



Importance d'un revêtement MoN sur les aciers.

Chermime B. ⁽¹⁾ Aboudi A. ⁽²⁾, Ghilani L. ⁽³⁾, Meddour B. ⁽⁴⁾

Laboratoire LaSPI2A, université de Khenchela 40000, Khenchela Algérie

cherbrah@yahoo.fr

Résumé :

Les revêtements de nitrure de molybdène Mo-N ont été déposés sur des substrats en acier XC100 par la technique PVD. Il était possible de produire des revêtements avec Mo₂N et la structure Mo-N en faisant varier la pression partielle d'azote. La dureté, les contraintes résiduelles et le module de young augmentent avec l'augmentation de la teneur en azote du revêtement ; que l'augmentation de la pression d'azote provoque une transition de corps d-MoN. Ce dernier est un bon candidat pour la résistance à l'usure et efficace dans les applications tribologiques.

Mots clés :

Revêtements ; substrat ; PVD ; tribologique

I. Introduction

Ces dernières années une orientation de recherches en terme de publications concernant la tribologie et les propriétés supraconductrices de Mo-N utilise comme revêtements sous forme de couches mince. Avec une dureté élevée et une faible solubilité. En raison de la bonne solubilité du molybdène dans les matériaux à base de fer. Les nitrures de molybdène présentent une bonne adhérence comme dépôts en couches minces. les revêtements Mo-N peuvent être déposés par divers techniques de dépôt tels que le dépôt assisté par faisceau d'ions [1] [2] [3] [4] en courant continu et à haute fréquence ; actuellement il ya un manque d'information dans la littérature concernant l'enquête systématique sur les paramètres de dépôt et les propriétés des revêtements Mo-N. transitions de phase dans le système Mo-N fortement dépendent de la pression d'azote [5] [6] [7] [8]. [9] Il était indiqué dans les références. que l'augmentation de la pression d'azote provoque une

transition de cube centré vers hexagonale d-MoN. Les phases ont des structures en treillis différents et les paramètres qui affectent les propriétés du revêtement. bien que la pression d'azote va de la stabilité.

.Les différentes phases ont été étudiées pour conditions variables (pression de gaz, température d'enrobage, énergie des ions, etc), l'effet combiné des paramètres sur les régions de stabilité de phase n'a pas été étudiés.

L'objectif de notre travail est axé sur Influence des paramètres de polarisation-pression-température sur le revêtement de Mo-N produit par PVD.

II. Procédure Expérimentale

Nous allons détaillé la procédure expérimentale, après le nettoyage de la machine PVD, nous avons placé le disque de Molybdène et des substrats en XC100 puis on a fermé l'habitacle et on a procédé à chasser l'air histoire pour créer un vide jusqu'à 10⁻⁶thor.

Par la suite on a réglé la polarisation voulue avec fixation de l'Argon et l'augmentation progressive de la pression d'azote.

II.1. Composition du materiau XC100

XC100	C	Mn	S. P	Si	Cr	Ni	Cu
<i>min</i>	0.95	0.25	S<0.025	0.15	0.15	0.2	0.2
<i>max</i>	1.05	0.45	P<0.030	0.30	-	-	-

XC100 a été utilisés comme matériaux de substrat et polie à une rugosité de surface de 0.08 mm. Après le processus de polissage, les échantillons étaient ultrasons nettoyer à chaud dans des bains de nettoyage alcalins pour au moins 5 min puis trempées dans du trichloréthylène.

Les substrats ont été revêtue en utilisant une unité arc cathodique (Novatec-SIF,Modèle: NVT-12) Afin d'obtenir le Mo-N pour différentes polarisations. [10] [11]

Les substrats sont chauffés par bombardement avec accélération des ions de molybdène et de toute autre source de chaleur auxiliaire n'a pas été utilisée.

Les échantillons ont été fixés sur un support fixe opposée à la cathode et en les bombardant avec des ions molybdène accéléré au cours du dépôt, la température de revêtement augmente ; un revêtement a été produit à 1 Pa pression d'azote, et à une tension de polarisation V, mais à des températures plus basses. L'épaisseur des revêtements a été déterminée par le MEB et varie entre 1,5 et 3,2 μm , en fonction du temps de revêtement..

