



HAL
open science

Usinage par micro-électroérosion : études et analyses physico-chimiques des paramètres expérimentaux et apport de l'électrochimie sur l'état de surface

Asmae Tafraouti

► **To cite this version:**

Asmae Tafraouti. Usinage par micro-électroérosion : études et analyses physico-chimiques des paramètres expérimentaux et apport de l'électrochimie sur l'état de surface. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Université Claude Bernard - Lyon I, 2022. Français. NNT : 2022LYO10230 . tel-04033075

HAL Id: tel-04033075

<https://theses.hal.science/tel-04033075>

Submitted on 16 Mar 2023

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



THÈSE de DOCTORAT DE
L'UNIVERSITÉ CLAUDE BERNARD LYON 1

École Doctorale EEA ED160
Électronique, Électrotechnique et Automatique

Discipline: Électronique, Micro et Nanoélectronique, Optique et Laser

Soutenue publiquement le 12/12/2022, par:

Asmae TAFRAOUTI

Usinage par micro-électroérosion : Études et analyses
physico-chimiques des paramètres expérimentaux
et apport de l'électrochimie sur l'état de surface

Devant le jury composé, de:

FERRIGNO Rosaria, Professeure, Université Lyon 1	Présidente
BONIFACI Nelly, Chercheuse CNRS HDR, Université Grenoble Alpes	Rapporteuse
ROCCA Emmanuel, Maître de conférences HDR, Université de Lorraine	Rapporteur
ABOUCHI Nacer, Professeur, CPE Lyon	Examineur
GONDRAN Chantal, Professeure, Université Grenoble Alpes	Examinatrice
TEMPLE-BOYER Pierre, Directeur de recherche CNRS, Université de Toulouse	Examineur
KLEIMANN Pascal, Maître de conférence HDR, Université Lyon 1	Directeur de thèse
LAYOUNI Yasmina, Enseignante-chercheuse, CPE Lyon	Co-directrice de thèse
CANUT Bruno, Maître de conférence HDR, Université Lyon 1	Invité

UNIVERSITÉ CLAUDE BERNARD - LYON 1

Président de l'Université	M. Frédéric FLEURY
Directeur Général des Services	M. Pierre ROLLAND
Directeur Général Adjoint Finances	M. Oiasfi CHAABNIA
Directeur Général Adjoint Secteur Santé	Mme. Fabienne DUREUIL
Directeur Général Adjoint des Ressources Humaines	M. Frédérique WOLFF
Agent comptable	M. Jean-François KAPPS
Directrice de la communication	Mme. Béatrice DIAS
Fonctionnaire Sécurité Défense	M. Stéphane THEFO
Conseillère de prévention	Mme. Delphine BOURGOIS

COMPOSANTES ET DÉPARTEMENTS DE SCIENCES ET TECHNOLOGIE

UFR Biosciences	Mme. Kathrin GIESELER
UFR Faculté des Sciences	M. Bruno ANDRIOLETTI
Département Génie Electrique et des procédés (GEP)	Mme. Rosaria FERRIGNO
Département Informatique	M. Behzad SHARIAT
Département Mécanique	M. Marc BUFFAT
UFR des Sciences et Techniques des Activités Physiques et Sportives (STAPS)	M. Guillaume BODET
Institut Universitaire de Technologie Lyon 1 (IUT)	M. Christophe VITON
Polytech Lyon	M. Emmanuel PERRIN
Observatoire de Lyon	M. B. GUIDERDONI
Institut de Science Financière et Assurances (ISFA)	M. Nicolas LEBOISNE
Institut National Supérieure du Professorat et de l'Éducation (INSPé)	M. Pierre CHAREYRON

COMPOSANTES SANTÉ

Faculté de Médecine Lyon Est

M. Gilles RODE

Faculté de Médecine et de Maïeutique Lyon
Sud - Charles Mérieux

Mme Carole BURILLON

Faculté d'Odontologie

M. Dominique BOURGEOIS

Institut des Sciences et Techniques de Ré-
adaptation (ISTR)

M. Xavier PERROT

Institut des Sciences Pharmaceutiques et Bio-
logiques (ISPB)

M. Claude DUSSART

To my parents with love and gratitude...



Inspiration !



Remerciements

J'écris ces remerciements en clôturant mon manuscrit de thèse pour élucider ce qu'on ne peut lire dans les apports scientifiques de ce manuscrit et dans les et al. des publications, mais qui sans, ce travail n'aurait jamais pu avoir lieu.

Tout d'abord, je tiens à remercier Monsieur, directeur de l'Institut des Nanotechnologies de Lyon (INL) Bruno Masenelli d'avoir accepté de m'accueillir dans ce laboratoire en tant que doctorant.

J'aimerais aussi remercier les personnes qui ont évalué ce manuscrit et ont permis sa publication. Merci à Mme. Nelly Bonifaci et à Mr. Emmanuel Rocca d'avoir accepté d'être rapporteurs de cette thèse! Vos rapports ont permis d'améliorer ce manuscrit et l'ont fait gagner en clarté. Je vous remercie aussi pour les discussions lors de la soutenance de thèse qui m'ont aussi permis de donner plus de sens à mon travail. Merci à M. Nacer Abouchi, Chantal Gondran, Pierre Temple-Boyer et Bruno Canut d'avoir accepté d'examiner cette thèse et pour les questions très intéressantes lors de la soutenance qui mettent en évidence des pistes de recherche prometteuses pour l'usinage par micro-électroérosion des pièces en acier et la gravure électrochimique des fils en tungstène. J'adresse finalement mes remerciements à la présidente du jury, Mme Rosaria Ferrigno d'avoir accepté de présider le jury lors de cette soutenance de thèse.

Les deux autres membres du jury m'ont accompagné pendant ces années de thèse et ont été des acteurs actifs de ce travail. Merci à mon directeur de thèse Pascal Kleimann pour avoir accepté de diriger cette thèse, de son aide et ses conseils le long de la thèse. Merci aussi à mon encadrante Yasmina Layouni de son aide et son support.

Je voudrais remercier l'ensemble des permanents avec qui j'ai passé trois ans! Je tiens à remercier particulièrement Mme. Magalie Faivre et Mme. Anne-Laure Deman-Him de leur écoute et leur soutien pendant les trois ans de thèse.

Je souhaite remercier l'ECAM LaSalle de m'avoir donné l'opportunité de travailler comme étudiante-chercheuse et en même temps de rédiger ma thèse. Un grand merci au chef du pôle Numérique M. Christophe Jouve de sa compréhension, sa gentillesse et son écoute. Grâce à lui, j'ai pu finir ma thèse en succès tout en effectuant mon devoir professionnel vers l'ECAM avec amour et joie. Je voudrais également remercier mes collègues de bureau : Loic, Mohamed et Fatou de leur gentillesse et leurs conseils. Vous êtes les meilleurs et je vous aime! Merci aussi aux collègues de bureau voisin : Sonia, Diala, Gauthier, Guillaume et Hassan de

l'ambiance très particulière que nous passons ensemble. Je tiens à remercier énormément Guy de son bon cœur et ses belles discussions. Merci également à Sullivan de sa gentillesse et son humeur ! Je te souhaite une très belle aventure ! Je remercie aussi Cristelle, Franck et Antoine de leur gentillesse. Merci aussi au nouveau arrivant Youssef !

Je désire remercier ma meilleure amie Olga de son support, son écoute et son soutien pendant les moments les plus compliqués de la thèse. Un remerciement ensuite tout aussi particulier à Maria et son fils Carlos de leur encouragement le long de la thèse. Merci aussi à Yvette avec qui j'ai vécu en Master et qui est toujours là quand j'en ai besoin. Merci également à Soufiane, Ismail et Ali de leur aide notamment lors la rédaction de la thèse.

Finalement, je remercie ma famille, mes deux frères Mohamed et Houssam, mes soeurs Ikram, Soumaya et Kaouthar et mes parents sans rien de tout cela ne serait possible et qui sont ma source de motivation au quotidien. Merci d'avoir toujours été présents pour moi, d'avoir su me guider par l'exemple, de m'avoir permis de suivre ma passion pour la science et de m'avoir permis de donner le meilleur de moi-même. Merci pour tout !

Résumé

L'objectif de cette thèse est d'étudier les paramètres physico-chimiques de l'usinage par micro-électroérosion (μ EDM). Ce procédé consiste à usiner des pièces conductrices ou semi-conductrices sans contact mécanique. Son principe se base sur la création de décharges électriques entre deux électrodes (le micro-outil et la pièce) immergées dans un diélectrique (eau-déionisée par exemple). Ce procédé permet d'usiner des structures complexes, mais il nécessite une étude approfondie pour pouvoir atteindre une résolution allant jusqu'à $5\mu\text{m}$.

Cette thèse est divisée en deux parties : (1) fabrication des micro-outils cylindriques en tungstène et (2) l'usinage de pièces en acier par micro-électroérosion. Dans la première partie, nous présenterons les travaux effectués permettant de comprendre l'effet de quelques paramètres de la gravure électrochimique sur l'efficacité du procédé pour fabriquer des micro-outils cylindriques en tungstène de diamètre allant jusqu'à $20\mu\text{m} \pm 2\mu\text{m}$ et de facteur de forme supérieur à 100.

Dans la deuxième partie, nous illustrons les résultats de l'étude des paramètres de l'usinage par μ EDM sur les performances du procédé. Les micro-outils utilisés, lors de l'usinage, sont soit achetés, soit ceux que nous avons fabriqués par gravure électrochimique. En nous basant sur ces résultats et en choisissant les paramètres optimaux, permettant d'obtenir un usinage satisfaisant, nous avons procédé au perçage de trous afin de connaître les limites du procédé et proposer des solutions aux défis rencontrés.

Les bancs de gravure et d'usinage par μ EDM utilisés dans ces travaux ont été entièrement développés lors de cette thèse.

Mots-clés : Usinage par micro-électroérosion μ EDM, fraisage par μ EDM, gravure électrochimique, décharges électriques, physique de plasma

Abstract

The main objective of this thesis is to study the physico-chemical parameters of micro-electrical discharge machining (μ EDM). This process consists in machining conductive or semiconductive workpieces without mechanical contact. Its principle is based on the creation of electrical discharges between two electrodes (the micro-tool and the workpiece) immersed in a dielectric (deionized water, for example). This process allows the machining of complex structures, but it requires a thorough study to reach a resolution up to $5\mu\text{m}$.

This thesis is divided into two parts : fabrication of cylindrical tungsten micro-tools and machining of steel workpiece by micro-electrical discharge machining. In the first part, we present the work done to understand the effect of some electrochemical etching parameters on the process efficiency and to fabricate cylindrical tungsten micro-tools with diameters up to $20\mu\text{m} \pm 2\mu\text{m}$ and aspect ratio greater than 100.

In the second part, we illustrate the results of the study of the experimental parameters of μ EDM machining on the performance of the process. The micro-tools used during the machining are either purchased or fabricated by electrochemical etching. Then, based on these results and by choosing the optimal parameters allowing to obtain a satisfactory machining, we proceeded to the holes drilling in order to know the limits of the process and to propose solutions to the encountered challenges.

The μ EDM etching and machining bench used in this work were entirely developed during this thesis.

Keywords : Microelectrical discharge machining μ EDM, μ EDM milling, electrochemical etching, electrical discharges, plasma physics

Table des matières

Remerciements	vi
Résumé	viii
Abstract	ix
Table des figures	xxi
Liste des tableaux	xxiii
Liste des abréviations	xxiv
Introduction générale	1
0.1 Contexte général et objectifs	1
0.2 Choix des matériaux	4
0.2.1 Matériaux pour l'électrode-outil	4
0.2.2 Matériaux pour l'électrode-pièce	5
0.3 Méthodes de fabrication des micro-outils	6
0.3.1 Fabrication par micro-électroérosion EDM	7
0.3.2 Fabrication par gravure électrochimique	8
0.4 Problématiques de la thèse	9
0.4.1 Fabrication des micro-outils cylindriques en tungstène	9
0.4.2 Usinage par micro-électroérosion des pièces en acier	10
0.5 Plan de la thèse	10
I Fabrication des micro-outils en Tungstène par gravure électrochimique	13
1 Principe et état de l'art	15
1.1 Introduction	17
1.2 Principe de la gravure électrochimique du tungstène	18
1.3 Imperfections et problématiques de la gravure	21
1.4 État de l'art	23
1.4.1 Position de la contre-électrode	23

1.4.2	Position verticale du micro-outil	26
1.4.3	Méthodes de gravure électrochimique	26
1.4.3.1	Gravure statique et gravure dynamique	27
1.4.3.2	Gravure dynamique en plusieurs étapes	28
1.4.3.3	Gravure par étapes	29
1.4.3.4	Gravure avec vibration de la solution	30
1.4.4	Concentration de la solution	30
1.4.5	Tension appliquée lors de la gravure	31
1.4.6	Étapes de la gravure électrochimique	33
1.5	Conclusion	35
2	Étude des paramètres expérimentaux	37
2.1	Introduction	39
2.2	Description du banc expérimental	39
2.3	Protocole de gravure	41
2.3.1	Choix et positionnement de l'outil	41
2.3.2	Décapage et caractéristique $I=f(V)$	42
2.3.3	Gravure de l'outil et mesure de la charge	43
2.3.3.1	Gravure de l'outil	43
2.3.3.2	Mesure de la quantité de charges	44
2.4	Caractérisation des micro-outils	45
2.4.1	Mesure du profil des micro-outils	45
2.4.2	Facteurs de mérite	45
2.4.2.1	Facteur de forme F_f	45
2.4.2.2	Facteur d'acceptation F_a	45
2.5	Paramètres expérimentaux	46
2.5.1	Choix de la quantité de charges	46
2.5.2	Paramètres électriques	47
2.5.4	Étude de la reproductibilité	51
2.5.4.1	Conditions expérimentales	51
2.5.4.2	Caractérisation des micro-outils gravés	52
2.6	Conclusion	54
3	Optimisation du protocole de gravure	55
3.1	Introduction	57
3.2	Limites de la gravure en une seule étape	58
3.3	Gravure en plusieurs étapes	61
3.3.1	Amélioration du protocole de gravure	61
3.3.2	Caractérisation des micro-outils fabriqués	62
3.4	Conclusion	65

II	Usinage par micro-électroérosion	67
4	État de l'art	69
4.1	Introduction	71
4.2	Usinage par électroérosion EDM	72
4.2.1	Histoire de l'électroérosion	72
4.2.2	Principe de l'électroérosion	73
4.2.3	Création des décharges	74
4.3	Types d'usinage par EDM	76
4.3.1	Électroérosion par enfoncement (Die sinking EDM)	76
4.3.2	Électroérosion à fil (Wire EDM)	78
4.3.3	Fraisage par électroérosion (Milling EDM)	79
4.3.4	Perçage de trous (Drilling EDM)	82
4.3.5	Différence entre EDM et μ EDM	83
4.3.6	Caractéristiques des procédés d'usinage par μ EDM	84
4.4	Machines d'usinage par EDM	85
4.4.1	Sarix SX-100	87
4.4.2	Panasonic Matsushita MG-ED72W	91
4.4.3	Smaltec EM203	93
4.4.4	Mikrotool DT-100	94
4.5	Types de générateurs utilisés en EDM et μ EDM	95
4.5.1	Le générateur RC	96
4.5.2	Le générateur à transistors	96
4.5.3	Bilan	97
4.6	Étude des paramètres d'usinage par μ EDM	98
4.6.1	Paramètres physiques	98
4.6.1.1	Diélectrique	98
4.6.1.2	Entrefer	103
4.6.2	Paramètres géométriques	103
4.6.2.1	Forme de l'outil	103
4.6.3	Paramètres électriques	103
4.6.3.1	Tension appliquée, capacité de travail (générateur RC)	103
4.6.3.2	Polarité	104
4.6.3.3	Effet de la longueur des câbles sur les performances d'usinage	107
4.7	Conclusion	107
5	Étude des paramètres d'usinage	110
5.1	Introduction	112
5.2	Banc instrumental	112
5.3	Processus pré-usinage	113
5.4	Problématiques liées à la mesure des grandeurs électriques	114
5.5	Caractérisation des cratères	117
5.5.1	Caractérisation optique	117
5.5.2	Caractérisation mécanique	117

5.5.3	Estimation du volume de la matière arrachée	117
5.6	Effet des paramètres sur les performances d'usinages	118
5.6.1	Conditions expérimentales	118
5.6.2	Détermination du champ de claquage	119
5.6.3	Caractérisation des décharges et des cratères après usinage	120
5.6.4	Effet du potentiel appliqué et du diamètre du micro-outil	121
5.6.5	Effet de la capacité de travail sur les performances d'usinage $C_c=4,7\text{nF}$ et $C_c=1\mu\text{F}$	125
5.7	Conclusion	130
6	Perçage des trous	131
6.1	Introduction	133
6.2	Résultats expérimentaux	133
6.2.1	Forme des trous percés	134
6.2.2	Profil latéral des trous percés	135
6.2.3	Gap latéral et profondeur de trous	138
6.2.4	Contraintes lors du perçage et solutions proposées	139
6.3	Conclusion	139
	Conclusions et perspectives	141
6.4	Bilan général	141
6.5	Perspectives	143
	Publications scientifiques	145
	ANNEXES	147
A	Modèle électrique de la cellule de gravure	147
B	Protocole de nettoyage	160
C	Caractérisation des paramètres expérimentaux μEDM	161
	Bibliographie	172

Table des figures

1	Exemple d'un maître-modèle en résine SU-8 (épaisseur $310\mu\text{m}$ sur un substrat Si) [12]	1
2	Principe de l'usinage par électroérosion[21]	3
3	Usinage des canaux à différentes profondeurs	3
4	Profil idéal du micro-outil	4
5	Fabrication des micro-outils cylindriques par μEDM : (a) usinage contre un bloc stationnaire à flanc droit; (b) usinage avec un disque en rotation; (c) usinage avec un fil [27][28][29]	7
6	Micro-outils usinés par μEDM : (a) bloc stationnaire (b) disque en rotation (c) érosion à fil [27][29]	7
7	Cellule électrochimique à deux électrodes [34]	8
8	Micro-outil en tungstène fabriqué par gravure électrochimique [23]	8
9	Effet "drop-off" (a): Micro-outil initial (b): perte de la partie basse par effet "drop-off" (c): micro-outil final	9
10	Série des décharges	10
11	Structure de la thèse	11
1.1	Allure d'un micro-outil	17
1.2	Diagramme E-pH pour le système $\text{W}-\text{H}_2\text{O}$ à 25°C [21][35]	18
1.3	Caractéristique $I(V)$:vitesse de balayage $0,3\text{V/s}$; durée de la caractéristique: 17s; numéro de scan: 1; solution: NaOH 4 mol/l; fil de tungstène de diamètre $250\mu\text{m}$ et de longueur 5mm; électrode de référence: $\text{Ag}/\text{AgCl}/\text{KCl}$ saturé	20
1.4	Effet de la tension de surface (ménisque) [47]	21
1.5	Fabrication des pointes à partir d'un fil en tungstène de diamètre $125\mu\text{m}$, un récipient contenant de NaOH et du glycérol et un signal pulsé a été appliqué (a): dispositif expérimental (b): pointe obtenue [49]	22
1.6	Schéma du flux d'ions WO_4^{2-} lors de la gravure électrochimique d'un fil en tungstène dans NaOH ou KOH [43][36]	22
1.7	Description de l'effet "drop-off" lors de la gravure électrochimique d'un fil en tungstène dans le NaOH ou KOH : (a) Formation du ménisque; (b) à (e) Formation d'une couche dense du tungstate WO_4^{2-} ; (e) rupture de la partie basse [21]	23

1.8	Position de la contre-électrode dans des endroits différents par rapport à l'interface air/solution lors de la gravure électrochimique d'un fil en tungstène[36] . . .	24
1.9	Déplacement de la contre-électrode avec une vitesse de 2,2 $\mu\text{m/s}$ puis de 2,7 $\mu\text{m/s}$ lors de la gravure d'un micro-outil en tungstène (a): Modèle utilisé (b): Micro-outil obtenu de facteur de forme 450, longueur AB+BC de 4573 μm et de diamètre de 10 μm [50]	25
1.10	Séparation des deux électrodes [41]	25
1.11	Effet du dégagement d'hydrogène au niveau de la contre-électrode: (a) lorsque la contre électrode est proche de l'outil; (b) lorsque la contre électrode est loin de l'outil	26
1.12	Immersion totale du micro-outil dans une solution KOH[51]	26
1.13	Allure du micro-outil après gravure: (a) statique (b) dynamique [33][36]	27
1.14	Gravure dynamique en deux étapes. De A à C: première étape. De D à F: deuxième étape [52]	29
1.15	Gravure par étapes [34]	29
1.16	Vibration de la solution avec une amplitude de 50 μm , une fréquence de 35Hz, une tension de 4V et une concentration de 1 mol/l (a) : Banc expérimental (b): Schématisation de la gravure [53]	30
1.17	Effet de la concentration sur le facteur de forme d'un micro-outil en tungstène lors de l'application d'une tension de 3,3V et une longueur plongée de 600 μm [36]	31
1.18	Effet de la tension appliquée sur le facteur de forme d'un micro-outil en tungstène lors de l'utilisation d'une solution KOH de concentration 1,5 mol/l et une longueur plongée de 600 μm [36]	32
1.19	Effet du signal appliqué: (a) et (b) signal continu; (c) et (d) signal pulsé	33
1.20	Étapes de gravure (a): polissage (b): ébauche (c): finition [51]	34
1.21	Micro-outil en tungstène de $\Phi=8 \mu\text{m} \pm 1 \mu\text{m}$ et $F_f=78$ réalisé par gravure électrochimique en utilisant le NaOH de C=4mol/l, un signal pulsé et une tension de 5V [21]	34
2.1	Mise en place d'un banc de gravure électrochimique d'outils en tungstène: (a) Photo; (b) Schéma	40
2.2	Forme du signal électrique appliqué lors de la gravure	40
2.3	Évolution du diamètre vs la quantité de charges pour deux longueurs d'outils différents. D'après l'équation 1.7	41
2.4	Évolution du diamètre vs la quantité de charges pour des écarts au niveau du diamètre initial du micro-outil. D'après l'équation 1.7	42
2.5	Caractéristique I(V) de référence pour un fil de tungstène de diamètre initial de 250 μm et de longueur plongée de 5mm, une solution NaOH de concentration de 4mol/l en température ambiante: vitesse de balayage 0,3V/s; durée de la caractéristique: 17s; numéro de scan: 1	42
2.6	Forme du signal électrique appliqué lors de la gravure	43

2.7	Caractéristique $I(t)$ lors de la gravure électrochimique d'un fil de tungstène de diamètre initial de $250 \mu\text{m}$ et de longueur plongée de 5mm , une solution NaOH de concentration de 4mol/l en température ambiante: temps total de gravure: 745s ; $V_{ON}=0,5\text{V}$; $V_{OFF}=-0,8\text{V}$; $T_{ON}=T_{OFF}=3\text{s}$	43
2.8	Cycle de la caractéristique $I(t)$ lors de la gravure électrochimique d'un fil de tungstène de diamètre initial de $250 \mu\text{m}$ et de longueur plongée de 5mm , une solution NaOH de concentration de 4mol/l en température ambiante: $V_{ON}=0,5\text{V}$; $V_{OFF}=-0,8\text{V}$; $T_{ON}=T_{OFF}=3\text{s}$	44
2.9	Profil d'un micro-outil après gravure	46
2.10	Évolution du diamètre vs la quantité de charges pour un micro-outil de $\Phi_0 = 247\mu\text{m}$ et $L = 5\text{mm}$. D'après l'équation 1.7	46
2.11	Tensions de gravure V_{ON} étudiées	47
2.12	Profil de trois micro-outils en tungstène de diamètre initial de $250 \mu\text{m}$ et de longueur plongée de 5mm gravés dans une solution NaOH de concentration de 4mol/l en température ambiante, pour $Q=13,2\text{C}$; $V_{ON}=0,1\text{V}$; $V_{OFF}=-0,8\text{V}$; $T_{ON}=T_{OFF}=3\text{s}$	48
2.13	Profil de trois micro-outils en tungstène de diamètre initial de $250 \mu\text{m}$ et de longueur plongée de 5mm gravés dans une solution NaOH de concentration de 4mol/l en température ambiante, pour $Q=13,2\text{C}$; $V_{ON}=0,5\text{V}$; $V_{OFF}=-0,8\text{V}$; $T_{ON}=T_{OFF}=3\text{s}$	49
2.14	Profil des micro-outils en tungstène de diamètre initial de $250 \mu\text{m}$ et de longueur plongée de 5mm gravés dans une solution NaOH de concentration de 4mol/l en température ambiante pour $Q=13,2\text{C}$; $V_{ON}=1\text{V}$; $V_{OFF}=-0,8\text{V}$; $T_{ON}=T_{OFF}=3\text{s}$	50
2.15	Profil des micro-outils en tungstène de diamètre initial de $250 \mu\text{m}$ et de longueur plongée de 5mm gravés dans une solution NaOH de concentration de 4mol/l en température ambiante pour $Q=13,2\text{C}$; $V_{ON}=1\text{V}$; $V_{OFF}=-0,8\text{V}$; $T_{ON}=3\text{s}$ (a) $T_{OFF}=3\text{s}$; (b) $T_{OFF}=9\text{s}$	51
2.16	Étude de la reproductibilité de gravure de micro-outils en tungstène de diamètre initial de $250 \mu\text{m}$ et de longueur plongée de 5mm , une solution NaOH de concentration de 4mol/l et température ambiante pour $Q=13,2\text{C}$; $V_{ON}=0,5\text{V}$; $V_{OFF}=-0,8\text{V}$; $T_{ON}=T_{OFF}=3\text{s}$	52
2.17	Profil du micro-outil en tungstène de diamètre initial de $250 \mu\text{m}$ et de longueur plongée de 5mm gravé dans une solution NaOH de concentration de 4mol/l en température ambiante pour $Q=13,2\text{C}$; $V_{ON}=0,5\text{V}$; $V_{OFF}=-0,8\text{V}$; $T_{ON}=T_{OFF}=3\text{s}$	52
3.1	Gravure des micro-outils en tungstène de diamètre initial de $250 \mu\text{m}$ et de longueur plongée de 5mm gravés dans une solution NaOH de concentration de 4mol/l en température ambiante pour $Q=14,5 \text{ C}$; $V_{ON}=0,5\text{V}$; $V_{OFF}=-0,8\text{V}$; $T_{ON}=T_{OFF}=3\text{s}$	58
3.2	Évolution du diamètre vs la quantité de charges pour un micro-outil en tungstène de diamètre $\Phi_0=123\mu\text{m}$ (après décapage du micro-outil) et de longueur plongée de 5mm gravés dans une solution NaOH de concentration de 4mol/l et température ambiante	60

3.3	Étude de la reproductibilité de gravure des micro-outils en tungstène de diamètre initial de 250 μm et de longueur plongée de 5mm gravés dans une solution NaOH de concentration de 4mol/l en température ambiante pour $\Phi_0=125\mu\text{m}$; L=5mm; Q=2,5C; $V_{ON}=0,5\text{V}$; $V_{OFF}=-0,8\text{V}$; $T_{ON}=T_{OFF}=3\text{s}$	60
3.4	Gravure du micro-outil en plusieurs étapes	61
3.6	Profil des micro-outils en tungstène de diamètre initial de 250 μm et de longueur plongée de 5mm gravés dans une solution NaOH de concentration de 4mol/l en température ambiante et en plusieurs étapes pour $\Phi_0=125\mu\text{m}$; $V_{ON}=0,5\text{V}$; $V_{OFF}=-0,8\text{V}$; $T_{ON}=T_{OFF}=3\text{s}$: (a) et (b) Q=2,5C; (c) et (d) Q=0,32C; (e) et (f) Q=0,21C; (g) et (h) Q=0,1C	64
3.7	Profil réel du micro-outil en tungstène de diamètre initial de 250 μm et de longueur plongée de 5mm gravé dans une solution NaOH de concentration de 4mol/l en température ambiante et en quatre étapes pour $\Phi_0=125\mu\text{m}$; $V_{ON}=0,5\text{V}$; $V_{OFF}=-0,8\text{V}$; $T_{ON}=T_{OFF}=3\text{s}$	64
3.8	Mesure du diamètre du micro-outil in situ de la gravure en utilisant un micro-mètre laser	66
4.1	Domaines d'utilisation des techniques de la microfabrication: (a) microrobots à taille d'une bactérie pour la distribution d'un médicament[60] (b) composant MEMS (micromoteur)(c) composants fabriqués par micromoulage (d) micro-vannes[61] (e) micro-capacités pour alimenter des composants MEMS[10] (f) composant lab-on-chip[61]	71
4.2	(a) Premiers tests des décharges érodantes en 1769; (b) Cercles d'impacts d'érosion de la cathode découverts par Joseph Priestley en 1776 [65][66]	72
4.3	(a) Générateur de Lazarenko en EDM ; (b) Principe de l'usinage par électroérosion [21]	74
4.4	Phases des décharges électriques [72]	75
4.5	Variantes d'usinage par EDM[73] : (a) à enfoncement ; (b) à fil ; (c) fraisage par EDM ; (d) perçage par EDM	76
4.6	Principe de l'électroérosion par enfoncement [25]	77
4.7	(a) Micro-outil pour l'usinage d'un moule pour le mélange de fines particules de graphite [74] (b) motifs avec des trous fabriqués par μEDM (X100) [77]	77
4.8	Principe de l'électroérosion à fil[16][78]	78
4.9	Exemple d'usinage par μEDM à fil en tungstène[79] : (a) fentes de largeur de 15,6 μm dans une pièce en acier SUS304 d'épaisseur de 230 μm ; (b) Électrodes en acier SUS304 avec un écart de 15 μm ; (c) Tour en tungstène d'une hauteur de 2,8 mm avec un pinacle d'une hauteur de 134 μm et de largeur de 10 μm	78
4.10	(a) Électroérosion par enfoncement; (b) fraisage par électroérosion [21]	79
4.11	Fraisage par EDM avec un outil tubulaire[80] : (a) double cavité en acier usinée avec des outils en cuivre de 0,8 mm et 0,3 mm de diamètre, largeur de nervure : 0,15 mm ; (b) cavité complexe	79

4.12 Applications du fraisage par μ EDM: (a) usinage d'un visage humain à l'aide du système CAD [81] (b) saillies rectangulaires en aluminium à grand facteur de forme [82] (c) lettres de sculpture avec des micro-outils de diamètre $< 20 \mu\text{m}$ [83] (d) microstructure en forme d'œil [84] (e) micro-hexaprisme [84], poussée de la surface avec des microsillons circulaires [85]	80
4.13 Fabrication des microcomposants à 3D par fraisage par μ EDM: (a) dispositif microfluidique fabriqué en Ti-6Al-4V [86] (b) microturbine pour un système de génération d'alimentation [87] (c) plaques bipolaires avec des microcanaux utilisés dans les piles à combustible [88]	81
4.14 Zones usinées lors de l'utilisation du fraisage par μ EDM [25]	81
4.15 Principe du perçage des trous par EDM [89]	82
4.16 (a) Micro-trous percés par des micro-outils [83] (b) Trous de pulvérisation pour les buses à jet de carburant [90]	82
4.17 Collage des débris sur les extrémités du micro-outil [25]	83
4.18 Machine de fraisage par μ EDM SX-100: (a) vue d'ensemble [98]; (b) poste de fabrication des outils par WEDG [97]; (c) poste de fraisage par μ EDM [97] . . .	88
4.19 Machine MG-ED72W: (a) vue générale; (b) poste de fabrication du micro-outil par WEDG [101]	92
4.20 Étapes d'usinage en utilisant la machine MG-ED72W (a) micro-outil avant usinage; (b) fabrication d'un micro-outil cylindrique et de faible diamètre en utilisant WEDG; (c) fabrication des arêtes de coupe et des cannelures avec WEDG; (d) usinage de la pièce par μ EDM ou micro-découpe ou micro-broyage [102] . . .	93
4.21 Fabrication d'un micro-outil de diamètre de $96 \mu\text{m}$ par WEDG (vue MEB) [102]	93
4.22 Amincissement d'une électrode-outil de $300 \mu\text{m}$ à $25 \mu\text{m}$ de diamètre par WEDG [103]	94
4.23 Machine d'usinage hybride DT-100 [104]	94
4.24 Usinage par μ EDM en utilisant DT-100 [104]	95
4.25 Générateurs utilisés en usinage par EDM: (a) générateur à relaxation RC (b) générateur d'impulsions par transistor (c) générateur d'impulsions iso-énergétique [78][96][105][106][107]	95
4.26 Description du générateur de relaxation RC [25]: (a) phase de charge; (b) phase de décharge	96
4.27 Générateur d'impulsions par transistor [96][105]	96
4.28 Générateur RC avec le contrôle d'un MOSFET [109]	97
4.29 État de surface de la pièce après usinage: (a) eau-déionisée (40V, 400 pF, $1\text{K}\Omega$, $2.5 \text{M}\Omega \text{cm}$) (b) kérosène (100V, 400 pF, $1\text{K}\Omega$) [111]	99
4.30 Cratère obtenu après usinage de la pièce: (a) eau-déionisée (40V) (b) kérosène (100V [110]	100
4.31 État de surface de la pièce après usinage dans le cas d'utilisation de l'eau-déionisée (40V, 5000 pF, $2.5 \text{M}\Omega \text{cm}$), profondeur des trous: $30 \mu\text{m}$: (a) après usinage (b) 10s après usinage [111]	100
4.32 Temps nécessaire lors du rinçage avec les deux diélectriques: huile EDM, eau-déionisée [112]	101

4.33	Influence de la résistivité de l'eau-déionisée sur le gap latéral et l'usure du micro-outil)	102
4.34	Types d'entrefer	103
4.35	Effet de la tension appliquée sur les performances d'usinage: MRR (Material Removal Rate); RWR (Relative Wear Ratio) [119]	104
4.36	Effet de la capacité de travail sur les performances d'usinage [119]	104
4.37	Polarité des électrodes	105
4.38	Inversion de polarité lors de l'usinage [120]	105
4.39	Allure de courant dans le cas d'un générateur RC (a) : sans MOSFET (b) : avec MOSFET [121]	106
4.40	Ajout d'une diode au circuit [122]	106
4.41	Résultats obtenus (a) sans diode; (b) avec diode [122]	106
4.42	Effet de la longueur des câbles sur: (a) Volume de matière arrachée par décharge (b) taux d'usure de l'outil [122]	107
5.1	Nouveau banc d'usinage a été mis en place lors de la thèse: (a) Photo de l'ancien banc[21]; (b) Schéma	113
5.2	Réglage du gap initial: (a) Contact mécanique; (b) Montée du micro-outil de $40\mu\text{m}$; (c) Mise en place du diélectrique, polarisation et descente du micro-outil par pas de $1\mu\text{m}$	114
5.3	Acquisition d'une salve de décharges: (a) tracé; (b) capture de l'oscilloscope . . .	115
5.4	Allure d'une décharge	115
5.5	Allure d'une décharge pour une fréquence d'échantillonnage $f_{ech}=500$ KHz: (a) Pic positif du courant; (b) Détection du pic négatif du courant	116
5.6	Potentiels utilisés lors du calcul de l'énergie des décharges	116
5.7	Représentation du volume arraché après une salve de décharges	117
5.8	(a) Profil latéral du cratère mesuré avec le profilomètre DEKTAK 150 directement sur la pièce en acier après le premier claquage dans les conditions suivantes: $V_{EE}=75\text{V}$; $\Phi=250\ \mu\text{m}$; $C_c=10\text{nF}$ et avec de l'eau-déionisée comme diélectrique; (b) forme du cratère estimé pour calculer le volume de la matière arrachée . . .	118
5.9	Banc d'usinage par micro-électroérosion	118
5.10	Variation du champ de claquage avec l'écart-type en fonction du diamètre du micro-outil en tungstène, une pièce en acier et un diélectrique de l'eau-déionisée en température ambiante	119
5.11	Évolution du nombre de décharges en fonction du diamètre du micro-outil en tungstène et de la tension appliquée V_{EE} , pour une capacité de travail de $C_c=10\text{nF}$, une pièce en acier et un diélectrique de l'eau-déionisée en température ambiante	121
5.12	Évolution de (a) l'énergie totale des décharges (b) la quantité de matière arrachée en fonction du diamètre du micro-outil et de la tension appliquée V_{EE} , pour une capacité de travail de $C_c=10\text{nF}$, un micro-outil en tungstène, une pièce en acier et un diélectrique de l'eau-déionisée en température ambiante	122
5.13	Schéma pour un gap idéal entre le micro-outil et la pièce pour les différents diamètres	123

5.14	(a) Gap latéral des cratères; (b) Profondeur des cratères pour un micro-outil en tungstène, une pièce en acier, un diélectrique de l'eau-déionisée en température ambiante et $C_c=10\text{nF}$	125
5.15	Évolution du nombre de décharges en fonction du diamètre du micro-outil et de la tension appliquée V_{EE} , pour un micro-outil en tungstène, une pièce en acier, un diélectrique de l'eau-déionisée en température ambiante et une capacité de travail de: (a) $C_c= 4,7\text{nF}$; (b) $C_c= 1\mu\text{F}$	126
5.16	Évolution de l'énergie totale des décharges en fonction du diamètre du micro-outil et de la tension appliquée V_{EE} , pour un micro-outil en tungstène, une pièce en acier, un diélectrique de l'eau-déionisée en température ambiante et une capacité de travail de: (a) $C_c= 4,7\text{nF}$; (b) $C_c= 1\mu\text{F}$	127
5.17	Évolution de la quantité de matière arrachée en fonction du diamètre du micro-outil et de la tension appliquée V_{EE} , pour un micro-outil en tungstène, une pièce en acier, un diélectrique de l'eau-déionisée en température ambiante et une capacité de travail de $C_c= 4,7\text{nF}$	127
5.18	(a) Gap latéral des cratères; (b) Profondeur des cratères pour un micro-outil en tungstène, une pièce en acier, un diélectrique de l'eau-déionisée en température ambiante et $C_c=4,7\text{nF}$	130
6.1	Forme des trous en surface percés par des micro-outils en tungstène de diamètre: (a) $\Phi=250\mu\text{m}$; (b) $\Phi=125\mu\text{m}$; (c) $\Phi=80\mu\text{m}$; (d) $\Phi=40\mu\text{m}$; (e) $\Phi= 20\mu\text{m}$ sur une pièce en acier, un diélectrique de l'eau-déionisée en température ambiante	135
6.2	Diagramme du gap latéral et vertical	136
6.3	Profil latéral, obtenu par un profilomètre, des trous percés par des micro-outils en tungstène de diamètre: (a) $\Phi=250\mu\text{m}$; (b) $\Phi=125\mu\text{m}$; (c) $\Phi=80\mu\text{m}$; (d) $\Phi=40\mu\text{m}$; (e) $\Phi= 20\mu\text{m}$ sur une pièce en acier, un diélectrique de l'eau-déionisée en température ambiante	137
6.4	Allure du micro-outil en tungstène de facteur de forme 180 et avec une pointe, à l'extrémité, sur $200\mu\text{m}$ de longueur gravé dans une solution NaOH de concentration 4mol/l [21]	137
6.5	Gap latéral et profondeur des trous percés	138
A.1	Schéma d'une fonction de transfert [55]	147
A.2	Schéma d'un système électrochimique non linéaire soumis à une perturbation sinusoïdale [55]	148
A.3	Modèle de Randles et tracé de l'impédance d'une cellule électrochimique [55]	149
A.4	Modèle de Randles [55]	150
A.5	Modèle de Helmholtz [55]	152
A.6	Modèle de Gouy et Chapman [55]	153
A.7	Modélisation de la double-couche électrochimique [55]	154
A.8	Représentation graphique: (a) Transfert de charge seul; (b) Transport de matière par diffusion[55]	156

A.9	Détermination du paramètre α à partir de la pente de la courbe dans la représentation de la partie imaginaire en fonction de la fréquence en coordonnées logarithmiques [55]	157
A.10	Diagramme de Nyquist: (a) avant gravure; (b) après gravure	158
A.11	Le fit avec: (a) capacité; (b) CPE	159
C.1	Énergie totale des décharges de trois échantillons ($C_c=10\text{nF}$): (a) $V_{EE}=25\text{V}$; (b) $V_{EE}=50\text{V}$; (c) $V_{EE}=75\text{V}$	162
C.2	Volume arraché de trois échantillons ($C_c=10\text{nF}$): (a) $V_{EE}=25\text{V}$; (b) $V_{EE}=50\text{V}$; (c) $V_{EE}=75\text{V}$	163
C.3	Nombre des décharges de trois échantillons ($C_c=10\text{nF}$): (a) $V_{EE}=25\text{V}$ (b) $V_{EE}=50\text{V}$ (c) $V_{EE}=75\text{V}$	164
C.4	Énergie totale des décharges de trois échantillons ($C_c=4,7\text{nF}$): (a) $V_{EE}=25\text{V}$; (b) $V_{EE}=50\text{V}$; (c) $V_{EE}=75\text{V}$	166
C.5	Volume arraché de trois échantillons ($C_c=4,7\text{nF}$): (a) $V_{EE}=25\text{V}$; (b) $V_{EE}=50\text{V}$; (c) $V_{EE}=75\text{V}$	167
C.6	Nombre des décharges de trois échantillons ($C_c=4,7\text{nF}$): (a) $V_{EE}=25\text{V}$; (b) $V_{EE}=50\text{V}$; (c) $V_{EE}=75\text{V}$	168
C.7	Énergie totale des décharges de trois échantillons ($C_c=1\mu\text{F}$): (a) $V_{EE}=25\text{V}$; (b) $V_{EE}=50\text{V}$; (c) $V_{EE}=75\text{V}$	169
C.8	Nombre des décharges de trois échantillons ($C_c=1\mu\text{F}$): (a) $V_{EE}=25\text{V}$; (b) $V_{EE}=50\text{V}$; (c) $V_{EE}=75\text{V}$	170

Liste des tableaux

1	Propriétés des matériaux utilisés pour les électrodes-outils [23]	4
2	Propriétés des matériaux des électrodes-pièces[23]	6
2.1	Diamètre des micro-outils en tungstène de diamètre initial de 250 μm et de longueur plongée de 5mm gravés dans une solution NaOH de concentration de 4mol/l en température ambiante pour $Q=13,2\text{C}$; $V_{ON}=0,5\text{V}$; $V_{OFF}=-0,8\text{V}$; $T_{ON}=T_{OFF}=3\text{s}$	53
2.2	Caractéristiques des micro-outils en tungstène de diamètre initial de 250 μm et de longueur plongée de 5mm gravés dans une solution NaOH de concentration de 4mol/l en température ambiante pour $Q=13,2\text{C}$; $V_{ON}=0,5\text{V}$; $V_{OFF}=-0,8\text{V}$; $T_{ON}=T_{OFF}=3\text{s}$	53
3.1	Diamètre des micro-outils en tungstène de diamètre initial de 250 μm et de longueur plongée de 5mm gravés dans une solution NaOH de concentration de 4mol/l en température ambiante pour $Q=14,5\text{ C}$; $V_{ON}=0,5\text{V}$; $V_{OFF}=-0,8\text{V}$; $T_{ON}=T_{OFF}=3\text{s}$	58
3.2	Caractéristiques des micro-outils en tungstène de diamètre initial de 250 μm et de longueur plongée de 5mm gravés dans une solution NaOH de concentration de 4mol/l en température ambiante pour $Q=14,5\text{ C}$	59
3.3	Diamètre du micro-outil 1 en tungstène de diamètre initial de 125 μm et de longueur plongée de 5mm gravés dans une solution NaOH de concentration de 4mol/l en température ambiante après chaque étape de gravure pour $V_{ON}=0,5\text{V}$; $V_{OFF}=-0,8\text{V}$; $T_{ON}=T_{OFF}=3\text{s}$	65
3.4	Caractéristiques des micro-outils en tungstène de diamètre initial de 125 μm et de longueur plongée de 5mm gravés dans une solution NaOH de concentration de 4mol/l en température ambiante après la quatrième étape de gravure pour $V_{ON}=0,5\text{V}$; $V_{OFF}=-0,8\text{V}$; $T_{ON}=T_{OFF}=3\text{s}$	65
4.1	Différence entre EDM et μEDM [91][92]	84
4.2	Caractéristiques des procédés d'usinage par μEDM [87][74]	84
4.3	Machines commerciales de l'usinage par μEDM [23][94][95]	87
4.4	Dimensions et procédés d'usinage avec les générateurs SX-MPS, SX-MFPS et SX-UFPS [98]	89
4.5	Performances des structures fabriquées par SX-100 [98]	90

4.6	Caractéristiques de l'électrode-outil et la pièce injectée en polymère COC [99] . . .	91
4.7	Avantages et inconvénients des générateurs utilisés en EDM	98
4.8	Avantages et inconvénients des huiles hydrocarbures et l'eau-déionisée [25]	101
5.1	Conditions d'usinage	119
5.2	Vues au microscope optique de la section supérieure des cratères obtenus par μ EDM, en fonction du diamètre du micro-outil en tungstène et de la tension appliquée, pour une capacité de $C_c=10\text{nF}$, une pièce en acier et un diélectrique de l'eau-déionisée en température ambiante	124
5.3	Vues au microscope optique de la section supérieure des cratères obtenus par EDM, en fonction du diamètre du micro-outil et de la tension appliquée, pour un micro-outil en tungstène, une pièce en acier, un diélectrique de l'eau-déionisée en température ambiante et une capacité de $C_c=4,7\text{nF}$	128
5.4	Vues au microscope optique de la section supérieure des cratères obtenus par EDM, en fonction du diamètre du micro-outil et de la tension appliquée $V_{EE}=75\text{V}$, pour un micro-outil en tungstène, une pièce en acier, un diélectrique de l'eau-déionisée en température ambiante et une capacité de travail de $C_c=1\mu\text{F}$	129
6.1	Conditions du perçage des trous	133
6.2	Distance de plongée du micro-outil	134
6.3	Caractéristiques des trous percés	138
A.1	Paramètres électriques de la cellule avant/ après gravure	159
C.1	Profil latéral des cratères pour $C_c=10\text{nF}$	165

Liste des abréviations

- MEMS** Micro Electro Mechanical System
- LIGA** lithographie, électroformage et moulage
- EDM** Electrical Discharge Machining
- DRIE** Deep Reactive Ion Etching
- E-beam** Electron Beam
- PVD** Physical Vapor Deposition
- RIE** Reactive Ion Etching
- STM** Scanning Tunneling Microscope
- TEM** Transmission Electron Microscope
- AFM** Atomic Force Microscope
- MBEDG** Moving Block Electro-discharge Grinding

Introduction générale

0.1 Contexte général et objectifs

La fabrication des micro dispositifs et micro-outils a connu une croissance remarquable ces dernières décennies dans plusieurs domaines en industrie et en recherche scientifique. Les secteurs qui ont connu cette révolution sont : l'aérospatiale (aubes de moteur d'avion avec des trous de refroidissement [1]), microsystèmes (microturbines pour les MEMS de puissance [2][3]), médecine (dispositifs médicaux [4][5]), automobile (buses d'injecteurs diesel [6]), chimie (microréacteurs en acier inoxydable [7]), horlogerie [8], plasturgie (micro-outillage [9]) et la microélectronique [10].

Parmi les activités de recherche de l'INL (Institut des Nanotechnologies de Lyon), il y a la fabrication de maitres-modèles pour la réalisation de tampons souples nécessaires à la plastronique 3D [11] ou encore le thermoformage de dispositifs microfluidiques en polymère. La figure 1 représente un exemple de maitre-modèle, réalisé à l'INL, sur un substrat en silicium en utilisant la photolithographie.

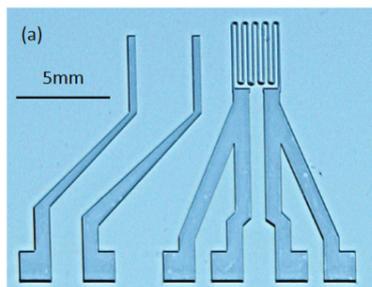


FIGURE 1 – Exemple d'un maître-modèle en résine SU-8 (épaisseur $310\mu\text{m}$ sur un substrat Si) [12]

Le procédé LIGA est parmi les procédés qui ont été envisagés pour faire du moulage [13][14]. Ce procédé s'appuie sur le dépôt d'un métal par un procédé électrochimique dans les ouvertures d'un moule en polymère. Le procédé permet d'atteindre un facteur de forme très élevé par rapport aux techniques de gravure. Les limites du procédé sont celles de la technique utilisée pour réaliser les moules. Aussi, il n'est pas adapté à toutes les géométries.

C'est pour cette raison que le laboratoire s'est orienté vers la fabrication de maitres-modèles en matériaux durs afin d'atteindre des facteurs de formes élevés et de pouvoir les utiliser plusieurs fois avec un faible coût de fabrication. De plus, les matériaux durs tels que l'acier inoxydable, l'acier d'outillage ... ne peuvent pas être usinés par les techniques développées dans le cadre des micro/nanotechnologies, issues de la filière silicium (usinage plasma, faisceau d'ions, lithographie ...)[15][16]. Selon nos connaissances, peu d'études ont été faites dans ce sens, car le coût de développement est très important. D'autres procédés ont été envisagés, tels que : l'usinage électrochimique, l'usinage laser, le microfraisage mécanique et l'usinage par micro-électroérosion.

L'usinage électrochimique et l'usinage laser sont deux procédés utilisés pour l'usinage de silicium [17][18][19][20]. L'étude de l'efficacité de ces deux procédés sur d'autres matériaux, comme l'acier n'a pas été abordé dans la littérature selon nos connaissances.

Le microfraisage mécanique permet de fabriquer des structures 3D dans un temps réduit (quelques dizaines de minutes) sur plusieurs types de matériaux. Cependant, le procédé est limité lors de la fabrication des structures à l'échelle micrométrique ($<100 \mu\text{m}$) car la vitesse de rotation de l'outil est très importante (de l'ordre de 10000 tours/min). Aussi, l'outil utilisé est à faible diamètre (quelques dizaines de micromètres) ce qui le rend plus fragile et peut causer sa cassure lors du fraisage, ce qui impacte la résolution et la qualité du procédé [21].

Le dernier procédé est l'usinage par micro-électroérosion (μEDM). Ce procédé permet de fabriquer des structures 3D complexes avec une résolution élevée qui peut atteindre quelques micromètres et qui dépend du diamètre de l'outil [22][23]. Les performances du procédé dépendent notamment des matériaux de l'outil et de la pièce à usiner, ainsi que des paramètres électriques, physiques et géométriques.

La μEDM se base sur l'utilisation d'une électrode-outil cylindrique et d'une électrode-pièce. Les deux électrodes sont immergées dans un diélectrique avec un écart de quelques micromètres (entrefer) -figure 2-. La naissance des décharges électriques entraîne l'enlèvement de la matière au niveau de la pièce et aussi l'usure de l'outil. La problématique majeure, rencontrée lors de l'usinage par μEDM , est de maîtriser le volume de matière arrachée lors des décharges et de limiter, au mieux, l'usure de l'outil. Lors de l'usinage, le renouvellement du diélectrique est fondamental afin d'évacuer les débris et de recréer les conditions permettant la renaissance des décharges. Lors de l'usinage, plusieurs paramètres entrent en jeu, à titre d'exemple : la forme de l'outil utilisé, les paramètres électriques choisis, les matériaux des deux électrodes, le diélectrique, la tension appliquée, le générateur utilisé, la température, ... Toutes ces contraintes rendent le procédé compliqué à contrôler et à maîtriser.

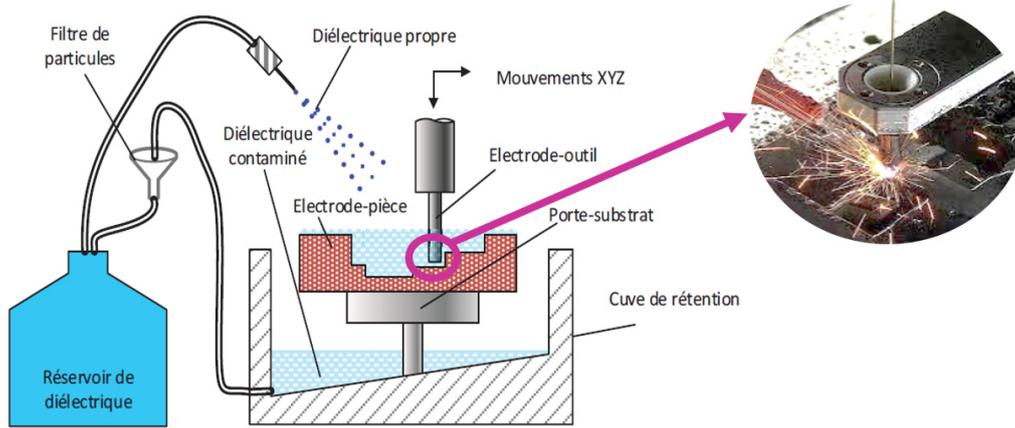


FIGURE 2 – Principe de l'usinage par électroérosion[21]

L'objectif de cette thèse est de développer une machine d'usinage par micro-électroérosion, au lieu d'acquérir une machine commerciale afin de pouvoir étudier tous les aspects du procédé et maîtriser l'effet de chaque paramètre sur les performances d'usinage.

Cette thèse s'intéresse, alors, à comprendre l'effet des paramètres sur la qualité et la résolution de l'usinage. L'objectif à terme est d'utiliser cette étude pour usiner des canaux de différentes profondeurs, comme illustré sur la figure 3. Pour cela, il faut fabriquer des micro-outils cylindriques à grand facteur de forme afin d'usiner en profondeur et compenser l'usure de l'outil lors de l'usinage.

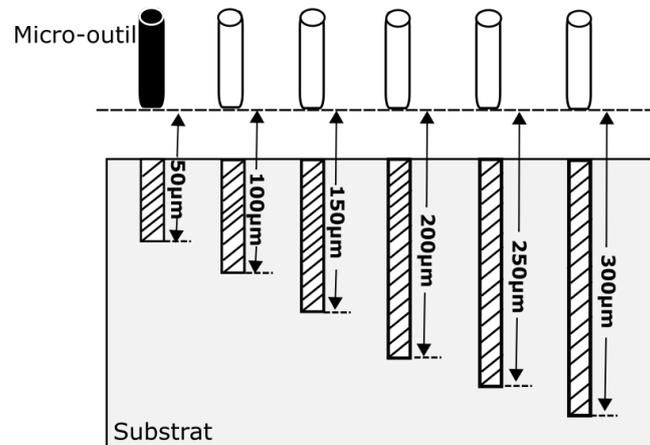


FIGURE 3 – Usinage des canaux à différentes profondeurs

La figure 4 illustre le profil idéal du micro-outil que nous désirons fabriquer. L'outil est cylindrique sur toute la longueur avec un facteur de forme élevé.

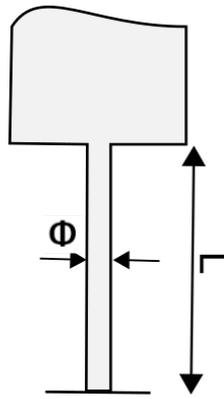


FIGURE 4 – Profil idéal du micro-outil

0.2 Choix des matériaux

Le choix des matériaux des deux électrodes (le micro-outil et la pièce à usiner) a été effectué en s'appuyant sur les propriétés physiques et électriques des matériaux.

