الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية République Algérienne Démocratique et Populaire وزارة التعليم العالي و البحث العلمي Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique جامعة 8 ماي 1945 قالمة

Université 8 mai 1945 Guelma

Rapport du projet PNR

Intitulé : Traitement de surface de Titane sous l'action d'un faisceau laser Nd :YAG impulsionnel : Compréhension et modélisation des mécanismes d'insertion des éléments chimiques.

Porteur (chef) de projet **: SAHOUR Mohammed Cherif** Grade : Professeur

Université 08 Mai 1945, Bp.401, Guelma, Algérie

Email : mcsahour@ yahoo.fr

<u>Résumé</u>

Avec le développement des activités des sources de hautes énergies dans le domaine du traitement de surface, les phénomènes d'oxydations occupent une place indéniable dans la maîtrise des procédés mettant en jeu des sources d'énergie propres (laser, ...) respectant des exigences environnementales de plus en plus contraignantes.

Des travaux antérieurs ont montré qu'au contact de l'air, il se forme des oxynitrures de titane dont les teneurs en oxygène et en azote évoluent en fonction des paramètres opératoires. Les phases formées sont liées aux conditions thermocinétiques auxquelles elles sont soumises.

Des traitements d'oxydation de titane assistés par une source laser Nd : YAG impulsionnel déclenché ont été réalisés. La morphologie des couches obtenues a été étudiée par microscopie 3D.

Des analyses microstructurales et chimiques ont été menées par microscope électronique à balayage (MEB).

L'influence des paramètres de traitement (puissance laser, vitesse de balayage, recouvrement) a été examinée. Différentes couleurs ont été obtenues.

Les phases formées sont liées aux conditions thermocinétiques auxquelles elles sont soumises. C'est pourquoi, il est nécessaire dans une prochaine étape d'étudier les processus physiques mis en jeu et notamment l'évolution de l'insertion des éléments légers dans la matrice du substrat au cours de l'irradiation laser.

2

Des caractérisations en surface des couches obtenues (microscope 3D, MEB, EDX, DRX, spectrocolorimétrie,...) seront effectuées et leurs comportements en frottements à travers des essais tribologiques en fretting seront abordés.

Mots clés : oxydes, titane, traitement laser, caractérisation, microstructure

Introduction

Des traitements de surface du titane commercialement pur (cp) par faisceau laser Nd : YAG pulsé (longueur d'onde : 1.064 μ m, fréquence de répétition : 10 HZ, durée d'impulsion : 5ns) ont été réalisés. Les propriétés des couches traitées (structure, morphologie, ...) ont été caractérisées en fonction des paramètres opératoires. Les analyses microstructurales et chimiques (SEM, EDS) mettent en évidence une nette évolution de la microstructure en profondeur, après irradiation laser.

Les analyses de phases effectuées par diffraction X indiquent que suivant les paramètres de traitement choisis, les surfaces traitées sont constituées essentiellement de deux ou trois phases (TiO ; Ti_3O ; $TiN_{0.3}$). Une relation entre celles-ci et les différentes couleurs des surfaces traitées a été abordée. Des essais de corrosion ont été effectués et des analyses ont été réalisées.

Méthodologie expérimentale

1. Matériau

Nous avons alors choisi de limiter notre étude à l'oxydation du titane commercialement pur (CP) de grade 4. Les échantillons sont de forme parallélépipédique de dimensions $15 \times 10 \times 1.2 \text{ mm}^3$.

2. Traitement laser

Traitement laser

Les traitements laser ont été réalisés sous air à l'aide d'un laser pulsé Nd : YAG déclenché (Quantel Brillant B) de longueur d'onde $\lambda = 1.064 \mu m$, de fréquence f = 10 HZ et de durée d'impulsion $\tau = 5$ ns. Pour pouvoir atteindre, avec ce type de laser, des fluences suffisantes, il est nécessaire de focaliser le faisceau incident en utilisant une lentille convergente de focale égale à un mètre (Fig.3). L'impact laser, avec un diamètre de 1.6 mm environ, possède une forme circulaire comme le montre la figure 4.

Au cours du traitement, le faisceau laser focalisé parcourt la surface du substrat selon des allez-retours. L'irradiation de la surface est telle que les impacts laser forment des séries de points alignés suivant des segments de droite, dont la longueur est égale à celle de l'échantillon. Si l'espacement entre deux passages du faisceau laser est bien choisi, la surface de la cible est entièrement recouverte par les impacts lasers.



