الجمـهورية الجزائريــة الديمقراطية الشــعبية

وزارة التــعليم العالي والبــحث العلمـي

جـــامعة الـــــــوادي

كـــلية العــلوم والتكنولوجــيا

رقم الترتيب :

رقم التسلسل :

مذكرة تخرج لنيل شهادة

ليســـانس أكـــاديمي

مجال : علوم المادة **فرع :** فيزياء

تخصص : فيزياء الإشعاع

من إعداد : قية جمال الدين

علاق عبد الواحد

المـــوضـــوع :

دراسة تغليف الفولاذ 1% بالتنغستين فيزيائيا

نوقشت يوم : 2014/06/04

أمام لجنة المناقشة المكونة من :

بن حوا عثمان	رئيس
عيادي مريم	**مناقش**
سليماني حمزة	**مؤطر**

الموسم الجامعي 2014/2013

فهرس الأشكال

الفصل الاول : تعريف الفولاذ و التنغستن.

الشكل(I-1) :منحنى أطوار الحديد ـ الكربون، يوضح الظروف اللازمة لتكون كل طور.....4

الفصل الثاني : وضع التنغستن بالطريقة الفيزيائية PVD.

الشكل(II-1): مخطط يظهر مبدأ لنظام التدفئة بواسطة حزمة الكترونات.....11

الشكل(II-2): مخطط مبدئي بياني للسحق المهبطي.....12

الشكل(II-3): مخطط للمجهر الضوئي المستعمل.....13

الفصل الثالث : دراسة العينة عن طريق الاشعة X.

الشكل(III-1): طيف XRD للفولاذ CX070 قبل وضع W.....15

الشكل(III-2): طيف XRD للعينة غير معالجة.....15

الشكل(III-3): طيف XRD للعينات (طبقة W+الفولاذ OCX7O) غير معالجة ومعالجة عند°800C خلال 30 دقيقة.....16

الشكل(III-4): طيفXRD للفولاذ المعالج عند الحرارة°C 900 خلال 30 دقيقة.....17

الشكل(III-5): طيفDRX للعينات معالجة عند 1000°C خلال30 دقيقة.....18

الفهرس

مقدمة:..... 2
I-تعريف الفولاذ و التنغستن:..... **3**
I-1 تعريف الفولاذ:..... 3
I- 2 خواص الفولاذ:..... 4
I-3 تعريف التنغستن:..... 6
I- 4 خواص التنغستن:..... 6
II-وضع التنغستن بالطريقة الفيزيائية PVD :..... **8**
*** تحضير العينات:**..... 8
*** تحضير الفولاذ :**..... 10
*** صقل ميكانيكي و تنظيف:**..... 10
*** تنظيف كيميائي :**..... 10
*** تنظيف ايوني :**..... 10
II-1 التبخير تحت الفراغ:..... 11
II-2 الرش المهبطي في الفراغ:..... 11
II-3 طرق الرش المهبطي:..... 12
II-4 عملية ترسيب (توضع) طبقة التنغستن :..... 13
III-دراسة العينة عن طريق الاشعة X:..... **15**
III-1 تحليل العينات:..... 15
III-2 تحليل العينات المعالجة:..... 16
III-3 تحليل العينات المعالجة في°1000 C خلال 30 دقيقة:..... 17
نتيجة عامة:..... **خطأ! الإشارة المرجعية غير معرّفة.**

مقدمة:

إن العلم التعديني هو واحد من أقدم العلوم في حياة البشر وقد عرف منذ عصر الحديد حيث فتح المجال للعديد من الإكتشافات على مر العصور.

- إن فكرة الطلاء او التغليف للحصول على لمعان بدأت حين بدأ صنع الأسلحة البيضاء للقتال، حيث ان شحذ المعدن إستعمالاته تؤدي إلى فقد لمعانه.

- وتعد فكرة تغليف السطوح بواسطة الكروم (Cr) هي أول ما تبادر للأذهان غير أن هذه الفكرة أهملت لأن التغليف سرعان مايتلف بكثرة الإستعمال أوالإحتكاك بالأسطح الصلدة ولم يتعدى إستخدامه إلا للقطع حيث لا يتطلب في إستعماله هذا القدرمن الإحتكاك والتآكل.

- إن تحلل المواد وتلفها يرجع إلى عوامل بيولوجية قد تشكل عائق كبير في الصناعة الميكانيكية حيث يضطر العمال إلى تصليح هذه القطع أو إستبدالها. هذا التلف أو التحلل البيولوجي، يندرج ضمن عدة علوم منها الميكانيك، الفيزياء، الكيمياء[1].

- تأثير التنغستن على خواص الفولاذ إقترح من طرف Raspe(1785) وDuamel(1786) وضع حيز التطبيق إلا في عام 1855 بواسطة Jacop و Koller لكن الفولاذ بالتنغستن لم يعرف إنطلاقته الفعلية إلا في أواخر القرن الثامن عشر، حيث أن اول المصابيح الكهربائية مصنوعة من التنغستن لم تظهر إلا في 1909 ولم يتوقف إستعمال التنغستن عند هذا الحد، بل أن فحوم التنغستن تستهلك اليوم بحوالي 65% من الإنتاج العالمي للتنغستن فهو المعدن الأساسي الذي يدخل في العديد من الإستعمالات كمواد التصنيع للمعادن: النحت، الحفر، التوسيع...[2]

- إن هدف هذا العمل هو دراسة أنواع التغليفات الصلدة التي أساسها التنغستنW، وبهذا الصدد ندرس نموذج تغليفات ذات طبقات رقيقة من التنغستن نسبته 1% من وزن الكاربون الذي يشكل الأساس، بحيث توضع طبقات التنغستن عن طريق الرش بواسطة القطب السالب لتيار كهربائي في درجة حرارة معينة خلال زمن محدد، هذه العينة (طبقة رقيقة من التنغستن) تعالج بواسطة الحرارة في وجود ضغط ثانوي وفي درجات حرارية متفاوته خلال أزمنة متفاوته (أنظر إلى تقنية التجربة).

- هذا العمل مقدم في ثلاث محاور وخاتمة عامة تلخص النتائج الأساسية المحصل عليها.

- في المحر الأول عموميات حول التغليفات المعدنية والغير المعدنية مع إعطاء الأهمية للتغليف المعدني(الكربوهيدرات، النترات، البور، الأكسيدات...) مراجعة الخصائص الفيزيائية خاصة الفحوم وطريقة تحضيرها، خاصة فحوم التنغستن ستكون أساس هذا المحور.

- المحور الثاني نقدم المراحل التجريبية والتحضيرات للوصول إلى للعينة المطلوبة وهي عبارة عن الفولاذ 1 % مغلف بالتنغستن، كذلك ظواهر تشكيل وتطور الأطوار مرفقة بإنحراف الأشعة السينية، أيضا تطورات البنية المجهرية.

- ومراحل تطور السطح نتبعها بالمجاهر الضوئية والماسح الإلكتروني.

- تقديم النتائج مع تفسيراتها تمثل هدف المحور الثالث ثم نختم بخلاصة عامة تلخص النتائج الأساسية المحصل عليها في هذا العمل[4-3].

الفصل الأول

تعريف الفولاذ والتنغستن

I-تعريف الفولاذ و التنغستن:

في هذا الفصل سنتطرق للتعريف بالمعادن المستخدمة والتعرف على بعض خصائصها المختفلة نبدأ بالفولاذ وبعدها التنغستن.

