



GRUPEMENT NATIONAL DE
MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE
ET DE MICROANALYSES

Réunion pédagogique consacrée à la préparation des échantillons

Paris, 29 et 30 novembre 2007

La découpe des matériaux durs

Rémi CHIRON

CNRS – LPMTM, Université Paris 13, Institut Galilée
Av. J.-B. Clément 93430 Villetaneuse
remi.chiron@lpmtm.univ-paris13.fr



Les objectifs :

Description et analyse des techniques de découpe des matériaux durs.
But : obtention d'un échantillon avant préparation métallographique

Plan :

- I. Les procédés conventionnels classiques :
Le tronçonnage, le sciage, le cisailage, le poinçonnage, le carottage
- II. Les procédés haute énergie :
La découpe par électroérosion, au jet d'eau, au laser
- III. Les procédés de découpe fine
Scies à fil diamanté, à disque diamanté, les ultrasons

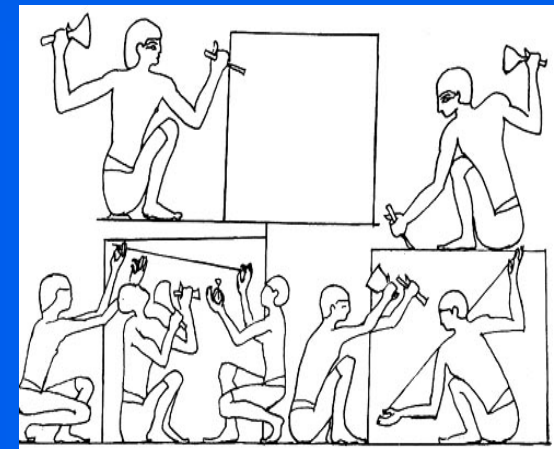
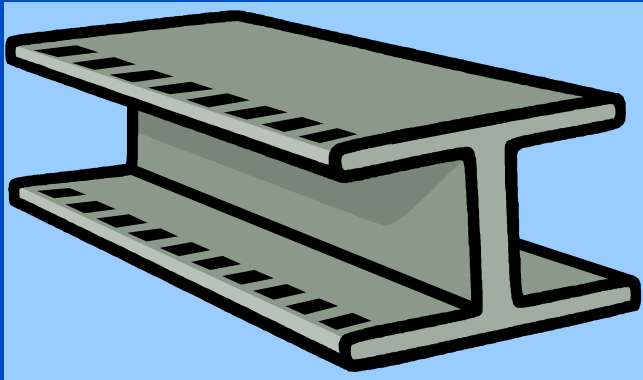
Conclusion :

Les techniques pas abordées

Tableau récapitulatif

Position du problème

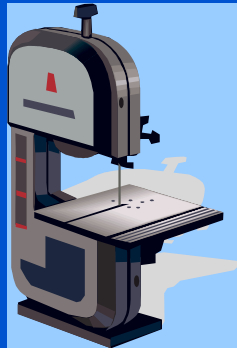
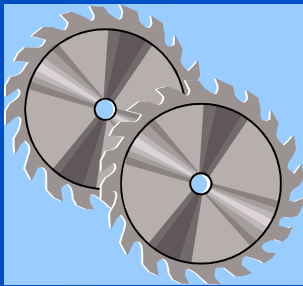
Effectuer un prélèvement de matière dans un matériau « dur », éventuellement de gros volume, métallique, céramique, carbure ou minéral



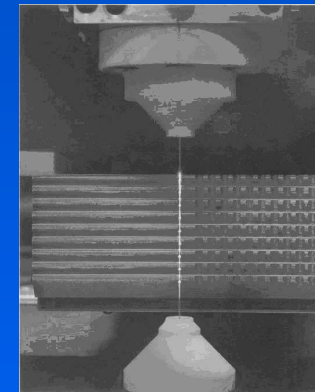
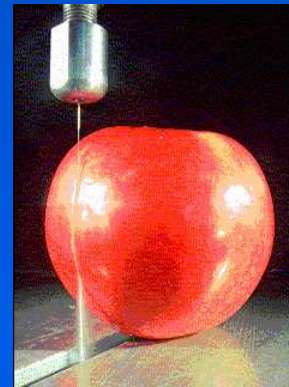
Les solutions

Prélèvement, si nécessaire en plusieurs étapes →
Obtention d'un échantillon adéquat avant préparation métallographique

Les procédés conventionnels



Les procédés haute énergie

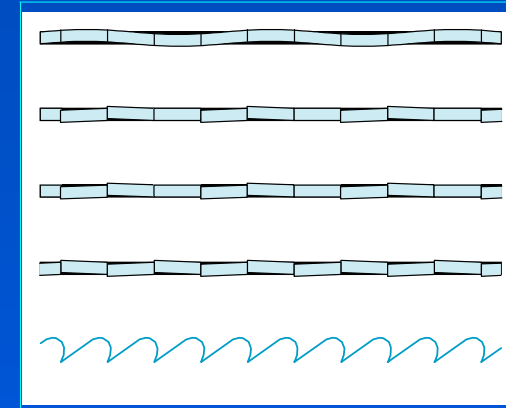


Les procédés de découpe fine



- Enlèvement de matière (copeaux)
- Techniques utilisées en laboratoire
- Loin de la zone de prélèvement de l'échantillon
- Si possible avec lubrification

Sciage à ruban

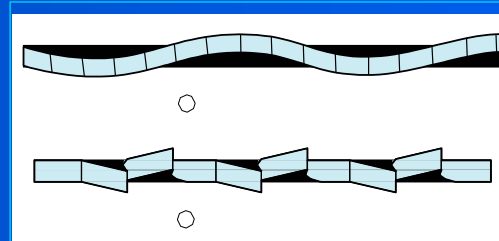


Sciage circulaire

Profil	Type	Abréviation	Application
	Droite couchée	A	Matériaux minces Rainurage peu profond
	Droite ACME	Aw	Rainurage peu profond
	Simple ou crochet	B	Rainurage
	ACME	Bw	Tubes et profilés minces
	Heller ou Cochrane	C ou HZ	Tubes et profilés forte section
	Alternée	CNS	Profilés minces acier et non ferreux

α angle de dépouille γ angle de coupe κ angle d'inclinaison d'arête

Sciage alternatif manuel ou mécanique

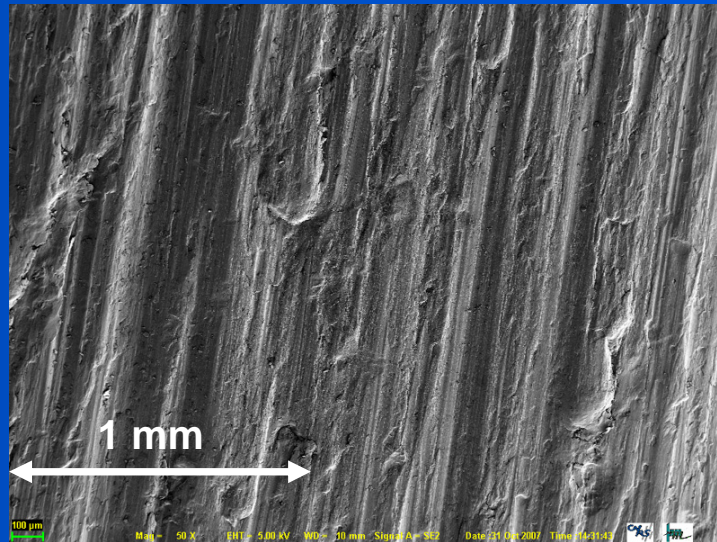


Sources : Techniques de l'Ingénieur

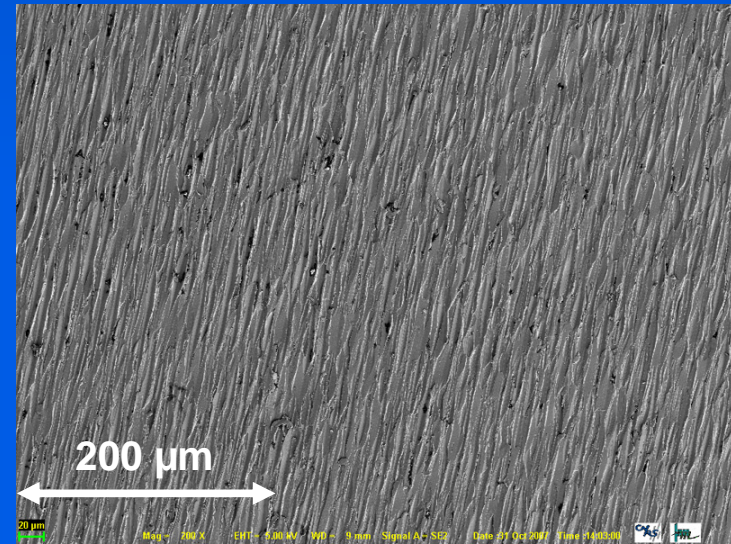
Matériaux « mous » : monocristaux, ... → Utiliser des techniques moins dévastatrices
→ Problème de la fixation (serrage)

Matériaux très durs : aciers traités, superalliages, ... → lames ou scies avec WC

Matériaux durs et fragiles : verres, céramiques, ... → disques ou scies diamantées



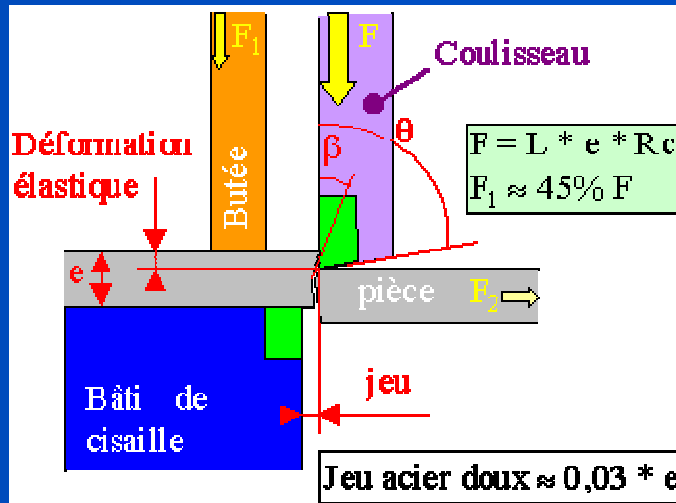
Scie à ruban



Scie à fil diamanté

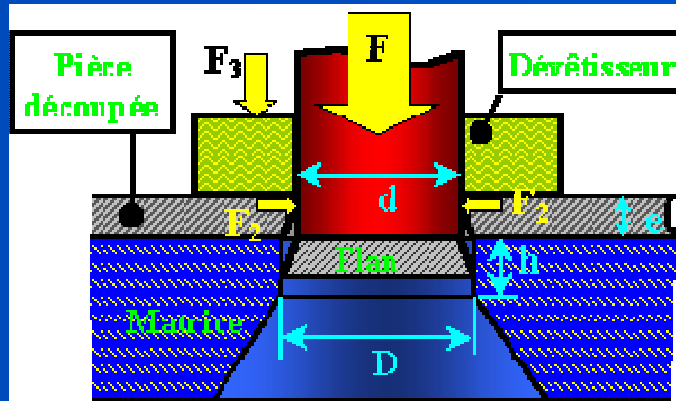
Effort appliqué → déformation plastique localisée

Prélèvements d'échantillons dans les tôles métalliques de faible épaisseur

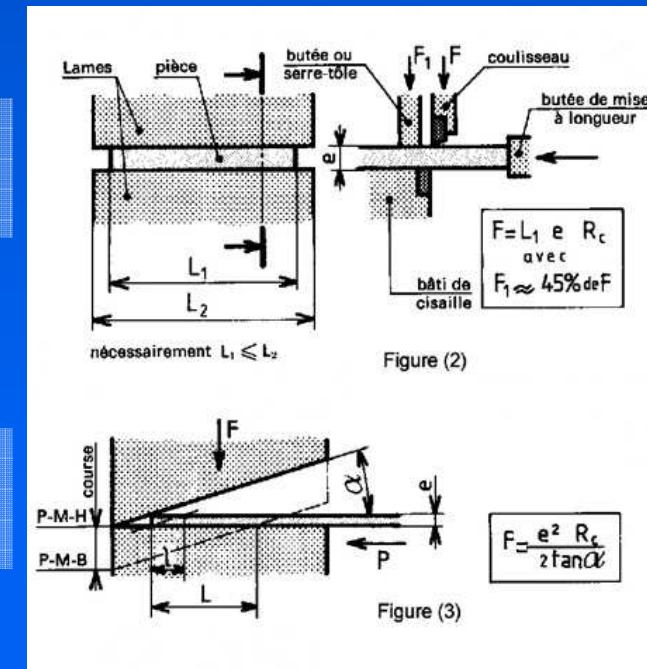


Cisaille à lames parallèles (effort important)

Poinçonnage



Cisaille à lames obliques (zone découpée très déformée)



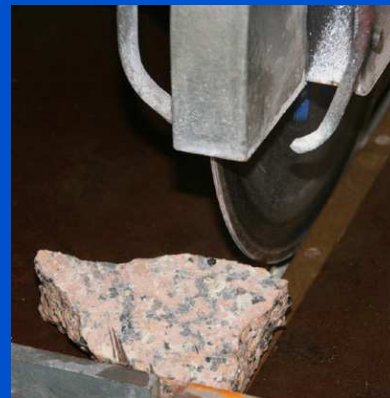
Matériaux très durs : aciers traités, superalliages, ...

→ lames ou scies avec WC

Matériaux durs et/ou fragiles : verres, céramiques, minéraux

→ disques diamantés, ...

