

EFFET DES TRAITEMENTS THERMIQUES SUR LA REACTION ENTRE DES COUCHES MINCES DE TITANE ET DES SUBSTRATS EN ACIER

Slimani D, Gheriani R

Laboratoire de Rayonnement et Plasmas et Physique de Surface (LRPPS), Université de Ouargla, Algérie.
e-mail: slimani.dr@gmail.com

Reçu le 12/05/2014 – Accepté le 24/06/2014

Résumé

Des couches minces du titane pur ont été déposées avec la méthode de pulvérisation cathodique sur des substrats en acier, type FF80 K-1 contenant ~1% mass. en carbone. La réaction entre les deux parties du système substrat-couche mince est activée avec des traitements thermiques sous vide dans l'intervalle de températures de 400 à 900°C pendant 30 minutes. Les Spectres de diffraction de rayons x confirment l'inter-diffusion des éléments chimiques du système résultants la formation et la croissance des nouvelles phases en particulier le carbure binaire TiC ayant des caractéristiques thermomécaniques importantes. L'analyse morphologique des échantillons traités avec le microscope électronique à balayage (MEB) montre l'augmentation du flux de diffusion atomique avec la température de recuit, notamment la diffusion du manganèse et du fer vers la surface libre des échantillons aux températures élevées provoquant la dégradation des propriétés mécaniques des revêtements contrairement au premiers stades d'interaction où on a obtenu des bonnes valeurs de la microdureté.

Mots clés: Acier, carbure, couche mince, Titane.

Abstract

Thin layers of pure titanium were deposited with the sputtering method on steel substrates, like FF80 K-1 containing ~ 1% mass. carbon. The reaction between the two parts of the thin-layer system is activated substrate with vacuum heat treatments in the temperature range of 400 to 900 ° C for 30 minutes. The ray diffraction spectra x confirm the international dissemination of chemical elements of the resulting system formation and growth of new phases in particular the binary carbide TiC with significant thermomechanical characteristics. Morphological analysis of the samples treated with the scanning electron microscope (SEM) shows the increase in atomic broadcast stream with the annealing temperature, in particular the diffusion of manganese and iron to the free surface of the samples at elevated temperatures causing the degradation of the mechanical properties of the coatings in contrast to the early stages of interaction where there was obtained the good values of the microhardness.

Keywords : Steel, carbide, thin layer, Titanium

ملخص

ترسبت طبقات رقيقة من التيتانيوم الخالص مع أسلوب الاخرق على ركائز الصلب، مثل FF80 K-1 حاويات ~ 1% كتلة الكربون. يتم تنشيط التفاعل بين شطري نظام طبقة رقيقة الركيزة مع المعالجة الحرارية فراغ في درجات حرارة تتراوح بين 400 إلى 900 درجة مئوية لمدة 30 دقيقة. أطيف الأشعة حيود الأشعة تؤكد التوزيع الدولي للعنصر الكيميائي للتشكيل النظام الناتج ونمو مراحل جديدة ولا سيما كربيد الثنائية التشنج مع الخصائص الميكانيكية الحرارية كبيرة. ويظهر التحليل الصرفي من العينات تعامل مع المجهر الإلكتروني الماسح (SEM) الزيادة في تيار البث النري مع درجة الحرارة الصلب، وبخاصة نشر المنغنيز والحديد إلى السطح الحر للعينات في درجات حرارة مرتفعة مما تسبب في تدهور الخواص الميكانيكية من الطلاء على النقيض من المراحل المبكرة من التفاعل حيث كان هناك حصلت على القيم الجيدة من الصلادة الدقيقة.

الكلمات المفتاحية : الصلب، كربيد، طبقة رقيقة، والتيتانيوم

I. INTRODUCTION

Les propriétés physiques et chimiques des matériaux dépendent en général sur leur structure cristalline ainsi que la structure chimique, qu'elles sont liées à leurs tours sur les conditions de préparation, ceci on peut le voir clairement dans l'étude des films minces en raison de leurs caractéristiques particuliers qui ont fait d'eux une des technologies les plus importantes dans le développement de plusieurs zones industrielles [1].