I-1 تعريف الفولاذ:

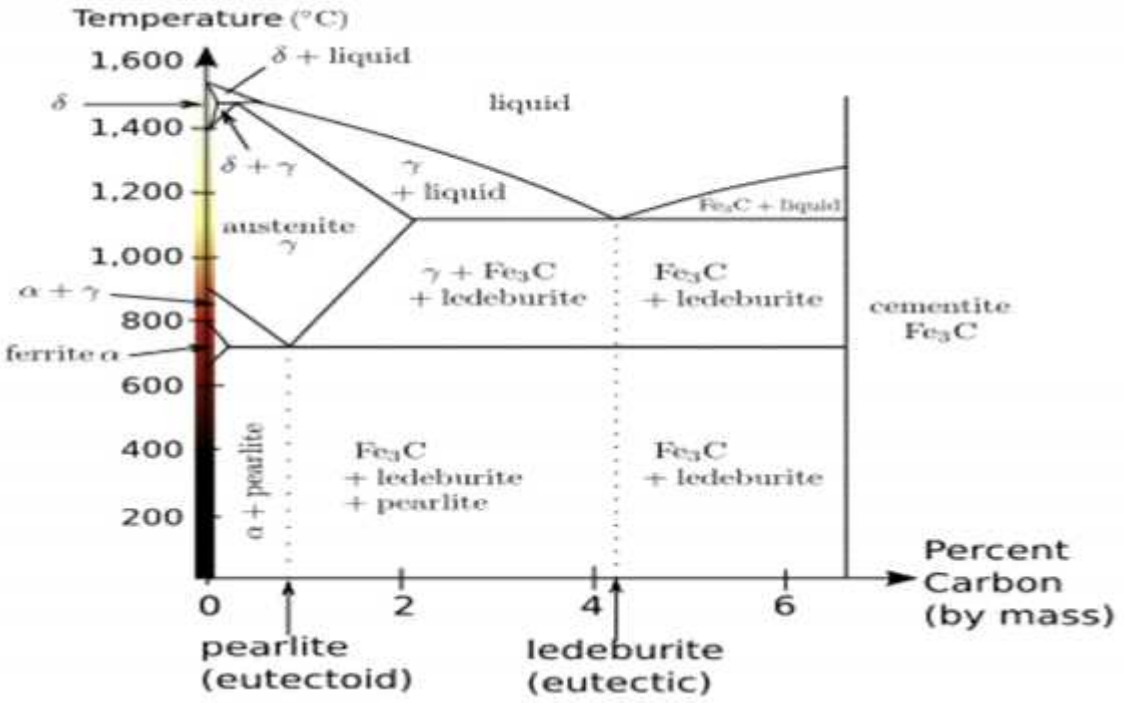
الفولاذ هوسبيكة من الحديد تحتوي على إضافات من الكربون تتراوح بين (0.2% - 2.1%) من وزن السبيكة حسب نوع السبيكة، وهو يعتبر العنصر المضف الأساسي في سبائك الفولاذ. تحتويسبائك الفولاذ على نسب من معادن أخرى مثل النيكل والكروم والفاناديوم والسيليكون والموليبديتيوم والفسفور والكبريت غيرها من العناصر الأخرى . يقوم الكربون وعناصر أخرى بتقسية الفولاذ، ومنعطبقات الحديد في البنية البلورية من الانزلاق فوق بعضها البعض) الانخلاع .(باختلاف العناصر المضافة لسبائك الصلب وشكل وجودهافي الفولاذ (كعناصر ذائبة في المعدن أو كترسبات في المعدن)، تختلف خواص السبائك مثل الصلادة والمرونة ومقاومة السبيكة للشد في سبيكة الصلب الناتجة عن تلك الإضافات.

عندما تزداد نسبة الكربون في السبيكة عن (2.1%)، يطلق على هذه السبيكة اسم الحديد الزهر والتي تتميز بانخفاض درجة انصهارها وقابليتها للتسبك.

أنتج الفولاذ باستخدامطرق مختلفة قبل عصر النهضة بفترةطويلة، لكنها لم تكن طرقاً فعالة. أصبح استخدام الصلب أكثرشيوعاً بعد تطوير طرق إنتاجه في القرن السابع عشر. بعد اختراع طريقة بسمر في منتصف القرن التاسع عتشر، أصبح عملية إنتاج الصلب بكميات ضخمة غير مكلفة. بعد إضافة بعض التعديلات على هذه الطريقة، ظهرتطرق أخرى مثلطريقة صناعة الفولاذ الأكسجيني القاعدية ، التي خفضت تكلفة الإنتاج وحسّنت جودة المعدن.

اليوم، الفولاذ هو واحد من أكثر المواد استخداماً في العالم، بإنتاج يقدر بـ 1,300 مليون طن سنوياً، وهو العنصر الأساسي في قطاع البناء والمعدات والسفن والسيارات والماكينات والتجهيزات المنزلية والأسلحة. يصنف الفولاذ حديثاً بمختلف رتبه طبقاً لعدة معايير دولية مثل تصنيف جمعية مهندسي السيارات للصلب والتصنيف الأوروبي للصلب وتصنيف المعهد الألماني للتوحيد القياسي وغيرها[5].

.



الشكل(I-1) :منحنى أطوار الحديد ـ الكربون، يوضح الظروف اللازمة لتكون كل طور.

I- 2 خواص الفولاذ:

الحديد كمعظم المعادن، يوجد في القشرة الأرضية **فقط في** شكل خام، أي مرتبطاً بعناصر أخرى مثل الأوكسجين في صورة أكاسيد مثل Fe_2O_3 في خام الهيماتيت أو مع الكبريت في صورة كبريتيدات مثل FeS_2في خام البيريت . يتم استخلاص الحديد من خاماته من خلال إزالة الأكسجين من أكاسيد الحديد **وإضافة عناصر مثل الكربون**. هذه العملية تعرف باسم الصهر من المهم أن تتم عملية الصهر في وسط فقير بالأكسجين حيث أن معدل تأكسد الحديد يتزايد بسرعة فوق 800 درجة مئوية. يذيب الحديد السائل الكربون بسهولة، مكونة سبائك تسمى تجاريًا تماسيح الحديد، التي تحتوي على نسب من الكربون تتجاوز 4%، فلا يمكن تصنيفها على أنها "**فولاذ** " تتم إزالة الكربون الزائد والشوائب الأخرى في عمليات لاحقة.

غالبًا ما يتم إضافة عناصر أخرى لسبائك الفولاذ لتحسين الخصائص المطلوبة. فعلى سبيل المثال، يضاف النيكل والمنجنيز للفولاذ لتحسين قوة الشد وتثبيت طور الأوستينيت في درجة حرارة الغرفة، **والكروم** يزيد صلادة الفولاذ ويرفع درجة حرارة انصهاره، أما الفاناديوم أيضا يزيد الصلادة مع تقليل آثار **الكلال .لمنع تآكل الفولاذ**، يضاف الكروم بنسبة **لا تقل عن** 12 ٪ لتكوين طبقة غير نافذة من أكسيد الكروم Cr_2O_3على سطح المعدن، وهو ما يعرف بالصلب الذي لا يصدأ . يتحد **التنجستن مع** السمنتيت، مما يسمح

بتشكيل طور المارتنسيت حتى مع معدلات تبريد بطيئة، في فولاذ التشغيل .أما الكبريت والنيتروجين والفوسفور فهي تجعل الصلب أكثر هشاشة، وبالتالي يجب إزالة هذه العناصر من الخلم أثناء عملية الصهر,

يمكن لخليط من الحديد والكربون أن يتواجد على عدة هيئات, تختلف عن بعضها تمامًا في الخصائص. ففي درجة حرارة الغرفة، يكون الشكل الأكثر استقرارا من خليط الحديد والكربون هو المكعب مركزي الجسم الفريت، وهي مادة لينة نوعاً ما يمكن أن تحتوي على تركيزات صغيرة من الكربون لا تزيد عن 0.021٪ عند 723 درجة مئوية، و 0.005٪ فقط عند الصفر المئوي. إما إذا إحتتوي على الخليط على كربون أكثر من 0.021٪ فإن تشكيل الخليط يتحول إلى المكعب مركزي الوجه الأوستينيت، وهي أيضا مادة لينة ولكن أقل من الفريت ويمكنها أن تحتوي على كربون حتى 2.1٪ عند 1148 درجة مئوية، والتي تمثل أكثر كمية كربون يمكن تواجدها في الفولاذ.

