

## ETUDE DE LA MICRODURETE DES OUTILS DE COUPE PAR PULVERISATION MAGNETRON

Reçu le 24/02/2002 – Accepté le 08/10/2002

### Résumé

Cet article présente l'étude et la réalisation d'un système réactif de pulvérisation par plasma de type magnétron. Ce système a été utilisé pour améliorer la dureté des matériaux et des outils de coupe, sur lesquels des dépôts de nitrures de Titane dopés au fer ont été effectués. Les résultats expérimentaux obtenus ont montré une remarquable augmentation de la vitesse de déposition et une nette amélioration de la micro-dureté des outils de coupe, à condition de choisir de façon appropriée la proportion de dopage.

**Mots clés:** Outils de coupe, Micro-dureté, pulvérisation magnétron, dépôt par plasma, Titane, Nitrures.

### Abstract

This paper presents the study and the realisation of a reactive DC magnetron sputtering system. This system has been used for improving the hardness of materials and cutting tools, on which has been deposited iron titanium nitride coatings. The obtained experimental results show an increase in speed deposition and an improvement in hardness of materials and cutting tools, if the doping ratio is adequately choosed.

**Keywords:** Cutting tools, Microhardness, Magnetron sputtering, plasma deposition, Titanium, Nitrides.

**E. FERKOUS**

**A. ZAATRI**

Département de Génie Mécanique  
Faculté des Sciences de l'Ingénieur  
Université Mentouri  
25000 Constantine, Algérie

**S. ACHOUR**

Département de Physique  
Faculté des Sciences  
Université Mentouri  
25000 Constantine, Algérie

Les recherches se rapportant aux procédés de déposition de couches minces par plasma continuent de susciter un vif intérêt aussi bien auprès de la communauté scientifique qu'auprès du milieu industriel. Cet intérêt est motivé, d'une part, par le désir d'améliorer les performances des réacteurs et, d'autre part, par le souhait de pouvoir prédire les propriétés des films déposés en fonction des conditions de dépôt. En effet, les mécanismes intervenant dans la formation des matériaux déposés sont très complexes. La croissance du dépôt, les quantités des espèces entrant en jeu, les réactions les gouvernant, restent encore mal connues. Pour cette raison, la conception des réacteurs et le choix des conditions de dépôt restent déterminés empiriquement par les propriétés des matériaux que l'on souhaite obtenir. Ces propriétés peuvent être mécaniques, électriques ou optiques. On peut même viser la production d'un nouveau matériau aux propriétés originales. De plus, la relation entre les conditions de dépôt et les propriétés des couches déposées reste aussi un problème complexe et appelle à de nouvelles approches pour être explicitée.

Le présent travail concerne la conception et la réalisation avec des moyens locaux d'un système réactif de pulvérisation par plasma de type magnétron. Ce système a été conçu, d'une part pour accroître le taux de déposition par rapport aux procédés plasma autres que magnétron, et d'autre part, pour étudier et améliorer les propriétés mécaniques (la dureté et endurance) des outils de coupe sur lesquels des dépôts de nitrure de Titane dopés au Fer ont été effectués. Les résultats expérimentaux obtenus ont montré une remarquable augmentation de la vitesse de déposition. Notre investigation a également mis en évidence l'influence du pourcentage de dopage en Fer vis-à-vis du Titane sur la micro-dureté. Une

### ملخص

لقد تم في هذا البحث دراسة وإنجاز جهاز للنثر المهبطي المغناطيسي. طبق هذا الجهاز لتحسين الخصوصيات الميكانيكية للمواد وأدوات القطع وذلك بوضع طبقات التلبيس عن طريق نثر نتريد التيتانيوم المطعم بالحديد حسب نسب معينة. لقد بينت نتائج هذه الدراسة تغييرا في البنية البلورية مع إرتفاع كبير في سرعة النثر وتسجيل تحسنا معتبرا لصلادة المواد وأدوات القطع.

