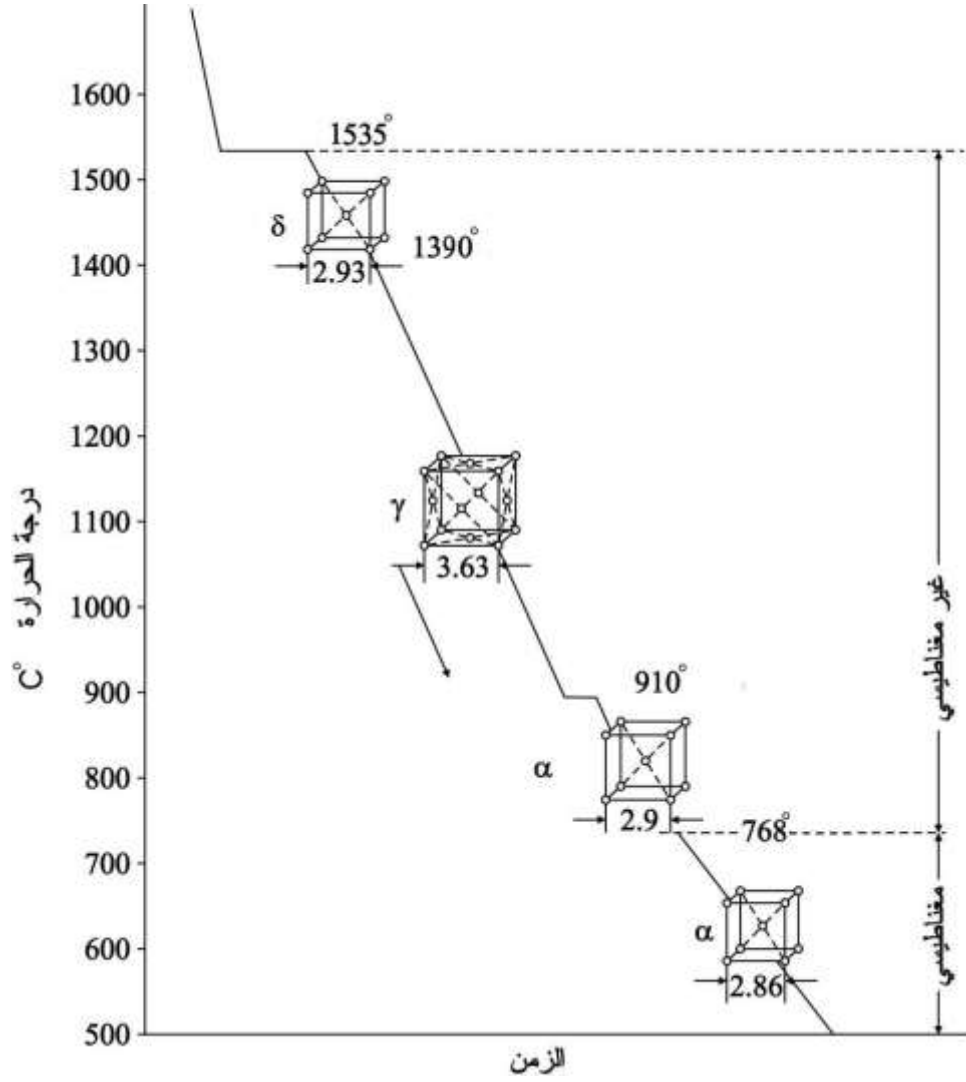
1.1.3.1. تعريف:

عنصر كيميائي , عدده الذري 26 , كتلته الذرية 55.847 , درجة انصهاره 1536°م , درجة تبخره 3000°م و كتلته الحجمية 7.86 غ/سم³ , يتواجد في الطبيعة على شكل اكاسيد (أكسيد الحديد الأحمر هيماتيت Fe₂O₃ , أكسيد الحديد الأسود ماغنيتيت Fe₃O₄) . [3]

2.1.3.1. منحنى تبريد الحديد النقي:

- في المنطقة 1535 – 1390°م يكون الحديد ذو شبكة بلورية مكعبة مركزة الحجم BCC طول ضلع مكعبها 2.93 Å ويسمى بالحديد δ (Fe_δ) .
- وعند الدرجة 1390°م تتحول الشبكة المكعبة مركزة الجسم BCC الى شبكة مكعبة مركزة الوجه FCC طول ضلع مكعبها 3,63 Å , اي ان الحديد δ يتحول الى الحديد γ (Fe_γ) .
- وفي المدى من 1390°م الى 910°م يكون الحديد في الحالة γ
- وعند الدرجة 910°م تتحول الشبكة المكعبة المركزة الوجه FCC (Fe_γ) إلى الشبكة المكعبة مركزة الجسم BCC (Fe_α) طول ضلع مكعبها 2,90 Å .
- وفي درجات الحرارة الأقل من 910°م يحتفظ الحديد بشبكة مكعبة مركزة الحجم BCC (a=2.86Å) .

وبسبب تغير الشبكة البلورية للحديد تتغير بعض خصائصه , فالحديد Fe_{α} مثلا يكاد لا يذيب الكربون أما الحديد Fe_{γ} فيذيب الكربون بنسبة تصل الى 2 % و يذوب الكربون في الحديد Fe_{δ} بنسبة تصل إلى 0,1 % [1].



الشكل(1): منحنى تبريد الحديد النقي

2.3.I. الكربون :C

يتواجد الكربون في صورتين بلوريتين هما الماس و الغرافيت

- الماس عديم اللون, شديد الصلابة, درجة انصهاره عالية (حوالي 3930° م) ماسي البنية , كثافته 3.51 غ/سم .
 - الغرافيت لين يتشقق بسهولة , درجة انصهاره 2940° م , سداسي البنية كثافته 2.22 غ/سم .
- يكون الكربون مع الحديد مركب وسيط هو السيمنتيت (Fe_3C) ينصهر عند 1227° م ويحتوي على 6,69 % وزنا كربون .

3.3.I. التحولات الطورية :

يكون الحديد δ , γ و α مع الكربون في الحالة الجامدة محاليل انغراسية بينية هي:

- الطور δ (الفيريت δ)

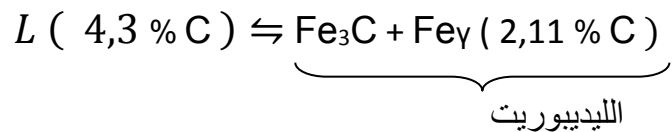
- الطور γ (الاستنيت)

- الطور α (الفيريت α) [4]

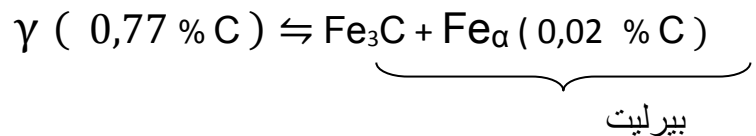
تغير ذوبان الكربون في كل طور مع تغير درجة الحرارة يوضحه الشكل (2)

هناك ثلاث تحولات يظهرها البيان :

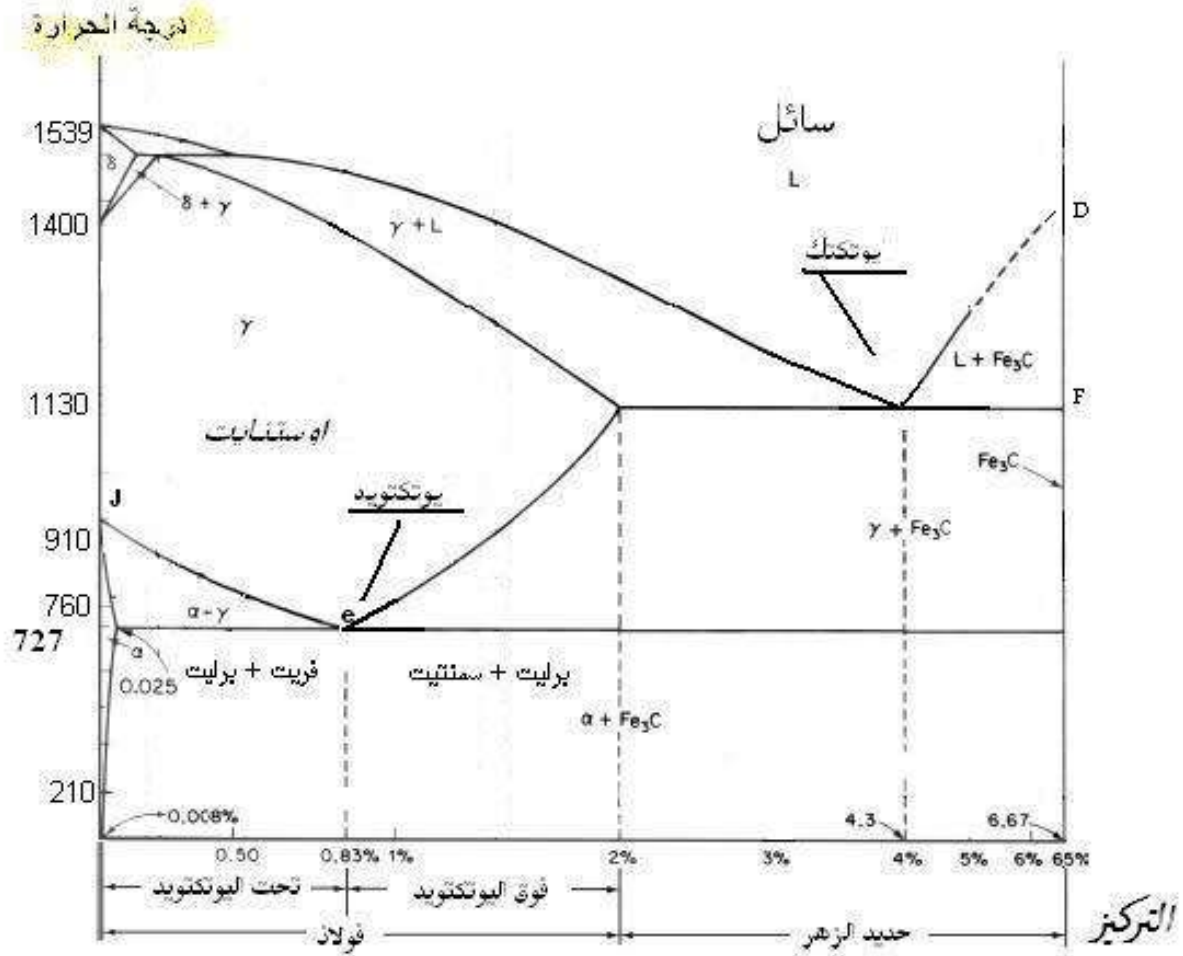
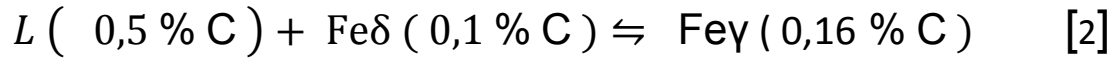
1- تحول اوتكتيكي عند 1148° م



2- تحول اوتكتويدي عند درجة الحرارة 727° م



- التحول البريتكتيكي عند الدرجة 1487 م°



الشكل(2): بيان الاتزان حديد - كربون

4.3.I. الخطين Ac_1 و Ac_3 :

- يسمى المنحنى je بالخط Ac_3 ويمثل الحد الفاصل بين المنطقتين γ و $\alpha + \gamma$, أو درجة حرارة نهاية (أو بداية) التحول الطوري $\gamma \leftrightarrow \alpha$ وهي تتغير مع تركيز الكربون .
- يسمى المسطح الاتكتويدي (227°م) بالخط Ac_1 ويمثل درجة حرارة بداية أو نهاية التحول الطوري $\gamma \leftrightarrow \alpha$ وهي ثابتة لا تتغير مع تركيز الكربون غير أنها تتغير عند إضافة عناصر معدنية أخرى .

5.3.I. أهم أطوار المخطط Fe-C:

أهم أطوار مخطط الاتزان الحراري لسبيكة الحديد والكربون لمختلف درجات الحرارة هي :

1.5.3.I. طور الفريت α :

هذا الطور هو المعتاد عند درجات الحرارة الأقل من 912°م , بناؤه البلوري مكعبي ممرکز الجسم BCC .

2.5.3.I. طور السيمنتيت:

هو مركب كيميائي صيغته Fe_3C ويسمى في بعض الأحيان الكريبيد , وهو طور غني بالكربون , نسبة الكربون فيه تساوي 6.7% وهي أقصى نسبة كربون يمكن إذابتها في الحديد .

3.5.3.I. طور الاستنيت γ :

هذا الطور يكون مستقرا بين درجتَي الحرارة 912°م و 1394°م ذو بناء بلوري مكعب الوجه Fcc .

4.5.3.I. طور الفريت δ :

هو الشكل المستقر فوق درجة الحرارة 1394°م , بناؤه البلوري مكعبي مركزي الوجه Fcc .

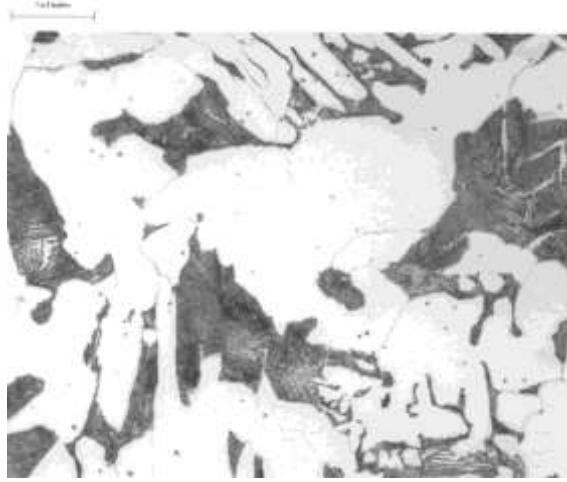
5.5.3.I. طور السائل:

وهو سائل مكون من الحديد و الكربون . [4]

4.I. البنية المجهرية للفولاذ :

اصطلح على تسمية سبيكة الفولاذ التي تحتوي على 0,8% كربون بالصلب الأوتكتويدي (بيرليت فقط) .

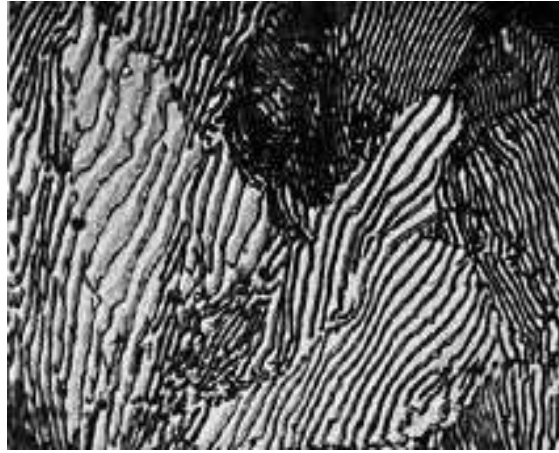
1.4.I. البنية المجهرية لفولاذ قبل اوتكتويدي :



الشكل(3): البنية المجهرية لفولاذ قبل اوتكتويدي

حيث تمثل المساحات الفاتحة فيريت و المساحات القاتمة بيرليت .

2.4.I. البنية المجهرية لفولاذ اوتكتويدي (بيرليت) :



الشكل(4): البنية المجهرية للبيرليت .

3.4.I. البنية المجهرية لفولاذ بعد اوتكتويدي :



الشكل(5): البنية المجهرية لفولاذ بعد اوتكتويدي

يتكون من سيمنتيت وبيرايت (السيمنتيت بلون فاتح) [5]

5.I. تصنيف الفولاذ :

1.5.I. مقدمة :

هناك عدة تقسيمات للفولاذ على اساس المركبات الكيميائية وعلى حسب الاستعمال

يمكن ان نقسم الفولاذ على حسب المركبات الكيميائية الى :

- فولاذ كربوني .

- فولاذ سبائكي .

تكون نسبة الشوائب في الفولاذ الكربوني كحد اقصى كالاتي :

الجدول 1 : النسب القصوى للشوائب في الفولاذ الكربوني

العنصر	النسبة الحدية القصوى (%)
المنغنيز Mn	1,0
السليسيوم Si	0,8
الكروم Cr	0,3
النيكل Ni	0,3

و إذا زادت النسبة على ذلك يعد الفولاذ سبائكي [1]

2.5.I. أنواع الفولاذ الكربوني:

يقسم على حسب استعماله إلى نوعين:

- فولاذ الانشآت الكربوني .

- فولاذ العدة الكربوني .

1.2.5.I. فولاذ الإنشآت الكربوني :

هو الفولاذ المستخدم لإعداد أجزاء الآليات والإنشاءات ويجب أن لا تزيد نسبة الكربون عن 0,5 – 0,6 % . [5]

وينقسم حسب الاستعمال إلى :

أ- فولاذ كربوني عادي :

يستعمل بدون معاملة حرارية وينقسم إلى مجموعتين :

أ-1. فولاذ المجموعة A :

ويرقم على حسب خواصه الميكانيكية

فولاذ i : C_{Ti} $i = 1, 2, \dots, 7$

Acier : C_T

وكلما زاد الرقم تزداد نسبة الكربون في الفولاذ وبالتالي تزداد متانته وتقل لدونته .

أ-2. فولاذ المجموعة B :

ويرقم على حسب التركيب الكيميائي

الفولاذ م i : CM_{Ti}

الفولاذ ب i : BC_{Ti}

الفولاذ ت i : CT_{Ti}

$i = 1, 2, \dots, 7$

حيث : M (م) , B (ب) و T (ت) تدل على طريقة الصهر

م : مارتن

ب : بيسمر

ت : توما

ب- فولاذ كربوني جيد :

يستعمل للاجزاء التي تعامل معاملة حرارية وكيميائية ويشترط في هذا النوع دقة اكبر في التركيب الكيميائي اذ تخفض حدود تغير الكربون وتخفض نسبة الكبريت والفسفور (حتى 0,04 %).

و تتميز انواع الفولاذ الكربوني الجيد بالارقام 08 , 10 , ... , 45 , ... , 70 , وتمثل هذه الاعداد النسبة المتوسطة للكربون في اجزاء من المئة .