يسمى الفولاذ الذي يحتوي على الكربون أقل من 0.8٪ باسم الفولاذ الهيبو-إيوتكتودي ، عندما يبرد هذا الفولاذ من طور الأوستنيت، ينفصل عن الأوستنيت طور الفريت (الفقير بالكربون)، مما يؤدى إلى وجود فائض من الكربون، فيسمح ذلك بتكون طور جديد وهو السمنتيت، فيتكون خليط جديد من الفريت والسمنتيت، ولن يغلب عليه الفريت كلما قلت نسبة الكربون في الفولاذ. هذا السمنتيت هو مركب معدني صلب وهش رمزه الكيميائي هو Fe_3C .

في نقطة الإيوتكتويد 0.8% كربون ، يسمي الخليط الناتج عن تبريد الفولاذ من طور الأوستنيت بالبرليت، وهو خليط متناسق من الفيريت والسمنتيت. وكلما زادت نسبة الكربون يصبح الخليط الناتج من البرليت والسمنتيت، ويغلب عليه السمنتيت كلما اقتربت نسبة الكربون من 2.1% كربون.

ولعل أهم الأطوار التي يتواجد عليها الفولاذ هو المارتنسيت، وهو طور شبيه مستقر لكنه أقوى بكثير من أطوار الفولاذ الأخرى. يتكون المارتنسيت عند تبريد الفولاذ تبريدًا مفاجئًا وهو في طور الأوستنيت فيتحول من النظام البلوري الذي تتوسط فيه كل وجه ذرة (CFC) إلى النظام البوري الذي تتوسطه ذرة(CBC) ، وذلك لأن الذرات" تتجمد" في مكانها عند تغير البنية الداخلية للفولاذ، لكن ذلك لا يحدث إلا عندما تكون نسبة الكربون أكثر من 0.2%، فيتكون نظام بلوري جديد وهو النظام البلوري الرباعي ، أما دون تلك النسبة فيتكون الفريت.

كثافة المارتنسيت أقل كثافة الأوستينيت الذي تكون منه، أي أن أثناء التحول حدث تغير في الحجم عن طريق التمدد. فالإجهادات الداخلية التي تكونت من هذا التحول، كانت انضغاط في بلورات المارتنسيت مع إجهاد شد على بلورات الفريت المتكونة مع إجهاد قص على كلا الطورين. إذا لم يتم التبريد المفاجئ بطريقة صحيحة، قد ينتج عنه كسر في الفولاذ بسبب زيادة تركيز الإجهادات الداخلية في منطقة دون الأخرى، أوقد تتكون شروخ ناتجة عن التبريد المفاجئ والعديد من العيوب الأخرى التي قد لا ترى بالعين المجردة[5] .

I-3 تعريف التنغستن:

التنغستن tungsten عنصر معدني بسيط، اكتشفه الكيمياوي شيل Scheele عام 1781 ويطلق عليه هذا الاسم في البلاد الأنغلوسكسونية واللاتينية، في حين يدعى في ألمانية وفي الدول السلافية ولفرام Wolfram ومنها أتى رمزه الكيميائي **W**؛ وكلمة تنغستن من أصل سويدي مشتقة من كلمتي tung ومعناها ثقيل وsten ومعناها حجر. وهو عنصر مهم جداً، ويستخدم في صناعة الأسلاك المتوهجة في المصابيح الكهربائية و التغليفات المعدنية وقد كان الإنتاج العالمي للتنغستن عام 1982 في حدود 45 ألف طن، وازداد ازدياداً كبيراً مع تنوع تطبيقاته فوصل إلى ما يزيد على 600 ألف طن سنوياً، ثم تراجع الإنتاج وأخذ يتذبذب مع الأسعار ووفرته في المناجم المختلفة ومع إمكان إعادة تدويره. وأهم الدول المنتجة له هي الصين وروسية والولايات المتحدة وكندا وكورية وأمريكة الجنوبية.[6]

I- 4 خواص التنغستن:

في الشكل الخام التنغستن هو معدن فولاذية رمادية غالبا ما تكون هشة وصعبة للعمل، ولكن إذا نقي، ويمكن عمل ذلك بسهولة. يصبح لديه العديد من الخصائص الفيزيائية التي يستحيل ان نجدها في غيره من المعادن, فمن بين جميع المعادن في شكلها النقي التنغستن لديه أعلى نقطة انصهار 3422 درجة مئوية،(6192 درجة فهرنهايت)، وأدنى ضغط البخار في درجات الحرارة فوق 1650 درجة مئوية، (3000 درجة فهرنهايت) وقوة الشد أعلى .التنغستن لديه أقل عامل التمدد الحراري للأي معدن نقي. التوسع الحراري وانخفاض درجة انصهار عالية وقوة التنغستن ومن المقرر ان الرابطة التساهمية القوية بين الذرات تتكوّن من إلكترونات التنغستن ل5 D.السبك كميات صغيرة من التنغستن مع الفولاذ تزيد كثيرا في قوته .[7]

الفصل الثاني
وضع التنغستين
بالطريقة الفيزيائية

II-وضع التنغستن بالطريقة الفيزيائية PVD :

إن التغليف في طور بخار فيزيائيPVD له الكثير من الإيجابيات مقارنة بالتغليف في طور بخار كيميائي، على سبيل المثال الفيلم يكون كثيفة، والعملية سهلة المراقبة ولا يحدث تلوث.

* تحضير العينات:

يمكننا مشاهدة البنية الحقيقية للمادة حيث نفحص من خلالها العينة المحضرة بدقة، التي هي ضرورية لقص العينات لأن المجهر غير معد للعمل على العينات كبيرة الحجم وتحضيرها يكون ذو صعوبة بالغة[8].

إن أبعاد هذه العينات تصل عادة إلى قطر3ملم و أحيانا تصل إلى 2.3 ملم لجميع المجاهر.

العينات لها شكل أسطوانات صغيرة (1سم، وسمك 2ملم) تتكون من أساس فولاذي حيث يتم وضع طبقة من التنغستن النقي جدا بالتبخير تحت الفراغ بمساعدة قذف الكتروني، و يجدر التذكير أن سطح الملاحظة لا يتعدى 3 ملم.