L'analyse par diffraction des rayons X montre que la structure de phase des couches a été analysée par un angle de Bragg diffractomètre à rayons X d'un film mince. [12] [13]

Les films ont été identifiés en comparant les pics de diffraction avec ceux de la base de données.

II.2. Influence de la tension de polarisation appliquée à la cible Mo

En prenant en compte l'effet du taux d'azote dans la décharge, on observe une petite diminution du potentiel flottant lorsque le pourcentage d'azote augmente (Fig.1).

Toutefois, le potentiel plasma demeure presque constant quelque soit la tension de polarisation. Si l'on considère l'effet de la tension de polarisation de la cible (Mo), on remarque que l'augmentation de cette tension est accompagnée d'une augmentation du potentiel plasma (Fig.2).

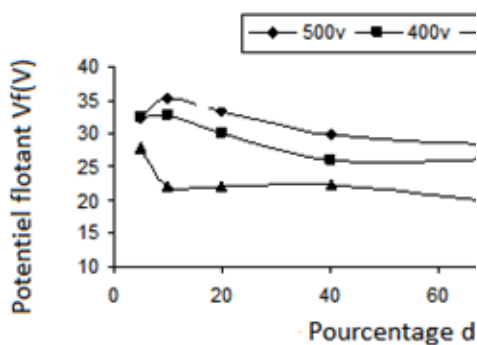


Fig.1

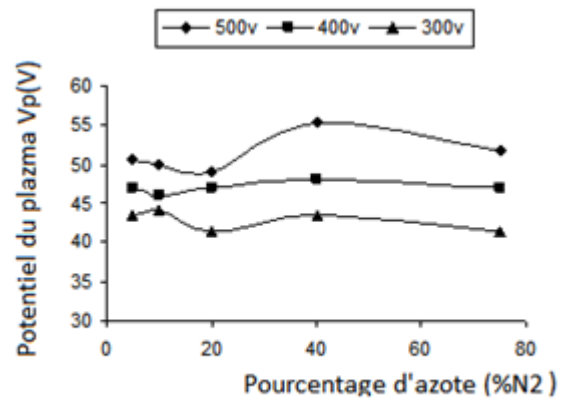


Fig.2

II.3. Influence de la pression totale du mélange (argon + azote)

Les variations du potentiel plasma et du potentiel flottant en fonction du pourcentage d'azote et de la pression totale du mélange de gaz Ar+N₂ sont représentées sur les figures (Fig.3) et (Fig.4).

On observe que le potentiel flottant, pour une pression totale de 6 μbar , ne présente pas la même allure que les deux autres pressions, c'est le même cas pour le potentiel plasma où les trois courbes ne présentent pas la même allure. Toutefois, la pression de travail ne semble pas avoir beaucoup d'influence sur le potentiel plasma (Fig.4) et du potentiel flottant.

On remarque aussi pour les deux potentiels les plus grandes variations entre 5% et 20% d'azote.

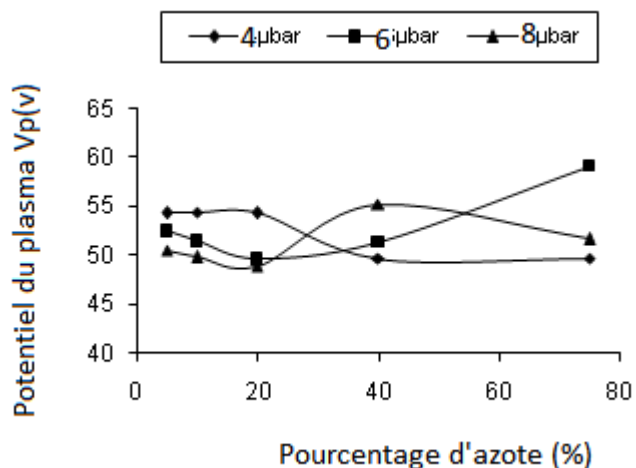


Fig.3

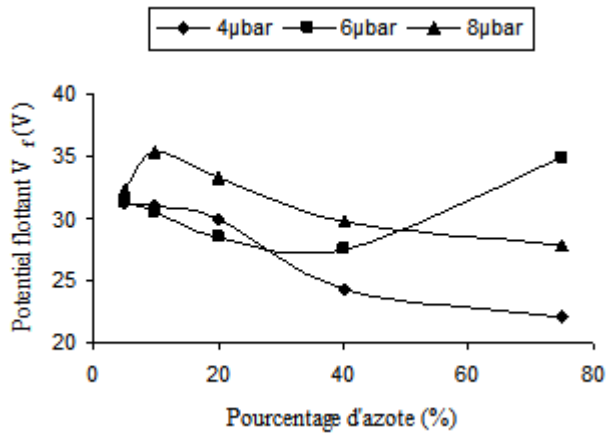


Fig.4

II.4. Influence du pourcentage d'azote sur les contraintes des couches

Nous nous sommes intéressés à vérifier l'influence du pourcentage d'azote sur les contraintes des couches.