2.2.5.I. فولاذ العدة الكربوني :

و يرمز له بالرمز (مثلا) :

y13A , y13 , y12A , y12 , y10A , y10 , y9A , y9 , y8A , y8 , y7A , y7

يدل الحرف y على انه فولاذ كربوني في حين يبين الرقم نسبة الكربون في أجزاء من عشرة بالمائة ويدل الحرف A على جودة الفولاذ واحتوائه على اقل نسبة من الكبريت والفسفور , حيث انه في عدم وجود A لا تزيد نسبة الكبريت عن 0,04 % وفي وجود A لا تزيد عن 0,03 % .

3.5.I. أنواع الفولاذ السبائكي :

يقسم الفولاذ السبائكي حسب البنية أو حسب الاستعمال

1.3.5.I. التقسيم حسب البنية :

وهي ستة أنواع :

- 1- الفيريتي
- 2- الاستيني
- 3- البيرليتي
- 4- الكاربيدي
- 5- المارتنسييني
- 6- الليديبورييني

2.3.5.I. التقسيم حسب الاستعمال :

وهو نوعين :

- فولاذ الانشآت السبائكي .
- فولاذ العدة السبائكي .

أ- فولاذ الانشآت السبائكي :

يجب ان تكون انواع هذا الفولاذ المستعملة لصناعة أجزاء المكنات والمنشآت عالية المقاومة والمتانة , وتنقسم حسب نسبة الكربون بها الى :

أ-1. فولاذ كربنة :

وهو الذي يحتوي على الكربون بنسبة تتراوح بين 0,01 و 0,25 % .

أ-2. فولاذ محسن :

ويحتوي على 0,30 إلى 0,55 % كربون

ب- فولاذ العدة السبائكي :

وهو أكثر اصلادية ومقاومة للتآكل من الفولاذ الكربوني نظرا لوجود العناصر المكونة للكاربيدات

[1] . v , w , Mn , Cr

3.3.5.I. تمييز أنواع الفولاذ السبائكي :

أ- الفولاذ السبائكي الانشائي :

يميز بأرقام وحروف ويكتب على سبيل المثال كالآتي :

0X22H4A , A3HX12 , 15X

ويبدل الرقمان الأولان الواردان في بداية طراز الفولاذ على المحتوى المتوسط للكربون بكسور مئوية في

المائة أما الحروف الموجودة على يمين الأرقام فتدل على عنصر الخلط السبائكي مثلا :

A تدل على النيتروجين

H تدل على النيكل

T تدل على التيتان

X تدل على الكروم

وتدل الأرقام الموجودة بعد الحروف على النسبة التقريبية للعنصر الذي يدل عليه الحرف.

ويدل عدم وجود الرقم على أن النسبة قد تساوي 1,5 % أو اقل .

ب- فولاذ العدة السبائكي :

يميز فولاذ العدة السبائكي بأرقام وحروف مثل :

7X3 , 9XC

يدل الرقم الأول من اليسار على نسبة الكربون بكسور عشرية في المائة هذا في حال النسبة اقل

من 1% أما إذا كانت حوالي 1 % فلا يذكر الرقم. و تدل الحروف على عناصر الخلط السبائكي و يدل

الرقم الذي بعد الحرف على النسبة المئوية للعنصر الدال عليه الحرف. [5]

الفصل الثاني

عموميات حول العناصر الانتقالية

1.II. مقدمة :

إن احد التقسيمات الخاصة بالعناصر الكيميائية صنفتها إلى معدنية و غير معدنية , وهذا التقسيم ليس حادا لأنه توجد عناصر يطلق عليها أنصاف معادن كما أن التقسيم يكون غير متساوي إذ أن المعادن تفوق المواد غير المعدنية عددا بنسبة 4 إلى 1 ومع ذلك فإنه يمكن تقسيم المعادن تقسيما فرعيا إلى عناصر انتقالية وعناصر غير انتقالية . [6]

العناصر غير الانتقالية هي معادن تنتمي إلى المجموعة (s) أو المجموعة (p) , و من أهم خصائصها أنها لينة نسبيا مقارنة بالعناصر الانتقالية مثل الحديد و التنغستين.

2.II. تعريف :

هي العناصر التي تقع في وسط الجدول الدوري بين عناصر المجموعة (s) وعناصر المجموعة (p) [7] و هي العناصر التي توزيعها الكتروني ينتهي بالشكل:

$$(-n1) d^j n s^m$$

$$j=1,2,\dots,10$$

,

$$m=1,2$$

$$n=4, 5, 6,7$$

3.II. تقسيم العناصر الانتقالية :

تقسم العناصر الانتقالية إلى قسمين :

1.3.II. عناصر انتقالية رئيسية (الجناح d) :

يتضمن هذا الجناح على 10 أعمدة , عناصر هذا الجناح لها إلكترونين s في الطبقة الخارجية وعدد من الإلكترونات d يتغير من 1 إلى 10 , وهناك استثناء بالنسبة لعناصر عمود النحاس التي تحتوي على إلكترون واحد s لان الثاني قفز إلى المستوى d (-n1) , في حالة الزنك الإلكترون العاشر اخذ مكان الإلكترون s الذي انتقل إلى المستوى d .

2.3.II. عناصر انتقالية داخلية (الجناح f) :

هي تلك العناصر الواقعة في الدورين 6 و 7 الظاهرة أسفل الجدول الدوري.

صنف 14 عنصر في الدور 6 وتسمى الانثانيدات .

صنف 14 عنصر في الدور 7 وتسمى الاكتينيدات . [8]

تشمل الانثانيدات على العناصر من سيريوم (58) إلى لوتيتيوم (71) .

وتشمل الاكتينيدات على العناصر من ثوريوم (90) إلى لوارينسيوم (103) , و معظم أفراد الاكتينيدات غير موجودة تقريبا في الطبيعة [6] , وتنتج معظمها صناعيا منذ 1940 . [7]

4.II. كربيدات العناصر الانتقالية :

1.4.II. تعريف :

كربيد أي معدن هو مركب يتكون نتيجة ارتباط ذرات هذا المعدن مع ذرات الكربون .

كربيدات العناصر الانتقالية من المجموعة IV (TiC , ZrC و HfC) هي الأكثر استخداما , بالإضافة إلى ذلك تم إجراء العديد من الدراسات على كربيدات عناصر المجموعة V (VC , NbC و TaC) و المجموعة VI (CrC , MoC و WC) .

كل الكربيدات أحادية الطور من المجموعة IV و V لديها بنية NaCl نوع B1 في حين كربيدات المجموعة VI لها بنية أكثر تعقيدا . [9]

2.4.II. بعض خصائص كربيدات العناصر الانتقالية :

الجدول 2 : بعض خصائص كربيدات العناصر الانتقالية [10]

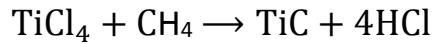
الصلادة (كغ/مم ²)	درجة الانصهار (م°)	المجموعة	
	1910	Ti	IV
2000	3220	TiC	
2900	2170	V	V
	2970	VC	
1800	3260	Ta	
	4070	TaC	
	3160	Cr	VI
1400	2070	Cr ₃ C ₂	
	2800	Mo	
1100	2770	Mo ₂ C	
	3670	W	
2200		WC	

3.4.II. كربيد التيتان :

التيتان عنصر كيميائي رمزه Ti رقمه الذري 22 , كتلته المولية 47.86 غ/مول

درجة انصهاره 1668°م وهو من العناصر الانتقالية لونه رمادي مقاوم للتآكل أعلى صلادة من الصلب وأقل منه كثافة يفوق الألمنيوم في متانته عند درجات الحرارة العالية وهذه الميزات جعلته يستخدم في صناعة الصواريخ .

يعتبر كربيد التيتان TiC الموضَع بطرق CVD أو PDV الأكثر دراسة ' وكان أول استعمال له ب CVD في سنة 1950 , وفي هذه الطريقة يأتي الكربون من الميثان حسب المعادلة الكيميائية :



و لكن في حالة الركازة التي تحتوي على الكربون فان النسبة الكبيرة تأتي منها , وهذا ما ينتج منطقة هشة بين الطبقة والمادة الحاملة.

قام Vourinen و Horswell بدراسة بنيوية مفصلة على طبقات من TiC باستعمال المجهر الالكتروني , وقد وجد أن البنية المجهرية تتغير مع السمك .

للأفلام ذات 6 ميكرومتر سمك فان الاتني ميكرومتر الأولى تتكون من حبيبات صغيرة لها نفس محاور التناظر ذات أقطار تتراوح بين 10 و 100 نانومتر , أما في الجزء الداخلي تكون الحبيبات اكبر مع حدود فاصلة حبيبية جد واضحة .

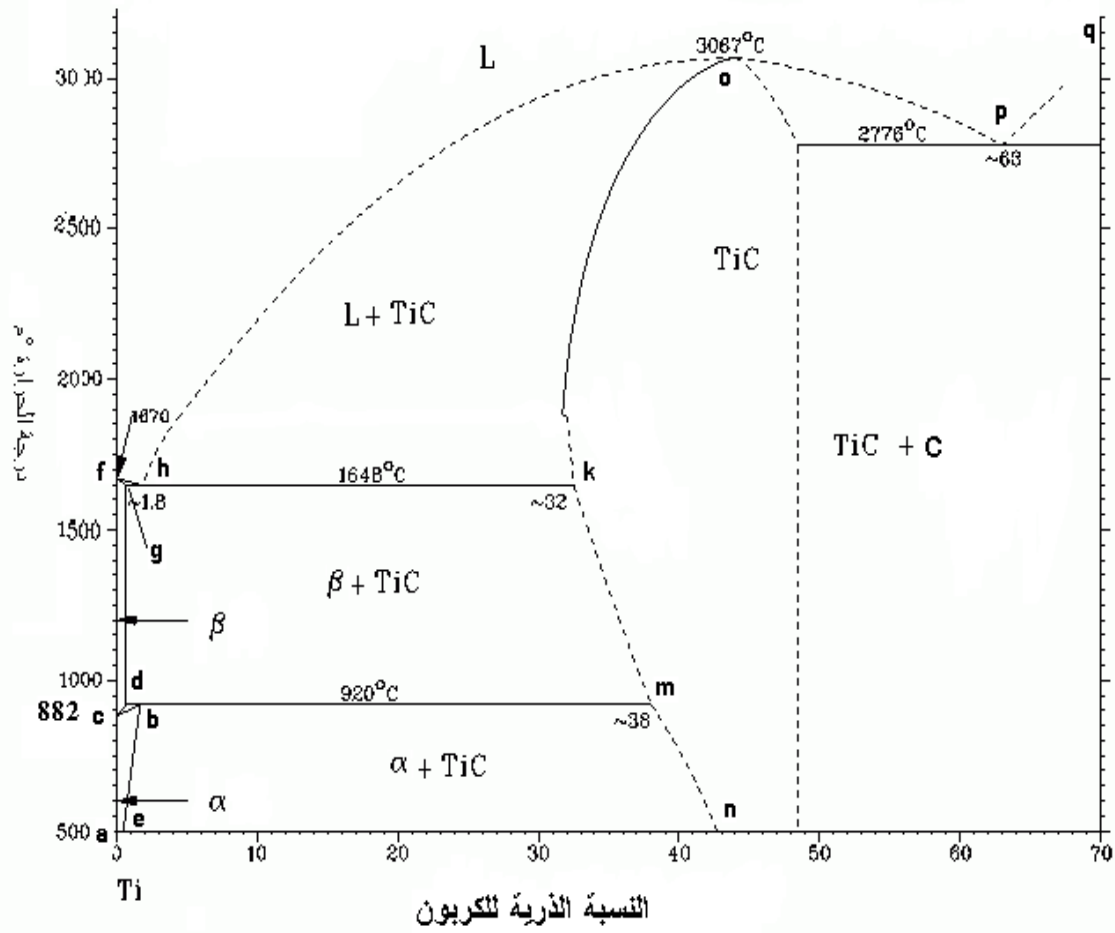
أفلام كربيد التيتان TiC الموضعة ب PDV درست على نطاق واسع , Banshah وفريقه من بين الكثير الذين أجرو دراسات على بنية وخصائص أفلام وضعت بطريقتي التبخير التفاعلي النشط والتبخير وحتى الرش المهبطي .

صلادة كربيد التيتان ذات مجال واسع إذ تتراوح بين 1000 و 5000 كغ/مم² . [9]

4.4.II. منحني الأطوار Ti – C :

للتيتان تحول طوري عند درجة الحرارة 882°م , أقل من هذه الدرجة لديه بنية سداسية كثيفة تسمى Ti – α وفوق هذه الدرجة لديه بنية مكعبة ممركرة تسمى Ti – β , درجة انصهاره 1668°م , للتيتان كربيد واحد هو TiC_x ببنية cfc (x نسبة تركيز الكربون) . [10]

- في المجال acbe يظهر محلول انغراسي من Ti في المواقع الاصلية للشبكة $Ti - \alpha$ والكربون في المواقع البينية أقصى نسبة انحلال للكربون تكون حوالي 2%.
- في المجال cfgd يتواجد محلول انغراسي من Ti في المواقع الاصلية للشبكة $Ti - \beta$ والكربون في المواقع البينية أقصى نسبة انحلال للكربون تكون حوالي 1.8%.
- في المجال ebmn خليط من الطور α و TiC الذي تكون به نسبة الكربون من حوالي 38 الى 43% حسب درجة الحرارة .
- في المجال dgkm خليط من الطور β و TiC الذي تكون به نسبة الكربون من حوالي 32 الى 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 fhopq عبارة عن طور سائل من الكربون و التيتان.
- في حالة درجة الحرارة أقل من 2776°م و نسبة الكربون أكبر من 48.5% يكون خليط من الغرافيت و TiC بنسبة كربون 48.5%.



الشكل(6): بيان الاتزان Ti – C

الفصل الثالث

التقنيات المستعملة

1.III. الرش المهبطي:

لوضع الطبقات الرقيقة عدة طرق وهي تنقسم الى قسمين رئيسيين :

- 1- التوضع الكيميائي للأبخرة CVD (Chemical Vapor Deposition).
- 2- التوضع الفيزيائي للأبخرة PVD (Physical Vapor Deposition).

تتكون الطبقة الرقيقة في طرق التوضع الكيميائي CVD نتيجة تفاعلات كيميائية بين مكونات الغاز تحت درجة حرارة كافية للتفاعل .

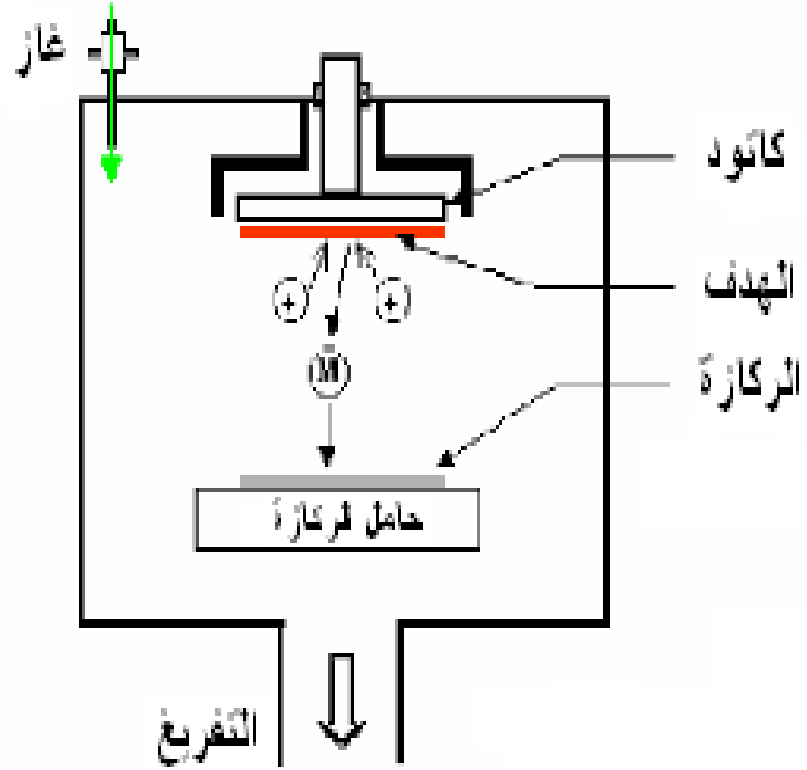
في طرق التوضع الفيزيائي PDV تتوضع الطبقة نتيجة تكاثف أبخرة المادة المراد ترسيبها والتي تسمى بالهدف ويتم ذلك بإحدى العمليتين :

- التبخير

- الرش . [11]

لوحضت ظاهرة الرش في سنة 1852 م من طرف Grove [12] , حيث رأى نشوء طبقة من المعدن المكون للقطبين الكهربائيين على جدران الأنبوب المفرغ , ولأسباب تكنولوجية لم تستعمل لإنتاج الطبقات الرقيقة إلا بعد عام 1950 م. [13]

وتعتمد طريقة الرش المهبطي على اقتلاع الذرات من الهدف عن طريق تحول كمية الحركة , وتتم هذه الظاهرة بواسطة أيونات (Ar^+) ناتجة عن تفريغ ضوئي داخل ضغط منخفض يتراوح بين 1 و 10^{-3} ميلي بار , عملية التفريغ تتم داخل غاز (Ar) بواسطة قطبين , حيث يربط المهبط بالهدف والمصعد بالمسند وتكون الغرفة التي تتم فيها عملية التفريغ موصولة بمجموعة ضخ تستخدم لتفريغ الغرفة إلى ضغط يتراوح بين 10^{-5} و 10^{-7} ميلي بار . [14]



الشكل(7): مخطط بسيط لجهاز الرش المهبطي

2.III. المعالجة الحرارية:

لتحسين الخواص الفيزيائية والكيميائية عدة طرق من بينها المعالجة الحرارية بالمعالجة الحرارية يمكن :

- الحصول على بنية بلورية منتظمة ومتجانسة
- إزالة الإجهادات المتبقية
- تطرية الخلائط المعدنية
- رفع الصلادة السطحية
- رفع قيمة المتانة

والمعالجة الحرارية لقطعة معدنية تعني إخضاعها إلى تغيرات بنيوية بفعل دورات حرارية محددة من أجل تحسين خصائصها [21] وتشمل الدورات الحرارية عمليات:

- التسخين
- زمن الإبقاء
- التبريد .