تعطى الخصائص الفيزيو_كيميائية للعناصر W,C,Fe في الجدول التالي:

العناصر	الحديد	الكربون	التنغستن
الرمز	Fe	C	W
العدد الذري	26	6	74
الكتلة الذرية (غ)	55,85	12,11	183,85
الكتلة الحجميه($غ/سم^3$)	7,86	2,25	19,30
البنية الالكترونية	$[Ar].3d^6.4s^2$	$[He].2s^2.2p^2$	$[Xe].4f^{14}.5d^4.6s^2$

البنية البلورية	(183°C) C.C → C.F.C (1663°C) C.F.C → C.C a =2,866 Å	T<2000°C : Hcp T>2000°C : diam. a =2,456 Å c =6,696 Å	C.C a =3,165 Å
شعاع أيوني (Å)	Fe^{+2} : 0,72 Fe^{+3} : 0,645 Fe^{+4} : 0,585	C^{+4} : 0,16	W^{+6} : 0,68
درجة الانصهار(°C)	1535,0	3632,0	3680,0
درجة التبخر(°C)	3023,0	5100,0	5930,0
الناقلية الحرارية($w.m^{-1}K^{-1}$)	80,2	5,7	174
معامل التمدد($10^{-6}K^{-1}$)	11,9	1,1	4,59
ناقلية كهربائية($\mu\Omega.cm.$)	9,71	1375,0	0,0565

الجدول (I_1): خصائص العناصر W,C, Fe(17) .

*** تحضير الفولاذ :**

العينة هي فولاذ XC7O ذات تركيز 0.7% من كتلة الكربون (حسب معيار أفنور).

*** تقطيع الفولاذ:**

الفولاذ يتم تقطيعه على شكل أقراص صغيرة ذات قطر 1سم وسمك 2ملم بآلة قاطعة بقرص SiC رفيع جدا.

*** صقل ميكانيكي و تنظيف:**

نقوم بالصقل و تنظيف العينات وتغطيتها بعناية بعد القص، بعدها تقدم للصقل على التوالي، وهذا حسب الأوراق الكاشطة (للحك) (100، 240، 500، 800 و1000)، حيث يكون لحبيبات هذه الأوراق نعومة متناقصة. ينصح بتنظيف الأسطح جيدا بعد كل تغيير لأوراق الكشط وهذا لإزالة آثار المادة الكاشطة . تنهي هذه العملية بصقل دقيق للفولاذ حيث يتم حكها على قرص من الفيتر (feutre) حيث يوضع عليها الالومين المغمور في الماء (الومين مستعمل 12، 24، 48 ساعة حيث تكون المرة الأولى أكثر خشونة ثم تنتهي بنعومة).

إن الصقل الميكانيكي يكون متبوعا بتنظيف كيمائي عالي الجودة والخطوات ملخصة كما يلي:

*** تنظيف كيميائي :**

تخضع العينة للخطوات التالي:

- غسل بالماء العادي، ثم الماء المقطر، ثم تجفيف بالهواء الساخن.
- إزالة المادة الدهنية لمدة 10 دقائق في حمام به ثلاثي كلور الاثيلان المنشط بالموجات فوق الصوتية(للتخلص من الطبقات الزيتية أو الشحوم المتشكلة من العمليات السابقة).
- غسل لمدة 10 دقائق في حمام به الاسيتون acétone منشط بموجات فوق صوتية.
- غسل ثاني لمدة 10 دقائق في حمام به ميثانول منشط بموجات فوق صوتية.
- تجفيف وتخزين الفولاذ تحت الفراغ.

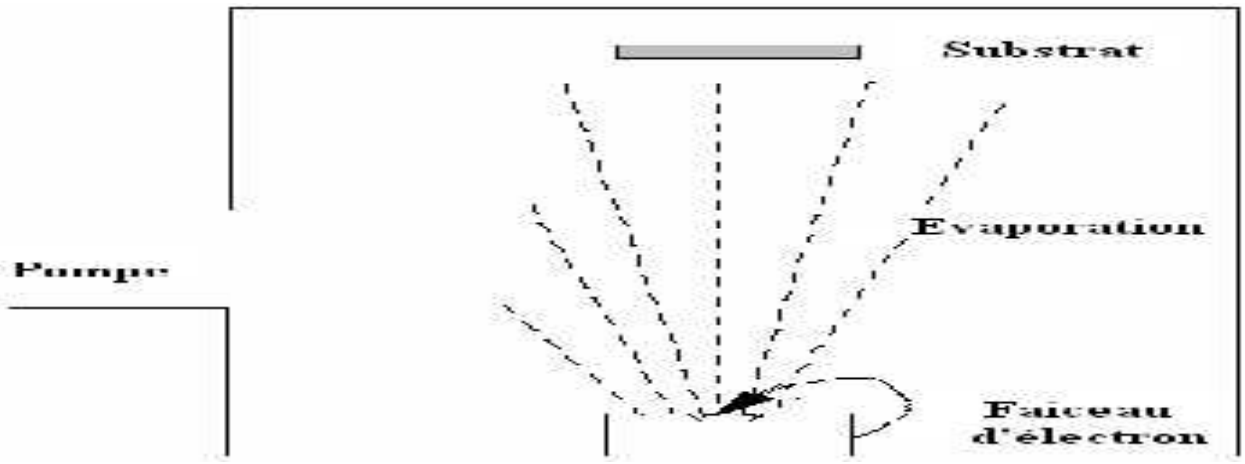
*** تنظيف ايوني :**

بعد التنظيف الكيميائي، يدخل الفولاذ داخل جهاز الـ ultravide (فراغ كبير). بالنسبة للتنظيف باستعمال القذف الأيوني نأخذ كمثال حزمة أيونات الأرغون (argon) لمدة 10 دقائق. إن القذف من نوع in_ situ تحت ضغط 1 جو وبتوتر 1000V فولط وتيار 100 ملي أمبير، من أجل استبعاد كل مخلفات التنظيف الكيميائي(طبقات الأكاسيد والملوثات العضوية) وهذا ليعطي أسطح نظيفة وجد ملساء.

II-1 التبخيـر تحت الفـراغ:

إن هذه الطريقة تتمثل ببساطة في تبخير أو تصاعد المادة المراد تغليفها تحت الفراغ و ذلك بتسخينها تحت درجة حرارة عالية، المادة المبخرة تترسب بكثافة على الفولاذ المراد تغطيته و بالتالي تتشكل طبقة فوق الفولاذ، هناك عدة طرق لتسخين المادة: بواسطة سلك عاكس بتأثير فعل جول بمساعدة حزمة من الالكترونات الكثيفة ذات طاقة، من رتبة 5 **إلى** 10**kev** (كيلو إلكترون فولط) أو باستعمال الليزر.

الأولى تستعمل في تبخير المواد سهلة الذوبان أما الثانية تستخدم في تبخير المـواد العاكسة مثل التنغستن. إن سرعة التغليف تتعلق بدرجـة الحـرارة للمـنبع وكـذا بالمسافة بين الجفنة و الفولاذ، كذلك بمعامل لصق **المادة المتبخرة على الفولاذ**. فهي تـتغيـر فـي العادة من1 nm فـي الـدقيقـة إلى 10 nm. **الشكل** II.02. يمثل عملية التبخر و هي الطريقة الأسهل لأنه ليس من الضروري حقن غاز لإنشاء بلازما. في **حين أن الطرق الأخرى** PVD فـي حـاجة إلـى بـلازما كوسيط، غير أن بعض المشاكل النوعية في عملية التبخر موجودة، حيث من الصعب تغليف المواد الصلبة **تحت** ضغط ضعيف للبخار.[9]



الشكل(II-1): مخطط يظهر مبدأ لنظام التدفئة بواسطة حزمة الكترونات.