Tronçonnage (lame diamantée)

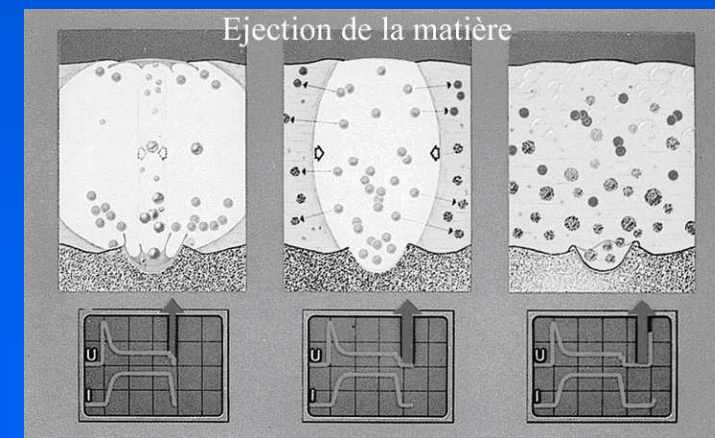
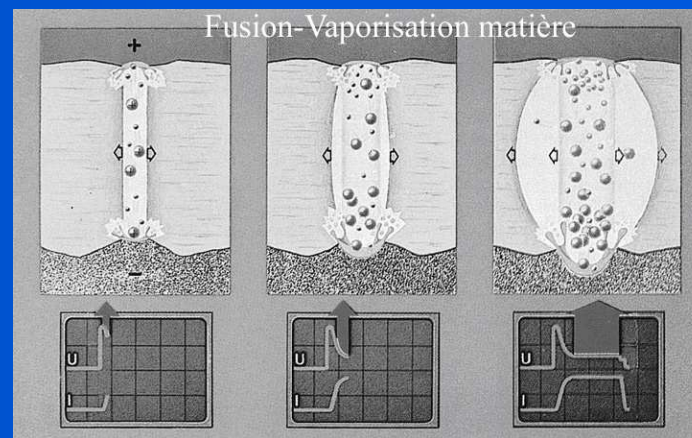
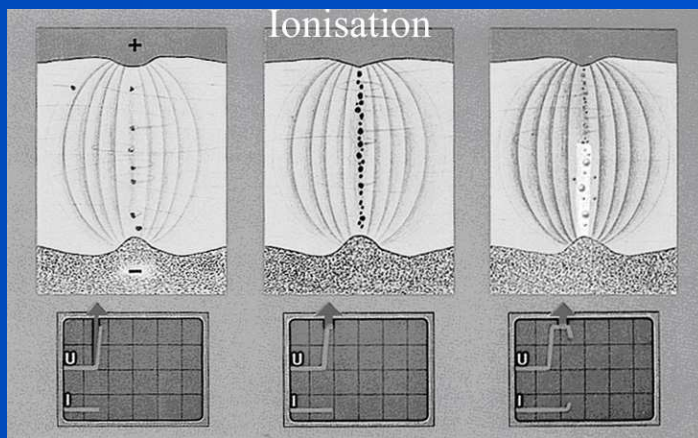
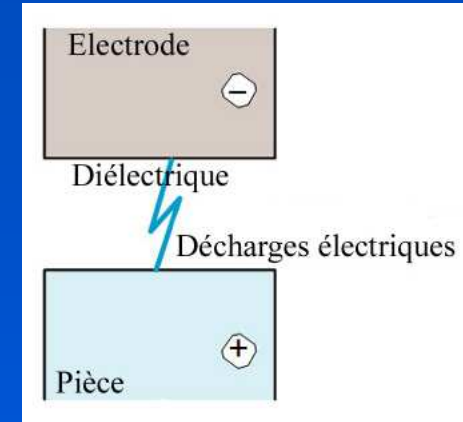


Carottage
(trépan diamanté)



Lubrification nécessaire

- Enlèvement de matière au moyen de décharges électriques
- Tous matériaux conducteurs électriques : alliages métalliques, graphite, carbures, céramiques (semi) conductrices, SC, composites, diamant, ...
- 4 éléments nécessaires : pièce, électrode, diélectrique et électricité



1^{ère} phase : **Initiation de la décharge**
 Champ électrique \nearrow → canal conducteur
 → plasma (3000-12000K)

2^{ème} phase : **Fusion - vaporisation**
 Fusion de matière aux électrodes
 Matière fondue, bulle de gaz

3^{ème} phase : **Ejection de la matière**
 Coupe électrique → implosion bulle
 → Éjection métal fondu

Caractéristiques électriques :

- tension d'amorçage : 80 à 200 V
- intensité décharge : 1 à 20 A
- fréquences : 10^3 à $5 \cdot 10^5$ Hz
- gestion paramètres → régimes

Fluides pour diélectrique :

- hydrocarbures (pétrole, kérosène, ...)
- huile (enfouçage)
- solutions aqueuses
- eau déionisée (fil)

Régimes →

- érosion / unité de temps
- usure électrode
- état de surface
- EDM à fil ou par enfouçage

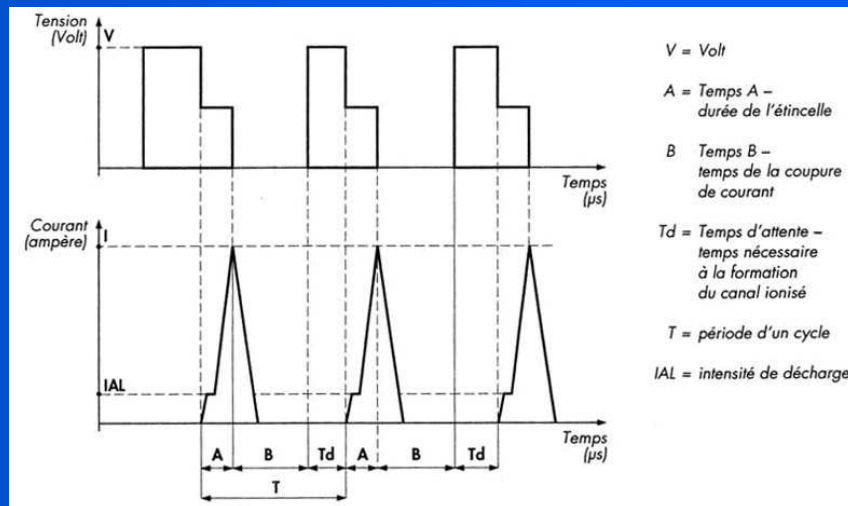
Étincelles courtes de type EDM fil
(source Charmilles technologies)

Matériaux pour électrodes : EDM à fil (tableau)
EDM par enfouçage → W+Cu, graphite

Matériaux pour électrodes fils				
Matériau de fil (1)	Limite élastique (MPa)	Conductivité électrique (%) (Cu=100)	Efficacité au lavage	Applications (2)
Cuivre	450 à 900	100	Pauvre	
Laiton	900 à 1 050	26 à 28	Bonne	Découpe pm Surfaçage Dépouille
Laiton étiré	1 800 à 1 950	26 à 28	Bonne	Découpe pm Haute performance Surfaçage
Alliage Cu-Zn-Al-Ti	2 100 à 2 150	26 à 28	Bonne	Découpe pm Grande précision
Laiton revêtu zinc	1050 à 1950	26 à 28	très bonne	pm, rapide
Âme Cu Env. laiton	1 050	80	Bonne	Découpe pm Rapide
Âme acier, liaison cuivre Env. laiton	2 025	42 à 45	Bonne	Découpe pm Grande précision Rapidité Dépouille
Molybdène	4 200	34	Pauvre	Travail fin Rainures étroites « Angles vifs »
Molybdène graphité	4 200	34	Bonne	Travail fin Rainures étroites « Angles vifs »

(1) Env : enveloppe
(2) pm : pleine matière

Source : Techniques de l'Ingénieur



V	80-200 volts
Td	Env. 1 microseconde
A	0.2 – 2 microsecondes
B	0.2 – 25 microsecondes
IAL	1-20 Ampères
T=A+B+Td	1 – 25 microsecondes

- Découpe de matériaux suffisamment conducteurs
- Découpe de matériaux très durs
- Formes complexes
- Excellente précision (jusqu'à 3 μm)
- Bon état de surface ($R_a \rightarrow$ jusqu'à 0,2 μm)
- Grande épaisseur de découpe en EDM fil (500mm)

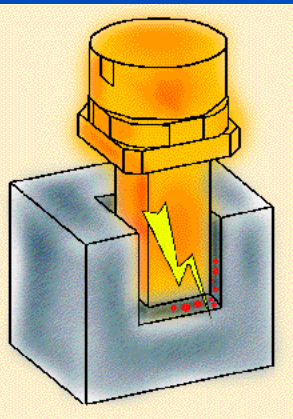
- Procédé plutôt lent
- Pièce unitaire ou petite série
- En concurrence avec d'autres techniques (oxycoupage, plasma, jet d'eau, laser, usinage chimique, ...)
- Zone affectée (contraintes, fissures, ...)

EDM par enfonçage

- Usinage de cavités, borgnes ou non
- Electrode-outil de forme en cuivre ou en graphite
- Diélectrique : pétrole, huile
- Régime à faible usure de l'électrode
- Outil de forme

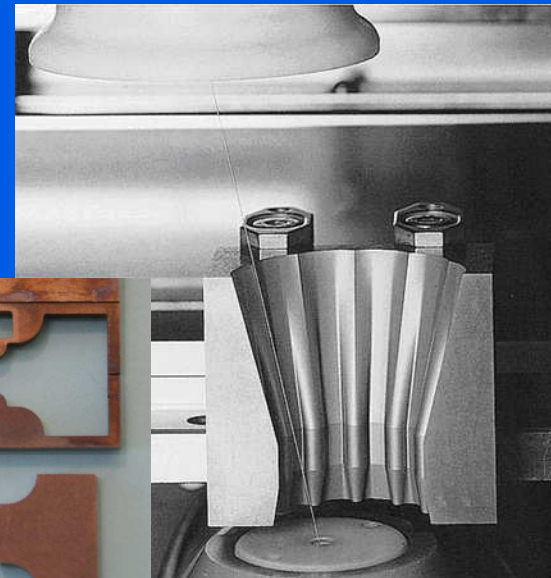
EDM à fil

- Electrode-outil : laiton, laiton recouvert de zinc
- Diélectrique : eau déionisée
- Régime à forte usure de l'électrode



INCONEL 718
HV 475
Rm 1360 MPa

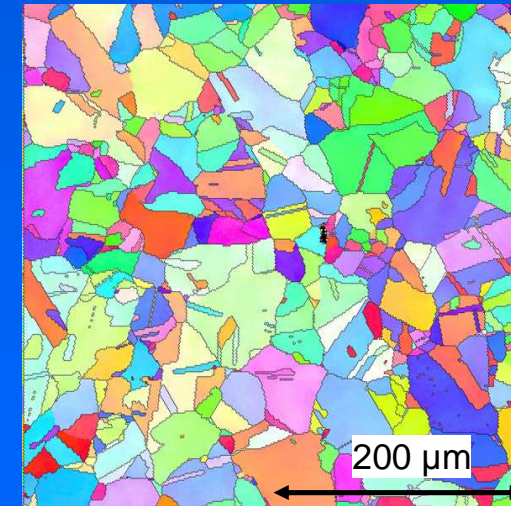
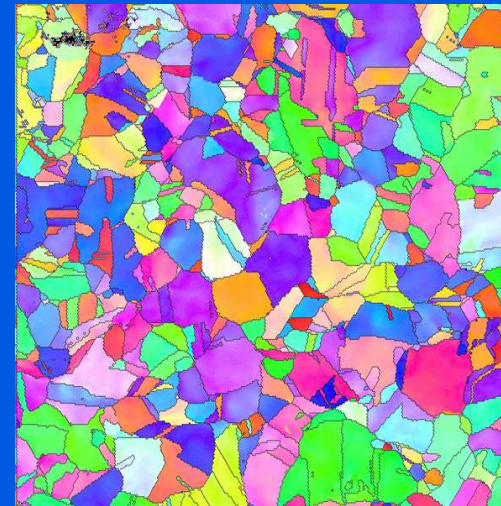
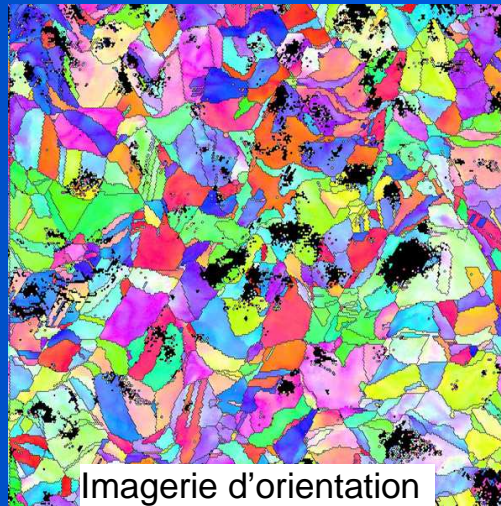
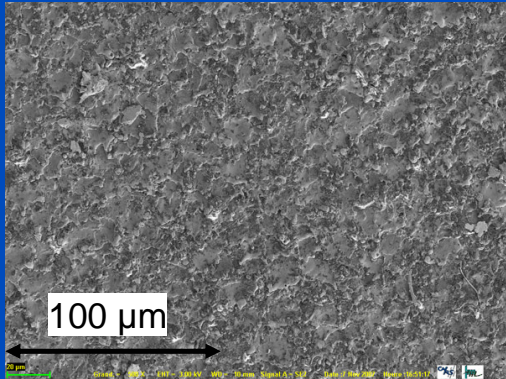
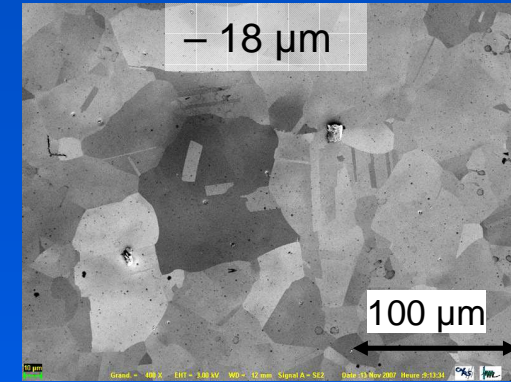
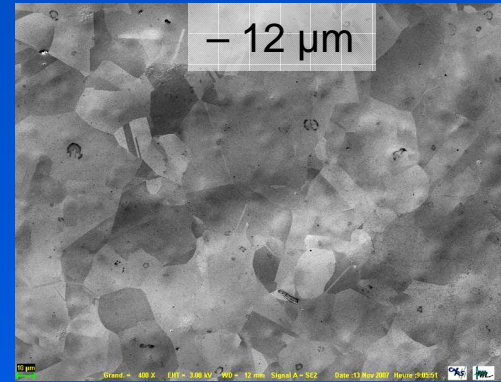
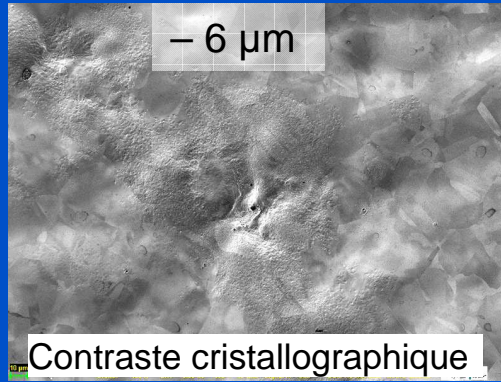
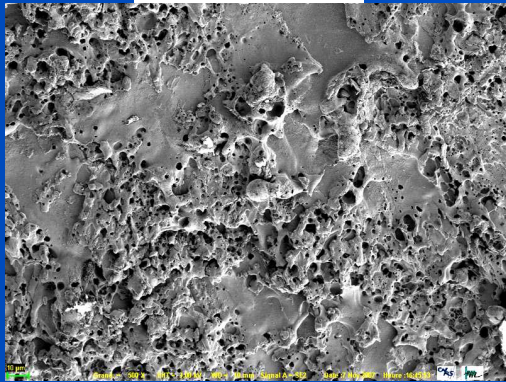
Tungstène
HV 485