0.2.1 Matériaux pour l'électrode-outil

Les micro-outils utilisés en usinage par électroérosion doivent avoir une faible usure et un faible coût de fabrication [24]. Ces matériaux doivent avoir une conductivité thermique élevée afin de dissiper rapidement l'énergie des décharges. De plus, ils doivent avoir une température de fusion ou vaporisation élevée afin de résister à l'effet thermique des décharges. Ils doivent, aussi, avoir un module de Young élevé pour résister à la déformation (outils rigides) [24][23].

Les matériaux du tableau 1 sont les plus utilisés.

Matériau	Module de Young (GPa)	Conductivité thermique (W/m.k)	Conductivité électrique (S/m)	Température de fusion (° C)
Tungstène	406	174	$8,9 \cdot 10^6$	3422
Graphite	30	129	$61 \cdot 10^3$	3652 (Évaporation)
Cuivre	124	401	$5,8 \cdot 10^7$	1084
CuW (25/75)	250	180 - 230	$2,22 \cdot 10^7$	1084/3422

TABLE 1 – Propriétés des matériaux utilisés pour les électrodes-outils [23]

Le tableau 1 permet de constater que les électrodes en tungstène présentent l'avantage d'avoir une rigidité (module de Young) de 3 à 10 fois supérieure à celles du cuivre ou du graphite, une conductivité thermique élevée et une température de fusion importante supérieure à 3000 ° C.

Les électrodes en graphite et en cuivre sont les plus faciles et les moins chères à fabriquer [23]. Cependant, ces deux matériaux ont une faible résistance à l'usure ; le cuivre est doux tandis que le graphite est dur et cassant ce qui va entraîner sa déformation lors de l'usinage.

Le cuprotungstène (alliage cuivre tungstène) est aussi envisageable en électroérosion. Mais, la structure de ce matériau ne convient pas en micro-électroérosion (électrodes d'un petit diamètre) où les microstructures du matériau deviennent importantes.

Le tungstène est le matériau que nous avons choisi, car il a une température de fusion élevée qui lui permet de supporter l'effet thermique des décharges. Aussi, il a une conductivité thermique importante permettant de dissiper rapidement l'énergie des décharges. Et, un module de Young élevé qui lui permet de résister à la déformation.

0.2.2 Matériaux pour l'électrode-pièce

Les matériaux qui peuvent être facilement usinés par micro-électroérosion sont ceux ayant une bonne conductivité électrique et une faible dissipation thermique. Les trois facteurs qui influencent la qualité de la surface usinée sont : le module de Young, la conductivité électrique et la taille des grains du matériau usiné [25]. Parmi ces matériaux, nous trouvons le graphite, les alliages métalliques (aciers, alliages réfractaires à base de nickel, cobalt, titane, alliages à base d'aluminium, cuivre, etc.), les céramiques conductrices ou semi-conductrices (SiC, B4C, TiB2, ZrB2, Ni3Al,...), les matériaux composites (SiC-SiC,...), les matériaux semi-conducteurs (silicium, germanium, ...), les matériaux supraconducteur (Ba2YCu3O7,...) et le diamant polycristallin [26].

Le tableau 2 résume les caractéristiques physiques des matériaux souvent usinés par EDM :

Matériaux	Masse volumique (Kg/m^3)	Modules de Young (GPa)	Conductivité électrique ($10^6 S.m^{-1}$)	Température de fusion ($^{\circ} C$)	Conductivité thermique ($W.m^{-1}.K^{-1}$)
Acier inoxydable	8000	200	1,32	1510	15
Titane	5410	115	1,8	1668	21,9
Ti6Al4V	4430	114	0,58	1630	6,6
WC	14950	600	5	2800	60/80
TiC	4900	440	0,000125	3160	21
Haslloy	8220	200	0,9	1320/1350	12/20
Inconel	8440	209	1	1390/1425	13,2
Diamant	3520	1220	10^{-7}	3550	2000
Molybdène	10200	329	18,7	2620	140
Silicium	2330	140	10^{-9}	1414	150

TABLE 2 – Propriétés des matériaux des électrodes-pièces[23]

L'acier inoxydable et l'inconel sont les deux matériaux qui ont quasiment les mêmes caractéristiques : une faible température de fusion et une faible conductivité thermique, ce qui va limiter la dispersion de l'énergie des décharges sur toute la pièce et permettre d'obtenir un état de surface moins rugueux. Cependant, l'inconel est plus cher que l'acier inoxydable. C'est pour cette raison que l'acier inoxydable a été choisi.

0.3 Méthodes de fabrication des micro-outils

La fabrication des micro-outils, d'un diamètre inférieur à $100\mu m$, est problématique lorsque les méthodes traditionnelles par contact mécanique sont utilisées, car les contraintes exercées sur le micro-outil deviennent très importantes, et cela entraîne sa déformation et même sa cassure. Ainsi, des méthodes sans contact seront privilégiées pour la fabrication de micro-outils de faibles diamètres. Parmi ces méthodes, nous trouvons : **l'usinage par électroérosion** et **la gravure électrochimique**.

0.3.1 Fabrication par micro-électroérosion EDM

En industrie, l'usinage par micro-électroérosion est le procédé le plus répandu pour la fabrication des micro-outils de diamètre allant jusqu'à quelques dizaines de micromètres. Il existe plusieurs variantes du procédé où la différence se trouve dans la forme de la deuxième électrode et le mouvement relatif d'une électrode par rapport à l'autre.

La figure 5 représente trois types d'usinage par micro-électroérosion, qui permettent de fabriquer ces micro-outils [27] :

- Usinage du micro-outil contre un bloc stationnaire à flanc droit
- Usinage du micro-outil avec un disque en rotation
- Usinage du micro-outil avec un fil

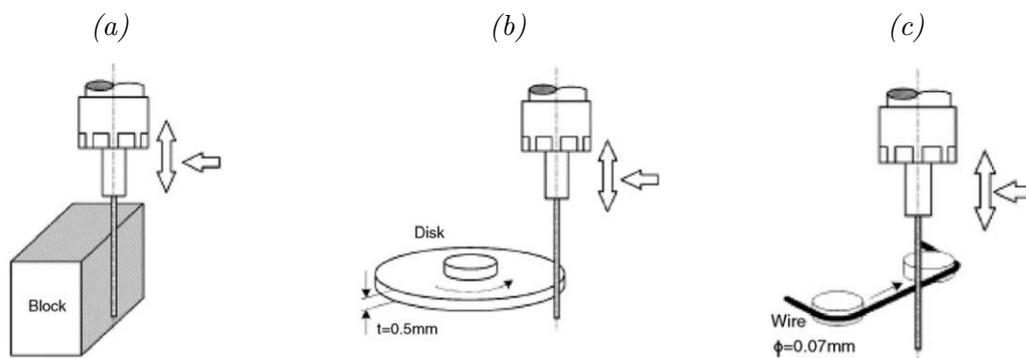


FIGURE 5 – Fabrication des micro-outils cylindriques par μ EDM : (a) usinage contre un bloc stationnaire à flanc droit; (b) usinage avec un disque en rotation; (c) usinage avec un fil [27][28][29]

Sur les machines d'usinage par micro-électroérosion, nous trouvons souvent l'usinage à fil. Ce procédé est utilisé, car il permet de fabriquer des micro-outils de diamètre allant jusqu'à $10\mu\text{m}$ [30][31].

Cependant, les résultats des études menées par Lim et al [27] montrent que l'usinage par micro-électroérosion ne permet pas d'obtenir un diamètre en dessous de $10\mu\text{m}$ à cause du risque de cassure du micro-outil. Les résultats, illustrés sur la figure 6, représentent le profil des micro-outils obtenus par l'équipe de recherche en utilisant trois types d'usinage par μ EDM.

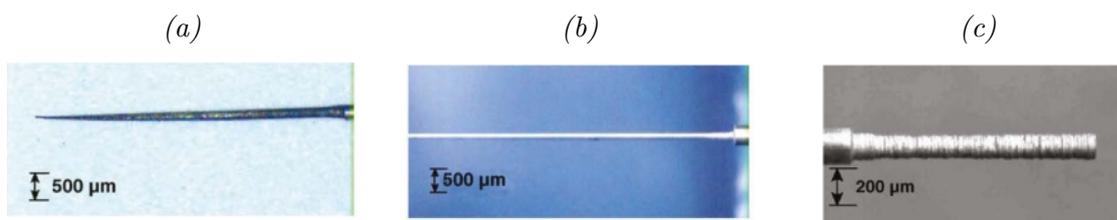


FIGURE 6 – Micro-outils usinés par μ EDM : (a) bloc stationnaire (b) disque en rotation (c) érosion à fil [27][29]

Dans la fabrication des micro-outils par EDM, il est nécessaire de contrôler la forme du micro-outil, ses dimensions et sa rugosité de surface. Pour contrôler les dimensions et la rugosité, un système de détection de contacts est utilisé afin d'éviter toute collision qui peut entraîner l'endommagement du micro-outil. L'inconvénient de ces techniques est qu'elles sont inefficaces lorsque le diamètre du micro-outil devient inférieur à $10\mu m$. Pour ces raisons, plusieurs équipes de recherche [32] se sont orientées vers l'étude de la gravure électrochimique.

0.3.2 Fabrication par gravure électrochimique

La gravure électrochimique est une méthode de fabrication de micro-outils. Elle consiste à appliquer une différence de potentiel entre deux électrodes (le micro-outil : l'anode, la contre-électrode : la cathode) immergées dans une solution. La réaction électrochimique entre la solution et le micro-outil entraîne la dissolution progressive de ce dernier. Parmi les avantages de cette technique, nous trouvons son faible coût et la simplicité de mise en œuvre [33].

La figure 7 illustre le dispositif expérimental à deux électrodes, couramment utilisé, avec un barreau de tungstène en anode et une contre-électrode en platine en cathode plongés dans un électrolyte (NaOH par exemple).

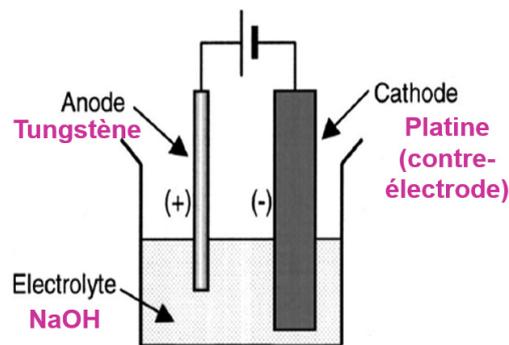


FIGURE 7 – Cellule électrochimique à deux électrodes [34]

La figure 8 montre un exemple de micro-outil obtenu par gravure électrochimique. La forme de l'outil n'est pas cylindrique sur toute la longueur plongée (et elle présente une inhomogénéité de la gravure) [23].

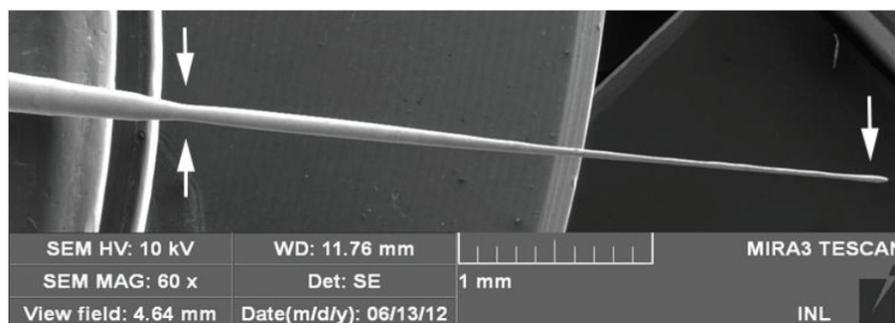


FIGURE 8 – Micro-outil en tungstène fabriqué par gravure électrochimique [23]

La fabrication des micro-outils par gravure électrochimique, cylindriques et faibles diamètres, nécessite une étude approfondie des paramètres afin de dépasser les problématiques de la gravure, telles que l'inhomogénéité et le risque de la cassure du micro-outil. La section suivante présente les problématiques rencontrées lors de la fabrication des micro-outils en tungstène par gravure électrochimique, et lors de l'usinage par μ EDM des pièces en acier.

0.4 Problématiques de la thèse

La fabrication des micro-outils cylindriques en tungstène à grand facteur de forme et l'usinage des pièces en acier par micro-électroérosion avec une résolution de $5\mu\text{m}$ n'est pas simple. En effet, plusieurs contraintes entrent en jeu.

0.4.1 Fabrication des micro-outils cylindriques en tungstène

Lorsque le micro-outil est mis dans la solution, un ménisque apparaît au niveau de l'interface tungstène-air-solution. Il est dû aux tensions de surface. Lors de la gravure, l'outil ne se grave pas d'une manière homogène, et en particulier la gravure est plus rapide au niveau du ménisque. La poursuite de la gravure entraîne donc généralement la cassure de l'outil et la perte de sa partie basse par gravité (effet "drop-off"). Par conséquent, les outils obtenus après gravure sont coniques et à faible facteur de forme. La figure 9 illustre le phénomène "drop-off" qui représente une problématique majeure lors de la fabrication des outils cylindriques. Notamment, lors de la fabrication d'outil à un faible diamètre (de l'ordre de quelques dizaines de micromètres), car nous risquons de le perdre par l'effet "drop-off". Donc, limiter cet effet est l'un des objectifs de la thèse.

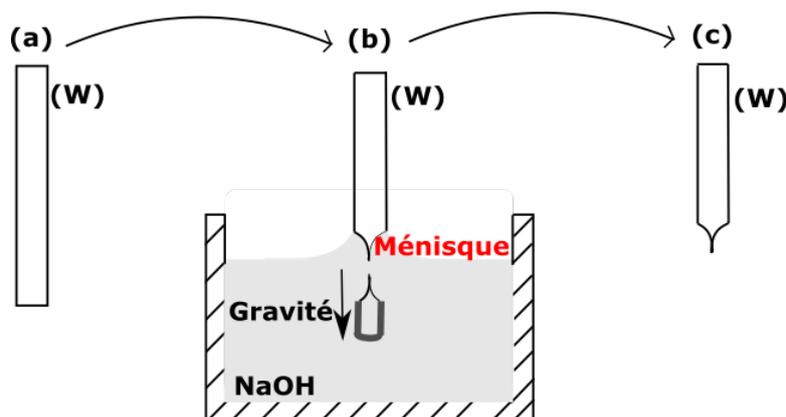


FIGURE 9 – Effet "drop-off" (a) : Micro-outil initial (b) : perte de la partie basse par effet "drop-off" (c) : micro-outil final

0.4.2 Usinage par micro-électroérosion des pièces en acier

La problématique rencontrée lors de l'usinage par micro-électroérosion est la naissance de décharges électriques de manière aléatoire (figure 10) même lorsque les conditions expérimentales sont identiques. Ceci engendre un enlèvement de matière de manière aléatoire et influe sur la résolution d'usinage. Donc, usiner des pièces avec une résolution de $5\mu\text{m}$ demande la maîtrise de la physique du plasma des décharges et des paramètres expérimentaux du procédé. C'est le deuxième objectif de la thèse.

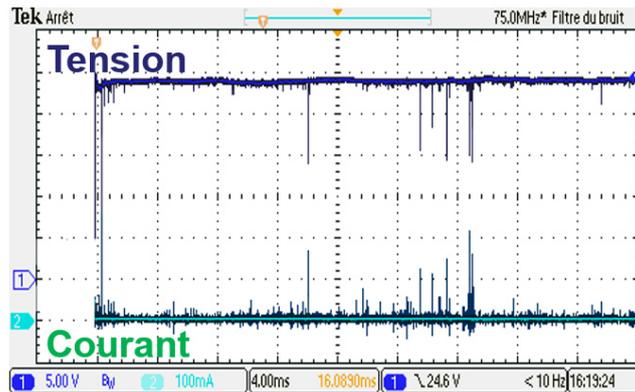


FIGURE 10 – Série des décharges

Les objectifs de la thèse, sont :

1. Étudier l'effet des paramètres physico-chimiques de la gravure électrochimique pour fabriquer des micro-outils cylindriques à grands facteurs de forme (environ de 100) d'une manière automatisée et reproductible.
2. Étudier l'effet des paramètres d'usinage, par micro-électroérosion, pour pouvoir choisir des paramètres optimaux qui permettent d'usiner des pièces avec une résolution élevée ($5\mu\text{m}$) avec une faible usure du micro-outil.

0.5 Plan de la thèse

Objectifs de la thèse

- Fabrication de micro-outils, en tungstène, cylindriques à grand facteur de forme
- Etude des paramètres physiques du procédé d'usinage par micro-électroérosion



Le manuscrit de la thèse est composé de six chapitres :

Le premier chapitre présente l'état de l'art sur la fabrication de micro-outils, en tungstène par gravure électrochimique. L'effet "drop-off" et les solutions proposées, par certaines équipes de recherches, pour fabriquer des micro-outils sont aussi cités.

Le deuxième chapitre aborde l'étude des paramètres expérimentaux utilisés lors de la gravure électrochimique des micro-outils. Ces paramètres contrôlent l'efficacité de la gravure et le profil des micro-outils obtenus, une analyse détaillée de chaque paramètre sera présentée. Les résultats expérimentaux obtenus seront utilisés pour le développement d'un nouveau banc de gravure.

Le troisième chapitre présente la méthodologie mise en œuvre pour fabriquer des outils cylindriques à grand facteur de forme d'une manière reproductible en utilisant les résultats obtenus dans le chapitre précédent.

Le quatrième chapitre est consacré à l'étude bibliographique du procédé d'usinage par micro-électroérosion. Le principe du procédé et le phénomène de naissance des décharges seront présentés. Les différents types d'usinages seront également commentés. De même, les principaux paramètres influençant les performances d'usinage seront abordés.

Le cinquième chapitre s'articule autour des paramètres expérimentaux où une étude détaillée des paramètres électriques et géométriques du procédé sera abordée ainsi que leur effet sur les performances d'usinage. L'ensemble des paramètres étudiés et les observations expérimentales obtenues relatives à l'énergie des décharges, à la quantité de matière arrachée et à l'état de surface de la pièce seront utilisés pour percer des trous.

Le dernier chapitre présente les résultats obtenus lors du perçage de trous en utilisant les paramètres d'usinage optimaux obtenus dans le chapitre 5.

Enfin, une conclusion générale sera présentée, dans laquelle les résultats les plus importants seront analysés. Des perspectives, pour améliorer le procédé, seront proposées. Ce mémoire sera clos par des annexes et une liste des références bibliographiques.

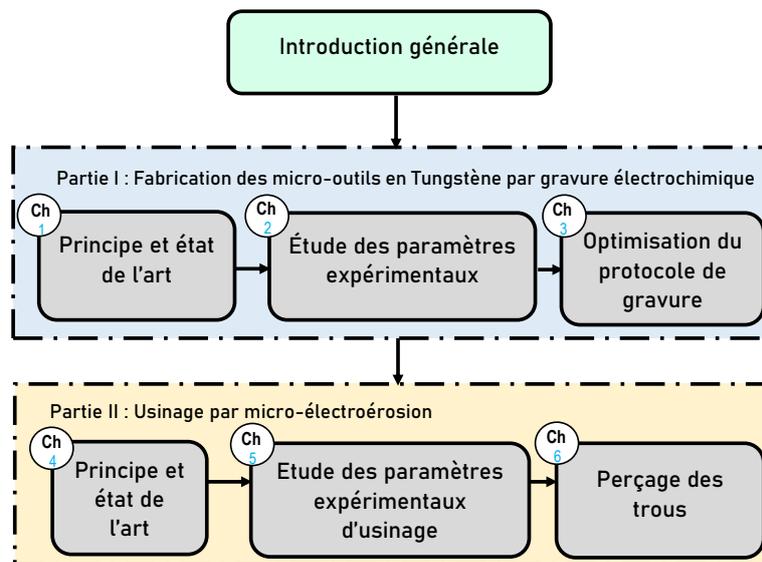


FIGURE 11 – Structure de la thèse

Première partie

Fabrication des micro-outils en Tungstène par gravure électrochimique

Principe et état de l'art

Ce chapitre présente l'état de l'art sur la fabrication des micro-outils en tungstène par gravure électrochimique où les problématiques liées à la gravure ainsi que les réactions chimiques produites lors de la dissolution seront présentées.

Sommaire

1.1	Introduction	17
1.2	Principe de la gravure électrochimique du tungstène	18
1.3	Imperfections et problématiques de la gravure	21
1.4	État de l'art	23
1.4.1	Position de la contre-électrode	23
1.4.2	Position verticale du micro-outil	26
1.4.3	Méthodes de gravure électrochimique	26
1.4.4	Concentration de la solution	30
1.4.5	Tension appliquée lors de la gravure	31
1.4.6	Étapes de la gravure électrochimique	33
1.5	Conclusion	35

Objectifs du chapitre

- Imperfections et problématiques de la gravure
- Etat de l'art

CH₁

"There's plenty of room at the bottom"

R. Feynman (1959)

1.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous allons nous focaliser sur la fabrication de micro-outils en tungstène par gravure électrochimique. Ces micro-outils vont nous servir par la suite à usiner des pièces en acier par micro-électroérosion. Les micro-outils doivent répondre à plusieurs exigences spécifiques à l'usinage : leur forme doit être cylindrique, leur diamètre adapté à la micro-électroérosion (ϕ jusqu'à $5\mu m$) et leur facteur de forme doit être élevé ($F_f > 100$) [23].

La figure 1.1 illustre le profil idéal du micro-outil que nous voulons fabriquer, il est constitué de quatre parties différentes :

- **Tige cylindrique** : qui sert à la saisie du micro-outil pour l'opération du serrage mécanique dans la machine d'usinage par micro-électroérosion. Elle correspond au fil de départ.
- **Fuseau** : C'est la zone comprise entre les plans $z = 0$ et $z = Z_f$. Elle représente une zone de transition de la gravure électrochimique.
- **Partie cylindrique (partie utile)** : c'est la partie du micro-outil obtenue après gravure et utilisée lors de l'usinage par microélectroérosion.
- **Extrémité du micro-outil** : elle est définie comme la zone au-delà de $z = Z_0$. Elle est idéalement nulle.

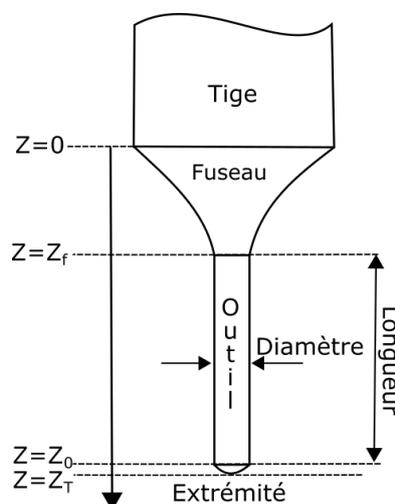


FIGURE 1.1 – Allure d'un micro-outil

Autre leur diamètre, les micro-outils sont caractérisés par le facteur de forme F_f :

$$F_f = \frac{z_0 - z_f}{\phi_m} = \frac{L_{utile}}{\phi_m} \quad (1.1)$$

Où :

- ϕ_m : Le diamètre moyen, de la partie utile du micro-outil, après gravure électrochimique
- L_{utile} : La longueur utile du micro-outil

1.2 Principe de la gravure électrochimique du tungstène

La dissolution du tungstène par voie électrochimique dépend fortement de la valeur du pH de la solution utilisée et de la tension appliquée comme l'illustre la figure 1.2. Lors de l'utilisation d'une solution alcaline, le tungstène se décompose et se dissout sous forme d'ions du tungstate WO_4^{2-} si le pH est >5 .

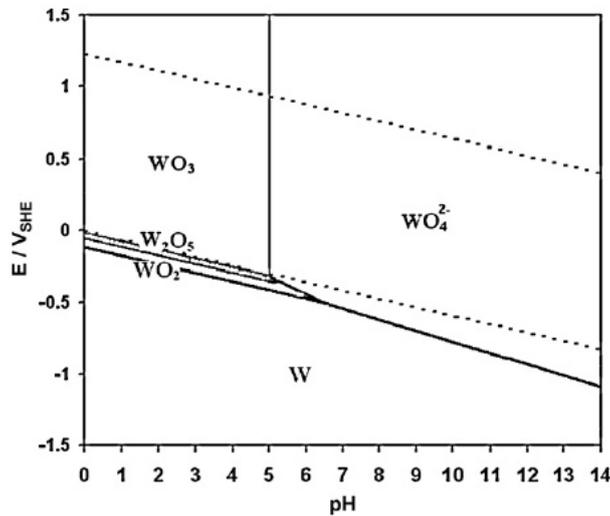
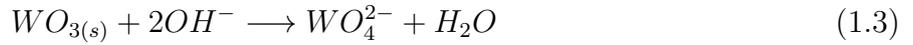
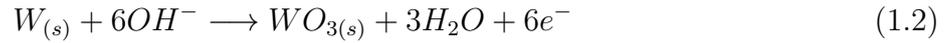


FIGURE 1.2 – Diagramme E - pH pour le système $W-H_2O$ à $25\text{ }^\circ\text{C}$ [21][35]

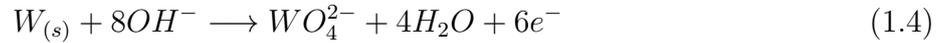
Lors de la fabrication des pointes pour les microscopes à effet tunnel (STM), la solution utilisée est généralement soit de l'hydroxyde de sodium (NaOH) soit de l'hydroxyde de potassium (KOH) [36],[35],[37],[38].

La dissolution électrochimique du tungstène est un domaine étudié depuis longtemps, notamment par Armstrong et al [39] et Kelsey [40]. Les processus de dissolution du tungstène sont complexes. Dans cette thèse, nous nous contenterons d'une représentation simplifiée du processus. Les réactions électrochimiques qui se produisent pendant la gravure anodique du micro-outil sont : l'oxydation du tungstène à sa surface en trioxyde de tungstène WO_3 qui se dissout par la suite en tungstate WO_4^{2-} comme le montrent les équations suivantes :

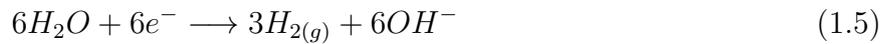
A l'anode, la formation d'une couche visqueuse du tungstate autour du micro-outil [33][34][41][42] :



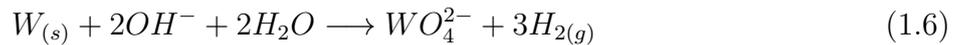
ce qui donne globalement :



A la cathode, des ions d'hydroxyles OH^- se forment avec un dégagement gazeux de dihydrogène H_2 [41][42][43][44] :



L'équation complète de la réaction chimique (1.4) et (1.5) est [41][44][36][45] :



Lors de la gravure anodique, nous constatons qu'à la fin du processus, nous avons la formation d'ions du tungstate WO_4^{2-} autour du micro-outil. Cette couche, visqueuse [46], va couvrir l'outil et va s'écouler vers le bas par gravité [46].

Avant de commencer la gravure, une caractéristique $I(V)$ est réalisée. Elle permet, dans notre cas, de connaître les potentiels de chaque phase (oxydation, réduction, équilibre) et de vérifier la continuité électrique au niveau de la cellule de gravure. La figure 1.3 illustre la caractéristique $I(V)$ sur une plage de $[-2V; 2V]$. L'oxydation de l'outil commence à partir d'un potentiel de $-0,5V$ (courant non nul). La réduction est la phase où l'électrolyse de l'eau prend place (à partir d'un potentiel de $-1,4V$). Pendant la phase d'oxydation, le pic de courant est dû à la formation d'une couche de tungstate et sa hauteur est due à la vitesse de balayage. Avant le plateau, il y'a la formation de tungstate, mais comme le courant est faible, il a le temps de s'écouler dans la solution (NaOH). Pour des courants plus importants, une couche de Tungstate se forme ce qui limite le passage de courant (plateau).

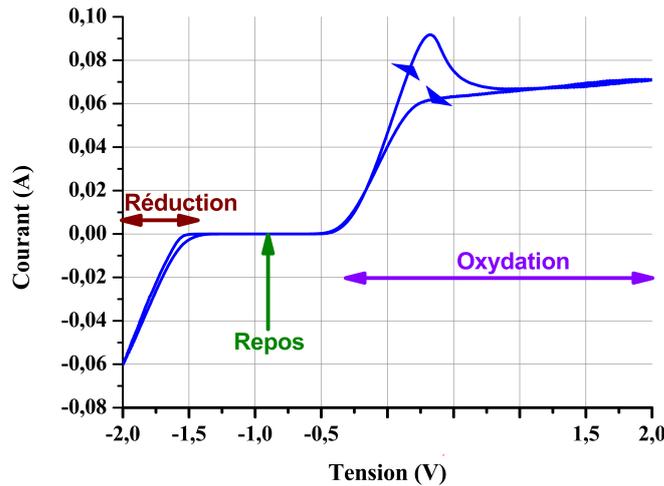


FIGURE 1.3 – Caractéristique $I(V)$: vitesse de balayage $0,3V/s$; durée de la caractéristique : $17s$; numéro de scan : 1 ; solution : $NaOH$ 4 mol/l ; fil de tungstène de diamètre $250\mu m$ et de longueur $5mm$; électrode de référence : $Ag/AgCl/KCl$ saturé

1.2.1 Calcul du diamètre moyen

Lors de la gravure électrochimique, la quantité de matière arrachée est donnée par la loi de Faraday :

$$m = \frac{Q}{F} * \frac{M}{z} \quad (1.7)$$

Où :

- m : La masse de matière gravée
- Q : La quantité de charges passant dans la cellule lors de la gravure en Coulomb
- F : La constante de Faraday ($F = 96485\text{ C/mol}$)
- M : La masse molaire du tungstène ($M=183,85\text{ g/mol}$)
- $z=6$: Le nombre d'électrons impliqués dans la réaction électrochimique

Dans le calcul du volume de la matière arrachée, nous supposons (1) que tous les électrons ont été utilisés pour graver le micro-outil sans prendre en compte l'existence d'autres réactions ; (2) que la matière est idéalement enlevée, uniquement, sur la partie cylindrique de l'outil. Le volume de la matière arrachée est :

$$\Delta V = \frac{\pi \cdot L}{4} \cdot (\Phi_0^2 - \Phi^2) = \frac{m}{\rho} \quad (1.8)$$

Où :

- Φ_0 : diamètre initial du micro-outil
- Φ : diamètre, théorique, moyen du micro-outil après gravure
- L : longueur plongée dans la solution $NaOH$
- ρ : masse volumique du tungstène

A partir des équations 1.7 et 1.8, le diamètre moyen théorique du micro-outil après gravure est donné par l'équation (1.9).

$$\Phi = \sqrt{\Phi_0^2 - \left(\frac{4.M.Q}{\pi.L.\rho.z.F}\right)} \quad (1.9)$$

1.3 Imperfections et problématiques de la gravure

Pendant les études expérimentales, le micro-outil est dans la plupart des cas plongé verticalement dans la solution et l'application d'un potentiel entre les deux électrodes entraîne l'amincissement du micro-outil. La poursuite de la gravure engendre la rupture du micro-outil au niveau de la zone du contact de sorte que le cône inférieur soit perdu dans la solution. Ce phénomène est connu dans la littérature par l'effet "drop-off" (figure 1.4). Comme son nom l'indique, il s'agit de la perte de la partie gravée et l'obtention de pointe. Le sommet du cône supérieur présente des caractéristiques utiles en microscope à effet tunnel (STM) et en microscope à force atomique (AFM).

L'effet "drop-off" a fait l'objet de plusieurs études. C'est un phénomène qui se produit lorsque la gravure du micro-outil dépasse un certain seuil. Pour réduire ce problème, il faut comprendre le phénomène physique inhérent à ce procédé de gravure.

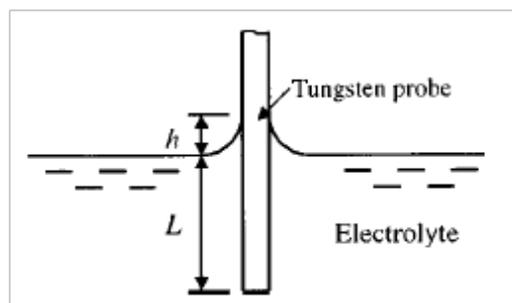


FIGURE 1.4 – Effet de la tension de surface (ménisque) [47]

Avant d'aborder l'aspect chimique de l'effet "drop-off", nous allons parler de l'utilité de cet effet dans la fabrication des pointes. Les premiers auteurs se sont intéressés à la taille de ces pointes et leur utilisation en émission de champ. Les travaux de Melmed [46] représentent les premières études effectuées dans le domaine. Lim et al [48] se sont concentrés dans leurs recherches sur la fabrication des pointes en tungstène par gravure électrochimique dans des solutions de NaOH et KOH.

La figure 1.5.(a) représente le montage expérimental le plus utilisé lors de la fabrication des pointes par gravure électrochimique. Un fil de diamètre de $125\mu m$ est immergé dans du NaOH et du glycérol. Un signal pulsé de quelques volts est appliqué entre le micro-outil et la contre-électrode à l'aide d'un relais temporisé. La gravure des pointes est contrôlée de manière optique tout au long de la gravure par un microscope. C'est avec cette méthode que l'équipe [49] a pu fabriquer des pointes coniques ayant un rayon de courbure, à l'apex, de quelques nanomètres comme montré sur la figure 1.5.(b).

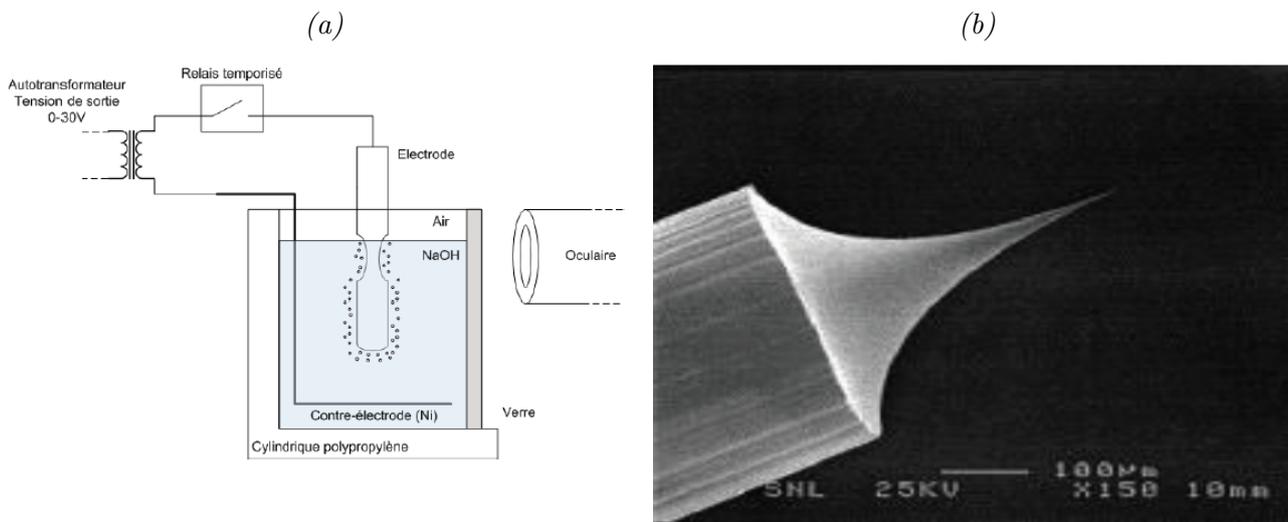


FIGURE 1.5 – Fabrication des pointes à partir d'un fil en tungstène de diamètre $125\ \mu\text{m}$, un récipient contenant de NaOH et du glycérol et un signal pulsé a été appliqué (a) : dispositif expérimental (b) : pointe obtenue [49]

La compréhension de l'origine de l'effet "drop-off" a demandé des études approfondies dans le domaine. Choi et al ont constaté que parmi les principales causes de cet effet, nous trouvons la dissolution inhomogène du tungstène. Les ions tungstate produits ont tendance à migrer vers le fond de la solution par gravité au cours de la gravure, ce qui accélère la gravure du micro-outil à la surface (homogénéité du ménisque)[49].

Nous trouvons une autre explication qui met en évidence l'effet des forces de capillarité (tension de surface) qui conduisent à la formation d'un ménisque au niveau de l'interface outil-solution-air. De ce fait, les flux de convection au voisinage du fil modifient la gravure. Ce phénomène est schématisé sur la figure 1.6. D'après les études [36], la forme du ménisque impacte la forme finale de la pointe, car la vitesse de gravure au sommet du ménisque est beaucoup plus lente qu'en bas (le principe du vortex montré sur la figure 1.6).

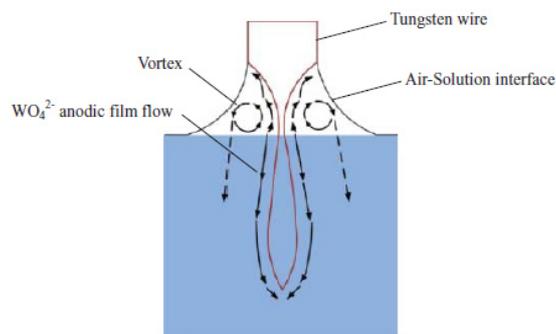


FIGURE 1.6 – Schéma du flux d'ions WO_4^{2-} lors de la gravure électrochimique d'un fil en tungstène dans NaOH ou KOH [43][36]

Dans la littérature, nous trouvons une autre explication par rapport à cette différence de vitesse de gravure. Elle est expliquée comme étant une conséquence de la présence d'un gradient de concentration dû à la diffusion des ions OH^- . Ce qui engendre par la suite la séparation de la partie basse du micro-outil, car la résistance à la traction du micro-outil au niveau du

ménisque ne peut plus supporter le poids de l'extrémité inférieure du micro-outil où une quantité importante du tungstate reste collée[43]. C'est de cette manière que se produit l'effet "drop-off" et que des pointes sont fabriquées.

La figure 1.7 réunit les étapes lors de la gravure du micro-outil jusqu'à la perte de sa partie basse par effet "drop-off". Elle décrit le dépôt du tungstate en bas du micro-outil et la rapidité de la gravure au niveau du ménisque et notamment l'obtention des pointes, partie haute, à la fin de la gravure.

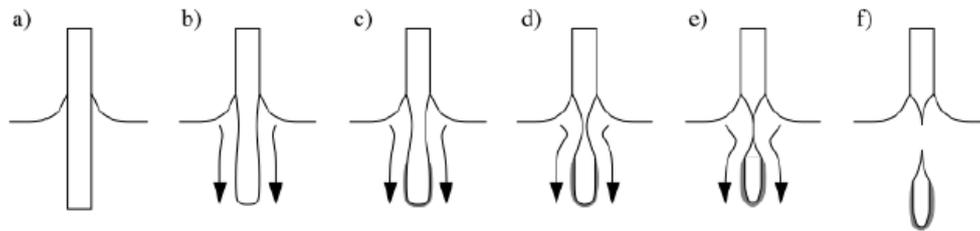


FIGURE 1.7 – Description de l'effet "drop-off" lors de la gravure électrochimique d'un fil en tungstène dans le NaOH ou KOH : (a) Formation du ménisque ; (b) à (e) Formation d'une couche dense du tungstate WO_4^{2-} ; (e) rupture de la partie basse [21]

1.4 État de l'art

Nous allons décrire, dans cette partie, l'effet des bulles du dihydrogène émises par la contre-électrode lors de la gravure sur la forme des micro-outils et leur impact sur l'effet "drop-off". Nous présenterons aussi quelques expériences effectuées, par des équipes de recherches afin de rendre la gravure la plus homogène possible.

1.4.1 Position de la contre-électrode

D'après Yoshimoto [33], la distance entre le micro-outil et la contre-électrode a un rôle primordial sur la gravure. Le positionnement de la contre-électrode proche du micro-outil engendre des effets indésirables sur le profil du micro-outil notamment au niveau du ménisque. Cela est dû aux bulles d'hydrogène H_2 émises par la contre-électrode qui vont perturber la gravure lors de leur échappement de la solution. Ce qui entraîne l'accélération de gravure au niveau du ménisque (partie non protégée par la couche du tungstate) et à terme la perte du micro-outil par effet "drop-off".

Ju [36] a étudié l'effet de la position de la contre-électrode sur le facteur de forme du micro-outil. Il a utilisé une contre-électrode, annulaire, qui entoure le micro-outil dans des positions différentes par rapport à l'interface air/solution. D'après les résultats de ses recherches, mettre la contre-électrode dans le même niveau que l'interface air/solution (comme illustré sur la figure 1.6 (a)) entraîne la formation de micro-outils de faible facteur de forme, car le champ électrique est élevé dans cette zone par rapport au reste du micro-outil. A contrario, l'éloigner de l'interface air/solution ($h=2\text{mm}$ dans le cas de ses études) engendre la fabrication de micro-outils à grand facteur de forme (figure 1.8 (c)).

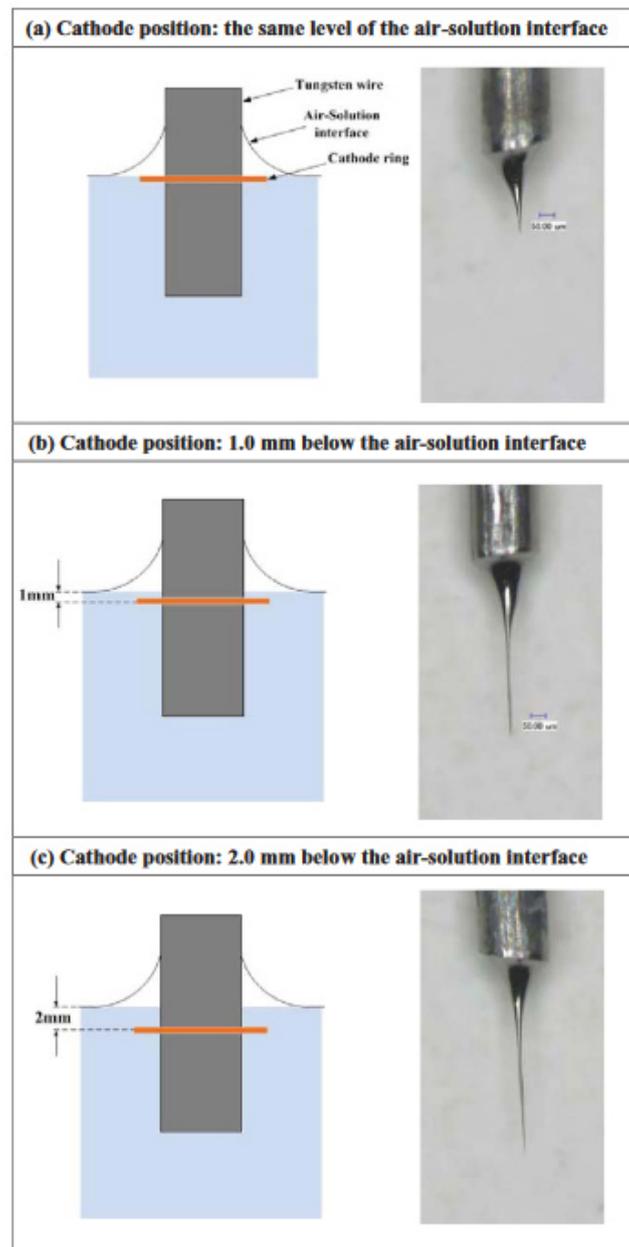


FIGURE 1.8 – Position de la contre-électrode dans des endroits différents par rapport à l'interface air/solution lors de la gravure électrochimique d'un fil en tungstène[36]

Dans le but de limiter l'effet des bulles d'hydrogènes sur le profil du micro-outil, l'équipe de Mathew et al [50] a étudié l'effet du déplacement vertical de la contre-électrode lors de la gravure. Ils ont fait varier la position de la contre-électrode (figure 1.9 (a)) avec une vitesse de $2,2\mu\text{m}/\text{s}$ puis de $2,7\mu\text{m}/\text{s}$. Le déplacement de la contre-électrode permet d'éparpiller les bulles d'hydrogènes produites. De ce fait, elles ne seront pas concentrées au même endroit, ce qui permet de limiter leur effet et d'obtenir des micro-outils à grand facteur de forme allant jusqu'à 450 (figure 1.9 (b)).

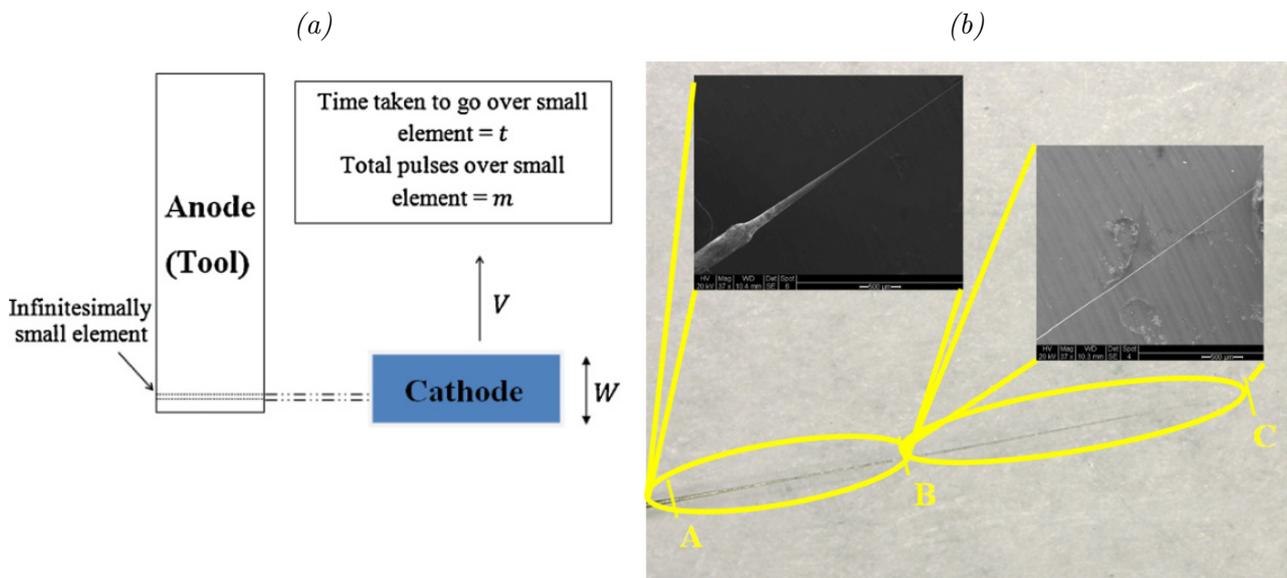


FIGURE 1.9 – Déplacement de la contre-électrode avec une vitesse de $2,2 \mu\text{m/s}$ puis de $2,7 \mu\text{m/s}$ lors de la gravure d'un micro-outil en tungstène (a) : Modèle utilisé (b) : Micro-outil obtenu de facteur de forme 450, longueur $AB+BC$ de $4573 \mu\text{m}$ et de diamètre de $10 \mu\text{m}$ [50]

D'autres équipes ont proposé la séparation des deux électrodes (contre-électrode et micro-outil) pour limiter l'effet des bulles d'hydrogènes produites [41] (figure 1.10).

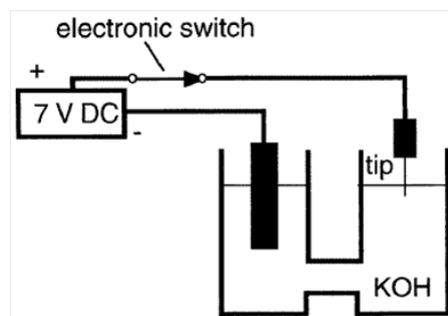


FIGURE 1.10 – Séparation des deux électrodes [41]

D'autres chercheurs se sont intéressés à mettre la contre-électrode dans un tube [33] ou dans un cylindre en verre [33] pour éliminer totalement cette contrainte. Et d'autres[21] ont simplement éloigné la contre-électrode de l'outil de sorte que les bulles d'hydrogènes émises ne perturbent pas la gravure, comme montré sur la figure 1.11.

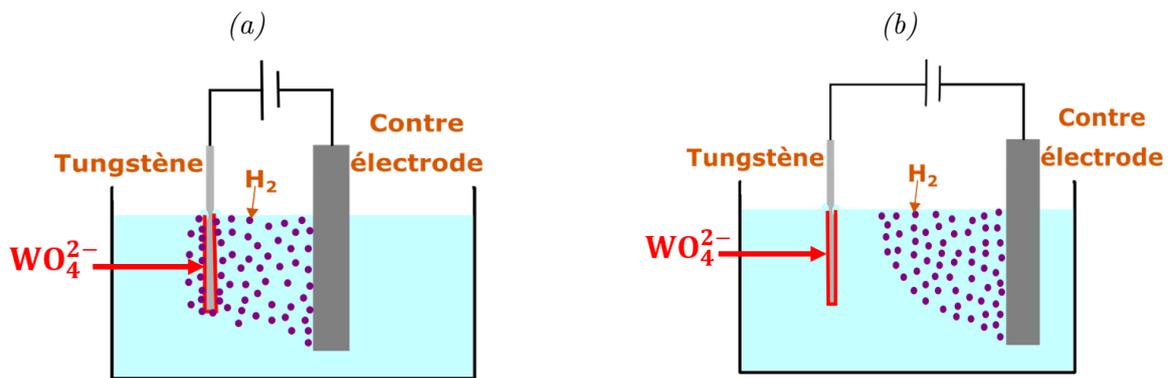


FIGURE 1.11 – Effet du dégagement d'hydrogène au niveau de la contre-électrode : (a) lorsque la contre électrode est proche de l'outil ; (b) lorsque la contre électrode est loin de l'outil

1.4.2 Position verticale du micro-outil

Pendant la gravure électrochimique, le micro-outil est toujours mis à la verticale. Cette position permet aux ions du tungstate formés WO_4^{2-} de s'écouler vers le bas par gravité [36]. Nous trouvons dans la littérature, le cas où le micro-outil est immergé complètement dans la solution (figure 1.12) afin de fabriquer des pointes. Cette méthode a permis de fabriquer des pointes de longueur allant de 0,5mm à 4,5mm avec un angle de conicité inférieur à 1° .

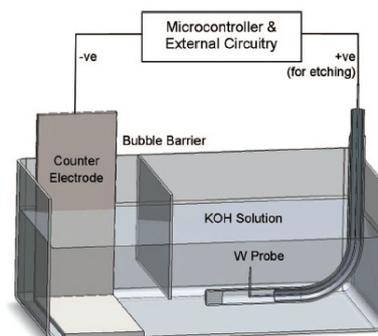


FIGURE 1.12 – Immersion totale du micro-outil dans une solution KOH[51]

D'après ces études, la position verticale du micro-outil et l'immersion de la partie à graver sont la meilleure solution à choisir pour fabriquer des micro-outils. Dans la littérature, plusieurs méthodes de gravure ont été effectuées pour fabriquer des micro-outils cylindriques à grand facteur de forme.

1.4.3 Méthodes de gravure électrochimique

L'effet "drop-off" représente un défi, pour les équipes de recherches intéressées par la fabrication des micro-outils de forme conique, car il entraîne la cassure précoce du micro-outil et la perte du contrôle sur la gravure. C'est pour cette raison que plusieurs auteurs ont effectué de nombreux essais pour réduire cet effet. Plusieurs méthodes de gravure ont été envisagées : la gravure statique, la gravure dynamique, la gravure par paliers et la gravure par vibration de la solution. Dans cette section, nous allons les décrire et présenter les résultats obtenus.

1.4.3.1 Gravure statique et gravure dynamique

La gravure statique consiste à faire la gravure du micro-outil sans le bouger tandis que la gravure dynamique se base sur le déplacement vertical du micro-outil lors de sa gravure. Le fait de garder le micro-outil en statique pendant toute la durée de gravure entraîne la perte de sa partie basse rapidement (effet "drop-off") .

Le micro-outil obtenu a alors un faible facteur de forme (figure 1.13 (a)), et dans certaines conditions, la forme du micro-outil est cylindrique [36]. L'équipe de recherche [36] a étudié la gravure dynamique afin de comparer les résultats obtenus lors de l'utilisation de la gravure statique. A la suite de cette étude, il s'est avéré que la gravure dynamique engendre la fabrication de micro-outils coniques sur une longueur importante comme illustrée sur la figure 1.13 (b). Cela est justifié par le déplacement permanent du micro-outil et donc la position du ménisque n'est pas stable ce qui permet d'éviter l'effet "drop-off" et d'obtenir des micro-outils à grand facteur de forme [33][36]. L'inconvénient de cette méthode est qu'elle permet de fabriquer des micro-outils coniques ce qui n'est absolument pas l'objectif dans cette thèse.

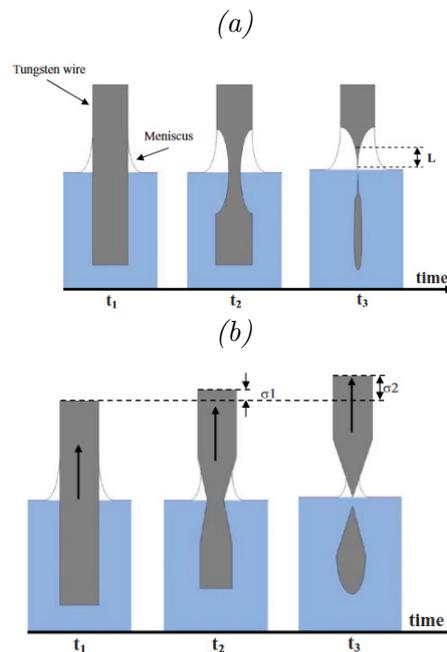


FIGURE 1.13 – Allure du micro-outil après gravure : (a) statique (b) dynamique [33][36]

D'après Khan [52], afin d'obtenir des micro-outils à grand facteur de forme, il existe deux paramètres à ajuster en gravure dynamique : l'amplitude des oscillations verticales au niveau de la solution et la fréquence des oscillations c.-à-d. la vitesse avec laquelle le niveau de la solution se fait varier.

L'amplitude des oscillations influence l'angle et la longueur du cône obtenu. Une amplitude élevée de quelques millimètres entraîne l'obtention d'un cône où l'angle de la pointe est petit (quelques degrés) et la longueur est grande (quelques millimètres).

Les études menées par Khan [52] ont proposé de faire varier la vitesse de déplacement de l'outil entre $2 \mu\text{m/s}$ et $10 \mu\text{m/s}$. Et, il a pu produire des micro-outils coniques d'un angle de 10° et d'une longueur approximative de 1,5 mm lorsque l'amplitude d'oscillation est de 3 mm.

D'après ces résultats, une oscillation d'amplitude inférieure à 1mm permet d'avoir un grand angle au niveau de la pointe (30°) et d'une longueur courte (approximativement 0,6 mm). Ces résultats montrent que cette technique n'est pas adaptée à la fabrication de micro-outils cylindriques. Elle est fortement utilisée dans le cas de la fabrication des micro-outils coniques.