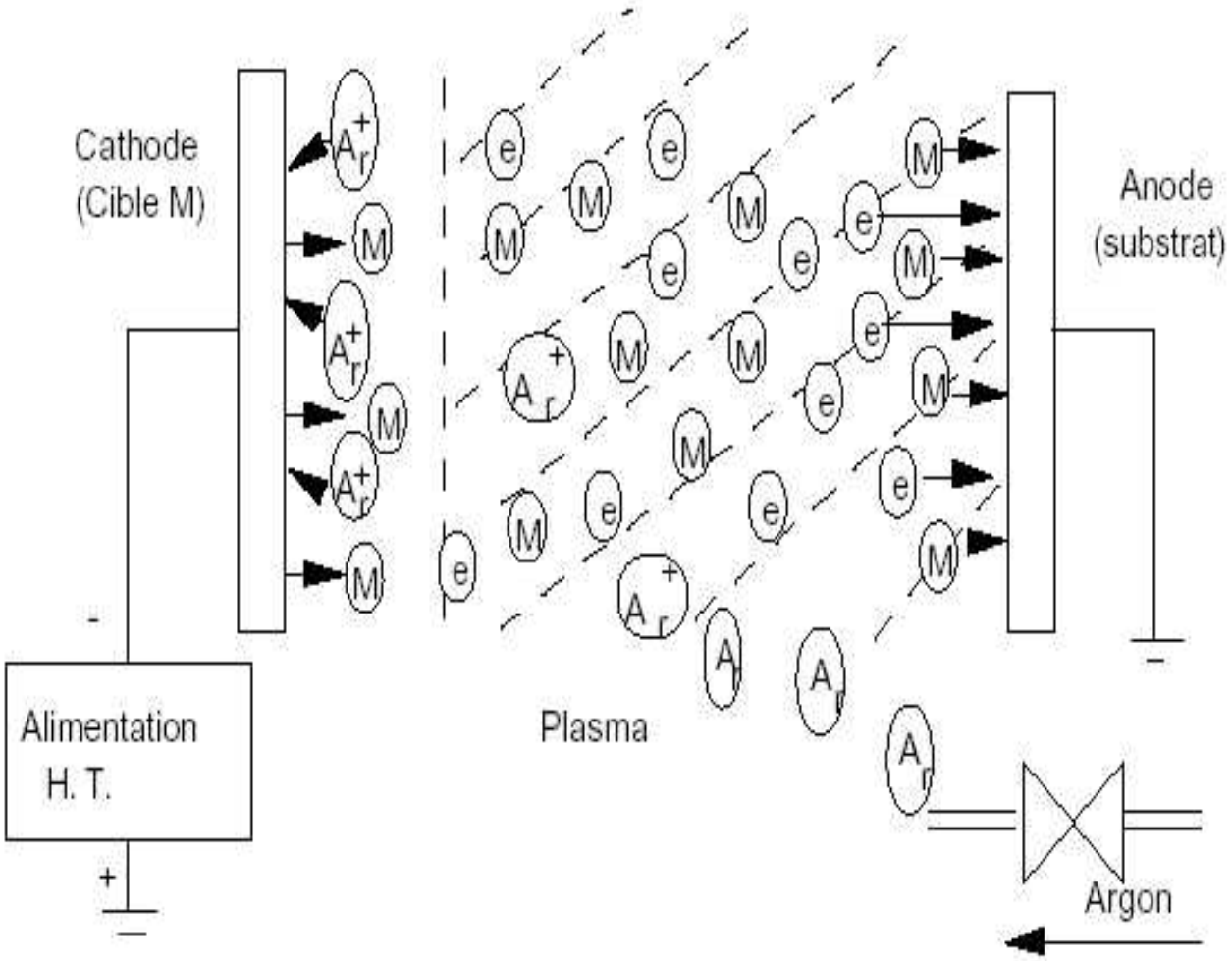
II-2 الرش المهبطي في الفـراغ:

تستعمل أنظمة الرش المهبطي بشكل واسع في المجال الصناعي و تعتبر أقل تطورا من الطريقة CVD على مستوى عدد الطبقات المعالجة في آن واحد و عوامل التطعيم، ولكن بالتأكيد تعتبر الأكثر بساطة عند استعمالها، وتمكن من تطعيم أي مادة صلبة في درجة حرارة عادية خاصة المواد التي يصعب تبخرها. كما لا يمكن رش المواد العضوية الصلبة ضعيفة الاستقرار بسبب ارتفاع درجة الحرارة.أن الرش المهبطي يعرف نجاحا كبيرا في مجال المعادن و العوازل الكهربائية.في الرش المهبطي يميز الرش البسيط و الرش **المتفاعل**. في الرش البسيط يكون مناخ التفريغ كيميائيا بدون تـأثير، أي ينتج فراغ ذو 10^{-6}Torr. بعدها **نحقن غاز الأرغون النقي لإنشاء بلازما**.أما في النموذج المتفاعل فإن مناخ البلازما المتفاعل بمعنى أننا **ندخل نسبة من الغاز الفعال في الأرغون** Ar **مثل** O_2 **أو** N_2.

وفي الحالتين المذكورتين الهدف يمكن أن يتكون من عناصر بسيطة أومركبة. يوجد عدة أنواع لأنظمة الرش المهبطي حسب نموذج إنشاء البلازما أو طبيعة الهدف (ناقل أو عازل): وصلة للتيار المستمر، وصلة ثلاثية للتيار المستمر أو تواتر كبير يمثل طرق الرش المهبطي في الفقرة التالية

II-3طـرق الرش المهبطي:

هي ظاهرة قذف الجزيئات انطلاقا من سطح المواد، عندما تقذف بدقائق طاقوية. المخطط يبين مبدأ الرش المهبطي الشكل II_3:

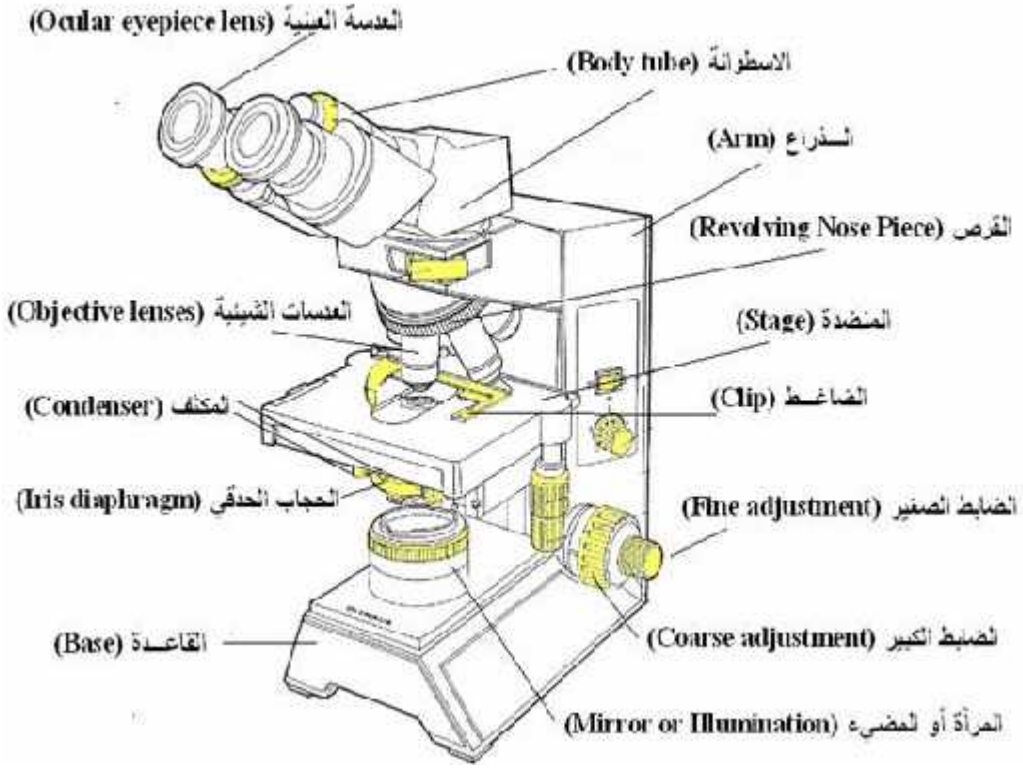


الشكل(II_2): مخطط مبدئي بياني للسحق المهبطي

II-4 عمليـة ترسيب (توضع)طبقة التنغستن :