II. PARTIE EXPERIMENTALE

A. Préparation des substrats

Les substrats utilisées sont des disques, de 1cm en diamètre et 3mm en épaisseur, coupées d'un tige d'acier type FF80k-1 avec une tronçonneuse muni d'un système de refroidissement pour conserver l'état structurale initiale du matériau, puis les échantillons ont été polisé en plusieurs étapes avec des papiers abrasifs et avec l'alumine successivement. Pour enlever les traces du polissage mécanique, les substrats ont subi un nettoyage chimique avec le trichloréthylène, l'eau distillé et l'éthanol dans un bain ultrason pendant 15 minutes pour chaque solution. Juste avant la déposition des couches minces les substrats ont été bombardés avec des ions d'Argon pendant 10 minutes afin d'enlever les couches superficielles de contamination adsorbées pendant le stockage. Il a été trouvé que cette opération a une grande influence sur la nature des revêtements obtenus, surtout l'adhérence qui détermine leurs durées de vie [2].

B. Déposition des couches minces et les traitements thermiques

Avec la méthode de pulvérisation cathodique, sous les conditions opératoires citées dans le tableau 1, on a préparé deux séries des échantillons avec différentes puissances. L'épaisseur obtenue pour les deux séries est de l'ordre de 0.4 μm . La réaction entre les revêtements et les substrats a été activé avec des traitements thermiques sous vide (5×10^{-6} mbar) dans l'intervalle de température de 400 à 900°C pendant 30 minutes.

TABLE I: LES CONDITIONS DES DEPOTS

Série	Flux (Cm3/min)	Puissance (w)	Temps (min)	Pression (mbar)
Série 1	8	200	20	1.6×10^{-3}
Série 2	8	100	40	1.4×10^{-3}

III. RESULTATS EXPERIMENTALES ET DISCUSSION

A. Diffraction des rayons x (DRX)

Les spectres de diffraction des rayons X enregistrés sur les échantillons traités montrent la formation et la croissance de carbure de titane TiC causée par la diffusion de carbone de substrats vers les couches minces, figure 1. Le processus est confirmé par des considérations physiques et thermodynamiques. Parmi les éléments du système, le

carbone ayant le plus petit rayon atomique, ainsi que l'énergie d'activation de diffusion du carbone dans le titane (30.5kcal/mol) est moins importante que celle de diffusion de titane dans le fer(60kcal/mol). Aux températures de recuit élevées, les analyses montrent l'apparition des pics des oxydes de titane et de fer, provenant probablement de conditions des traitements ou de diffusion d'oxygène adsorbé dans les couches internes des substrats vers les couches extérieures, figure 2.

B. Analyse avec microscope électronique à balayage (MEB)

L'analyse morphologique avec le microscope électronique à

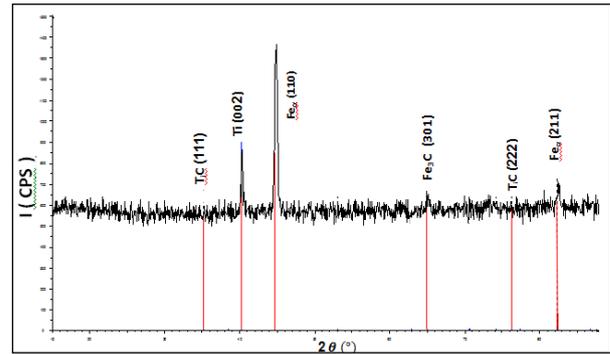


Figure 1. Spectre de diffraction des rayons x des échantillons revêtus et traités à 400°C pendant 30 minutes.

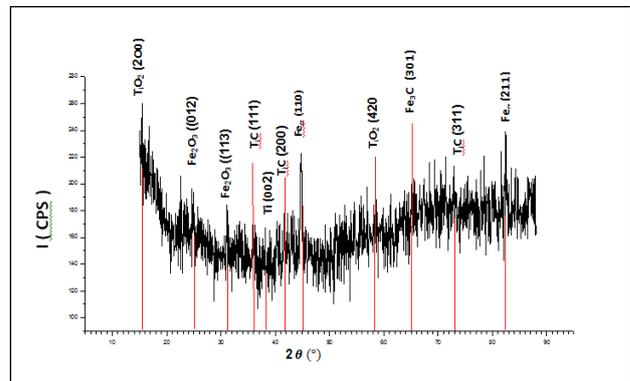


Figure 2. Spectre de diffraction des rayons x des échantillons revêtus et traités à 900°C pendant 30 minutes.

balayage des échantillons confirme l'augmentation du flux de diffusion des éléments chimiques des substrats vers la surface libre des échantillons avec l'augmentation de la température de recuit, figure 3..