ومن المعالجة الحرارية المستعملة بالنسبة للمعادن:

- التلدين
- التطبيع
- السقاية
- الإرجاع

يتم التلدين عن طريق تسخين القطعة (درجة الحرارة تكون على حسب المعدن) لمدة زمنية ثم التبريد في الفرن حتى تأخذ السبيكة وضع الاستقرار [3]

وهناك نوعان من التلدين (الفولاذ كمثل) :

- التلدين من النوع الأول والذي يشمل عمليات المجانسة و إعادة التبلور و إزالة الاجهادات المتبقية وذلك تبعاً للحالة الأولية للصلب ودرجة إجراء هذا التلدين , والسمة المميزة لهذا النوع من التلدين هو أن هذه العمليات المذكورة تحدث بغض النظر عن حدوث أو عدم حدوث تحولات طوريه فلها فان هذا النوع يمكن أن يحدث اقل أو أعلى من درجات حرارة التحولات الطورية .

- ويتلخص التلدين من النوع الثاني في تسخين الصلب حتى درجات حرارة أعلى من النقطة AC_3 أو AC_1 و الإبقاء عند هذه الدرجة ثم التبريد البطيء , ونتيجة لهذا التلدين يؤدي التحول الطوري إلى الوصول إلى حالة بنيوية متزنة , و عند تلدين الصلب الكربوني نحصل على البنيات المبينة في الأشكال (3,4,5) . [5]

3.III. الأشعة السينية:

أكتشفت الأشعة السينية من طرف Wilhelm konrod rontgen (1845-1923م) في سنة 1895م [15] , والذي تحصل على جائزة نوبل سنة 1913م نتيجة هذا الاكتشاف [16] . ولم تتأكد طبيعة الأشعة السينية الموجية إلا عام 1913م عندما أجريت أولى تجارب الحيود التي اقترحها " فون لاوي " ثم بينت التجارب اللاحقة أن الأشعة السينية موجات مستعرضة وأنها موجات كهرومغناطيسية . [17]

تنشأ الأشعة السينية عندما يصطدم إلكترون مسرع في مجال كهربائي بهدف مصنوع من مادة معدنية ويسمى هذا الهدف بالمصعد , ولا تتحول كل طاقة الإلكترون إلى طاقة إشعاعية ولذلك أصطلح على تعريف مقدار يسمى بكفاءة الأشعة السينية (η) .

$$(1) \quad \eta = \frac{\text{طاقة الفوتون}}{\text{طاقة الإلكترون}} = 1.1 \times 10^{-9} \cdot Z \cdot V$$

Z: العدد الذري للمصعد .

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

قد تصل كفاءة مصعد التنغستن مثلاً إلى نحو 0.8% إذا كان يعمل عند جهد مقداره 100 كيلو فولط .

[17]

من خصائص الأشعة السينية أنها إذا سقطت حزمت فوتونات منها ذات طاقة E وشدة I_0 (عدد الفوتونات/وحدة الزمن في وحدة المساحة) على قطعة معدن متجانسة بسمك x فإنها تنشأ حزمة مخالفة وذلك حسب العلاقة:

$$(2) \quad I = I_0 e^{-x \cdot (E,Z)u}$$

I_0 : شدة الأشعة الأصلية

I: شدة الأشعة بعد مسافة x

u: معامل الامتصاص الخطي

Z: العدد الذري للمعدن

E: طاقة الفوتونات . [18]

يتراوح الطول الموجي للأشعة السينية بين 0.1 Å (وهو الحد الأدنى لأشعة جاما) و 100 Å (وهو الحد الأقصى للموجات فوق البنفسجية), و يناظر هذا المدى تراوح طاقتها من 0.1 إلى 100 إلكترون فولط

وتحسب E (ev) طاقة الفوتون من الأشعة السينية والذي طول موجته λ (Å)

من العلاقة:

$$(3) \quad E = \frac{12400}{\lambda} \quad (\text{ev})$$

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

ويتراوح الطول الموجي للأشعة السينية المستخدمة في مجال دراسة التركيب البلوري بين 0.5 و 2.5 Å [17] .

لحيود الأشعة السينية أهمية كبيرة في الكشف عن بنية البلورات , وقد اكتشف حيود الأشعة السينية في البلورات Laue , Fridrich , و nigppKni في ميونخ سنة 1912 ثم طور هذه التقنية بعد ذلك Bragg.H.W و Bragg.L.W . [19]

وقد وجد براغ انه لكي يكون شعاعان مستطيران مقويان لبعضهما يجب أن يكون فرق المسار بينهما يساوي عددا طبيعيا من طول الموجة :

$$(4) \quad n\lambda = 2d \sin \theta$$

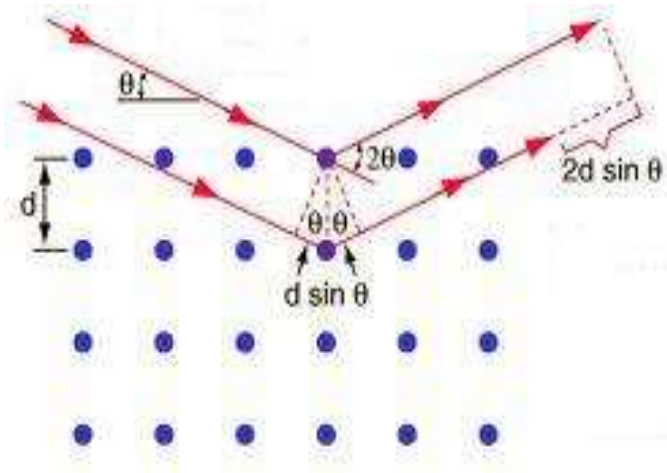
d: البعد بين مستويين بلوريين , له علاقة بمعاملات ملر

$$(5) \quad d = \frac{a}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}} \quad (\text{Å}) \quad (\text{في الشبكة المكعبة})$$

θ : زاوية الانعكاس ($^\circ$).

λ : طول موجة الإشعاع السيني (Å).

n : رتبة الانعكاس ($n = 1, 2, 3 \dots$)



الشكل (7): مخطط يوضح انعكاس الأشعة السينية عبر عائلة مستويات

يستعمل التحليل الكمي والكيفي لأطياف الأشعة السينية غالب الأحيان في علم التعدين للكشف عن البنية البلورية لجميع المعادن بالإضافة إلى معرفة المركبات الكيميائية لها , و الأهداف الأساسية من الدراسة التحليلية لهذه الأطياف هي :

- تحديد مواقع النهايات العظمى والتي من خلالها نتعرف على طبيعة وبنية المعدن بالإضافة إلى معرفة جميع أطواره .

- انزياح الطيف بقيمة $\Delta 2\theta$ دليل على وجود اجهادات داخلية للمعدن المدروس.

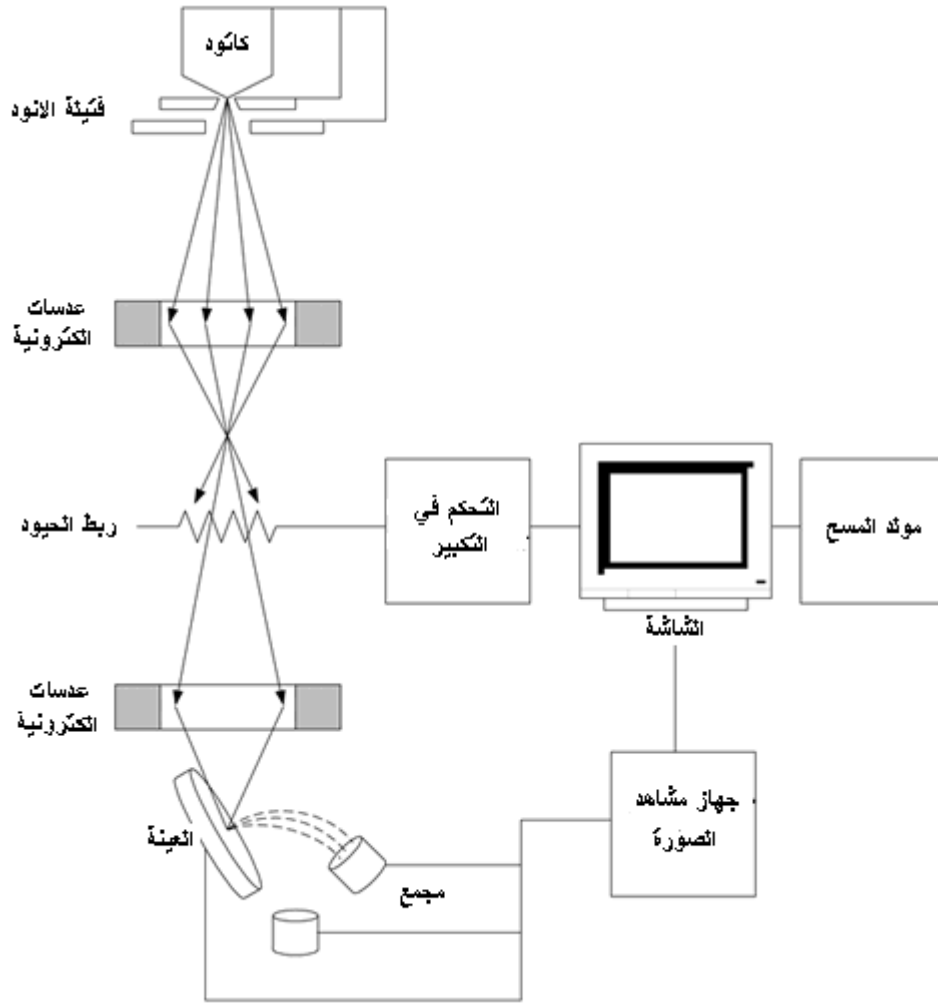
- بمعرفتنا لشدة النهايات العظمى لأي طيف نستطيع تحديد تركيز أو كثافة الأطوار المشكلة للمعدن.

- التغير في الشدة ΔI للنهايات العظمى يحدد النسيج البلوري للمعدن .

- معرفة ما إذا حدثت تشوهات على أطوار المعدن وتحديد الأبعاد الحبيبية يتضح من خلال أشكال أطياف الأشعة السينية . [19]

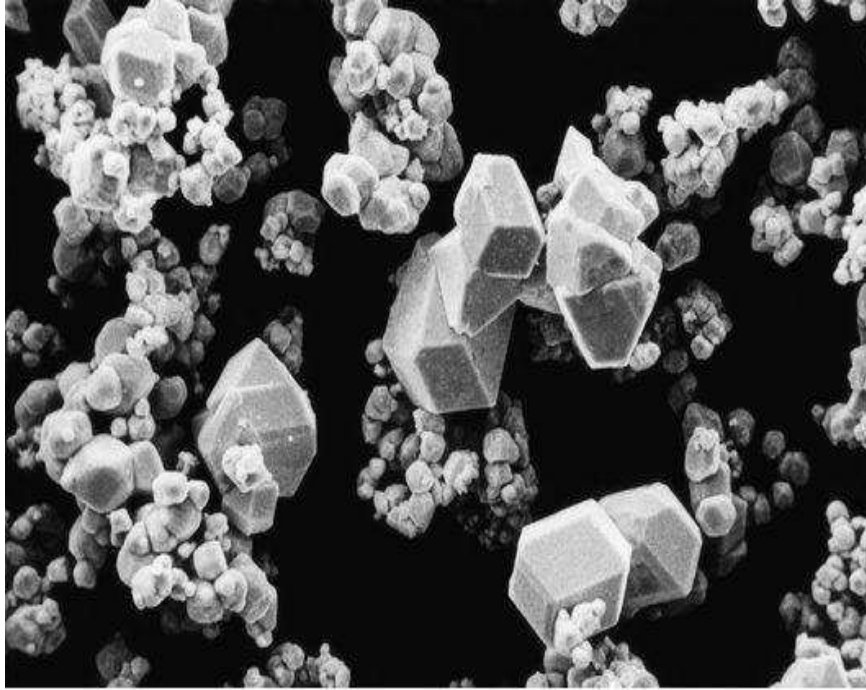
4.III. المجهر الالكتروني الماسح:

يعتمد المجهر الالكتروني الماسح على انعكاس الالكترونات من سطح العينة , ويتم ذلك عن طريق تركيز إشعاع الالكترونات على سطح المادة المفحوصة , وتنعكس الأشعة من السطح مكونة الإشعاعات الثانوية التي تسطع على الشاشة الفلورية معطية صورة ذلك السطح ويوضح الشكل (9) رسم تخطيطي للمجهر الالكتروني الماسح .



الشكل(9): رسم تخطيطي للمجهر الالكتروني الماسح .

ويستخدم المجهر الالكتروني الماسح لدراسة تفاصيل السطح الخارجي للمعدن أو المركب و إحدى هذه الصور موضحة في الشكل(9) أي أن المجهر الالكتروني الماسح يعتمد على انبعاث الالكترونات من سطح العينة (وهي ما تعرف باسم الالكترونات الثانوية الناتجة عن ارتطام الالكترونات الاولى بذلك السطح و الالكترونات الثانوية هي التي تكون الصورة باستخدام نضام العدسات . [23]



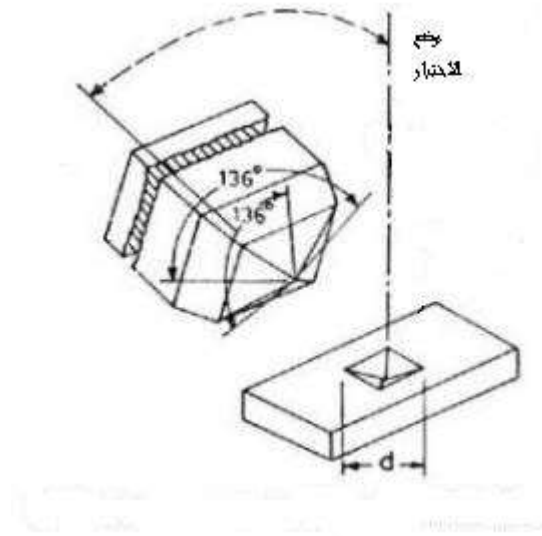
الشكل(9): صورة بالمجهر الالكتروني الماسح توضح مسحوق التنغستن .

5.III. اختبار الصلادة:

الصلادة هي مقاومة المواد للاختراق بمادة أخرى , ويمكن تعريفها أيضا بأنها مقاومة المادة للخدش أو التلثيم بتأثير ضربة أو حمولة مثبتة . [22]

تقاس مقاومة الخدش وفق سلم موس وهو سلم وضعه فريدريك موس (1773-1839) والذي اختار عشرة معادن كنقاط مرجعية بدءا من الطلق (Talk) الذي صلاتته 1 إلى الماس (Diamant) الذي صلاتته 10 ويستخدم حاليا سلم موس المعدل مضافا إليه 9 معادن أخرى كنقاط مرجعية , وتقاس مقاومة التلثيم وفق سلالم أخرى مثل برينل و روكويل وفيكرز وغيرها .

في اختبار فيكرز للصلادة يستخدم مبيّن أو مخترق مصنوع من الماس قاعدته على شكل هرم , يكون بين الوجه والوجه المقابل له 136 درجة كما هو موضح في الشكل (8)



الشكل(8): الهرم الماسي المستخدم في اختبار فيكرز

ويقدر رقم الصلادة كآتي:

$$(6) \quad VHN = \frac{2p \sin \frac{\alpha}{2}}{d}$$

VHN : رقم فيكرز للصلادة .

p : الحمولة المؤثرة بالكيلوغرام .

d : قطر الأثر .

α : الزاوية ما بين كل وجهين متقابلين من المخترق الماسي. [22]

الفصل الرابع

العمل المخبري وتحليل النتائج

1.IV. اعداد العينات:

1.1.IV. المواد المستعملة:

في عملنا هذا مادتين أساسيتين هما :

1. المادة الهدف
2. المادة الحاملة

استعملنا كمادة هدف التيتان ذو النقاوة العالية

استعملنا كمادة حاملة الفولاذ

الذي يحتوي على 0.81 % كربون ونسبة العناصر الأخرى يظهرها الجدول (3) .

الجدول 3 : نسبة العناصر الداخلة في تركيب المساند

النوع	%C	%Mn	%Si	%P	%S	%Cr
K80FF-1	0.81	0.74	0.25	0.0080	0.002	0.225

2.1.IV. تحضير المادة الحاملة:

1.2.1.IV. التقطيع:

باستعمال منشار يدوي قمنا بتقطيع القضيب الفولاذي إلى أقراص صغيرة , وقد استعملنا لتسهيل عملية التقطيع آلة خراطة وذلك لإنشاء حوز دائرية بعمق 1.5 ملم , ويتم التبريد عند الخراطة أو التقطيع باستعمال تيار مائي وذلك لتفادي التغيرات الناتجة عن ارتفاع درجة الحرارة .

2.2.1.IV. الصقل:

من اجل تهيئة السطح لعملية الترسيب تمر القطع على عدة عمليات ميكانيكية وكيميائية بداية بالصقل باستعمال أوراق الكشط (التجليخ) بقاعدة كربيد السيلسيوم 100 , 300 , 600 , 800 و 1000 .

وفي الأخير يتم الصقل النهائي لإزالة الحزوز الناتجة عن الصقل الأولي بواسطة اسطوانة من الحرير وباستعمال أكسيد الألمنيوم Al_2O_3 المذاب في الماء المقطر.