نتبع تقنية PVD بحيث التنغستن مبخر تحت الفراغ بـ 10^{-4} mbar، عـلى درجـة حرارة $500C^{o}$ إن استطاعة التفريغ 2000 W و سرعة الترسيب 1350A° /min

إن مادة الفولاذ موضوعة على 15 cm تقريبا من الهدف (التنغستن) فالترسب أثنـاء30 دقيقة يكون ذو سمك نهائي 4µm.[10]



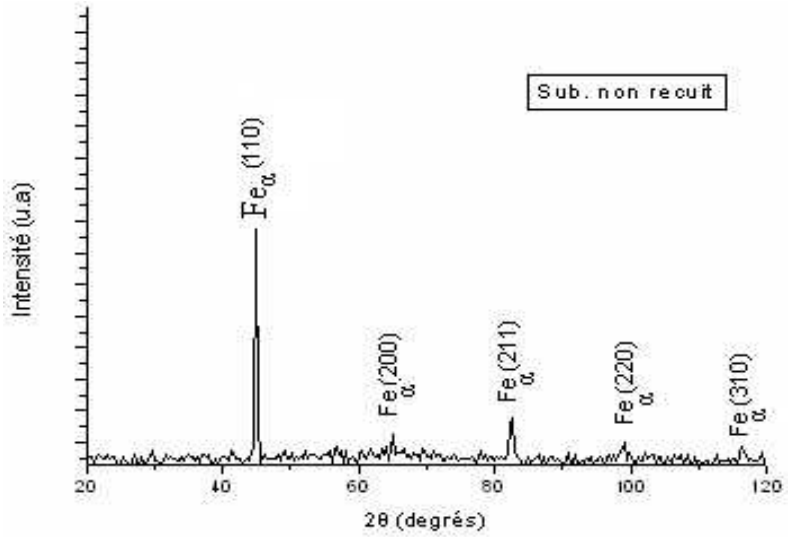
الشكل(II.3): مخطط للمجهر الضوئي المستعمل

الفصل الثالث
دراسة العينة عن طريق الأشعة السينية

III- دراسة العينة عن طريق الاشعة X:

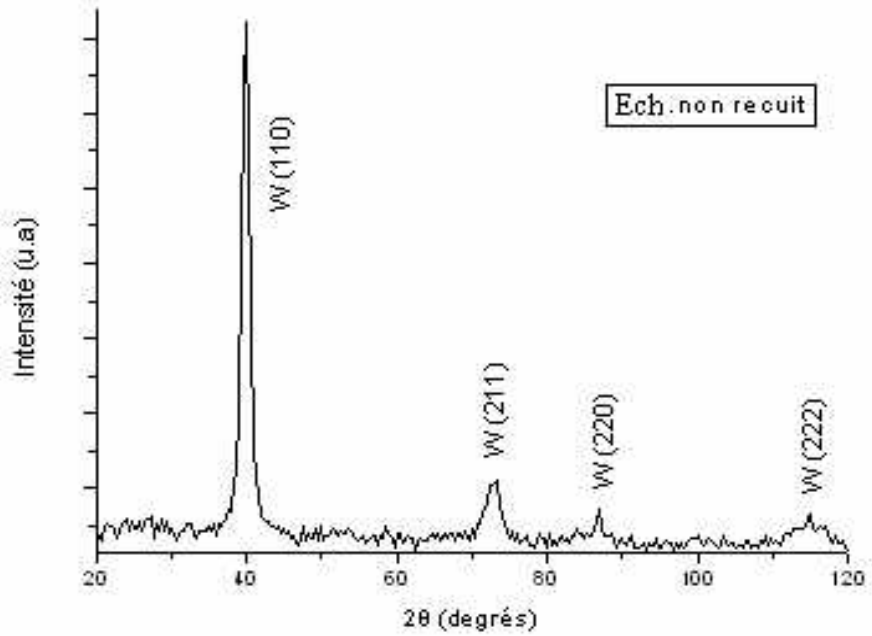
1-III تحليـل العينـات:

نقوم بدراسة الأطياف المتحصل عليها باستخدام ملـفات MTSA وتحديد قمم RDX الموافقة لمختلف الأطوار المشكلة للعينة قبل و بعد المعالجة الحرارية.



الشكل(III-1): طيف XRD للفولاذ CX070 قبل وضع W.

مع غياب Fe **الشكل (** طيف XRD للفولاذ بدون تغليف. فيلاحظ ظهور طور واحد للحديد I-3 يمثل **)** تام للكاربون و خلائطه .



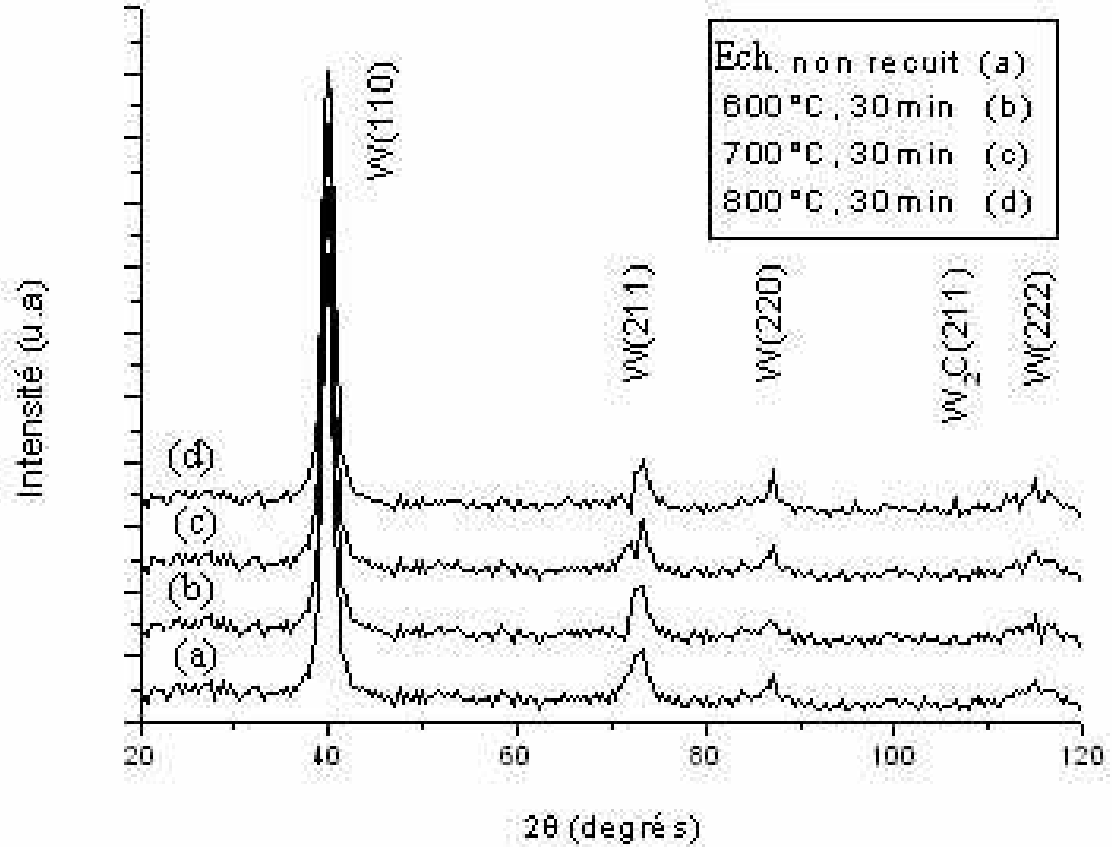
:

الشكل(III-2): طيف XRD للعينة غير معالجة.