**الكلمات المفتاحية:** أدوات القطع، الصلادة، النثر، مغناطيسي، نتريد، التيتانيوم.

remarquable amélioration de la micro-dureté des outils sur lesquels les dépôts de TiN dopés au Fer, si le dopage est choisi de façon appropriée.

## PULVERISATEUR MAGNETRON

Les systèmes basés sur la technique magnétron ont permis à la technique de dépôts par pulvérisation d'effectuer un progrès important par rapport aux systèmes de pulvérisation classique. Comparativement à une méthode concurrente de dépôt de TiN qui est la déposition chimique (CVD), la technique de pulvérisation par plasma de type magnétron permet la déposition de couches minces à faible température.

En effet, l'avantage d'un pulvérisateur magnétron est dû à la présence du champ magnétique qui confine les électrons secondaires du plasma et provoque au voisinage immédiat de la cible une ionisation plus efficace, produisant un plasma dense. Comme conséquence, on obtient une plus grande vitesse de dépôt et un meilleur contrôle des problèmes d'échauffement des matériaux utilisés comme cibles.

Généralement, dans le procédé de pulvérisation magnétron, la température demeure comprise entre 50 et 250°C, en rapport avec les conditions de dépôt [1]. Du point de vue de la vitesse de déposition, on enregistre, pour un réacteur classique, les valeurs suivantes: 0.12  $\mu\text{m}/\text{min}$  pour le cuivre et 0.025  $\mu\text{m}/\text{min}$  pour le quartz. Par contre, pour le procédé magnétron, on relève les valeurs: 1  $\mu\text{m}/\text{min}$  pour l'Aluminium, 2.5  $\mu\text{m}/\text{min}$  pour le Cuivre et 0.1  $\mu\text{m}/\text{min}$  pour le quartz [1].

La technique de pulvérisation magnétron a ouvert la voie à beaucoup de travaux concernant la déposition des films minces de 2 à 10  $\mu\text{m}$  d'épaisseur à des températures inférieures à 550°C. Les systèmes de déposition par magnétron sont, en particulier, utilisés pour déposer des couches minces de Nitrure de Titane (TiN) sur différents types de matériaux: métaux, verre, céramique. Dans notre cas, l'application utilisée est le revêtement par une couche de TiN des outils de coupe, des engrenages et le chargement des pièces mécaniques de précision. Ceci peut conduire à une amélioration des propriétés mécaniques et physiques.

## REALISATION DU PULVERISATEUR MAGNETRON

Pour la réalisation du pulvérisateur magnétron, on s'est inspiré des réalisations décrites par différents auteurs [2-5]. Le réacteur a été entièrement construit et toutes ses pièces usinées aux ateliers des départements de Physique et de Mécanique de l'Université Mentouri de Constantine. Le choix de la réalisation d'un système de type magnétron a été adopté dans le but de pouvoir effectuer des dépôts de couches minces avec une grande vitesse de déposition et à des températures relativement basses, ce qui n'est pas possible avec les systèmes de pulvérisation classique (non magnétron).