Fig.1. Le laser utilisé pour la réalisation de ce travail est le laser Brillant b (à Chalon sur Saône, France)



Fig.2. Schéma montrant le laser Brillant B



Fig .3. Schéma illustrant le principe de traitement laser



Fig .4. Vue d'un impact laser

Caractéristiques du système laser :

- Nd:YAG avec Q-switched (Brillant B)
- \blacktriangleright vitesse de balayage: v = 200 400 mm / mn
- \blacktriangleright Lentille de focalisation: f = 1 m

Caractéristiques du faisceau laser

- longueur d'onde: $\lambda = 1064 \text{ nm}$
- diamètre du faisceau laser focalisé: d = 1.6 mm
- puissance moyenne: 0.5 10 W
- durée d'impulsion: $t_p = 5$ ns
- fréquence des impulsions: f = 10Hz

Technique de traitement laser



Compositionchimique Ti (CP)

| Table 1 Titanium content in atom mol. | | | | | | | | |
|--|--------|-------|-------|--------|-------|--|--|--|
| Elements | Fe | 0 | С | н | N | | | |
| %mol. | < 0.25 | <0.15 | <0.08 | <0.012 | <0.06 | | | |

Technique de plans d'expérience

Optimisation du processus de texturation

Les paramètres opératoires sont :laTension (V) , l'nterligne (mm) etVitesse de balayage mm/ mn

Influence des paramètres lasers sur l'obtention des couches

Compte tenu des paramètres caractéristiques de la source laser Nd :YAG utilisée, le traitement sera effectué dans un régime thermique, la chaleur étant alors à l'origine de la plupart des effets induits observés.

<u>Fluence laser</u>

Pour un laser utilisé en mode impulsionnel, comme c'est le cas pour notre étude, une des caractéristiques essentielles du faisceau est sa fluence F, soit la puissance lumineuse déposée par unité de surface. Avec :

P_m: La puissance moyenne déposée par le faisceau laser au cours du traitement (W)

f : la fréquence des impulsions (Hz)

 $\tau_{p\,:}\,La$ durée du pulse laser (s)

r : Le rayon du faisceau laser (m)

Taux de recouvrement laser

Afin d'exprimer l'énergie surfacique globale reçue par l'échantillon au cours de son irradiation par le faisceau laser, on utilise un facteur qu'on nomme taux de recouvrement laser R et dont la valeur est donnée par l'expression suivante:

Avec :

A : L'aire de l'impact laser à la surface de la cible

p: Ecartement entre deux segments successifs

V : Vitesse de déplacement du faisceau laser

Méthodes de caractérisation

Les surfaces traitées ont été analysées en utilisant un microscope optique. Les analyses microstructurales et chimiques ont été effectuées à l'aide d'un microscope électronique à balayage (JSM 5900) et une microsonde EDS montée sur ce MEB. L'étude de la morphologie et de l'état de surface des couches obtenues ont été réalisées à l'aide d'un microscope 3D (Alicona). La détermination de la composition chimique et l'analyse de phases des couches ont été effectuées à l'aide des méthodes d'analyse mettant en jeu des rayons X.Des essais de corrosion ont été effectués et des analyses ont été réalisées.

Résultats et discussions

L'irradiation de la surface du substrat est telle que les impacts lasers forment des séries de points alignés suivant des segments de droite dont la longueur est égale à celle du substrat (Fig.3). Avec un espacement, entre deux passages successifs du faisceau laser, égale à 0.25, la surface de la cible est entièrement recouverte par la succession des impacts lasers (Fig. 4).



Fig .5. Répartition des impacts à l'issue



Fig. 6. Influence du pas sur l'état de surface de la cible (p= 0.25)

Le procédé laser que nous avons utilisé nous a permis d'obtenir des couches colorées en variant les paramètres de traitement (fluence, recouvrement).

Par ailleurs, nous avons constaté que le changement initial de la couleur s'effectue à partir d'un seuil de fluence laser $(3..5 \text{ j cm}^{-2})$ et que le passage entre deux couleurs s'effectue par saut. Ainsi la couleur jaune ne s'obtient qu'à partir de 4. 2 j cm⁻² (Fig. 5). Pour une fluence laser plus faible, soit par exemple 3 j cm⁻², on obtient une couche incolore (Fig. 6), ce qui pourrait indiquer que le phénomène n'est pas dû à des interférences lumineuses.

Avec une fluence laser de 6 j cm^{-2} on obtient une couche bleue pour un taux de recouvrement de 45.