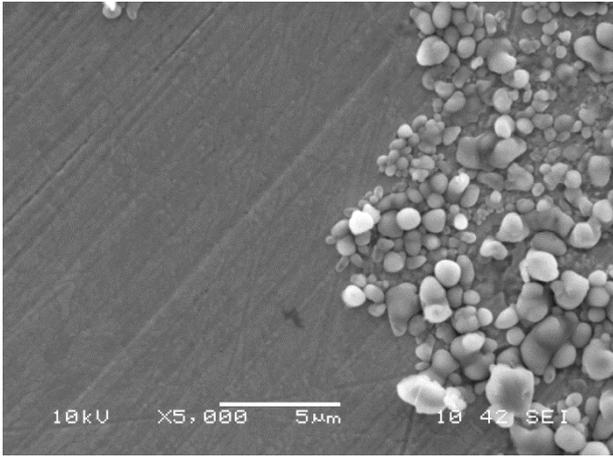


Figure 3. Micrographie MEB des échantillons traités à 700°C pendant 30 minutes.

C. Mesures de la microdureté

Les résultats des mesures de la microdureté montrent généralement des valeurs maximales dans le premier intervalle des températures de recuit proportionnellement à la quantité de carbure de titane formé. La diminution observée dans la microdureté après les valeurs maximales est due à la diffusion du manganèse vers les couches superficielles et la formation des oxydes de fer et du titane [3, 4]. Les courbes des variations de la microdureté avec la température montrent les mêmes comportements pour les deux séries, avec des valeurs plus importantes pour la première série déposée avec 200 watts qui présente une structure plus compacte avec une forte adhérence entre les couches minces et leurs substrats.

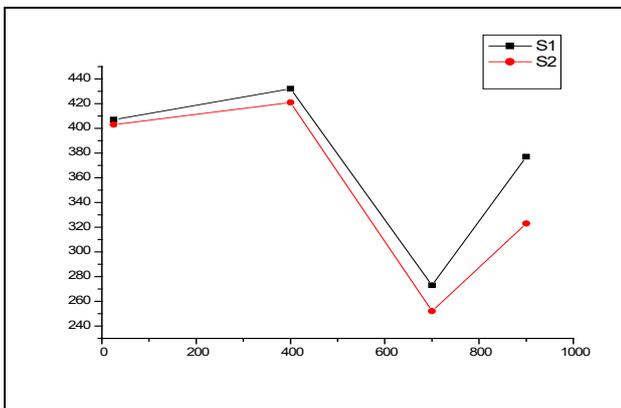


Figure 4. Variations de la microdureté avec la température de recuit des deux séries.

IV. CONCLUSION

Les analyses de diffraction de rayons x montrent la formation et la croissance des carbure de titane due à la diffusion de carbone de substrat vers les couches minces sous l'effet des traitements thermiques. La microdureté croît proportionnellement avec la température de recuit jusqu'à 400°C, puis on remarque des valeurs moins importantes due à la diffusion des éléments de substrats vers les couches superficielles montrée dans les micrographies de MEB ainsi que la formation des oxydes. La structure des revêtements de

la première série est plus compacte et plus dure que celle de la deuxième série.

REFERENCES

- [1] R. Gheriani, R. Bensaha and R. Halimi, "Characterization of Titanium Carbides Coatings using X-ray Microanalysis in Scanning Electron Microscopy, ". Defect and Diffusion Forum. vol. 297-301. pp. 93-96, April 2010.
- [2] R. Gheriani, R. Bensaha and R. Halimi, "EFFECT OF SUBSTRATE SURFACE ION BOMBARDEMENT ETCHING ON REACTION BETWEEN CHROMIUM THIN FILMS AND STEEL SUBSTRATES, ". Surface and Coatings Technology. vol. 180-181. pp. 49-52, October 2004.
- [3] A. Mitsuo and S. Uchidas, " Improvement of high temperature oxidation resistance of titanium carbide films by aluminum ion implantation, ". Thin Solid Films. vol. 103-104. pp. 98-103, 1998.
- [4] R. Gheriani and R. Mechiakh, "Effect of Manganese on Titanium Thin Films Adhesion Deposited on Steel Substrates, ". Defect and Diffusion Forum. vol. 326-328. pp. 583-586. April 2012.