3.2.1.IV. التنظيف الكيميائي:

يستعمل التنظيف الكيميائي لإزالة آثار الزيوت المتبقية من عملية التقطيع وعملية الصقل , وقد قمنا بالتنظيف الكيميائي بحسب الخطوات التالية :

1. وضعت العينات في إناء به ثلاثي كلور الإيثيلين C_2HCl_3 ثم وضعت في جهاز الأمواج فوق صوتية لمدة 15 دقيقة.
2. غسلت العينات بوضعها في إناء به ماء مقطر مع التحريك .
3. وضعت العينات في إناء به الاثانول C_2H_5-HO ثم وضعت في جهاز الأمواج فوق صوتية لمدة 15 دقيقة.
4. غسلت العينات بوضعها في إناء به ماء مقطر مع التحريك . مع تمرير العينات بعد كل مرحلة على تيار هوائي .

قمنا بعملية الصقل الميكانيكي النهائي و التنظيف الكيميائي مباشرة قبل عملية الترسيب لتفادي التغيرات التي تحدث جراء طول مدة الاحتفاظ بالمساند.

4.2.1.IV. التنظيف الأيوني:

وهو آخر عملية قبل وضع الطبقة ويتم بجهاز الرش المهبطي . عند وضع العينات في إناء جهاز الرش المهبطي تم توصيل العينات بالمصعد والهدف بالمهبط ليتم قصف العينات بأيونات الأروغون Ar^+ , هذا التنظيف من شأنه إزالة طبقات الأكاسيد وآثار التنظيف الكيميائي . وقمنا بالعملية على سلسلتين من العينات حسب الجدول التالي :

الجدول 4: التنظيف الأيوني للسلسلتين المدروستين

الضغط (ميلي بار)	التدفق (سم ³ / دقيقة)	الاستطاعة (واط)	الزمن (دقيقة)	السلسلة
6×10^{-2}	8	100	5	السلسلة الاولى
7×10^{-2}	8	100	10	السلسلة الثانية

3.1.IV. ترسيب الطبقة:

تمت هذه العملية في مركز تطوير التكنولوجيات المتقدمة CDTA . حيث وضعت القطع في وعاء جهاز الرش المهبطي وتم توصيل الهدف (التيتان) بالمصعد وتوصيل المادة الحاملة (الفولاذ K80FF-1) بالمهبط وتمت عملية الرش على سلسلتين من العينات حسب الجدول التالي:

الجدول 5: الرش المهبطي للسلسلتين المدروستين

الضغط (ميلي بار)	التدفق (سم ³ / دقيقة)	الاستطاعة (واط)	الزمن (دقيقة)	السلسلة
1.6×10^{-3}	8	200	20	السلسلة الاولى
1.4×10^{-3}	8	100	40	السلسلة الثانية

قمنا بالاحتفاظ بالعينات في مكان جاف تفاديا لعمليات الأكسدة إلى حين العمليات اللاحقة.



الشكل (10): صورة ضوئية لجهاز الرش المهبطي المستعمل

1.4.IV. قياس سمك الطبقة الرقيقة:

لقياس سمك الطبقة طريقتان:

1. داخل وعاء الترسيب كالطريقة الضوئية و الطريقة الكهرواجهادية
2. خارج وعاء الترسيب كالطريقة الميكانيكية

وقد استعملنا في عملنا هذا الطريقة الثانية , حيث قمنا قبل ترسيب العينات المدروسة بترسيب طبقات رقيقة من التيتان على مساند من السيليسيوم في الظروف نفسها باستطاعة قدرها 100 واط لمدة 10 دقائق فتحصلنا على سمك قدره 0.1 ميكرون .

إذا رمزنا الى:

سمك الطبقة بـ : e

سرعة الترسيب بـ : v_D

زمن الترسيب بـ : t_D

الاستطاعة بـ : P

فإن:

$$(7) \quad V_D = \frac{e}{t_D}$$

$$= \frac{0.1}{10} = 1 \cdot 10^{-2} \text{ } \mu\text{m} / \text{min}$$

و هذا بالنسبة لسلسلة العينات في حال $P = 100$ واط ($V_{D_2} = V_D$) , أما بالنسبة لسلسلة العينات في حال $P = 200$ واط وباعتبار انه كلما زادت P تزداد v_D وباستعمال الطريقة الثلاثية نجد :

$$(8) \quad V_{D_1} = \frac{P_1 \cdot V_{D_2}}{P_2}$$

$$= \frac{200 \cdot 10^{-2}}{100} = 2 \cdot 10^{-2} \text{ } \mu\text{m} / \text{min}$$

حيث:

P_1 : الاستطاعة المستعملة لترسيب عينات السلسلة الأولى

P_2 : الاستطاعة المستعملة لترسيب عينات السلسلة الثانية

V_{D_1} : سرعة الترسيب في السلسلة الأولى

V_{D_2} : سرعة الترسيب في السلسلة الثانية

إذا رمزنا بـ:

t_{D_1} لزمن الترسيب بالنسبة للسلسلة الأولى

t_{D_2} لزمن الترسيب بالنسبة للسلسلة الثانية

e_1 لسمك الطبقة بالنسبة للسلسلة الأولى

e_2 لسمك الطبقة بالنسبة للسلسلة الثانية

فان:

$$(9) \quad e_1 = V_{D_1} \cdot t_{D_1} \\ = 2 \cdot 10^{-2} \cdot 20 = 0.4 \mu\text{m}$$

$$e_2 = V_{D_2} \cdot t_{D_2} \\ = 1 \cdot 10^{-2} \cdot 40 = 0.4 \mu\text{m}$$

5.1.IV. المعالجة الحرارية:

من اجل تنشيط التفاعل بين المساند و الأفلام قمنا بعملية التلدين في درجات حرارة 400°م , 700°م و 900°م وذلك بوضع العينات في أنبوب من الكوارتز تحت ضغط 5×10^{-6} ميلي بار لمدة 30 دقيقة .

تمت معالجة 9 عينات, 3 عينات لكل درجة حرارة عينتين بطبقة (من كل سلسلة عينة) والأخرى بدون طبقة, وتركت 3 عينات بدون معالجة عينتين بطبقة (من كل سلسلة عينة) والأخرى بدون طبقة .

وقد تمت هذه العملية في مخبر دراسة السطوح والسطوح البينية للمواد الصلبة L.E.S.I.M.S في جامعة سطيف .



الشكل(11): صورة ضوئية للفرن المستعمل

2.IV. الطرق التحليلية والخصائص:

1.2.IV. الدراسة باستعمال الأشعة السينية:

1.1.2.IV. مقدمة:

انعكاس الأشعة السينية في الأجسام البلورية يمكننا من معرفة مكوناتها وبعض خصائصها والنتائج المتحصل عليها تعتمد على عدة عوامل منها نوعية الأجهزة المستعملة وكيفية معالجة النتائج [24] . و أيضا طريقة الانعراج .

توجد طريقتان أساسيتان في انعراج الأشعة السينية الأولى تعرف بطريقة دباي شرر و يتم فيها تسجيل الطيف على فلم حساس وهو عبارة عن شريط يوضع في غرفة تعرف بغرفة دباي , أما الطريقة الثانية فهي دقيقة في معلوماتها ويتم التسجيل فيها باستعمال عداد حيث يوصل هذا الأخير بجهاز يقوم برسم مخطط الانعراج (شدة الخط بدلالة زاوية براغ) تسمح هذه التقنية بتأشير خطوط الانعراج الحادثة , ومعرفة الفاصلة (d_{hkl}) الموافقة للشدة (I) حيث ان (d_{hkl}) تحسب من قانون براغ (العلاقة 4) .

و انطلاقا من المخطط يتم الحصول على قائمة للثنائيات (I, d) هذه القوائم رتبة في جداول تعرف ببطاقات (A.S.T.M) كل قائمة من هذه القوائم تمثل بطاقة تعريف لمركب انطلاقا من الخطوط الثلاثة الأكثر شدة لكل عنصر أو طور. [25]

وقد استعملنا في عملنا هذا جهاز من نوع Brukers D8 Advance بمركز تطوير الأبحاث المتقدمة CDTA .

وقد تم استخدام الطول الموجي $\lambda = 1.54$ انغستروم , وتم مسح المجال 2θ من 10 الى 90°



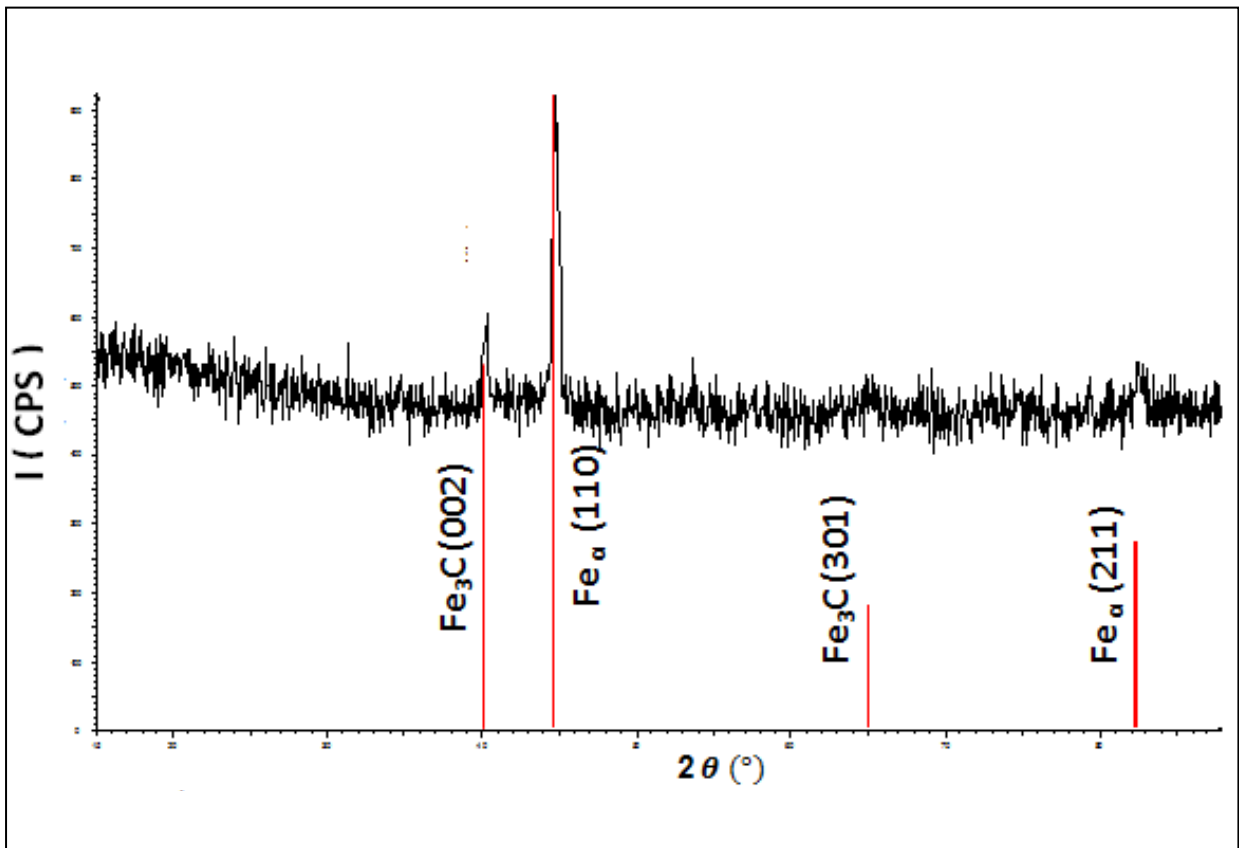
الشكل(12): صورة ضوئية لجهاز حيود الأشعة السينية المستعمل

2.1.2.IV. النتائج المتحصل عليها وتحليلها:

(1) العينات غير المعالجة حرارياً:

أ- من غير طبقة:

الشكل (13) يمثل مخطط الانعراج المحصل عليه بالنسبة لعينة المادة الحاملة الفولاذ K80FF-1 بدون طبقة وبدون معالجة حرارية وبمطابقة هذا الطيف مع بطاقات (A.S.T.M) يتبين ان المادة الحاملة خليط من السيمينتيت Fe_3C و الحديد في الطور α (Fe_α) .

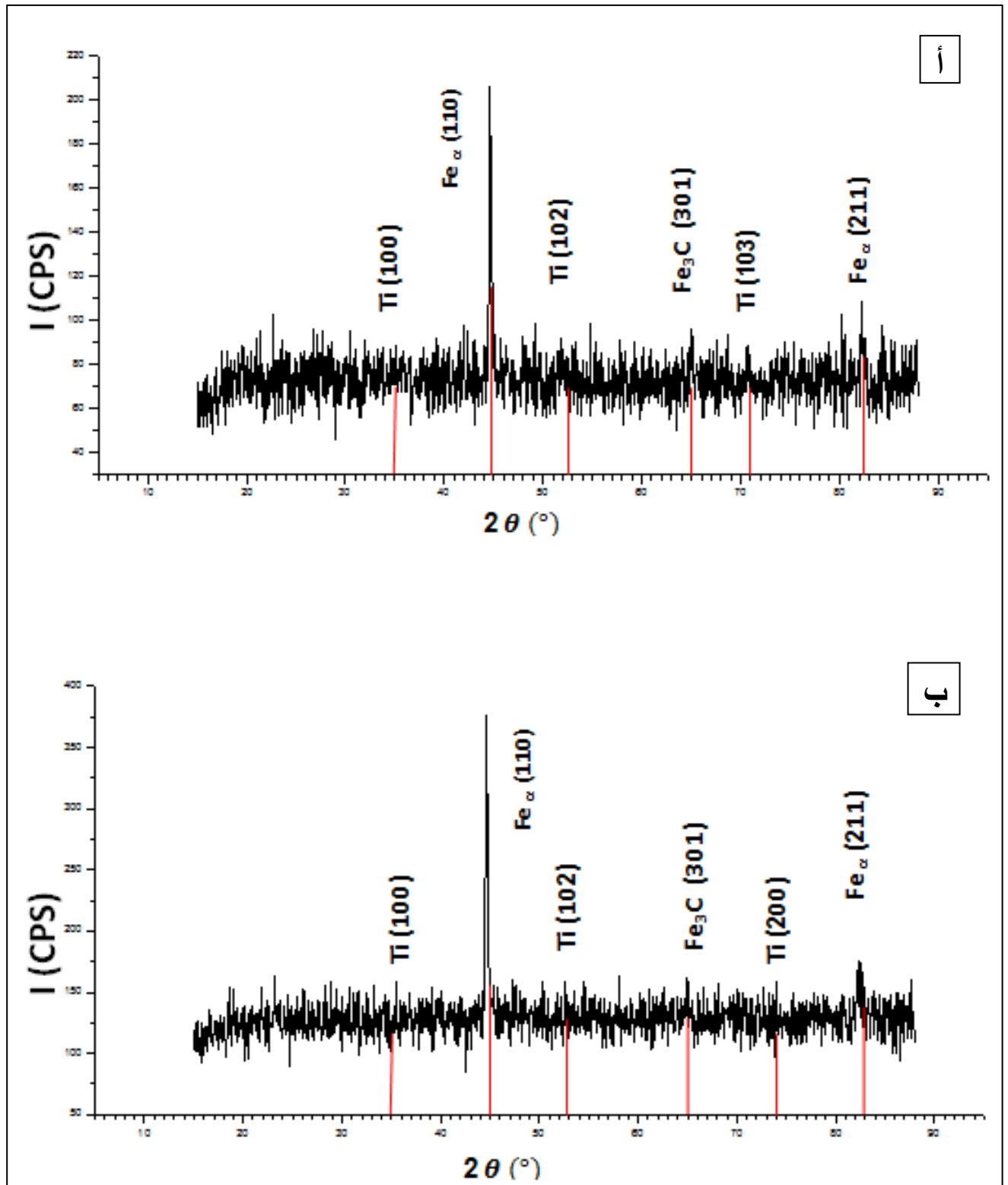


الشكل(13): طيف انعراج الأشعة السينية لعينة الفولاذ K80FF-1 بدون معالجة

ب-طبقة:

الشكل (14) يمثل مخطط الانعراج المحصل عليه بالنسبة لعينة من الفولاذ K80FF-1 بعد عملية الرش المهبطي (السلسلتين) بدون معالجة حرارية .

نلاحظ إضافة إلى النهايات العظمى الظاهرة لطيف Fe_3C و Fe_α ظهور نهايات عظمى لطيف Ti , وهذا دليل على ترسب طبقة نقية من التيتان .