الشكل(I-4):يمثل طيف العينة غير معالجة فيلاحظ 3 قمم للمعين W. طبقة التنغستن هي متعددة البلور مع ظهور نسيج في الاتجاه [110].

III-2 تحليل العينات المعالجة:

يمثل أطياف XRD للعينات قبل وبعد المعالجة إلى غاية الدرجة 800C° الأطياف المسجلة حتى 800C° تتطابق عمليا مع العينات الغير معالجة مع ملاحظة بداية ظهور قمة صغيرة للطور (W2C) في الاتجاه [211].

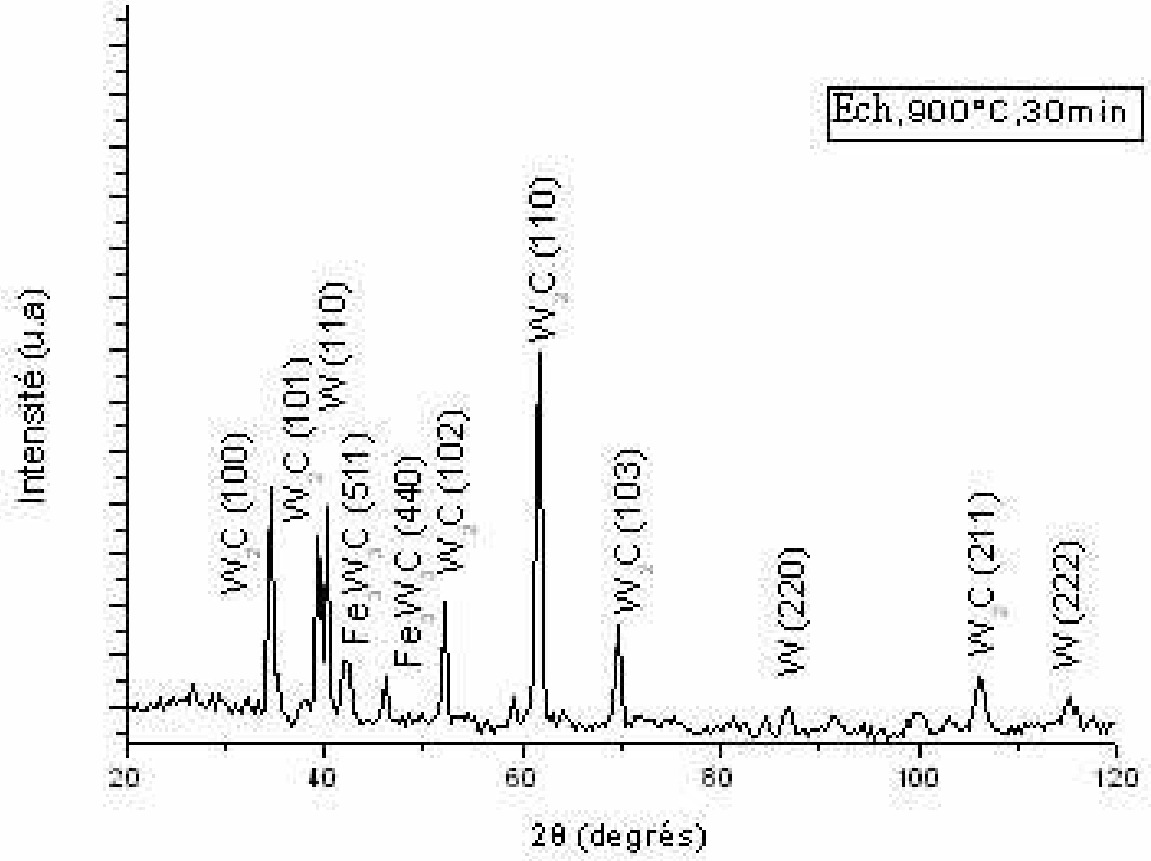


الشكل(III-3): طيف XRD للعينات (طبقة W+الفولاذ OCX7O) غير معالجة ومعالجة عند 800C° خلال 30 دقيقة.

ومنه التسخين إلى غاية 800 C° يسبب انتشار ذرات الكاربون من الفولاذ إلى غلاف W حيث الكاربون الأسرع في الانتشار في جملتنا.

معالجة العينة في درجات حرارة (800 ← 1000 C°) تسمح بالانتشار في كلا الجانبين مما يسمح بتشكيل أطوار جديدة .

من خلال البيان(4-III) نستنتج أن المركب W2C ظهر عند°C 800 بقيمتين واحدة تقع °106,53 والأخرى عند °39,57 الموافقتين لعائلات المستويات(211)، (101) حيث القمة الأخيرة تتطابق تقريبا مع W (110) مما جعل عدم ظهورها عند الدرجة °C 800 رغم وجودها.



الشكل(III-4): طيفXRD للفولاذ المعالج عند الحرارة°C 900 خلال 30 دقيقة

من أجل معالجة°C 900 الطورW2C يزداد مما هو عليه في°C 800 مع استهلاك لطبقة W. تشكيل الطورW2C معناه حدوث تفاعل بين كاربون الفولاذ و W الغلاف، حيث يلاحظ نقصان في شدة و عرض قمم W(220) و W(222). أيضا يشاهد زيادة الطورW2C في زيادة شدة القمة(110) الموجودة في° 61,67 هذه الأخيرة هي الأكثر شدة في حالتنا فهي تمثل وجود نسيج في هذا الاتجاه كما يشاهد أيضا ظهور قمم جديدة لـ Fe3W3C.