Matériau étudié : Nickel
Découpe au fil, ébauche et 3 passes de finition

Séquences de polissage électrolytique
(A2 Struers, U = 21 V, 18 °C)

Ebauche



Finition, 3^{ème} passe
Ra ~ 0,3 μm

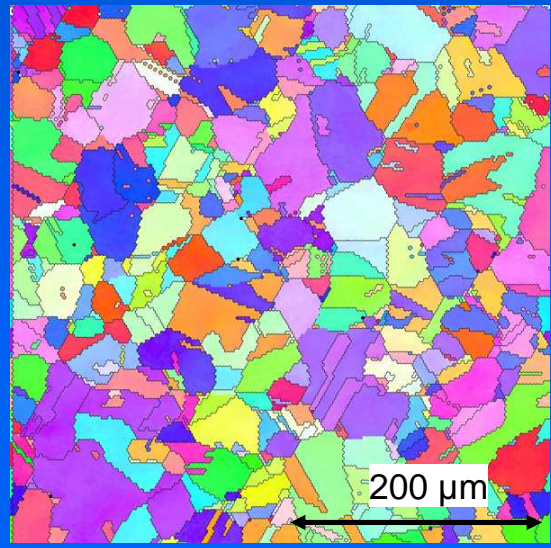
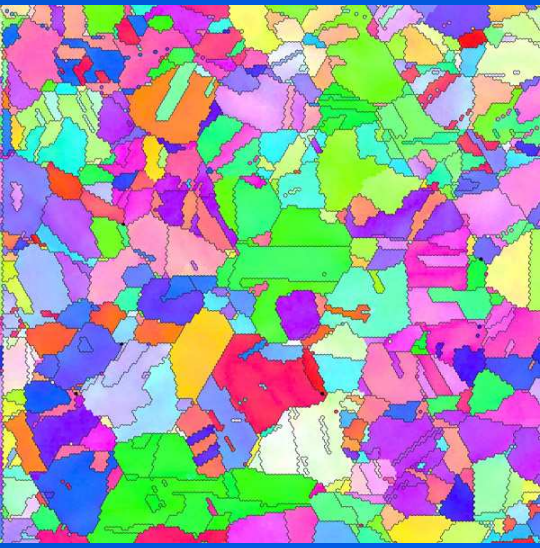
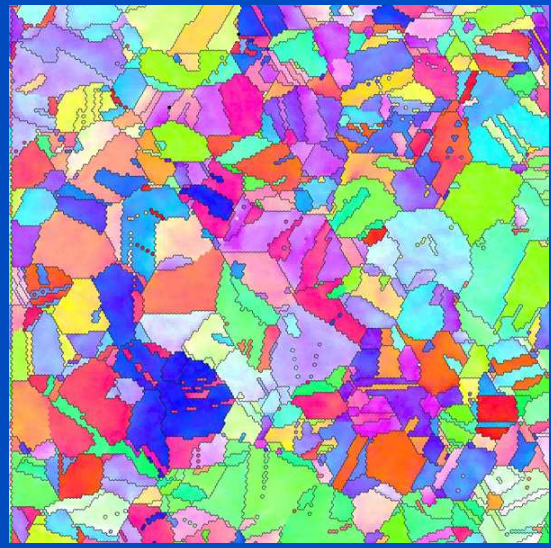
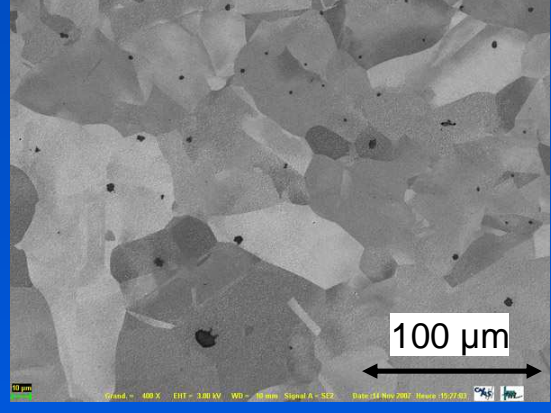
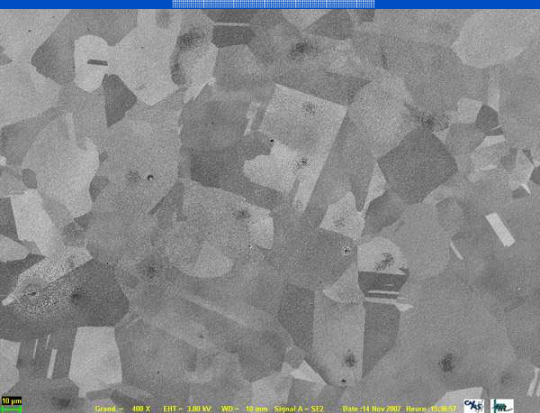
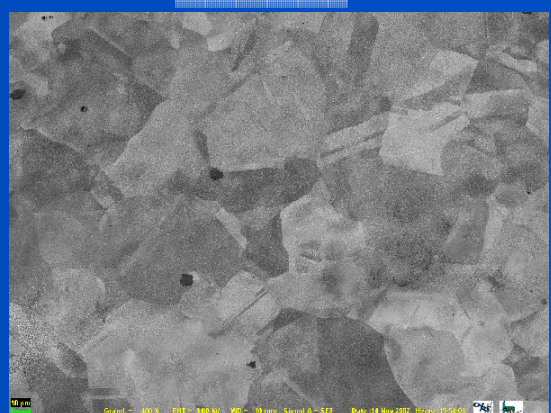
Zone Affectée : ~ 20 μm

Finition (3^{ème} passe), Ra = 0,3 µm

- 5 µm

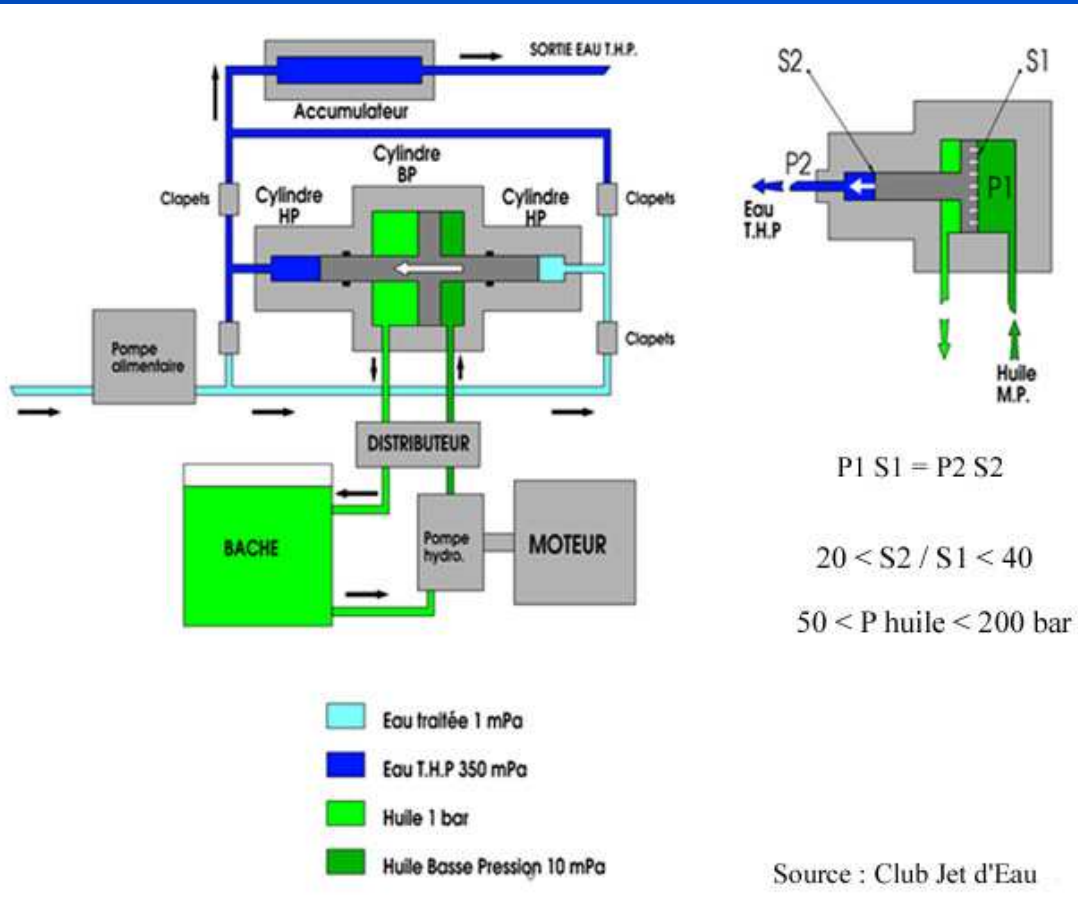
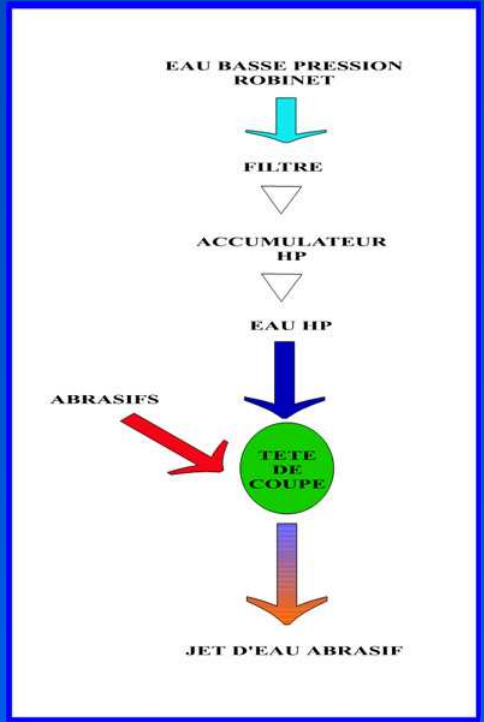
- 12 µm

- 22 µm

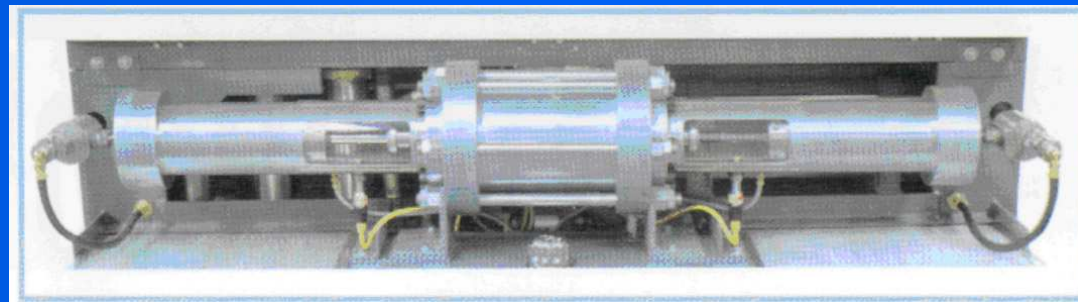


Zone Affectée : ~ 15 µm

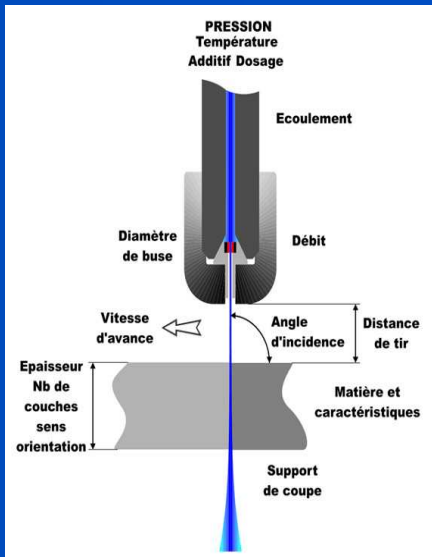
- Projection à grande vitesse (600 à 900 m/s, P jusqu'à 4000 bar)
- Découpe grâce à l'énergie cinétique du fluide (+ abrasifs)
- Découpe à froid par arrachement de matière
- Diamètre du faisceau d'eau : 0,05 (eau pure) à 1 mm (+ abrasifs)



Amplificateur de pression



Eau pure (+ polymères)



Matériaux mous :

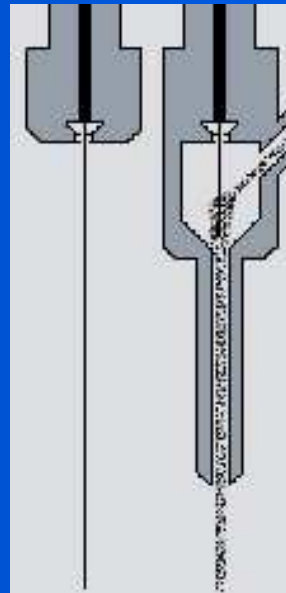
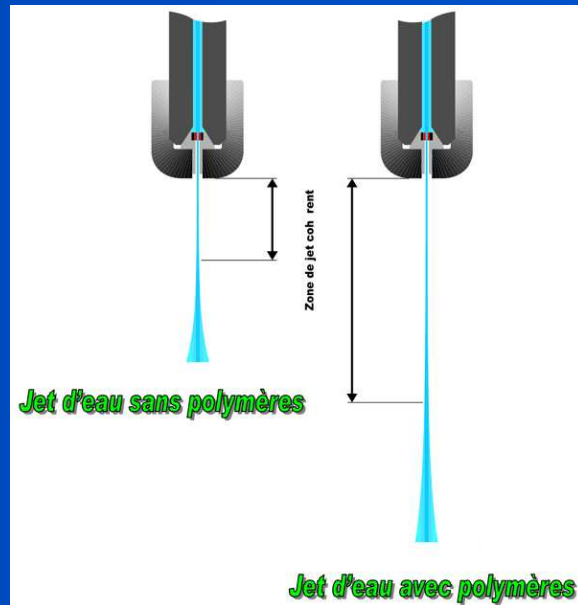
- Textiles, papier, cuir,...
- Produits alimentaires
- Plastiques, caoutchouc,...