1.4.3.2 Gravure dynamique en plusieurs étapes

La gravure dynamique en plusieurs étapes est une amélioration de la gravure dynamique. L'objectif de l'utilisation de cette méthode est la fabrication des micro-outils cylindriques à grand facteur de forme. Les chercheurs [52] qui ont utilisé cette méthode ont décidé d'effectuer la gravure dynamique du micro-outil avec deux étapes sur deux longueurs différentes. Ce qui va empêcher l'apparition de l'effet "drop-off" et va aider à homogénéiser la gravure. Lors de leur étude expérimentale, ils ont immergé un micro-outil d'une longueur de 1mm à 4 mm, dans la solution, pour une durée de gravure de 10 min à 20 min. Dans chaque expérience, ils fixent une longueur qui varie de 1mm à 4mm. Par la suite, il laisse la gravure du micro-outil progresser jusqu'à ce qu'il constate que le micro-outil s'amincit considérablement au niveau du ménisque et que le micro-outil risque d'être perdu par effet "drop-off". A ce moment-là, ils enlèvent le micro-outil de la cellule de gravure, et ils effectuent une étape de nettoyage supplémentaire.

Cette étape de nettoyage est cruciale, car elle permet d'enlever les résidus de la gravure (le tungstate et le NaOH) collés sur la surface du micro-outil. Le protocole de nettoyage qu'ils ont utilisé, consiste à nettoyer le micro-outil avec de l'eau-déionisée et l'acide isopropylique puis le sécher avec l'azote. Dans leur étude, aucune explication n'est donnée concernant le choix de ces solutions. Une fois le micro-outil nettoyé, ils le remettent dans la solution pour effectuer la deuxième étape de gravure. Cependant, cette fois-ci, la longueur du micro-outil immergée dans la solution est plus courte que celle plongée dans la première étape de gravure. Cette méthode a permis d'obtenir une forme cylindrique au niveau de la partie gravée. Toutefois, les micro-outils obtenus sont à faible facteur de forme (figure 1.14).

Cette étude a montré que les caractéristiques des micro-outils fabriqués par gravure dynamique sont étroitement liées aux paramètres de la technique utilisée en termes d'amplitude, de fréquence d'oscillations et de longueur du micro-outil plongé dans la solution [52]. Cette méthode de gravure est intéressante, cependant le facteur de forme obtenu est plus faible que celui obtenu en une seule étape de gravure.

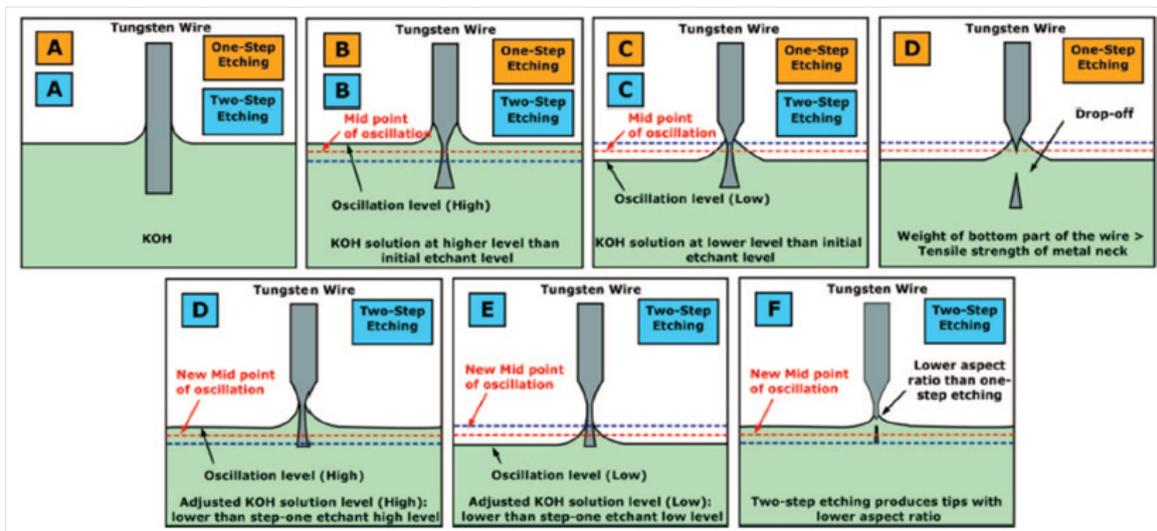


FIGURE 1.14 – Gravure dynamique en deux étapes. De A à C : première étape. De D à F : deuxième étape [52]

1.4.3.3 Gravure par étapes

Lim et al[34] ont proposé une technique alternative à la gravure statique. Elle consiste à faire varier la longueur plongée dans la solution dans le but d'éviter l'effet "drop-off" et assurer l'obtention d'une forme cylindrique du micro-outil. Cette technique porte le nom "gravure par paliers".

La figure 1.15 schématise le principe de la technique, la longueur du micro-outil plongée dans la solution est régulièrement modifiée avec une durée de gravure bien spécifique pour chaque étape de gravure.

A l'aide de cette technique, ils ont obtenu un diamètre de $\phi = 60\mu m$ sur une longueur de $120\mu m$ dans les conditions suivantes : diamètre initial du micro-outil en tungstène de $\phi_0 = 500\mu m$, solution KOH de concentration de 5 mol/l et une tension appliquée de 2V.

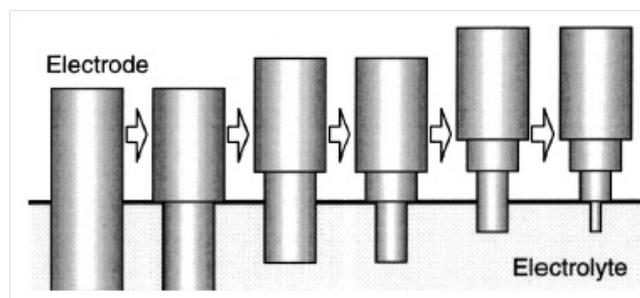


FIGURE 1.15 – Gravure par étapes [34]

1.4.3.4 Gravure avec vibration de la solution

Une étude menée par Wang [53] a utilisé une méthode alternative, nommée gravure avec vibration de la solution, pour fabriquer des micro-outils cylindriques à grand facteur de forme. Le principe de la méthode est illustré dans la figure 1.16, il consiste à faire vibrer la solution lors de la gravure du micro-outil afin de se débarrasser plus facilement de la couche visqueuse du tungstate qui bloque la gravure. L'équipe a choisi de prendre en considération que la partie basse du micro-outil. Comme illustré sur la figure 1.16, ils ont utilisé un micro-outil long qui pénètre la cellule et ils ont lancé la gravure jusqu'à la perte du micro-outil par effet "drop-off", puis ils ont pris comme résultat la partie basse de l'outil obtenu.

En utilisant cette technique, Wang et al [53] ont réussi à fabriquer des micro-outils cylindriques de $11\mu\text{m}$ de long et 500nm de diamètre, en utilisant une amplitude de $50\mu\text{m}$, une fréquence de 35Hz , une tension de 4V et une concentration de 1mol/l . Cette méthode a montré que la vibration verticale de la solution influence, elle aussi, le profil et le facteur de forme du micro-outil.

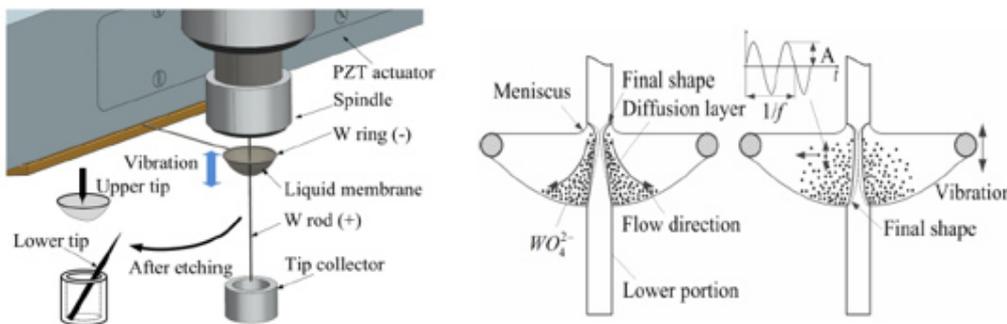


FIGURE 1.16 – Vibration de la solution avec une amplitude de $50\mu\text{m}$, une fréquence de 35Hz , une tension de 4V et une concentration de 1mol/l (a) : Banc expérimental (b) : Schématisation de la gravure [53]

A notre connaissance, peu d'études ont été effectuées concernant l'effet des paramètres (physiques, géométriques, ou électriques) sur la gravure. Seules quelques équipes qui se sont notamment intéressées à l'étude de l'effet de la concentration et de la tension appliquée lors de la gravure.

Dans cette section, nous allons présenter les résultats obtenus, par ces équipes, afin d'illustrer l'influence de ces deux paramètres sur le facteur de forme du micro-outil après gravure.

1.4.4 Concentration de la solution

La dissolution du tungstène dépend de la concentration de la solution NaOH ou KOH. D'après Ju [36], une solution (NaOH ou KOH) de concentration de 3mol/l permet d'avoir un facteur de forme aux environs de 20 dans le cas où la tension appliquée est de $3,3\text{V}$ avec une longueur utile de $600\mu\text{m}$ (figure 1.17). Tandis qu'une faible concentration de 1mol/l conduit à fabriquer des micro-outils de facteur de forme allant jusqu'à 200 (figure 1.17). Ceci est certainement dû à la quantité d'ions OH^- . En effet, pour une concentration élevée, la vitesse de dissolution devient rapide. Par contre à faible concentration, la vitesse de gravure est lente.

Ceci peut s'expliquer par le fait que le tungstate a plus de temps pour couler, et donc l'outil est gravé d'une manière plus homogène.

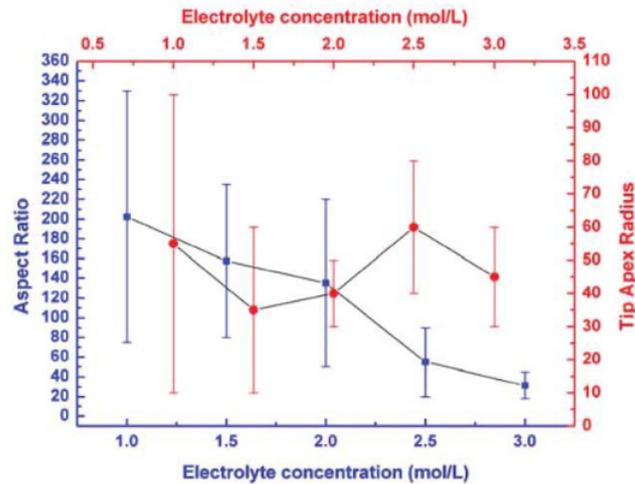


FIGURE 1.17 – Effet de la concentration sur le facteur de forme d'un micro-outil en tungstène lors de l'application d'une tension de 3,3V et une longueur plongée de 600 μm [36]

1.4.5 Tension appliquée lors de la gravure

La tension appliquée pendant la gravure électrochimique influence la forme du micro-outil obtenu. D'après Ju [36], une tension élevée engendre la rapidité de la vitesse de gravure, car la cinétique chimique des ions OH^- devient plus grande.

Ju a utilisé une tension élevée supérieure à 2,5V qui a permis de produire un micro-outil de faible facteur de forme dans les conditions suivantes : concentration de KOH de 1,5 mol/l, longueur utile de micro-outil de 600 μm . Comme illustré sur la figure 1.18, une tension élevée de 6V entraîne l'obtention d'un facteur de forme très faible (aux environs de 30) tandis qu'une tension de 2V engendre la fabrication de micro-outils à grand facteur de forme (aux environs de 300).

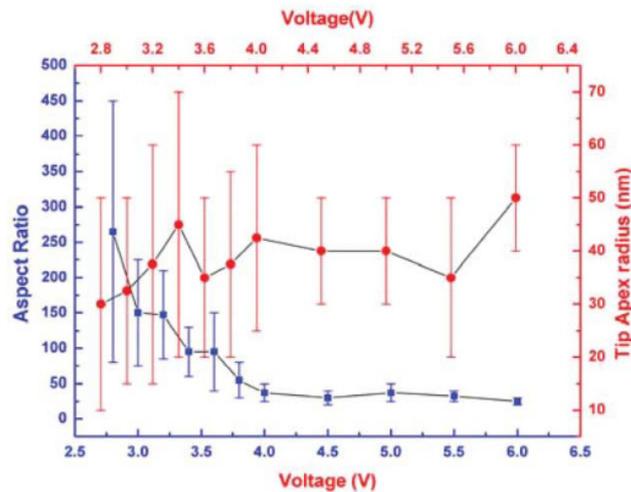


FIGURE 1.18 – Effet de la tension appliquée sur le facteur de forme d'un micro-outil en tungstène lors de l'utilisation d'une solution KOH de concentration 1,5 mol/l et une longueur plongée de $600\mu\text{m}$ [36]

Le type de signal appliqué impacte la forme de l'outil après gravure. L'équipe de Chanq [54] a étudié deux types de signaux : le signal continu et le signal pulsé. Lors de l'application d'un signal continu de 2V. Ils ont obtenu un micro-outil où la gravure est accélérée au niveau du ménisque, car cette partie n'est pas protégée par la couche de tungstate WO_4^{2-} comme montré sur la figure 1.19 (a) et (b). La poursuite de la gravure engendre la perte de l'outil par effet "drop-off" et l'obtention d'un micro-outil conique (pointe). Cependant, un signal pulsé permet de laisser le temps à la couche de tungstate de s'écouler et d'homogénéiser la gravure. Par conséquent, elle permet d'éviter la perte de l'outil par effet "drop-off" et d'obtenir des micro-outils cylindriques -figure 19 (c) et (d)-.

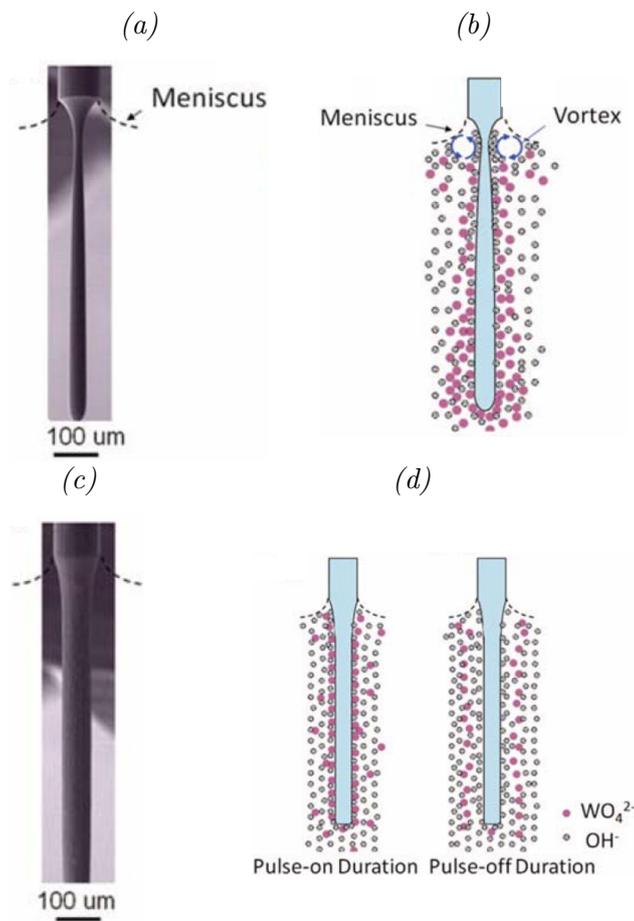


FIGURE 1.19 – Effet du signal appliqué : (a) et (b) signal continu ; (c) et (d) signal pulsé

1.4.6 Étapes de la gravure électrochimique

Pour fabriquer un micro-outil de faible diamètre (quelques micromètres), il faut contrôler soit le courant qui circule dans la cellule de gravure, soit la tension. L'équipe de Stone [51] s'est intéressée à l'application d'une tension continue de 4V. Dans leurs expériences, ils ont défini un seuil de courant pour chaque étape de gravure :

1. **Étape de polissage** : Cette étape permet d'enlever les résidus (tungstate et NaOH) collés sur la surface du micro-outil.
2. **Étape de gravure** : Pendant cette étape, la gravure du micro-outil s'effectue. Sa durée dépend du diamètre final désiré.
3. **Étape de finition** : cette étape permet d'enlever un peu de matière afin d'atteindre le diamètre désiré.

La figure 1.20 illustre l'allure du micro-outil obtenu après chaque étape de gravure. Nous pouvons voir la différence entre les trois étapes au niveau du profil et diamètre du micro-outil obtenu.

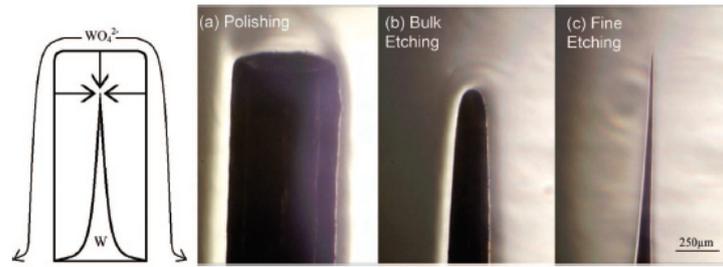


FIGURE 1.20 – Étapes de gravure (a) : polissage (b) : ébauche (c) : finition [51]

Les travaux de recherches effectués au sein de l'INL (précédemment à cette thèse) ont pu aboutir à la fabrication de micro-outils de diamètre moyen $\Phi = 33 \mu\text{m} \pm 0,31 \mu\text{m}$ sur une longueur de 3mm. Donc, un facteur de forme de 91 d'une manière reproductible, mais avec la présence d'un opérateur [21]. Cependant, lors de la thèse, ils ne sont pas intéressés à l'étude des paramètres et leurs effets sur la gravure des outils.

La fabrication des micro-outils de diamètre inférieur à $10\mu\text{m}$ d'une manière automatique a été l'objet de leur étude. Cependant, ils ont été confrontés à plusieurs défis. La figure 1.21 illustre un outil fabriqué où le diamètre moyen est de $8 \mu\text{m}$. La fabrication de cet outil a demandé l'intervention de l'opérateur ; et la validation de la reproductibilité n'a pas été achevée à cause de la finesse du diamètre obtenu qui a entraîné parfois la perte de l'outil par effet "drop-off" et la perte du contrôle sur la gravure.

De ce fait, une étude des différents paramètres intervenant lors de la gravure est primordiale afin de maîtriser le procédé et aboutir à fabriquer des outils cylindriques à grand facteur de forme d'une manière automatisée.



FIGURE 1.21 – Micro-outil en tungstène de $\Phi=8 \mu\text{m} \pm 1 \mu\text{m}$ et $F_f=78$ réalisé par gravure électrochimique en utilisant le NaOH de $C=4\text{mol/l}$, un signal pulsé et une tension de 5V [21]

1.5 Conclusion

Dans ce chapitre, nous nous sommes intéressés d'une part à l'état de l'art des méthodes permettant de fabriquer des micro-outils par gravure électrochimique, et d'autre part à donner un bref aperçu sur les types et les paramètres de gravure qui influencent la forme et le diamètre du micro-outil.

La gravure électrochimique du tungstène se base sur l'application d'un potentiel entre deux électrodes. Lors de la gravure, il y a la production de tungstate qui se dépose le long de l'outil d'une manière inhomogène. Cette couche de tungstate et les bulles d'hydrogènes émises par la contre-électrode entraînent l'inhomogénéité de la gravure.

Pour y remédier, plusieurs équipes de recherche ont proposé différentes méthodes afin d'améliorer le procédé de gravure et de limiter le risque de perdre l'outil par effet "drop-off". Ces propositions combinent à la fois : (i) l'éloignement de la contre-électrode de l'outil afin d'éviter l'effet des bulles d'hydrogènes émises et qui rendent la gravure de l'outil plus rapide au niveau du ménisque. (ii) l'application d'un signal pulsé afin de laisser le temps à la couche de tungstate formée de s'écouler vers le bas de l'outil.

Aussi, ils ont testé plusieurs méthodes : soit en laissant l'outil en statique, ou bien en le remontant lors de la gravure, soit en vibrant la solution ou bien en effectuant plusieurs étapes de gravure en statique. D'après leurs résultats, la gravure dynamique entraîne l'obtention d'outils coniques, tandis que la gravure statique permet de fabriquer des outils cylindriques. La vibration de la solution est une méthode qui permet de fabriquer des outils cylindriques à grand facteur de forme. Cependant, la mise en place de leur protocole de retirer l'outil par le bas ne répond pas à nos exigences, puisque les outils que nous fabriquons vont être utilisés lors d'un usinage. La méthode de la gravure par étapes semble la plus prometteuse dans notre cas, car elle permet de fabriquer des outils cylindriques à grand facteur de forme.

D'après l'étude bibliographique, nous avons pu comprendre l'interaction entre les différents paramètres de la gravure électrochimique. Elle nous a aidés à choisir les conditions initiales de gravure de notre procédé.

En nous appuyant sur cette étude bibliographique, nous avons pris la décision d'implémenter un banc où la gravure est statique. Nous allons, aussi, mettre le micro-outil en verticale puisque notre banc de gravure sera implémenté dans une machine d'usinage par micro-électroérosion pour usiner des pièces en acier une fois que les micro-outils sont fabriqués.

A partir de cette étude, plusieurs verrous scientifiques apparaissent, notamment la cassure de l'outil par effet "drop-off" et l'influence des paramètres physico-chimiques sur le profil et le facteur de forme des outils.

Dans ce sens, cette thèse vise dans un premier temps à étudier l'effet des différents paramètres du procédé sur le profil et le diamètre des outils pour déterminer les paramètres optimaux qui permettent d'obtenir des résultats satisfaisants au niveau de la forme et du diamètre des outils. La validation de la répétabilité du procédé sera aussi réalisée pour garantir la reproductibilité des outils. Dans un second temps, les paramètres optimaux seront utilisés

pour fabriquer des micro-outils cylindriques à grand facteur de forme.

Étude des paramètres expérimentaux

Ce chapitre est consacré à la présentation du protocole de gravure et à la caractérisation des micro-outils. L'effet des paramètres de gravure sur le profil et le diamètre des micro-outils est présenté. Ainsi que la reproductibilité de la gravure est étudiée. Le choix des paramètres optimaux qui permettent de fabriquer des micro-outils cylindriques à grands facteurs de forme est également discuté dans ce chapitre.

Sommaire

2.1	Introduction	39
2.2	Description du banc expérimental	39
2.3	Protocole de gravure	41
2.3.1	Choix et positionnement de l'outil	41
2.3.2	Décapage et caractéristique $I=f(V)$	42
2.3.3	Gravure de l'outil et mesure de la charge	43
2.4	Caractérisation des micro-outils	45
2.4.1	Mesure du profil des micro-outils	45
2.4.2	Facteurs de mérite	45
2.5	Paramètres expérimentaux	46
2.5.1	Choix de la quantité de charges	46
2.5.2	Paramètres électriques	47
2.5.4	Étude de la reproductibilité	51
2.6	Conclusion	54

Objectifs du chapitre

- Présentation du protocole de gravure
- Etude des paramètres expérimentaux

CH₂

"It doesn't matter how beautiful your theory is, it doesn't matter how smart you are. If it doesn't agree with experiment, it's wrong"

R. Feynman

2.1 Introduction

Ce chapitre présente une étude des paramètres expérimentaux principaux influençant la gravure. Comme la gravure des micro-outils sera établie sur la machine de l'usinage par micro-électroérosion, il est nécessaire de comprendre l'effet de chaque paramètre afin de pouvoir graver le micro-outil selon le diamètre désiré de manière automatique.

Ce chapitre est constitué de deux parties : une présentation générale du protocole de gravure et les méthodes de caractérisation des micro-outils utilisés. Ainsi qu'une étude des paramètres expérimentaux. Les paramètres permettant d'avoir des résultats satisfaisants seront utilisés, par la suite, dans la fabrication automatique des micro-outils.

2.2 Description du banc expérimental

Un banc de gravure a été développé durant cette thèse. Il est constitué, comme illustré sur la figure 2.1, d'un sourcemètre qui permet de contrôler la quantité de charges passant dans la cellule de gravure, d'appliquer un signal pulsé et d'effectuer la caractéristique $I(V)$. La partie mouvement est assurée par un axe motorisé de type ANYCUBIC I3 MEGA qui permet de contrôler la longueur du micro-outil plongée dans la solution. La cellule est une cellule à trois électrodes :

- **Micro-outil (WE) en tungstène** : il représente l'électrode de travail, il est mis en anode. Dans ce chapitre, le diamètre initial du micro-outil est de $\Phi_0=250\mu m$ et la longueur plongée est de $L= 5mm$.
- **Contre-électrode (CE) en platine** : elle est inerte à la solution, et elle est sous forme de serpent.
- **Électrode de référence (RE)** : est de type Ag/AgCl/ KCl saturé.

L'avantage d'une cellule à trois électrodes est de contrôler la tension entre l'outil et la solution. Le choix d'une cellule à trois électrodes est utilisé lors de la modélisation électrique de la cellule de gravure (annexe. B).

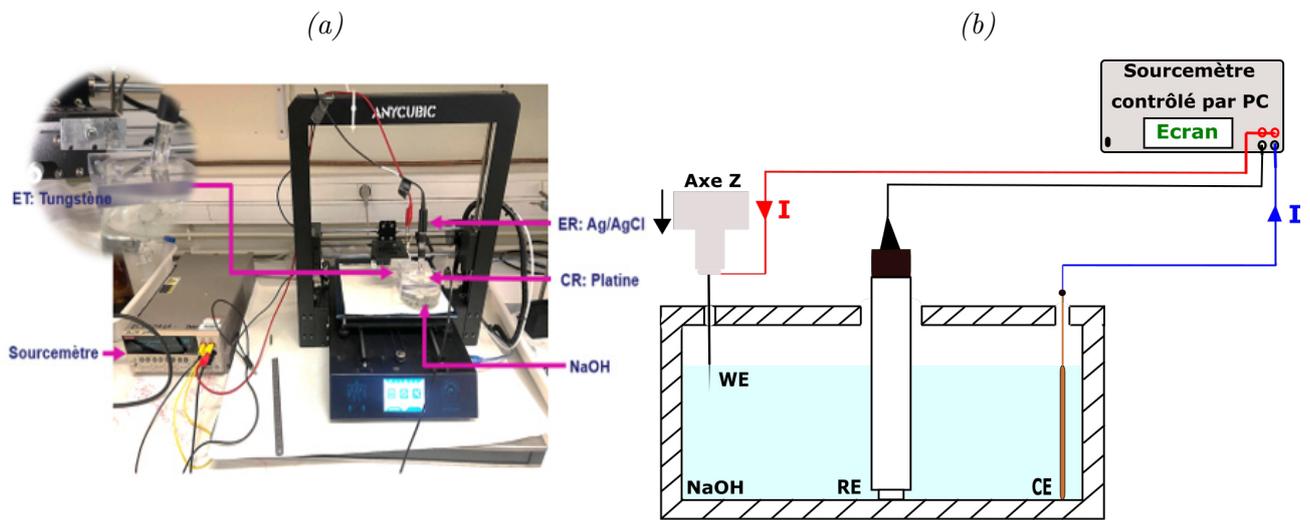


FIGURE 2.1 – Mise en place d'un banc de gravure électrochimique d'outils en tungstène : (a) Photo ; (b) Schéma

Les conditions expérimentales communes entre toutes les expériences présentées dans ce chapitre, sont :

- Solution NaOH de concentration de 4mol/l
- Cellule de gravure de dimensions géométriques identiques
- Longueur du micro-outil plongée est de 5 mm
- Électrode de référence est mise au milieu de WE et CE
- La distance entre chaque électrode est de 4 cm

Le signal utilisé, lors de la gravure, est pulsé (figure 2.2). Il est constitué de quatre paramètres : le temps de gravure T_{ON} , le temps de repos T_{OFF} , le potentiel de gravure V_{ON} et le potentiel de repos V_{OFF} . Le choix des valeurs optimales de chaque paramètre est nécessaire afin de pouvoir fabriquer des micro-outils cylindriques de manière répétable.

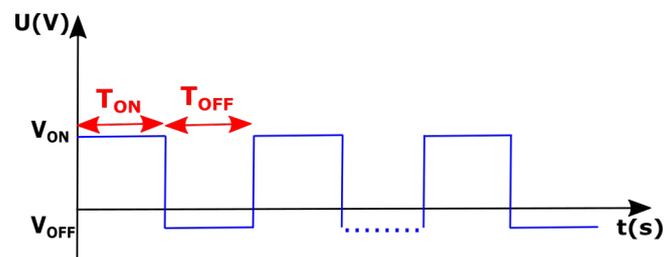


FIGURE 2.2 – Forme du signal électrique appliqué lors de la gravure

Le contrôle de la quantité de charges et de la longueur plongée est important. Comme illustré sur la figure 2.3, une erreur de $100\mu\text{m}$ sur la longueur plongée influence le diamètre final du micro-outil obtenu après gravure, notamment lors de l'application d'une quantité de charges qui dépasse 12 C. La longueur du micro-outil immergée dans l'électrolyte est contrôlée à l'aide d'un système de détection de contact ohmique. Et, un programme permettant de contrôler la quantité de charges a été développé où une commande d'arrêt de la gravure est effectuée automatiquement lorsque la consigne, quantité de charges voulue, est atteinte. Avec ces optimisations, nous avons pu atteindre une résolution de $2,5\mu\text{m}$ sur l'immersion de l'outil dans la solution et une résolution de 0,2 C sur la quantité de charges.

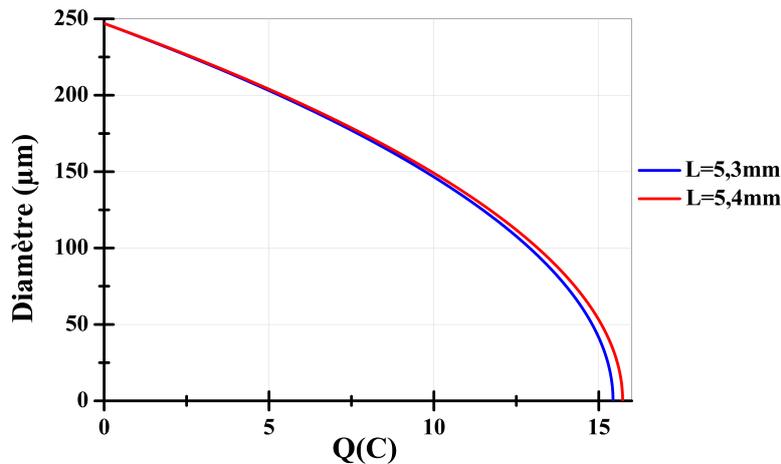


FIGURE 2.3 – Évolution du diamètre vs la quantité de charges pour deux longueurs d'outils différents. D'après l'équation 1.7

2.3 Protocole de gravure

2.3.1 Choix et positionnement de l'outil

Le positionnement du micro-outil dans la cellule de gravure s'effectue en utilisant un axe motorisé de type ANYCUBIC I3 MEGA. Le micro-outil est descendu par pas de $2,5\mu\text{m}$ jusqu'au contact avec la solution à l'aide d'un système de détection de contact ohmique (ce qui représente la référence). Puis, le micro-outil est plongé de 5mm.

Le fil, utilisé lors de la gravure est acheté chez Goodfellow. La précision sur un diamètre de $250\mu\text{m}$ est de $\pm 2\mu\text{m}$. Comme le montre la figure 2.4, qui représente l'évolution du diamètre en fonction de la quantité de charges pour plusieurs diamètres initiaux ($\Phi_0 = 247\mu\text{m}$; $\Phi_0 = 250\mu\text{m}$). La moindre erreur sur le diamètre initial influe sur le diamètre final de l'outil après gravure. L'erreur est d'autant plus grande que la quantité de charges est élevée. La fabrication d'outils micrométriques nécessite donc de mesurer précisément le diamètre initial.

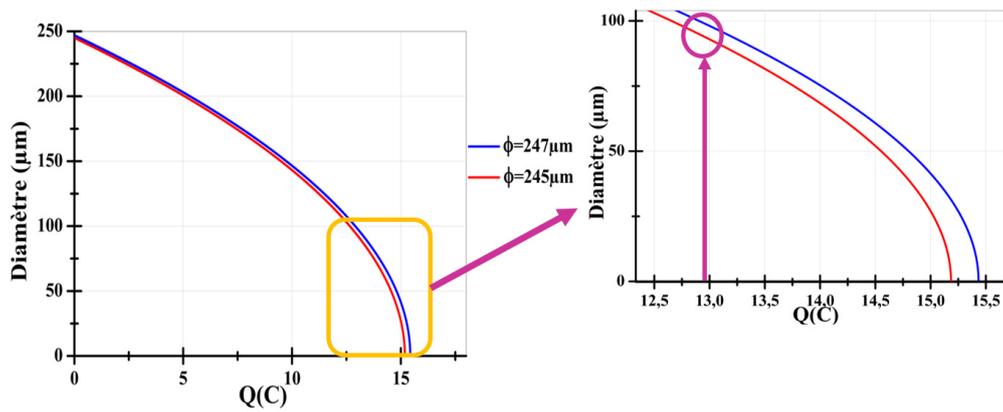


FIGURE 2.4 – Évolution du diamètre vs la quantité de charges pour des écarts au niveau du diamètre initial du micro-outil. D'après l'équation 1.7

2.3.2 Décapage et caractéristique $I=f(V)$

La caractéristique $I(V)$ est la première étape du protocole de gravure. Elle permet de décaper le micro-outil et de vérifier la continuité électrique de la cellule. Afin de réduire la durée de cette caractéristique et de ne pas graver l'outil, la phase de réduction n'a pas été effectuée, le potentiel maximal du balayage a été réduit à 1V, et la vitesse de balayage a été fixée à 0,3V/s. Après cette étape, le diamètre du micro-outil mesuré est, généralement, de 247 μm . Aussi, la caractéristique $I(V)$ est comparée à une caractéristique de référence dans le but de vérifier le courant passant dans la cellule. La figure 2.5 montre la caractéristique $I(V)$ de référence.

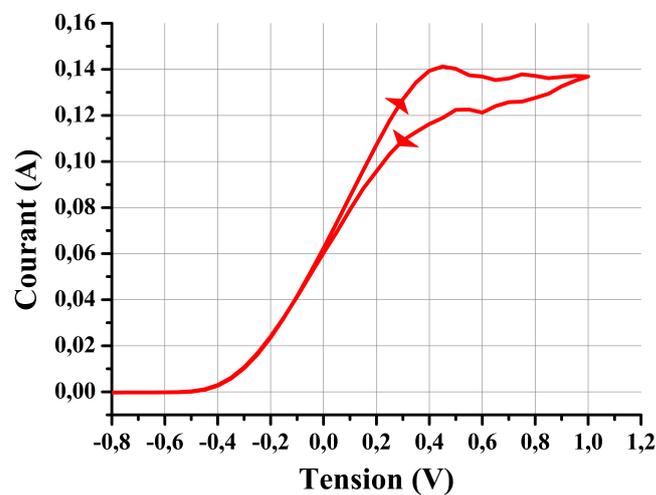


FIGURE 2.5 – Caractéristique $I(V)$ de référence pour un fil de tungstène de diamètre initial de 250 μm et de longueur plongée de 5mm, une solution NaOH de concentration de 4mol/l en température ambiante : vitesse de balayage 0,3V/s ; durée de la caractéristique : 17s ; numéro de scan : 1

2.3.3 Gravure de l'outil et mesure de la charge

2.3.3.1 Gravure de l'outil

A partir de l'étude bibliographique présentée dans le chapitre 1, un signal pulsé permet d'éviter la perte du micro-outil par effet "drop-off" et de fabriquer des micro-outils cylindriques à grand facteur de forme. Comme nous allons le voir, nous avons choisi une durée de gravure de $T_{ON} = 3s$. Le potentiel appliqué pendant le temps de repos est de $V_{OFF} = -0,8V$. C'est la tension de l'équilibre. Les deux paramètres : temps de repos T_{OFF} et potentiel de gravure V_{ON} ont fait l'objet d'une étude pour déterminer les valeurs optimales. La figure 2.6 illustre le signal pulsé avec ses paramètres électriques et temporels.

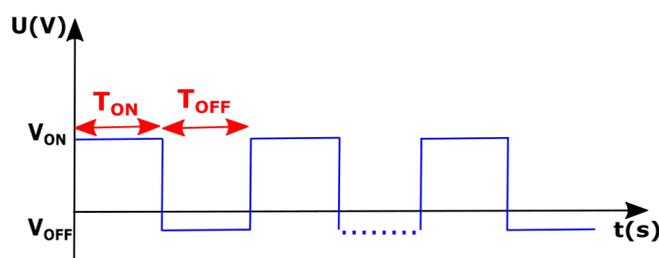


FIGURE 2.6 – Forme du signal électrique appliqué lors de la gravure

La figure 2.7 illustre une étape complète de gravure. A chaque cycle, un pic de courant est observé, il est dû à la couche de tungstate qui se reforme à chaque début de cycle.

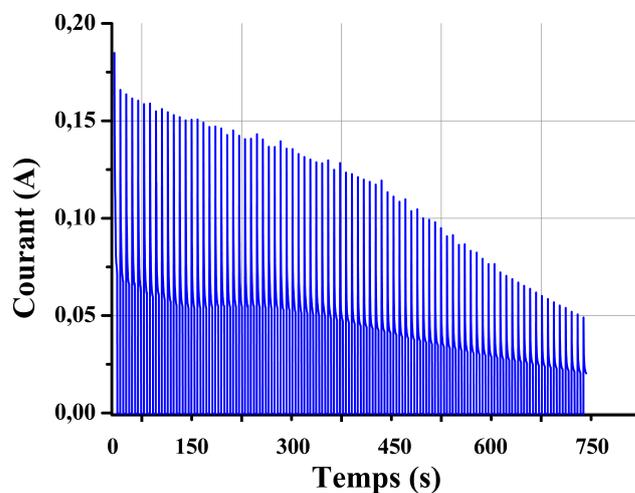


FIGURE 2.7 – Caractéristique $I(t)$ lors de la gravure électrochimique d'un fil de tungstène de diamètre initial de $250\ \mu m$ et de longueur plongée de $5mm$, une solution $NaOH$ de concentration de $4mol/l$ en température ambiante : temps total de gravure : $745s$; $V_{ON} = 0,5V$; $V_{OFF} = -0,8V$; $T_{ON} = T_{OFF} = 3s$

La figure 2.8 montre l'évolution du courant pendant un cycle de gravure. Cette évolution montre, clairement, la présence d'un phénomène transitoire pendant la durée T_{ON} . Aucun phénomène transitoire n'est observé pendant T_{OFF} . Cela nous permet d'affirmer que le phénomène transitoire observé est de nature faradique, et qu'il ne correspond pas à la charge de la capacité d'interface. L'effet capacitif n'est pas détecté avec notre banc de gravure. Il peut être attribué à la formation de la couche de tungstate sur l'outil. La constante de temps de ce phénomène est typiquement de l'ordre de 1,2s.

Pendant la gravure, les ions OH^- pénètrent la couche poreuse de tungstate formée moins rapidement au début, puis cette couche bloque le passage uniforme du courant. Pendant le temps de repos, un courant quasiment nul circule dans la cellule, car il n'y a pas d'accumulation de charges (figure 2.8).

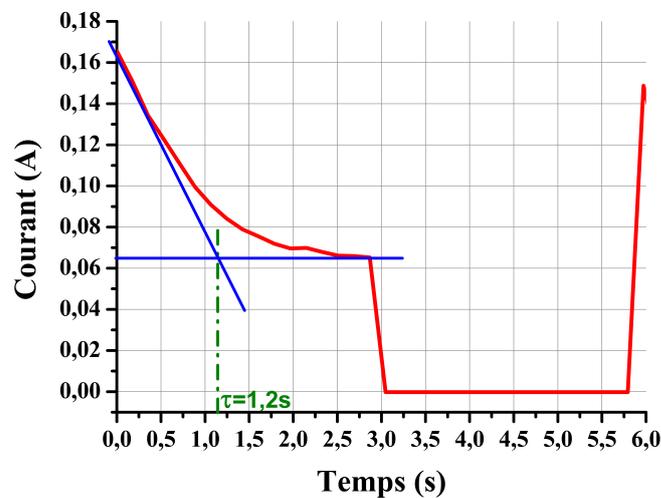


FIGURE 2.8 – Cycle de la caractéristique $I(t)$ lors de la gravure électrochimique d'un fil de tungstène de diamètre initial de $250 \mu\text{m}$ et de longueur plongée de 5mm , une solution NaOH de concentration de 4mol/l en température ambiante : $V_{ON}=0,5\text{V}$; $V_{OFF}=-0,8\text{V}$; $T_{ON}=T_{OFF}=3\text{s}$

2.3.3.2 Mesure de la quantité de charges

Afin d'atteindre le diamètre désiré et minimiser le risque de perdre le micro-outil par effet "drop-off". Le calcul de la quantité de charges passant dans la cellule, durant le cycle de gravure, est important. Pour ne pas prendre en compte le courant qui passe dans la cellule, pendant le temps de repos, l'intégrale est calculée uniquement sur les durées de gravure T_{ON} (équation 2.1) :

$$Q(t) = \int_{t_0}^{t_f} i(t) dt \quad (2.1)$$

2.4 Caractérisation des micro-outils

La caractérisation des micro-outils après gravure est une étape indispensable dans notre étude. Elle repose sur la mesure du diamètre du micro-outil, l'analyse de son profil ainsi que le calcul de facteurs de mérite (facteur de forme F_f et facteur d'acceptation F_a) que nous allons présenter dans cette section. Ils aident à la validation des micro-outils gravés par rapport à nos contraintes d'usinage.

2.4.1 Mesure du profil des micro-outils

La mesure du diamètre des micro-outils est effectuée par un microscope, Olympus, équipé du logiciel et qui permet de reconstruire les images. La résolution de mesures est de $3 \mu\text{m}$. Le profil complet de l'outil est obtenu en utilisant l'option de la reconstitution d'image du microscope. Elle est effectuée par pas de $500 \mu\text{m}$ sur la partie gravée de l'outil et de $100 \mu\text{m}$ au niveau du ménisque. Après la prise de ces mesures, le calcul du diamètre moyen est effectué, puis il est comparé au diamètre théorique obtenu par l'équation de Faraday (eq 1.7).

2.4.2 Facteurs de mérite

2.4.2.1 Facteur de forme F_f

Le facteur de forme F_f est utilisé dans le chapitre 3 où la fabrication des outils est analysée. Il est utilisé pour définir la qualité de l'outil dédié à l'EDM. La formule 2.2 représente l'équation utilisée pour le calculer.

$$F_f = \frac{L_{utile}}{\Phi_{mesuré}} \quad (2.2)$$

- L_{utile} : longueur utile. C'est la longueur où le micro-outil est quasi-cylindrique.
- $\Phi_{mesuré}$: diamètre moyen mesuré après gravure (μm)

2.4.2.2 Facteur d'acceptation F_a

Le facteur d'acceptation F_a est le deuxième facteur mis en place afin de caractériser les outils obtenus après gravure. Il permet de quantifier la variation du diamètre sur la longueur utile. La figure 2.9 illustre les paramètres utilisés dans le calcul de ce facteur.

Les micro-outils ayant un facteur d'acceptation $F_a < 20\%$, sont acceptés et ils seront utilisés par la suite pour l'usinage des pièces. Ce pourcentage représente un critère que nous avons défini dès le départ de notre étude.

$$F_a = \frac{\Phi_{max} - \Phi_{min}}{\Phi_{longueur\ utile}} * 100 \quad (2.3)$$

- Φ_{max} : diamètre maximal mesuré sur la longueur utile (μm)
- Φ_{min} : diamètre minimal mesuré sur la longueur utile (μm)
- $\Phi_{longueur\ utile}$: Diamètre moyen mesuré sur la longueur utile (μm)

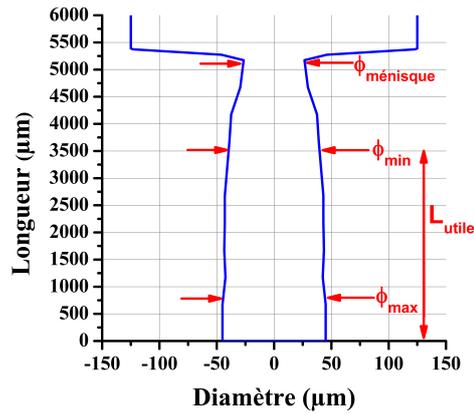


FIGURE 2.9 – Profil d'un micro-outil après gravure

2.5 Paramètres expérimentaux

Dans cette section, le choix des paramètres optimaux permettant de fabriquer des micro-outils cylindriques à grand facteur de forme est abordé. Toute l'étude est effectuée en appliquant une quantité de charges de $Q=13C$ afin de pouvoir analyser et comparer les résultats.

2.5.1 Choix de la quantité de charges

La figure 2.10 illustre l'évolution du diamètre en fonction de la quantité de charges pour un micro-outil de diamètre initial de $\Phi_0=247\mu m$ (après le décapage du fil) et une longueur plongée de $L=5mm$. Comme montré sur le graphe, la gravure s'accélère au-delà de $Q=12,5C$. Dans toutes nos expériences, nous avons choisi d'appliquer une quantité de charges de $13C$, car le diamètre du micro-outil n'est jamais le même sur toute la longueur plongée, et la gravure n'est pas forcément homogène. Cela permet de sauver tous les micro-outils et d'éviter la cassure du micro-outil par effet "drop-off".

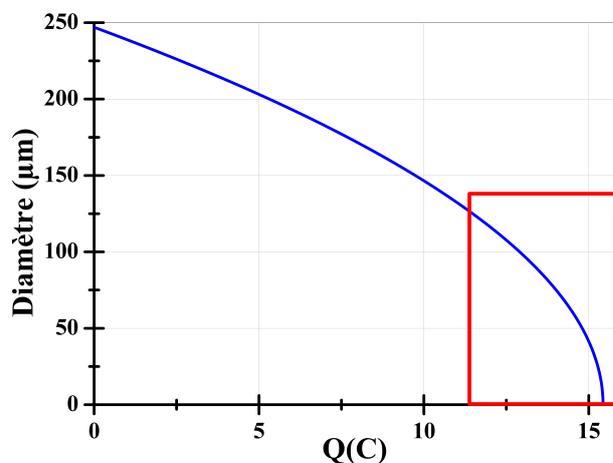


FIGURE 2.10 – Évolution du diamètre vs la quantité de charges pour un micro-outil de $\Phi_0 = 247\mu m$ et $L = 5mm$. D'après l'équation 1.7

2.5.2 Paramètres électriques

Le choix de la tension de gravure V_{ON} et le temps de repos T_{OFF} est nécessaire dans la fabrication des micro-outils cylindriques. De ce fait, une étude de ces deux paramètres a été effectuée en se mettant dans les conditions expérimentales citées au début de ce chapitre et en appliquant une quantité de charges de 13 C.

Dans un premier temps, l'effet de la tension de gravure V_{ON} a été étudié. La tension optimale choisie sera, par la suite, appliquée lors de l'étude de l'effet du temps de repos T_{OFF} . La durée de gravure $T_{ON} = 3\text{s}$, le potentiel de repos $V_{OFF} = -0,8\text{V}$ et la concentration de la solution NaOH à 4 mol/l sont maintenus dans toutes les expériences.

2.5.2.1 Tension de gravure V_{ON}

L'étude de la tension de gravure V_{ON} a été basée sur le choix des valeurs critiques permettant de visualiser la différence entre les profils des micro-outils obtenus. Cela a été effectué en s'appuyant sur la caractéristique I(V) (figure 2.11). Les trois valeurs de tensions étudiées sont :

- $V_{ON} = 0,1\text{ V}$ qui appartient à la pente de la zone oxydation
- $V_{ON} = 0,5\text{ V}$ qui représente le début du plateau
- $V_{ON} = 1\text{ V}$ qui se situe sur le plateau

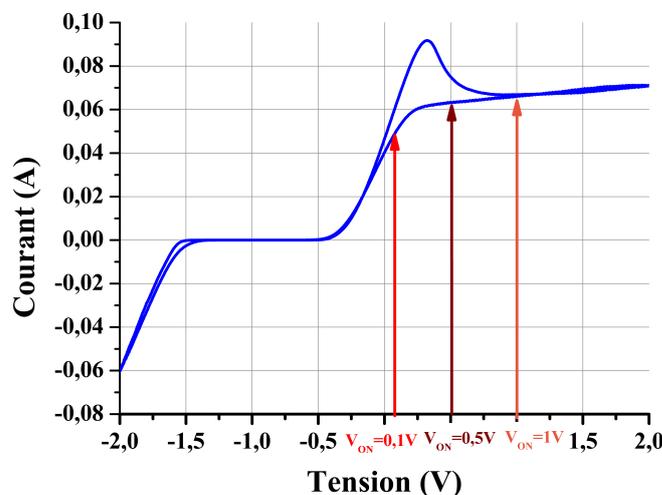


FIGURE 2.11 – Tensions de gravure V_{ON} étudiées

2.5.2.2 Tension de gravure $V_{ON} = 0,1\text{V}$

Les résultats obtenus, après l'application d'une tension de $V_{ON} = 0,1\text{V}$, sont présentés sur la figure 2.12. Nous pouvons constater que le profil des micro-outils obtenus après gravure n'est pas identique (soit au niveau du ménisque soit sur la longueur utile qui sera utilisée par la suite dans l'usinage des pièces). Il y a un manque de reproductibilité. La gravure est plus rapide dans la première expérience (figure 2.12) que dans les deux autres (figure 2.12 (b) et (c)).

Notre hypothèse est que le nombre des électrons qui entre en jeu pour enlever un atome de tungstène n'est pas toujours à 6, lors de l'application d'une tension de gravure de $V_{ON} = 0,1V$. L'étude de la gravure à faible tension n'est pas abordée. Dans la littérature, toutes les équipes intéressées par ce sujet ont appliqué des tensions de gravure élevées qui dépassent 1V. Pour ces valeurs de tensions, ils supposent que la valence est à 6 dans les équations chimiques. La vérification de cette hypothèse n'a pas été faite, car elle sort du cadre de cette thèse. Aussi, nous supposons que pour une tension appliquée $V_{ON}=0,1V$, la formation du tungstate n'est pas aussi importante ou tout du moins qu'elle est lente, ce qui permet son élimination par écoulement par exemple. Ainsi, la gravure du tungstène s'effectue sans protection de tungstate. Cela pourrait expliquer le manque de reproductibilité, car la gravure ne serait pas limitée par cette couche. Notre hypothèse est que l'avantage de cette couche est qu'elle régule et homogénéise la gravure.

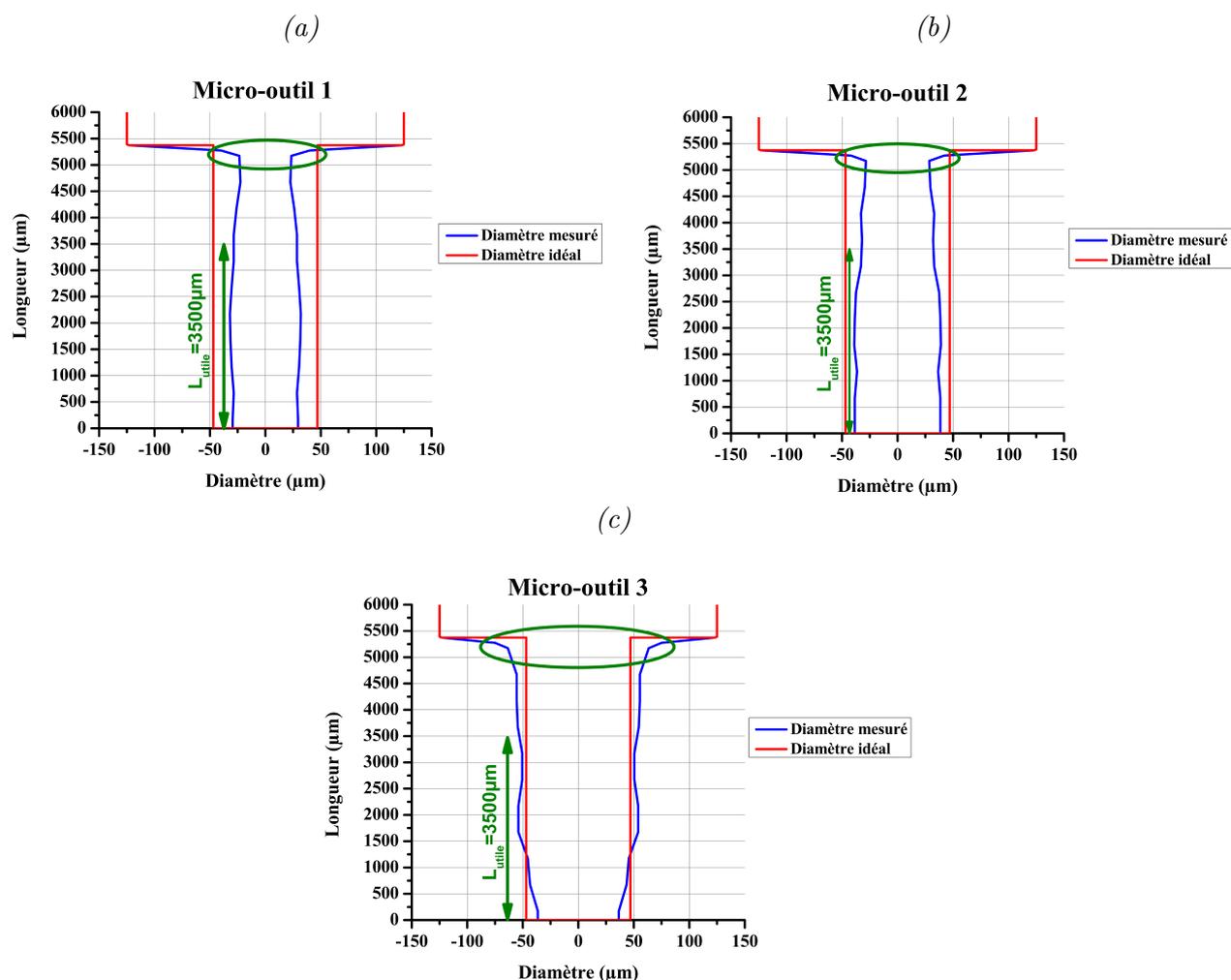


FIGURE 2.12 – Profil de trois micro-outils en tungstène de diamètre initial de $250 \mu\text{m}$ et de longueur plongée de 5mm gravés dans une solution NaOH de concentration de 4mol/l en température ambiante, pour $Q=13,2C$; $V_{ON}=0,1V$; $V_{OFF}=-0,8V$; $T_{ON}=T_{OFF}=3s$

2.5.2.3 Tension de gravure $V_{ON} = 0,5V$

Comme illustré sur la figure 2.13, la gravure à $V_{ON} = 0,5V$ a permis d'obtenir des micro-outils de profil quasi-identique. La gravure est homogène au niveau du ménisque et sur une longueur utile de 3,5 mm pour les trois expériences. Le diamètre moyen est presque identique ; il est de l'ordre de $80 \mu\text{m}$. Cette tension de $V_{ON} = 0,5V$ valide la reproductibilité.