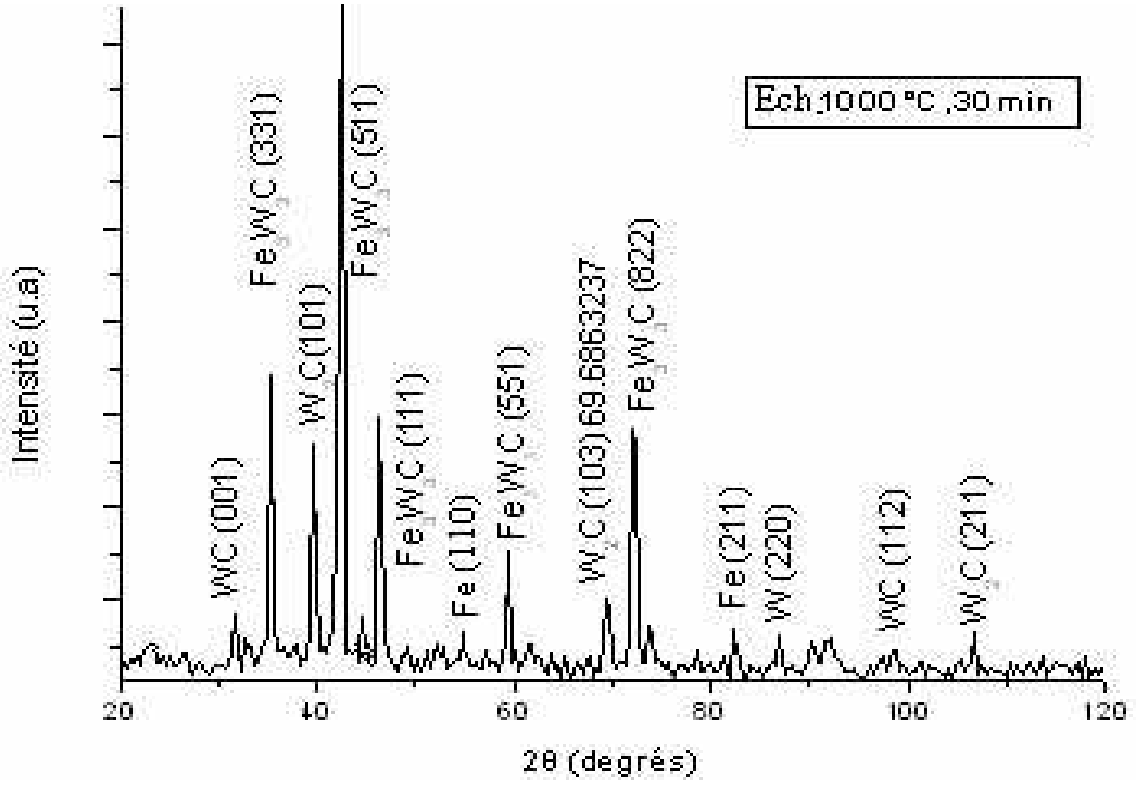
III-3 تحليل العينات المعالجة في°C 1000 خلال 30 دقيقة:

نرفع من درجة الحرارة إلى°C 1000 خلال 30 دقيقة (الشكل III-05) يلاحظ ظهور قمم صغيرة من الطور eF و CW أيضا، التفاعل يكون قوي حيث الطور الثلاثي Fe3W3C يزداد في وضعيات مختلفة مع استهلاك لطبقة التنغستن.

كذلك زيادة ملحوظة لهذه الشدات خاصة القمة (511).

ويلاحظ كذلك ظهور للمرة الأولى قمتين عند الوضعيتين 31,37 و° 98,79 بشدات ضعيفة هذه القمم عياره عن كاربون التنغستنCW، زيادة قمم هذا المركب تكون واضحة عند زيادة درجات الحرارة أو زمن بقاء المعالجة.

قمم الطورW2C يلاحظ فيها نقصان، كما تسجل قمتي Fe (110) و(211) في طبقة التغليف هذا راجع لنقص سمك الطبقة أو الانتشار المهم للحديد من الفولاذ إلى الطبقة مما سمح لأشعة X الوصول إلى ذرات الحديد. [11]



الشكل(III-5): طيفDRX للعينات معالجة عند 1000°C خلال30 دقيقة.

نتيجة عامة:

في هذا العمل قمنا بدراسة حول تغليف الفولاذ بالتنغستين بالطريقة الفيزيائية سجلنا النتائج التالية انطلاقا من خصائص ل DRX :

ـ في $T < 800\ C°$ لا يحدث تغيير مقارنة بالحالة الغير معالجة.

ـ في $T \geq 800\ C°$ انطلاق التفاعل يكون واضح بين مكونات العينات: التنغستن، الكربون والحديد. مما يؤدي إلى تشكيل الكربير الثنائي W_2C وWC والثلاثي Fe_3W_3C.

* الكربيرات الثنائية هي المسئولة عن تحسين الصلادة.

* الكربير الثلاثي هو السبب المحتمل لنقص الصلادة.

* من خلال النتائج يمكن أن نستنتج أنه يمكن تحضير الأغلفة الصلبة بالتنغستن ذات نوعية مقبولة.

[1] H.Romanus, V.Cimala, J.A.Schaefer, L. Spieb, G.Ecke.J. Pezolt, Thin Solid Films, 359, 146-149 (2000).

[2] La Société Française de Métallurgie et Matériaux Section Ouest, Colloque SF2M Section-Ouest : Surfaces et Interfaces, indentation, rayage et abrasion, Angers 2005.

[3] Chang et autres, possible health and environmental impacts of tungsten in lead replacement shot, An IEH Client Report for Defra august 2005.Institute for environment and health.

[4] J.E.Sundgren, H.T.G. Huntzell, J. Vac. Sci. Technol. A, 2259-2279 (1986).

[5] Lie S, Kye Rk, Encyclopédie de la salubrité professionnelle et de la sureté, volme 2. Pp 2225-2226, (1983).

[6] Svartengren. M, Elinder CG. 1994 Tungsten and its compounds.Chapter 44pp 582-583 In . Occupational Medicine. 3rd edition.

[7] Techniques de caratérisation des matériaux, Université Sherbrooke www.ushebrooke.ca/programmes/cours/GCH/gch740.htm

[8] Techniques de caratérisation des matériaux, Université Sherbrooke www.ushebrooke.ca/programmes/cours/PHY/phy710.htm

[9] Mattieu Petit, Etude par spectroscopies électroniques de la nitruration du Phosphure d'indium. Thése de doctorat.Université Blaise Pascal-Clermont II,2004.

[10] Fabien Haranger, etude de la pulvérisation du dioxyde d'uranium induit par des ions lourds multichargés de basse et trés basseénergie cinétique ; effet de la charge du projectile. Thése doctorat.Université de CAEN, 2002

[11] Emmanuel Flottard Mehdi Mahjoub Aurélie Martineau, Dossier Technique-Axe procédes, Jérémie Motin, Timothée Perdrizet Olivier Runavot, Analyse et arts. www.emse.fr/spin/formation/ressources/sam96/fichierspdf/artanalyse.pdf

ملخــص

في هذا العمل قمنا بدراسة مميزات البنية المجهرية و شكل أسطح العينات و كذا المميزات الميكانكية لشرائح من التنغستان الذي نضعه بواسطة الرش المهبطي عند درجة حرارة 500°م لمدة 30 د على مسند من الفولاذ(1% وزنا من الكاربون) نقوم بمعالجة العينات [شريحةw +فولاذ] حراريا تحت الفراغ عند درجات حرارة في المجال[500°م.1000°م] و خلال مدات زمنية مختلفة. وذلك بواسطة إنعراج الأشعة السينية و المجهر الضوئي و الماسح الإلكتروني و قياس الصلادة بإستعمال طريقة فيكارس.

من خلال هذه النتائج المتحصل عليها، نستطيع تحسين شرائح التنغستان الموضوعة على مساند من الفولاذ حيث يتحرك الكاربون الموجود في المسند إلى الشريحة. وبهذه الطريقة غيرالمباشرة نحصل على كربيرات التنغستان الصلبة .

Résumé

Dans ce travail nous avons étudié la structure microscopique et la figure des surfaces des échantillons ainsi que les caractéristiques mécaniques des segments de tungstène que nous avons mis en pulvérisation cathodique sous une température de 500° pendant 30mn sur un support d'acier (de 1% du poids de carbone). Nous procédons au traitement des échantillons des segments w + acier par la chaleur, sous vide, dans un intervalle de température allant de 500° à 1000°pendant des laps de temps différents.

L'étude de ces caractéristiques a été accomplie par la diffraction des rayons x, le microscope optique, le scanner électronique et le procédé de mesure de la dureté en utilisant Vekars.

Cette étude a révélé que nous pouvons améliorer les segments w qui sont posés sur des supports d'acier car le carbone qui se trouve dans le support se déplace vers le segment w. De là, et de façon indirecte, nous obtenons des krberats w solides.