Eau pure + abrasifs

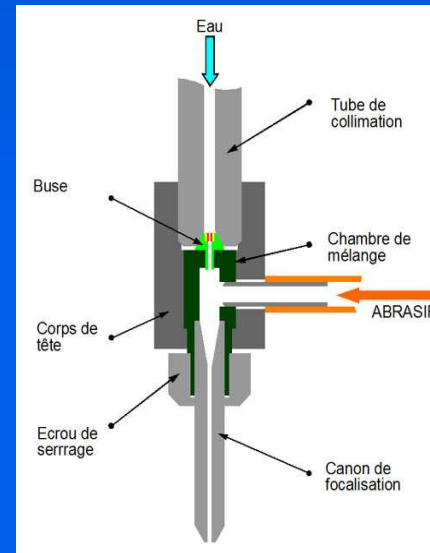
Matériaux durs :

- Céramiques, verres,...
- Métaux et alliages
- Plastiques durs

Tête de découpe (eau + abrasifs)



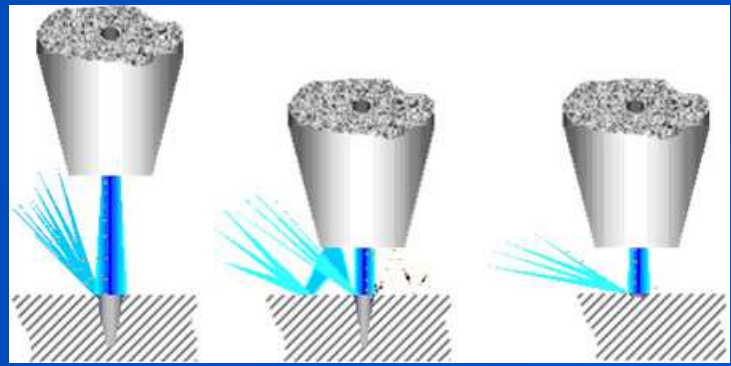
Eau pure + abrasifs



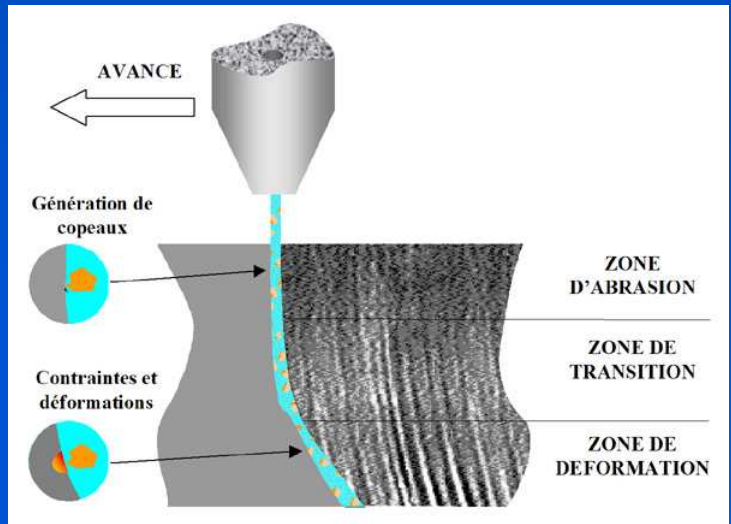
$D \text{ canon} > D \text{ buse}$

Sources : Club Jet d'Eau

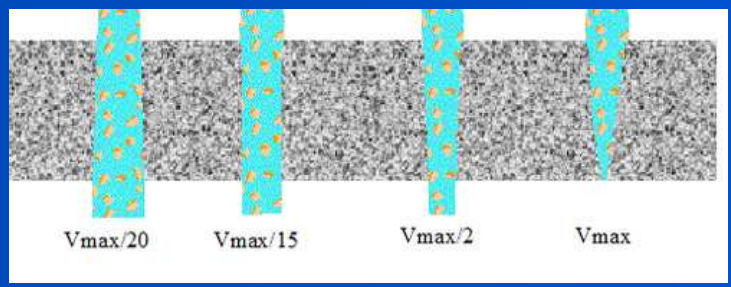
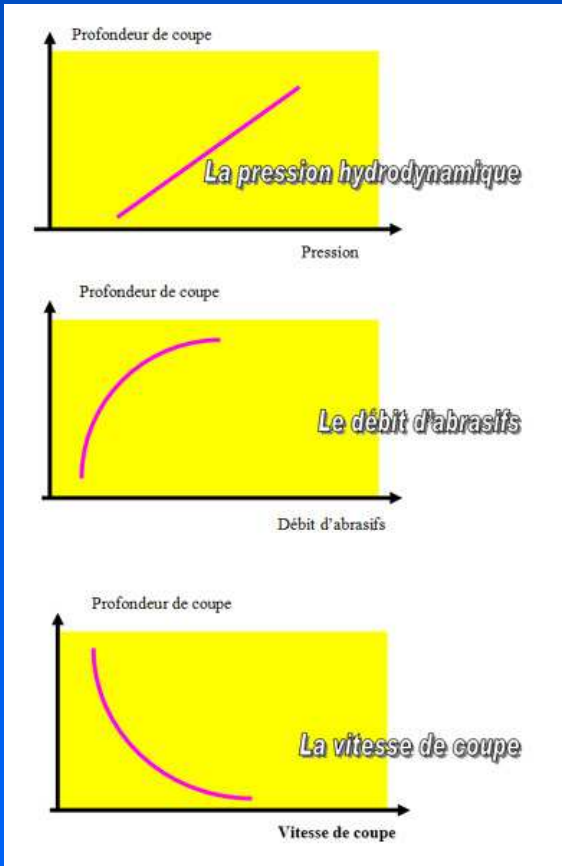
Perçage



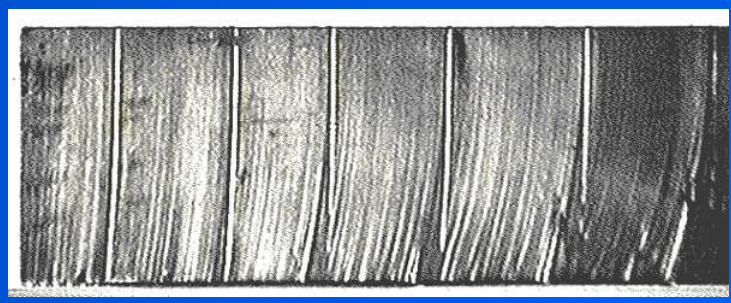
Découpe



Paramètres de coupe



Vitesse d'avance croissante →



Vitesse d'avance croissante →

Sources : Club Jet d'Eau

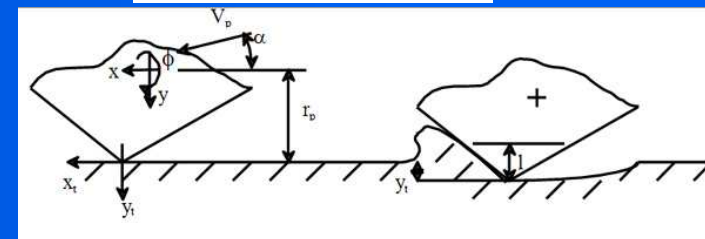
Abrasifs	Composition	Densité	Dureté	
			(Mohs)	(Knoop)
Grenat	Trisilicates d'alumine, magnésie, calcite, oxyde de fer, manganèse, ou oxyde chrome	3,4 à 4,3	7,5	1350
Oxyde d'aluminium	99,5 à 99,9 % d'oxyde d'aluminium pur avec de la silice et des impuretés minérales	3,95 à 4	8-9	2100
Carbure de silicium	Carbure de silicium SiC	3,2	9,15	2500
Particules d'acier	0,85 % de carbone 0,40 % de silicium 0,60 % de manganèse	8,7	-	400-800
Sable de silice	Dioxyde de silicium SiO ₂	2,2 à 2,65	6-7	700
Garnet almandite	SiO ₂ , Al ₂ O ₃ , FeO, MgO, ...	4,1	7,5-8	-
Poudre de verre	-	2,45 à 2,5	5,5	400-600

Granulométrie	
MESH	µm
16	1180
40	425
80	180
120	125
150	100
220	67

Efficacité de coupe

- Forme des grains :
 - ronds → déformation plastique
 - anguleux → efficacité accrue
- Taille des grains optimale : MESH 80 à 150

Processus de coupe



Récupération du jet :

- Air \rightarrow parcours > 2 m, $L_{1m} \sim 120$ dB
- Billes $Al_2O_3 \rightarrow$ parcours ~ 40 cm, $L \sim 80-90$ dB
- Eau \rightarrow parcours ~ 40 cm, $L \sim 70-80$ dB
- Tête de découpe immergée $\rightarrow < 75$ dB

Tête de découpe immergée



Jet d'eau pure (+ polymères)



Jet d'eau pure avec abrasifs

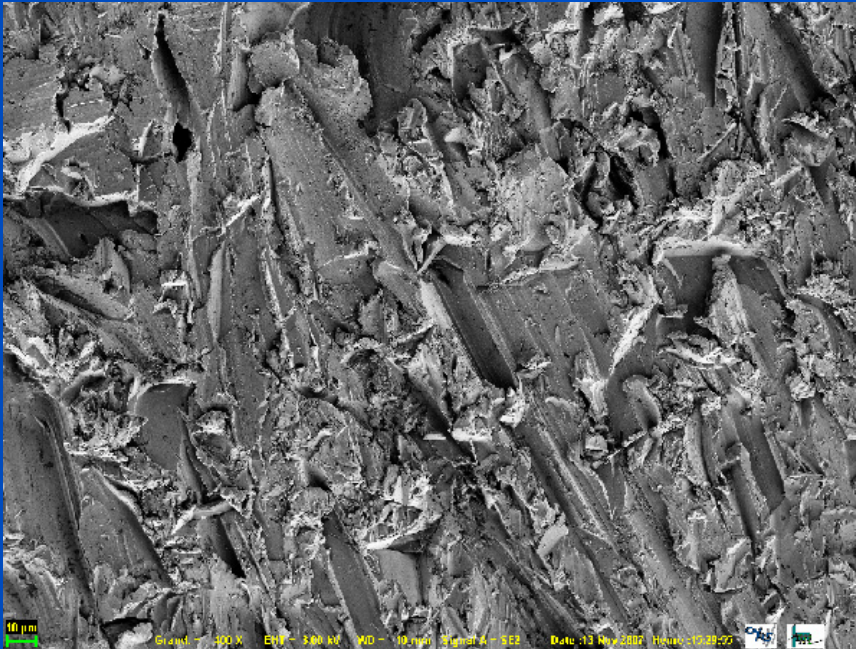


Précision ultime
~ 0,05 mm



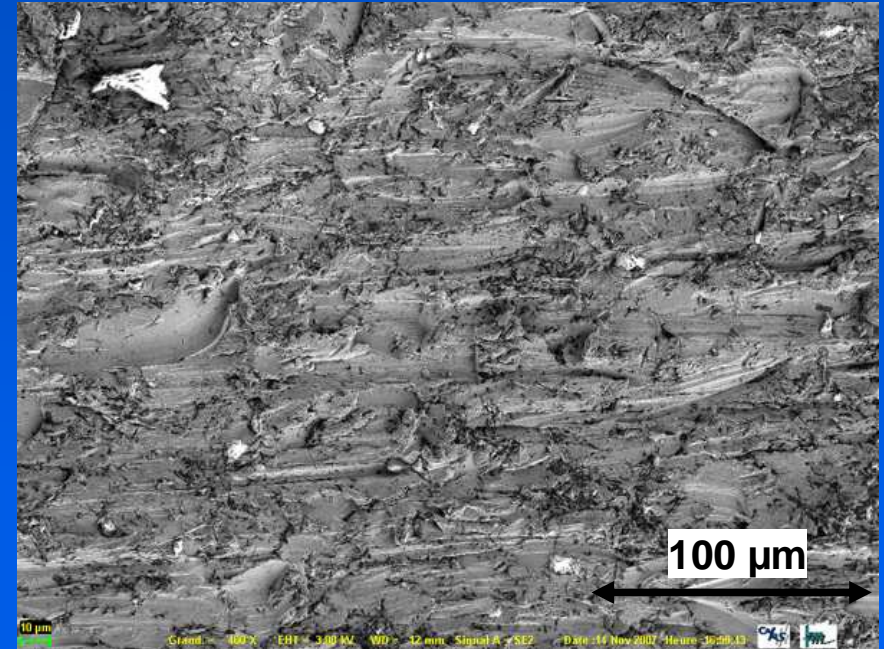
Matériau étudié : Nickel

Découpe industrielle (Actilas Actijet)



Pression : 3000 bar
Abrasif : SiO₂ (MESH 80)
Diamètres : buse 0,25 mm
 canon 0,76 mm
Avance : 100 mm/mn
Débit eau : 6 l/mn