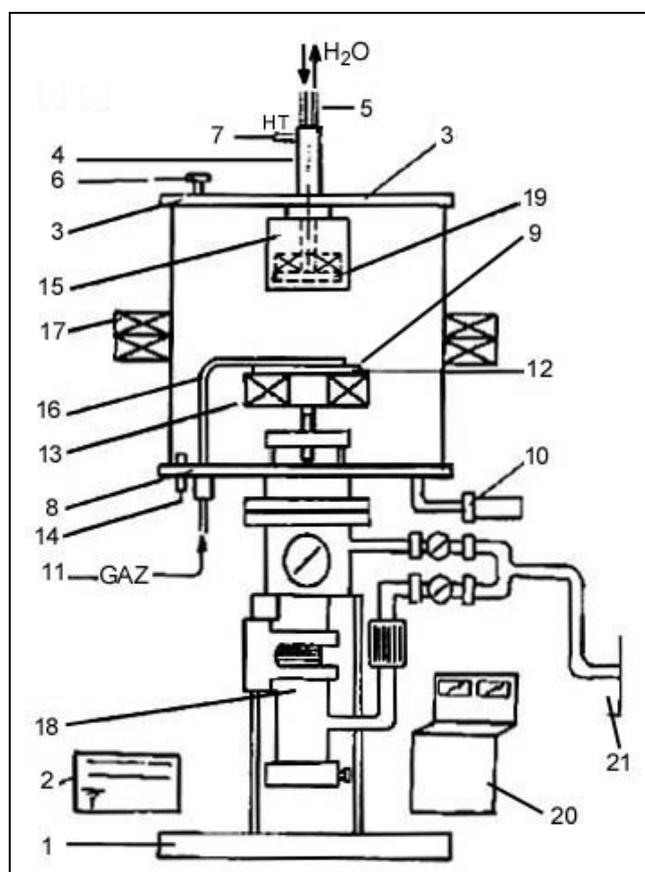
Le pulvérisateur réalisé se distingue par une grande stabilité du plasma et une grande vitesse de déposition. Il présente une grande flexibilité offrant un contrôle de la distance inter-électrode, la possibilité de chauffage du substrat, l'interchangeabilité de la cible, le contrôle de la tension de polarisation du substrat, et un refroidissement efficace de la cible.

L'effet magnétron est obtenu par la combinaison de deux aimants permanents et d'un électro-aimant. Plusieurs configurations de ces éléments ont été testées en vue d'optimiser le fonctionnement du pulvérisateur magnétron. La disposition adoptée produit le champ magnétique au niveau de la cathode qui confine au mieux les électrons secondaires du plasma. Cette situation génère un plasma dense caractérisé par une efficacité d'ionisation importante au voisinage immédiat de la cible. De ces effets, il en résulte une grande vitesse de déposition.

De nombreux essais de calibrage ont permis de fixer les conditions expérimentales de travail qui permettent d'obtenir à la fois des vitesses et des propriétés de dépôts satisfaisants:

- Pression de travail:  $10^{-1}$  à  $8.10^{-2}$  mbar,
- Tension appliquée pour l'ionisation: 1 à 1.5 kV,
- Distance inter-électrode: 15 à 25 mm,
- Position magnétron: 100 mm en bas du substrat,
- Intensité du courant électrique: 80 mA.

Le pulvérisateur magnétron réalisé est présenté à la figure 1.

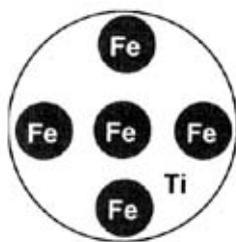


**Figure 1:** Schéma du pulvérisateur magnétron réalisé.

**Légende:** 1- Socle, 2- Générateur HT, 3- Plateau supérieur, 4- Ensemble porte-cible, 5- Refroidissement, 6- Vanne entrée d'air, 7- Branchement HT, 8- Plateau porte-cloche, 9- Porte-substrat réglable, 10- Jauge Penning, 11- Entrée des gaz, 12- Chauffage substrat, 13- Aimant permanent, 14- Branchement de la masse, 15- Gaine, 16- Répartiteur des gaz, 17- Aimant à position variable, 18- Pompe à diffusion, 19- Cible de Titane, 20- Mesure du vide, 21- Pompe à vide primaire.

## ETUDE EXPERIMENTALE

Des films (Ti, Fe)N ont été déposés en utilisant le pulvérisateur décrit précédemment. Pour pouvoir doper le Titane en fer, on a implanté, sur la cathode en Titane, de petites cibles circulaires en Fer de 5 mm de diamètre (Fig.2). La disposition des zones en fer permet d'obtenir une uniformité du dopage. La variation du nombre de zones permet de modifier la concentration du Fer en variant le rapport de surface de la cathode en Ti. Ce rapport Fe/Ti servira de paramètre à notre étude.