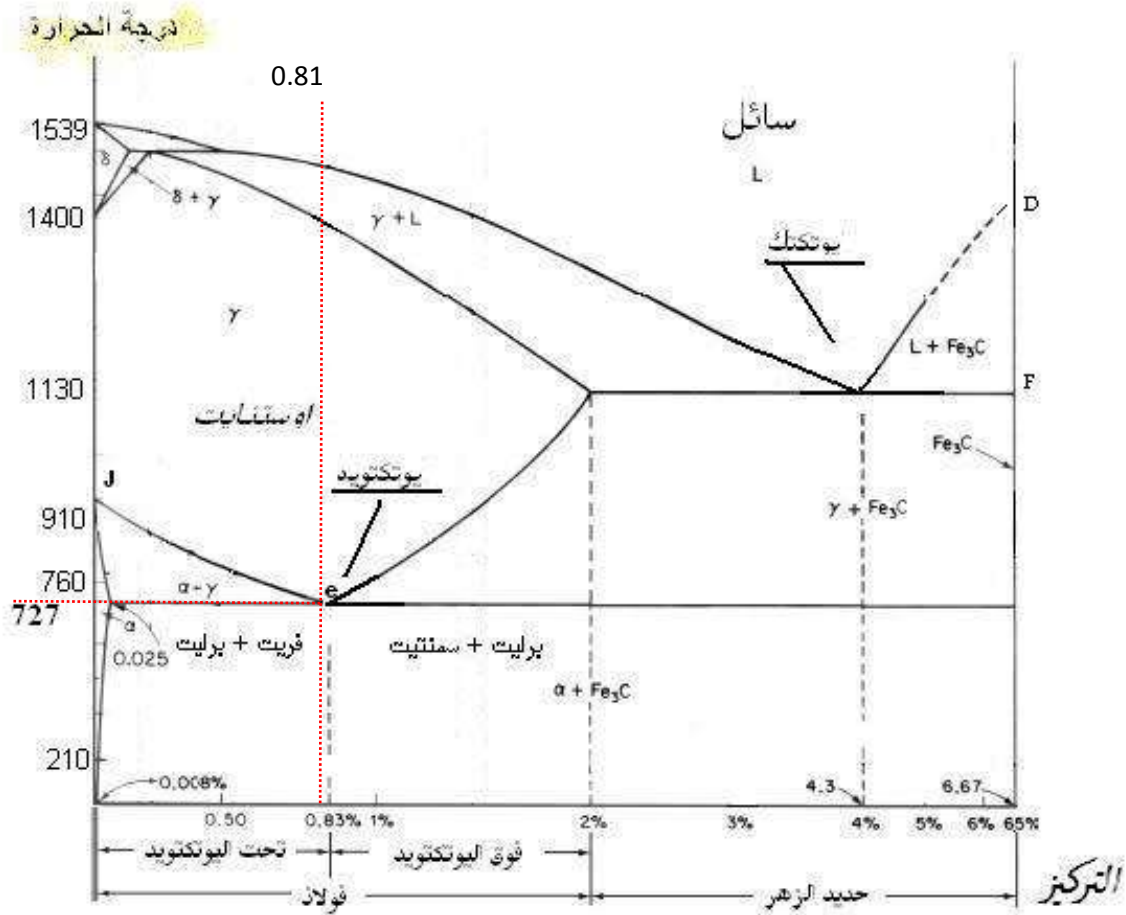
الشكل (14): طيف انعراج الأشعة السينية لعينة من الفولاذ K80FF-1 بعد ترسيب الطبقة بدون معالجة

أ- السلسلة الأولى

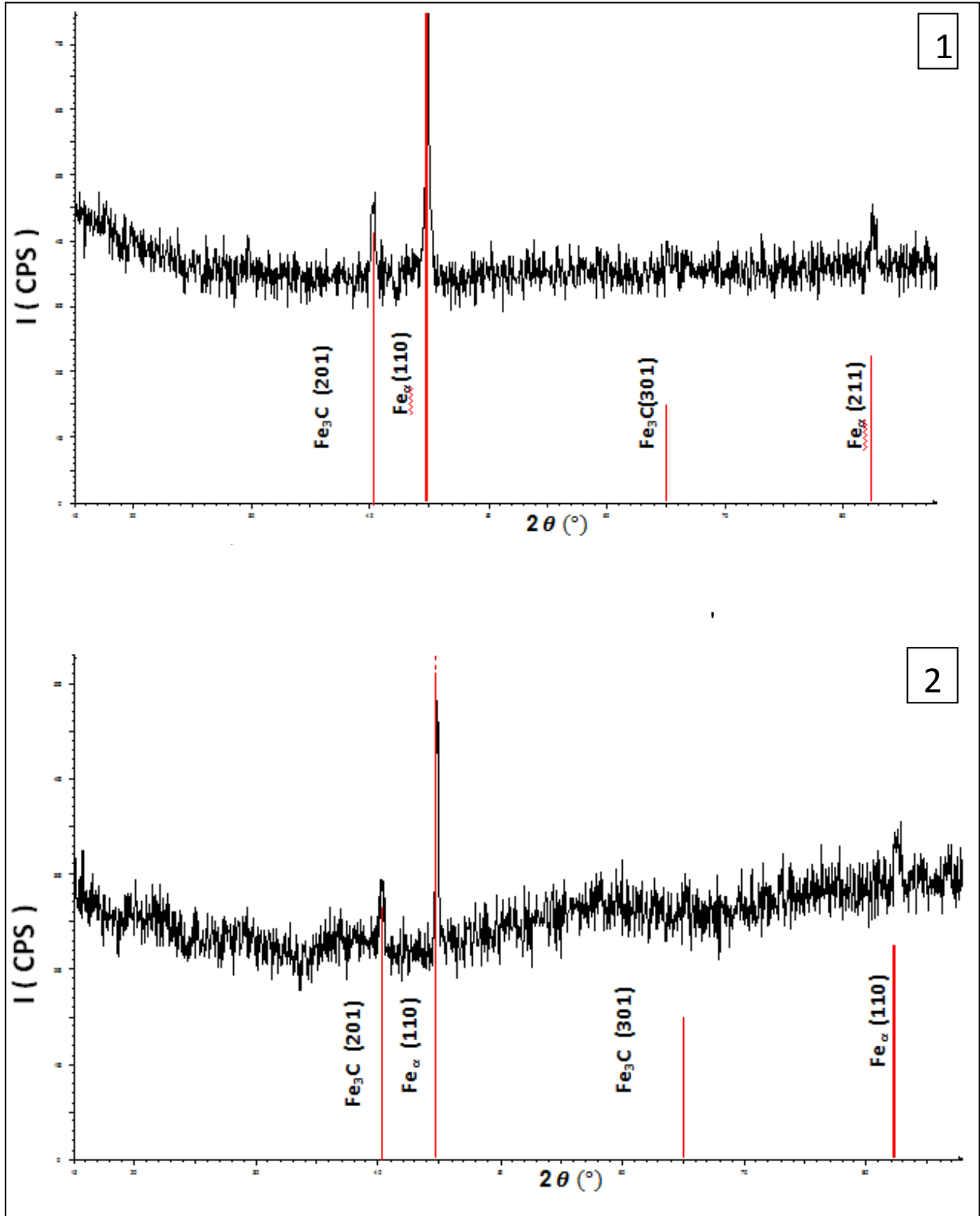
ب- السلسلة الثانية

(2) العينات المعالجة عند درجات الحرارة 400°م, 700°م لمدة 30 دقيقة: أ- من غير طبقة:

الشكلان (15-1) و (15-2) يمثلان مخططي الانعراج المحصل عليهما بالنسبة لعينتي المادة الحاملة (الفولاذ K80FF-1) معالجتين عند درجة الحرارة 400°م و 700°م . والملاحظ عند مقارنتهما بمخطط الانعراج للمادة الحاملة بدون معالجة حرارية انه ليس هناك تغير في الطور وهذا راجع إلى أن درجتي المعالجة (400 , 700°م) اقل من درجة الحرارة اللازمة للتحويل الطوري (اكبر من 727°م) .



الشكل(2): بيان الاتزان حديد - كربون



الشكل (15): طيف انعراج الأشعة السينية لعينة الفولاذ K80FF-1 المعالجة لمدة 30 دقيقة عند

(1) 400°م

(2) 700°م

ب- طبقة:

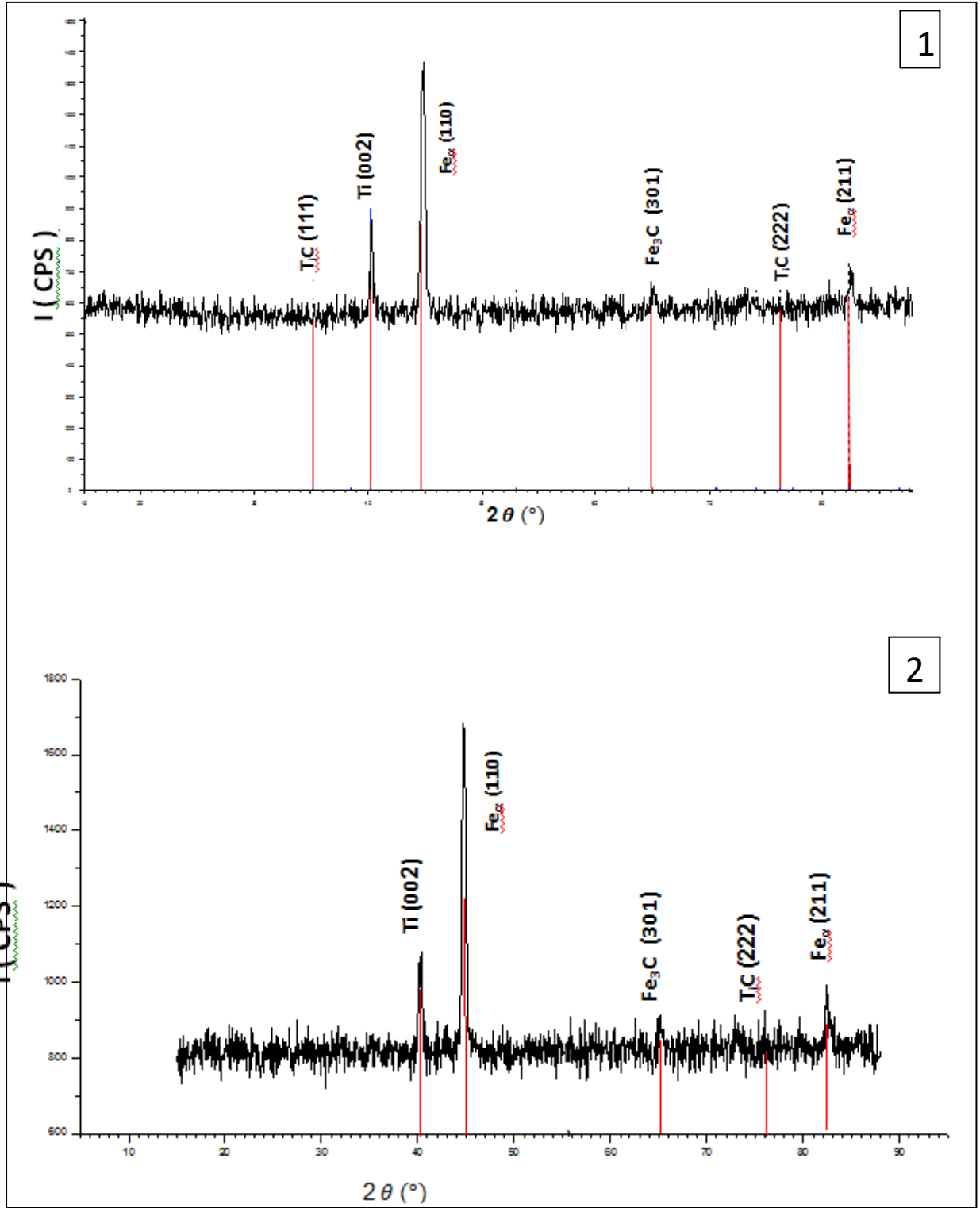
الشكلان (16- 1) و (16- 2) يمثلان مخططي الانعراج المحصل عليهما بالنسبة لعينتين من الفولاذ K80FF-1 بعد ترسيب الطبقة (السلسلتين) معالجتين تحت درجة حرارة 400°م و الشكلان (17- 1) و (17- 2) يمثلان مخططي الانعراج المحصل عليهما بالنسبة لعينتين من الفولاذ K80FF-1 بعد ترسيب الطبقة (السلسلتين) معالجتين تحت درجة حرارة 700°م الملاحظ هو ظهور نهايات عظمية منعرجه عن المركب الثنائي TiC على المخططين وبمقارنة الشكل (16) نسبة إلى الشكل (17) نلاحظ نقصان في شدة النهايات العظمية المنعرجة عن Ti وزيادة في شدة النهايات العظمية المنعرجة عن TiC , وهذا راجع لتشكّل ونمو الكريبيد TiC نتيجة التفاعل بين Ti المترسب و C المنتشر من المادة الحاملة .

يمكن تفسير انتشار الكربون بدرجة اكبر من الحديد و التيتان لاعتبارات فيزيائية و ترموديناميكية حيث أن حيث انه لذرات الكربون نصف قطر ذري اصغر أي حجم اقل , و إذا نظرنا إلى الجدول (6) نلاحظ أن طاقة تنشيط انتشار C في Ti في المجال 600 إلى 800°م تساوي 30.5 كيلو حريره / مول وهي بالتقريب نصف طاقة تنشيط انتشار Ti في Fe (60 كيلو حريره / مول) في المجال 1075 إلى 1225°م , و اقل أيضا من طاقة تنشيط انتشار Fe في Ti (45 كيلو حريره / مول) في المجال 900 إلى 1300°م .

ونلاحظ أيضا ظهور نهايات عظمية منعرجه عن أكسيد التيتان TiO₂ على الشكلان (17) وهذا نتيجة لتفاعل Ti المترسب مع الأكسجين المتبقي على المادة الحاملة المنتشر نحو الطبقات الخارجية بفعل درجة حرارة التلدين أو الفراغ غير الكافي في جملة المعالجة الحرارية .

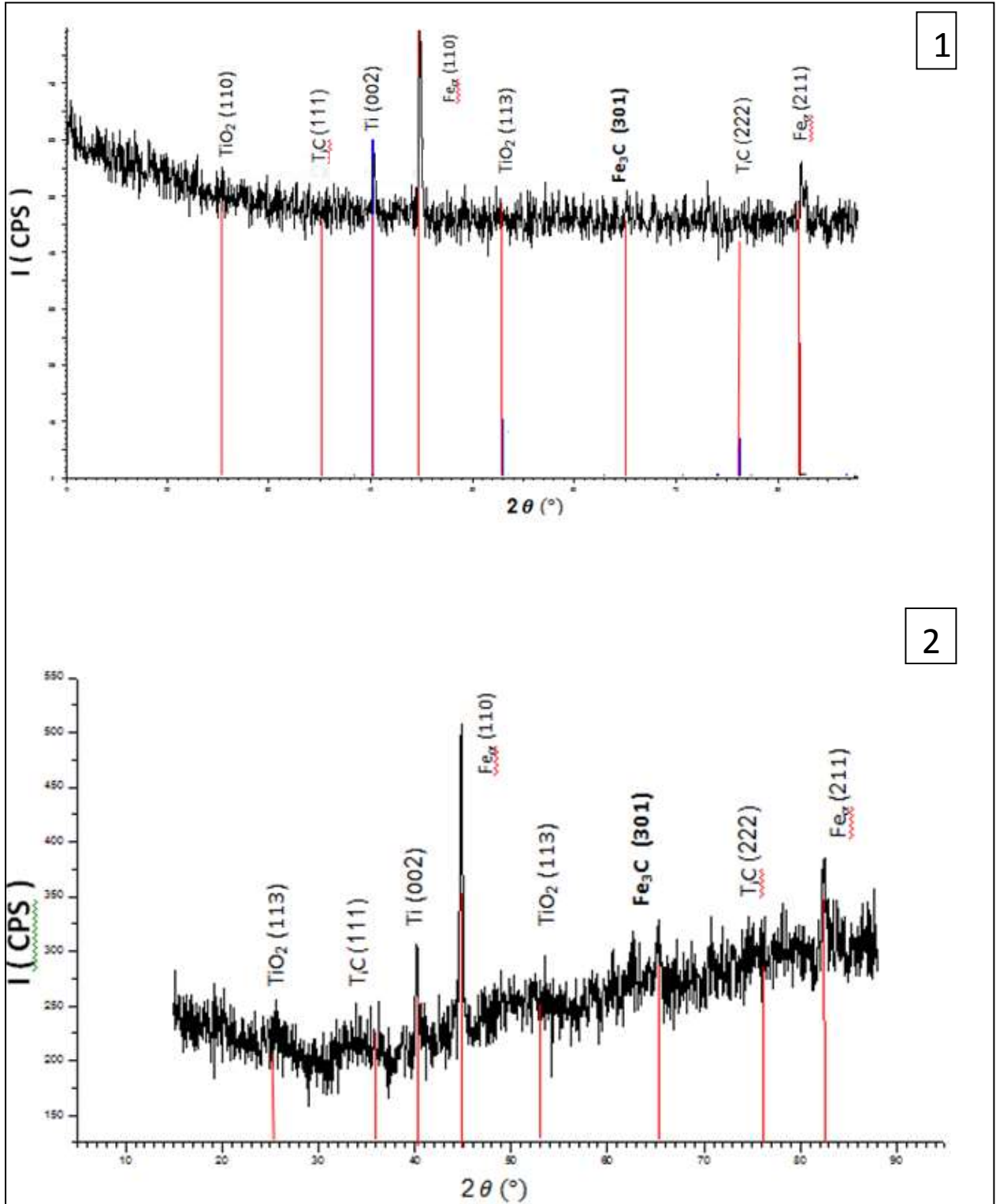
المرجع	مجال درجة الحرارة (م°)	طاقة التنشيط (كيلو حريرة / مول)	عناصر الانتشار	
[26]	800 - 600	30.50	C ¹⁴	في التيتان
	1300 - 900	45.00	Fe ⁵⁵	
[27]	850 - 350	19.20	C ¹⁴	في الحديد
	1225 - 1075	60.00	Ti	

الجدول 6: طاقة تنشيط الانتشار في التيتان و في الحديد



الشكل (16): طيف انعراج الأشعة السينية لعينة من الفولاذ K80FF-1 بعد ترسيب الطبقة معالجة عند $400^{\circ}C$

- لمدة 30 دقيقة .
(1) السلسلة الأولى
(2) السلسلة الثانية



الشكل (17): طيف انعراج الأشعة السينية لعينة من الفولاذ K80FF-1 بعد ترسيب الطبقة معالجة عند 700°C لمدة 30 دقيقة .