On avait deux échantillons pour chaque pourcentage d'azote.

On constate, malgré la fluctuation dans l'allure de l'évolution de la contrainte en fonction du pourcentage d'azote que les couches de MoN présentent des contraintes qui augmentent avec le pourcentage d'azote car les couches sont probablement surstoichiométriques en azote.

La variation de l'épaisseur et du pourcentage d'azote pourrait expliquer ces fluctuations. la distance inter réticulaire, augmente avec le pourcentage d'azote D'après, Meng *et al.*

[14] ce qui induit une augmentation des contraintes.

II.5. Micro-dureté

Des mesures de dureté ont été réalisées avec un ultra micro-duromètre (Fischer) avec une sensibilité de charge de 0,2 MN et une sensibilité profondeur de 0,01 nm. Une charge était appliquée en étape de 0,2 MN de telle sorte que la pyramide Vickers pénètre à la dixième de l'épaisseur du revêtement, qui est d'environ 120 nm. Chaque mesure a été répétée au moins 10 fois pour une valeur de dureté moyenne **Fig.5**

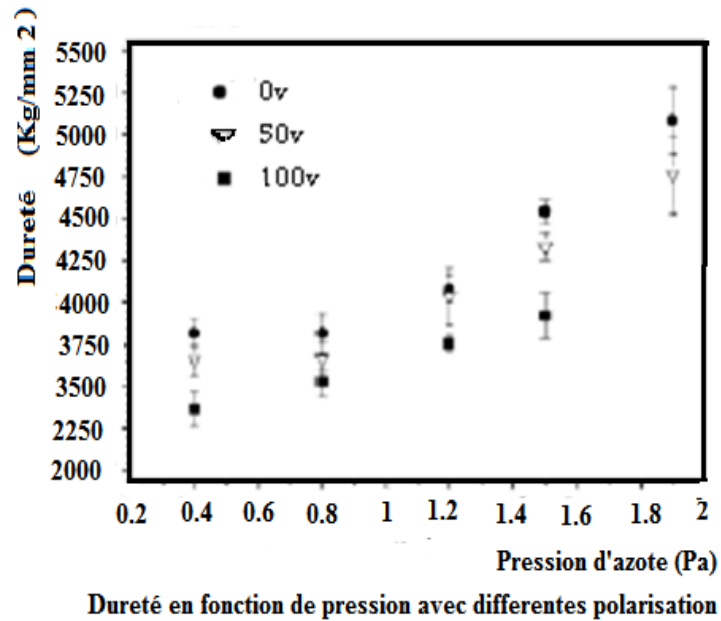


Fig.5

III. Resultats

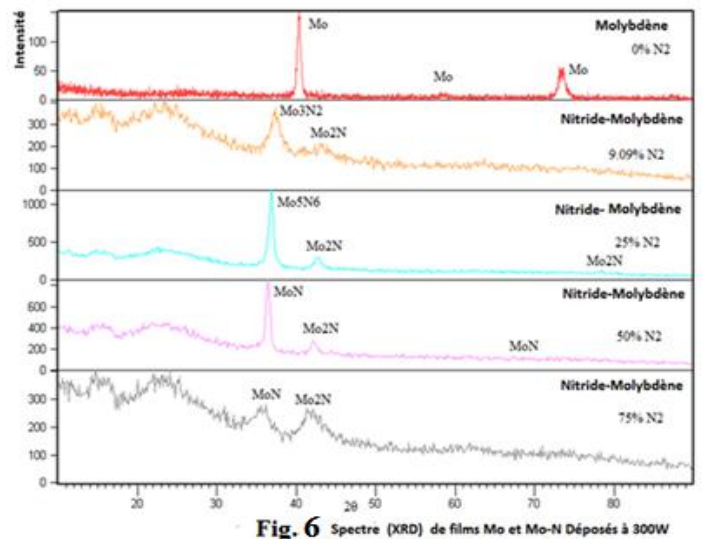


Fig. 6 Spectre (XRD) de films Mo et Mo-N Déposés à 300W

Composition des films déterminée par EDS

Filmes	Ar Pression Partial (mTorr)	N2 Pression Partial (mTorr)	Mo (%)	N (%)	O (%)
Mo	9	0	91.21	0.00	8.79
Mo-N	9	3	86.06	9.53	4.41
Mo-N	9	6	60.37	34.34	5.29
Mo-N	9	9	60.25	35.86	3.9

IV. Discussion

Pour les films de MoN déposés à 300W ; l'intensité de la pic MoN réduit avec l'augmentation de la concentration en N2 de 49.9 à 57.14 % Fig.5

L'azote et les sites de molybdène sont totalement occupés par la phase δ - MoN hautement ordonné avec des paramètres de maille de $a = 5,73659 \text{ \AA}$ et $c = 5,61884 \text{ \AA}$ [16]. Les pics XRD correspondant à la phase δ -MON observées dans la figure présente des constantes de réseau $a = 5,74 \text{ \AA}$ et $c = 5,622 \text{ \AA}$, qui sont très proches de ceux rapportés par Bull et al.

V. Conclusion