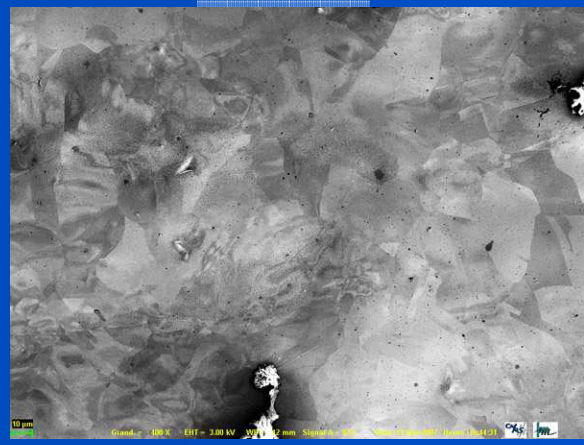
Découpe de précision (CRITT tifu)



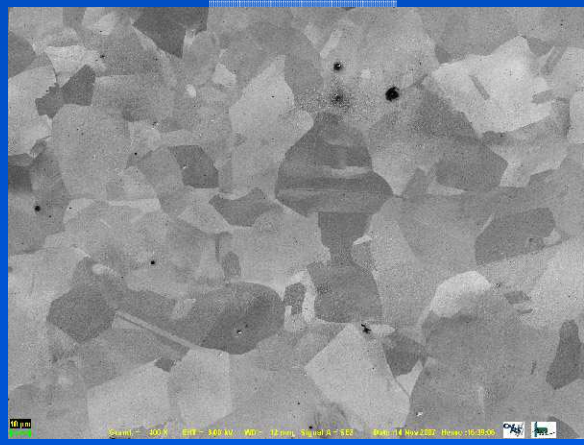
Pression : 3800 bar
Abrasif : grenat (MESH 80)
Diamètres : buse 0,25 mm
 canon 0,80 mm
Avance : 50 mm/mn
Débit d'eau : 7 l/mn

Matériau étudié : Nickel
Découpe de précision (CRITT tjfu)

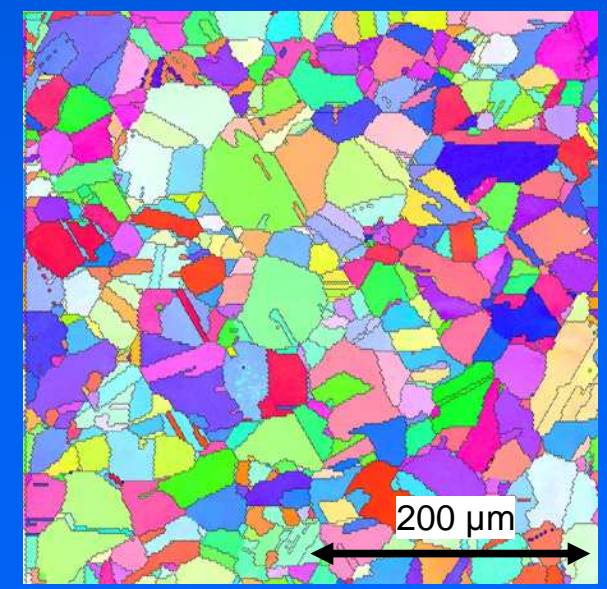
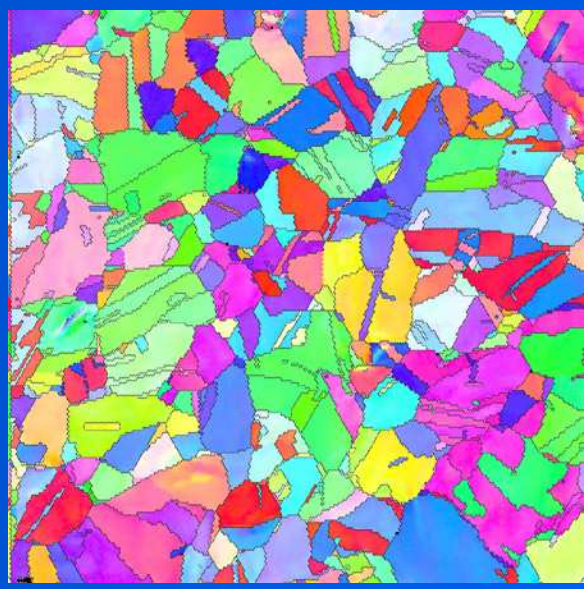
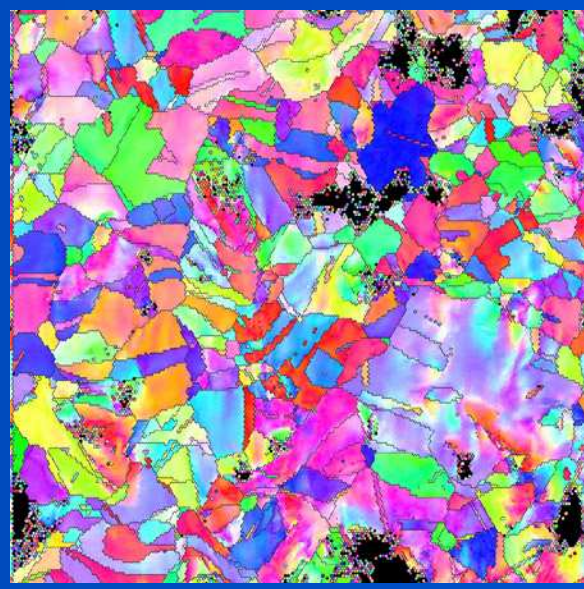
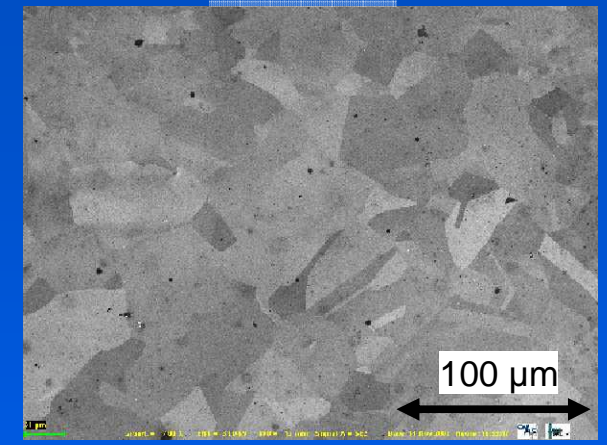
- 8 µm



- 16 µm



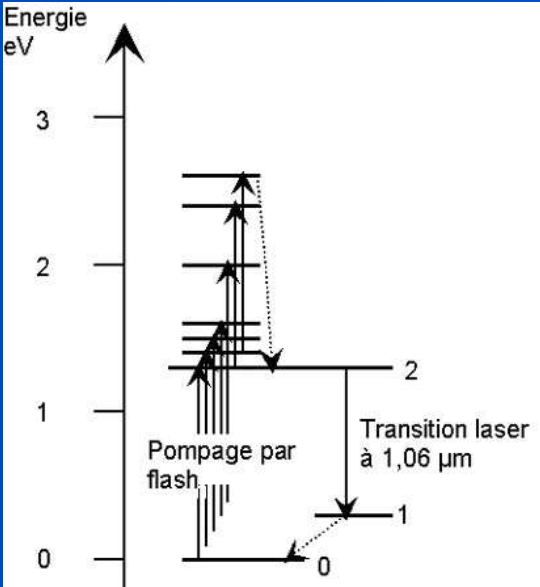
- 25 µm



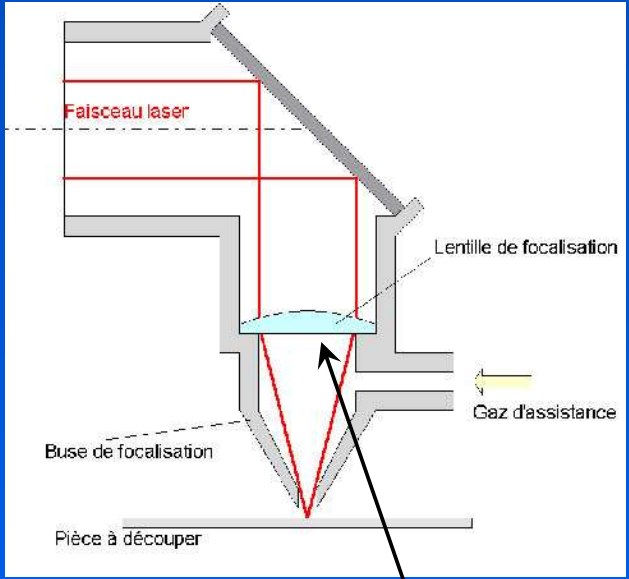
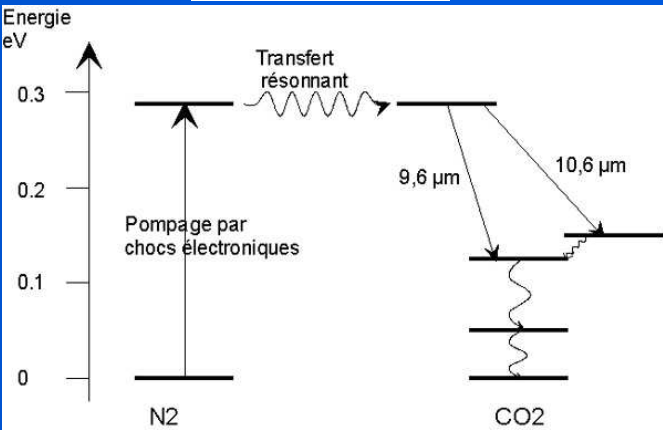
Zone Affectée : ~ 20 µm

- Laser CO2 ou YAG (grenat $Y_3Al_5O_{12}$ dopé Nd)
- Absorption des photons par le matériau
- Découpe par fusion du matériau
- Gaz d'assistance

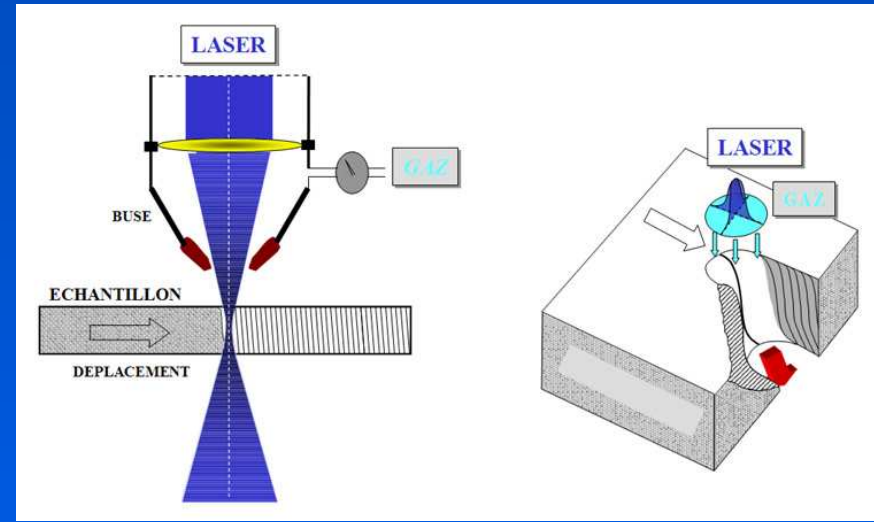
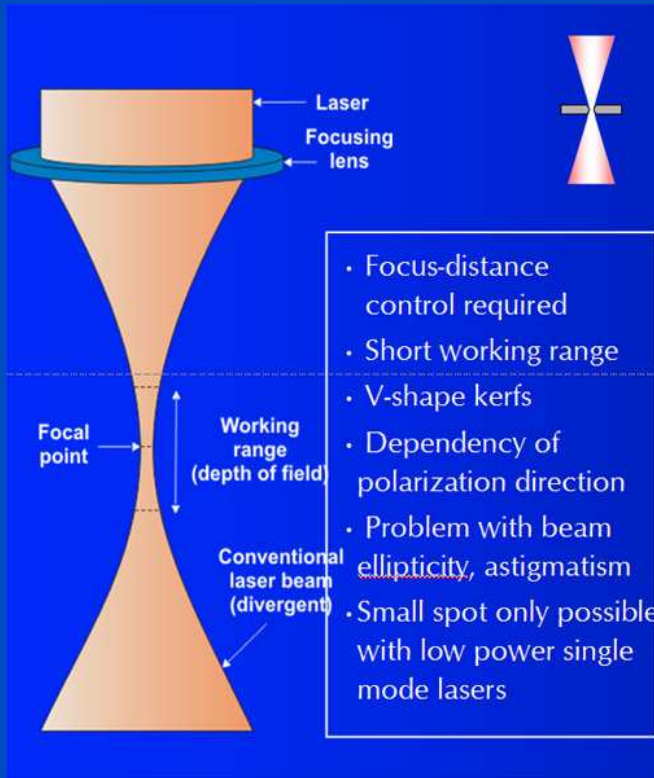
Laser YAG (pulsé)



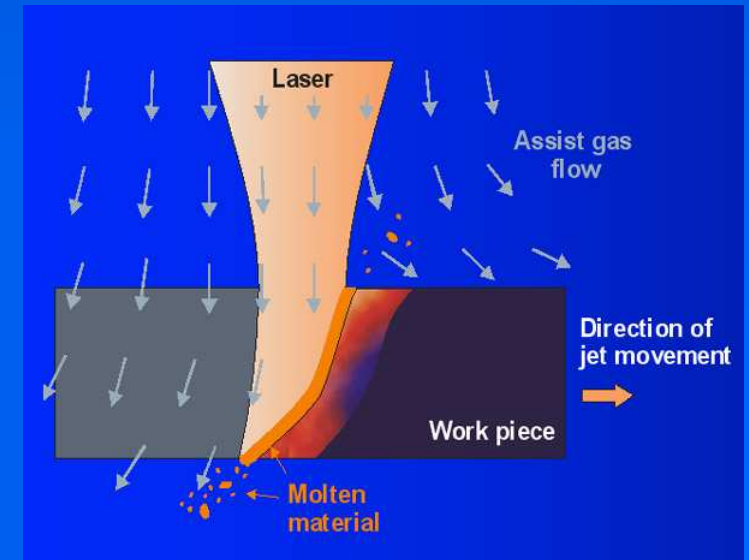
Laser CO2



Laser CO₂
Lentille non conventionnelle
(Ge, Zn-Se ou miroir)