Fig.7. Traitement obtenu avec $F = 4.2 \text{ j cm}^{-2}$ et R = 44 (x 300)



Fig8. Traitement obtenu avec F = 3 j cm⁻² et R = 44 (x 300)

Des observations effectuées au microscope 3D montrent que les échantillons une fois irradiées , possèdent une surface sillonnée dans le sens imposé par le traitement laser, Ces sillons s'observent particulièrement bien pour les fluences les plus importantes, ce qui est le cas pour les couches jaunes et violettes. Les différentes couches ainsi réalisées paraissent plus ou moins uniformes et la rugosité des couches jaunes est plus importante que celle des couches incolores (Fig.7).



Fig.8.Micrographie 3D



Fig .9a) Image 3D d'une obtenue avec F = 4. 2 j cm⁻² et R = 44 ; b) Profil de rugosité

Les analyses effectuées au microscope électronique à balayage (SEM, EDS) montrent que le taux d'insertion de l'oxygène dans le titane diminue en fonction de la profondeur de la couche obtenue. La composition en oxygène, déterminée à la surface de ces couches, indique une augmentation du taux d'oxygène, lorsqu'on passe des couches incolores vers les couches jaunes ou violettes obtenues avec des fluences plus élevées.

Morphologie: cas des couches jaunes



Fig. 10. Image microscope optique

Gouttelette en formation



Fig. 11. Image MEB

Par ailleurs, sous incidence de 8°, les rayons X constitués par la raie K_{α} du cuivre ne pénètre guère au delà de 5 µm de profondeur, ce qui montre bien que les phases analysées font bien partie des couches formées au cours du traitement.

Les diffractogrammes effectués avec un angle d'incidence de 8° (couches incolores et jaunes) révèlent l'existence de phases hexagonales correspondant aux composés suivants : Ti (α), Ti₃O et Ti₂O. La phase Ti₃O est la plus abondante que les deux autres. Les diffractogrammes effectués avec une incidence de 1° révèlent dans les couches jaunes l'existence d'une phase supplémentaire qui correspond au monoxyde de titane TiO. La présence de cette phase en surface de la couche jaune pourrait lui conférer une meilleure tenue au frottement.

La diffraction des rayons X est effectuée sur CH1, CH2, CH3, CH4.

La profondeur sondée est compriseentre 0,1µm à 10µm



Fig.12. Echantillon CH1



Fig. 13.Diffractogramme réalisé en incidence fixe à 8° de l'échantillon CH1



Fig. 14. Echantillon CH2



Fig. 15.Diffractogramme réalisé en incidence fixe à 8°de l'échantillon CH2



Fig. 16. Echantillon CH3



Fig. 17.Diffractogramme réalisé en incidence fixe à 8°de l'échantillon CH3



Fig. 18. Echantillon CH4



Fig. 19.Diffractogramme réalisé en incidence fixe à 8°de l'échantillon CH4

surfaceLa profondeur sondée des échantillons traités par faisceau laser est comprise entre $0,1\mu m$ (en) et $10\mu m$ (en profondeur)

Les différentes phases trouvées sont les suivantes :

-Ti (alpha)

-Ti₃O

 $-TiN_{0.3}$

- TiO, TiN (en surface)

Photographies réalisées au MEB JSM-5900

Evolution de l'aspect morphologique et microstructurale des couches en fonction de la fluence et du recouvrement des échantillons étudiés. Des images au MEB révèlent la formation de goutelettes.



Fig.20.Image réalisée au MEB

Des images obtenues au MEB révèlent la formation de gouttelettes (vue en coupe).

Lorsque la fluence laser est trop forte, il se forme un panache (plasma) qui induit des projections de matière et des fissures se propagent perpendiculairement au substrat.

La réaction oxygène –titane est favorisée par rapport à la réaction azotetitane.



Fig.21.Image réalisée au MEB





On remarque que le taux d'oxygène augmente en fonction de la fluence et le taux d'azote augmente puis diminue en fonction de la fluence.



Fig.23. Figure montrant une fissure

Le montage des essais de fretting





Paramètres:

- f = 20HZ
- Fn = 18N
- Débattement : 90 µm
- Cylindre: acier 100Cr6, HRc>60
- diamètre = 20 mm
- largeur = 3 mm



Fig.25. Cylindre: acier 100Cr6, HRc>60,Diamètre = 20 mm

Micrographie montrant l'empreinte du disque



Fig.26.Empreinte du disque

La pression de contact passe de 130 MPa à 430 MPa et la contrainte de Hertz maximale se situe à une profondeur de 0, 7 m

Coefficient de frottement et critère d'énergie

coefficient de frottement



Fig.27. Le coefficient de frottement deséchantillons étudiés

On remarque qu'il y'a :

- Une bonne reproductibilité des essais
- Un coefficient de frottement élevé pour la couche jaune (CH1)
- Un coefficient de frottement stable durant les 30.000 cycles
- Les coefficients de frottement des couches bleues et couches sont réduits