Les études sur les revêtements Mo-N produite par l'arc PVD des systèmes de revêtement ont montré que, en fonction de la pression d'azote, de tension de polarisation et la température du substrat, il est possible de former deux différentes phases de Mo-N phases avec des structures cristallines différentes: hexagonale et cubiques. [15]

La pression d'azote favorise la formation riche en azote des phases hexagonale d-MoN. Lorsque la pression d'azote diminue au-dessous de 1,6 Pa, le cube Mo2N phase commence à se former dans une feuille de phase mixte avec six pans d-MoN. Une nouvelle diminution de la pression d'azote, jusqu'à 0,6 Pa, augmente la quantité de la phase cubique dans le revêtement. Contrairement à la pression d'azote, les films sont formés au niveau des tensions de polarisation plus élevés. La température du substrat présente le même effet que la tension de polarisation.

VI. References

- [1] M. Urgan, O.L. Eryilmaz, A.F. Cakir, E.S. Kayali, B. Nilufer, Y. Isik, Surf. Coat. Technol. 94y95 (1997) 501–506.
- [2] J. Valli, U. Maikela, H.T.G. Hentzeli, J. Vac. Sci. Technol. A 4 (6) (1986) 2850–2854.
- [3] V.P. Anitha, S. Vitta, S. Major, Thin Solid Films 245 (1994) 1–3.
- [4] M.S. Mudholkar, L.T. Thompson, J. Appl. Phys. 77 (10) (1995) 5138–5143.
- [5] F. Fujimoto, Y. Nakane, M. Satou, F. Komori, K. Ogata, Y. Andoh, Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Part B 19y20 (1987) 791–796.
- [6] H. Ihara, Y. Kimura, K. Senzaki, H. Kezuka, M. Hirabayashi, [7] M. Maoujoud, L. Binst, P. Delcambe, M. Offergeld-Jardinier, F. Bouillon, Surf. Coat. Technol. 52 (1992) 179–185.
- [8] P.J. Rudnik, M.E. Graham, W.D. Sproul, Surf. Coat. Technol. 49 (1991) 293–297.
- [9] A.J. Perry, A.W. Baouchi, J.H. Petersen, S.D. Pozder, Surf. Coat. Technol. 54y55 (1992) 261–265.
- [10] I.I. Aksenov, V.G. Bren, V.G. Padalka, V.M. Khoroshikh, Khimiya Vysokikh Energii 17 (3) (1983) 263–265.
- [11] E.P. Donovan, G.K. Hubler, M.S. Mudholkar, L.T. Thompson, Surf. Coat. Technol. 66 (1994) 499–504.
- [12] B.D. Cullity, Elements of X-ray Diffraction, Addison-Wesley
- [13] BP Statistical Review of World Energy 2010 workbook.
- [14] Arnulf Jäger-Waldau, PV Status Report 2009.
- [15] Robert F. Service, Is It Time to Shoot for the Sun? Science 22. 309 no.5734 (July 2005) 584–551.