- Vitesse de coupe élevée
- Zone affectée relativement limitée
- Epaisseur de coupe limitée
 CO₂ → ~ 25 mm
 YAG → quelques mm
- Problèmes de réflexion pour certains matériaux
 CO₂ → Cu, Al, ...
- Précision → > 0,05 mm



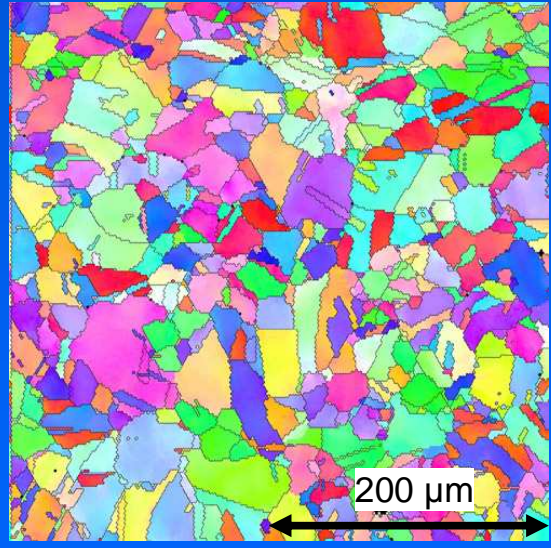
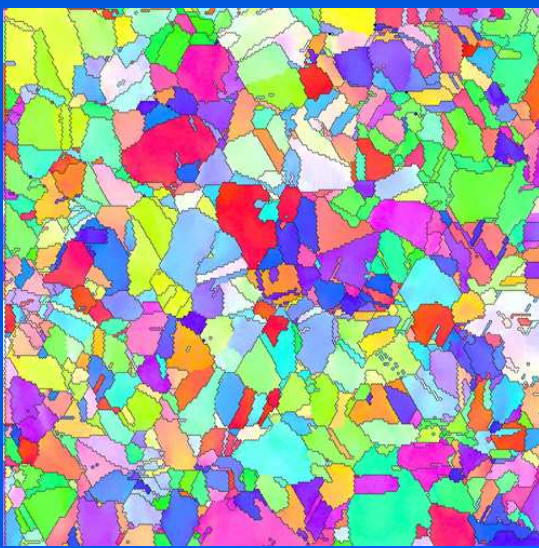
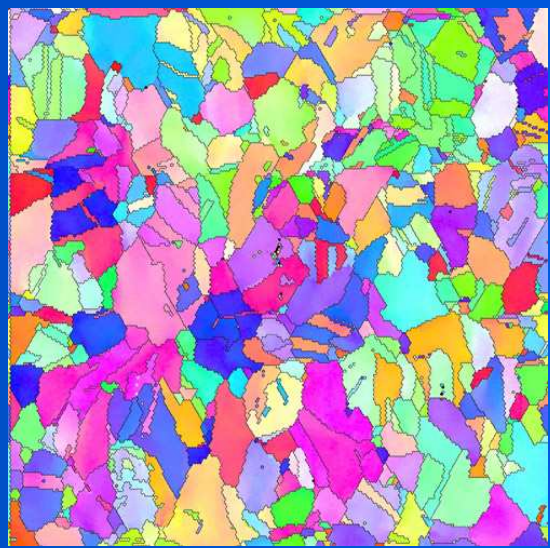
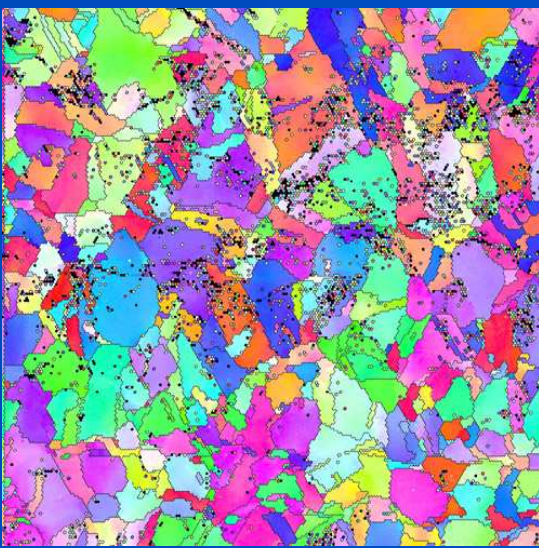
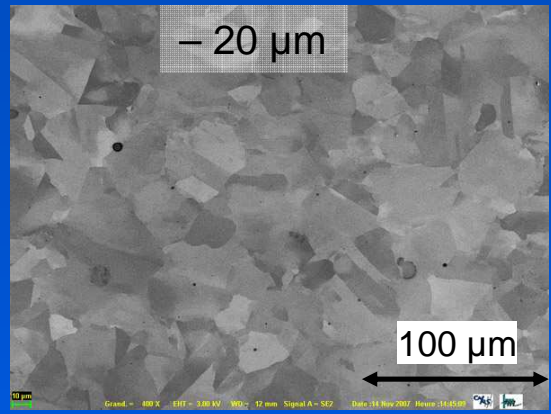
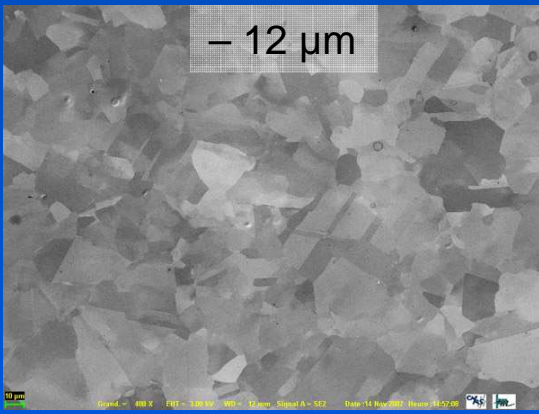
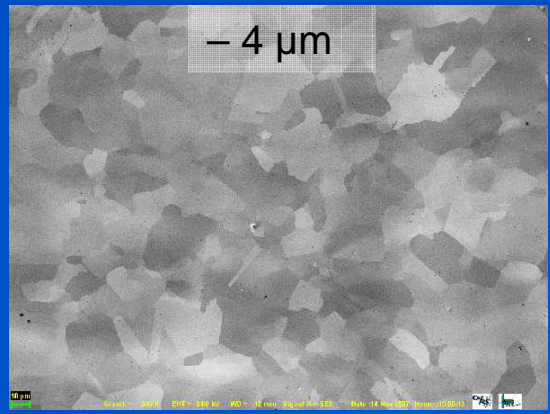
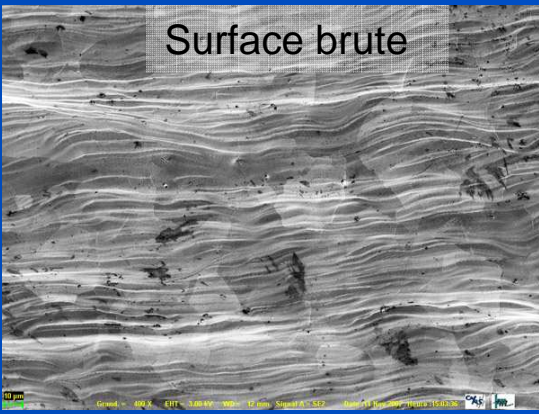
Documents SYNOVA

- Tôlerie (0,8 à 10 mm)
- Confection (tissus, cuir, habillement automobile, ...)
- Automobile (tableau de bord, calandres)
- Aéronautique
- Instruments de précision, horlogerie



Matériau étudié : **Nickel** (e = 3 mm)
Laser CO₂ (5 kW) – Société Actilas Actijet

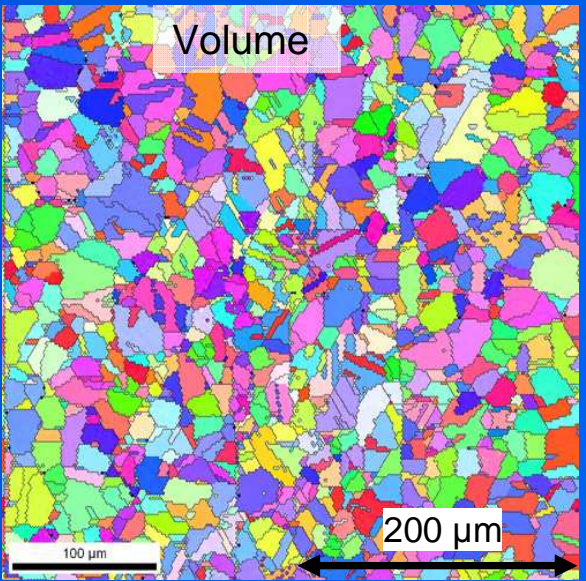
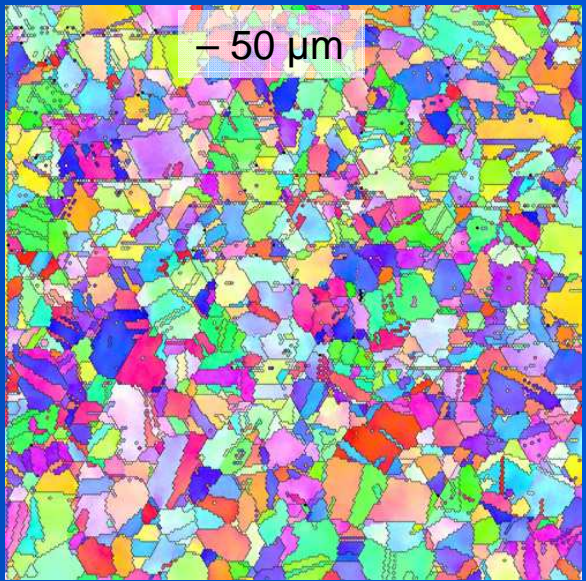
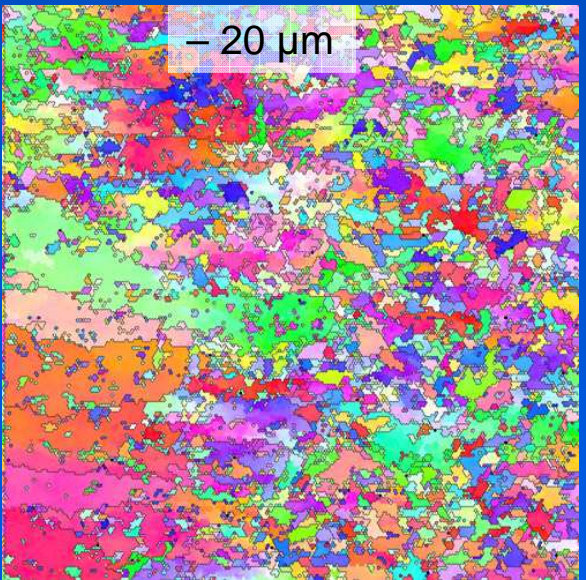
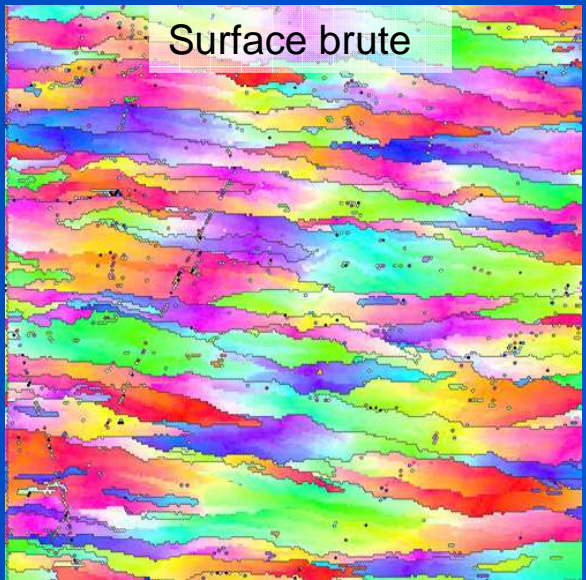
Gaz : azote (P = 20 bar) ; avance : 5 m/mn



Zone Affectée : ≥ 25 μm

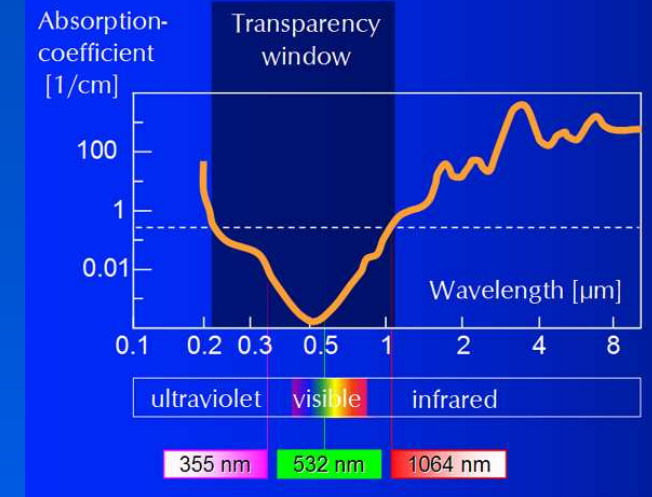
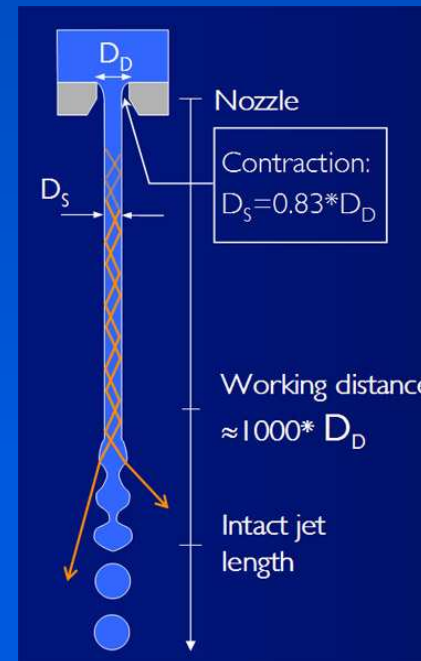
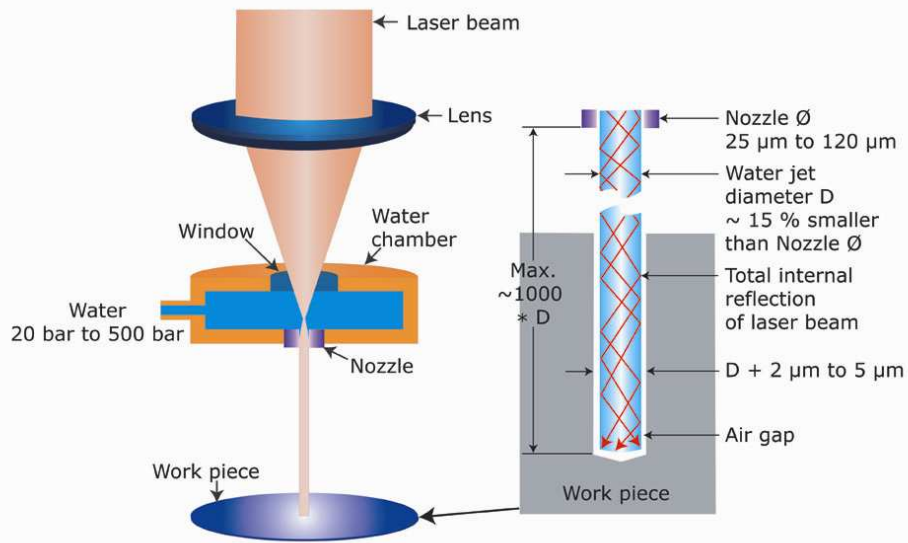
Matériau étudié : **Acier inox** (e = 5 mm)
Laser CO₂ (5 kW) – Société Actilas Actijet