Comparaisons des résultats avec ceux obtenus à l'aide d'un

laser

Nd-YAG (Cheval)



Variation de A

Fig.28. Figure montrant le ratio A en fonction du nombre de cycles

la couche bleue (Brillant) présente un meilleur coefficient de frottement par rapport à la couche bleue (Cheval)

Approche du critère A:

 Pour la couche bleue (Brillant), le contact a travaillé en situation de glissement total - Pour la couche bleue (Cheval), Le contact a travaillé de glissement mixte (total et partiel)



Source de lumière, une cible et un récepteur



| Lumiè | ere visi | ble | | | | |
|-------|----------|-----|-----|-----|--------|----------------|
| 380 | 400 | 500 | 600 | 700 | 780 | |
| | | | | | Longue | ur d'onde (nm) |

La colorimétrie : Mesure de la couleur

Elle permet de séparer la couleur en différents paramètres:

- Teinte
- La clarté (luminosité)
- Saturation (intensité)
- La mesure de ces paramètres est réalisé grâce à un spectrocolorimètre

Spectrocolorimétrie d/8

Cet appareil est constitué essentiellement d'une sphère dont la surface interne est un miroir.

La source de lumière est placée à l'entrée de la sphère qui envoie les rayons lumineux sur l'échantillon dans toute les directions avec un flux constant. Seule la lumière réfléchie à un angle de 8° par rapport à la perpendiculaire à l'échantillon est analysée grâce à un monochromateur qui trie la lumière réfléchie suivant chaque longueur d'onde.

Evaluation des capacités de coloration

On utilise pour cela la courbe de réflectance (spectre)

Réflectance: Rapport entre le rayonnement réfléchi par une surface et le rayonnement incident sur cette surface.



Fig.29.Réflectance en fonction de la longueur d'onde



Fig.30. Couleurs des échantillons CH1,CH2,CH3,CH4

Essais de corrosion :

Les essais de corrosion ont été réalisés dans le laboratoire d'Analyse Industrielle et Génie des Matériaux (LAIGM), en utilisant un potentiostat. L'éléctrolyte utilisé est une solution de Ringer.



Fig.31.Courbes de corrosion obtenues dans la solution de Ringer à pH= 9



Fig.32. Courbes de corrosion obtenues dans la solution de Ringer à pH= 4

| Echantillon | pH=4 | | pH=9 | |
|-------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|
| | E _{corr} | I _{corr} | E _{corr} | I _{corr} |
| Ti(cp) | -0,490 | 1,355 ou 0,650 | -0,639 | 0,961 |
| CH2 | -0,560 | 0,650 | -0,625 | 0,271 |
| СНЗ | -0,460 | 0,2197 | -0,447 | 0,286 |
| CH4 | -0,639 | 0,676 | -0,649 | 0,8862 |

Microscopie optique

Les surfaces des échantillons traités ont été observées en utilisant un microscope optique.

Différentes couches ont été obtenues (incolores, jaunes, violettes,...).

Influence de la puissance laser sur l'évolution des <u>caractéristiques des couches</u>

Morphologie des couches formées

Les échantillons une fois irradiés possèdent une surface sillonnée dans le sens imposé par le traitement laser ; ces sillons s'observent particulièrement bien pour les puissances les plus élevées (couches violettes). Afin de parcourir toute la surface de l'échantillon, on irradie cette surface par des séries d'impacts lasers.



Fig.33. Vue d'un impact laser à 3D

Conclusions

Des couches de diverses natures et différentes colorations ont été réalisées sur du titane commercialement pur à l'aide d'un laser Nd:YAG déclenché (Braillant)

Des essais de caractérisations morphologique, structural et mécanique ont été effectués sur les différentes couches formées.

Les différentes couleurs et les différentes phases formées dépendent essentiellement de la fluence laser et du recouvrement.

La coloration des couches n'est pas homogène (effets thermiques, effet de bord). Une amélioration de celle-ci pourrait être obtenue en utilisant des surfaces de traitement plus petites

39

Les phases obtenues avec les mêmes paramètres (F,R) diffèrent de celles obtenues à l'aide du laser Nd-YAG (Brillant). Les couches externes sont riches en nitrures, ce qui se traduit par un bon comportement en fretting

Analyses locales en EDX des traces de fretting(Le 20 Novembre à Dijon)

Finaliser le plan d'expérience

La durée de la plume (proportionnelle à la durée d'impulsion) joue-t-elle un rôle?

Élaboration avec les mêmes paramètres de traitement des couches intéressantes mais avec des surfaces moins rugueuses.