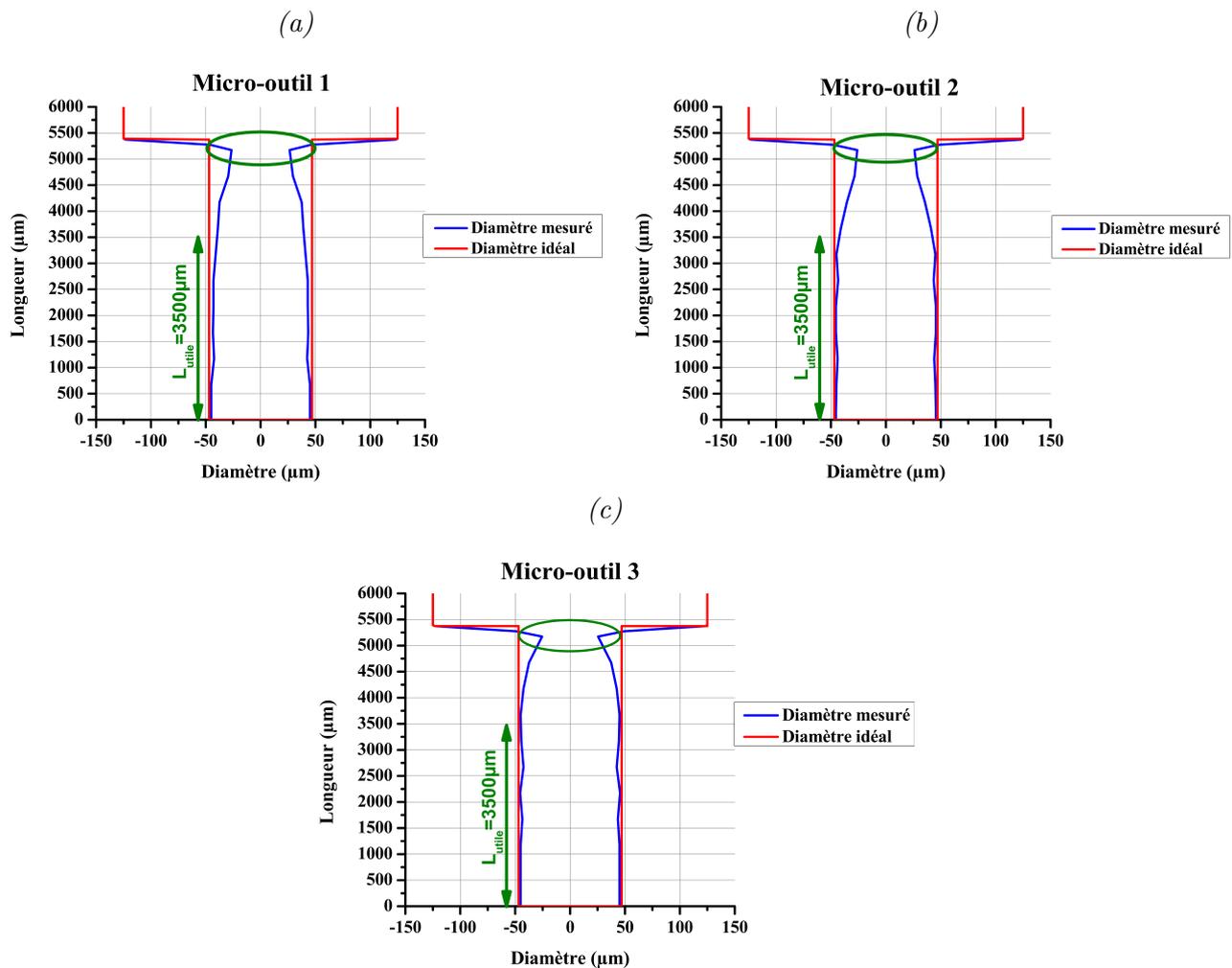


FIGURE 2.13 – Profil de trois micro-outils en tungstène de diamètre initial de $250 \mu\text{m}$ et de longueur plongée de 5mm gravés dans une solution NaOH de concentration de 4mol/l en température ambiante, pour $Q=13,2C$; $V_{ON}=0,5V$; $V_{OFF}=-0,8V$; $T_{ON}=T_{OFF}=3s$

2.5.2.4 $V_{ON} = 1V$

L'application d'une tension de $V_{ON}=1V$ rend la gravure plus rapide au niveau du ménisque ce qui augmente la probabilité de perdre l'outil par effet "drop-off". Cette partie de l'outil "ménisque" n'est pas couverte par la couche du tungstate, car elle s'écoule rapidement en bas de l'outil. C'est pour cela que la partie haute se grave beaucoup plus que le reste du micro-outil. La figure 2.14 illustre le profil d'un micro-outil gravé à $V_{ON}=1V$ où le diamètre au niveau du ménisque est de $40\mu m$ pour un diamètre de $100\mu m$ en bas de l'outil. Nous pouvons constater aussi que la hauteur du ménisque est plus importante que celle obtenue à $0,5V$.

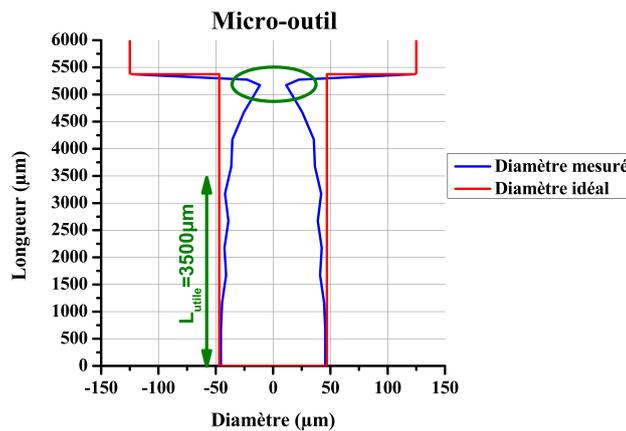


FIGURE 2.14 – Profil des micro-outils en tungstène de diamètre initial de $250\mu m$ et de longueur plongée de $5mm$ gravés dans une solution $NaOH$ de concentration de $4mol/l$ en température ambiante pour $Q=13,2C$; $V_{ON}=1V$; $V_{OFF}=-0,8V$; $T_{ON}=T_{OFF}=3s$

2.5.2.5 Synthèse

Les résultats obtenus dans cette étude montrent que les potentiels permettant d'avoir une gravure homogène sont ceux qui appartiennent au plateau de la caractéristique $I(V)$. Cependant, un potentiel élevé influence la gravure au niveau du ménisque et augmente le risque de perdre le micro-outil par effet "drop-off". Aussi, une faible tension ne permet pas d'avoir une gravure homogène, car la couche de tungstate formée n'est pas suffisante pour protéger le micro-outil et homogénéiser la gravure. Une tension de $V_{ON}=0,5V$ permet d'avoir une gravure plus homogène que les deux autres tensions ($V_{ON}=0,1V$; $V_{ON}=1V$) de manière reproductible.

2.5.3 Temps de repos T_{OFF}

Deux temps de repos ont été étudiés : $T_{OFF}=3s$ et $T_{OFF}=9s$. Les résultats obtenus à $T_{OFF}=9s$, montrent que le micro-outil est plus gravé que dans le cas de $T_{OFF}=3s$ (figure 2.15). Notre hypothèse est que, pour chaque cycle de $T_{OFF}=9s$, la couche du tungstate formée a le temps de s'écouler. Par conséquent, au début du cycle suivant, la gravure s'effectue sur du tungstène nu ce qui permet d'enlever beaucoup plus de matière par rapport à $T_{OFF}=3s$. Toutefois, un temps de repos de $T_{OFF}=9s$ pose un problème au niveau de la durée totale de gravure. Elle devient plus longue (20 minutes) par rapport au temps total de gravure où $T_{OFF}=3s$. Il ne dépasse pas 7 min. En effet, le temps de gravure est une contrainte importante à prendre en compte dans notre étude, car il impacte le temps total de la fabrication de l'outil et l'usinage des pièces par l'outil fabriqué. Pour rendre la durée de gravure acceptable, un temps de repos de $T_{OFF}=3s$ a été choisi comme étant le paramètre optimal.

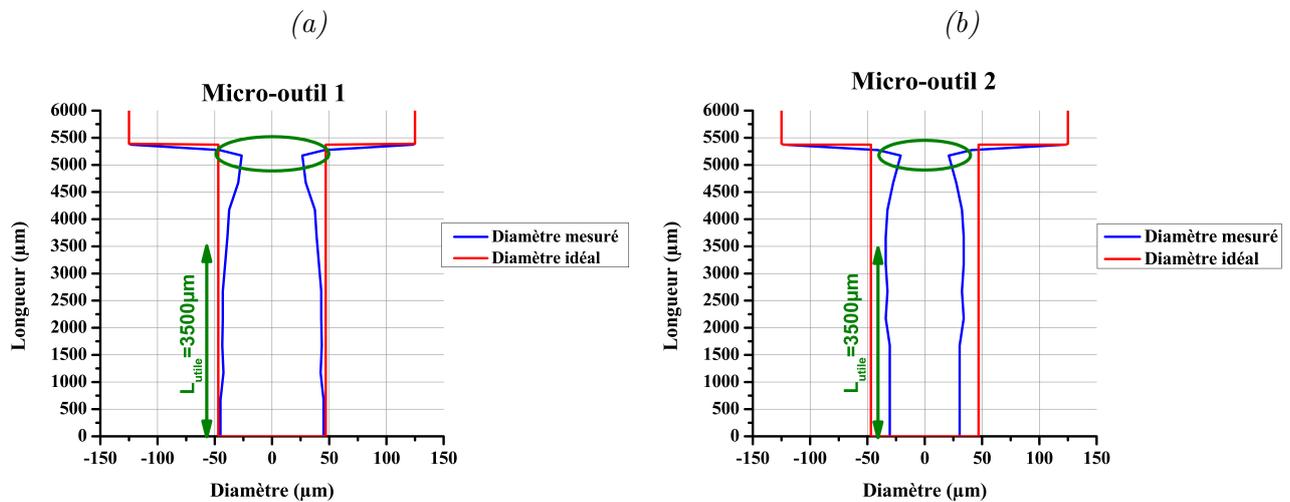


FIGURE 2.15 – Profil des micro-outils en tungstène de diamètre initial de $250\ \mu\text{m}$ et de longueur plongée de 5mm gravés dans une solution NaOH de concentration de 4mol/l en température ambiante pour $Q=13,2\text{C}$; $V_{ON}=1\text{V}$; $V_{OFF}=-0,8\text{V}$; $T_{ON}=3\text{s}$ (a) $T_{OFF}=3\text{s}$; (b) $T_{OFF}=9\text{s}$

2.5.4 Étude de la reproductibilité

Avant de passer à l'étude systématique du procédé, l'étude de la reproductibilité est la première étape qui a été validée .

2.5.4.1 Conditions expérimentales

La validation de la reproductibilité du procédé a été effectuée en se mettant dans les conditions optimales suivantes :

- Concentration de NaOH : $4\ \text{mol/l}$
- Température de NaOH : température ambiante $25\ ^\circ\text{C}$
- Longueur plongée : $5\ \text{mm}$
- Quantité de charge : $Q=13\ \text{C}$
- $V_{ON} = 0,5\text{V}$; $V_{OFF} = -0,8\text{V}$
- $T_{ON} = T_{OFF} = 3\text{s}$

2.5.4.2 Caractérisation des micro-outils gravés

La caractérisation des micro-outils, obtenus après gravure, montre que les outils fabriqués sont cylindriques sur une longueur de 3,5 mm d'une manière reproductible (figure 2.16). Au niveau du ménisque, la gravure est plus importante et présente une différence entre les trois micro-outils sur cette partie. Le profil d'un micro-outil est illustré sur la figure 2.17.

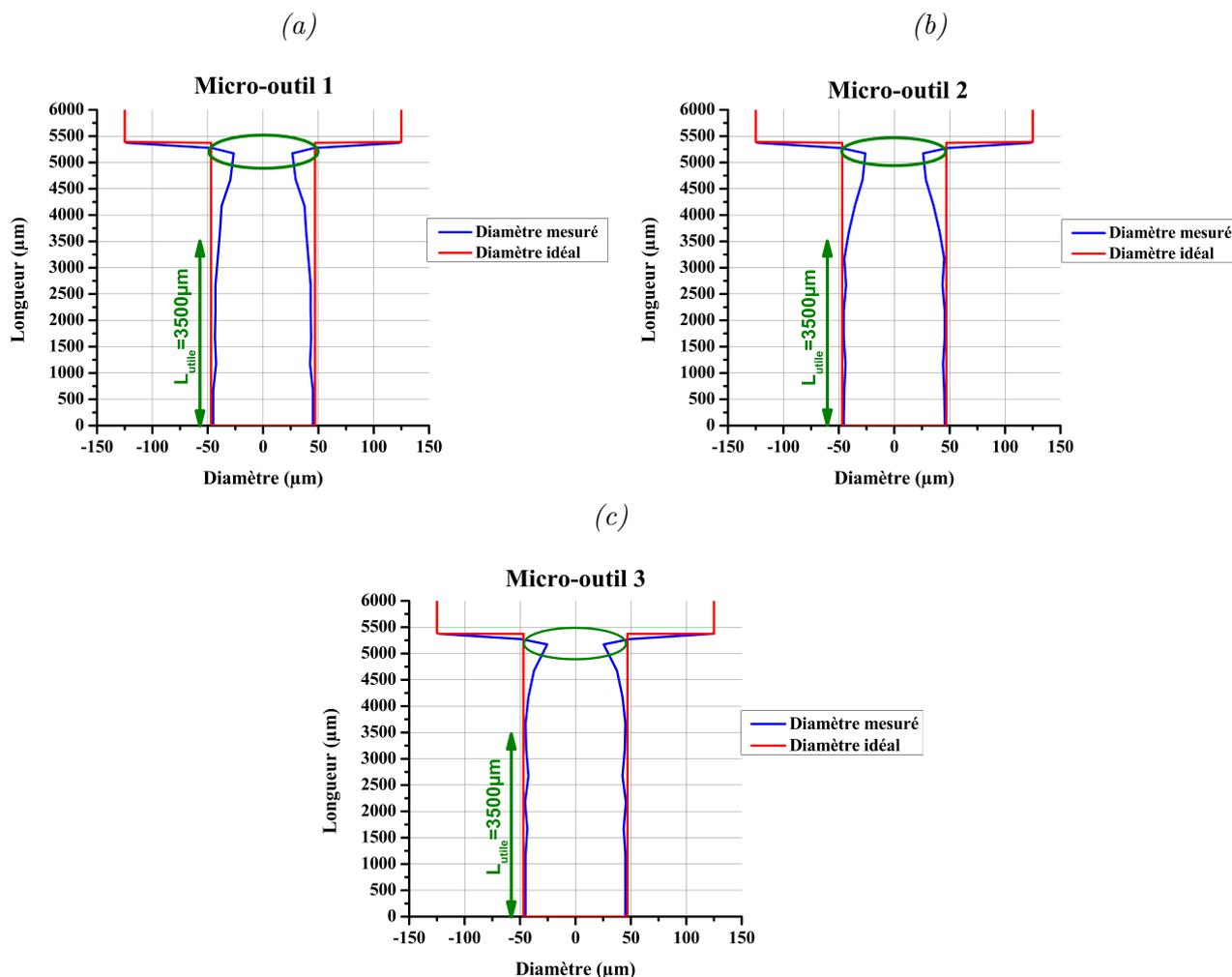


FIGURE 2.16 – Étude de la reproductibilité de gravure de micro-outils en tungstène de diamètre initial de $250\ \mu\text{m}$ et de longueur plongée de 5mm , une solution NaOH de concentration de 4mol/l et température ambiante pour $Q=13,2\text{C}$; $V_{ON}=0,5\text{V}$; $V_{OFF}=-0,8\text{V}$; $T_{ON}=T_{OFF}=3\text{s}$



FIGURE 2.17 – Profil du micro-outil en tungstène de diamètre initial de $250\ \mu\text{m}$ et de longueur plongée de 5mm gravé dans une solution NaOH de concentration de 4mol/l en température ambiante pour $Q=13,2\text{C}$; $V_{ON}=0,5\text{V}$; $V_{OFF}=-0,8\text{V}$; $T_{ON}=T_{OFF}=3\text{s}$

Les trois micro-outils ont un diamètre moyen mesuré quasi-identique avec un écart de $2 \mu m$ dans l'erreur de mesure (tableau 2.1). L'écart entre le diamètre mesuré et calculé est lié à une gravure plus importante au niveau du ménisque. Il est de l'ordre de $10 \mu m$. Cet écart est dû à l'imprécision du calcul de diamètre théorique où nous supposons que le micro-outil est cylindrique sur toute la longueur plongée.

Micro-outil	$\Phi_{mesuré}(\mu m)$	$\Phi_{calculé}(\mu m)$	$\Delta\Phi(\mu m)$
1	81	94	13
2	82	94	12
3	85	94	9

TABLE 2.1 – Diamètre des micro-outils en tungstène de diamètre initial de $250 \mu m$ et de longueur plongée de $5mm$ gravés dans une solution NaOH de concentration de $4mol/l$ en température ambiante pour $Q=13,2C$; $V_{ON}=0,5V$; $V_{OFF}=-0,8V$; $T_{ON}=T_{OFF}=3s$

Le calcul du facteur d'acceptation F_a montre que les trois micro-outils répondent au critère. Ils ont un facteur d'acceptation de l'ordre de 10% (tableau 2.2), ce qui est inférieur à la valeur choisie au départ (20%). Concernant le facteur de forme F_e de ces micro-outils, il est de 40. Les résultats obtenus sont satisfaisants, mais ils ne répondent pas à notre cahier de charge qui consiste à fabriquer des micro-outils à grand facteur de forme (>100). C'est pour cela qu'il est nécessaire d'optimiser le protocole de gravure afin d'aboutir à notre objectif.

Micro-outil	$\Phi_{max}(\mu m)$	$\Phi_{min}(\mu m)$	$\Phi_{ménisque}(\mu m)$	$\Phi_{utile}(\mu m)$	$L_{utile}(\mu m)$	$F_a(\%)$	F_f
1	90	82	52	87	3500	9	40
2	91	82	52	89	3500	10	40
3	91	85	51	88	3500	7	40

TABLE 2.2 – Caractéristiques des micro-outils en tungstène de diamètre initial de $250 \mu m$ et de longueur plongée de $5mm$ gravés dans une solution NaOH de concentration de $4mol/l$ en température ambiante pour $Q=13,2C$; $V_{ON}=0,5V$; $V_{OFF}=-0,8V$; $T_{ON}=T_{OFF}=3s$

2.6 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté l'effet de quelques paramètres expérimentaux sur la gravure. Le protocole de gravure mis en place et les méthodes de caractérisation des micro-outils ont été aussi présentés. Les résultats obtenus peuvent être résumés, comme suit :

- La caractéristique $I(V)$ est la première étape du protocole de gravure. Elle permet de décaper le micro-outil et de vérifier l'absence de problèmes électriques.
- Le contrôle de la quantité de charges et l'automatisation du banc de gravure sont nécessaires dans la fabrication des micro-outils, car la moindre erreur au niveau de la quantité de charges et la longueur plongée influe sur le diamètre final de l'outil.
- Une tension de gravure $V_{ON}=0,5V$ permet d'obtenir une gravure homogène, d'une manière reproductible, par rapport aux autres tensions étudiées ($V_{ON}=0,1V$; $V_{ON}=1V$).
- Un temps de repos de $T_{OFF}=3s$ est le temps choisi, car il permet de fabriquer des micro-outils dans une courte durée (7 min) contrairement à une valeur $T_{OFF}=9s$ où la durée de gravure est de 20 minutes.
- En utilisant ces paramètres optimaux, la reproductibilité de la gravure avec un fil de diamètre initial $\Phi_0=250\mu m$ et une quantité de charges de $Q=13C$ a été validée. Le diamètre des micro-outils obtenus est de l'ordre de $83 \mu m \pm 2\mu m$.

Dans le chapitre suivant, nous allons utiliser ces résultats pour fabriquer des micro-outils cylindriques de diamètre plus faible $<80\mu m$. Les paramètres optimaux utilisés, sont : $V_{ON}=0,5V$; $V_{OFF}=-0,8V$; $T_{ON}=T_{OFF}=3s$.

Optimisation du protocole de gravure

Ce chapitre est consacré à la fabrication des micro-outils cylindriques à grand facteur de forme. Une analyse du nouveau protocole mis en place est effectuée. L'ensemble des résultats expérimentaux obtenus et les contraintes rencontrées sont détaillés.

Sommaire

3.1	Introduction	57
3.2	Limites de la gravure en une seule étape	58
3.3	Gravure en plusieurs étapes	61
3.3.1	Amélioration du protocole de gravure	61
3.3.2	Caractérisation des micro-outils fabriqués	62
3.4	Conclusion	65

Objectifs du chapitre

- Limites de la gravure en une seule étape
- Gravure en plusieurs étapes

CH₃

3.1 Introduction

Ce chapitre présente la démarche suivie pour fabriquer des micro-outils cylindriques de facteur de forme de 100. Les expériences réalisées, dans le chapitre précédent, nous ont permis de déterminer les paramètres optimaux de gravure. Ces paramètres se représentent dans le choix du potentiel de gravure V_{ON} et du temps de repos T_{OFF} . Une tension de gravure de $V_{ON}=0,5V$ permet d'assurer l'homogénéité de gravure. Un temps de repos de $T_{OFF}=3s$ est un bon compromis. Il permet d'obtenir un profil cylindrique de diamètre de $80\mu m$ lors de l'application d'une quantité de charges de $13C$ pour un micro-outil de diamètre initial de $\Phi_0=250\mu m$.

Les paramètres expérimentaux choisis pour fabriquer ces micro-outils sont les suivants :

- **Concentration** : 4 mol/l
- **Température** : température ambiante 25 °C
- **Longueur plongée initiale** : 5 mm
- **Type de signal** : signal pulsé
- **Potentiel de gravure** : $V_{ON} = 0,5 V$
- **Potentiel de repos** : $V_{OFF} = -0,8 V$ (potentiel d'équilibre)
- **Temps de gravure** : $T_{ON} = 3 s$
- **Temps de repos** : $T_{OFF} = 3 s$

Le banc expérimental utilisé reste le même que celui présenté dans le chapitre 2. Une cellule à trois électrodes pilotée par un sourcemètre qui permet de contrôler la quantité de charges passant dans la cellule lors de la gravure.

Notre objectif est d'atteindre un diamètre de quelques micromètres. Pour cette raison, il était judicieux d'appliquer une quantité de charges plus grande que $13 C$ (figure 2.10) et d'agir aussi sur la longueur plongée afin d'atteindre le diamètre le plus petit possible d'une manière reproductible et sans perdre le micro-outil par effet "drop-off".

3.2 Limites de la gravure en une seule étape

Afin de pouvoir estimer la quantité de charges maximale à appliquer lors de la gravure sans perdre le micro-outil, nous avons utilisé l'équation (2.1). Selon la théorie, une quantité de charges de $Q=14,5C$ n'entraîne pas la perte du micro-outil et nous avons voulu valider cette hypothèse. Donc, en nous mettant dans les conditions expérimentales montrées précédemment, nous avons appliqué une quantité de charges de $Q = 14,5C$. L'expérience a été répétée quatre fois. La figure 3.1 illustre le profil réel et idéal des deux micro-outils obtenus lors de l'application d'une quantité de charge de $Q=14,5C$. Les micro-outils obtenus ont un profil réel quasiment identique à celui de l'idéal (soit au niveau du ménisque, soit sur la longueur utile qui va être utilisé lors de l'usinage). De même, la gravure est homogène sur toute la longueur plongée ce qui est avantageux. Cependant, il y avait un problème au niveau de la reproductibilité. Dans certains cas, le micro-outil a été perdu par effet "drop-off".

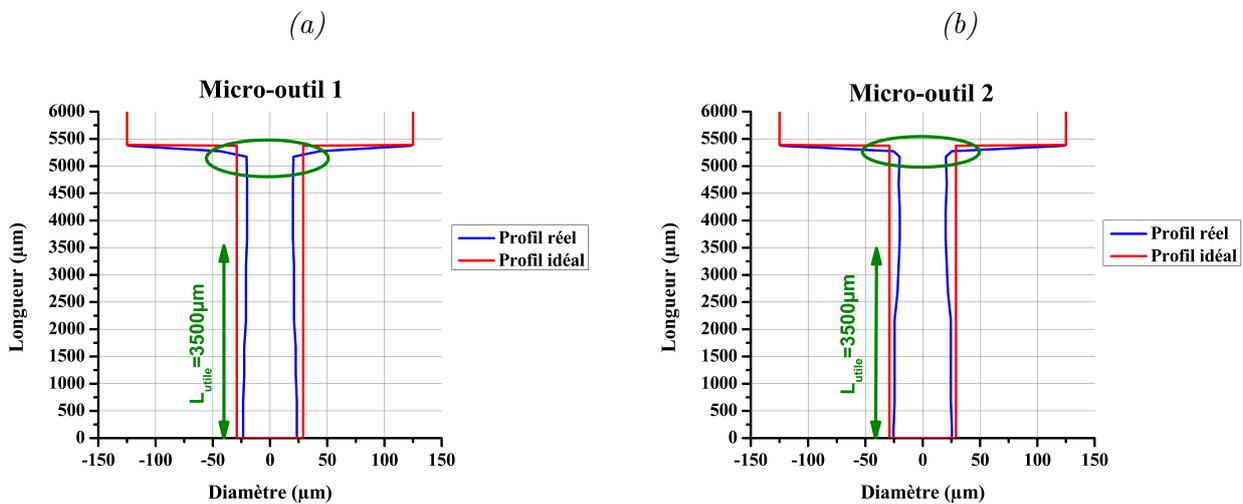


FIGURE 3.1 – Gravure des micro-outils en tungstène de diamètre initial de $250 \mu m$ et de longueur plongée de $5mm$ gravés dans une solution $NaOH$ de concentration de $4mol/l$ en température ambiante pour $Q=14,5 C$; $V_{ON}=0,5V$; $V_{OFF}=-0,8V$; $T_{ON}=T_{OFF}=3s$

Le tableau 3.1 résume le diamètre moyen mesuré et le diamètre moyen calculé en utilisant l'équation 2.1. Dans ces expériences, nous avons pu atteindre un diamètre moyen mesuré de $46\mu m$. Il est plus faible que celui donné par la théorie.

Micro-outil	$\Phi_{mesuré}(\mu m)$	$\Phi_{calculé}(\mu m)$	$\Delta\Phi(\mu m)$
1	46	61	15
2	47	61	14

TABLE 3.1 – Diamètre des micro-outils en tungstène de diamètre initial de $250 \mu m$ et de longueur plongée de $5mm$ gravés dans une solution $NaOH$ de concentration de $4mol/l$ en température ambiante pour $Q=14,5 C$; $V_{ON}=0,5V$; $V_{OFF}=-0,8V$; $T_{ON}=T_{OFF}=3s$

La caractérisation des deux micro-outils obtenus dans ces expériences montre que le diamètre au niveau du ménisque, le diamètre minimal et maximal sont quasi-égaux (tableau 3.2). Ces micro-outils sont acceptés, car leur facteur d'acceptation F_a est inférieur à 20 % et leur facteur de forme est de l'ordre de 80.

Micro-outil	Φ_{max} (μm)	Φ_{min} (μm)	$\Phi_{ménisque}$ (μm)	Φ_{utile} (μm)	L_{utile} (μm)	F_a (%)	F_f
1	51	42	39	47	3500	19	74
2	47	40	40	44	3500	16	80

TABLE 3.2 – Caractéristiques des micro-outils en tungstène de diamètre initial de 250 μm et de longueur plongée de 5mm gravés dans une solution NaOH de concentration de 4mol/l en température ambiante pour $Q=14,5 C$

Même si ces micro-outils donnent des résultats satisfaisants au niveau du profil, diamètre et homogénéité de la gravure. Le protocole n'est pas accepté puisqu'il y avait, dans certains cas, un manque de reproductibilité. Néanmoins, ces résultats montrent la limite de ce protocole de gravure en une seule étape.

D'après ces résultats, le protocole de gravure (en une seule étape) ne permet pas d'atteindre un diamètre inférieur à 80 $\mu m \pm 2 \mu m$ d'une manière reproductible à partir d'un fil de diamètre initial de $\Phi_0=250 \mu m$ et une longueur plongée de $L=5mm$. Par conséquent, il sera utilisé lorsque le diamètre souhaité est supérieur à 80 $\mu m \pm 2 \mu m$.

Comme avec un fil de diamètre initial de 250 μm , le diamètre final que nous pouvons atteindre est de 80 μm d'une manière reproductible pour $L=5mm$. Nous avons décidé d'utiliser un fil de diamètre initial de 125 μm pour fabriquer des micro-outils de diamètre inférieur à 80 μm . Ce diamètre initial de 125 μm a été choisi car en industrie les fils de diamètre inférieur à 80 μm se trouve sous forme d'un rouleau. Et cela, il n'est pas compatible avec notre banc de gravure actuel.

Afin de déterminer la quantité de charges initiale à appliquer pendant la gravure d'un micro-outil de diamètre initial de 125 μm , nous avons tracé l'évolution du diamètre en fonction de la quantité de charges. La figure 3.2 montre qu'une quantité de charges de 2,5 C est adéquate pour une longueur plongée de $L=5mm$ car elle se situe avant la zone où la gravure devient plus rapide (vers 3 C). Les conditions expérimentales de ces manipulations sont identiques à celles citées au début de ce chapitre.

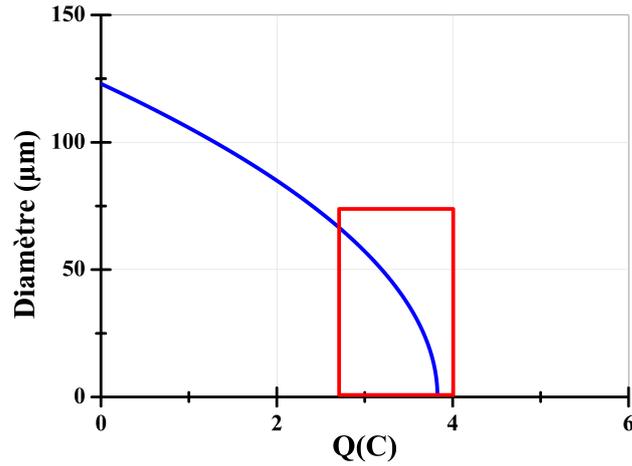


FIGURE 3.2 – Évolution du diamètre vs la quantité de charges pour un micro-outil en tungstène de diamètre $\Phi_0=123\mu\text{m}$ (après décapage du micro-outil) et de longueur plongée de 5mm gravés dans une solution NaOH de concentration de 4mol/l et température ambiante

La figure 3.3 résume le profil de deux micro-outils gravés en appliquant une quantité de charges de $Q=2,5\text{C}$. L'expérience a été répétée six fois. Le diamètre moyen mesuré est de l'ordre de $60\mu\text{m}$. D'après ces résultats, la gravure d'un fil de diamètre initial de $\Phi_0=125\mu\text{m}$ permet la fabrication des micro-outils de diamètre de $60\mu\text{m}$ pour $Q=2,5\text{C}$. Et, obtenir des outils de diamètre inférieur à $60\mu\text{m}$ n'est pas possible en une seule étape de gravure à cause de l'accélération de gravure à partir de 3 C. Ce point pourrait être résolu technologiquement en contrôlant la quantité de charges au microcoulomb près afin de graver minutieusement le micro-outil.

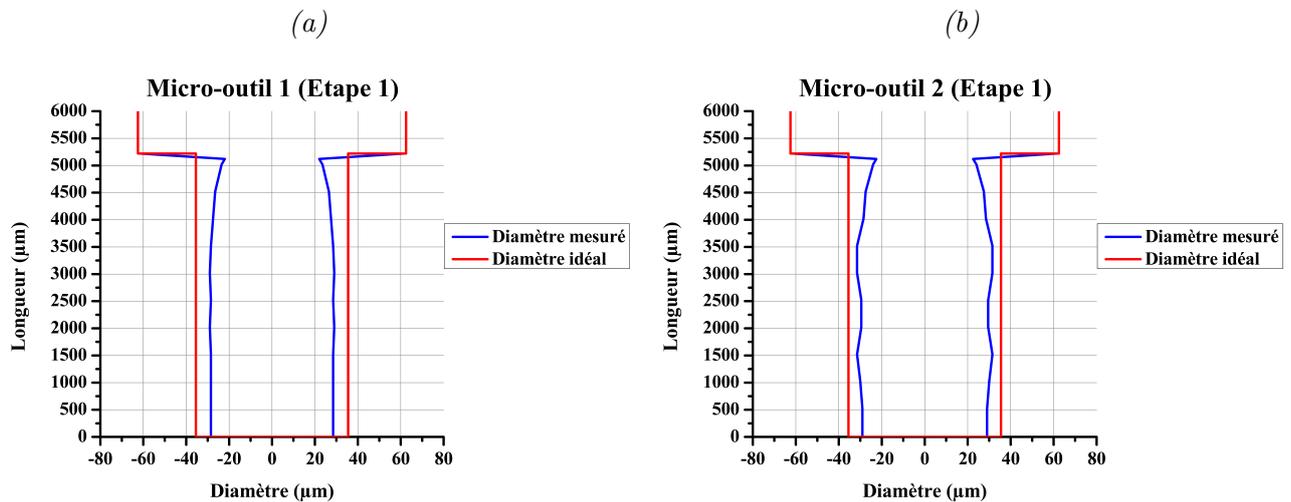


FIGURE 3.3 – Étude de la reproductibilité de gravure des micro-outils en tungstène de diamètre initial de $250\mu\text{m}$ et de longueur plongée de 5mm gravés dans une solution NaOH de concentration de 4mol/l en température ambiante pour $\Phi_0=125\mu\text{m}$; $L=5\text{mm}$; $Q=2,5\text{C}$; $V_{ON}=0,5\text{V}$; $V_{OFF}=-0,8\text{V}$; $T_{ON}=T_{OFF}=3\text{s}$

La problématique restante est l'inhomogénéité de la gravure. Nous avons tenté de limiter cette contrainte en choisissant les paramètres optimaux. Cependant, elle reste toujours un point à améliorer.

Pour toutes ces raisons, nous avons décidé d'effectuer la gravure en plusieurs étapes sur des longueurs différentes afin d'atteindre un diamètre inférieur à $60\mu\text{m}$ et limiter le risque de perdre le micro-outil par effet "drop-off".

3.3 Gravure en plusieurs étapes

3.3.1 Amélioration du protocole de gravure

Comme décrit dans les sections précédentes, l'amélioration du protocole de gravure est nécessaire afin de pouvoir aboutir à des diamètres plus fins tout en gardant une forme cylindrique du micro-outil sur une longueur utile qui dépasse 1 mm. Le choix de cette longueur prend en considération nos besoins d'usiner des pièces d'épaisseur de $500\mu\text{m}$ et l'usure du micro-outil pendant l'usinage.

La méthode proposée consiste à graver les micro-outils sur des longueurs différentes en plusieurs étapes. Le diamètre est mesuré après chaque étape de gravure dans le but d'estimer la quantité de charges à appliquer lors de l'étape suivante sans prendre le risque de perdre le micro-outil par effet "drop-off".

La figure 3.4 décrit le nouveau protocole de gravure. Le micro-outil est enlevé de la cellule après chaque étape de gravure afin de mesurer son diamètre. Puisque plusieurs résidus (dépôt du tungstate et de NaOH) pourraient rester collés sur la surface du micro-outil, l'homogénéité de la gravure pourrait être perturbée pendant l'étape suivante de gravure. Pour cette raison, un protocole de nettoyage (annexe B) a été proposé afin d'enlever ces résidus et limiter l'inhomogénéité de gravure.

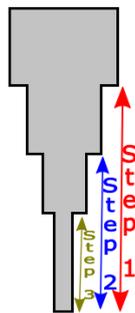


FIGURE 3.4 – Gravure du micro-outil en plusieurs étapes

Après toutes les améliorations mises en place, le nouveau protocole de gravure est le suivant :

- **Caractéristique I(V)** : qui permet de faire un décapage du micro-outil et de vérifier la continuité électrique du banc avant de débiter la gravure. Elle est effectuée une seule fois avant la première étape de gravure.
- **Gravure de l'outil**
- **Nettoyage de l'outil** : après chaque étape de gravure dans le but d'enlever les résidus collés sur la surface.

La caractérisation des micro-outils obtenus pour un fil de diamètre $125\ \mu\text{m}$ en utilisant ce nouveau protocole de gravure est décrite dans le paragraphe suivant.

3.3.2 Caractérisation des micro-outils fabriqués

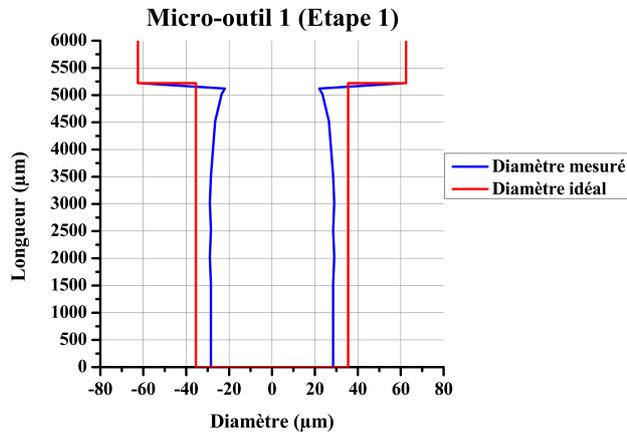
Après la première étape de gravure sur une longueur de 5mm, le diamètre obtenu est de $58\ \mu\text{m} \pm 6\ \mu\text{m}$ et le profil du micro-outil est quasi-cylindrique sur toute la longueur plongée. Donc, une deuxième étape a été ajoutée sur une longueur de 4 mm. Cette fois-ci, la quantité de charges appliquée est de 0,32 C. Le diamètre du micro-outil après gravure est de $43\ \mu\text{m} \pm 4\ \mu\text{m}$ et son profil est aussi quasi-cylindrique (figure 3.6 (c)).

Lors de la troisième étape de gravure, une quantité de charges de 0,21 C et une longueur de 3 mm ont été choisies. La figure 3.6 (e) illustre le profil du micro-outil obtenu après la troisième étape de gravure. Nous constatons que la forme de l'outil est quasi-cylindrique sur toute la longueur plongée et que le diamètre mesuré est de $33\ \mu\text{m} \pm 3\ \mu\text{m}$.

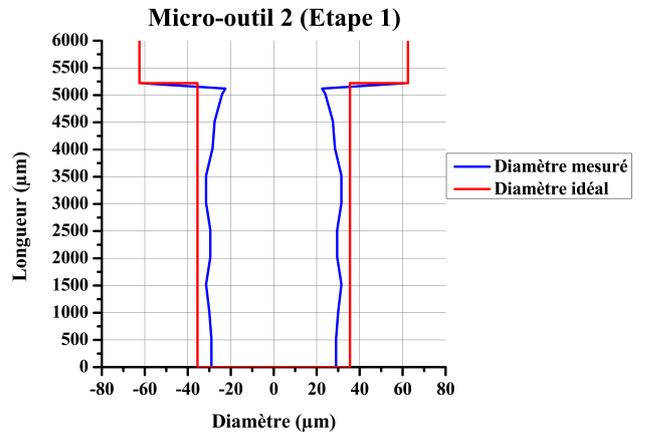
La quatrième étape de gravure a été effectuée sur une longueur de 2 mm en appliquant une quantité de charges de 0,1 C. Le diamètre de l'outil obtenu est de $15\ \mu\text{m} \pm 2\ \mu\text{m}$. L'outil, comme montré sur la figure 3.6 (g) a une forme cylindrique.

Afin de valider la reproductibilité du procédé, les expériences ont été répétées six fois. La figure 3.6 (b) montre le profil du deuxième échantillon après chaque étape de gravure. Il est quasi-identique à celui du micro-outil 1. De même, leur diamètre mesuré est du même ordre de grandeur ce qui valide la reproductibilité du procédé. La figure 3.7 illustre le profil réel du micro-outil après les quatre étapes de gravure.

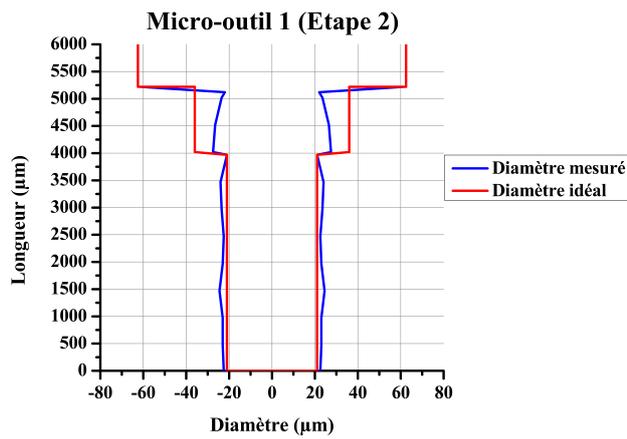
(a)



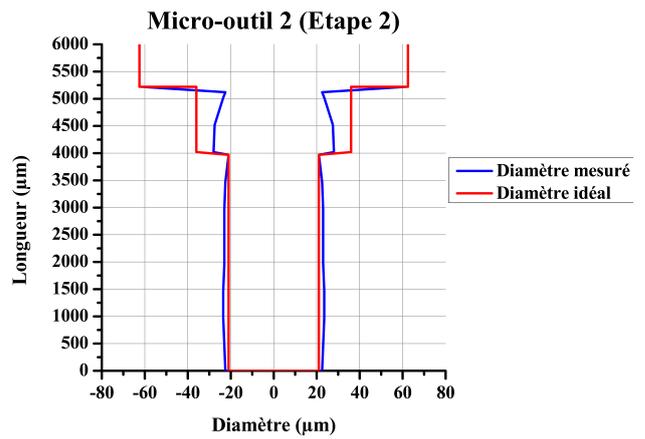
(b)



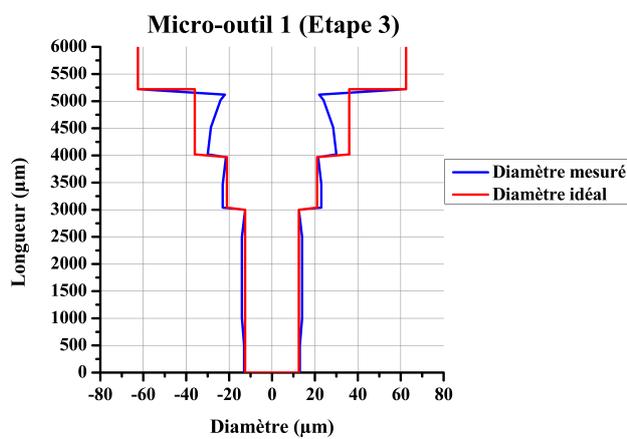
(c)



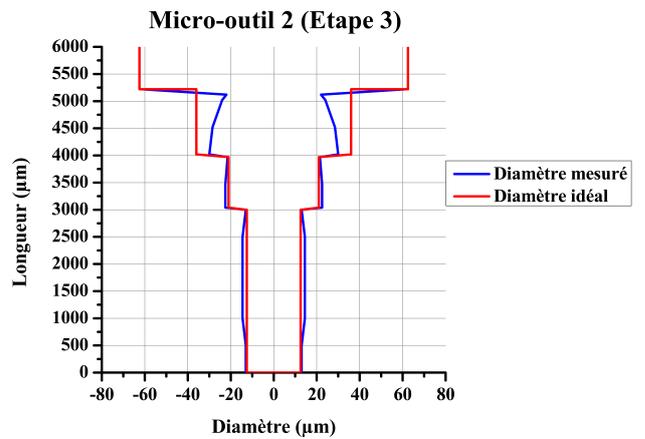
(d)



(e)



(f)



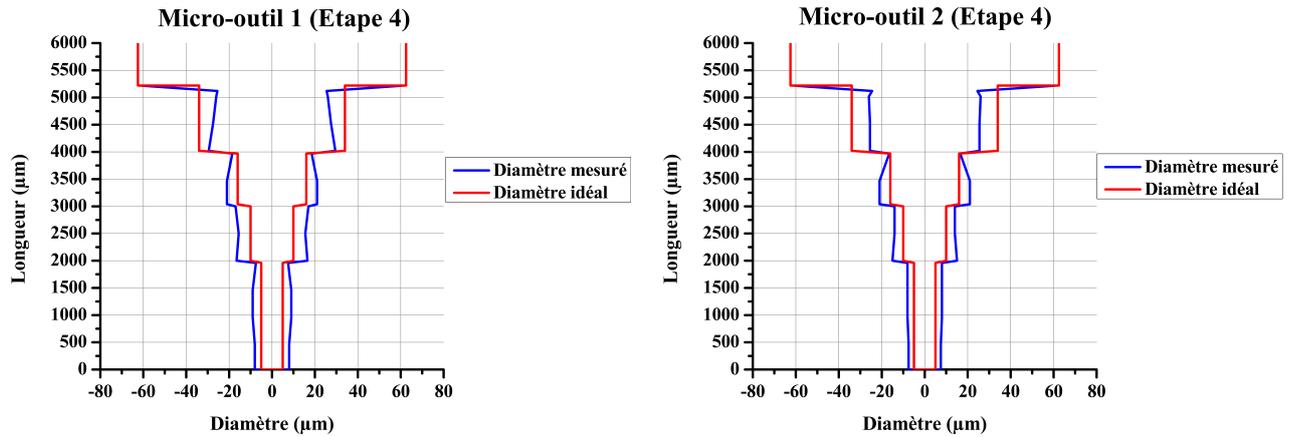


FIGURE 3.6 – Profil des micro-outils en tungstène de diamètre initial de $250\ \mu\text{m}$ et de longueur plongée de 5mm gravés dans une solution NaOH de concentration de 4mol/l en température ambiante et en plusieurs étapes pour $\Phi_0=125\ \mu\text{m}$; $V_{ON}=0,5\text{V}$; $V_{OFF}=-0,8\text{V}$; $T_{ON}=T_{OFF}=3\text{s}$: (a) et (b) $Q=2,5\text{C}$; (c) et (d) $Q=0,32\text{C}$; (e) et (f) $Q=0,21\text{C}$; (g) et (h) $Q=0,1\text{C}$



FIGURE 3.7 – Profil réel du micro-outil en tungstène de diamètre initial de $250\ \mu\text{m}$ et de longueur plongée de 5mm gravé dans une solution NaOH de concentration de 4mol/l en température ambiante et en quatre étapes pour $\Phi_0=125\ \mu\text{m}$; $V_{ON}=0,5\text{V}$; $V_{OFF}=-0,8\text{V}$; $T_{ON}=T_{OFF}=3\text{s}$

Le tableau 3.3 résume le diamètre mesuré après chaque étape de gravure et le diamètre estimé théoriquement. L'écart entre les deux diamètres est de quelques micromètres, ce qui favorise notre choix de commencer la gravure avec un fil de $125\ \mu\text{m}$ pour aboutir à un diamètre de quelques micromètres.

Étapes de gravure	$\Phi_{mesuré}(\mu\text{m})$	$\Phi_{calculé}(\mu\text{m})$	$\Delta\Phi(\mu\text{m})$
1	58	68	10
2	43	44	1
3	34	22	12
4	17	6	11

TABLE 3.3 – Diamètre du micro-outil 1 en tungstène de diamètre initial de $125\ \mu\text{m}$ et de longueur plongée de 5mm gravés dans une solution NaOH de concentration de 4mol/l en température ambiante après chaque étape de gravure pour $V_{ON}=0,5\text{V}$; $V_{OFF}=-0,8\text{V}$; $T_{ON}=T_{OFF}=3\text{s}$

La caractérisation des micro-outils obtenus, après la quatrième étape de gravure, montre la validation du procédé. Le facteur d'acceptation est de l'ordre de 10 %. Et, le facteur de forme est supérieur à 100. Le tableau 3.4 résume toutes les caractéristiques géométriques de ces deux outils.

Micro-outil	$\Phi_{max}(\mu\text{m})$	$\Phi_{min}(\mu\text{m})$	$\Phi_{ménisque}(\mu\text{m})$	$\Phi_{utile}(\mu\text{m})$	$L_{utile}(\mu\text{m})$	$F_a(\%)$	F_f
1	18	16	15	17	2000	12	118
2	16	15	16	16	2000	3	125

TABLE 3.4 – Caractéristiques des micro-outils en tungstène de diamètre initial de $125\ \mu\text{m}$ et de longueur plongée de 5mm gravés dans une solution NaOH de concentration de 4mol/l en température ambiante après la quatrième étape de gravure pour $V_{ON}=0,5\text{V}$; $V_{OFF}=-0,8\text{V}$; $T_{ON}=T_{OFF}=3\text{s}$

3.4 Conclusion

Nous avons présenté dans ce chapitre une étude expérimentale du protocole de gravure permettant de fabriquer des micro-outils de diamètre allant jusqu'à $15\ \mu\text{m}$ d'une manière automatisée et reproductible. Les principaux résultats sont :

1. **Fabrication des outils de diamètre $\Phi > 80\ \mu\text{m}$** s'appuie sur l'utilisation d'un fil de diamètre initial de $250\ \mu\text{m}$. La quantité de charges appliquée dépend du diamètre désiré et de la longueur plongée. Le point le plus important est que cette quantité de charges ne doit pas dépasser 14 C pour une longueur plongée de 5mm , car au-delà de cette charge, la reproductibilité du procédé n'est plus garantie.
2. **Fabrication des micro-outils de diamètre $\Phi < 80\ \mu\text{m}$** demande l'amélioration du protocole de gravure. La première modification est faite sur le diamètre initial du fil

utilisé. Dans notre cas, un fil de diamètre initial de $125\ \mu\text{m}$ a été choisi. La deuxième amélioration consiste à effectuer plusieurs étapes de gravure sur des longueurs différentes. Ce qui nous a permis d'atteindre un diamètre de $15\ \mu\text{m}$ sur une longueur de 2 mm d'une manière reproductible.

3. **Intégration d'un protocole de nettoyage** est primordiale lors de la gravure en plusieurs étapes, dans le cas où le micro-outil est retiré après chaque étape afin de mesurer le diamètre. Il permet d'enlever les impuretés collées sur la surface du micro-outil.

Cependant, l'ajout d'une cinquième étape de gravure sur une longueur de 1mm est compliqué vu la méthode utilisée, actuellement, pour la mesure du diamètre. Il faut améliorer la méthode de mesure du diamètre afin d'éviter l'enlèvement de l'outil de la cellule et le risque de le casser. Aussi, il faut améliorer le programme de contrôle de la quantité de charges.

Les deux améliorations que nous proposons et qui pourraient servir dans la fabrication des micro-outils de diamètre inférieur à $15\ \mu\text{m}$ sont :

- **Mesure du diamètre in situ de la gravure** : en se basant sur l'utilisation d'un micromètre laser (figure 3.8). Le diamètre du micro-outil est mesuré après chaque étape de gravure sans avoir besoin de retirer le micro-outil de la cellule.
- **Utilisation de la Spectroscopie d'Impédance Electrochimique** : cette technique permet de connaître le modèle électrique de la cellule. Nous proposons de l'utiliser après chaque étape de gravure afin de modéliser la cellule à l'équilibre. Selon nos connaissances, le modèle électrique donne plusieurs informations sur la résistance de charge et l'effet capacitif. En faisant la corrélation avec la littérature, le diamètre du micro-outil pourrait être déterminé [55].

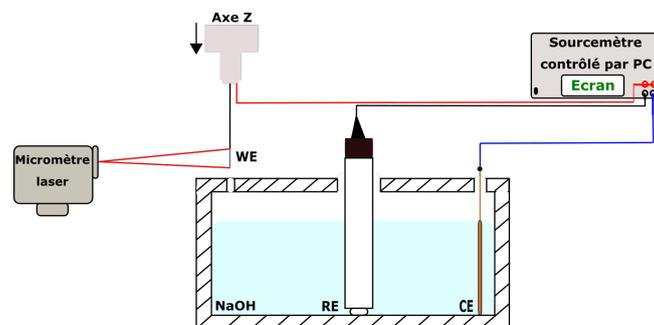


FIGURE 3.8 – Mesure du diamètre du micro-outil in situ de la gravure en utilisant un micromètre laser

Deuxième partie

Usinage par micro-électroérosion

État de l'art

Ce chapitre est consacré à l'état de l'art sur l'usinage par électroérosion (EDM). Les différents types d'usinages par EDM sont présentés. Et, l'effet des différents paramètres sur l'usinage est discuté.

Sommaire

4.1	Introduction	71
4.2	Usinage par électroérosion EDM	72
4.2.1	Histoire de l'électroérosion	72
4.2.2	Principe de l'électroérosion	73
4.2.3	Création des décharges	74
4.3	Types d'usinage par EDM	76
4.3.1	Électroérosion par enfoncement (Die sinking EDM)	76
4.3.2	Électroérosion à fil (Wire EDM)	78
4.3.3	Fraisage par électroérosion (Milling EDM)	79
4.3.4	Perçage de trous (Drilling EDM)	82
4.3.5	Différence entre EDM et μ EDM	83
4.3.6	Caractéristiques des procédés d'usinage par μ EDM	84
4.4	Machines d'usinage par EDM	85
4.4.1	Sarix SX-100	87
4.4.2	Panasonic Matsushita MG-ED72W	91
4.4.3	Smaltec EM203	93
4.4.4	Mikrotool DT-100	94
4.5	Types de générateurs utilisés en EDM et μEDM	95
4.5.1	Le générateur RC	96
4.5.2	Le générateur à transistors	96
4.5.3	Bilan	97
4.6	Étude des paramètres d'usinage par μEDM	98
4.6.1	Paramètres physiques	98
4.6.2	Paramètres géométriques	103
4.6.3	Paramètres électriques	103
4.7	Conclusion	107

Objectifs du chapitre

- Types d'usinage par μ EDM
- Machines d'usinage par μ EDM
- Etude des paramètres d'usinage par μ EDM

CH₄

" I have obtained . . . spark discharges extending through more than one hundred feet and carrying currents of one thousand amperes, . . . Whatever the future may bring, the universal application of these great principles is fully assured, though it may be long in coming."

N. Tesla (1905)

4.1 Introduction

Ces dernières décennies ont manifesté une évolution remarquable au niveau de la miniaturisation des instruments et des dispositifs. Les techniques de la microfabrication ont connu, également, un progrès afin de répondre aux besoins du marché. Le défi à relever, en microfabrication, est l'amélioration de la résolution des techniques utilisées. Toutes les méthodes développées visent à atteindre une résolution de fabrication à l'échelle micro ou nanométrique.

La figure 4.1 représente quelques applications de la microfabrication dans plusieurs domaines : le médical, les MEMS, l'outillage, la microélectronique et la microfluidique. Les techniques de la microfabrication sont diverses. Nous trouvons plusieurs types, comme : le hot embossing [56], le stamping, l'usinage électrochimique [57], les procédés d'usinage mécaniques [58] , l'usinage par électroérosion (EDM) [59], ...