Gaz : azote (P = 20 bar) ; avance : 1 m/mn



Zone Affectée : > 50 μm

- Développé par la société SYNOVA
Laser MicroJet® Technology

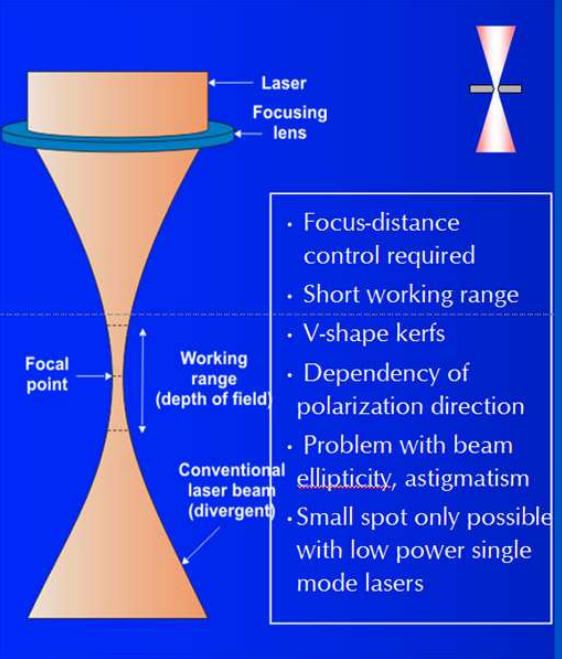


Bonne transmission
du faisceau à travers
une fenêtre optique

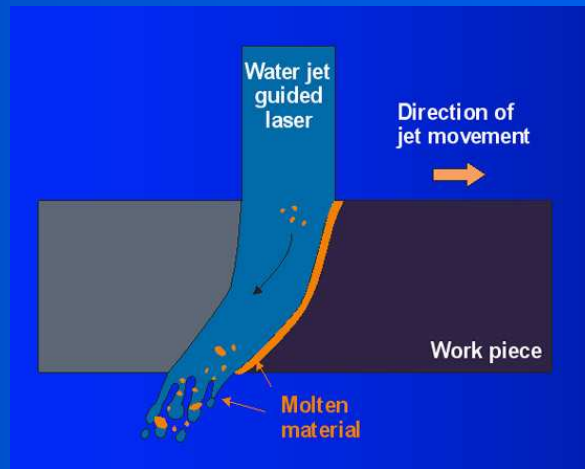
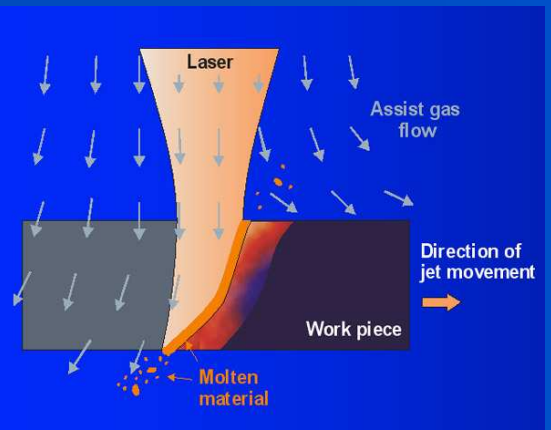
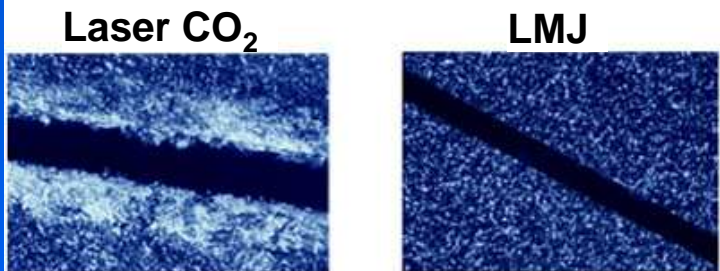
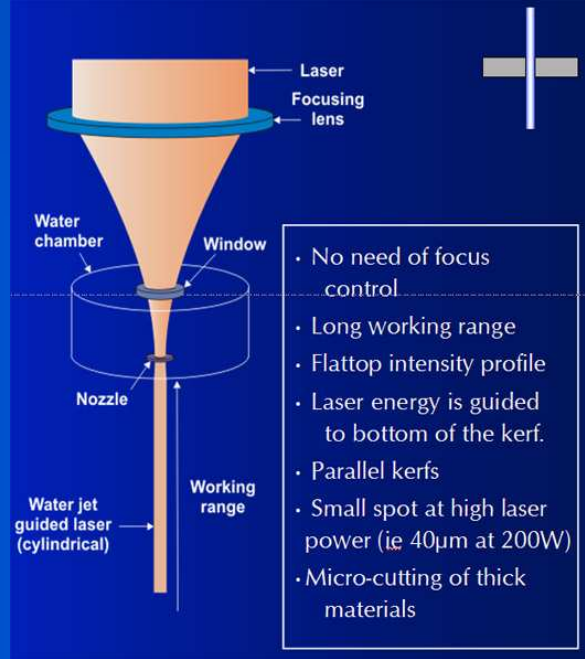
- Guidage du faisceau laser
- Ejection des produits fondus
- Refroidissement de la pièce
- Pas de contrôle de distance de focalisation
- Micro usinage de matériaux épais (jusqu'à 5 mm)
- Découpe à bords parallèles
- Grande précision (quelques µm)

Documents SYNOVA

Laser CO₂



LMJ



Documents SYNOVA

- Industrie des semi-conducteurs (découpe des bords de wafers, de puces, ...)
- Industrie électronique (masques pour écrans plats, pour application de pâte à souder, ...)
- Découpe de stents médicaux
- Découpe de pièces pour outils d'usinage (nitrure de bore ou diamant synthétique sur substrat en WC)
- Etc.

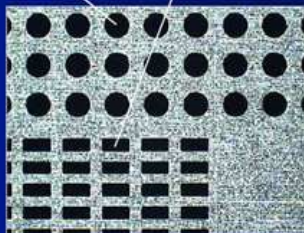
Masques



Diamètre des trous: 100 μm
Épaisseur: 50 μm
Vitesse: 30 000 / heure

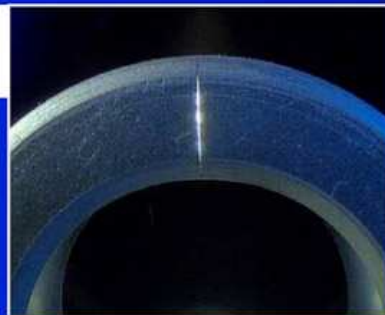


Rectangles 100 x 300 μm
Épaisseur: 50 μm
Vitesse: 20 000 / heure



ratio 1.5:1 ratio 0.8:1
Trous 225 μm
Rectangles 120 x 150 μm
Épaisseur: 150 μm

10x5x5 mm
toroidal core



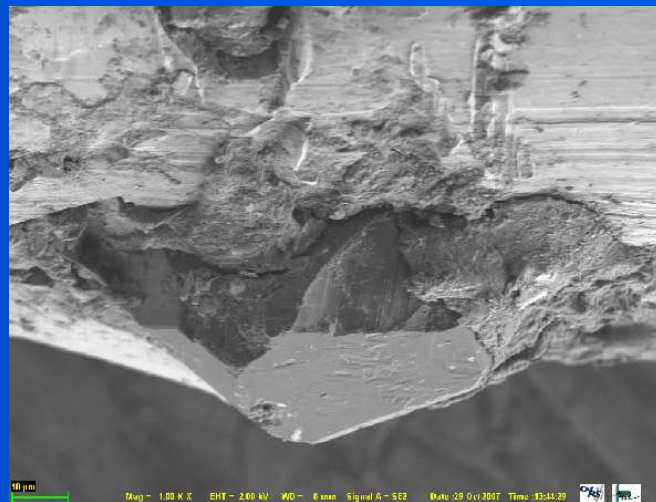
Documents SYNOVA

- Abrasion mécanique par enlèvement de copeaux
- Grains d'abrasifs : diamant ou carbures
- Disque : → métal, abrasif en pourtour (matériaux ductiles)
→ bakélite, abrasif dans la masse (matériaux durs)
- Fil diamanté : → animé d'un mouvement de va et vient
→ coupe d'échantillons très fragiles
- Pression sur l'objet : poids ou avance mécanique
- Lubrification nécessaire

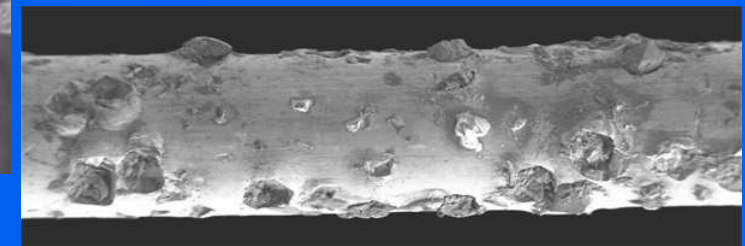
Scie à fil diamanté

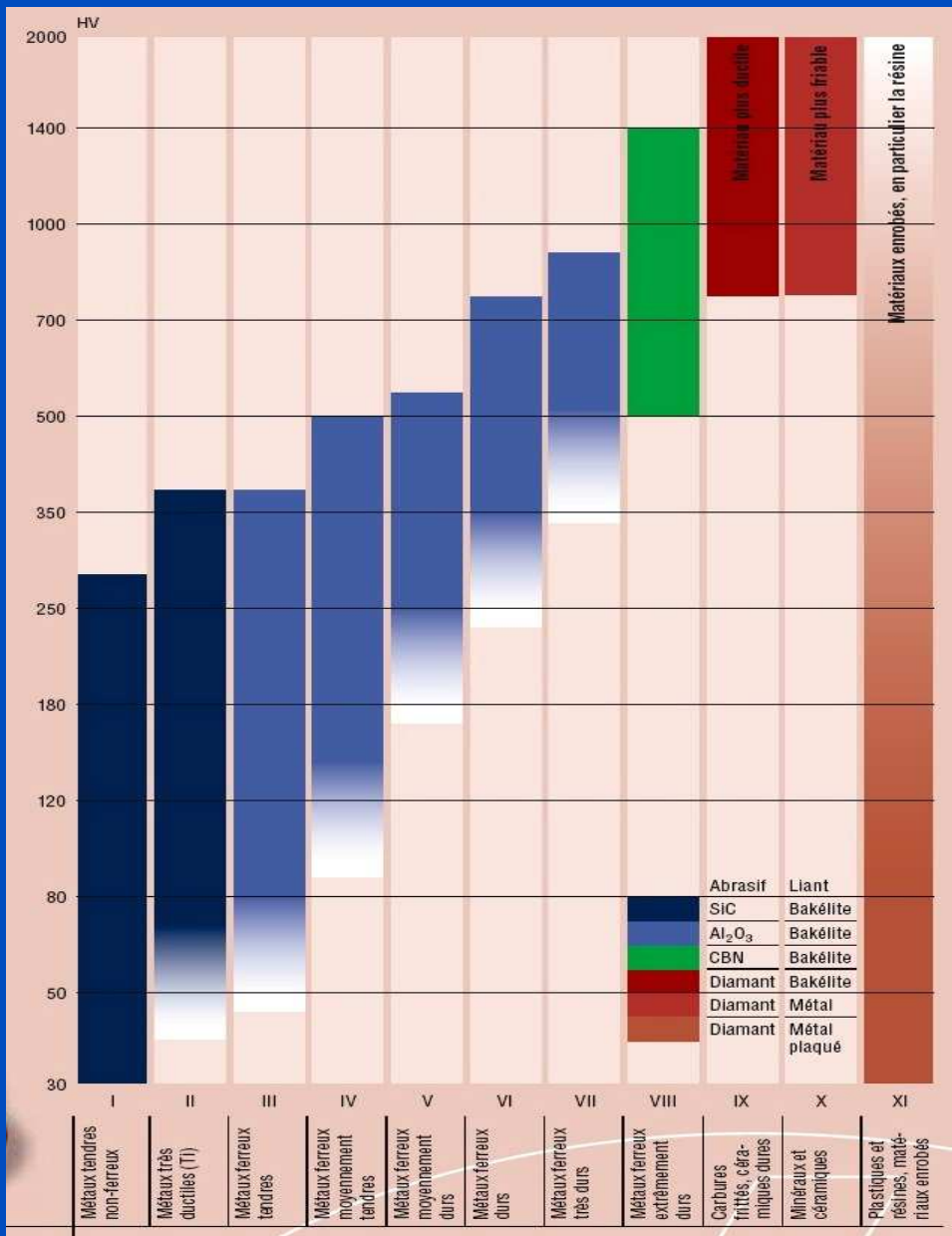


Tronçonneuse de précision



- Fil standard en acier
diamètre 0,3 mm
grains diamant (60 µm)