**Figure 2:** Configuration de la cathode : Titane et cibles en Fer superposées.

Dans le milieu plasma, les dépôts de TiN ont été réalisés sous une atmosphère d'Argon comportant des proportions d'Azote variables en fonction des expériences. Les conditions de dépôt sont les suivantes: pression:  $10^{-5}$  mbar, pression partielle d'Azote:  $5.10^{-3}$  mbar, distance cible-substrat: 2 cm, haute tension appliquée: 1 kV, puissance DC du magnétron: 100 W.

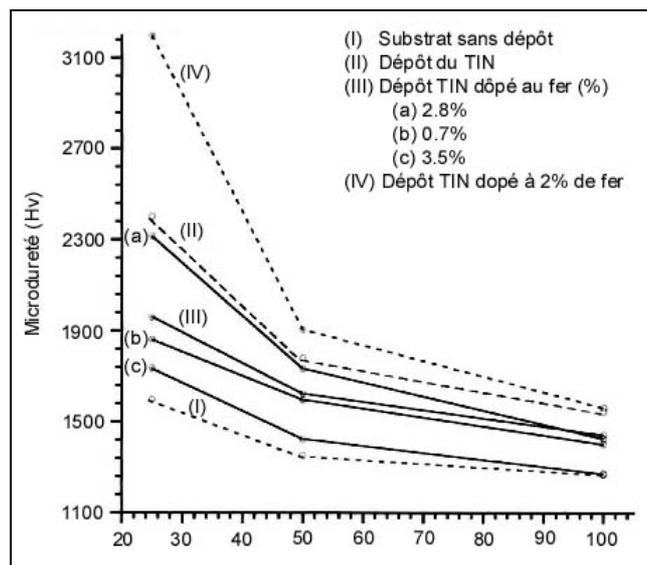
## RESULTATS ET DISCUSSION

L'étude expérimentale a permis de classer les dépôts en fonction des épaisseurs, de l'homogénéité du dépôt et de la couleur des couches obtenues pour des configurations du champ magnétique fixées. Les autres conditions expérimentales étant maintenues constantes.

- **L'épaisseur** des couches déposées, mesurée au Talistep (confortée par des observations au MEB), varie généralement entre 100 et 3000 Å pour des temps de dépôts d'environ 30 minutes. Le taux de déposition obtenu est évalué à  $2\mu\text{m/hr}$  pour une configuration maximale du champ magnétique de 1200 Gauss. On notera, dans l'état de nos connaissances, que les vitesses de dépôts obtenues par d'autres chercheurs ne dépassent pas la vitesse que nous obtenons avec notre magnétron [6].

- **L'adhérence** des couches (revêtement) de TiN déposées est une condition préalablement nécessaire pour augmenter l'endurance et la durée de vie des outils de coupe. En effet, l'effort de coupe appliqué localement au revêtement se trouve transmis à l'acier substrat. Néanmoins, les techniques d'évaluation de l'adhérence restent imparfaites. Dans notre étude, l'adhérence des couches déposées a été testée par la méthode du ruban de scotch et par polissage mécanique au papier abrasif. Les résultats obtenus confirment la bonne adhérence des couches déposées. Les couches ne se détachent que si le polissage se prolonge durant plusieurs minutes.

- **La micro-dureté  $H_v$**  a été estimée par micro-dureté Vickers à l'aide d'un micro-duromètre de type Leitz Weitzlar, les charges appliquées variant entre 25 à 100 grammes pour des temps d'application de la charge égal à 15 secondes. La figure 3 présente les résultats expérimentaux obtenus concernant la micro-dureté des films de TiN non dopé et dopé en Fer, sur un substrat en acier. Ces courbes sont obtenues pour différents pourcentages de dopage en fer (0,7% - 2% - 2,8% - 3,5%).



**Figure 3:** Résultats expérimentaux. Variation de la micro-dureté en fonction du dopage en Fe.

On remarque que la micro-dureté sur les échantillons en acier a augmenté après revêtement d'environ 100%. On peut également constater que la micro-dureté dépend considérablement du pourcentage des surfaces des cathodes du Fer par rapport à celui du Titane. On notera, en particulier, que la micro-dureté augmente avec la quantité de Fer jusqu'à atteindre un maximum à environ 2% puis diminue par la suite.