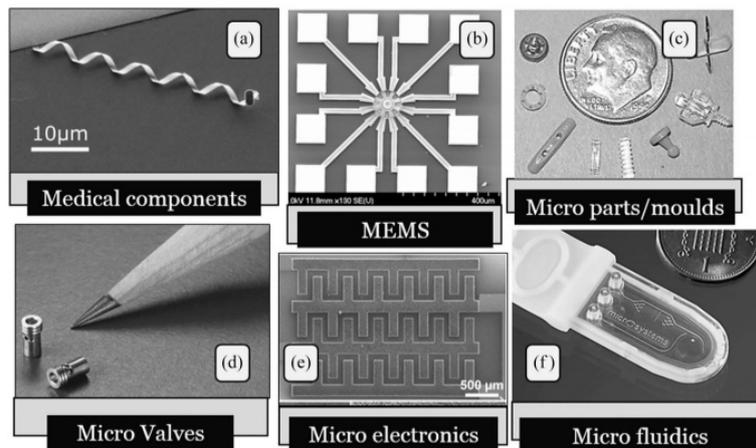


FIGURE 4.1 – Domaines d'utilisation des techniques de la microfabrication : (a) microrobots à taille d'une bactérie pour la distribution d'un médicament[60] (b) composant MEMS (micromoteur)(c) composants fabriqués par micromoulage (d) micro-vannes[61] (e) micro-capacités pour alimenter des composants MEMS[10] (f) composant lab-on-chip[61]

L'électroérosion est un procédé d'usinage sans contact mécanique, qui repose sur l'enlèvement de la matière à l'aide de décharges électriques entre deux électrodes (le micro-outil et la pièce à usiner). Ce procédé est souvent utilisé lors de l'usinage de matériaux conducteurs durs ou semi-conducteurs autre que le silicium. Il est utilisé dans plusieurs domaines, comme : l'élaboration de micro-objets biocompatible en titane[5], le perçage de trous d'injecteurs pour les moteurs diesel [6], la fabrication de micro-outillage pour la plasturgie [9], l'élaboration de microréacteurs chimiques en acier inoxydable [7] ...

Comme décrit précédemment (introduction générale), afin d'arriver à usiner des pièces en acier avec une résolution allant jusqu'à $5\mu\text{m}$ dans un temps acceptable, l'usinage par électroérosion demande une maîtrise des paramètres expérimentaux. L'objectif de la thèse est, alors, d'étudier l'effet de quelques paramètres expérimentaux (électriques et géométriques) sur les performances d'usinage. Les paramètres optimaux déterminés vont servir, par la suite, au perçage de trous.

4.2 Usinage par électroérosion EDM

4.2.1 Histoire de l'électroérosion

J. Priestley est le premier à découvrir le phénomène d'érosion en 1776 [62]. Ses premières expériences où des décharges électriques entre deux sphères ont été créés, lui ont permis d'observer le creusement de la matière sous forme d'une cavité entourée de petits cratères brillants [63][64] appelés Anneaux de Priestley. La figure 4.2 illustre le principe où des batteries de types Leyden Jar ont été utilisées et les anneaux obtenus après les décharges électriques.



FIGURE 4.2 – (a) Premiers tests des décharges érodantes en 1769; (b) Cercles d'impacts d'érosion de la cathode découverts par Joseph Priestley en 1776 [65][66]

Ces batteries Leyden Jar ont été utilisées comme une capacité de travail. Leur inconvénient est qu'elles ne permettent pas de stocker une énergie suffisante pour utiliser le procédé d'électroérosion comme technique d'usinage. Le procédé d'usinage a été amélioré après le développement du générateur Lazarenko. Ce générateur a été mis en œuvre, en 1943, par Boris et Natalia Lazarenko, d'où l'origine de son nom.

A partir de 1960, l'industrie s'est orientée vers le procédé d'usinage par électroérosion EDM pour fabriquer plusieurs composants (perçage de trous sur des pièces). Dans les années 1970, le développement de nouveaux générateurs à base de transistors et l'avènement de la commande numérique ont amélioré le procédé EDM. Le contrôle numérique des axes, lors de l'usinage, permet de définir le chemin d'usinage, mais aussi de contrôler le gap entre la pièce et le micro-outil afin d'éviter les courts-circuits et de mieux contrôler les décharges [67].

4.2.2 Principe de l'électroérosion

L'usinage par électroérosion EDM se base sur l'application d'une tension entre deux électrodes conductrices immergées dans un diélectrique (gaz ; liquide) et éloignées l'une par rapport à l'autre d'une distance appelée entrefer (gap), ce qui entraîne la création d'un champ puis d'une série de décharges (salve), et pour chaque décharge, la création d'un plasma. Dans ce plasma, il y a des électrons et des ions qui sont accélérés, et qui viennent bombarder la pièce et l'outil. Ce bombardement, combiné à l'augmentation de temps, érode la pièce et l'outil. Il faut contrôler les paramètres d'usinage afin d'éroder, idéalement, uniquement la pièce.

Les performances d'usinage définies entre autres par la quantité de matière arrachée au niveau de la pièce et par l'usure de l'outil dépendent de la polarité des deux électrodes. En μ EDM, pour éroder la pièce et réduire l'usure de l'outil, la pièce est mise en polarité positive, car la durée des décharges est très courte (de l'ordre de quelques nanosecondes à quelques dizaines de microsecondes) et lors de l'application d'une tension, les électrons vont bombarder la pièce. Les ions n'auront pas le temps nécessaire pour arriver à l'outil et le bombarder.

Dans le cas de l'utilisation du générateur Lazarenko, la décharge de la capacité engendre l'arrachement de la matière au niveau de la pièce à usiner (figure 4.3 (a)). Ces décharges sont dues à la création d'un micro-plasma entre les deux électrodes et son implosion entraîne l'arrachement de la matière (figure 4.3 (b)). Pour cette raison, le renouvellement du fluide dans l'entrefer est nécessaire pour évacuer les débris et assurer la naissance des nouvelles décharges.

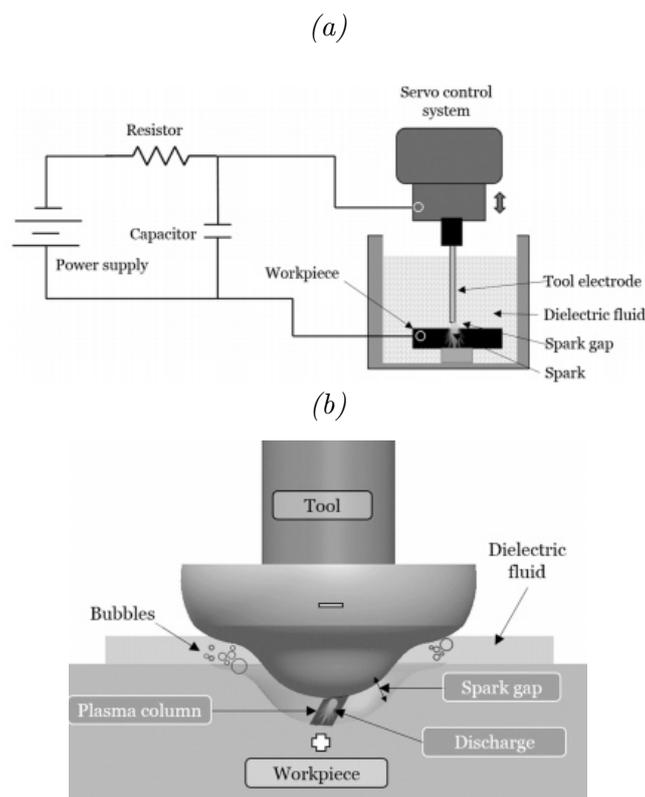


FIGURE 4.3 – (a) Générateur de Lazarenko en EDM; (b) Principe de l'usinage par électroérosion [21]

4.2.3 Création des décharges

Dans la littérature, la création des décharges passe par cinq phases. Chaque étape se caractérise par un état électrique et physique particulier [68]. Ce mécanisme de naissance de décharges a été étudié en utilisant la spectroscopie d'émission optique [69][70][71]. L'imagerie avec des caméras ultra-rapides iCCD est un autre moyen de caractérisation des micro-plasmas en μ EDM[72]. Le mécanisme de la création des décharges dans un gaz ou liquide se résume dans les points suivants :

- **Phase de pré-claquage** : a lieu lors de l'application d'une tension entre les deux électrodes de façon à créer un champ électrique propice à l'ionisation locale du diélectrique (tension de rupture -breakdown- du diélectrique. C'est la valeur seuil nécessaire à l'amorçage de décharges) figure 4.4 (a). Le mécanisme de génération de streamers dans un liquide en polarité négative, généralement admis, commence par l'initiation d'une avalanche électronique dans la phase liquide à proximité immédiate de la cathode sur laquelle règne généralement un champ local très élevé. Lors de cette phase, il y'a une apparition de bulles de gaz dans le cas de l'utilisation d'eau-déionisée, comme illustrée sur figure 4.4 (b) et (c).
- **Phase de claquage** : Lors de cette phase, il y a une dissipation d'énergie entre les deux électrodes figure 4.4 (d). L'énergie injectée par l'avalanche dans un faible volume (quelques μm^3) conduit à la génération d'une première microbulle d'un rayon variant du μm à la dizaine de μm . Une succession de décharges répétées au sein de cette bulle génère une expansion progressive de cette bulle -figure 4.4 (e)-, ce qui donne lieu à la croissance

initiale d'un streamer.

- **Phase de décharge** : Le plasma continue à se développer très rapidement après le claquage et se stabilise (figure 4.4 (f)).
- **Phase fin de décharge** : correspond à l'implosion du plasma qui est due à la différence de pression entre le diélectrique et le plasma -figure 4.4 (g)-. Le plasma disparaît rapidement (quelques nanosecondes [64]) -figure 4.4 (h)-. Pendant cette phase, il y a l'arrachement de la matière au niveau de la pièce et du micro-outil (usure) (figure 4.4 (i)). Le mode de conduction et de dissipation de la chaleur déposée par le plasma sur l'électrode a une influence sur la forme et la taille des impacts via les propriétés physicochimiques et thermiques des matériaux (température de fusion et conductivité thermique).
- **Phase de post-décharge** : Durant cette phase, le renouvellement du diélectrique est effectué afin d'évacuer les débris et recréer de nouvelles conditions pour une création de plasma.

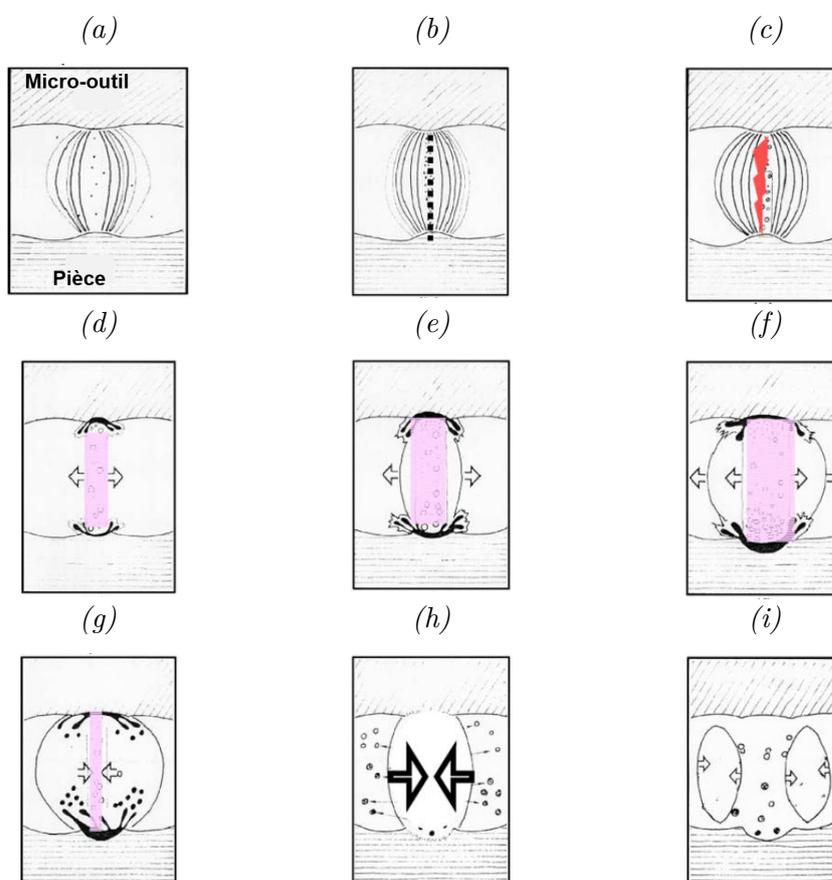


FIGURE 4.4 – Phases des décharges électriques [72]

4.3 Types d'usinage par EDM

En EDM, les procédés d'usinage sont classés selon la forme du micro-outil et son mouvement par rapport à la pièce [73]. La figure 4.5 regroupe les quatre procédés de l'EDM. Dans le cas de (1) l'enfoncement par EDM (figure 4.5(a)), un outil de forme spécifique est utilisé et l'usinage consiste à former l'image négative de l'outil sur la pièce. (2) L'usinage à fil repose sur l'utilisation d'un outil sous forme d'un fil. L'usinage de la pièce se poursuit jusqu'à l'obtention de la forme désirée (figure 5.5 (b)). Le fraisage par EDM se base sur le passage de l'outil en plusieurs couches (figure 5.5 (c)). Et le perçage par EDM est un sous-procédé du fraisage qui consiste à percer des trous débouchants ou pas (figure 5.5 (d)). Dans le cadre de cette thèse, nous allons étudier l'effet des paramètres d'usinage dans le cas d'utilisation du fraisage par μ EDM.

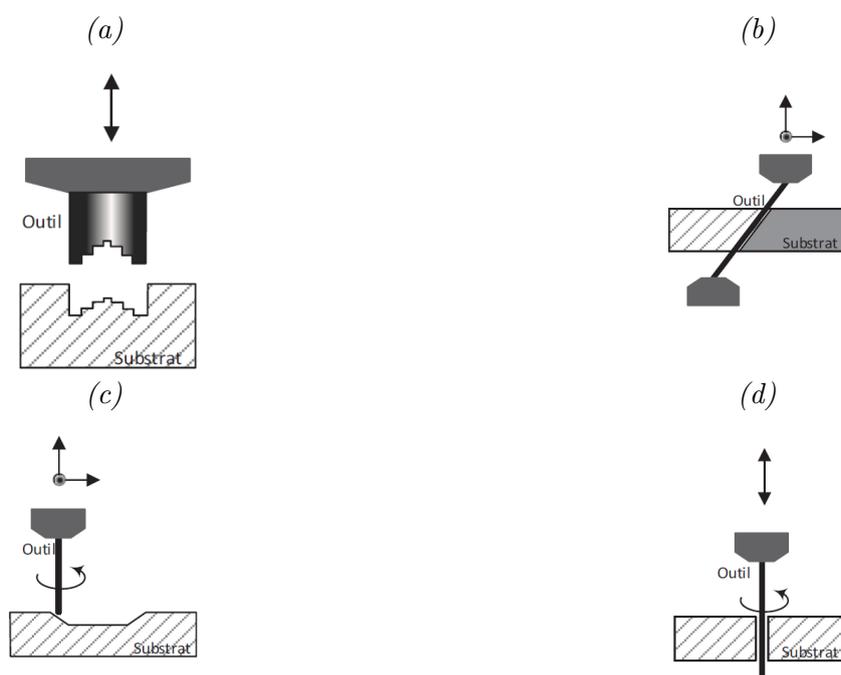


FIGURE 4.5 – Variantes d'usinage par EDM[73] : (a) à enfoncement; (b) à fil; (c) fraisage par EDM; (d) perçage par EDM

4.3.1 Électroérosion par enfoncement (Die sinking EDM)

4.3.1.1 Principe du procédé

L'électroérosion par enfoncement consiste à créer le négatif de la forme de l'outil dans la pièce avec un mouvement vertical dit "plongé". La forme complexe 3D de l'outil est souvent réalisée par fraisage mécanique. Dans ce procédé, les hydrocarbures et l'eau-déionisée sont utilisés comme un diélectrique. Le renouvellement du diélectrique s'effectue dans quelques cas verticalement via un flux à l'intérieur de l'outil afin d'évacuer les débris comme illustré sur la figure 4.6.

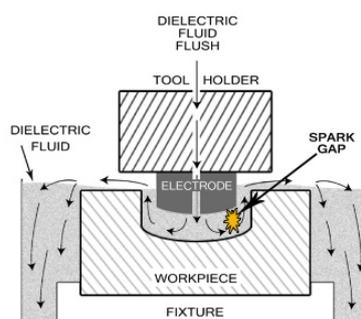


FIGURE 4.6 – Principe de l'électroérosion par enfoncement [25]

4.3.1.2 Domaines d'utilisation

Ce procédé est notamment utilisé dans la fabrication des moules de micro-injections [74], des motifs avec des trous [75] et des micro-structures 3D [76]. Plusieurs équipes se sont intéressées à ce procédé pour fabriquer des motifs 3D. La figure 4.7 (a) montre une électrode-outil en graphite utilisée pour fabriquer un dispositif micro-mélangeur et un réseau de trous carrés formés en utilisant un réseau de micro-électrodes [77].



FIGURE 4.7 – (a) Micro-outil pour l'usinage d'un moule pour le mélange de fines particules de graphite [74] (b) motifs avec des trous fabriqués par μ EDM (X100) [77]

4.3.1.3 Avantages et limites du procédé

Ce procédé permet de fabriquer des motifs et des trous, non-circulaires plus rapidement, par rapport à l'usinage par fraisage, car il suffit d'effectuer l'image négative de l'outil sur la pièce. Les mouvements réduits de l'outil assurent la fabrication des motifs avec une résolution élevée, cela est dû à l'absence de la vibration de l'outil.

Les limites du procédé se représentent dans le nombre de contacts successifs entre les deux électrodes et l'accumulation des débris si le débit du diélectrique à travers l'outil n'est pas suffisamment efficace[25]. L'état de surface de la pièce pourrait être rugueux à cause du refroidissement des débris non évacués sur la pièce. Dans certains cas, le renouvellement du diélectrique n'est pas aussi simple notamment lorsque l'outil est très proche de la pièce. Le procédé est, aussi, limité par le coût élevé nécessaire pour fabriquer l'outil si le nombre de pièces à réaliser est faible.

4.3.2 Électroérosion à fil (Wire EDM)

4.3.2.1 Principe du procédé

L'électroérosion à fil consiste à utiliser un fil métallique (laiton, zinc, revêtu de laiton, tungstène, molybdène, ...). Ce fil qui représente l'outil, circule entre deux guides [73] capables d'effectuer des mouvements mécaniques à plusieurs degrés de liberté, ce qui permet d'usiner des pièces (figure 4.8). Ce procédé est souvent utilisé en horlogerie [21], dans la fabrication des poinçons de découpe [25] et même dans la fabrication des outils utilisés en enfonçage par EDM[25]. Le renouvellement constant du fil en interaction avec la pièce permet de limiter l'usure de l'outil. Cependant, la contrainte principale rencontrée est la cassure du fil.

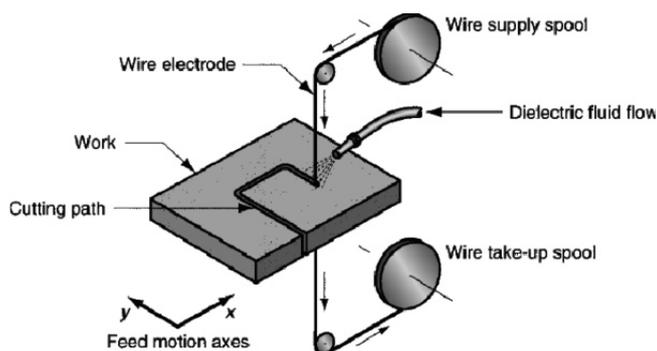


FIGURE 4.8 – Principe de l'électroérosion à fil[16][78]

L'équipe de Shun-Tong a réussi à usiner des pièces et fabriquer des formes à l'échelle micro-métrique, comme montré sur la figure 4.9 qui regroupe trois exemples d'usinage : (a) des fentes de largeur $15,6 \mu\text{m}$ et d'épaisseur de $230 \mu\text{m}$ sur une pièce en acier SUS304, (b) des électrodes interdigitées avec un écart de $15 \mu\text{m}$ et (c) une tour en tungstène de $2,8 \text{ mm}$ de hauteur avec un pinacle de largeur de $10 \mu\text{m}$ et une hauteur de $134 \mu\text{m}$.

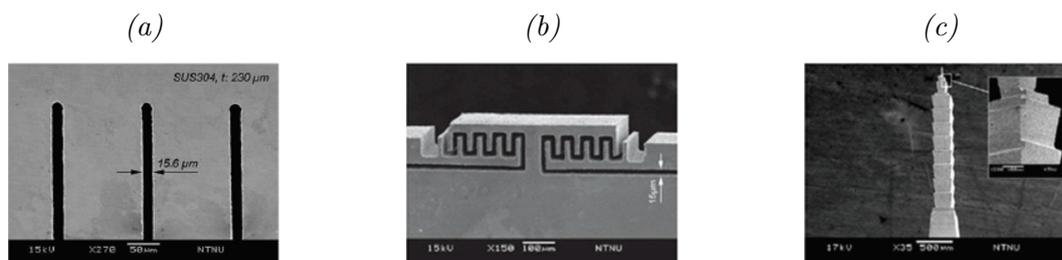


FIGURE 4.9 – Exemple d'usinage par μEDM à fil en tungstène[79] : (a) fentes de largeur de $15,6 \mu\text{m}$ dans une pièce en acier SUS304 d'épaisseur de $230 \mu\text{m}$; (b) Électrodes en acier SUS304 avec un écart de $15 \mu\text{m}$; (c) Tour en tungstène d'une hauteur de $2,8 \text{ mm}$ avec un pinacle d'une hauteur de $134 \mu\text{m}$ et de largeur de $10 \mu\text{m}$

4.3.3 Fraisage par électroérosion (Milling EDM)

4.3.3.1 Principe du procédé

Ce procédé consiste à utiliser un outil cylindrique qui suit un parcours 3D prédéfini pour usiner une pièce. Plusieurs passages de l'outil sont effectués jusqu'à l'obtention de la profondeur désirée. L'avantage du procédé est son faible coût, car il suffit d'utiliser un outil cylindrique, contrairement, à l'usinage par enfoncement où il faut fabriquer l'outil (figure 4.10). Cependant, le temps d'usinage en fraisage par EDM est plus long que dans le cas de l'enfoncement. Le fraisage par électroérosion est souvent utilisé pour fabriquer des micro-pièces, des outils utilisés en usinage par enfoncement, ou encore pour percer des trous et usiner des canaux [21].

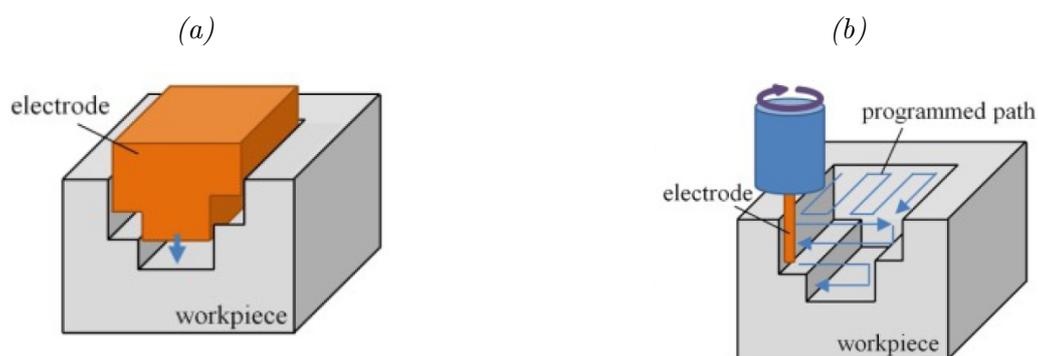


FIGURE 4.10 – (a) Électroérosion par enfoncement; (b) fraisage par électroérosion [21]

L'équipe de Richard[80] a effectué un usinage par fraisage avec des outils tubulaires, en bronze ou en cuivre, de diamètre de 0,2 mm à 0,8 mm et de longueur de 40 mm. Une rotation rapide des outils (10 000 tours/min pour un outil de 0,2 mm) a été utilisée afin de rendre l'outil flexible et le stabiliser lors de l'usinage. La figure 4.11 illustre deux exemples obtenus par cette équipe après usinage : double cavité en acier et une cavité complexe à grand facteur de forme [80].

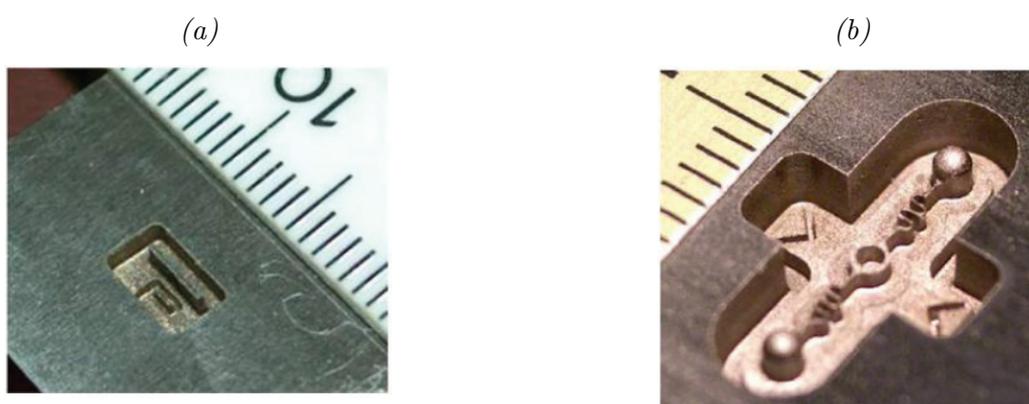


FIGURE 4.11 – Fraisage par EDM avec un outil tubulaire[80] : (a) double cavité en acier usinée avec des outils en cuivre de 0,8 mm et 0,3 mm de diamètre, largeur de nervure : 0,15 mm; (b) cavité complexe

4.3.3.2 Domaines d'utilisation

Le fraisage par μ EDM est utilisé dans plusieurs secteurs, notamment dans le domaine de la fabrication des micro-dispositifs 3D. La figure 4.12 montre quelques exemples de micro-dispositifs créés en utilisant ce procédé : un visage humain sculpté sur une cavité de diamètre de 1mm [81] (figure 4.12), des microcomposants en aluminium de facteur de forme élevé (figure 4.12 (b)) [82]. L'équipe d'Asad a pu former des canaux sur une surface métallique (figure 4.12 (c)) [83]. Une autre équipe [84] a utilisé le procédé pour usiner des cavités sur plusieurs formes, comme un œil (figure 4.12 (d)) et un microprisme (figure 4.12 (e)). De même, des micro-gorges circulaires sur une surface porteuse d'air ont été également fabriquées [85].

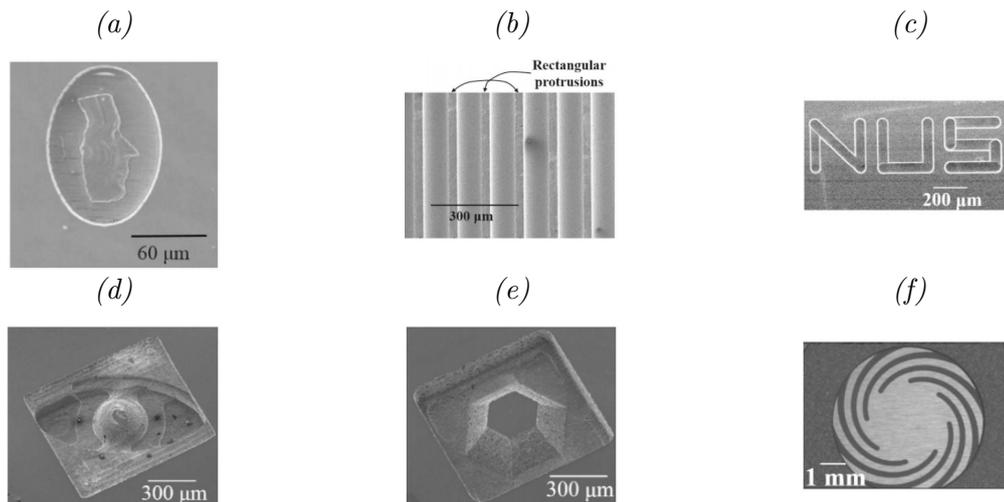


FIGURE 4.12 – Applications du fraisage par μ EDM : (a) usinage d'un visage humain à l'aide du système CAD [81] (b) saillies rectangulaires en aluminium à grand facteur de forme [82] (c) lettres de sculpture avec des micro-outils de diamètre $< 20 \mu\text{m}$ [83] (d) microstructure en forme d'œil [84] (e) micro-hexaprisme [84], poussée de la surface avec des microsillons circulaires [85]

Le fraisage par μ EDM est aussi utilisé en microfluidique. Plusieurs microcomposants et dispositifs microfluidiques ont été fabriqués par le procédé. La figure 4.13 regroupe quelques exemples de ces dispositifs, tels que : des composants microfluidiques biocompatibles fabriqués sur Ti-6Al-4V et qui seront utilisés dans des piliers implantaires (figure 4.13 (a)) [86]. Des micro-turbines pour un système de micro-génération de l'électricité sur des céramiques composites de type Si_3N_4-TiN (figure 4.13(b))[87]. Et même, des plaques métalliques bipolaires, utilisées dans des applications de pile à combustible, ont été fabriquées (figure 4.13 (c))[88]. La fabrication de ces plaques par μ EDM avec un facteur de forme élevé et aucune bavure à la surface de la plaque est plus avantageux par rapport à l'électroformage ou l'usinage électrochimique [88].

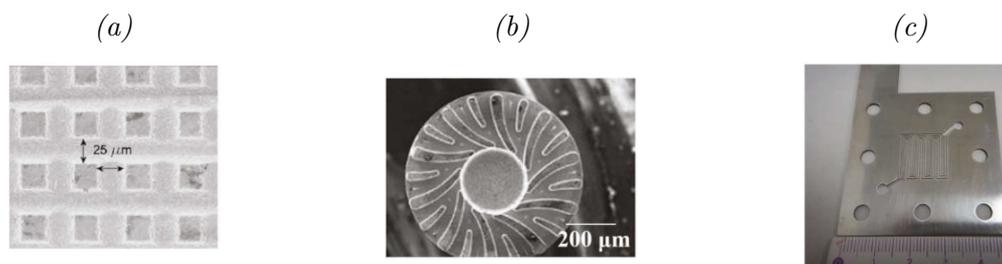


FIGURE 4.13 – Fabrication des microcomposants à 3D par fraisage par μ EDM : (a) dispositif microfluidique fabriqué en Ti-6Al-4V [86] (b) microturbine pour un système de génération d'alimentation [87] (c) plaques bipolaires avec des microcanaux utilisés dans les piles à combustible [88]

4.3.3.3 Avantages et limites du procédé

Le fraisage par μ EDM ne demande pas des formes complexes de micro-outil. Il suffit d'utiliser des outils cylindriques et effectuer plusieurs passes pour arriver à la forme désirée. Le contrôle numérique (CNC) des axes permet de fabriquer des microstructures 3D complexes avec une résolution élevée [25]. L'ajout de la rotation du micro-outil facilite le renouvellement du diélectrique entre les deux électrodes et l'enlèvement des débris. Ainsi, il permet une distribution uniforme des décharges [89].

Toutefois, comme illustré sur la figure 4.14, l'efficacité du procédé est limitée à cause de la naissance des décharges, indésirables, sur les côtés du micro-outil ce qui entraîne l'enlèvement de la matière au niveau de la pièce et affecte la résolution finale du procédé. Cette limite est commune à tous les procédés d'usinage par EDM, soit par fraisage soit par enfoncement ou bien par usinage à fil.

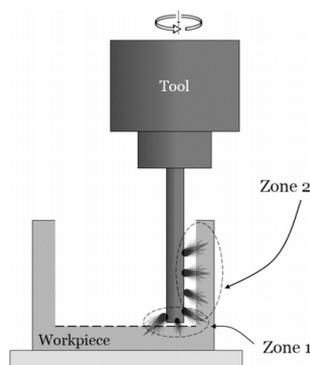


FIGURE 4.14 – Zones usinées lors de l'utilisation du fraisage par μ EDM [25]

4.3.4 Perçage de trous (Drilling EDM)

4.3.4.1 Principe du procédé

Le perçage de trous par EDM est un type de fraisage par EDM, car il repose sur le même principe. L'outil utilisé, lors du perçage des trous par EDM, est cylindrique tubulaire. Le diélectrique s'écoule à l'intérieur de l'outil avec une pression élevée afin d'évacuer les débris et assurer la naissance des décharges. La difficulté rencontrée, dans ce procédé, est l'emprisonnement des débris dans certains cas, l'usure de l'outil et la réalisation des électrodes tubulaires (figure 4.15). Cependant, en μ EDM, l'outil utilisé est non tubulaire, car le diamètre de l'outil est inférieur à 1mm.

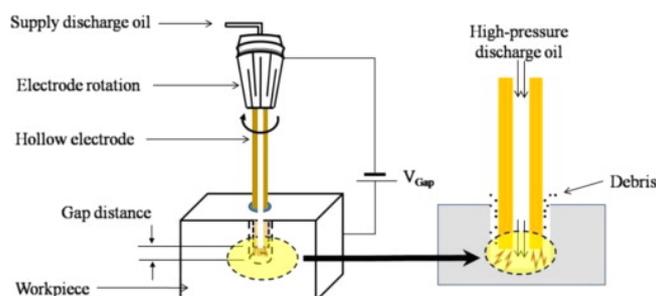


FIGURE 4.15 – Principe du perçage des trous par EDM [89]

4.3.4.2 Domaines d'utilisation

L'équipe d'Asad [83] a réussi à percer des trous de diamètre de $6,5 \mu\text{m}$ à $12,5 \mu\text{m}$ en utilisant un micro-outil de diamètre de $4 \mu\text{m}$ sur une pièce en acier d'épaisseur de $50 \mu\text{m}$ par μ EDM comme illustré sur la figure 4.16 (a). L'équipe de Tong [90] a utilisé ce procédé pour percer des trous de pulvérisation dans des buses à jet de carburant. Ces trous se caractérisent par un diamètre de $250 \mu\text{m}$ avec un angle de dépouille de $\pm 0,1^\circ$ et une précision dimensionnelle de $\pm 2 \mu\text{m}$ (figure 4.16 (b)). Pour percer ces trous, ils ont utilisé un micro-outil de tungstène de diamètre de $200 \mu\text{m}$ et de facteur de forme de 5.

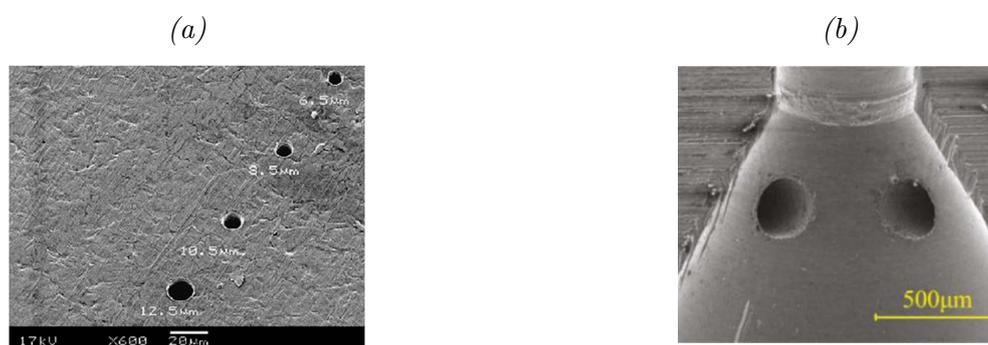


FIGURE 4.16 – (a) Micro-trous percés par des micro-outils [83] (b) Trous de pulvérisation pour les buses à jet de carburant [90]

4.3.4.3 Avantages et limites du procédé

Le perçage de trous par μ EDM a l'avantage de former des trous à grand facteur de forme. Le procédé se caractérise par l'absence de bavures sur la surface de la pièce. Toutefois, le procédé se limite par la résolution de la profondeur des trous (non débouchants) à cause de l'usure de l'outil ce qui impacte sa forme notamment à son extrémité. De plus, la diminution de la vitesse d'usinage devient problématique spécialement lorsque la profondeur des trous devient importante. Dans le cas de perçage de trous profonds et de faible diamètre (quelques micromètres), le micro-outil risque de vibrer lors du perçage ce qui va conduire à l'augmentation du diamètre des trous. L'autre contrainte, souvent observée, est l'arcage successif à cause de l'emprisonnement des débris dans les trous et leur collage sur l'outil comme montré sur la figure 4.17 où les débris se collent sur la surface de l'outil et entraîne soit la naissance de décharges secondaires soit un arcage qui pourraient engendrer un contact entre les deux électrodes.

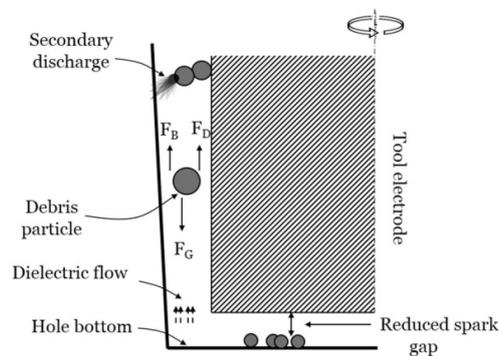


FIGURE 4.17 – Collage des débris sur les extrémités du micro-outil [25]

4.3.5 Différence entre EDM et μ EDM

L'EDM vise à enlever une grande quantité de matière avec une résolution moindre. Le courant des décharges, en EDM, est très élevé (il est supérieur à 3A) et la durée d'une décharge est de l'ordre de millisecondes. Cependant, en μ EDM, l'usinage des pièces doit être précis avec une résolution élevée. L'énergie d'une décharge, en μ EDM, est de l'ordre de quelques micro-joule et la durée d'une décharge ne dépasse pas $100\mu s$ [91]. Le courant d'une décharge est inférieur à 3A, selon les résultats de recherches de différentes équipes [92]. Le tableau 4.1 résume les différences entre EDM et μ EDM. Ces résultats donnent une idée globale sur les caractéristiques de chaque type et des ordres de grandeur.

Type	Procédé	Tension appliquée (V)	Pic de courant des décharges (A)	Diamètre de l'outil (mm)	Entrefer (μm)	MRR (mm^3/s)	Qualité de surface R_a (μm)	Énergie d'une décharge (μJ)
EDM	Fraisage	20-200				0,002-0,5	3-25	
	Die Sinking	30-300	>3	>1	10-500	0,002-0,8	2,5-30	>10
	A fil	30-120				5-15	0,127-0,254	
μEDM	—	10-120	<3	< 1	<10	$0,2 \cdot 10^{-6}$ à 10^{-6}	0,05-0,5	1-10

TABLE 4.1 – Différence entre EDM et μEDM [91][92]

4.3.6 Caractéristiques des procédés d'usinage par μEDM

Le tableau 4.2 résume les caractéristiques des procédés d'usinage par μEDM : la résolution, le facteur de forme, la rugosité de la surface et la géométrie de la pièce. Les valeurs données correspondent à des ordres de grandeurs issues de plusieurs études[87][74].

Procédés d'usinage par μEDM	Résolution (μm)	Facteur de forme (F_f)	Rugosité de la surface R_a (μm)
à fil (μWEDM)	30	100	0,07-0,2
par enfonçage (Die-sinking μEDM)	20	15	0,05-0,3
Fraisage	20	10	0,2-1
Perçage à fil (μEDM drilling)	5	25	0,05-0,3

TABLE 4.2 – Caractéristiques des procédés d'usinage par μEDM [87][74]

4.4 Machines d'usinage par EDM

Les machines d'usinage commerciales sont diverses. En Europe, la société suisse Sarix est la plus connue. Les machines SX-100 et SX-200 sont les plus réputées en μ EDM auxquelles s'ajoute une machine hybride permettant de combiner la μ EDM, l'usinage par laser et le fraisage mécanique [93]. Au Japon, la société Panasonic Matsushita commercialise les machines MG-ED72W et MG-ED82W. Aux États-Unis, la société Smaltec commercialise la machine EM203, GM703 et MM903. Et la société Ocean Technologies a mis en place la machine OCT-200MA qui est quasi-similaire à la machine Panasonic Matsushita. En Asie, la société MikroTool commercialise une machine hybride DT-100.

La plupart de ces machines intègre un poste d'usinage par fil WEDG qui permet d'amincir les électrodes-outils selon le diamètre désiré. Le tableau 4.3 résume quelques caractéristiques de ces machines industrielles : la méthode de préparation de l'électrode-outil et son diamètre limite, le type du générateur intégré dans la machine, les propriétés des axes et le domaine d'utilisation. Cependant, d'après nos connaissances les performances d'usinage de ces machines ne sont pas présentées dans les articles. En effet, les laboratoires utilisent ces machines afin de faire une étude physique du procédé.

L'inconvénient de ces machines est leur coût élevé qui peut atteindre de dizaine de milliers d'euros et le fait que ce sont des systèmes fermés qui ne permettent pas de faire du développement. L'un des objectifs de cette thèse est donc de construire notre propre machine d'usinage par μ EDM afin de pouvoir étudier l'effet des différents paramètres du procédé sur la résolution.

Machine	Électrode-outil	Générateur utilisé	Déplacement des axes	Domaine d'utilisation
Sarix SX-200	Électrode-outil de $\phi=45 \mu\text{m}$ à 3mm. En dessous de $\phi = 45\mu\text{m}$, les électrodes outils sont préparées par WEDG dans la machine. $\phi_{\text{min}} = 5\mu\text{m}$ avec le générateur SX-MFPS	générateur hybride Eau-déionisée	Courses XYZ 350x200x200 mm précision de déplacement $\pm 2 \mu\text{m}$	Micro-pièces, Micro-moules Perçage de trous jusqu'au $\Phi=10 - 20 \mu\text{m}$ Rugosité $R_a = 0,1 \mu\text{m}$ $R_a=0,05 \mu\text{m}$ avec le générateur SX-MFPS
Sarix SX-100	Électrode-outil de $\Phi=45 \mu\text{m}$ à 3 mm En dessous de $\phi = 45\mu\text{m}$, les électrodes outils sont préparées par WEDG dans la machine.	Plusieurs générateurs type RC	Courses XYZ 250x150x150 mm 4 ^{ème} axe en option Précision déplacement $\pm 2 \mu\text{m}$	—
Panasonic Matsushita MG-ED72W MG-ED82W	Électrode fabriquée par WEDG sur la machine	Type RC : $U_c : 0$ à $\pm 110\text{V}$ $C : 10\text{pF}, 110\text{pF}, 220 \text{pF}, 3300 \text{pF}$ Impulsion de courant : 10ns	Courses XYZ 220x50x10 mm Résolution : $0,1 \mu\text{m}$ précision : $1\mu\text{m}$	Structure 3D Trou de quelques μm
EM203 Smaltec	Électrode fabriquée par WEDG 6000 tours/min	—	Courses XYZ 200x200x100 mm Résolution des codeurs : $0,1 \mu\text{m}$	Médical, automobile, aérospatial, optique, communication ...
GM703 Smaltec	Préparation des micro-outils par WEDG 6000 tours/min	—	Courses XYZ 50x50x70 mm Résolution des codeurs 10 nm	—

Machine	Électrode-outil	Générateur utilisé	Déplacement des axes	Domaine d'utilisation
MM903 Smaltec	Fabrication de l'électrode-outil par WEDG 5000 à 50 000 tours/min	—	Courses XYZ 200x200x150 mm Résolution des codeurs 0,1 μm	—
OCT-200MA Ocean technologies	3000 tours/min Préparation par WEDG jusqu'à $\Phi=20\mu\text{m}$	—	Courses XYZ 250x150x150 mm Précision déplacement $\pm 2\mu\text{m}$	Perçage des trous de $\Phi=30\mu\text{m}$
Machine hybride DT-100 Mikrotools	0-6000 tours/min Fabrication des outils par WEDG	Générateur type RC 80-150V et $R=1\text{ K}\Omega$ Six valeurs de capacité	Courses XYZ 200x100x100 mm Résolution des codeurs 0,1 μm	—

TABLE 4.3 – Machines commerciales de l'usinage par μEDM [23][94][95]

4.4.1 Sarix SX-100

La figure 4.18 regroupe les différents éléments de la machine Sarix SX-100 [96][97]. Elle est constituée d'un poste de fabrication d'électrodes-outils par WEDG et d'un poste de fraisage par μEDM . Elle intègre aussi les fonctionnalités suivantes : la rotation avec un avancement automatique de l'électrode-outil, la compensation d'usure de l'outil et l'affûtage automatique de l'électrode-outil par WEDG. Cette machine est utilisée dans plusieurs domaines, comme : la micro-mécanique, le micro-moulage, l'automatique, le médical et l'aérospatial [98].

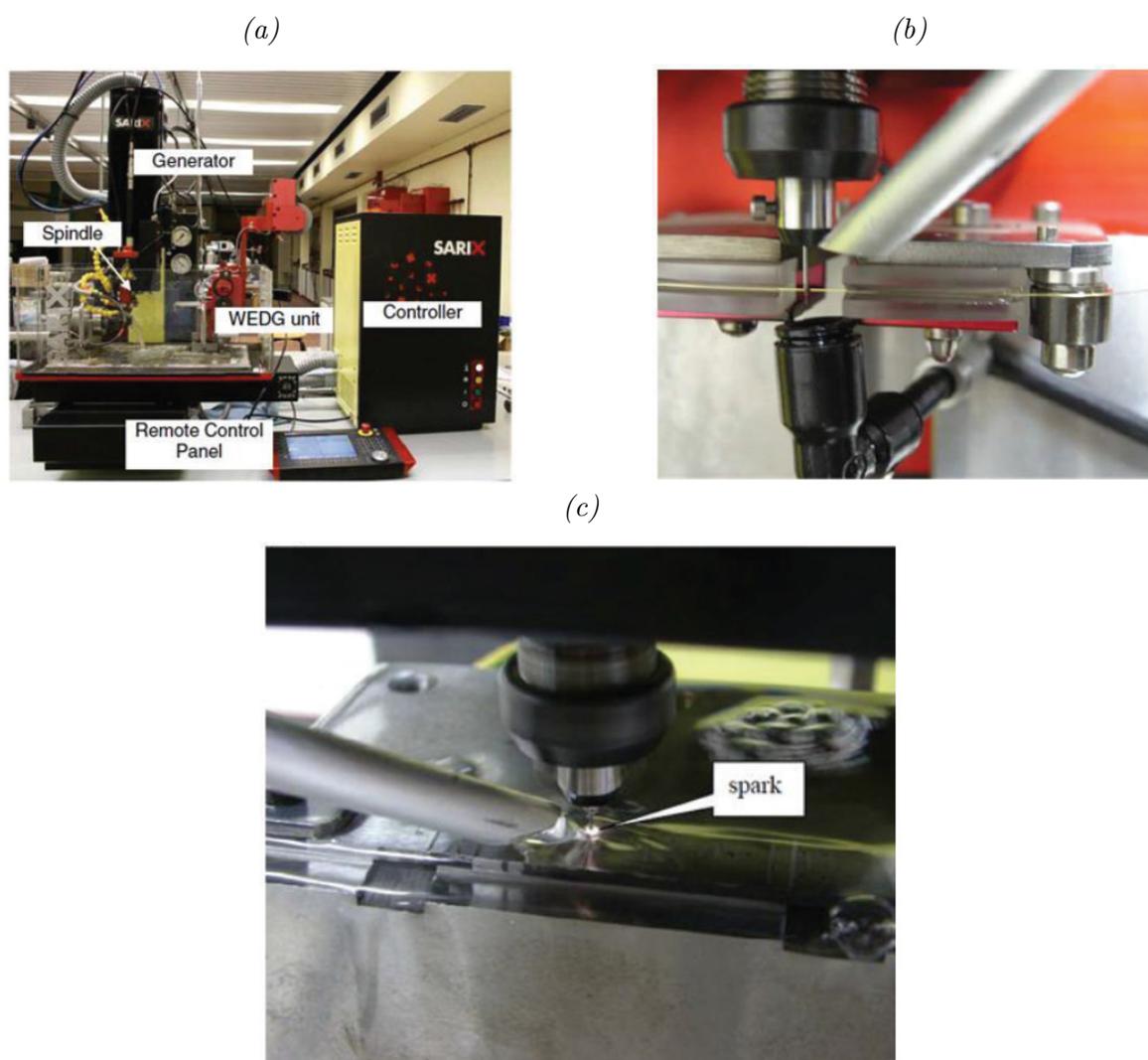


FIGURE 4.18 – Machine de fraiseage par μ EDM SX-100 : (a) vue d'ensemble [98]; (b) poste de fabrication des outils par WEDG [97]; (c) poste de fraiseage par μ EDM [97]

La machine SX-100 intègre un générateur de décharges de type RC. Trois variantes du générateur existent sur la machine : le SX-MPS (Micro Pulse Shape Generator), le SX-MFPS (Micro Fine Pulse Shape Generator) et le SX-UFPS (Ultra Fine Pulse Shape Generator)[98]. Ces générateurs sont utilisés selon le diamètre de l'électrode-outil (tableau 4.4).

Peu d'informations existent sur les caractéristiques de ces générateurs, le générateur SX-MPS est capable de générer un courant avec des impulsions de 50 ns à 2 μ s et une valeur crête qui peut atteindre 50 A et une tension d'usinage qui varie entre 50V et 250 V. Cependant, le générateur SX-MFPS est utilisé en WEDG afin de fabriquer des outils de diamètre allant jusqu'à 5 μ m. Concernant le générateur SX-UFPS, la durée d'impulsion est de 10 ns [97].

Générateur	Électrode	Profondeur	Type mouvement de l'électrode
SX-MPS Micro Pulse Shape Generator	80-60 μm	10-15 * Φ	Électrode rigide avec rotation à avance et compensation SX-A344
SX-MFPS Micro Fine Pulse Shape Generator	45-25 μm	8-10 * Φ	Électrode rigide avec rotation à avance et compensation SX-A344
SX-UFPS Ultra Fine Pulse Shape Generator	12-5 μm	8-10 * Φ	Unité d'affûtage automatique d'électrode SX-Wdress et SX-Arianne

TABLE 4.4 – Dimensions et procédés d'usinage avec les générateurs SX-MPS, SX-MFPS et SX-UFPS [98]

Le tableau 4.5 résume les performances, communiquées par le fabricant, des structures fabriquées par la machine SX-100 [98].

Structure	Performances
SX-MPS Micro-trous	<ul style="list-style-type: none"> — $\Phi_{Outil} = 80$ à $130 \mu\text{m}$ — Facteur de forme de l'outil : 150
Micro-cavités	<ul style="list-style-type: none"> — Rayon minimum entre les parois : $10\mu\text{m}$ — Rayon au fond de la structure : $3 \mu\text{m}$ — Précision des parois en finition : $\pm 1,5\mu\text{m}$ — Qualité de surface en ébauche (Ra) : $1,5\mu\text{m}$ — Qualité de surface en finition (Ra) : 80nm
Surfaces planes	<ul style="list-style-type: none"> — Qualité de surface (Ra) inférieure à $2\mu\text{m}$
Piliers et parois structurelles	<ul style="list-style-type: none"> — Structure la plus petite réalisable : $10\mu\text{m}$ — Angles vifs
Paroi haute	<ul style="list-style-type: none"> — Largeur minimum des canaux : $12\mu\text{m}$ — Précision des parois (finition) : $\pm 1,5\mu\text{m}$ — Qualité de surface (ébauche) : $1,5\mu\text{m}$ — Qualité de surface (finition) : 80nm — Angles vifs

TABLE 4.5 – Performances des structures fabriquées par SX-100 [98]

Dans le cadre de la recherche et du développement, quelques équipes ont utilisé la machine SX-100 pour caractériser le procédé ou pour fabriquer des pièces. L'équipe de Liu [96] a pu fabriquer un micro-compresseur cylindrique en acier inoxydable de 1 mm de diamètre. Le trou central, de diamètre de 0,3 mm, a été percé par un micro-outil en carbure de tungstène. Les pales du micro-compresseur ont été fabriquées en utilisant le fraisage par μEDM par couche de $0,5 \mu\text{m}$ et un outil de diamètre de $40 \mu\text{m}$ usiné par WEDG.

L'équipe de Jurishka [99] s'est intéressée à la combinaison du fraisage mécanique et de la μEDM et elle a montré son intérêt dans la fabrication des moules d'injection. L'application de ces moules se représente dans l'injection d'un dispositif microfluidique en polymère COC pour l'analyse du sang. L'intérêt derrière le choix de ces deux procédés (procédés mécaniques et μEDM) est de réduire le temps total d'usinage.

Lors de la réalisation du moule, le fraisage mécanique est utilisé pour la phase d'ébauche qui dure au total 3 heures, avec une électrode-outil de diamètre de 2 mm puis avec un outil de 0,5 mm. La fabrication des micro-structures et l'amélioration de l'état de surface sont ensuite effectuées par fraisage par μ EDM à l'aide d'une machine Sarix SX-100 avec un outil de diamètre de 340 μ m puis avec un outil de diamètre de 45 μ m. La durée de cette étape est de 17 heures. Des structures (nervures) de 18 μ m avec un facteur de forme de 5,5 et un état de surface Ra de 69 nm sont obtenues (tableau 4.6). L'angle de dépouille de ces structures est de 0,8°.

Le tableau 4.6 résume les caractéristiques de l'outil utilisé et la pièce injectée. Il est rapporté que 8000 injections ont été réalisées avec un temps de cycle de 35 secondes, ce qui montre l'intérêt de la technologie développée dans la production de masse de dispositifs microfluidiques [99].

	Électrode-outil	Pièce injectée
Macro structure usinée par fraisage mécanique		
Hauteur (μ m)	0,781	0,788
Inclinaison (°)	5	5
État de surface Ra (nm)	70	76
Hauteur (μ m)	0,781	0,788
Macro structure usinée par fraisage par μEDM		
Largeur minimum (μ m)	18	17,7
Hauteur (μ m)	99,2	97,7
Facteur de forme	5,5	5,5
Inclinaison (°)	0,8	0,8
État de surface Ra (nm)	69	76

TABLE 4.6 – Caractéristiques de l'électrode-outil et la pièce injectée en polymère COC [99]

4.4.2 Panasonic Matsushita MG-ED72W

La figure 4.19 présente les différents éléments de la machine MG-ED72W brevetée par Masaki et al [100]. Elle est composée d'une table motorisée XY avec un axe vertical Z. La machine est constituée d'un poste de fabrication de micro-outils et d'un poste d'usinage par μ EDM. Le micro-outil est fabriqué par WEDG suivant le principe développé par Masuzawa et al [100] à partir d'un fil en tungstène de diamètre de 150 μ m. Le diamètre minimum de l'outil est de 5 μ m.