Source : STRUERS

Diamètre de fil (mm)	Taille de grain (µm)
0,30	60 et 40
0,22	40
0,17	30
0,13	20
0,10	10
+ Hors standard	

Source : ESCIL

Les procédés de découpe fine

La découpe au fil diamanté Résultats

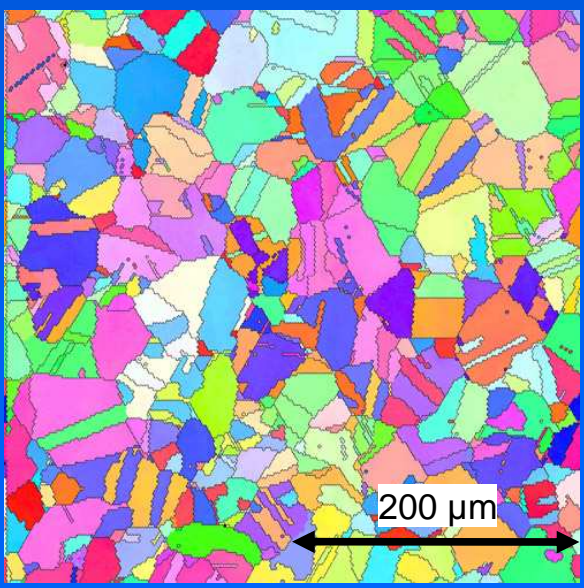
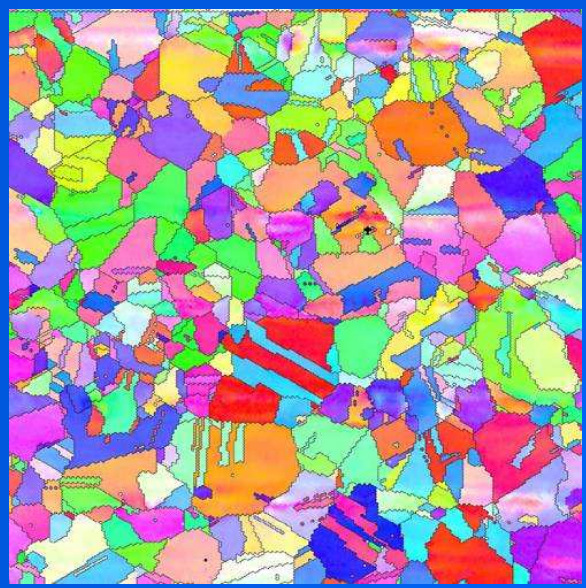
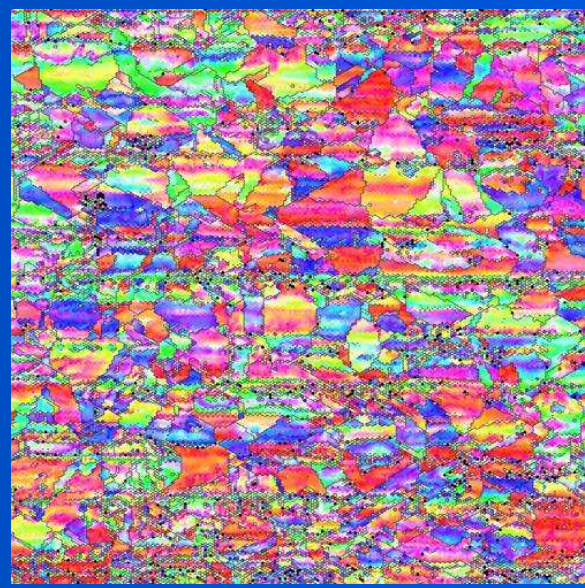
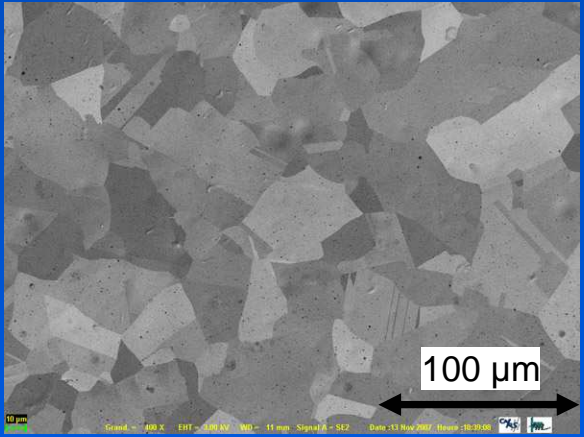
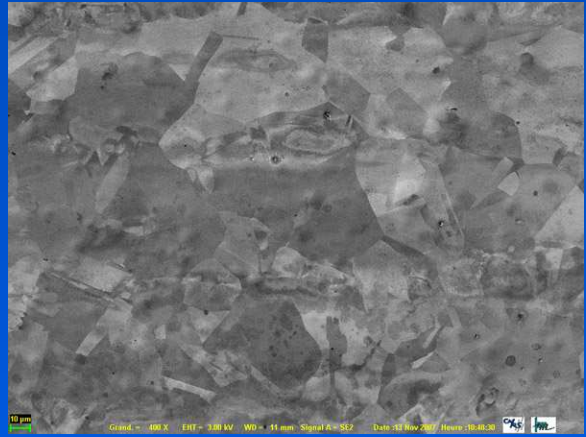
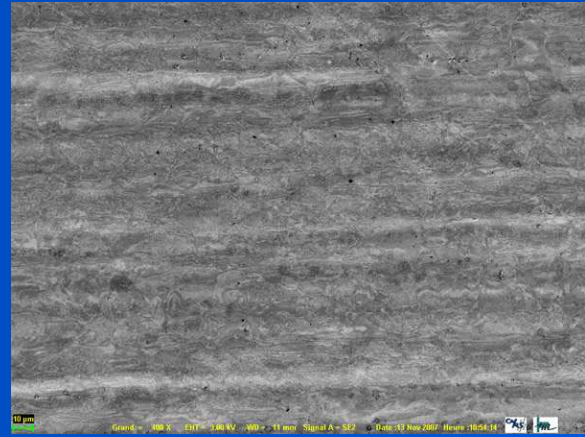
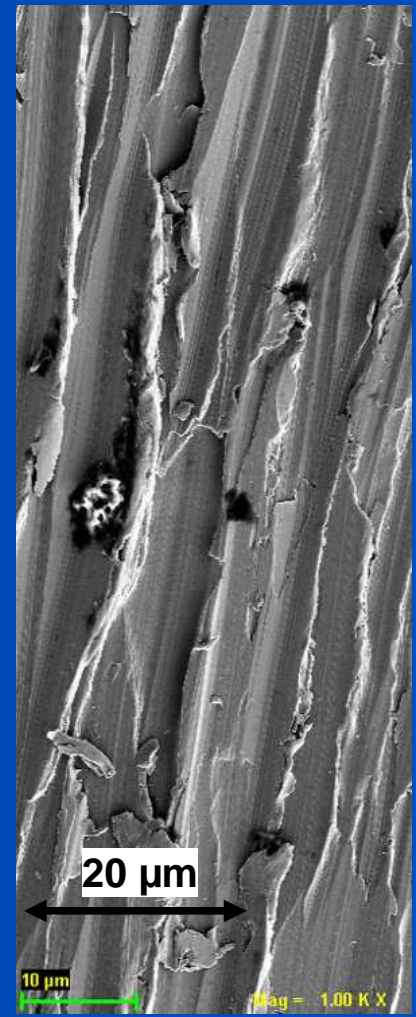
Matériau étudié : **Nickel**

Fil standard
(0,3 mm, 60 µm)

- 3 µm

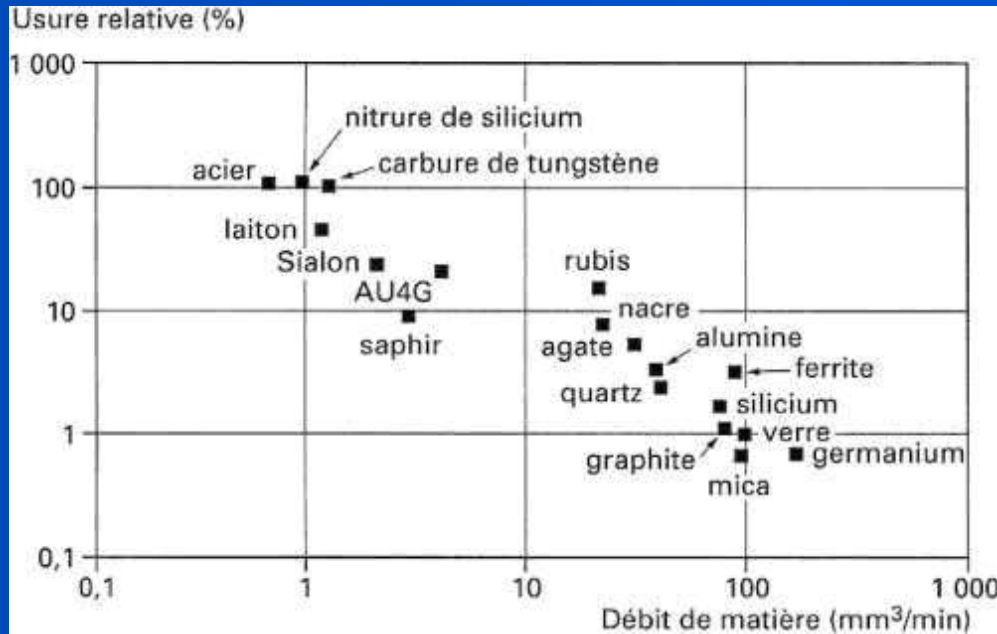
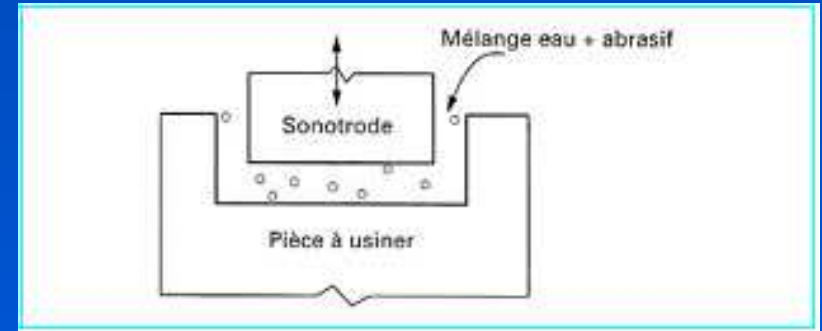
- 10 µm

- 20 µm



Zone Affectée : ~ 15 µm

- Vibrations de l'outil – sonotrode, $f = 20$ kHz ou plus
- Projection des particules abrasives sur la pièce :
 - usinage par action mécanique
 - usinage par érosion de cavitation
- Meilleure efficacité pour les matériaux très durs et/ou fragiles : verre, graphite, Si, Ge, quartz, ...



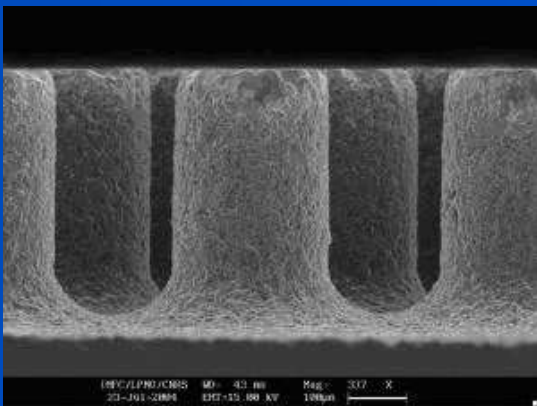
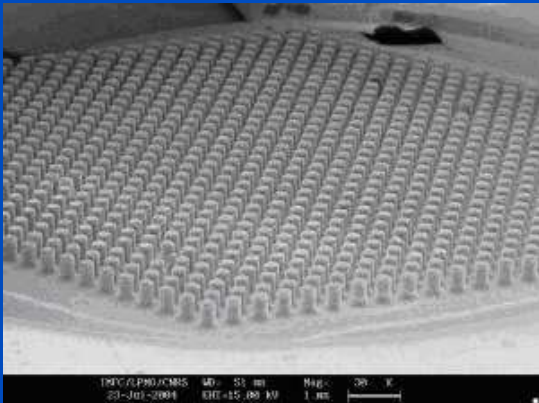
Usinabilité et usure du sonotrode en fonction de la nature de la pièce

Sources : Techniques de l'Ingénieur



Doc. : Institut FEMTO-ST

- Usinage par reproduction de forme :
 - trous, carottage pour prélèvement de lames minces, ...
- Usinage sur de faibles profondeurs
- Vitesse d'érosion relativement lente (\sim mm/mn pour le verre)



PZT
document FEMTO-ST



Graphite
Techniques de l'Ingénieur

Autre source :
Livre TemSamPrep

Guide de préparation des échantillons pour la
microscopie électronique en transmission
Publications de l'Université de Saint-Etienne

Techniques pas abordées :

- Plasma et oxycoupage
- Usinage chimique : voir l'article du même nom dans les Techniques de l'Ingénieur
- Usinage électrochimique : voir l'article du même nom dans les T. I.
- La découpe au FIB
- L'ultramicrotomie pour matériaux durs

	Fil diamanté	Electroérosion (fil)	Jet d'eau (précision)	Laser CO ₂	Laser YAG (LMJ)
Précision (mm)	> 0,1	< 0,01	0,05	> 0,1	< 0,01
Vitesse	Très faible	faible	moyenne	grande	moyenne
Zone affectée sur Ni (µm)	faible (~ 15)	faible (~ 20)	faible (~ 20)	Moyenne (> 25)	Faible ?
Zone affectée sur Inox				> 50	
Matériaux	tous	conducteurs	tous	des impossibilités	des impossibilités
Corps creux	oui	oui	non	?	oui ?
Epaisseur (mm)	<100	< 500	< 200	< 25	< 5
Coût	Modéré ?	base = 1	0,5 à 1	< 0,5 ?	?
Contrôle	Non (coupe droite)	CNC	CNC	CNC	CNC

Merci pour votre attention