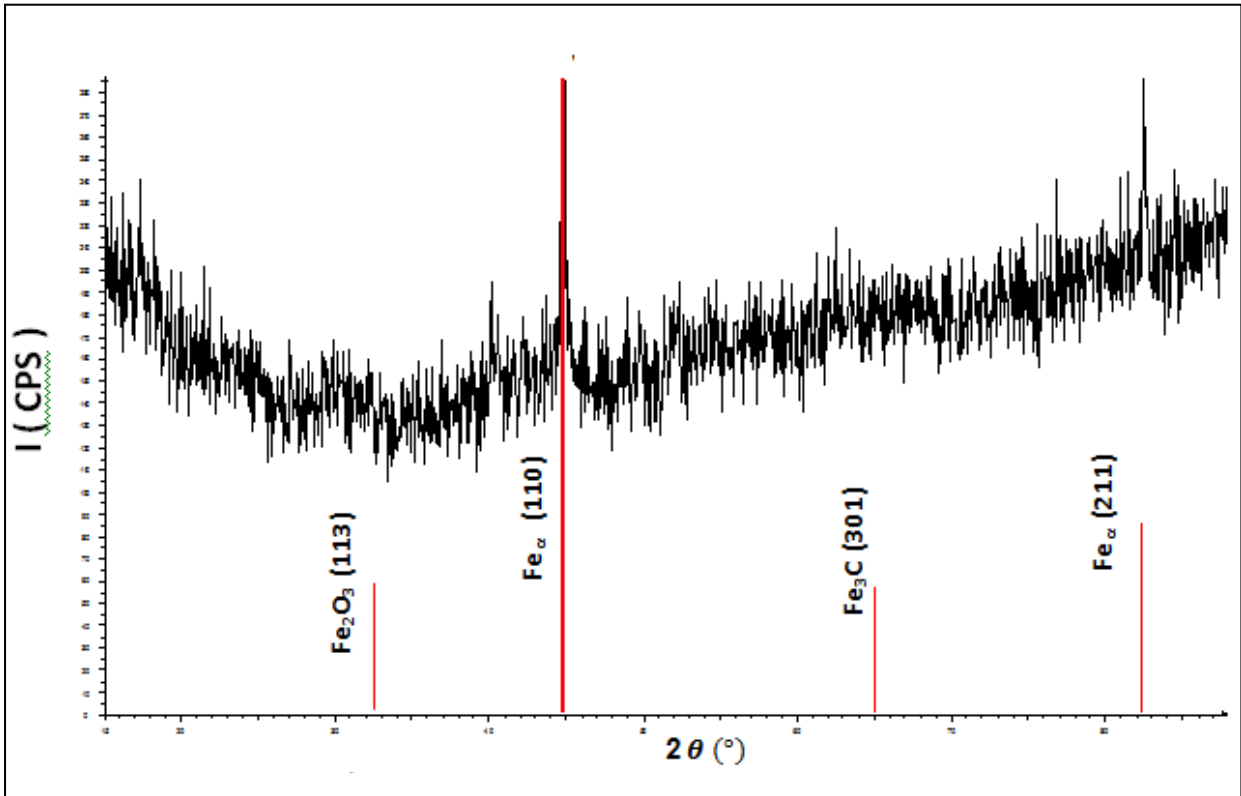
- (1) السلسلة الأول
- (2) السلسلة الثانية

3) العينات المعالجة عند درجة الحرارة 900°م :

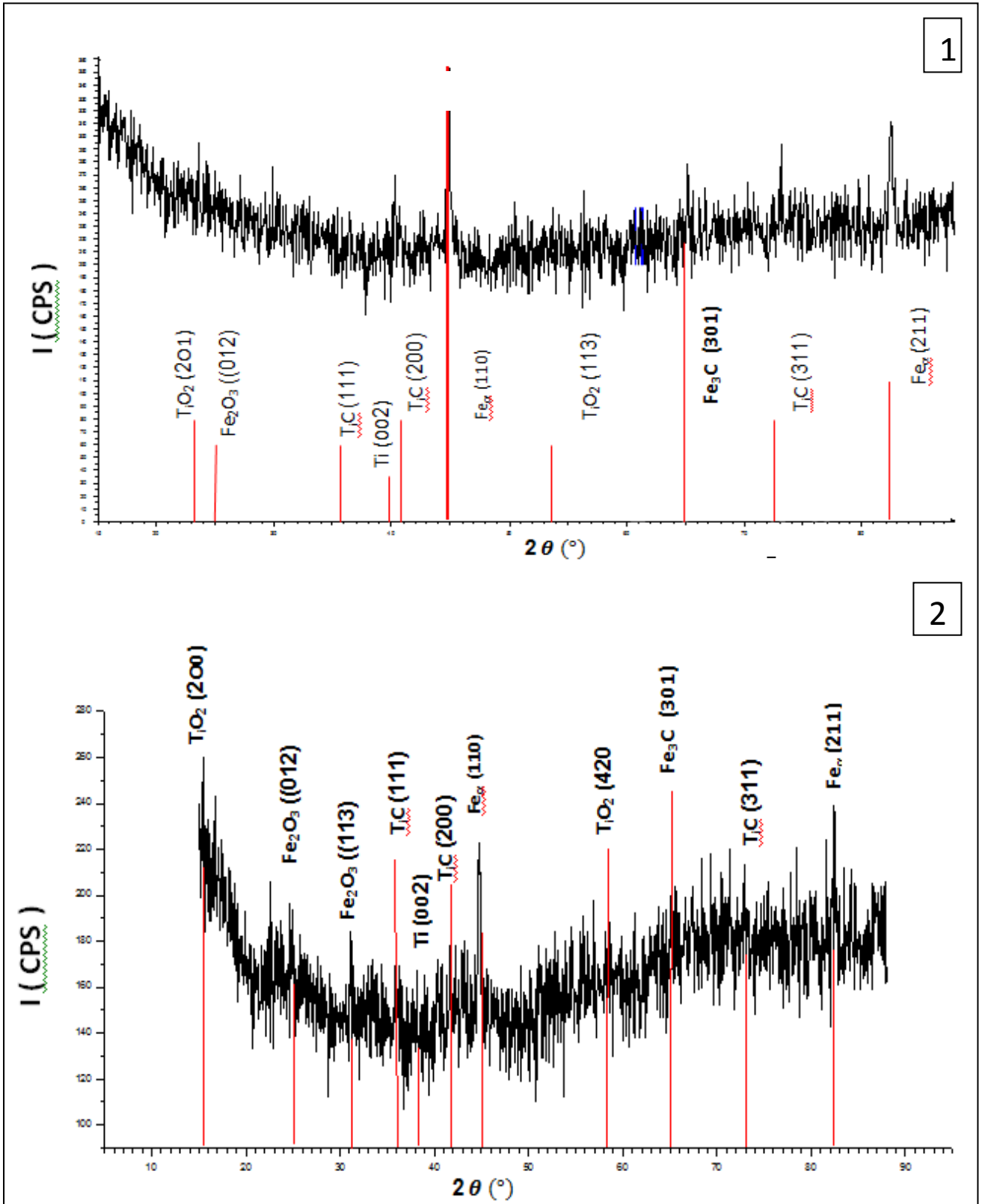
أ- من غير طبقة :

الشكل (18) يمثل مخطط الانعراج المحصل عليه بالنسبة لعينة المادة الحاملة (الفولاذ K80FF-1) المعالجة عند درجة الحرارة 900°م.

و الملاحظ عدم ظهور Fe_γ وسبب ذلك راجع إلى العناصر الإضافية التي تزيد في مجال Fe_α (Les éléments Alpha gènes) والتي من بينها الكروم , و يلاحظ أيضا ظهور أكسيد الحديد Fe_2O_3 الناتج من تفاعل Fe المسند مع الأكسجين المتبقي على العينة وأيضا بتحفيز من درجة حرارة التلدين المرتفعة .



الشكل(18): طيف انعراج الأشعة السينية لعينة الفولاذ K80FF-1 المعالجة عند 900°م



الشكل (19): طيف انعراج الأشعة السينية لعينة من الفولاذ K80FF-1 بعد ترسيب الطبقة معالجة عند 900°C لمدة 30 دقيقة .

- (1) السلسلة الأول
(2) السلسلة الثاني

ب- طبقة :

الشكل (19) هو مخطط الانعراج المحصل عليه بالنسبة لعينة من الفولاذ K80FF-1 بعد ترسيب الطبقة معالجة تحت درجة حرارة 900° م .

كما لاحظنا في العينات المعالجة عند درجة الحرارة 900° م من غير طبقة يظهر هنا أيضا Fe_2O_3 .
وبمقارنة الشكل (19) (عينات بطبقة معالجة عند 900° م) نسبة إلى الشكل (18) (عينات بطبقة معالجة عند 700° م) نلاحظ نقص في شدة النهايات العظمى المنعرجة عن Ti وزيادة في شدة النهايات العظمى المنعرجة عن TiC.

2.2.IV. الدراسة المورفولوجية بالمجهر الالكتروني الماسح:

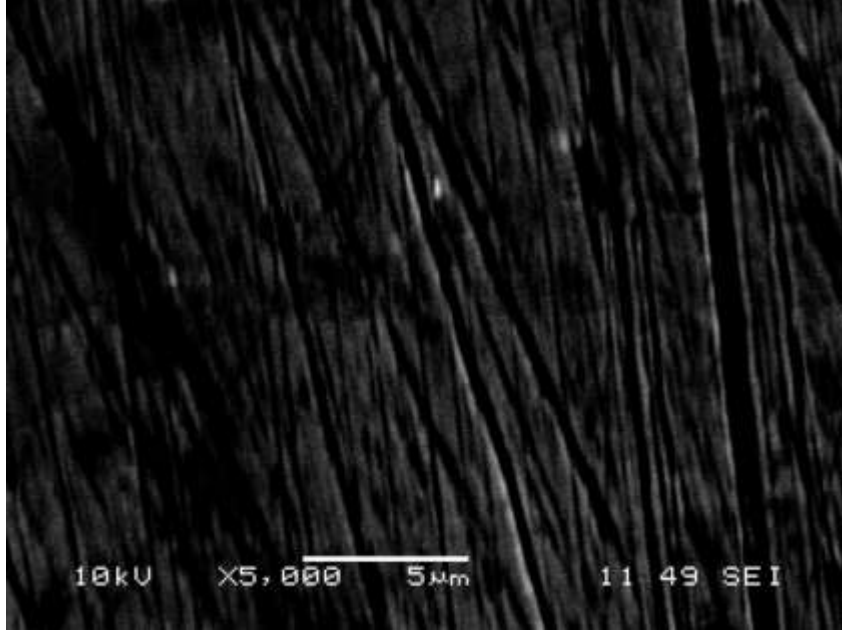
استعملنا في عملنا هذا جهاز من نوع Geol 6360LB بمركز تطوير الأبحاث المتقدمة CDTA .



الشكل(20): صورة ضوئية لمجهر الالكتروني الماسح المستعمل

أ- المساند قبل الترسيب:

يبين الشكل (21) حالة سطح المساند قبل الترسيب الذي يوضح سطح املس بلون رمادي غامق وتضهر خطوط سوداء وهي حروز نتجت عن عملية الصقل الميكانيكي .

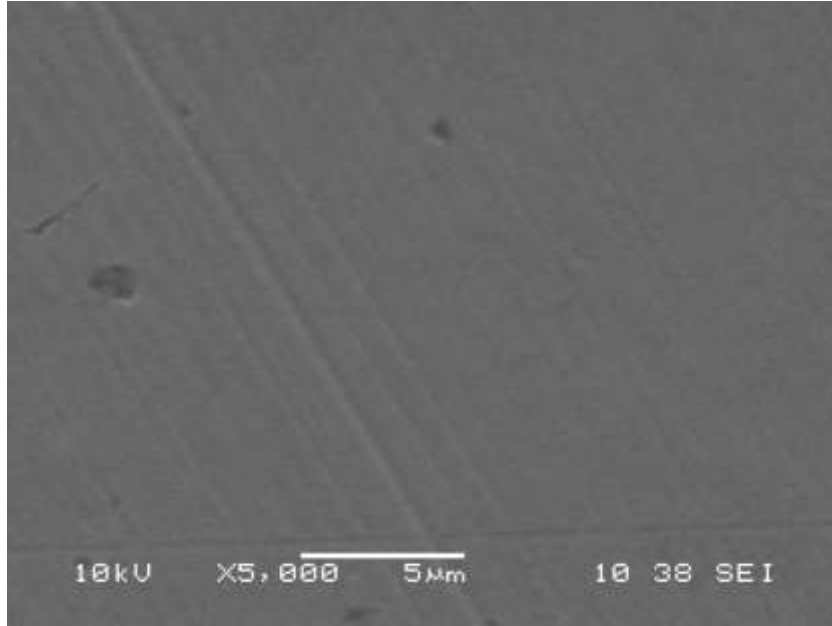


الشكل(21): الدراسة المورفولوجية لحالة سطح المساند قبل الترسيب بالمجهر الالكتروني الماسح

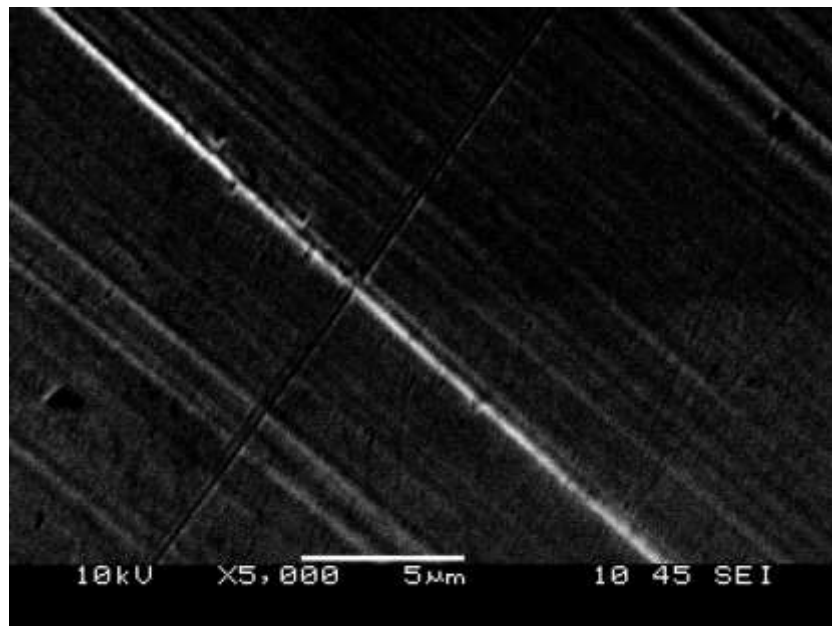
ب- العينات المرسبة والمعالجة حراريا عند الدرجة 400°م لمدة 30دقيقة :

على خلاف حالة سطح المساند الملاحظة سابقا يظهر الشكل (22) حالة سطح العينات المرسبة والمعالجة حراريا عند الدرجة 400°م بلون رمادي فاتح و سطح خال من الخطوط نسبيا دلالة على ترسب طبقة رقيقة من التيتان

1



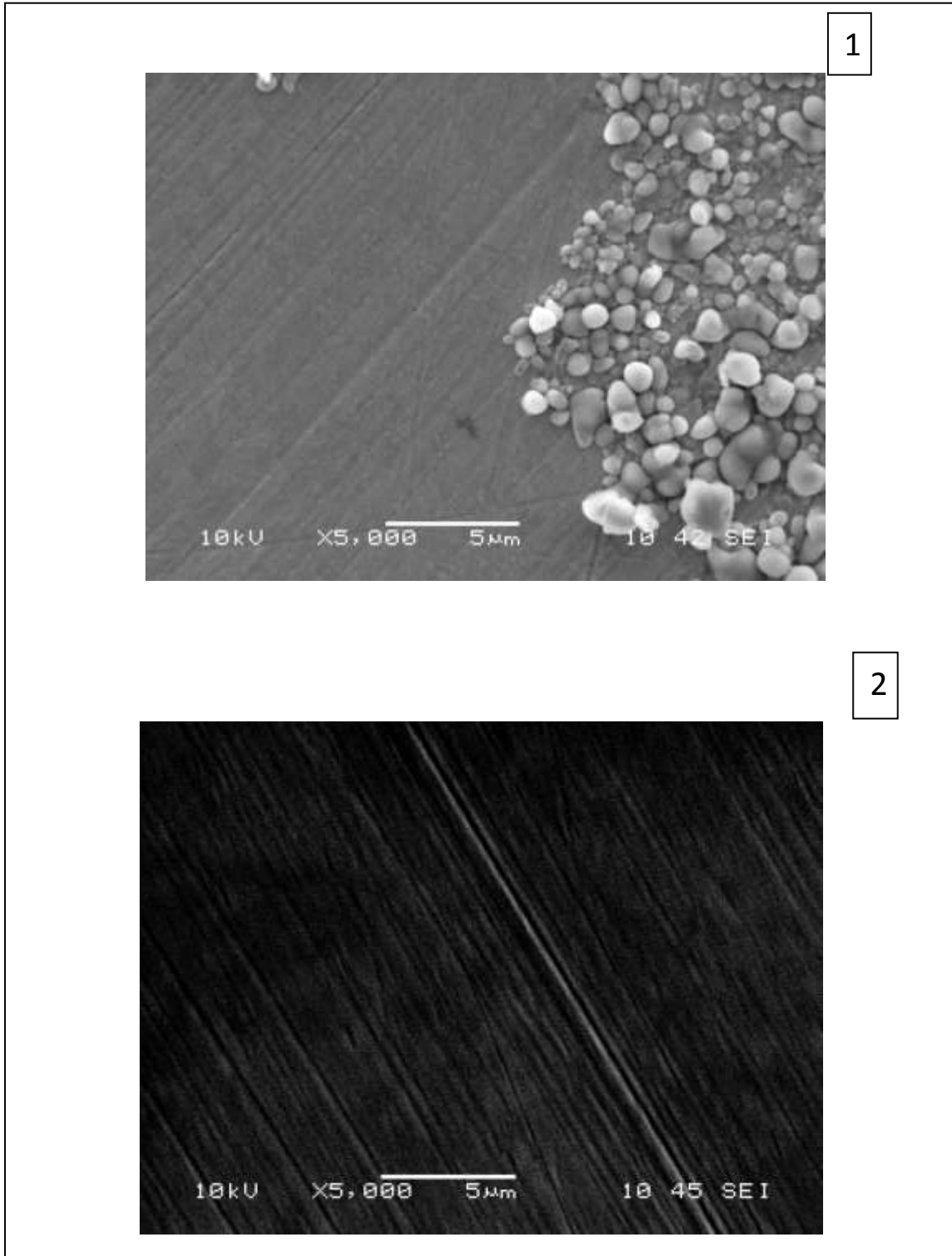
2



الشكل(22): الدراسة المورفولوجية لحالة سطح المساند بعد الترسيب و بعد المعالجة حراريا عند الدرجة 400°م لمدة 30 دقيقة بالمجهر الالكتروني الماسح

1- السلسلة 1

2- السلسلة 2



الشكل(23): الدراسة المورفولوجية لحالة سطح المساند بعد الترسيب و بعد المعالجة حراريا عند الدرجة 700°م لمدة 30 دقيقة بالمجهر الالكتروني الماسح