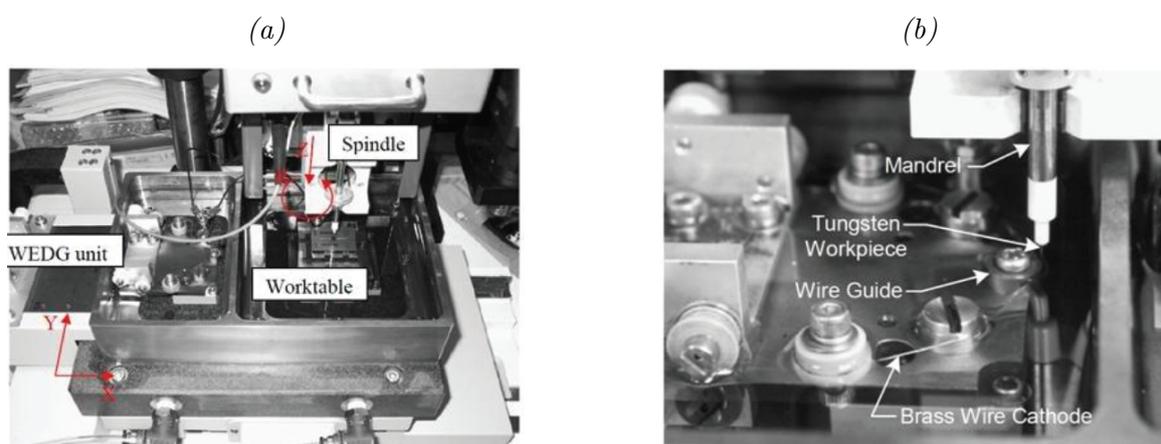


FIGURE 4.19 – Machine MG-ED72W : (a) vue générale ; (b) poste de fabrication du micro-outil par WEDG [101]

La figure 4.20 montre les différentes étapes suivies lors de l'utilisation de la machine MG-ED72W. Dans un premier temps, le micro-outil est fabriqué par WEDG (figure 4.20 (a)). Cette étape consiste à créer des décharges, à l'aide d'un générateur RC, entre le micro-outil en tungstène (anode) et un fil de cuivre de diamètre de $100\ \mu\text{m}$ (cathode). L'outil est mis en rotation avec une vitesse de 3000 tours/minute et il est contrôlé par l'axe Z (figure 4.20 (b); (c)). L'outil obtenu a un diamètre de $96\ \mu\text{m}$ (figure 4.21) et il a été usiné en trois étapes en baissant progressivement la tension d'usinage (110V à 80V) et une capacité de travail (3300 pF à 110 pF). Le choix de la tension d'usinage et de la capacité de travail semblent donc être cruciaux.

Dans un second temps, l'outil fabriqué est utilisé pour usiner la pièce par μEDM . L'entrefer entre les deux électrodes est de $1\ \mu\text{m}$ à $4\ \mu\text{m}$ avec une polarité inversée (figure 4.20 (d)). La machine permet de détecter les courts-circuits et gère le retrait du micro-outil. Les courts-circuits sont fréquemment rencontrés lorsque l'avancement de l'axe Z est trop rapide et lorsque le choix des paramètres d'usinage n'est pas adapté (les résistances R1 et R2 -figure 4.20-, la capacité de travail C, la tension d'usinage V, le débit du diélectrique et le matériau de l'outil et la pièce) [102].

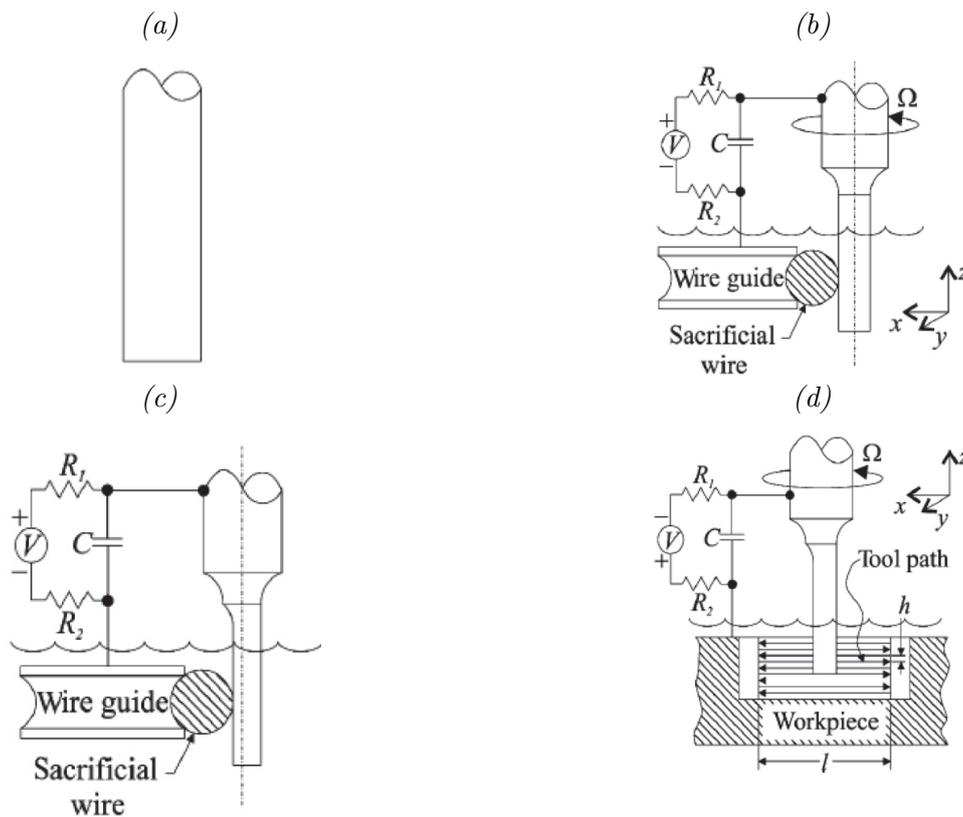


FIGURE 4.20 – Étapes d'usinage en utilisant la machine MG-ED72W (a) micro-outil avant usinage ; (b) fabrication d'un micro-outil cylindrique et de faible diamètre en utilisant WEDG ; (c) fabrication des arêtes de coupe et des cannelures avec WEDG ; (d) usinage de la pièce par μ EDM ou micro-découpe ou micro-broyage [102]

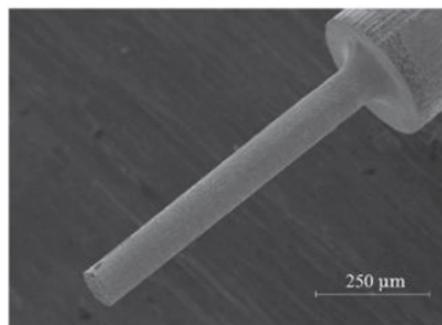


FIGURE 4.21 – Fabrication d'un micro-outil de diamètre de $96 \mu\text{m}$ par WEDG (vue MEB) [102]

4.4.3 Smaltec EM203

La machine Smaltec EM203 est issue de la technologie Panasonic [103]. Cette machine permet de percer des trous de diamètre allant jusqu'à $3 \mu\text{m}$. Aussi, elle permet d'avoir un état de surface de rugosité maximale de 40 nm .

La figure 4.22 illustre une électrode-outil en tungstène de diamètre de $300 \mu\text{m}$ fabriquée en trois étapes avec le poste WEDG de la machine EM203. Le diamètre initial de l'outil est de $300 \mu\text{m}$ et le diamètre final au niveau de la pointe est de $25 \mu\text{m}$.

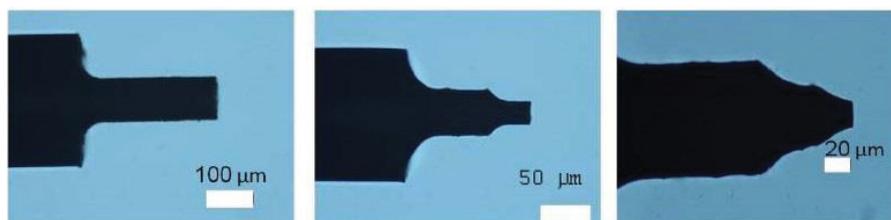


FIGURE 4.22 – Amincissement d'une électrode-outil de 300 μm à 25 μm de diamètre par WEDG [103]

4.4.4 Mikrotool DT-100

La machine Mikrotool DT-100 est une machine hybride. Elle combine plusieurs procédés d'usinage par μEDM : par enfoncement, fraisage et à fil ainsi que l'usinage par micro-outil coupant : microtournage, microfraisage et microperçage (figure 4.23). L'intérêt de l'intégration de plusieurs procédés sur la même machine est de combiner leurs avantages. Une ébauche rapide par fraisage mécanique et un usinage à résolution élevée par μEDM [104].

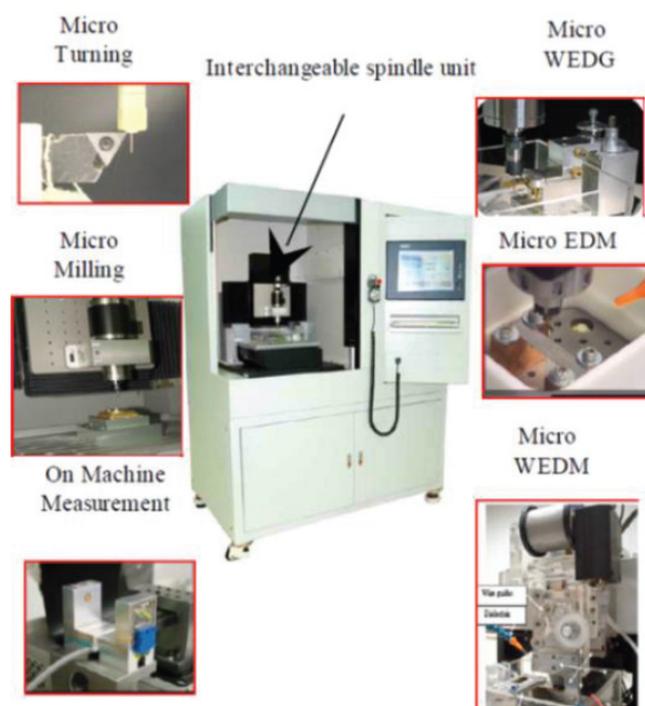


FIGURE 4.23 – Machine d'usinage hybride DT-100 [104]

La figure 4.24 montre quelques exemples d'usinage en utilisant la machine DT-100. Les outils utilisés ont été fabriqués par MBEDG (Moving Block Electro-discharge Grinding), le générateur est de type RC et le diélectrique est de l'huile minérale EDM 3 de Total. La figure 4.24 (a) illustre une tentative d'usinage avec une résolution de $1\mu\text{m}$ et elle montre que la résolution, limite, est de $5\mu\text{m}$ (facteur de forme de 1). La figure 4.24 (b) montre un exemple de trous débouchants de diamètre de $6,5\mu\text{m}$ à $12\mu\text{m}$ dans une plaque d'épaisseur de $50\mu\text{m}$ sur une pièce en acier inoxydable. Des canaux de largeur de $10\mu\text{m}$ sur une plaque d'épaisseur de $50\mu\text{m}$ ont été fabriqués (figure 4.24 (c)) ; la largeur des parois est de $2,5\mu\text{m}$. La figure 4.24 (d) illustre des micro-pyramides 3D de $25 \times 25 \times 35\mu\text{m}$ avec des couches de $7\mu\text{m}$ [104].

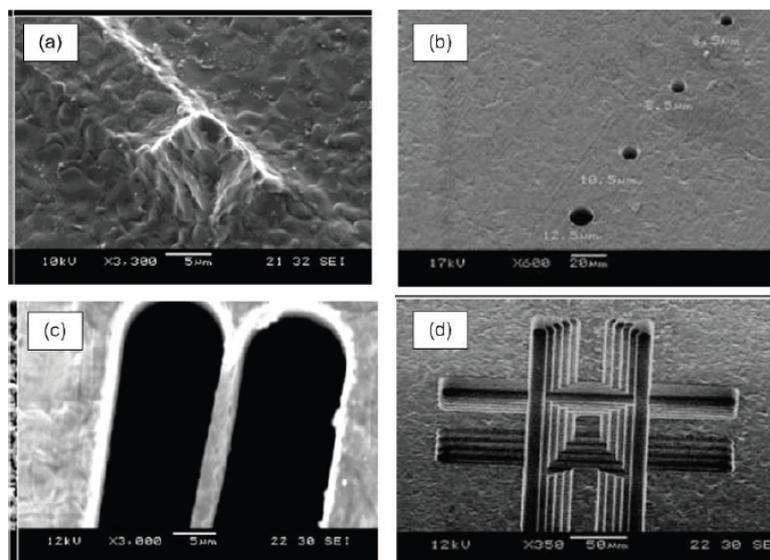


FIGURE 4.24 – Usinage par μ EDM en utilisant DT-100 [104]

4.5 Types de générateurs utilisés en EDM et μ EDM

En EDM, plusieurs types de générateurs sont utilisés. Le premier générateur utilisé est le générateur à relaxation RC. Il se base sur la charge et la décharge d'une capacité de travail (figure 4.25 (a)). Le deuxième type de générateur utilisé est à base de transistor (figure 4.25 (b)). Il permet de générer des pulsations rectangulaires à durée variable. Ce qui permet de contrôler l'énergie des décharges. Une version améliorée du générateur à transistor est le générateur iso-énergétique qui permet de générer des décharges d'énergie identique (figure 4.25 (c)). L'intérêt de ce générateur amélioré est de mieux contrôler les décharges et notamment de limiter l'usure de l'outil.

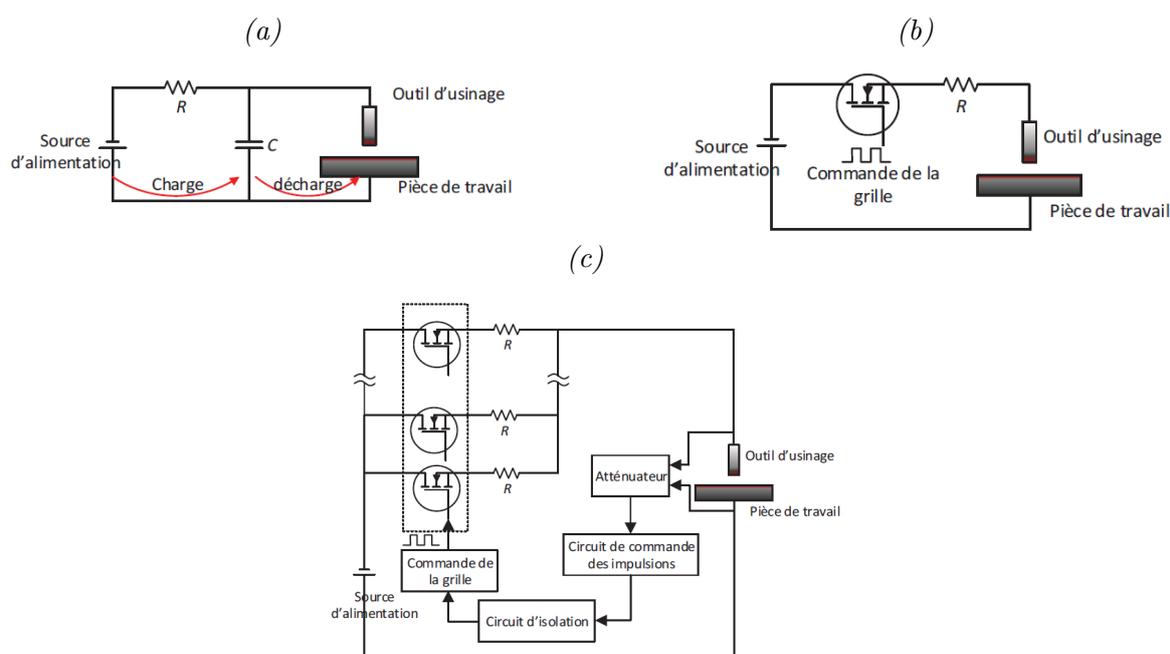


FIGURE 4.25 – Générateurs utilisés en usinage par EDM : (a) générateur à relaxation RC (b) générateur d'impulsions par transistor (c) générateur d'impulsions iso-énergétique [78][96][105][106][107]

4.5.1 Le générateur RC

Lors d'un usinage avec un générateur RC, quand l'outil est suffisamment proche de la pièce (entrefer de claquage), que le diélectrique est suffisamment isolant et que la charge de la capacité atteint le seuil d'amorçage, l'énergie stockée dans la capacité se transfère à l'entrefer et produit une ou plusieurs décharges (que nous appellerons salve par la suite). La figure 4.26 (a) illustre la phase de charge de la capacité qui est alimentée, en permanence, par une tension continue via une résistance de charge R. La figure 4.26 (b) montre la phase de la décharge qui se produit entre les deux électrodes.

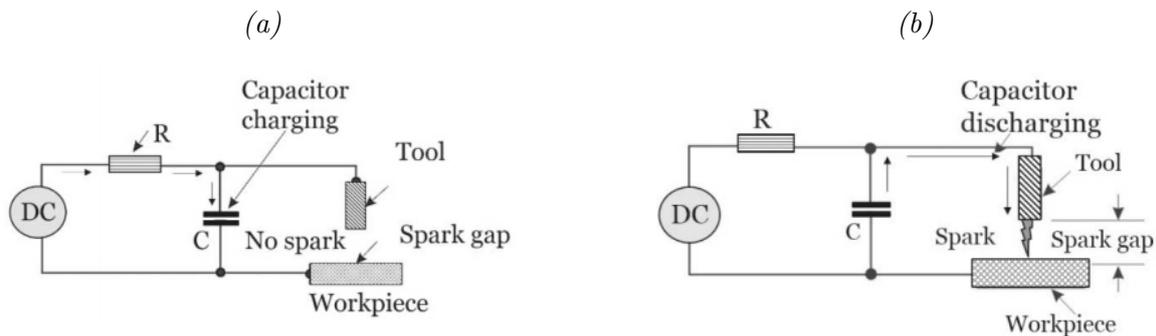


FIGURE 4.26 – Description du générateur de relaxation RC [25] : (a) phase de charge ; (b) phase de décharge

4.5.2 Le générateur à transistors

Ce générateur se base sur l'utilisation d'un transistor permettant de commander le temps d'activation T_{ON} et le temps de repos T_{OFF} (figure 4.27). Les décharges ont lieu lors de la phase T_{ON} . La régulation de l'énergie des décharges pourrait s'effectuer en faisant varier la durée T_{ON} . Le temps de repos T_{OFF} sert au renouvellement du diélectrique ou de coupure du courant en cas de contact outil-pièce (court-circuit) [78][108].

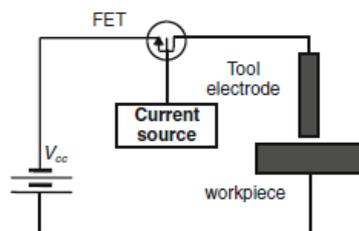


FIGURE 4.27 – Générateur d'impulsions par transistor [96][105]

Générateur hybride

L'équipe de Cheong [109] a développé un générateur hybride composé d'un générateur RC et d'un transistor (figure 4.28). L'intérêt de ce type de générateur est d'empêcher l'inversion de la polarité au niveau du courant, qui entraîne l'usure de l'outil. Ce phénomène est largement observé lors de l'utilisation du générateur RC, qui pose un problème au niveau des performances d'usinage, notamment par rapport à l'usure de l'outil qui devient très important lors de l'inversion.

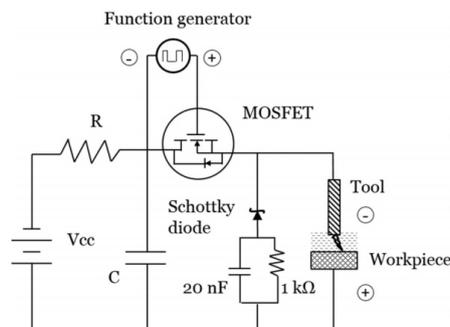


FIGURE 4.28 – Générateur RC avec le contrôle d'un MOSFET [109]

4.5.3 Bilan

Le générateur RC est le premier générateur à avoir été utilisé en EDM. Son faible coût et sa simplicité de mise en œuvre lui ont permis de garder sa place dans le domaine. Aussi, il est avantageux de l'utiliser lorsque les décharges souhaitées sont de faibles durées (quelques nanosecondes) en choisissant une faible capacité. Toutefois, ce générateur pose des problèmes au niveau de l'instabilité des décharges créées. Dans les mêmes conditions expérimentales, la forme et l'énergie des décharges peuvent varier. Par conséquent, la quantité de matière arrachée n'est pas identique pour chaque décharge. De plus, la problématique souvent rencontrée est l'inversion de polarité qui engendre l'usure de l'outil.

L'amélioration du procédé EDM a donné naissance au générateur à transistor qui se base essentiellement sur l'utilisation de transistor de puissance fonctionnant en interrupteur et permettant de contrôler le passage du courant. Aussi, il permet de maîtriser l'énergie des décharges, la durée de chaque décharge et le temps de repos entre deux décharges successives. Le tableau 4.7 résume les avantages et les inconvénients des deux types de générateurs.

Générateur	Avantages	Inconvénients
RC	<ul style="list-style-type: none"> — Énergie des décharges dépend de la capacité utilisée — Faible coût — Simple à mettre en œuvre 	<ul style="list-style-type: none"> — Fréquence basse des décharges à cause du temps de la charge de la capacité — Faible taux d'enlèvement de matière — Décharges aléatoires
A base de transistor	<ul style="list-style-type: none"> — Pulse rectangulaire — Contrôle précis de la durée des décharges — Fréquence élevée des décharges — Taux élevé d'enlèvement de la matière — Contrôle de la durée et du courant des décharges 	<ul style="list-style-type: none"> — Difficulté à garder des impulsions uniformes à cause du retard de transmission

TABLE 4.7 – Avantages et inconvénients des générateurs utilisés en EDM

4.6 Étude des paramètres d'usinage par μ EDM

4.6.1 Paramètres physiques

4.6.1.1 Diélectrique

Le diélectrique est un paramètre qui influe la qualité d'usinage. La nature du diélectrique utilisé lors de l'usinage par EDM a été un sujet d'étude de plusieurs équipes de recherche. Le choix du diélectrique est guidé par ses propriétés isolantes et sa composition permettant de limiter les réactions électrochimiques aux interfaces. Sa rigidité diélectrique doit permettre la création de décharges avec des tensions raisonnables. Il doit aussi permettre l'évacuation des débris créés pendant l'usinage. Pour cela, il doit avoir une faible viscosité afin de permettre un écoulement rapide entre les deux électrodes, notamment en μ EDM où l'entrefer est de quelques dizaines de micromètres [25].

Les décharges produites pendant l'usinage chauffent le milieu, entre les deux électrodes, ce qui entraîne l'effondrement de la matière. Les débris produits qui n'ont pas été évacués par le diélectrique, se refroidissent et se collent en surface de la pièce, ce qui engendre l'obtention d'une surface rugueuse [110]. D'où l'importance du choix d'un liquide qui permet d'évacuer toutes les particules érodées. Le diélectrique a donc quatre fonctions principales : isolation, milieu ionisant, refroidissement du milieu et évacuation des débris [110].

En usinage par EDM, les diélectriques les plus utilisés sont l'eau-déionisée et les hydrocarbures, notamment le kérosène [110][59].

4.6.1.1.1 Avantages et inconvénients de l'eau-déionisée et du kérosène

Le diélectrique étant le milieu dans lequel se produisent les décharges [110], il a un fort impact sur les performances d'usinage : l'usure du micro-outil et la vitesse d'usinage [16]. L'usinage dans l'air n'est pas recommandé, car il engendre une grande dispersion des décharges sur la surface de la pièce par rapport au cas de l'utilisation d'un liquide [110].

L'équipe de Kwan a étudié l'effet de ces deux diélectriques sur l'état de surface de la pièce. Le kérosène, est une huile hydrocarbure à viscosité élevée par rapport à l'eau-déionisée. D'après les résultats expérimentaux de l'équipe [111], l'utilisation du kérosène entraîne l'obtention d'une pièce à surface rugueuse, car le carbone qu'il contient se refroidit et se colle sur la pièce. Comme le kérosène est un fluide visqueux, l'enlèvement de tout le carbone, produit avant son refroidissement, représente un vrai défi [111]. La figure 4.29 illustre l'état de surface de la pièce obtenue lors de l'utilisation de l'eau-déionisée et du kérosène. Dans le cas de l'eau-déionisée (figure 4.29 (a)), la pièce est quasiment lisse, sa rugosité est due aux réactions électrochimiques. Cependant, la pièce est rugueuse lors de l'utilisation du kérosène, des dépôts de carbone recouvrent la surface de la pièce (figure 4.29 (b)).

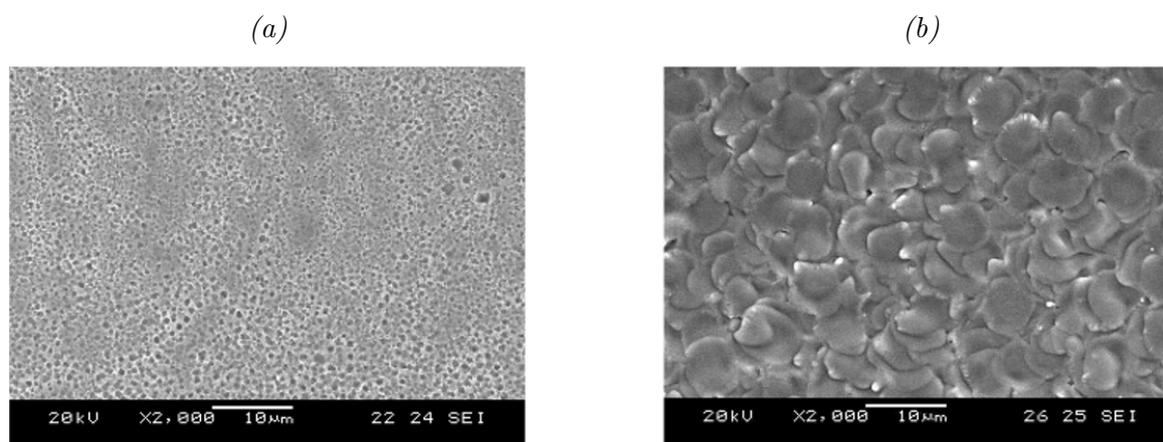


FIGURE 4.29 – État de surface de la pièce après usinage : (a) eau-déionisée (40V, 400 pF, 1KΩ, 2.5 MΩ cm) (b) kérosène (100V, 400 pF, 1KΩ) [111]

D'après [111][110], l'eau-déionisée permet d'obtenir des cratères plus profonds que le kérosène, car l'usure de l'outil est moins importante ce qui entraîne la dissipation de l'énergie des décharges lors de la formation des cratères. La faible usure de l'outil, lors de l'utilisation de l'eau-déionisée, est due à son pouvoir isolant et sa faible viscosité. La figure 4.30 montre l'allure, hémisphérique, des cratères dans les deux cas. Le cratère obtenu, pendant l'utilisation de l'eau-déionisée, a un diamètre de 319 μm et une profondeur de 155 μm. Tandis que dans le cas du kérosène, le diamètre et la profondeur du cratère sont de 305 μm et 68 μm respectivement.

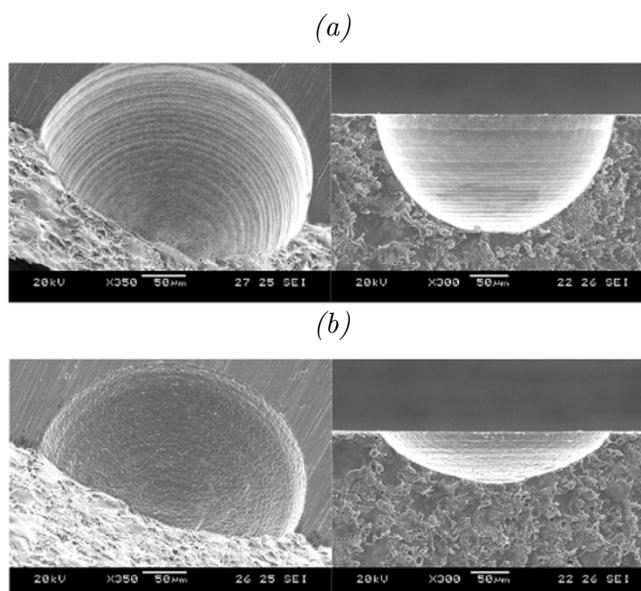


FIGURE 4.30 – Cratère obtenu après usinage de la pièce : (a) eau-déionisée (40V) (b) kérosène (100V [110])

Lors de l'utilisation de l'eau-déionisée, le temps laissé au diélectrique après usinage influe l'état de surface de la pièce. Ce point a été constaté par l'équipe de Chung [111]. Dans leur étude, ils ont comparé l'état de surface de la pièce juste après usinage avec celle laissée 10 secondes dans l'eau-déionisée (figure 4.31). Le résultat obtenu montre que la pièce où l'eau-déionisée est restée sur sa surface d'une durée de 10 s a une qualité de surface lisse par rapport à celle obtenue juste après usinage. Cela est dû aux réactions électrochimiques (électrolyse de l'eau) produites entre la pièce et le diélectrique [111], ce qui correspond à un polissage électrochimique.



FIGURE 4.31 – État de surface de la pièce après usinage dans le cas d'utilisation de l'eau-déionisée (40V, 5000 pF, 2.5 MΩ cm), profondeur des trous : 30 µm : (a) après usinage (b) 10s après usinage [111]

L'équipe de Kunieda [112] a étudié la durée de rinçage de la pièce après usinage en utilisant l'eau-déionisée et une huile hydrocarbure. La durée de rinçage correspond au temps nécessaire pour enlever les débris collés sur la pièce après usinage. L'équipe a constaté que le temps nécessaire au rinçage est de l'ordre de 1 ms dans le cas de l'eau-déionisée, comme illustré sur la figure 4.32. Et, il est plus long (de l'ordre de 5 ms) dans le cas de l'huile. La courte durée de rinçage lors de l'utilisation de l'eau-déionisée est due à sa faible viscosité et son temps rapide de refroidissement après usinage.

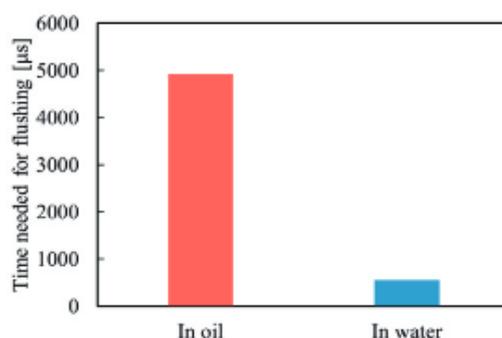


FIGURE 4.32 – Temps nécessaire lors du rinçage avec les deux diélectriques : huile EDM, eau-déionisée [112]

D'après les études citées dans cette partie, les huiles hydrocarbures et l'eau-déionisée sont les diélectriques les plus répandus dans le domaine de l'EDM. L'eau-déionisée permet d'avoir une pièce moins rugueuse avec un temps de refroidissement court et une vitesse d'usinage élevée. Cependant l'eau-déionisée perd sa résistivité avec le temps. Le tableau 4.8 résume les avantages et les inconvénients des huiles hydrocarbures et de l'eau-déionisée.

	Huiles hydrocarbures	Eau-déionisée
Avantages	<ul style="list-style-type: none"> — Il garde ses propriétés physiques lors de l'usinage 	<ul style="list-style-type: none"> — Temps de rinçage court — Taux d'enlèvement de matière élevé — État de surface moins rugueux
Inconvénients	<ul style="list-style-type: none"> — Décharges instables — État de surface rugueux — Dans le cas du kérosène, le milieu devient toxique à cause du CO et CH_4 libérée pendant l'usinage 	<ul style="list-style-type: none"> — Perte de la résistivité

TABLE 4.8 – Avantages et inconvénients des huiles hydrocarbures et l'eau-déionisée [25]

4.6.1.1.2 Résistivité de l'eau-déionisée utilisée lors de l'usinage

La propriété physique principale qui entre en jeu lors de l'utilisation de l'eau-déionisée est sa résistivité. Cette dernière se dégrade rapidement en fonction du temps (quelques minutes) à cause de l'adsorption de CO_2 qui se trouve dans l'air [111]. C'est pour cela que le renouvellement de l'eau-déionisée est primordial afin d'assurer un bon usinage.

L'équipe de Kwan a étudié l'effet de la résistivité sur le gap latéral et l'usure de l'outil. Ils ont constaté que l'eau-déionisée de faible résistivité 0,01 M Ω .cm entraîne l'obtention d'un gap latéral de 50 μ m. Cependant, une résistivité élevée 12 M Ω conduit à la réduction du gap latéral et à l'augmentation de l'usure de l'outil. Une faible résistivité rend le diélectrique moins isolant ce qui entraîne la dispersion des décharges sur la pièce et l'obtention d'un gap latéral plus grand. Tandis qu'elle permet d'éviter l'usure de l'outil, car les décharges produites ont une faible énergie et c'est que les réactions électrochimiques qui entrent en jeu lors de l'usinage (dans ce cas, ce n'est plus de l'EDM). Par conséquent, l'eau-déionisée de résistivité élevée permet de réduire le gap latéral lors de l'usinage (figure 4.33).

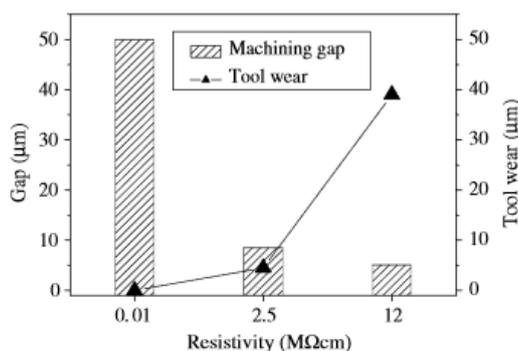


FIGURE 4.33 – Influence de la résistivité de l'eau-déionisée sur le gap latéral et l'usure du micro-outil)

4.6.1.1.3 Autres diélectriques

Quelques équipes ont étudié l'efficacité d'autres types de diélectriques afin d'améliorer la qualité d'usinage. Afin d'augmenter la stabilité du procédé (décharges stables), les diélectriques qui ont été étudiés sont le jet de plasma d'azote assisté par l'oxygène (NPJ), l'air comprimé (CA) et le jet plasma d'un mélange d'azote et d'oxygène (NPJ+ O_2) [113]. D'autres équipes ont ajouté des poudres au diélectrique afin d'obtenir un état de surface lisse. Parmi les poudres qui ont été étudiées, nous retrouvons le carbure de silicium SiC [114][115] qui a permis d'obtenir des cratères avec une profondeur constante et une distribution uniforme des décharges. Cependant, l'ajout de cette poudre a entraîné l'augmentation de la largeur de fente et de l'usure de l'outil. La deuxième poudre étudiée est la poudre du cuivre Cu [116] qui a permis de fabriquer des cratères avec une circularité élevée. D'autres poudres ont été aussi étudiées, telles que : la poudre de l'aluminium Al[117], la poudre du graphite [117] et la poudre de garnit [118].

4.6.1.2 Entrefer

Deux types d'entrefers existent dans l'usinage : l'entrefer frontal et l'entrefer latéral (figure 4.34). Ils sont inhérents à l'usinage. L'entrefer frontal dépend de la tension d'usinage et du diélectrique utilisé (type, qualité, propriétés électriques). L'entrefer latéral représente un grand défi, car il détermine la résolution d'usinage. C'est pour cette raison que l'étude des paramètres physiques est primordiale afin de choisir les paramètres optimaux permettant de le réduire.

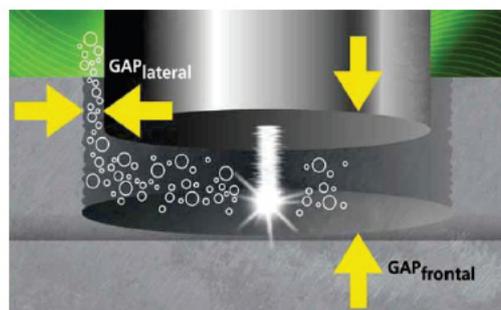


FIGURE 4.34 – Types d'entrefer

4.6.2 Paramètres géométriques

4.6.2.1 Forme de l'outil

La forme de l'outil est un paramètre important qui influe la qualité d'usinage. L'utilisation d'un outil cylindrique avec une grande longueur est un critère à prendre en considération lors du fraisage ou du perçage. La déformation de la forme cylindrique à cause de l'usure ou du dépôt de matière sur la surface de l'outil, lors de l'usinage, impacte la forme des cratères obtenus, leur état de surface et leur résolution. De ce fait, le nettoyage de l'outil après usinage permet de réduire la déformation de l'outil et d'assurer un bon usinage.

4.6.3 Paramètres électriques

4.6.3.1 Tension appliquée, capacité de travail (générateur RC)

L'équipe de Jahan a étudié l'effet de la tension appliquée et de la capacité de travail sur le taux d'enlèvement de matière et le taux d'usure de l'outil. Pour plusieurs valeurs de capacité ($c=100$ pF ; $c=470$ pF ; $c=4700$ pF), ils ont fait varier la tension appliquée de 60V à 140V. Le gap entre les deux électrodes est fixé à $10 \mu\text{m}$ dans ces expériences. Lors de leurs essais, ils ont constaté que l'augmentation de la tension entraîne l'augmentation de la vitesse d'usinage. Cela a été justifié par la corrélation directe entre la tension et l'énergie des décharges. De ce fait, l'augmentation de la tension appliquée entraîne l'obtention d'une énergie de décharges élevée. Par conséquent, une grande quantité de matière est arrachée au niveau de la pièce et l'entrefer entre les deux électrodes est grand ce qui facilite l'évacuation des débris lors du rinçage et assure la rapidité d'usinage (figure 4.35).

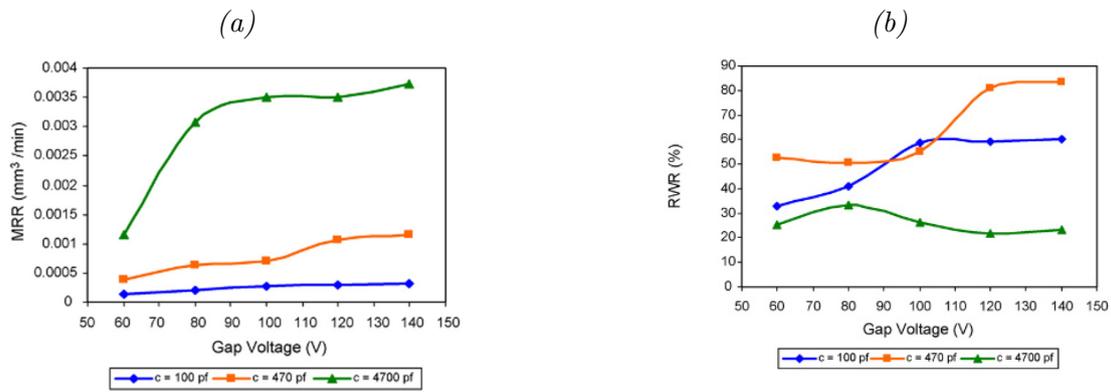


FIGURE 4.35 – Effet de la tension appliquée sur les performances d'usinage : MRR (Material Removal Rate); RWR (Relative Wear Ratio) [119]

L'équipe a aussi étudié l'effet de la capacité sur le taux d'enlèvement de la matière et le taux d'usure de l'outil pour un gap de 10 μ m. Ils ont observé que le taux d'usinage augmente au fur et à mesure que la capacité utilisée est grande, car la durée des décharges devient longue et donc l'énergie des décharges va être plus importante. Cependant, l'augmentation de la capacité entraîne l'augmentation du taux d'usure de l'outil (figure 4.36).

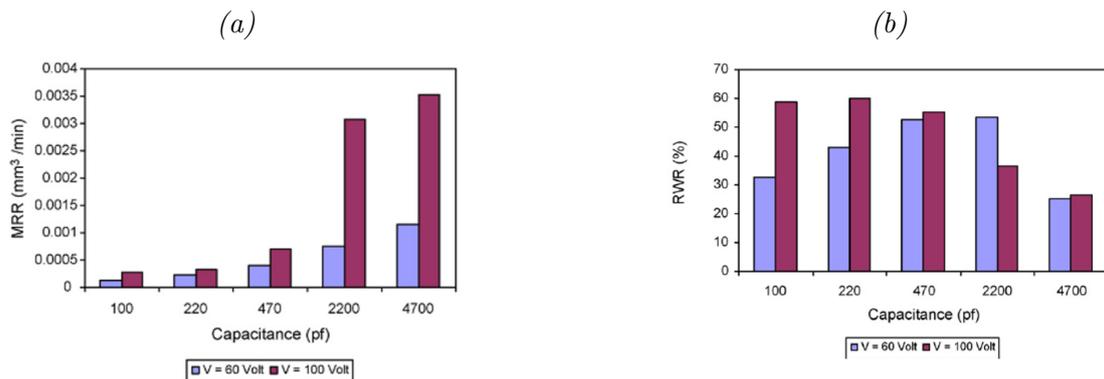


FIGURE 4.36 – Effet de la capacité de travail sur les performances d'usinage [119]

4.6.3.2 Polarité

La répartition de l'énergie des décharges dépend de la polarité des deux électrodes micro-outil/pièce. En EDM, la polarité négative de la pièce est utilisée, car la durée des décharges est longue (de l'ordre de 100 μ s ou plus) ce qui augmente le taux d'enlèvement de la matière et diminue l'usure de l'outil. Cependant, dans le cas de la μ EDM, la polarité positive de la pièce est utilisée dans le but de réduire l'usure de l'outil.

La composition du plasma entre en jeu pour justifier ce choix de polarité. Le plasma est le quatrième état de la matière où les électrons (de charge négative, masse faible, mobilité élevée) et les particules ionisées (charge positive ou négative, masse 1000x plus grande, mobilité faible) se mélangent à température élevée. Le bombardement, en nombre et à forte énergie de ces espèces, sur le matériau entraîne l'enlèvement de la matière [21].

En μ EDM où la durée des décharges est très courte (quelques μ s), les électrons qui ont une mobilité élevée bombardent l'électrode positive (la pièce). Les particules positives ont un rôle moindre, car elles sont beaucoup moins mobiles (figure 4.37). Cependant, en EDM où la durée des décharges est plus longue, les particules positives ont un temps suffisant pour atteindre l'électrode négative (la pièce) et l'usiner. Par conséquent, le taux d'enlèvement de la matière est élevé [21].

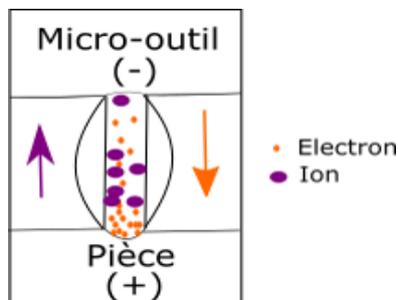


FIGURE 4.37 – Polarité des électrodes

4.6.3.2.1 Solutions à l'inversion de polarité

Le passage du courant dans le sens inverse entraîne l'usinage de l'outil, car il va être bombardé par les électrons. De ce fait, le taux d'usure de l'outil sera élevé ce qui n'est pas avantageux en μ EDM. Pour remédier ce problème, plusieurs équipes ont étudié le phénomène et ils ont proposé deux solutions : La première s'appuie sur l'utilisation d'un générateur hybride en ajoutant un transistor MOSFET au circuit (figure 4.38). Et, la deuxième solution consiste à ajouter une diode au circuit afin de bloquer le passage du courant dans le sens inverse.

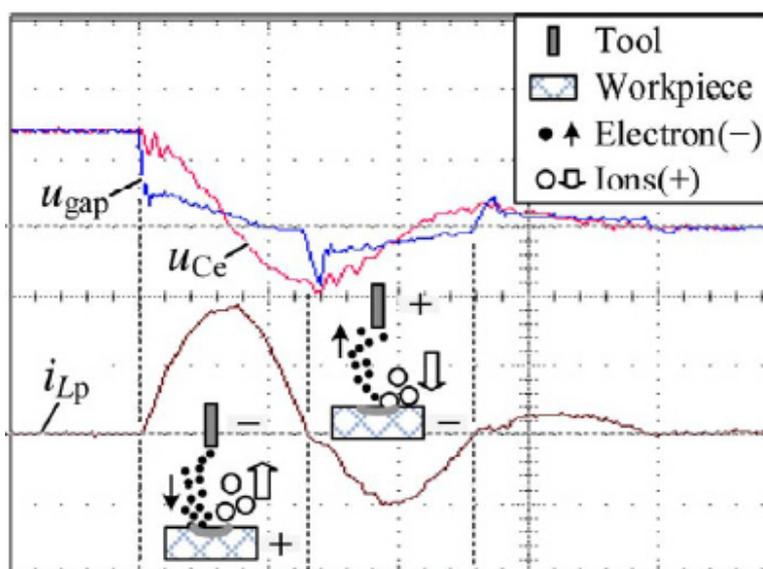


FIGURE 4.38 – Inversion de polarité lors de l'usinage [120]

L'équipe de Cheong [121] a étudié l'efficacité du générateur hybride sur le taux d'usure de l'outil. Ils ont constaté que le taux est réduit de 40% après l'utilisation du générateur hybride où il n'y avait plus d'inversion de polarité au niveau du courant. La figure 4.39 (a) décrit le signal du courant en utilisant seulement un générateur RC où l'inversion de polarité est souvent rencontrée. Et, l'amélioration obtenue, disparition de l'inversion de polarité, après l'utilisation d'un générateur hybride (figure 4.39 (b)).

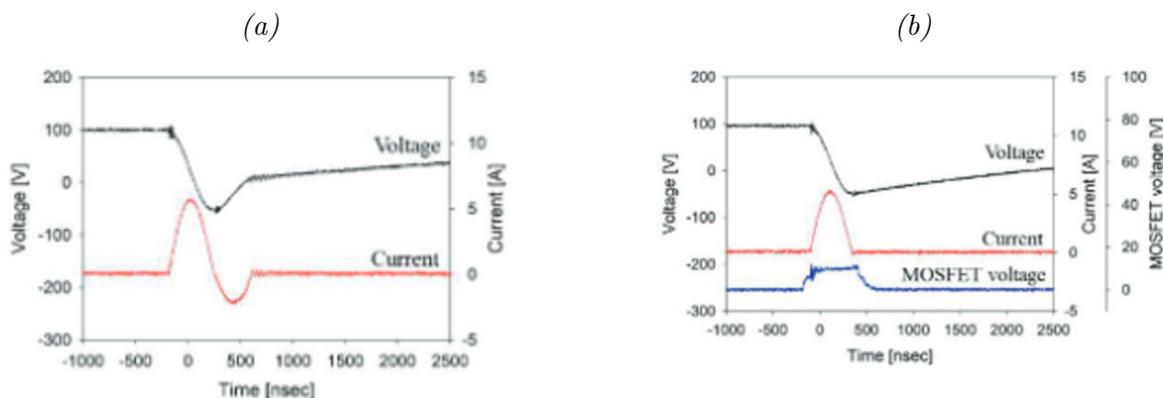


FIGURE 4.39 – Allure de courant dans le cas d'un générateur RC (a) : sans MOSFET (b) : avec MOSFET [121]

D'un autre côté, l'équipe de Yang [122] a proposé d'ajouter une diode au circuit RC comme illustré sur la figure 4.40. Le signal de courant avant et après l'ajout de la diode (figure 4.41) prouve bien son utilité et son efficacité, ceci a permis de réduire le taux d'usure de l'outil.

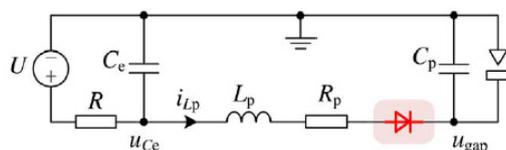


FIGURE 4.40 – Ajout d'une diode au circuit [122]

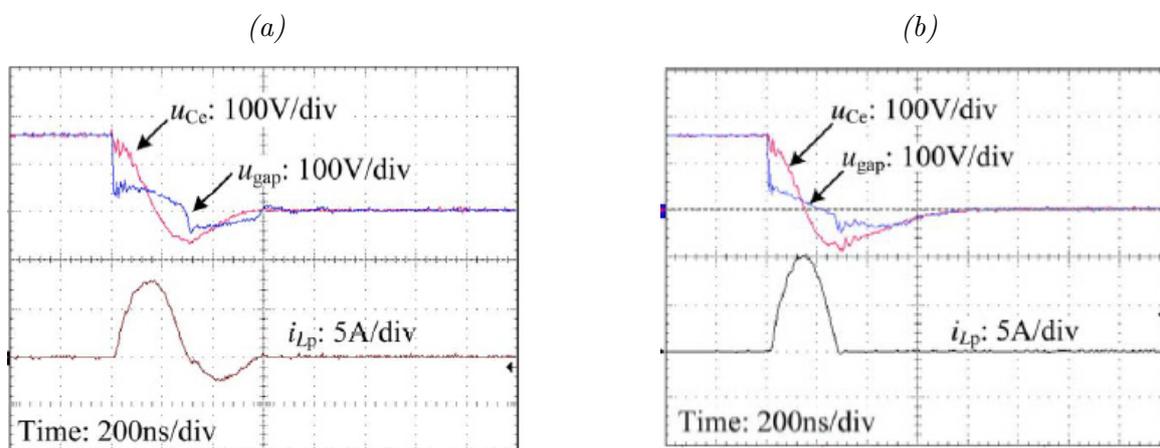


FIGURE 4.41 – Résultats obtenus (a) sans diode ; (b) avec diode [122]

4.6.3.3 Effet de la longueur des câbles sur les performances d'usinage

La longueur des câbles électriques utilisés, dans le montage de polarisation, impacte les performances d'usinage. L'équipe de Lim [122] a étudié leur effet en utilisant trois longueurs différentes où les caractéristiques électriques sont : un câble court où $L_p=1\mu\text{H}$ et $R_p=0,05\Omega$; un câble moyen de $L_p=1,3\mu\text{H}$ et $R_p=0,06\Omega$ et un câble long de $L_p=2,4\mu\text{H}$ et $R_p=0,09\Omega$. Dans les trois cas, ils ont utilisé un générateur RC avec une diode.

D'après leurs résultats expérimentaux, l'utilisation d'un câble long où l'inductance est élevée entraîne l'obtention de décharges longues et de faibles énergies. Cela est dû à l'effet selfique du câble. Ce n'est pas le cas lors de l'utilisation d'un câble court où le taux d'usinage est élevé (figure 4.42 (a)) et le taux d'usure de l'outil est faible, quelque soit la tension appliquée lors de l'usinage (figure 4.42 (b)).

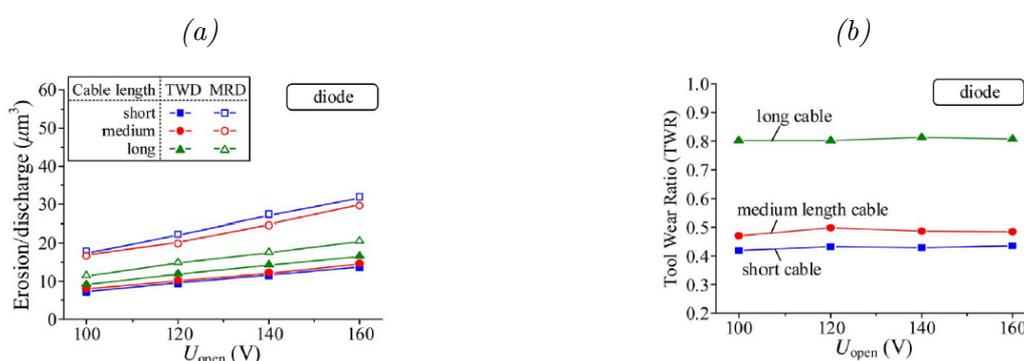


FIGURE 4.42 – Effet de la longueur des câbles sur : (a) Volume de matière arrachée par décharge (b) taux d'usure de l'outil [122]

4.7 Conclusion

L'étude bibliographique présentée, dans ce chapitre, a permis de connaître l'état de l'art actuel sur l'usinage par micro-électroérosion ainsi que les performances des machines d'usinage utilisées en industrie et dans les laboratoires de recherche.

Les résultats d'études, de différentes équipes ont fixé le point de départ de notre étude expérimentale. En nous basant sur ces résultats, nous utiliserons un générateur RC, car il est simple à mettre en œuvre. Dans le futur, il pourra cependant être remplacé par un générateur à transistor pour optimiser les performances de l'usinage par μEDM . Une étude de l'effet de la tension appliquée et la capacité de travail sera effectuée afin de maîtriser les paramètres de ce générateur. Concernant le diélectrique utilisé, nous utiliserons l'eau-déionisée car elle permet d'évacuer la matière rapidement par rapport aux huiles hydrocarbures et permet l'obtention d'un état de surface moins rugueux. La pièce sera mise en polarité positive afin de réduire l'usure du micro-outil.

Le paramètre fondamental, à régler, est le gap de claquage (frontal). Ce paramètre sera étudié lors de nos expériences, car, d'après nos connaissances, il n'y aucune étude de l'effet de ce paramètre sur l'usinage dans la littérature.

Les micro-outils utilisés lors de l'usinage seront soit achetés, soit fabriqués par gravure électrochimique. Les micro-outils doivent être cylindriques, à grand facteur de forme.

Dans le chapitre suivant, nous allons présenter les résultats expérimentaux de l'effet des paramètres électriques et géométriques, obtenus lors de nos études, sur les performances d'usinage.

Étude des paramètres d'usinage

Ce chapitre est dédié à l'étude des paramètres d'usinage par μ EDM et leurs effets sur les performances d'usinage. Les paramètres optimaux seront utilisés par la suite pour percer des trous.

Sommaire

5.1	Introduction	112
5.2	Banc instrumental	112
5.3	Processus pré-usinage	113
5.4	Problématiques liées à la mesure des grandeurs électriques	114
5.5	Caractérisation des cratères	117
5.5.1	Caractérisation optique	117
5.5.2	Caractérisation mécanique	117
5.5.3	Estimation du volume de la matière arrachée	117
5.6	Effet des paramètres sur les performances d'usinages	118
5.6.1	Conditions expérimentales	118
5.6.2	Détermination du champ de claquage	119
5.6.3	Caractérisation des décharges et des cratères après usinage	120
5.6.4	Effet du potentiel appliqué et du diamètre du micro-outil	121
5.6.5	Effet de la capacité de travail sur les performances d'usinage $C_c=4,7\text{nF}$ et $C_c=1\mu\text{F}$	125
5.7	Conclusion	130

Objectifs du chapitre

- Effet des paramètres d'usinage par μ EDM sur les performances du procédé
- Choix des paramètres optimaux

CH₅

" You want to find the secrets of the universe, think in terms of energy, frequency and vibration "
N. Tesla

5.1 Introduction

Afin de répondre aux objectifs de la thèse à savoir l'usinage de pièces en acier par μ EDM avec une résolution allant jusqu'à $5\mu\text{m}$, nous avons étudié l'effet de différents paramètres : la tension appliquée V_{EE} , la capacité de travail C_c et le diamètre du micro-outil Φ sur les performances d'usinage quantifiées par la quantité de matière arrachée, la forme et la profondeur des cratères ainsi que le gap latéral.

Une des applications envisagées est la fabrication de moules en acier pour la réalisation de systèmes microfluidiques par injection ou par pressage à chaud.