On a également entrepris d'analyser la relation qu'il pourrait y avoir entre la micro-dureté des couches déposées et la micro-structure résultante. Néanmoins, l'analyse de ces résultats mérite plus d'investigations. Notons, par ailleurs, que certains travaux ont été conduits dans ce domaine. Noël *et al.* [7] ont étudié des dépôts de couches minces de TiN à des températures inférieures à  $150^\circ\text{C}$ . Sundgren *et al.* [8] ont étudié des dépôts de TiC en utilisant une polarisation négative supérieure à 500 V. Dans ces travaux, les auteurs tentent d'expliquer les propriétés des films obtenus par l'organisation de la microstructure des films en fonction des conditions de dépôts. Peu d'études ont relevé la microstructures réelle par TEM. Cependant, les investigations de ces auteurs ne permettent pas d'en déduire des conclusions définitives.

## CONCLUSION

Dans cet article, on a présenté la réalisation avec des moyens locaux d'un système réactif de pulvérisation par

plasma de type magnétron. Ce système a été utilisé pour améliorer la dureté des matériaux et des outils de coupe, sur lesquels des dépôts de nitrure de Titane dopés au Fer ont été effectués. Les résultats expérimentaux obtenus ont montré une remarquable augmentation de la vitesse de déposition.

Ces résultats montrent également que les dépôts de TiN dopé au Fer, réalisés sur des matériaux et des outils de coupe par le procédé magnétron, peuvent accroître considérablement la micro-dureté si des proportions appropriées de dopage sont choisies. L'amélioration de la dureté est certainement reliée à la microstructure des films déposés mais cette voie appelle à de plus amples investigations. L'approche par analyse de la micro-structure pour comprendre l'effet des couches déposées sur la dureté à l'aide de la TEM a été initiée [9]. D'autre part, de nouvelles approches sont en préparation, telle que l'analyse par sonde électrostatique de Langmuir, à la fois pour caractériser le plasma et aussi pour l'analyse *in-situ* de la croissance du dépôt [10].

### REFERENCES

- [1]- Thin Film Technology for optics and Electronics, Vacuum Process Engineering Division, Leybold – Heraeus, 12 100 1/2, (1981).
- [2]- Tomonobu Hata, Etsuji Noda, Osamu Morimoto, and Toshio Hada, *Appl. Phys. Lett.*, 37 (7), 1 October (1980).
- [3]- Efeoglu I., Arnell R.D., Tinston S.F., Teer D.G., *Surface and Coatings Technology*, 57 (1993).
- [4]- T.Shiosaki, S. Ohnishi, Y.Murakami and A. Kawabata, *Journal of Crystal Growth*, 45 (1978).
- [5]- Kenzo Ohji, Takao Tohda, Kiyotaka Wasa, and Shigeru Hayakawa, *Journal of Applied Physics*, Vol.47, April (1976).
- [6]- Fergag E., Achour S., Harabi A. and Mirouh K., International Conference on Ceramic Processing Science and Technology, September 11-14, Friedrichshafen, Fed. Rep. of Germany, (1994).
- [7]- Noël J.P., Houghton D.C., Este G., Shepherd F.R. and Plattner H., *J. Vac., Sci. Technol.*, A.2 (1984), p.284.
- [8]- Sundgren J.E., Johansson B.O., Hentzell H.T.G. and Karlsson S.E., *Thin Solid Films*, 105 (1983), p.385.
- [9]- Fergag E., "Réalisation d'un système de pulvérisation magnétron (Application aux nitrures de Titane)", Thèse de Magistère, Département de Physique, Université de Constantine, (1994).
- [10]- Zaatri A., "Contribution à l'étude des dépôts par sonde électrostatique dans des plasmas réactifs d'HMDSO", Thèse de Magistère, Département d'électronique, Université de Constantine, (1993). □