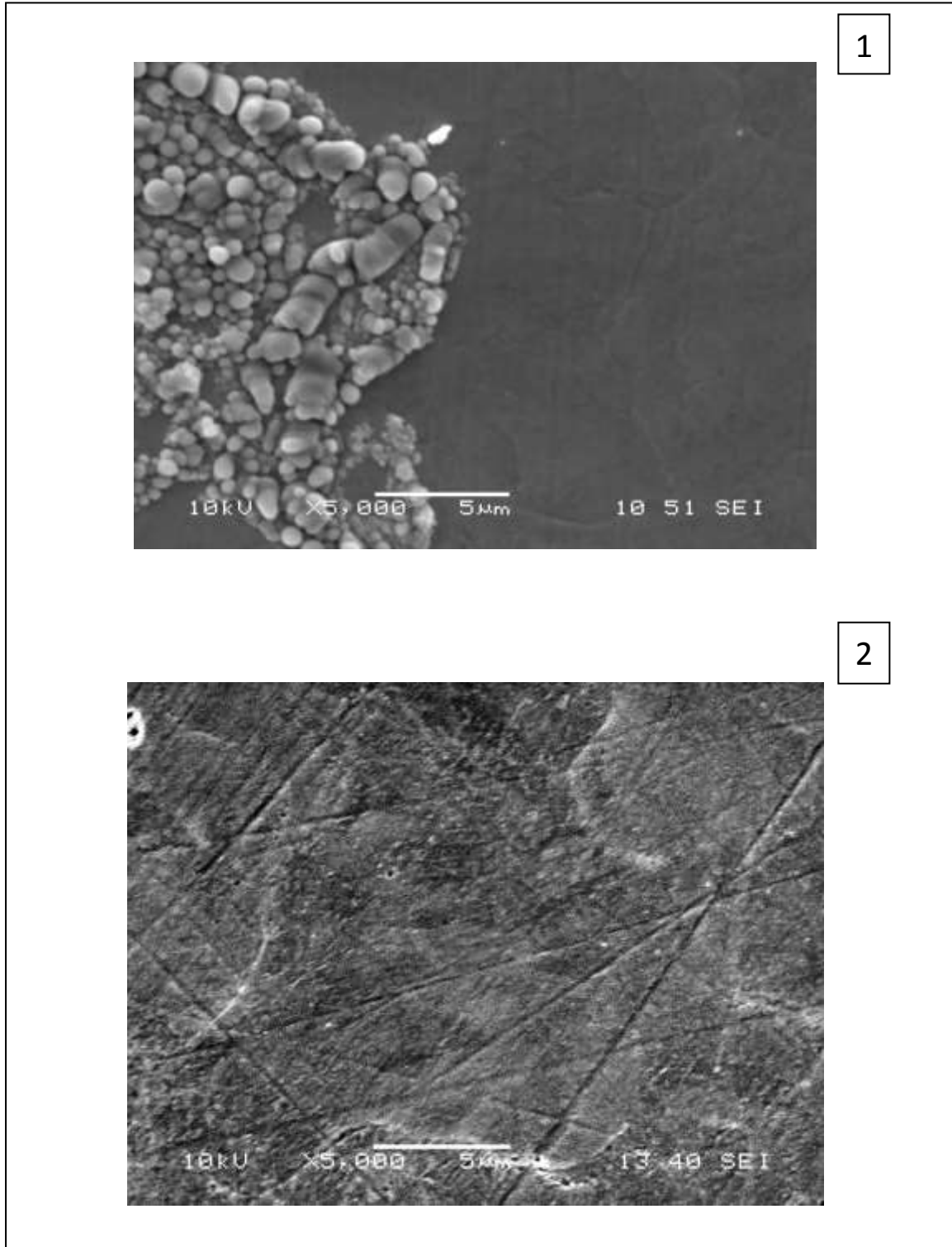
1. السلسلة 1
2. السلسلة 2

ت- العينات المرسبة والمعالجة حراريا عند الدرجة 700°م لمدة 30دقيقة :

زيادة درجة حرارة التلدين يظهر الشكل (23) سطح العينات بلون رمادي اقل دكانه كما يوضح الشكل دور زيادة درجة حرارة التلدين في تحفيز العناصر الداخلة في التركيب الكيميائي للمساند بالانتشار إلى السطح الحر للعينات . لوحظ في دراسات سابقة ([9]) الدور السلبي لانتشار المنغنيز اتجاه الطبقات الخارجية لعينات من الفولاذ مرسبة بالتيتان على الخواص الميكانيكية للسطح . نسبة المنغنيز في المساند المستعملة مساوية إلى 0.74 مئوية الممثلة لأكبر نسبة مقارنة بنسب العناصر الإضافية الأخرى لذلك فمن المحتمل أن يكون للمنغنيز اكبر تركيز في كمية المواد المنتشرة نحو السطح

ث- العينات المرسبة والمعالجة حراريا عند الدرجة 900°م لمدة 30دقيقة :

يظهر الشكل (24) زيادة في انتشار العناصر الداخلة في التركيب الكيميائي للمساند نحو السطح وهذا نتيجة زيادة درجة الحرارة . وتظهر أيضا شقوق على السطح وهذا نتيجة الاجهادات المتبقية , ونتيجة الاثر السلبي للعناصر المنتشرة .



الشكل(24): الدراسة المورفولوجية لحالة سطح المساند بعد الترسيب و بعد المعالجة حراريا عند الدرجة 900م° بالمجهر الالكتروني الماسح

1. السلسلة 1

2. السلسلة 2

3.2.IV. الصلادة الدقيقة (المجهرية):

تقوم اختبارات الصلادة الدقيقة على اختراق الجسم المختبر , وتؤخذ قراءة الصلادة من قسمة الوزن المستخدم على مساحة الأثر ويستخدم في هذا الاختبار مبيّن هرمي ماسي زاويته 136° و تتم قراءة قيمة الأثر الحادث بواسطة الميكرومتر المتصل بالميكروسكوب الضوئي ذو قوة تكبير عالية حتى يمكن مشاهدة سطح العينة المختبرة و كذلك قراءة أبعاد الأثر بدقة .

و من أهم خواص هذا الاختبار ما يلي :

- يعد من الاختبارات التي تستعمل في مخابر البحث , و لا تستخدم كثيرا لأغراض صناعية .
- يعطي نتائج ذات دقة متناهية ولهذا فهو يستخدم للمواد ذات الحساسية العالية مثل المغلفات و الأفلام و الرقائق و كذلك قياس صلادة الحبيبات او المكونات المختلفة للسبائك .
- يستخدم في قياس صلادة المواد الرقيقة .
- يتطلب الاختبار أن يكون سطح العينة نضيفا و مستويا و أملسا بل و ينصح أن يكون مصقولا كذلك و في بعض الأحيان يلزم نمش السطح قبل اختباره .
- يتراوح الحمل بين 1 إلى 1000 غ .
- يمكن استخدام هذه الطريقة في قياس صلادة المعادن و البلاستيك و المواد السيراميكية.[22]

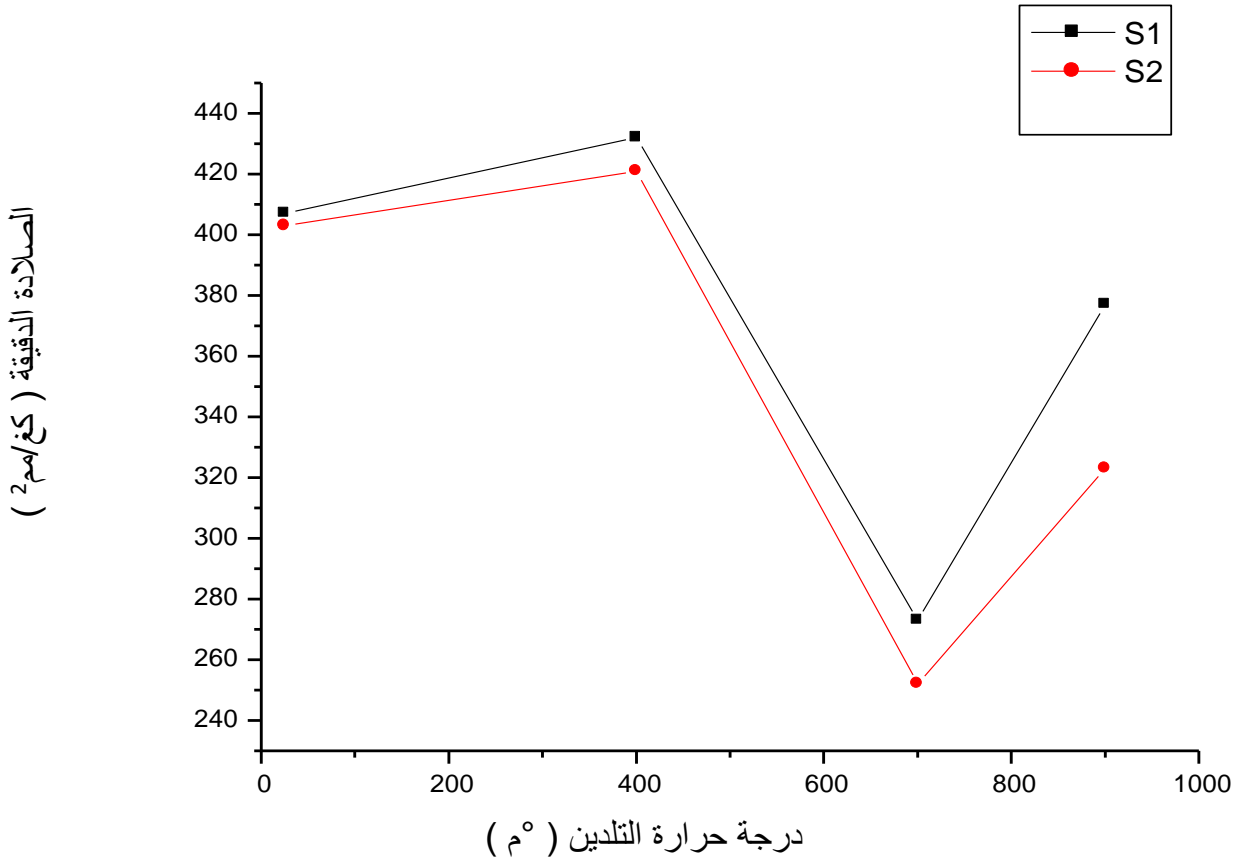
لمعرفة الصلادة المجهرية للعينات استعملنا اختبار فيكرس للصلادة و هذا باستخدام جهاز من نوع ZWICK و ذلك بمركز تطوير الأبحاث المتقدمة CDTA . الحمولة المستعملة هي 30 غ ب زمن إبقاء 10 ثوان .

النتائج المتحصل عليها مدونة في الجدول (7)

900	700	400	25	درجة حرارة التلدين (م°)	
377	273	432	407	السلسلة 1	الصلادة (كغ/مم ²)
323	252	421	403	السلسلة 2	

الجدول 7: قيم الصلادة المجهرية المتحصل عليها لعينات السلسلتين

تغيرات الصلادة مع درجة حرارة التلدين يظهرها الشكل (25)



الشكل(25): تغير الصلادة المجهرية مع درجة حرارة التلدين

الشكل (25) يمثل تغيرات الصلادة الدقيقة لعينات الفولاذ K80FF-1 مرسبة (السلسلتين) مع درجة حرارة التلدين .

و الملاحظ هو زيادة الصلادة مع درجة حرارة التلدين إلى 400°م , و هذا نتيجة انتشار كربون المادة الحاملة بتحفيز من درجة حرارة التلدين نحو طبقة التيتان المرسبة وهذا ما يؤدي إلى تشكل ونمو كربيد التيتان TiC الذي يزيد الصلادة .

من 400°م إلى 700°م الصلادة تتناقص , و يمكن تفسير ذلك بانتشار العناصر الداخلة في تركيب المساند و بالأخص المنغنيز الذي له دور سلبي اتجاه الخواص الميكانيكية (نسبة المنغنيز في المساند 0.74 %) و الشكل () الذي يمثل صورة سطح المساند بعد الترسيب و بعد

المعالجة حراريا عند 700°م لمدة 30 دقيقة بالمجهر الالكتروني الماسح يبين بوضوح انتشار هذه العناصر .

من 700°م إلى 900°م الصلادة تتزايد , و هذا راجع احتمالا إلى تغلب كمية كربيد التيتان المتشكل بفعل تزايد تدفق الكربون المنتشر على العناصر الإضافية المنتشرة نحو السطح الخارجي للعينات بفعل درجة حرارة التلدين .

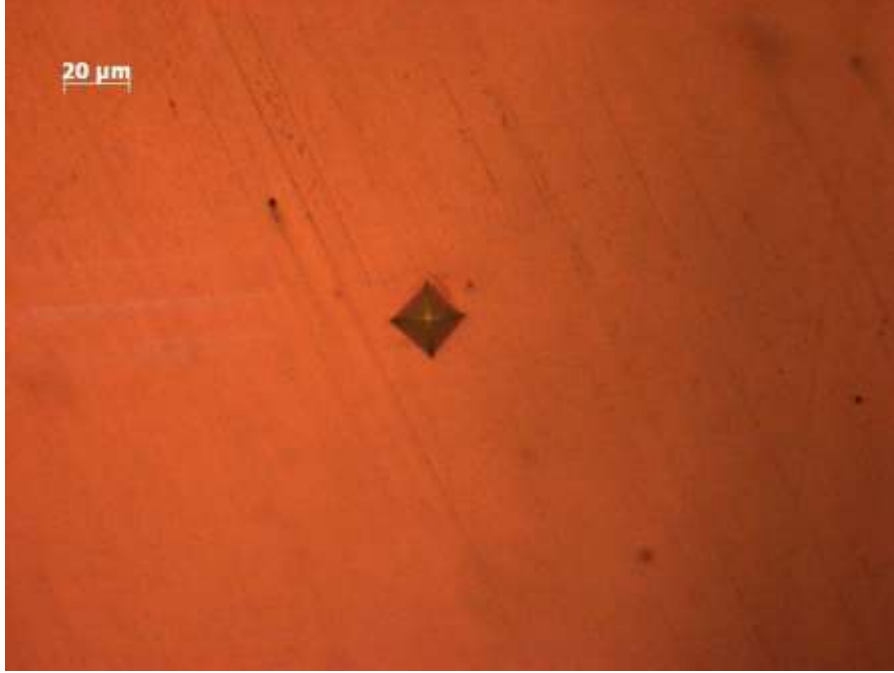
الجدول (8) يبين العلاقة بين نسبة الكربون في كربيد التيتان المتشكل و الصلادة المجهرية , حيث نلاحظ انه كلما زادت نسبة الكربون في كربيد التيتان كلما زادت الصلادة

X = T/C	الصلادة المجهرية (كغ/مم ²)	الكثافة (غ / سم ³)	ثابت الشبكة (انغستروم)
	[28]	[29]	[30]
0.75	2400	4.74	0.43223
0.85	2800	4.84	0.43243
0.95	3100	4.92	0.43258
1	3200	4.93	0.43270

الجدول 8: بعض الخواص الفيزيائية و الميكانيك لكربيد التيتان بدلالة تركيز الكربون

و الملاحظة الأخرى هو أن المنحنى الممثل لقيم الصلادة عند كل درجة حرارة تلدين لعينات الفولاذ K80FF-1 المرسبة باستطاعة قدرها 200 واط (السلسلة 1) يقع فوق المنحنى الممثل لقيم الصلادة عند كل درجة حرارة تلدين لعينات الفولاذ K80FF-1 المرسبة باستطاعة قدرها 100 واط (السلسلة 2) أي أن قيم الصلادة أعلى و هذا رغم تساوي سمك الطبقة في السلسلتين (0.4 ميكرومتر) و يمكن إرجاع ذلك لاختلاف سرعة الترسيب (في السلسلة (1) $V_{D_1} = 2 \cdot 10^{-2}$ ميكرومتر / دقيقة و في السلسلة (2) $V_{D_2} = 1 \cdot 10^{-2}$ ميكرومتر / دقيقة) فكلما زادت السرعة زادت الطاقة الحركية للذرات المرسبة الذي ينتج عنه طبقة رقيقة أكثر تجانسا وتراص و التصاقية بالمسند و التي تنتج عنها خواص ميكانيكية افضل .

ومن جهة اخرى كلما كانت الطبقة المرسبة أكثر تراص كلما نقصت كمية عناصر المسند الإضافية المنتشرة و خلاف ذلك بالنسبة للبنية المفتوحة التي تسمح بانتشار كمية اكبر وبالتالي صلادة اقل .



الشكل(25): صورة مجهرية لأثر فيـكـرـز

الخلاصة :

تطرقنا في هذا البحث إلى دراسة بنيوية وميكانيكية لطبقات من التيتان مرسبة على مساند من الفولاذ K80FF-1 بسمك 0.4 ميكرومتر، حيث حضرنا سلسلتين من العينات بطريقة الرش المهبطي السلسلة الأولى رسبت باستطاعة قدرها 200 واط و السلسلة الثانية تم ترسيبها باستطاعة قدرها 100 واط من أجل تنشيط التفاعل بين المساند و الأفلام الرقيقة تمت معالجتها حراريا تحت الفراغ عند درجات الحرارة 400°م, 700°م و 900°م، لدراسة العينات قمنا باستعمال الطرق التجريبية التالية : انعراج الأشعة السينية , المجهر الالكتروني الماسح و اختبار فيكرز للصلادة .

بينت مخططات انعراج الأشعة السينية أن تشكل ونمو كربيد التيتان ناجم عن انتشار الكربون من المسند إلى الطبقات الرقيقة بفعل المعالجة الحرارية . كمية كربيد التيتان المتشكل متناسبة مع درجة حرارة التلدين . كما لاحظنا ارتفاع درجة حرارة التحول الطوري $Fe_{\alpha} \leftarrow Fe_{\gamma}$ في العينات المرسبة بفعل العناصر التي ترفع من مجال Fe_{α} (Les éléments alpha gènes) من ضمنها التيتان . في درجات الحرارة العالية لاحظنا تشكل أكاسيد التيتان والحديد .