5.2 Banc instrumental

Pour notre étude expérimentale, nous avons développé un nouveau banc instrumental. Il est constitué de :

- **Trois axes de déplacement XYZ** (platine de translation M511 de la marque PI). Ce modèle est actionné par des moteurs pas-à-pas bipolaires de résistance de phase $3,3\ \Omega/0,8\text{A}$ avec une rotation de $0,9^\circ$ correspondant à un déplacement linéaire de $5\mu\text{m}$. Les moteurs peuvent être commandés en demi pas ou en micro pas (1/16).
- **Un axe de déplacement Z' constitué d'un actionneur piézoélectrique** (P843.60 de la marque PI), et qui permet de déplacer le micro-outil verticalement avec une résolution de 300 nm.
- **Un oscilloscope LECROY HDO6104-MS** utilisé pour enregistrer les signaux lors des décharges (tension et courant).
- **Une source d'alimentation continue**
- **Une capacité de travail C_c**
- **Une résistance R_c**
- **Un micro-outil** en tungstène qui est soit acheté, soit fabriqué par gravure électrochimique (voir partie 1 de ce manuscrit).
- **Une pièce** en acier inoxydable de type AISI 316, $2 \times 2\ \text{cm}^2$ et d'épaisseur $500\mu\text{m}$

— **Un diélectrique** de l'eau-déionisée avec une résistivité de $18 \text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ en sortie de filtre

La figure 5.1 présente le montage électrique. Deux sondes sont utilisées : la première permet de mesurer la tension V_d et la deuxième mesure la tension aux bornes de la résistance R , qui représente l'image du courant i_d du plasma.

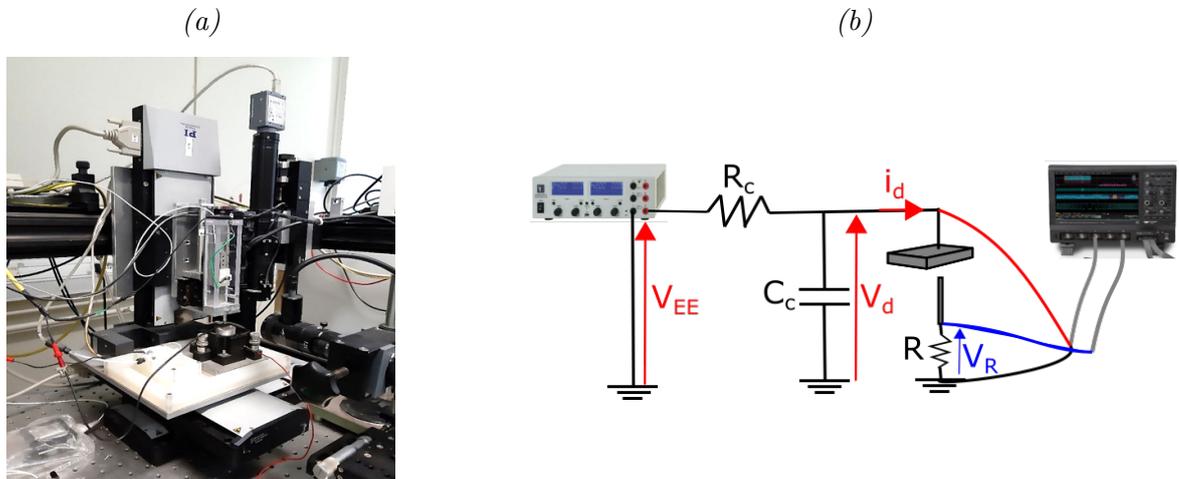


FIGURE 5.1 – Nouveau banc d'usinage a été mis en place lors de la thèse : (a) Photo de l'ancien banc[21]; (b) Schéma

5.3 Processus pré-usinage

Avant de commencer l'usinage, nous préparons le micro-outil et la pièce. Concernant la pièce à usiner, elle a une planéité de départ acceptable (typiquement 2 à $5 \mu\text{m}$ sur 10 mm) et un état de surface poli-miroir d'origine. Le matériau a été découpé en substrats de forme carrés de $2 \times 2 \text{ cm}^2$ et d'épaisseur de $500 \mu\text{m}$ avec une machine à jet d'eau afin d'éviter les effets de bord.

Une étape supplémentaire de polissage mécanique a été effectuée afin d'améliorer l'état de surface des pièces. Après le polissage, les pièces sont rincées à l'eau-déionisée puis séchées à l'air comprimé avant d'être placées sur le porte-pièce du banc d'usinage. La mise en place de la pièce sur le porte-pièce est effectuée en utilisant une colle conductrice, ce qui impacte l'inclinaison de la pièce.

Avant de commencer l'usinage, il est nécessaire de prépositionner le micro-outil. Les étapes sont décrites (figure 5.2) : (1) Appliquer, dans l'air, une tension de 1 V entre les deux électrodes. (2) Descendre l'électrode-outil par pas de $1 \mu\text{m}$ jusqu'à ce que le contact mécanique/électrique soit détecté. (3) Remonter l'électrode-outil de $40 \mu\text{m}$; cette position devient ainsi le gap initial (la référence). Une fois le gap initial fixé, une tension entre le micro-outil et la pièce est appliquée (exemple : $V_{EE} = 25 \text{ V}$). (4) Ajouter de l'eau-déionisée. Enfin, nous faisons descendre, à l'aide d'un moteur piézoélectrique, l'électrode-outil par pas de $1 \mu\text{m}$ jusqu'à l'apparition de décharges (le claquage : une série de décharges se produit) et qui s'arrêtent après un laps de temps pouvant aller jusqu'à quelques centaines de millisecondes. Cette série de décharges entraîne une fusion locale de la matière à la surface de la pièce, formant ainsi un cratère. Une fois que les décharges

disparaissent, la tension est coupée et un rinçage des débris est effectué à l'eau-déionisée afin d'évacuer la matière arrachée et de nettoyer l'électrode-outil.

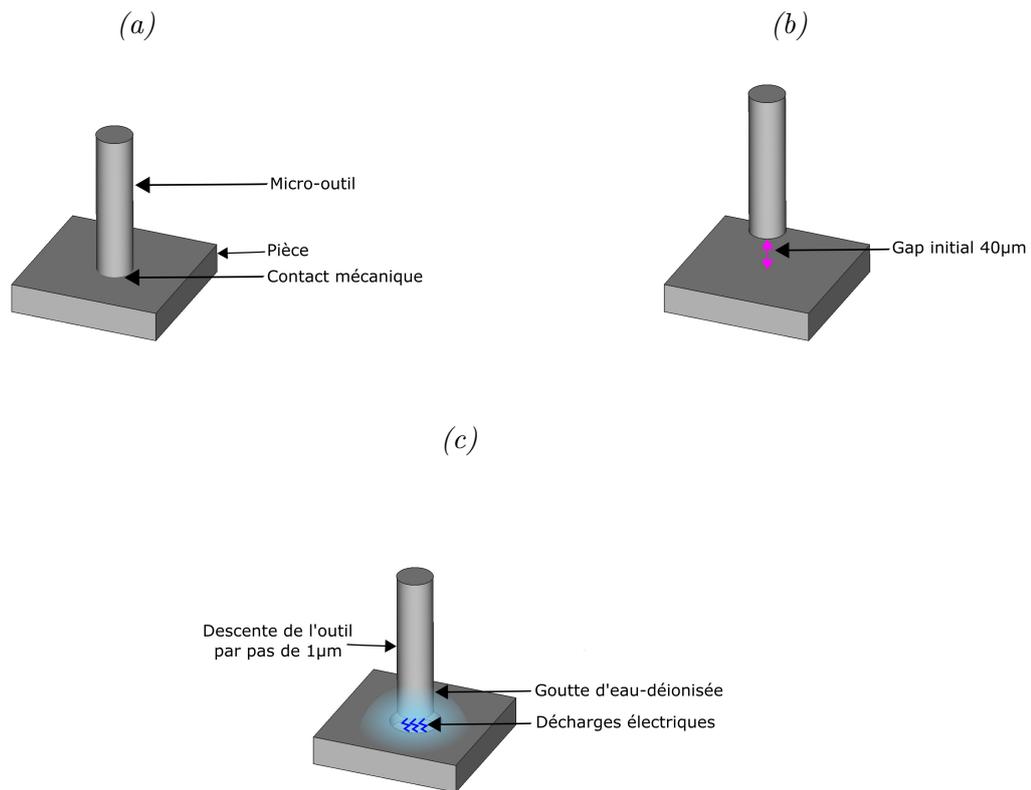


FIGURE 5.2 – Réglage du gap initial : (a) Contact mécanique ; (b) Montée du micro-outil de 40µm ; (c) Mise en place du diélectrique, polarisation et descente du micro-outil par pas de 1µm

5.4 Problématiques liées à la mesure des grandeurs électriques

Lors de l'usinage d'une pièce par μ EDM, il se produit une grande quantité de décharges lorsque l'outil parcourt la pièce. Il est cependant important de noter que même lorsque l'outil est immobile, de nombreuses décharges se produisent, dès qu'une tension est appliquée et que le gap devient inférieur au gap de claquage. Nous appelons *salve* la succession de décharges qui se produit avant que l'outil ne soit re-déplacé. La figure 5.3 montre un exemple de *salve*.

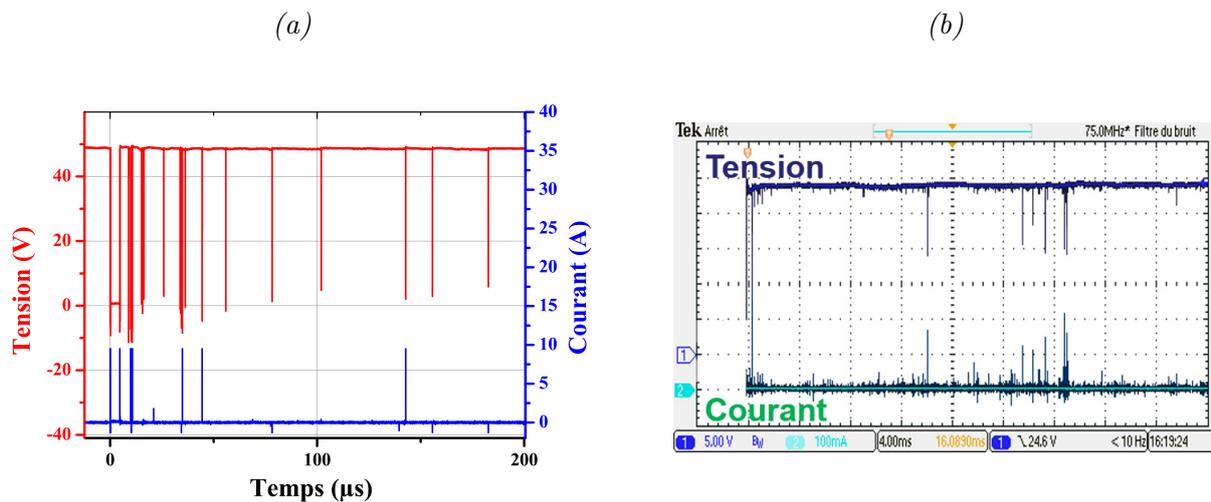


FIGURE 5.3 – Acquisition d'une salve de décharges : (a) tracé ; (b) capture de l'oscilloscope

La durée d'une salve dépend des paramètres d'usinage (V_{EE} , C_c , diamètre du micro-outil, diélectrique, ...). Elle peut varier typiquement de quelques centaines de microsecondes à des centaines de millisecondes. La figure 5.4 illustre l'allure d'une seule décharge.

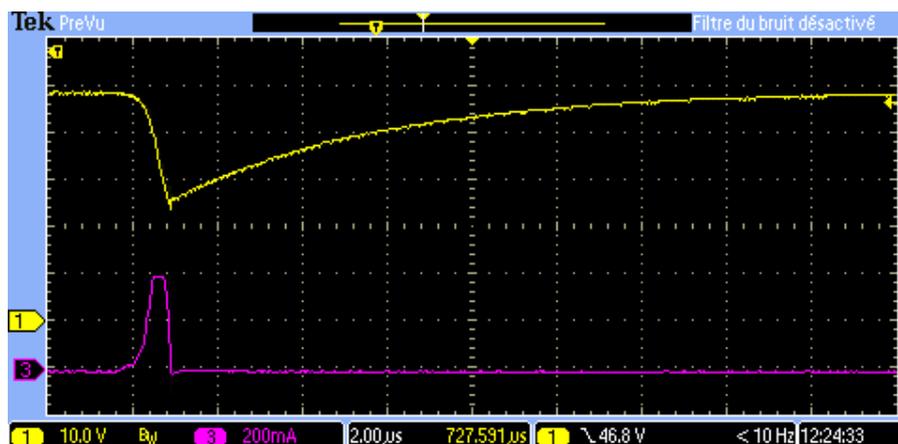


FIGURE 5.4 – Allure d'une décharge

Lors de notre étude expérimentale, nous avons utilisé un oscilloscope LECROY HDO6104-MS de bande passante 1GHz afin de stocker les signaux de décharges en tension et en courant. L'oscilloscope permet d'effectuer des acquisitions avec une fréquence d'échantillonnage allant jusqu'à 2,5GHz. A cette fréquence d'échantillonnage, la problématique majeure est la quantité d'information à gérer, sachant qu'une salve peut durer jusqu'à des centaines de millisecondes. Donc, dans le cas de nos expériences, il y a un compromis à faire entre la fréquence d'échantillonnage et la quantité d'information à gérer. Nous avons choisi de travailler avec une fréquence d'échantillonnage plus faible, de 500KHz.

Avec cette fréquence d'échantillonnage de 500KHz, nous remarquons qu'au niveau du courant, nous détectons parfois uniquement des pics négatifs (figure 5.5 (b)) sans être précédés par des pics positifs. Notre hypothèse est que le pic négatif est dû au comportement inductif des câbles (l'inductance stocke de l'énergie et le rend à la capacité). Ce pic négatif correspond à l'inversion de courant dont nous avons parlé dans le chapitre précédent.

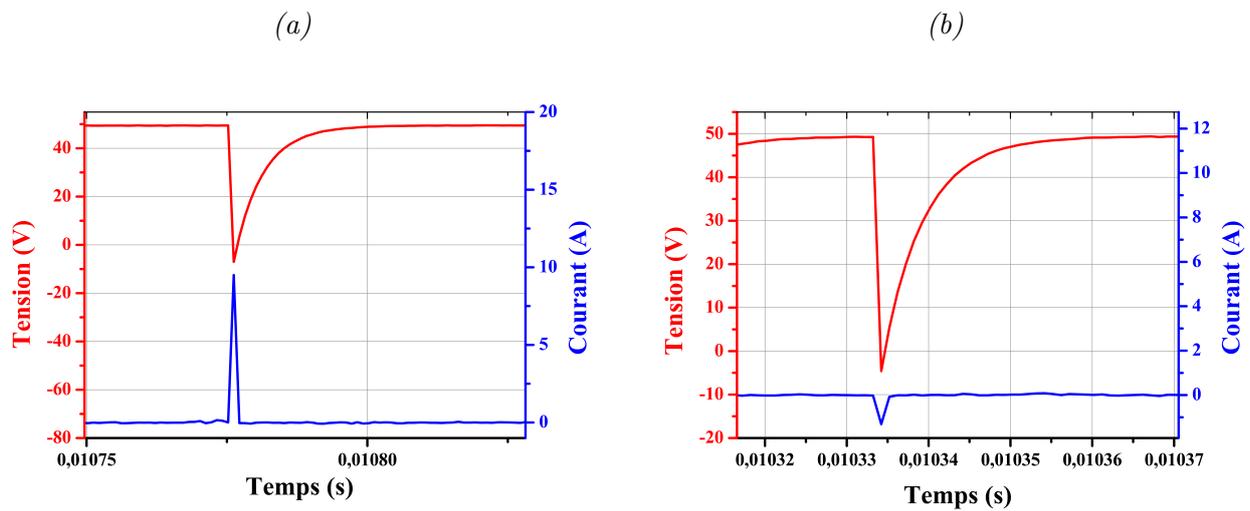


FIGURE 5.5 – Allure d'une décharge pour une fréquence d'échantillonnage $f_{ech}=500$ KHz : (a) Pic positif du courant ; (b) Détection du pic négatif du courant

Aussi, pour cette fréquence d'échantillonnage de 500KHz, il n'y a pas assez de points pour décrire correctement l'évolution du courant et ainsi calculer l'énergie des décharges en utilisant l'intégrale (eq 5.1). Cependant, grâce à la résistance R_c la charge de la capacité est lente. Nous pouvons donc utiliser une autre formule de calcul d'énergie de décharges (eq 5.2). La figure 5.6 montre les tensions utilisées lors du calcul de l'énergie des décharges où V_{EE} représente la tension appliquée et V_{pic} la tension minimale détectée pour chaque décharge.

$$E_t = \int V_d(t) * i_d(t) dt \quad (5.1)$$

$$E_t = \sum \frac{1}{2} * C_c * [V_{EE}^2 - V_{pic}^2] \quad (5.2)$$

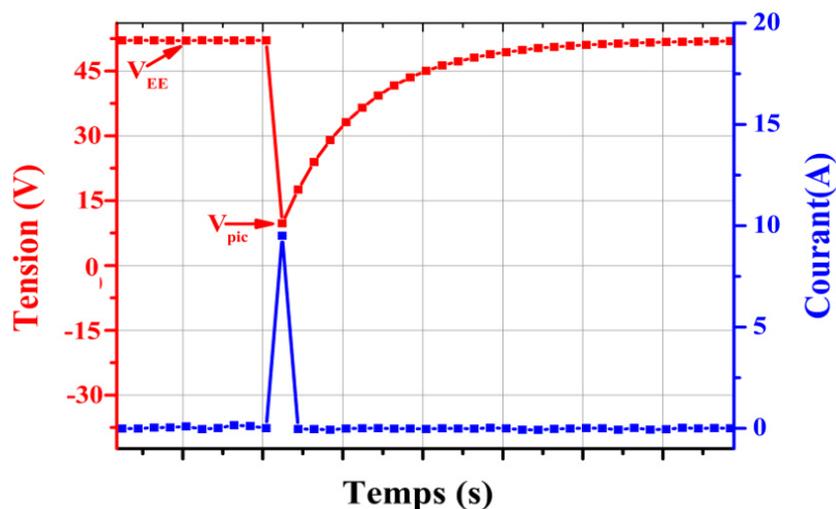


FIGURE 5.6 – Potentiels utilisés lors du calcul de l'énergie des décharges

5.5 Caractérisation des cratères

Après une salve de décharges, une quantité de matière est arrachée au niveau de la pièce. La figure 5.7 illustre un exemple d'arrachement de matière. Le cratère a une forme hémisphérique imparfaite dans la plupart des cas. Afin de connaître l'influence des paramètres expérimentaux sur les performances d'usinage, plusieurs caractérisations ont été effectuées de manière : optique et mécanique.

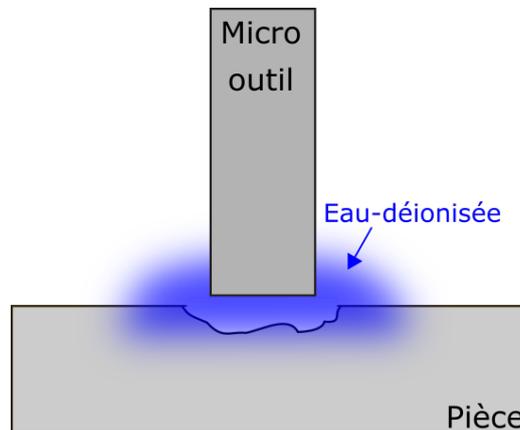


FIGURE 5.7 – Représentation du volume arraché après une salve de décharges

5.5.1 Caractérisation optique

Le microscope optique utilisé pour la caractérisation des cratères est l'Olympus BX51M. Il permet de mesurer le diamètre des cratères avec une résolution de $2\mu\text{m}$.

5.5.2 Caractérisation mécanique

Le profilomètre DEKTAK 150 est utilisé. Il permet de déterminer les dimensions des structures usinées (longueur, largeur et profondeur) directement sur la pièce ou bien indirectement pour le moulage de cratères en PDMS. Aussi, il permet de déterminer la rugosité de surface.

5.5.3 Estimation du volume de la matière arrachée

Le volume arraché est estimé à partir des mesures profilométriques. Le profil typique, des cratères obtenus, est présenté sur la figure 5.8 (a). La quantité de matière arrachée est estimée en considérant un profil parabolique (figure 5.8 (b)). L'équation (5.3) permet de faire cette estimation du volume arraché. $R(z)$ est le rayon du cratère à une profondeur z .

$$V_{\text{enlevé}} = \pi \int_{z_{\min}}^{z_{\max}} R(z)^2 dz \quad (5.3)$$

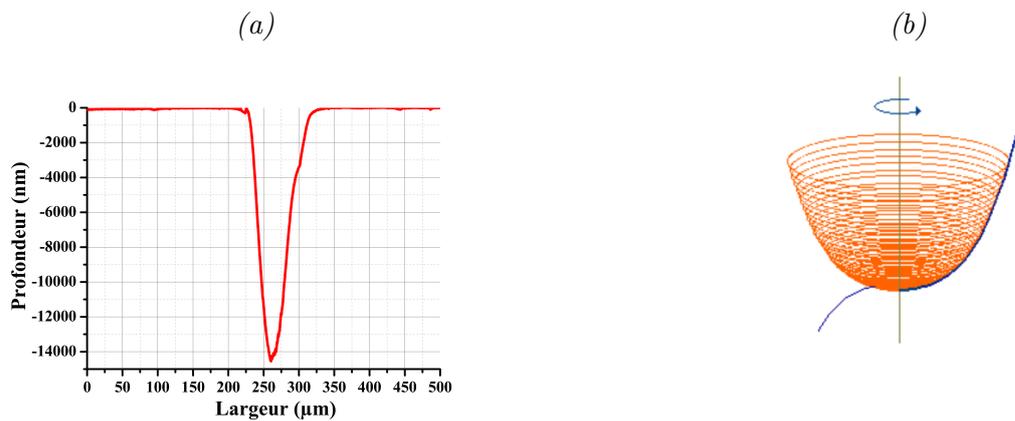


FIGURE 5.8 – (a) Profil latéral du cratère mesuré avec le profilomètre DEKTAK 150 directement sur la pièce en acier après le premier claquage dans les conditions suivantes : $V_{EE}=75V$; $\Phi=250\mu m$; $C_c=10nF$ et avec de l'eau-déionisée comme diélectrique ; (b) forme du cratère estimé pour calculer le volume de la matière arrachée

5.6 Effet des paramètres sur les performances d'usinages

5.6.1 Conditions expérimentales

Lors de nos expériences, nous utilisons un générateur RC (figure 5.9) où la capacité C_c se charge à travers R_c (résistance qui limite le courant de court-circuit) jusqu'à la tension V_{EE} et elle se décharge à travers le plasma lors du claquage. La tension de décharge, aux bornes de la capacité, dépend des conditions physiques lors de la création du plasma.

Les conditions d'usinage sont résumées dans le tableau 5.1 où la tension appliquée V_{EE} , la capacité de travail C_c et le diamètre du micro-outil Φ varient. Les micro-outils de diamètre $\Phi=250\mu m$ et $\Phi=125\mu m$ ont été achetés, tandis que les micro-outils de diamètre $\Phi=80\mu m$, $\Phi=40\mu m$ et $\Phi=20\mu m$ ont été fabriqués par gravure électrochimique.

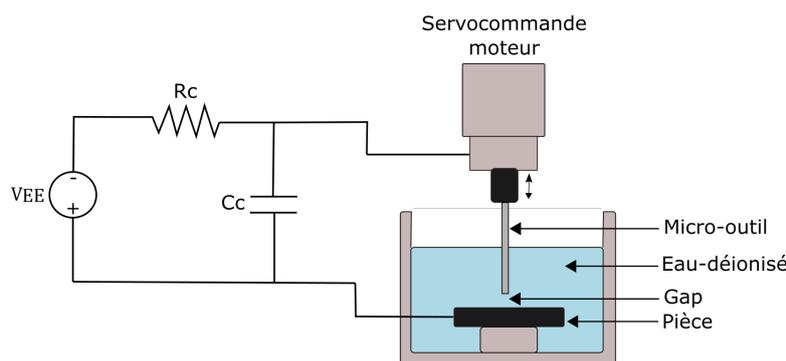


FIGURE 5.9 – Banc d'usinage par micro-électroérosion

Paramètres électriques	Paramètres géométriques et physiques
$V_{EE}=25V$; $V_{EE}=50V$; $V_{EE}=75V$	Micro-outil en tungstène de diamètre : $\Phi=250\mu m$; $\Phi=125\mu m$; $\Phi=80\mu m$; $\Phi=40\mu m$; $\Phi=20\mu m$
$C_c=10nF$; $C_c=4,7nF$; $C_c=1\mu F$	Pièce en acier : 20 mm x 20 mm x 0,5mm
$R_c=500\Omega$ (limiter le courant court-circuit)	Diélectrique : eau-déionisée

TABLE 5.1 – Conditions d'usinage

5.6.2 Détermination du champ de claquage

Afin de pouvoir automatiser le procédé d'usinage, l'objectif de cette étude est de connaître le champ de claquage. En effet, l'ajustement consistant à descendre le micro-outil par pas de $1\mu m$ est lent, la détermination du champ de claquage permet de s'affranchir de cette étape.

La figure 5.10 montre la variation du champ de claquage en fonction du diamètre du micro-outil. Chaque échantillon représente la moyenne de 18 expériences effectuées en appliquant les tensions $V_{EE}=25V$; $V_{EE}=50V$ et $V_{EE}=75V$ et en utilisant deux capacités de travail $C_c=4,7nF$ et $C_c=10nF$.

D'après les résultats obtenus, le champ de claquage est quasi-identique quels que soient le diamètre du micro-outil et la tension appliquée. L'écart constaté au niveau du champ de claquage pourrait être dû à la non-planéité de la pièce ou à son inclinaison. Donc, à la non maîtrise du gap.

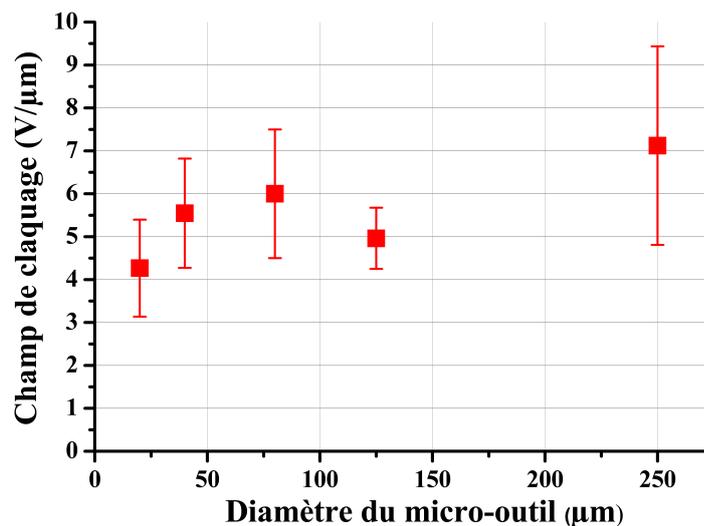


FIGURE 5.10 – Variation du champ de claquage avec l'écart-type en fonction du diamètre du micro-outil en tungstène, une pièce en acier et un diélectrique de l'eau-déionisée en température ambiante

5.6.3 Caractérisation des décharges et des cratères après usinage

L'objectif de cette étude est de contrôler et maîtriser le volume de la matière arrachée lors d'un usinage afin d'atteindre une résolution de $5\mu\text{m}$. Dans les deux phases d'usinage (ébauche et finition), il est nécessaire de préserver au mieux le micro-outil de l'usure. Les résultats de l'étude vont nous aider, plus tard, à développer une machine d'usinage et d'automatiser le procédé (usinage paramétrable). Les paramètres optimaux vont nous aider, par la suite, à usiner des canaux avec une résolution allant jusqu'à $5\mu\text{m}$.

Afin d'atteindre cet objectif, il y'a plusieurs paramètres que nous pouvons faire varier : le type du générateur utilisé (le générateur RC ou bien le générateur à transistor). Dans cette étude, nous avons utilisé un générateur RC où nous pouvons faire varier la tension appliquée V_{EE} , la capacité de travail C_c et la résistance R_c . Le deuxième paramètre est le diamètre du micro-outil utilisé. Nous allons utiliser cinq diamètres différents $\Phi=250\mu\text{m}$; $\Phi=125\mu\text{m}$; $\Phi=80\mu\text{m}$; $\Phi=40\mu\text{m}$ et $\Phi=20\mu\text{m}$. Le diélectrique utilisé est l'eau-déionisée et la température est la température ambiante.

L'autre contrainte qui s'ajoute est le temps d'usinage que nous devons maîtriser. Les résultats présentés dans ce qui suit sont la moyenne de trois expériences effectuées dans les mêmes conditions d'usinage.

L'étude menée a pour objectif de déterminer l'influence des paramètres de la μEDM sur les performances d'usinage, qui peuvent être caractérisées par le nombre de décharges, le volume de la matière arrachée, la forme et l'état de surface des cratères obtenus, le gap latéral et la profondeur des cratères.

Pour mieux contrôler le volume de matière arrachée et avoir un bon état de surface après usinage, il est préférable d'augmenter le nombre de décharges, tout en veillant à optimiser la durée d'usinage (d'une manière rapide –quelques millisecondes–) avec moins de matière arrachée, que peu de décharges avec une quantité de matière arrachée importante.

Il y a donc un compromis à faire entre le contrôle du volume arraché et la vitesse d'usinage. Lors de la phase d'ébauche, la vitesse d'usinage sera privilégiée. A contrario, lors de la phase de finition, il faut avoir beaucoup de décharges avec moins de matière arrachée.

Lors d'un usinage, nous définirons les critères suivants :

- **Forme et état de surface des cratères** : Ce critère donne une idée sur la qualité d'usinage et permet de vérifier si les cratères obtenus sont hémisphériques ou bien déformés. Il permet de savoir s'il y a de la matière collée au bord des cratères et si l'état de surface des cratères est lisse ou bien rugueux et charbonné à cause d'arcage.
- **Gap latéral des cratères** : C'est un critère fondamental lors du perçage de trous ou la réalisation de canaux. Ce critère permet de choisir le diamètre d'un micro-outil adéquat, lors de l'usinage de structures complexes ou du perçage des trous.
- **Profondeur des cratères** : Il permet de connaître la profondeur maximale que nous pouvons atteindre avec une seule passe d'usinage. Donc, avoir une information sur la vitesse d'usinage.

- **Volume arraché** : Ce critère est utilisé afin de connaître le diamètre du micro-outil et la tension à appliquer lorsque nous voulons arracher un volume de matière bien précis (phase d'ébauche, phase de finition).

Dans cette étude, nous allons déterminer l'énergie totale des décharges afin de connaître la corrélation entre ce paramètre et le volume arraché. La connaissance de l'énergie d'une décharge pourra être intéressante pour les développements futurs, notamment lorsqu'un générateur à transistors sera utilisé pour contrôler le nombre de décharges d'une salve.

5.6.4 Effet du potentiel appliqué et du diamètre du micro-outil

5.6.4.1 Nombre de décharges

L'étude du nombre de décharges pour les différents diamètres d'outils a montré qu'il dépend de la tension appliquée et le diamètre du micro-outil comme le montre la figure 5.11. Le nombre de décharges est important dans le cas de grands diamètres ($\Phi=250\mu\text{m}$; $\Phi=125\mu\text{m}$). Notre hypothèse est que plus la section du micro-outil est grande, plus il y aura de décharges, car le gap entre les deux électrodes ne va pas changer rapidement, sauf si une grosse décharge a lieu. Dans ce cas, une grande quantité de matière serait arrachée.

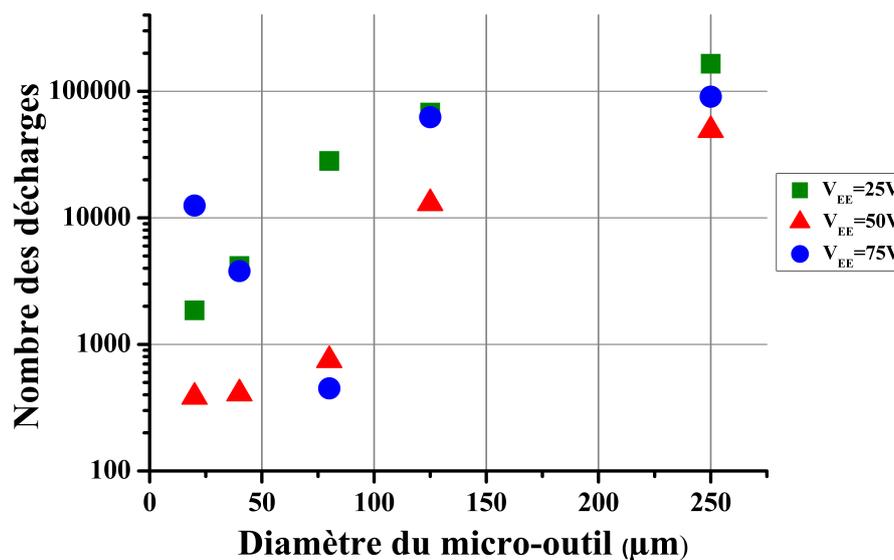


FIGURE 5.11 – Évolution du nombre de décharges en fonction du diamètre du micro-outil en tungstène et de la tension appliquée V_{EE} , pour une capacité de travail de $C_c=10\text{nF}$, une pièce en acier et un diélectrique de l'eau-déionisée en température ambiante

5.6.4.2 Énergie totale des décharges et quantité de matière arrachée

Lors de l'application d'une tension $V_{EE}=25V$ et de l'utilisation d'un micro-outil de diamètre $\Phi=250\mu m$, nous avons obtenu que des traces en surface de la pièce. Nous n'avons pas pu estimer le volume arraché (figure 5.12 (b)). Cela pourrait être dû au gap qui n'est pas identique sur toute la surface, car nous ne pouvons pas maîtriser un gap de $5\mu m$ sur une section de diamètre de $250\mu m$ pour une tension appliquée de $25V$.

Donc, si nous voulons arracher de la matière sur toute la section de l'outil de diamètre de $250\mu m$, il faut éloigner l'outil de la pièce et appliquer une tension plus élevée pour qu'il y ait un claquage homogène sur toute la section. Cependant, il faut bien choisir la tension à appliquer pour ne pas charbonner l'outil et enlever de la matière d'une manière aléatoire. Notre but, en μEDM , est d'augmenter la résolution d'usinage, la solution proposée est d'approcher beaucoup plus l'outil de la pièce et appliquer une tension faible de sorte à enlever de la matière finement et même diminuer le diamètre du micro-outil.

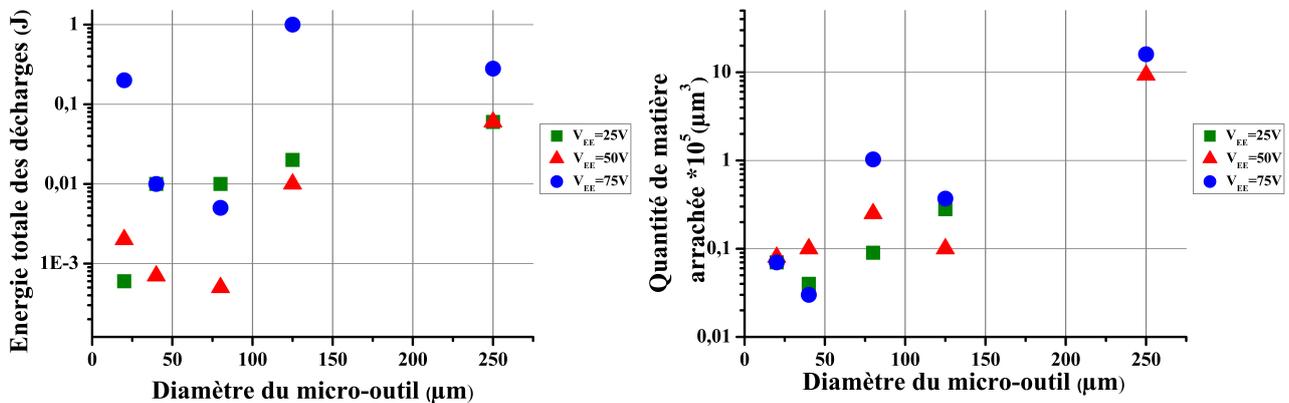


FIGURE 5.12 – Évolution de (a) l'énergie totale des décharges (b) la quantité de matière arrachée en fonction du diamètre du micro-outil et de la tension appliquée V_{EE} , pour une capacité de travail de $C_c=10nF$, un micro-outil en tungstène, une pièce en acier et un diélectrique de l'eau-déionisée en température ambiante

Dans le cas idéal comme le montre la figure 5.13 où le gap est identique sur toute la section de l'outil quel que soit le diamètre, nous pouvons enlever de la matière pour une tension de $25V$, ce qui n'est pas le cas dans la pratique. C'est pour cette raison que les micro-outils de grand diamètre ($250\mu m$ et $125\mu m$) seront utilisés pendant la phase d'ébauche avec un gap de $10\mu m$ et une tension qui est supérieure à $25V$ afin d'arracher plus de matière sur toute la surface. Et, les outils de faible diamètre ($80\mu m$; $40\mu m$; $20\mu m$) seront utilisés pendant la phase de finition avec un gap de quelques micromètres et une faible tension afin d'arracher peu de matière d'une manière contrôlable.

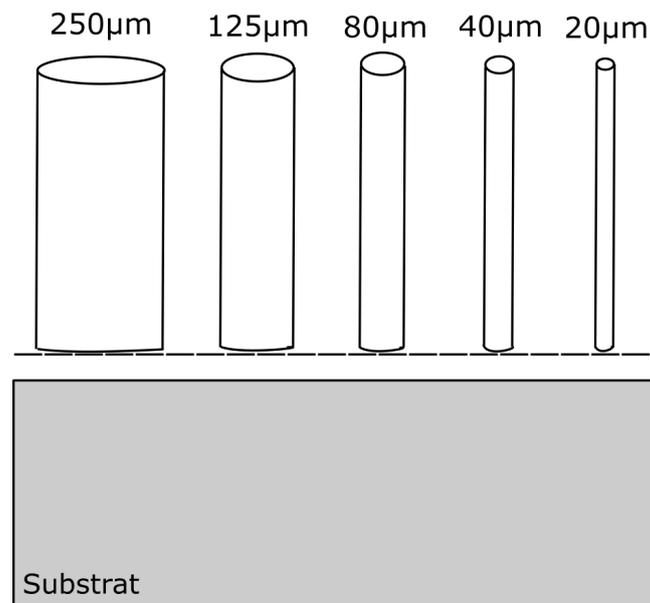


FIGURE 5.13 – Schéma pour un gap idéal entre le micro-outil et la pièce pour les différents diamètres

Afin de déterminer la tension optimale à appliquer lors de l'usinage, nous allons étudier la forme des cratères obtenus pour $V_{EE}=50V$ et $V_{EE}=75V$.

5.6.4.3 Forme des cratères obtenus

Les résultats d'usinage résumés dans le tableau 5.2, montrent qu'une tension de $V_{EE}=75V$ entraîne la formation de cratères noirs, dus certainement à un arcage. Avec cette tension, plusieurs contacts mécaniques ont été détectés dus à la soudure de l'outil-pièce, ce qui engendre, par la suite, l'usure et la déformation du micro-outil. Donc, un usinage avec une tension $V_{EE}=75V$ ne satisfait pas nos attentes, en termes de qualité des cratères et de temps d'usinage.

Nous remarquons que dans le cas d'un usinage avec un micro-outil de $125\ \mu m$ et une tension $V_{EE}=75V$, le cratère obtenu a un diamètre $\Phi < 125\ \mu m$ sur une partie et une trace en surface sur l'autre partie. Cela pourrait être dû à l'usure du micro-outil et/ou à la planéité de la pièce.

Cependant, une tension $V_{EE}=50V$ permet d'obtenir des cratères quasi-hémisphériques et un gap latéral acceptable. C'est la tension que nous avons retenue pour la suite, car elle permet de répondre à nos besoins en termes de temps d'usinage, de qualité et de forme des cratères.

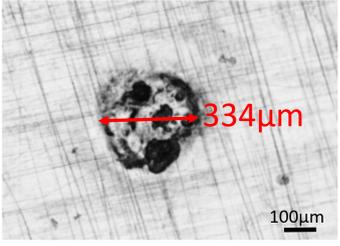
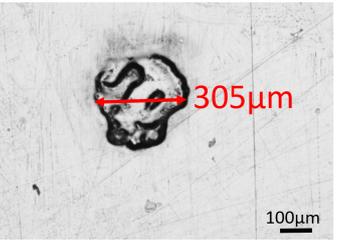
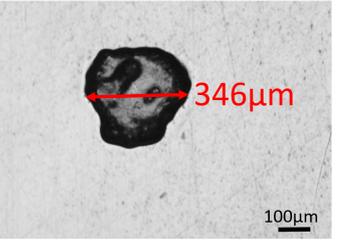
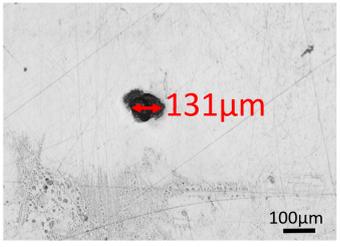
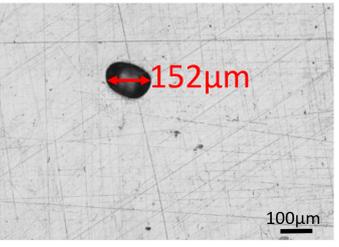
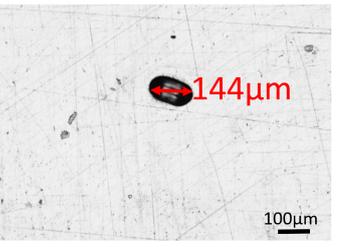
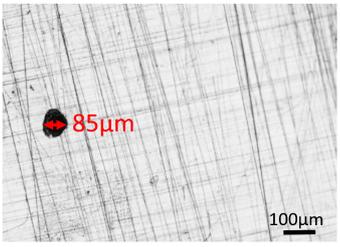
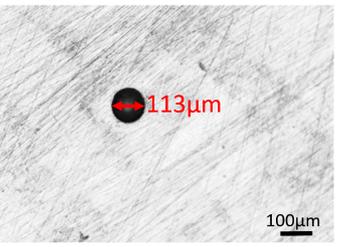
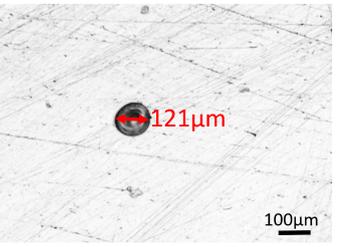
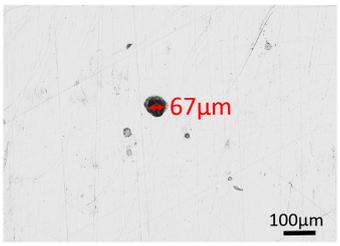
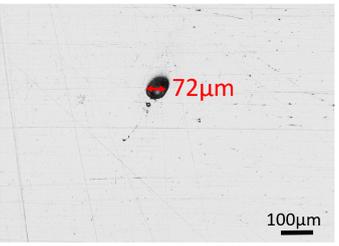
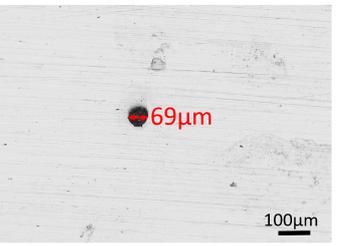
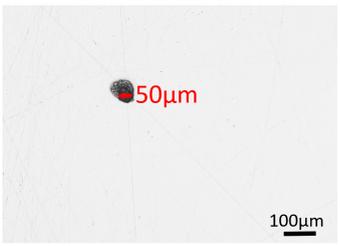
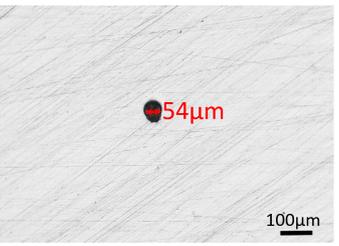
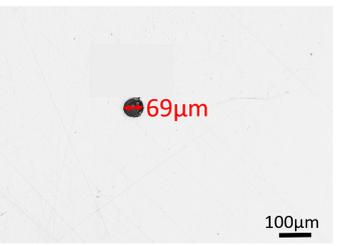
V_{EE} \ Φ	25V	50V	75V
250 μm			
125 μm			
80 μm			
40 μm			
20 μm			

TABLE 5.2 – Vues au microscope optique de la section supérieure des cratères obtenus par μEDM , en fonction du diamètre du micro-outil en tungstène et de la tension appliquée, pour une capacité de $C_c=10\text{nF}$, une pièce en acier et un diélectrique de l'eau-déionisée en température ambiante

5.6.4.4 Gap latéral et profondeur des cratères

Le gap latéral est un défaut de l'usinage par μ EDM. Il est inhérent au procédé et il faut le réduire si nous voulons maîtriser la résolution. Il dépend de la tension appliquée et du diamètre de micro-outil. Comme illustré sur la figure 5.14 (a), il devient plus grand lorsque la tension appliquée est élevée ou bien lorsque le micro-outil utilisé est de grand diamètre. Nous pouvons observer une dispersion aléatoire du gap latéral pour différentes tensions, qui pourrait être justifiée par l'usure du micro-outil et la non-planéité de la pièce.

La profondeur des cratères dépend de la tension appliquée, une tension élevée entraîne l'obtention d'un cratère profond comme illustré sur la figure 5.14 (b) où la profondeur atteint $42\mu\text{m}$ dans le cas de $\Phi=125\mu\text{m}$ et $V_{EE}=75\text{V}$. Nous constatons aussi que la profondeur des cratères dépend peu du diamètre du micro-outil, elle est de même ordre de grandeur, quel que soit le diamètre du micro-outil utilisé.

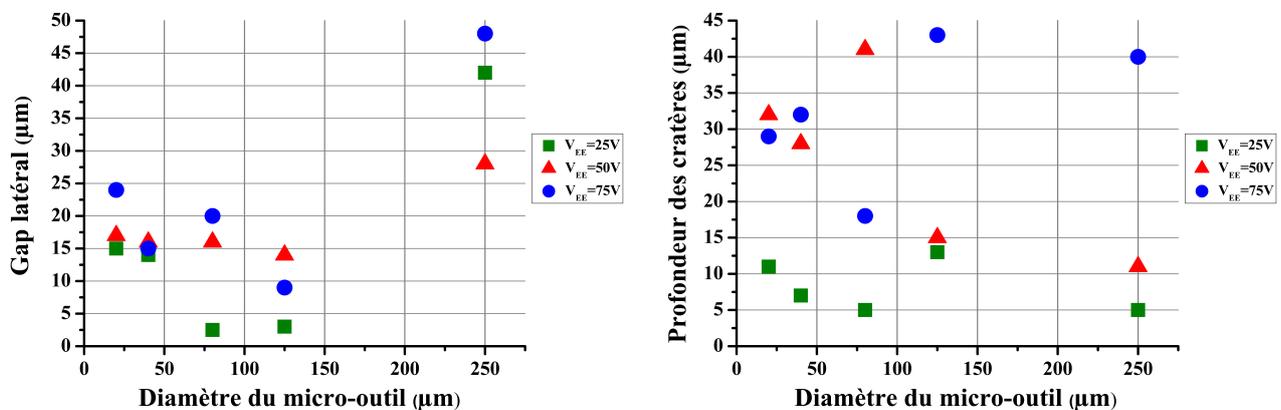


FIGURE 5.14 – (a) Gap latéral des cratères; (b) Profondeur des cratères pour un micro-outil en tungstène, une pièce en acier, un diélectrique de l'eau-déionisée en température ambiante et $C_c=10\text{nF}$

5.6.5 Effet de la capacité de travail sur les performances d'usinage

$C_c=4,7\text{nF}$ et $C_c=1\mu\text{F}$

5.6.5.1 Nombre de décharges

Le nombre de décharges, dans le cas de $C_c=4,7\text{nF}$ est du même ordre de grandeur que dans le cas de $C_c=10\text{nF}$ quel que soit le diamètre du micro-outil et de la tension appliquée (figure 5.15 (a)). Cependant, dans le cas de $C_c=1\mu\text{F}$, le nombre de décharges ne dépasse pas 6000 pour un micro-outil de diamètre $\Phi=250\mu\text{m}$ (figure 5.15 (b)). Cela pourrait être dû à la durée de charge de ($C_c=1\mu\text{F}$) qui est plus longue que dans le cas de ($C_c=4,7\text{nF}$). Ce qui entraîne le rallongement de la durée de naissance d'autres décharges.

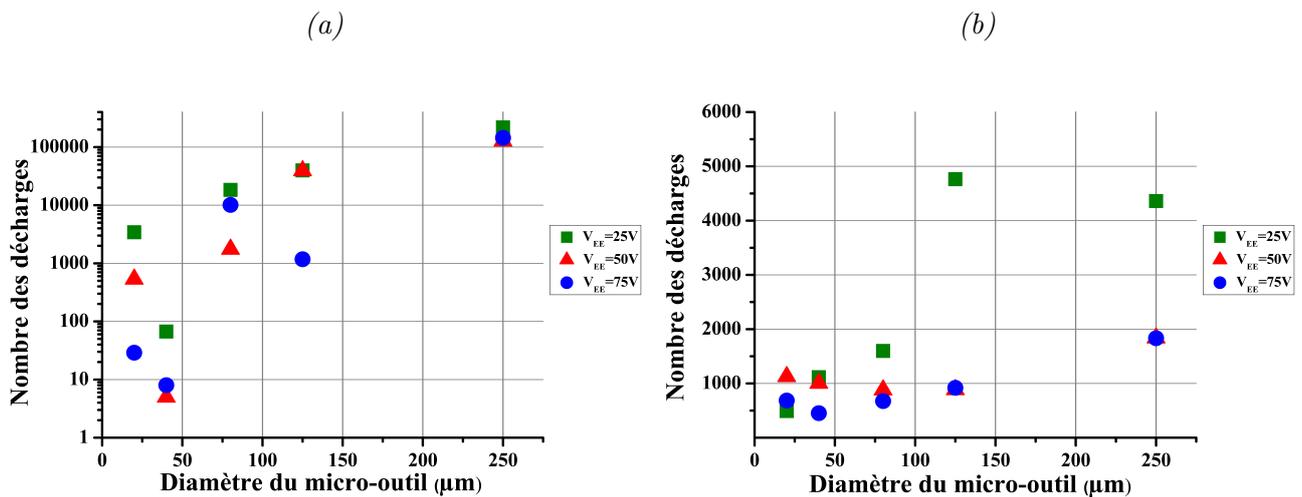


FIGURE 5.15 – Évolution du nombre de décharges en fonction du diamètre du micro-outil et de la tension appliquée V_{EE} , pour un micro-outil en tungstène, une pièce en acier, un diélectrique de l'eau-déionisée en température ambiante et une capacité de travail de : (a) $C_c = 4,7nF$; (b) $C_c = 1\mu F$

5.6.5.2 Énergie totale des décharges et quantité de matière arrachée

Dans le cas de l'utilisation d'une capacité de travail de $C_c=4,7nF$, l'énergie totale des décharges est du même ordre de grandeur que dans le cas de $C_c=10nF$: elle ne dépasse pas 100 mJ (figure 5.16 (a)). Cependant, pour différents diamètres de micro-outils, l'énergie totale des décharges est plus importante que dans le cas de $C_c=1\mu F$ (figure 5.16 (b)).

Le volume de matière arrachée est de même ordre de grandeur lors de l'utilisation d'une capacité de travail $C_c=4,7nF$ et $C_c=10 nF$ (figure 5.17). Dans le cas de l'utilisation de $C_c=1 \mu F$, nous n'avons pas pu estimer le volume arraché, car dans certains cas, les cratères obtenus ont un état de surface rugueux et la matière enlevée est dispersée aléatoirement autour du cratère (tableau 5.4). Dans ce cas, nous ne maîtrisons pas l'usinage et nous dégradons ses performances.

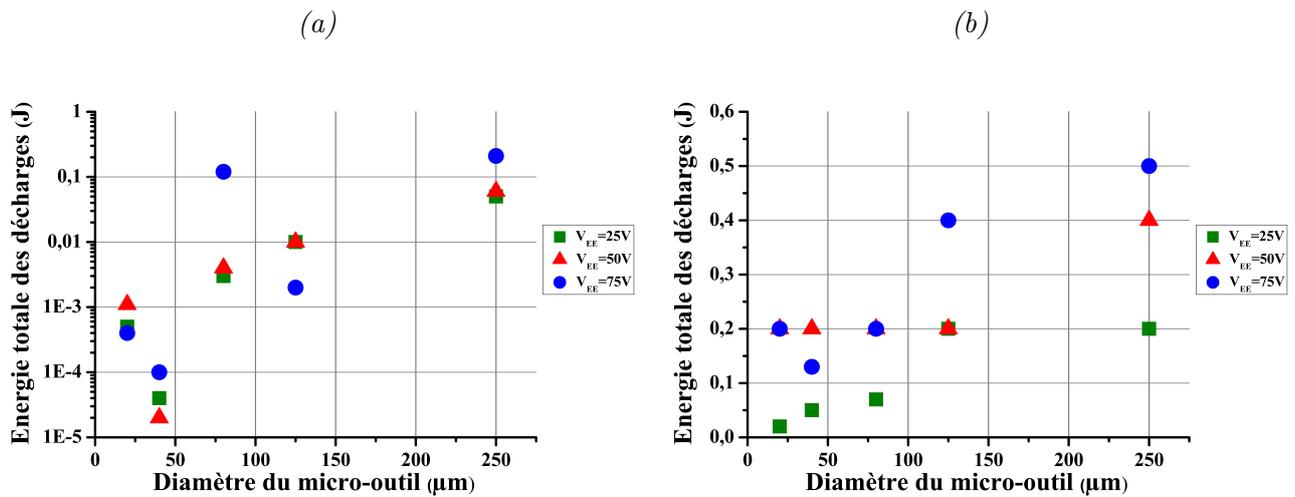


FIGURE 5.16 – Évolution de l'énergie totale des décharges en fonction du diamètre du micro-outil et de la tension appliquée V_{EE} , pour un micro-outil en tungstène, une pièce en acier, un diélectrique de l'eau-déionisée en température ambiante et une capacité de travail de : (a) $C_c = 4,7\text{nF}$; (b) $C_c = 1\mu\text{F}$

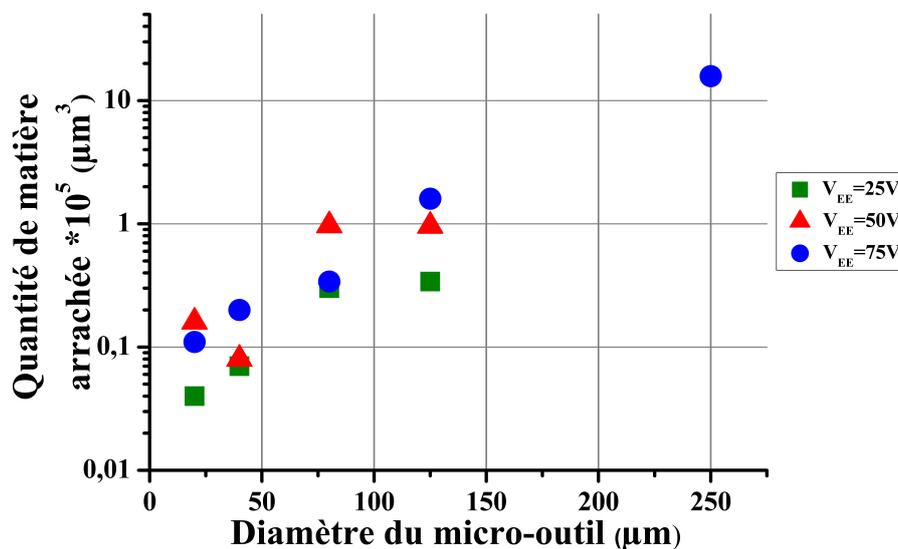


FIGURE 5.17 – Évolution de la quantité de matière arrachée en fonction du diamètre du micro-outil et de la tension appliquée V_{EE} , pour un micro-outil en tungstène, une pièce en acier, un diélectrique de l'eau-déionisée en température ambiante et une capacité de travail de $C_c = 4,7\text{nF}$

5.6.5.3 Forme de cratères obtenus

Lors de l'utilisation d'une capacité de travail de $C_c=4,7nF$, les cratères obtenus ressemblent à ceux obtenus lors de l'utilisation de $C_c=10nF$: cratères noirs lors de l'application d'une tension $V_{EE}=75V$ avec des contacts mécaniques fréquents. Dans le cas de l'application d'une tension $V_{EE}=50V$, les cratères sont quasi-hémisphériques avec un gap latéral acceptable et nous avons moins de charbonnage du micro-outil. Cependant, lors de l'application de tensions $V_{EE}=25V$ et $V_{EE}=50V$, des traces sont obtenues lors de l'utilisation de $\Phi=250\mu m$ (tableau 5.3).