باستعمال المجهر الالكتروني الماسح وجدنا انه كلما زادت درجة حرارة التلدين كلما زاد انتشار العناصر الداخلة في تركيب المسند نحو السطح .

نتائج اختبار الصلادة تبين بصفة عامة ارتفاع قيمتها في المراحل الأولى مع ارتفاع كمية كربيد التيتان المتشكل متناسب مع درجة حرارة التلدين , التناقص الملاحظ في الصلادة راجع إلى انتشار المنغيز نحو الطبقات السطحية وتشكل الأكاسيد .

لمنحنيات تغير الصلادة مع درجة حرارة التلدين نفس السلوك للسلسلتين إلا أن السلسلة الأولى المرسبة باستطاعة 200 واط اظهرت قيم اكبر بفعل بنيتها المتراسة و الأكثر التصاقية .

ملحق مصطلحات

المصطلحات :

English	Français	عربي
Abrasive	Abrasive	كشط , سحج
Adherence	Adhérence	التصاق , تمسك
Alloy	Alliage	سبيكة
Alpha iron (α)	Fer alpha (α)	حديد (α)
Alumina	Alumine	الألومين
Analysis	Analyse	تحليل
Angle	Angle	زاوية
Annealing	Recuit	تلدين
Anode	Anode	مصعد
Austenite	Austénite	أوستنيت
Austenitic steel	Acier austénitique	فولاذ أوستنيتي
Body centred cubic	Cubique centré	مكعب متمركز
Beam	Faisceau, rayon	حزمة أشعة
Binary alloy	Alliage binaire	سبيكة ثنائية
Boiling point	Point de fusion	نقطة الإنصهار
Boundaries	Joints	حدود
Brittleness	Fragilité	قصافة، هشاشة
Carbide	Carbure	كربونات
Carbon (C)	Carbone (C)	(C) كربون

Cast iron	Fonte	حديد الزهر، حديد الصب
Cast ability	Coulabilité	السيبكية
Cathode	Cathode	مهبط، كاثود
Cementite	Cémentite	سيمانيت
Charge	Charge	شحنة، حمولة
Chromium (Cr)	Chrome (Cr)	كروم (Cr)
Clean	Propre	نظيف، نقي
Cleavage	Clivage	تصدع
Coating	Revêtement	تغطية
Components	Composants	عناصر
Compound	Composé	مركب
Condensation	Condensation	تكثيف، ملخص
Cooling	Refroidissement	تبريد
Cooling curve	Courbe de refroidissement	منحنى تبريد
Cracks	Fissures	شقوق
Degree	Degré	درجة
Device	Machine	جهاز، آلة
Diagram	Diagramme	بيان، مخطط
Diameter	Diamètre	قُطر
Diamond	Diamant	الماس
Diamond pyramid	Pyramide Diamant	هرم ماسي
Diffraction	Diffraction	حيود، إنعراج
Diffract meter	Diffractomètre	مقياس حيود الأشعة X
Disc	Disque	قُرص
Discovery	Découvert	إكتشاف

Dissolution	Dissolution	إنحلال، ذوبان
Ejection	Ejection, expulsion	قذف، طرد
Elaboration	Elaboration	إنجاز، تحضير
Ethanol	Ethanol	كحول إيثيلي
Eutectic	Eutectique	أوتكتيك، أصهراني
Eutectoid	Eutectoïde	أوتكويدي، شبه أصهراني
F.C.C	C.F.C	مكعب نوع C.F.C
Face centred cubic	Cubique à faces centrées	مكعب متمركز السطوح
Face	Face	سطح، وجه
Ferrite	Ferrite	فريت
Figure	Figure	شكل، مظهر
Filament	Filament	فتيلة، سلك دقيق
Film	Film	طبقة رقيقة، فيلم
Filter	Filtre	مرشح
Fissure	Fissure	شق، صدع
Furnace	Four	فرن
Fusion	Fusion	صهر، إنصهار
Gamma iron (Fe _γ)	Fer gamma (Fe _γ)	حديد غاما (Fe _γ)
Graphite (C)	Graphite (C)	غرافيت (C)
Grey	Gris	رمادي
Grinding	Broyage , polissage	طحن، صقل، شحذ
Hardening	Durcissement	تقسية، تصليد
Hardness	Dureté	صلادة

Hardness test	Essai de dureté	إختبار الصلادة
Heat	Chaleur	حرارة
Heating	Chauffage	تسخين
Heat treatment	Traitement thermique	معالجة حرارية
Hexagonal	Hexagonal	سداسي
Intensity	Intensité	شدة، قوة
Interstitial solution	Solution interstitielle	محلول إنغراسي
Iron (Fe)	Fer (Fe)	حديد (Fe)
Cast iron	Fonte	حديد الزهر
Lédéburite	Lédéburite	لدبيريت
Load	Charge, poids	ثقل، حمولة، شحنة
Manganese (Mn)	Manganèse (Mn)	منغنيز (Mn)
Mechanical properties	Propriétés mécaniques	خواص ميكانيكية
Melting	Fusion	إنصهار، ذوبان
Micro-	Micro-	مجهرى، جزء من مليون
Microanalysis	Microanalyse	تحليل مجهرى
Electronic microscope	Microscope électronique	مجهر إلكتروني
Multiphase	Plusieurs phase	متعدد الأطوار
Oxidation	Oxydation	أكسدة
Pearlite	Perlite	برليت
Phase	Phase	طور
Phase diagram	Diagramme de phase	بيان الأطوار
Pipe	Tube	أنبوب
Plant	Installation	إنشاءات
Polishing	Polissage	صقل
Pro-eutectic	Pro-eutectique	قبل الأوتكتيك

Pump	Pompe	مضخة
Pure	Pur	نقي
Quenching	Trempe	سقاية، تبريد سريع
Silicon (Si)	Silicium (Si)	(Si)سيليسيوم
steel	Acier	فولاذ
Streak	Rayure, bande	شريط، أخدود، حز
Surface	Surface	سطح
Temperature	Température	درجة الحرارة
Tempering	Revenu	تطبيع
Thin	Mince, Fin	رفيق، رفيع
Titanium (Ti)	Titane (Ti)	تيتان (Ti)
Heat treatment	Traitement thermique	معالجة حرارية
Tube	Tube	أنبوب
Vacuum	Vide	تفريغ من الهواء، فراغ
Vacuum pump	Pompe à vide	مضخة تفريغ
Void	Vide, vacant	فراغ
X-rays	Rayons-X	أشعة X

[31]

المراجع المستعملة :

- [2] N , Meftah “ Etude structural et mécanique de revêtements de titane déposés sur un acier a outils : L influence du prétraitement de surface des substrats . thèse de magister , Univ .D Ouargla . 2003.
- [3] Emilian koller , Dictionnaire encyclopédique des sciences des matériaux Imprieries chirat . France 2008 .
- [8]Nourredine bouaouadja ,Matériaux , Tome 1 Matériaux métalliques-Ed .office des publications universitaires ,Alger ,1992.
- [9] 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 d’ Ouargla .juin2005.
- [10]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 l’irradiation x. thèse de magister , Univ . Ouargla . 2010.
- [11] Pierre aubreton ; " Simulation par la méthode de monte Carlo des phénomènes physiques intervenant dans l’élaboration de films réalisés par Co-évaporation par faisceaux d’électrons " .thèse de doctorat , université de limoges.
- [12] Christian Manasterski , La pulvérisation cathodique industrielle, Presses polytechniques et universitaires romandes, 2005.
- [13] Astrid Gies , " Synthèse et caractérisation de couches minces V_2O_5 dope ou non pour une utilisation dans des microbatteries au lithium " .thèse de doctorat , université de bordeaux I . décembre 2005.
- [15] Joseph Kane Morton Sternheim , Physique , I.M.E France 2006 .

- [18] Anthony Le bras , " Exploration des potentialités de système EOS™ pour la caractérisation mécanique de structures osseuses :Application a l'extrémité supérieure de fémur " . thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers Centre de Paris. 2004
- [19] Christopher Hammond , The Basics of Crystallography and Diffraction Third Edition ,Oxford.
- [21] S. Etienne , D. Laurent , E. Gaudry , P. Lagrange , J. Ledieu , J. steinmetz , Les matériaux de A à Z , Belgique aout 2008
- [24] René Guinebretière , x-ray diffraction by polycrysttaine materials , Hermés science , 2002 France .
- [26] Teixeira(v) . Residuel stress and carcking in thin PVD coating . Vacuum, vol.64, Issues 3-4 , January , 2002 .
- [27] Moll(S.H) , CEIL VIE(R.E.). Trans.metal.Soc.AIME, Vol.215.1959 .
- [28] H. Holleck, j. Vac. Sci. Tech. A. 4 (6) 2661 (1996).
- [29] G. V. Samsonov , L. A. Klochkov, I. I. Tomofeva, Refractory Carbides Noukova Dumka, Kive, (1975).
- [30] S. S. Kiparisov , Y. V ; Levinsky, A. P; Petrove, Titanium Carbide: Prodection Properties and application,Moscow. Metallurgia, (1987).
- [31] Dr. Z. LAROUK , Scientfic terms , Université constantine.

- [1] ا.ماليشيف . ج . تيكولاييف . شوفالوف تكنولوجيا المعادن ترجمة الدكتور أنور الطويل . " دار مير " للطباعة و النشر الاتحاد السوفيتي موسكو .
- [14] عبد الله عطف , " ترسيب وتشخيص شرائح نيتريد السيليسيوم اللامتبلور المحضرة بطريقة الرش المهبطي " . أطروحة دكتوراه , جامعة بسكرة . 2005 .
- [4] الدكتورة زغدة لعروق , مدخل في علم المعادن , منشورات جامعة منتوري قسنطينة فيفري 2001 .
- [5] يولاختين , علم المعادن والمعاملة الحرارية للمعادن " دار مير " للطباعة و النشر الاتحاد السوفيتي موسكو .
- [6] ميشيل . سينكو / روبرت أ . بلان , الكيمياء , الدار الدولية للنشر والتوزيع
- [7] J. D. Lee , المختصر الجديد في الكيمياء غير العضوية , ترجمة د. محمد الأمين صابر , د. محمد بشير حسن , أ. د. محمد محمود مصطفى , منشورات جامعة سبها ليبيا .
- [16] الدكتور سامي مظلوم صالح , فيزياء الحيود , الجامعة التكنولوجية مركز التعريب والنشر بغداد . 1982 .
- [17] أ.د. نعيمة عبد القادر احمد , أ.د. محمد أمين سليمان , علم البلورات والأشعة السينية , دار الفكر العربي 2005 .
- [20] عبد الرحيم عاشوري , " دراسة تآكل النحاس بفعل غاز الأكسجين في درجة حرارة عادية " مذكرة ماجستير , جامعة ورقلة . جوان 2003 .
- [22] د. أمجد إبراهيم شحادة , م.محمد رياض علي , خواص المواد , دار الفجر للنشر والتوزيع مصر 2005
- [23] د. محمد عز الدهشان , د. إبراهيم بن صالح المعتاز , د. منصور بن إبراهيم الهزاع , الهندسة التطبيقية للمواد , النشر والمطابع جامعة الملك سعود المملكة العربية السعودية .
- [25] غويل بوجمعة , تحضير و دراسة مساند لاغشية انطلاقا من مواد خزفية , مذكرة ماجستير , جامعة باتنة , ديسمبر 2010 .

الفهرس

مقدمة 1

الفصل الأول

عموميات حول الفولاذ

1.1. مقدمة	3
2.1. تعريف	3
3.1. بيان الاتزان حديد – كربون Fe-C	3
1.3.1. الحديد النقي	3
1.1.3.1. تعريف	3
2.1.3.1. منحنى تبريد الحديد النقي	3
2.3.1. الكربون	5
3.3.1. التحولات الطورية	5
4.3.1. الخطين Ac_1 و Ac_3	7
5.3.1. أهم أطوار المخطط Fe-C	7
1.5.3.1. طور الفريت α	7
2.5.3.1. طور السيمنتيت	7
3.5.3.1. طور الاستنيت	7
4.5.3.1. طور الفريت δ	7
5.5.3.1. طور السائل	7

8	4.I البنية المجهرية للفولاذ
8	1.4.I البنية المجهرية لفولاذ قبل اوتكتويدي
8	2.4.I البنية المجهرية لفولاذ اوتكتويدي (بيرليت)
9	3.4.I البنية المجهرية لفولاذ بعد اوتكتويدي
10	5.I تصنيف الفولاذ
10	1.5.I مقدمة
10	2.5.I أنواع الفولاذ الكربوني
11	1.2.5.I فولاذ الانشآت الكربوني
11	أ- فولاذ كربوني عادي
11	أ-1. فولاذ المجموعة A
11	أ-2. فولاذ المجموعة B
12	ب- فولاذ كربوني جيد
12	2.2.5.I فولاذ العدة الكربوني
12	3.5.I أنواع الفولاذ السبائكي
12	1.3.5.I التقسيم حسب البنية
13	2.3.5.I التقسيم حسب الاستعمال
13	أ- فولاذ الانشآت السبائكي
13	أ-1. فولاذ كربنة
13	أ-2. فولاذ محسن

ب- فولاذ العدة السبائكي 13

3.3.5.I تمييز أنواع فولاذ السبائكي 13

أ- فولاذ السبائكي الانشائي 13

ب- فولاذ العدة السبائكي 14

الفصل الثاني

عموميات حول العناصر الانتقالية

1.II مقدمة 15

2.II تعريف 15

3.II تقسيم العناصر الانتقالية 15

1.3.II عناصر انتقالية رئيسية 15

2.3.II عناصر انتقالية داخلية 15

4.II كربيدات العناصر الانتقالية 16

1.4.II تعريف 16

2.4.II بعض خصائص كربيدات العناصر الانتقالية 17

2.4.II كربيد التيتان 18

4.4.II منحنى اتزان الأطوار Ti – C 18

الفصل الثالث

التقنيات المستعملة

- 1.III. الرش المهبطي 21
- 2.III. المعالجة الحرارية 32
- 3.III. الأشعة السينية 25
- 4.III. المجهر الالكتروني الماسح 29
- 5.III. اختبار الصلادة 31

الفصل الرابع

العمل المخبري وتحليل النتائج

- 1.IV. اعداد العينات 33
- 1.1.IV. المواد المستعملة 33
- 2.1.IV. تحضير المادة الحاملة ' الماسند' 33
- 1.2.1.IV. التقطيع 33
- 2.2.1.IV. الصقل الميكانيكي 33
- 3.2.1.IV. التنظيف الكيميائي 34
- 4.2.1.IV. التنظيف الأيوني 34
- 3.1.IV. ترسيب الطبقة 35
- 4.1.IV. قياس سمك الطبقة 36
- 5.1.IV. المعالجة الحرارية 38
- 2.IV. الطرق التحليلية والخصائص 39

39	1.2.IV. الدراسة باستعمال الأشعة السينية
39	1.1.2.IV. مقدمة
41	2.1.2.IV. النتائج المتحصل عليها وتحليلها
41	(1) العينات غير المعالجة حراريا
41	أ- من غير طبقة
41	ب- بطبقة
43	(2) العينات المعالجة عند درجات الحرارة 400°م, 700°م لمدة 30 دقيقة
43	أ- من غير طبقة
45	ب- بطبقة
48	(3) العينات المعالجة عند درجة الحرارة 900°م لمدة 30 دقيقة
48	أ- من غير طبقة
50	ب- بطبقة
51	2.2.IV. الدراسة المورفولوجية بالمجهر الالكتروني الماسح
51	أ- المساند قبل الترسيب
52	ب- العينات المرسبة والمعالجة حراريا عند الدرجة 400°م لمدة 30 دقيقة
53	ت- العينات المرسبة والمعالجة حراريا عند الدرجة 700°م لمدة 30 دقيقة
55	ث- العينات المرسبة والمعالجة حراريا عند الدرجة 900°م لمدة 30 دقيقة
57	3.2. IV. الصلادة الدقيقة (المجهرية)
61	الخلاصة العامة
62	مصطلحات
67	المراجع

Résumé

Dans ce travail Nous avons étudié les propriétés structurales et mécaniques des couches minces de titane avec épaisseur de $0.4\mu\text{m}$ déposées sur des substrats en acier FF80 K-1. On a déposé deux séries par la méthode de la pulvérisation Cathodique , la 1^{ère} avec 200W et la 2^{ème} avec 100W. Pour activer l'interaction entre les substrats et les couches minces, les échantillons sont traités thermiquement sous vide à des températures 400 , 700 et 900°C pendant 30 min.

Dans l'analyse des échantillons nous avons utilisé les méthodes expérimentales suivantes: analyses par diffraction des Rayons X (DRX), microscopie électronique à balayage (MEB) et les essais Vickers pour mesurer la microdureté .

Les spectres de diffraction des rayons X montrent que la formation et la croissance de carbure de titane est due à la diffusion de carbone de substrats vers les couches de titane sous l'effet des traitements thermiques. La Quantité de carbure de titane formée augmente avec l'augmentation de la température de recuit. L'élévation de la température de transformation $\text{Fe}\alpha \rightarrow \text{Fe}\gamma$ et due à la présence des éléments α -gènes dans le substrat en plus que la présence de titane dans les échantillons revêtus. Les résultats montrent la formation des oxydes de titane et de fer dans les températures de recuit élevées.

L'analyse avec microscopie électronique à balayage montre l'augmentation de flux de la diffusion des éléments de substrat vers les couches extérieures avec l'augmentation de la température de recuit.

Les résultats de la mesure de la microdureté montrent généralement l'élévation de sa valeur dans les premiers stades de recuit dû à l'augmentation de la quantité de carbure de titane formée. La diminution de la microdureté observée est due à la diffusion de manganèse vers les couches superficielles et la formation des oxydes.

Les courbes de la variation de la microdureté avec la température de recuit montrent les mêmes comportements pour les deux séries, mais avec des valeurs plus élevées pour la première série (200 watts) en raison de sa structure plus compacte et plus adhérente .