Les cratères obtenus lors de l'utilisation d'une capacité de $1\mu F$ ne sont pas hémisphériques. Il y a une dispersion de la matière autour du cratère (tableau 5.4). Aussi, les cratères obtenus sont noirs à cause du charbonnage du micro-outil. Lors de l'utilisation de cette capacité, nous nous sommes été confrontés fréquemment aux contacts mécaniques.

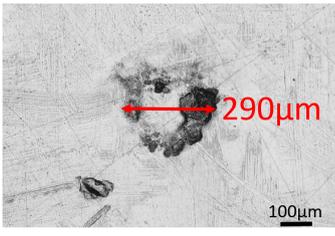
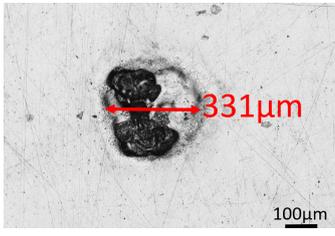
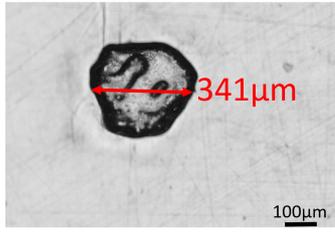
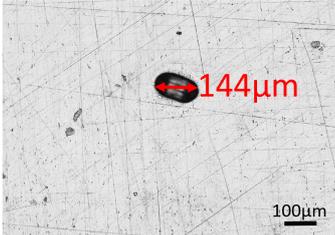
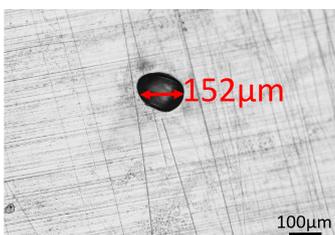
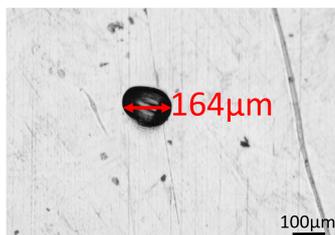
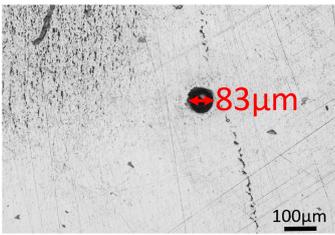
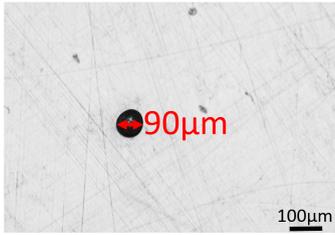
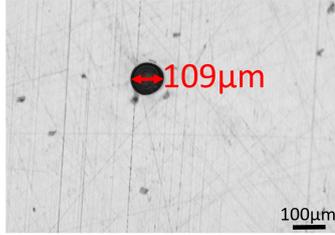
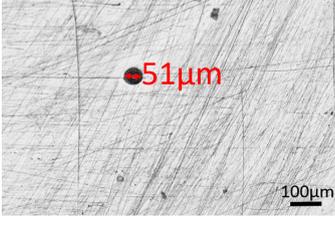
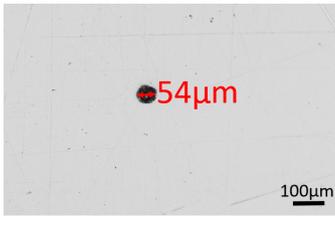
$\Phi \backslash V_{EE}$	25V	50V	75V
250 μm	 290 μm	 331 μm	 341 μm
125 μm	 144 μm	 152 μm	 164 μm
40 μm	 83 μm	 90 μm	 109 μm
20 μm	 51 μm	 54 μm	 72 μm

TABLE 5.3 – Vues au microscope optique de la section supérieure des cratères obtenus par EDM, en fonction du diamètre du micro-outil et de la tension appliquée, pour un micro-outil en tungstène, une pièce en acier, un diélectrique de l'eau-déionisée en température ambiante et une capacité de $C_c=4,7nF$

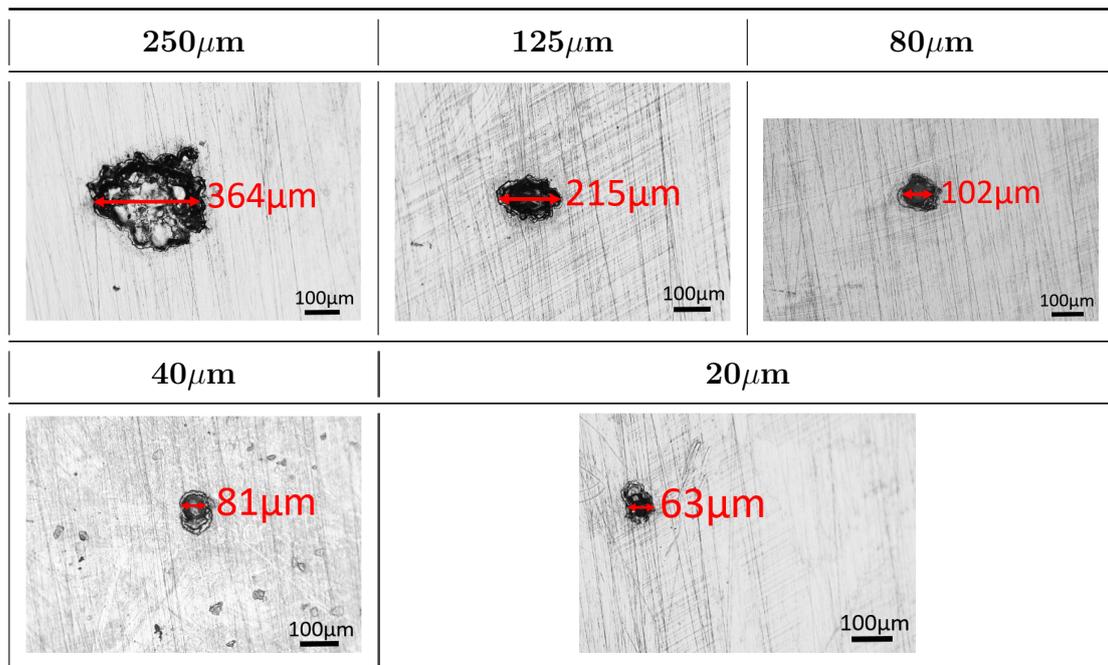


TABLE 5.4 – Vues au microscope optique de la section supérieure des cratères obtenus par EDM, en fonction du diamètre du micro-outil et de la tension appliquée $V_{EE}=75V$, pour un micro-outil en tungstène, une pièce en acier, un diélectrique de l'eau-déionisée en température ambiante et une capacité de travail de $C_c=1\mu F$

5.6.5.4 Gap latéral et profondeur des cratères

La valeur du gap latéral et la profondeur des cratères sont de même ordre de grandeur que dans le cas d'utilisation d'une capacité de $C_c=4,7nF$ et $C_c=10nF$, comme illustrés sur la figure 5.18. De ce fait, nous pouvons conclure que le gap latéral dépend principalement de la tension appliquée et du diamètre du micro-outil. Une tension élevée ou bien un diamètre du micro-outil grand entraîne l'obtention d'un cratère large. Cependant, la profondeur des cratères dépend seulement de la tension appliquée, un cratère profond est obtenu lors de l'application d'une tension élevée.

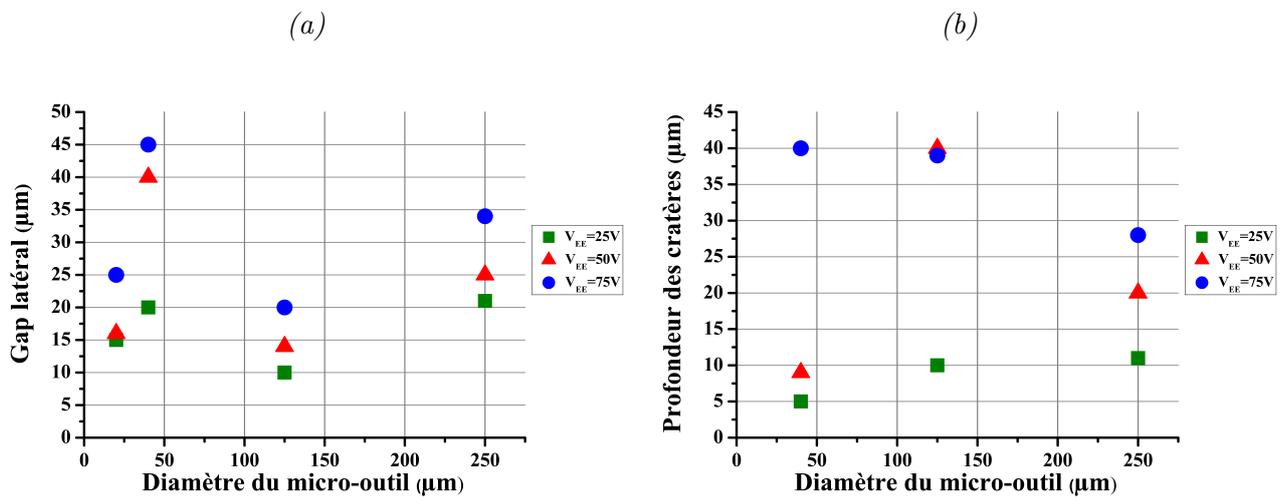


FIGURE 5.18 – (a) Gap latéral des cratères; (b) Profondeur des cratères pour un micro-outil en tungstène, une pièce en acier, un diélectrique de l'eau-déionisée en température ambiante et $C_c=4,7nF$

5.7 Conclusion

Dans ce chapitre, les résultats de l'étude expérimentale par rapport à l'effet des paramètres d'usinage sur les performances du procédé ont été présentés. L'étude nous a permis de déterminer le champ de claquage qui va nous servir plus tard pour se positionner directement au gap de claquage.

Cette partie expérimentale a permis de définir les paramètres optimaux permettant d'obtenir des résultats satisfaisants : une tension appliquée $V_{EE}=50V$ est la tension optimale permettant d'avoir un cratère hémisphérique, un gap latéral minimal et un volume arraché maîtrisé avec moins de charbonnage du micro-outil par rapport à une tension appliquée de $V_{EE}=75V$.

Une capacité de travail $C_c=1\mu F$ ne donne pas de résultats satisfaisants : les cratères obtenus ne sont pas hémisphériques, il y'a une dispersion de la matière autour du cratère avec un charbonnage flagrant du micro-outil et des contacts mécaniques plus fréquents. Les deux capacités $C_c=10nF$ et $C_c=4,7nF$ donnent des résultats similaires : une forme quasi-hémisphérique, un gap latéral acceptable avec un volume arraché contrôlé. Concernant le diamètre du micro-outil à utiliser, nous proposons l'utilisation de fils à grands diamètres ($\Phi=250\mu m$ et $\Phi=125\mu m$) lors de la phase d'ébauche pour l'usinage de structures complexes et les micro-outils à faibles diamètres ($\Phi=80\mu m$; $\Phi=40\mu m$ et $\Phi=20\mu m$) pendant la phase de finition.

Dans le chapitre suivant, nous allons nous mettre dans les conditions optimales pour faire des usinages de type perçage de trous : $V_c=50V$ et $C_c=10nF$.

Chapitre 6

Perçage des trous

Ce chapitre présente une étude préliminaire sur le perçage de trous par μ EDM. L'étude présente les contraintes rencontrées lors du perçage et les solutions proposées afin d'améliorer le procédé et optimiser le temps d'usinage.

Sommaire

6.1	Introduction	133
6.2	Résultats expérimentaux	133
6.2.1	Forme des trous percés	134
6.2.2	Profil latéral des trous percés	135
6.2.3	Gap latéral et profondeur de trous	138
6.2.4	Contraintes lors du perçage et solutions proposées	139
6.3	Conclusion	139

Objectifs du chapitre

- Perçage de trous par μ EDM
- Contraintes lors du perçage par μ EDM
- Amélioration du procédé de perçage par μ EDM

CH₆

6.1 Introduction

D'après les résultats de l'étude expérimentale montrée dans le chapitre précédent, les paramètres permettant d'obtenir des résultats satisfaisants, sont : une tension appliquée $V_{EE}=50V$ et une capacité de travail $C_c=10nF$. Ces paramètres permettent d'arracher de la matière d'une manière uniforme par rapport à une tension appliquée de $V_{EE}=75V$ ou une tension de $V_{EE}=25V$. Les deux paramètres électriques ($V_{EE}=50V$; $C_c=10nF$) permettent d'avoir un état de surface moins rugueux avec moins de charbonnage du micro-outil.

L'intérêt du choix du perçage de trous est d'illustrer les possibilités d'usinage par micro-électroérosion avant d'entamer l'usinage de formes complexes (les canaux à titre d'exemple).

Les conditions expérimentales du perçage sont résumées dans le tableau 6.1 :

Paramètres électriques	Paramètres géométriques et physiques
$V_{EE}=50V$	Micro-outil en tungstène de diamètre : $\Phi=250\mu m$; $\Phi=125\mu m$; $\Phi=80\mu m$; $\Phi=40\mu m$; $\Phi=20\mu m$
$C_c=10nF$	Pièce en acier : 20 mm x 20 mm x 0,5mm
$R_c=500\Omega$	Eau-déionisée

TABLE 6.1 – Conditions du perçage des trous

6.2 Résultats expérimentaux

Lors du perçage de trous, nous suivons le protocole suivant : le premier claquage est effectué en respectant le processus décrit dans la (figure 5.2). Le gap initial entre les deux électrodes est alors de $40\mu m$, puis nous descendons le micro-outil par pas de $1\mu m$ jusqu'à la naissance des décharges. Une fois que la salve de décharges se termine, l'eau-déionisée est ajoutée afin d'enlever les débris, puis nous descendons le micro-outil jusqu'à la naissance d'une autre salve de décharges. Le processus est répété plusieurs fois pour une durée totale de perçage de 2 heures. Dans nos expériences, la distance théorique de plongée du micro-outil est résumée dans le tableau 6.2 :

Diamètre du micro-outil (μm)	Distance de plongée du micro-outil (μm)
250	153
125	105
80	107
40	100
20	62

TABLE 6.2 – Distance de plongée du micro-outil

Dans cette étude, les paramètres de caractérisation qui nous intéressent sont : la forme des trous à la surface, le profil latéral des trous, le gap latéral et la profondeur des trous. Ces paramètres permettent de connaître les limites du procédé μ EDM en se mettant dans les conditions optimales. L'objectif est d'avoir des trous idéalement cylindriques avec un arrachement de matière uniforme et un gap latéral minimal. Les trous obtenus sont caractérisés à l'aide d'un microscope optique et d'un profilomètre (chapitre 5).

6.2.1 Forme des trous percés

Comme le montre la figure 6.1, le profil des trous est quasi-circulaire à la surface. Ce qui satisfait un des objectifs fixés au début de l'étude. Nous pouvons remarquer que certains trous ont une forme non circulaire. Ceci est certainement dû à la forme de la pointe du micro-outil, à la vibration du micro-outil due à son facteur de forme élevé qui atteint 125 pour un micro-outil de diamètre de 20 μm et à la non-planéité de la pièce.

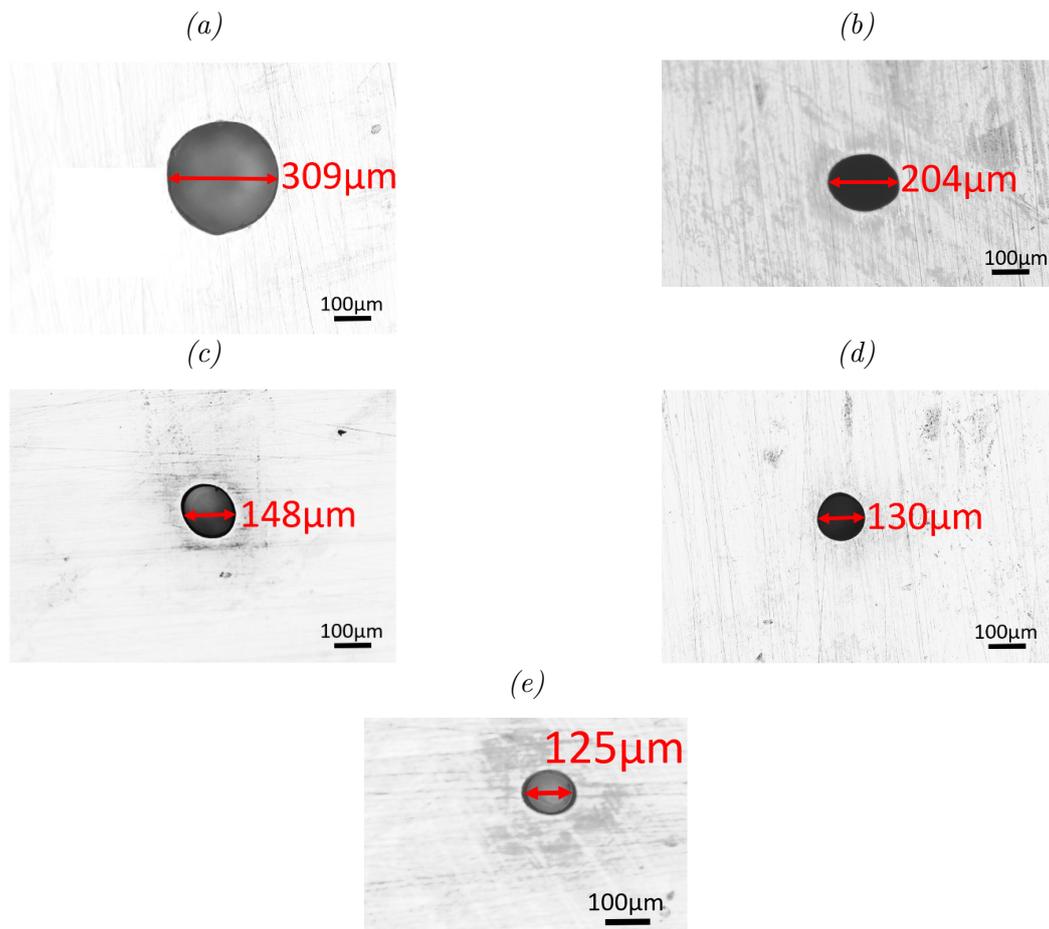


FIGURE 6.1 – Forme des trous en surface percés par des micro-outils en tungstène de diamètre : (a) $\Phi=250\mu\text{m}$; (b) $\Phi=125\mu\text{m}$; (c) $\Phi=80\mu\text{m}$; (d) $\Phi=40\mu\text{m}$; (e) $\Phi=20\mu\text{m}$ sur une pièce en acier, un diélectrique de l'eau-déionisée en température ambiante

6.2.2 Profil latéral des trous percés

L'intérêt de l'étude du profil des trous est de vérifier si la forme des trous est cylindrique et connaître les valeurs du gap latéral et du gap vertical qui sont deux facteurs de mérite permettant de caractériser l'usinage, comme montré sur la figure 6.2.

Lors d'un perçage, deux gaps sont engendrés : le gap latéral et le gap vertical. La figure 6.2 illustre ces deux gaps.

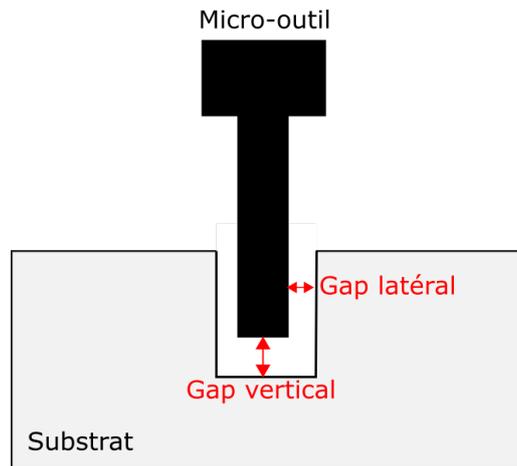


FIGURE 6.2 – Diagramme du gap latéral et vertical

La figure 6.3 montre le profil latéral des trous obtenus après perçage, pour différents diamètres du micro-outil : $250\mu\text{m}$; $125\mu\text{m}$; $80\mu\text{m}$; $40\mu\text{m}$ et $20\mu\text{m}$. D'après ces résultats, nous constatons que les trous percés, avec un micro-outil de diamètre de $40\mu\text{m}$ et $20\mu\text{m}$, sont beaucoup plus coniques que ceux percés avec des micro-outils à grands diamètres ($250\mu\text{m}$; $125\mu\text{m}$ et $80\mu\text{m}$). Cela pourrait avoir plusieurs origines : la vibration du micro-outil due à son facteur de forme élevé. Dans ce cas, afin de la réduire, il est nécessaire de limiter la longueur des micro-outils ce qui permet de rendre le trou plus cylindrique. Il faudra adapter la longueur des micro-outils pour ces diamètres. Il y'a aussi la problématique de la forme du micro-outil dans la partie inférieure ; le micro-outil obtenu après gravure n'est pas parfaitement cylindrique sur toute la longueur, notamment pour les micro-outils gravés ($80\mu\text{m}$; $40\mu\text{m}$ et $20\mu\text{m}$) comme montré sur la figure 6.4. De plus, lors de l'usinage, cette partie va être usée plus que le reste de l'outil. Notre hypothèse est que cette partie d'usinage conditionne la forme finale du cratère. La troisième contrainte est la non-planéité de la pièce ce qui rend le perçage plus profond sur un côté et superficiel sur un autre.

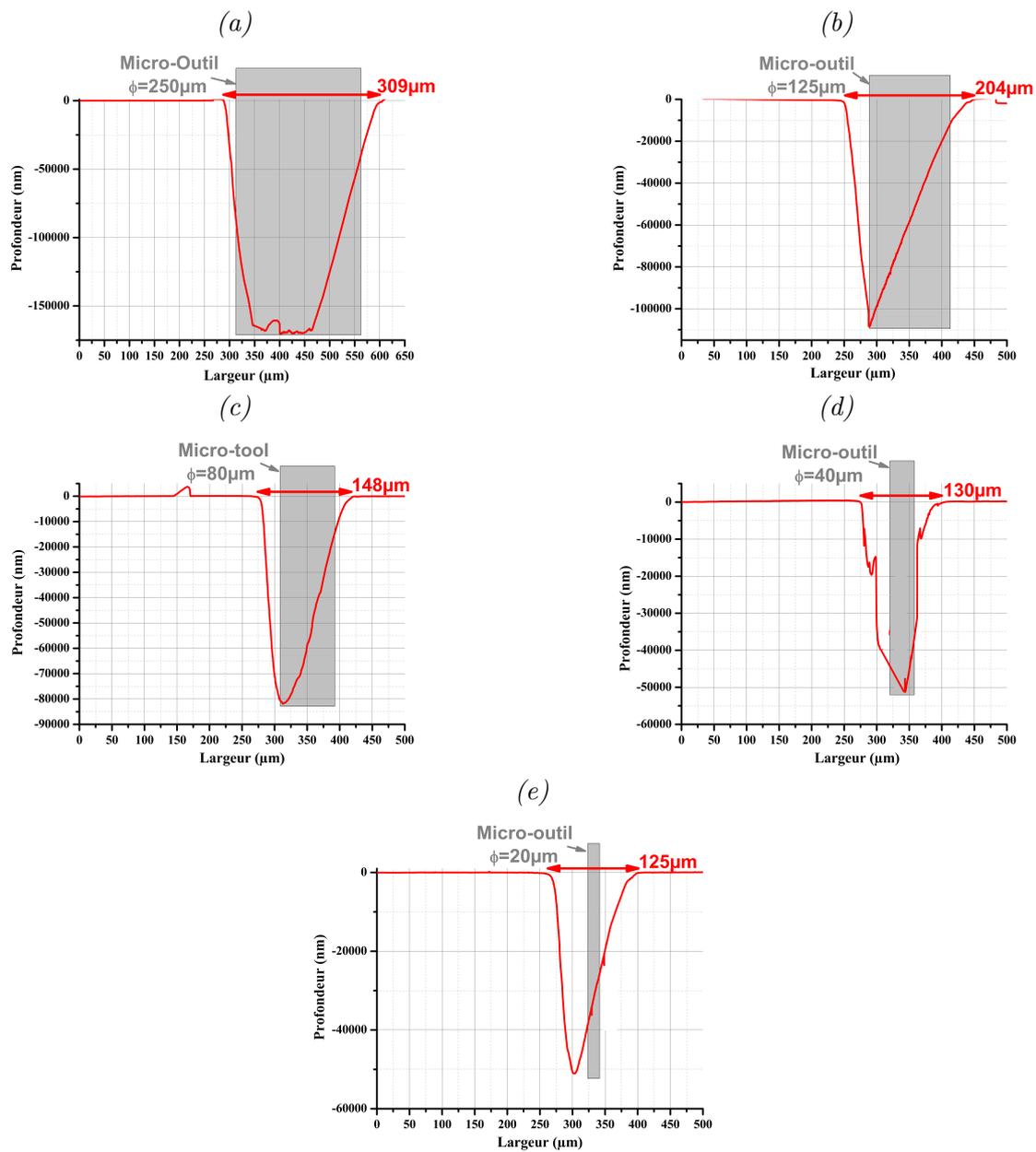


FIGURE 6.3 – Profil latéral, obtenu par un profilomètre, des trous percés par des micro-outils en tungstène de diamètre : (a) $\Phi=250\mu\text{m}$; (b) $\Phi=125\mu\text{m}$; (c) $\Phi=80\mu\text{m}$; (d) $\Phi=40\mu\text{m}$; (e) $\Phi=20\mu\text{m}$ sur une pièce en acier, un diélectrique de l'eau-déionisée en température ambiante

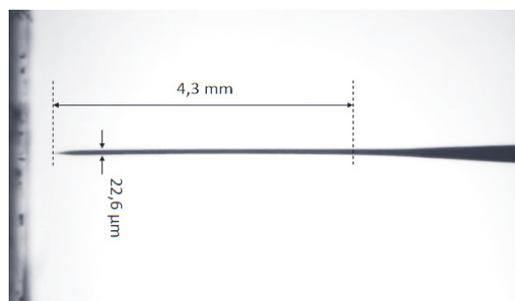


FIGURE 6.4 – Allure du micro-outil en tungstène de facteur de forme 180 et avec une pointe, à l'extrémité, sur $200\mu\text{m}$ de longueur gravé dans une solution NaOH de concentration 4mol/l [21]

6.2.3 Gap latéral et profondeur de trous

D'après la figure 6.5 et le tableau 6.3, le gap latéral est important dans le cas des faibles diamètres ($40\mu\text{m}$ et $20\mu\text{m}$). C'est pour cela que nous proposons de le prendre en considération lors du perçage de trous. Si, à titre d'exemple, le but est de percer un trou de diamètre de $130\mu\text{m}$; il faut utiliser un micro-outil de diamètre de $80\mu\text{m}$ au lieu de $125\mu\text{m}$. Il atteint $53\mu\text{m}$ probablement à cause des vibrations du micro-outil.

De plus, la profondeur des trous est importante dans le cas de micro-outils de grands diamètres ($250\mu\text{m}$; $125\mu\text{m}$ et $80\mu\text{m}$) car le micro-outil s'use moins vite que dans le cas de faibles diamètres ($40\mu\text{m}$ et $20\mu\text{m}$).

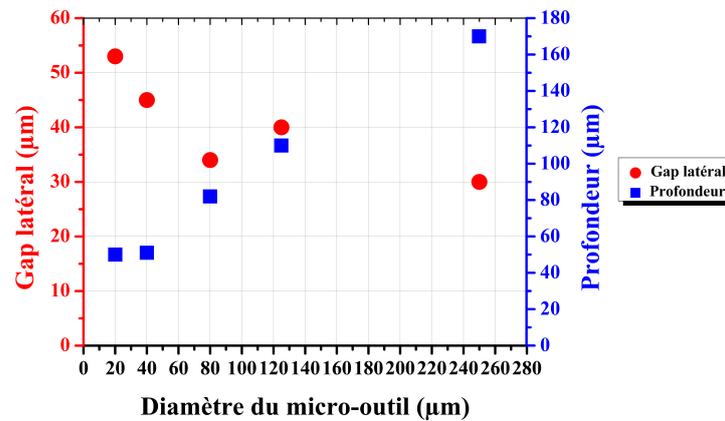


FIGURE 6.5 – Gap latéral et profondeur des trous percés

Diamètre du micro-outil (μm)	Gap latéral (μm)	Profondeur (μm)
250	30	170
125	40	110
80	34	82
40	45	51
20	53	50

TABLE 6.3 – Caractéristiques des trous percés

6.2.4 Contraintes lors du perçage et solutions proposées

L'étude menée dans ce chapitre a montré l'existence de plusieurs problématiques (contraintes), lors du perçage de trous par μ EDM. Maîtriser ces contraintes est nécessaire afin de pouvoir usiner des trous traversants, de faible diamètre (jusqu'à $5\mu\text{m}$). Les problématiques rencontrées peuvent être résumées comme suit :

- La valeur du gap latéral, lors de l'usinage de trous, est importante dans le cas des faibles diamètres ($40\mu\text{m}$ et $20\mu\text{m}$). Il atteint $53\mu\text{m}$ probablement à cause des vibrations du micro-outil. Pour résoudre ce problème, nous proposons de réduire ces vibrations en utilisant un porte-outil, une table anti-vibration et en optimisant le facteur de forme des micro-outils. Ou bien, avant de commencer le perçage, il faut prendre en compte le gap latéral lors du choix du diamètre du micro-outil à utiliser.
- Le contact mécanique, dans certains cas, nous oblige à remonter le micro-outil par pas de $1\mu\text{m}$ jusqu'à ce que nous n'ayons plus le contact mécanique, d'ajouter de l'eau-déionisée pour évacuer les débris. Puis, de redescendre le micro-outil afin de continuer le perçage ; ce qui complexifie le procédé et augmente la durée du perçage. C'est pour cela que l'automatisation du procédé avec une régulation est nécessaire afin de pouvoir percer des trous plus profonds et de réduire le temps total du perçage.
- Les particules qui restent coincées à l'intérieur du trou et qui participent à la déformation de son profil, notamment aux extrémités et en profondeur du trou. Pour ce point, nous proposons le développement d'un process qui contrôle le renouvellement du diélectrique, de manière automatique.

6.3 Conclusion

D'après cette étude préliminaire, les paramètres électriques à utiliser pour des diamètres de $250\mu\text{m}$ à $20\mu\text{m}$ et qui permettent de percer des trous sont : une tension appliquée $V_{EE}=50\text{V}$ et une capacité de travail $C_c=10\text{nF}$. Cependant, le choix du diamètre du micro-outil dépend du diamètre du trou désiré. Par conséquent, il faut prendre en compte le gap latéral.

De plus, le rinçage à l'intérieur du trou doit être automatisé et un jet avec une pression est nécessaire pour évacuer les débris et il doit s'effectuer périodiquement sans perturber le perçage ni faire vibrer le micro-outil.

Conclusions et perspectives

6.4 Bilan général

Cette thèse avait pour objectif l'étude et l'analyse des paramètres physico-chimiques du fraisage par micro-électroérosion (μ EDM) et apport de l'électrochimie sur l'état de surface. L'étude de deux procédés : (1) fabrication des micro-outils cylindriques, en tungstène, par gravure électrochimique, (2) l'usinage de pièces en acier par μ EDM, nous a permis d'obtenir les résultats suivants :

1. Fabrication des micro-outils cylindriques, par gravure électrochimique :

- La caractéristique I(V) est la première étape du protocole de gravure à utiliser. Elle permet de décaper le micro-outil et de vérifier l'absence de problèmes électriques.
- Le contrôle de la quantité de charges et l'automatisation du banc de gravure sont nécessaires dans la fabrication de micro-outils. Le diamètre final dépend fortement de la quantité de charges et la longueur plongée. La moindre erreur au niveau de ces deux paramètres influe sur le diamètre final de l'outil.
- Une tension de gravure $V_{ON}=0,5V$ pour la cellule développée permet d'obtenir une gravure homogène, de manière reproductible, par rapport aux autres tensions étudiées ($V_{ON}=0,1V$; $V_{ON}=1V$).
- Un temps de repos de $T_{OFF}=3s$ est le temps choisi, car il permet de fabriquer des micro-outils en une courte durée (7 minutes). Cependant, un temps de repos de $T_{OFF}=9s$ rend la durée totale de gravure plus longue (20 minutes).
- En utilisant ces paramètres optimaux, la reproductibilité de la gravure avec un fil de tungstène de diamètre initial $\Phi_0=250\mu m$ et une quantité de charges de $Q=13C$ a été validée. Le diamètre des micro-outils obtenus est de l'ordre de $80 \mu m \pm 2 \mu m$.
- Tout micro-outil de diamètre $\Phi > 80 \mu m$ peut être réalisé à partir d'un fil de tungstène de diamètre initial de $250 \mu m$. La quantité de charges appliquée dépend du diamètre désiré. Le point le plus important est que la quantité de charges ne doit pas dépasser $14 C$, car au-delà de cette valeur, la reproductibilité du procédé n'est plus garantie avec le protocole de gravure en une seule étape.

- La fabrication des micro-outils de diamètre $\Phi < 80 \mu m$ a demandé l'amélioration du protocole. La première modification est faite sur le diamètre initial du fil utilisé. Dans notre cas, un micro-outil de diamètre initial de $125 \mu m$ a été choisi. La deuxième amélioration consiste à effectuer plusieurs étapes de gravure sur des longueurs différentes. Ce qui nous a permis d'atteindre un diamètre de $20 \mu m$ sur une longueur de 2 mm d'une manière reproductible.
- Lors de la gravure en plusieurs étapes, dans le cas où le micro-outil est retiré après chaque étape afin de mesurer son diamètre, l'intégration d'un protocole de nettoyage est primordiale. Il permet d'enlever les impuretés collées sur la surface de l'outil et de le protéger des contaminations extérieures qui risquent de modifier le comportement de la cellule lors de la gravure.

2. Usinage des pièces, en acier, par μ EDM :

L'étude expérimentale des paramètres d'usinage et leur effet sur les performances du procédé ont permis de déterminer le gap de claquage et de comprendre l'effet des paramètres sur les performances d'usinage. Les résultats obtenus sont :

- La détermination du gap de claquage, dans nos conditions expérimentales, va nous permettre de prérégler le gap afin d'augmenter la vitesse d'usinage.
- Les paramètres optimaux permettant d'obtenir des résultats satisfaisants au niveau des performances du procédé, sont :

(1) une tension appliquée $V_{EE}=50V$, qui permet d'avoir un cratère hémisphérique, un gap latéral minimal par rapport à une tension appliquée $V_{EE}=75V$ et un volume arraché maîtrisé avec moins de charbonnage du micro-outil.

(2) Une grande capacité de travail, comme $C_c=1\mu F$ ne donne pas des résultats satisfaisants : les cratères obtenus ne sont pas hémisphériques, il y a une dispersion de la matière autour du cratère avec un charbonnage flagrant du micro-outil. De plus, nous avons remarqué des contacts mécaniques plus importants. Les deux capacités $C_c=10nF$ ou bien $C_c=4,7nF$ donnent des résultats similaires : une forme quasi hémisphérique, un gap latéral acceptable avec un volume arraché uniforme. Pendant le perçage des trous, nous nous sommes mis dans les conditions optimales : $V_c=50V$ et $C_c=10nF$.

(3) Concernant le diamètre du micro-outil utilisé, nous proposons d'utiliser des fils à grands diamètres ($\Phi=250\mu m$ et $\Phi=125\mu m$) lors de la phase d'ébauche pendant l'usinage des structures complexes et des micro-outils à faible diamètre ($\Phi=80\mu m$; $\Phi=40\mu m$ et $\Phi=20\mu m$) pendant la phase de finition.

— Lors du perçage de trous, plusieurs problématiques ont été rencontrées :

(1) La valeur du gap latéral est importante dans le cas de faibles diamètres ($40\mu\text{m}$ et $20\mu\text{m}$). Il atteint $45\mu\text{m}$ à cause, probablement, des vibrations du micro-outil.

(2) Le contact mécanique, dans certains cas, nous oblige à remonter le micro-outil par pas de $1\mu\text{m}$ jusqu'à ce que nous n'ayons plus le contact mécanique, d'ajouter de l'eau-déionisée pour évacuer les débris. Puis, de redescendre le micro-outil afin de continuer le perçage ; ce qui complexifie le procédé et augmente la durée du perçage.

(3) Les particules qui restent coincées à l'intérieur du trou et qui participent à la déformation de son profil, notamment aux extrémités et en profondeur du trou. Ces verrous doivent être levés dans la suite des travaux de recherche.

6.5 Perspectives

Ce travail a permis de lever certains verrous scientifiques liés à l'usinage par μEDM , dans la continuité nous proposons plusieurs perspectives permettant d'améliorer le procédé d'usinage par μEDM avec une résolution allant jusqu'à $5\mu\text{m}$. Nous citons, entre autres, les points suivants.

1. Fabrication des micro-outils cylindriques, par gravure électrochimique :

— Afin de fabriquer des micro-outils cylindriques de diamètre de $5\mu\text{m}$ et de facteur de forme >100 , où on arrive à une échelle microscopique voir nanoscopique lors de la gravure, la charge passante dans le matériau, ici fil en Tungstène, réveille l'état cristallin du matériau. En effet, ce dernier doit être le plus homogène possible afin d'assurer une gravure reproductible et automatisable. Pour assurer cette homogénéité, nous faisons souvent passer un fort courant pour recristalliser, sous l'effet joule, le réseau atomique du Tungstène, ce qui fragilise ce dernier, mais permet de faire passer plus de courant (charge). Cette solution est complexe à mettre en œuvre dans un processus de fabrication de pointe. Il existe d'autres solutions, qu'il faut valider dans les prochaines thèses :

(1) Effectuer la mesure du diamètre in situ, de la gravure, en utilisant un micromètre laser. Le diamètre du micro-outil doit être mesuré après chaque étape de gravure sans avoir besoin de l'enlever de la cellule.

(2) Améliorer le programme de contrôle de la quantité de charges, au microcoulomb près, notamment dans la fabrication des micro-outils de diamètre inférieur à $20\mu\text{m}$. Dans ce cas, nous proposons d'utiliser la Spectroscopie d'Impédance Electrochimique (SIE) : cette technique permet de connaître le modèle électrique de la cellule. La SIE est à utiliser après chaque étape de gravure afin de modéliser la cellule à l'équilibre. Selon nos connaissances, le modèle électrique donne plusieurs informations sur la résistance de charge et l'effet capacitif. Pour déterminer le diamètre du micro outil, nous proposons de faire un mappage entre le modèle électrique de la cellule pour un

diamètre donné et le diamètre du micro-outil obtenu après chaque étape de gravure. Des résultats préliminaires sont présentés dans l'annexe A.

2. Usinage des pièces, en acier, par μ EDM :

- Une étude approfondie de la physique du plasma est nécessaire pour maîtriser la naissance des décharges et leur énergie.
- Modélisation des décharges par un circuit électrique afin de pouvoir estimer leur énergie et par conséquent estimer la quantité de matière arrachée par décharge. Nous avons commencé cette étude en proposant un modèle simplifié du plasma des décharges tout en nous appuyant sur la littérature [120]. Notre modèle considère le plasma comme étant un condensateur en parallèle avec une résistance, car le plasma des décharges se comporte comme un condensateur (deux électrodes séparées par un isolant) et la résistance modélise le phénomène de décharge. Ce modèle nécessite des améliorations afin de pouvoir modéliser tout type de décharge.
- Afin de réduire le gap latéral notamment pour le perçage des trous, nous proposons de réduire les vibrations du micro-outil en optimisant le facteur de forme. L'autre solution consiste, avant de commencer le perçage, de prendre en compte le gap latéral lors du choix du diamètre du micro-outil à utiliser.
- L'automatisation du procédé est nécessaire afin de pouvoir percer des trous plus profonds et de réduire le temps total du perçage.
- Le développement d'un process qui contrôle le renouvellement du diélectrique afin de nettoyer le trou en profondeur.

Publications scientifiques

Articles publiés dans des journaux internationaux

1. **Asmae TAFRAOUTI** & Yasmina LAYOUNI. Micro Electrical Discharge Machining (μ EDM) : Holes Drilling and Characterization of the Process Parameters. Journal of Materials Science and Engineering B. 2021. Volume 11
2. **Asmae TAFRAOUTI** & Yasmina LAYOUNI & Pascal KLEIMANN. Manufacturing of Tungsten micro-tools by electrochemical etching : Study of the electrical parameters. Journal of Applied Electrochemistry. (en cours de révision)
3. **Asmae TAFRAOUTI** & Yasmina LAYOUNI & Pascal KLEIMANN. Study of the electrical and geometrical parameters of micro-electrical discharge machining μ EDM. Micro and Nanosystems. (en cours de révision)
4. **Asmae TAFRAOUTI** & Yasmina LAYOUNI & Pascal KLEIMANN. Hole drilling by Micro-Electrical Discharge Machining (μ EDM) : Study of the process performances. Advanced Materials Research. (en cours de révision)

Articles de conférence

1. **Asmae TAFRAOUTI**, Pascal KLEIMANN & Yasmina LAYOUNI. Fabrication of Tungsten high aspect ratio micro-tools by electrochemical etching, by controlling the immersed length and the etching charge. SCT 2021 (Paris, France).
2. **Asmae TAFRAOUTI** & Yasmina LAYOUNI. Micro Electrical Discharge Machining μ EDM : Analysis of the influence of geometrical, physical and electrical parameters on the machining performances. ICNSME 2021 (Aveiro, Portugal).
3. **Asmae TAFRAOUTI**, Yasmina LAYOUNI & Pascal KLEIMANN. Electrochemical Etching of Cylindrical Micro-Tools with a High Aspect Ratio. TFTA 2022 (Copenhagen, Denmark).
4. **Asmae TAFRAOUTI**, Pascal KLEIMANN & Yasmina LAYOUNI. Micro-Electrical Discharge Machining μ EDM : Effect of the electrical parameters on the geometrical performance of the machining. WCMNM 2022 (Leuven, Belgique).

Présentation orale

1. **Asmae TAFRAOUTI**. Fabrication of cylindrical tungsten micro-tools used in micro-electrical discharge machining (μ EDM). ElecNano9 2020 (Paris, France)

Modèle électrique de la cellule de gravure

L'objectif du modèle électrique de la cellule de gravure est de pouvoir mesurer le diamètre de l'outil in situ de la gravure. Dans cette étude, nous modélisons la cellule de gravure pendant la phase de repos. Après chaque étape de gravure, nous effectuons une spectroscopie d'impédance électrochimique SIE afin de déterminer le modèle électrique. Ensuite, nous faisons la liaison avec la théorie pour arriver au diamètre du miro-outil. Dans cette annexe, nous présentons les paramètres électriques du modèle qui entrent en jeu, le modèle équivalent de la cellule. Cela servira dans les prochaines études.

A.1 Spectroscopie d'Impédance Électrochimique SIE

Une cellule électrochimique est un système électrique car elle laisse passer le courant, elle peut se modéliser par un circuit électrique équivalent qui décrit son comportement. La méthode qui permet d'étudier l'interface électrode/électrolyte et d'analyser la cellule électrochimique est appelée : Spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE). Cette méthode est apparue dans les années 1960 et elle est basée sur la détermination de la fonction de transfert pour une perturbation donnée (figure A.1).

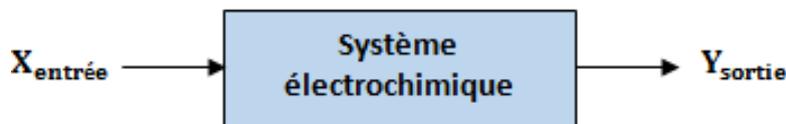


FIGURE A.1 – Schéma d'une fonction de transfert [55]

La SIE mesure l'impédance entre les électrodes et la solution. Un signal alternatif de faible amplitude est appliqué autour d'un point de fonctionnement entre l'électrode de travail (WE) et l'électrode de référence (RE). L'utilisation d'une faible amplitude du signal permet de garder la linéarité des équations courant-tension. La variation de fréquences entre des dizaines de mHz et de plusieurs centaines de KHz pendant la mesure de la SIE de la cellule permet de décrire l'état du système au moment de la perturbation.

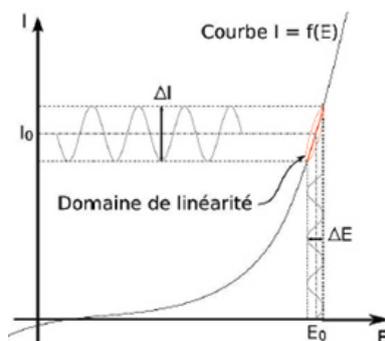


FIGURE A.2 – Schéma d'un système électrochimique non linéaire soumis à une perturbation sinusoïdale [55]

Le signal d'entrée est la tension et le signal de sortie est le courant, la fonction de transfert est définie comme étant l'impédance (eq. A.1) :

$$\bar{Z} = \frac{1}{\bar{Y}} \quad (\text{A.1})$$

Cette impédance peut se mettre sous la forme (eq A.2) :

$$\bar{Z} = \frac{\Delta E}{\Delta I} = \frac{|\Delta E| \exp(j\omega t)}{|\Delta I| \exp(j(\omega t - \phi))} = Z' - jZ'' = |Z(\omega)| e^{(j\phi)} \quad (\text{A.2})$$

ϕ étant le déphasage entre le courant et le potentiel et $|Z(\omega)|$ le module.

— Son module s'écrit alors : $|Z| = \sqrt{\text{Re}(Z)^2 + \text{Im}(Z)^2}$

— Son angle de déphasage : $\phi = \arctan\left(\frac{\text{Im}(Z)}{\text{Re}(Z)}\right)$

A.1.1 Représentation graphique

Il existe deux modes de représentation de l'impédance électrochimique : le diagramme de Nyquist et le diagramme de Bode (figure A.3).

- **Diagramme de Nyquist** : dans le plan complexe en coordonnées cartésiennes, il représente l'impédance électrochimique en plaçant en ordonnée le négatif de la partie imaginaire de l'impédance $-Z''$ et en abscisse les valeurs de la partie réelle Z' . Il permet de déterminer la résistance d'électrolyte R_e en haute fréquence et la résistance de transfert de charge en basse fréquence R_t .
- **Le diagramme de Bode** : permet de visualiser l'impédance électrochimique, le module de l'impédance $|Z|$ en échelle logarithmique est tracé en fonction de la fréquence. Il permet de calculer la capacité d'interface C_I à partir de la fréquence de coupure f_c .

Ces paramètres R_e , R_t et C_I seront définis dans la partie suivante.

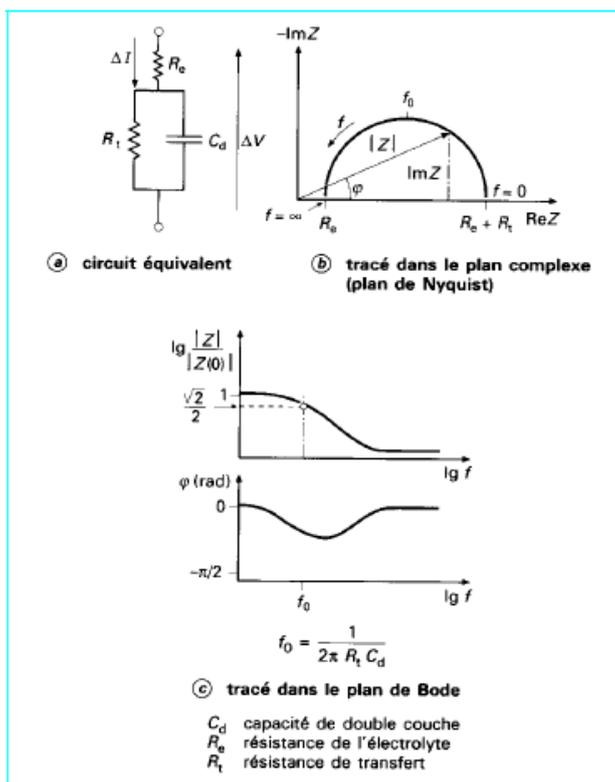


FIGURE A.3 – Modèle de Randles et tracé de l'impédance d'une cellule électrochimique [55]

A.2 Modélisation interface électrode/électrolyte

A partir des graphes qui illustrent la variation de l'impédance électrochimique en fonction de la fréquence et les définitions présentées dans la section précédente, la cellule électrochimique peut être modélisée par une impédance électrique, en construisant un circuit électrique équivalent qui décrit les divers phénomènes qui se déroulent à l'interface électrode/électrolyte. Chaque composant, du modèle électrique, va décrire un phénomène particulier, la façon de le mettre dans le circuit (en série ou en parallèle) est important pour décrire exactement le phénomène physico-chimique correspondant. Plusieurs modèles décrivent le comportement de l'interface électrode/électrolyte ont été proposés dans la littérature. Le plus connu d'entre eux est celui de Randles.

A.2.1 Modèle de Randles

Ce modèle décrit le comportement des cellules électrochimiques où se produit une réaction faradique. Dans le cas où il n'y a pas de diffusion, il se compose de la résistance d'électrolyte R_e , la capacité d'interface C_I , la résistance de transfert de charge R_t (Figure A.4 (a)). Par contre, s'il y a la diffusion, une impédance de Warburg Z_W est mise en série avec R_t (Figure A.4 (b)).

La diffusion est un type de transport de matière, elle est due au gradient de concentration que provoque la réaction à l'électrode.

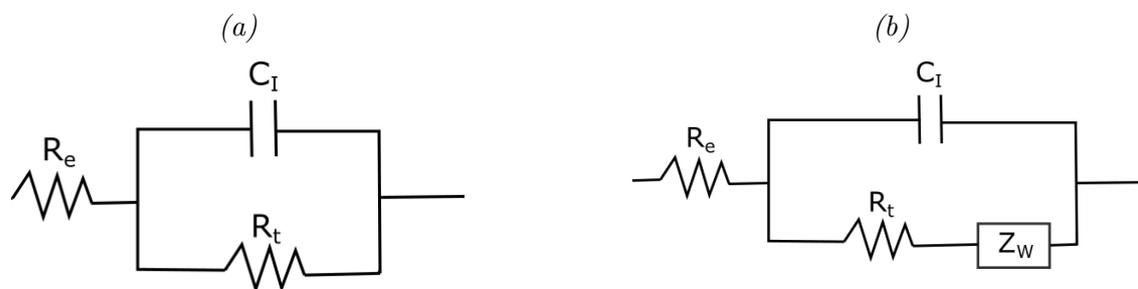


FIGURE A.4 – Modèle de Randles [55]

A.2.1.1 Résistance de l'électrolyte R_e

Quand une électrode est mise en contact avec l'électrolyte, une variation de potentiel et de courant dans l'électrolyte se crée, ce qui conduit à une chute ohmique. Cette chute ohmique est décrite comme étant la résistance d'électrolyte R_e . Elle est définie dans le cas général, par l'équation (A.3) :

$$R_e = K \cdot \sigma \quad (\text{A.3})$$

- K : Facteur de la cellule électrochimique
- σ : Résistivité de la solution

Dans le cas de deux électrodes de même section, elle est définie par l'équation (A.4) :

$$R_e = \frac{\sigma \cdot d}{S} \quad (\text{A.4})$$

où :

- σ : Résistivité de la solution
- d : Distance entre les deux électrodes
- S : Section commune des électrodes

Donc, le potentiel appliqué U' est la somme de la tension thermodynamique (U) et la chute ohmique $R_e \cdot I$, comme montré dans l'équation (A.5).

$$U' = U + R_e \cdot I \quad (\text{A.5})$$

- U' : Tension appliqué
- U : Tension thermodynamique calculé à partir de l'équation de Nernst
- R_e : Résistance de l'électrolyte
- I : Courant qui circule dans la cellule électrochimique

Equation de Nernst (eq A.6) :

$$U = U_{eq} + \frac{RT}{nF} \ln\left(\frac{[ox]^a}{[Red]^b}\right) \quad (\text{A.6})$$

Où :

- U : la tension en Volt

- U_{eq} : la tension de repos en Volt
- R : constante des gaz parfaits $R = 8,3145 J.mol^{-1}.K^{-1}$
- T : la température en Kelvin (K)
- F : la constante de Faraday ($F=96\,485 C.mol^{-1}$)
- n : le nombre des électrons échangés

A.2.1.2 Capacité d'Interface C_I

Dans une cellule électrochimique, il existe des phénomènes capacitifs responsables de l'observation d'un courant même si aucune réaction se produit. Ce courant est différent du courant faradique (courant dû à la réaction électroactive), son origine est le comportement électrique de l'interface électrode/électrolyte où se produit une accumulation de charge au niveau de l'interface comme un condensateur chargé [55].

La formation d'une double couche d'ions est un autre phénomène qui se déroule à l'interface électrode /électrolyte. Lorsqu'une perturbation sinusoïdale est appliquée pendant la mesure de l'impédance, cette couche se charge et se décharge. Donc, elle se comporte comme un condensateur électrique. Elle génère un courant I_c qui dépend de la fréquence de la perturbation.

En général, l'impédance d'un condensateur de capacité C , est donné par l'équation (A.7) :

$$Z_c(\omega) = -\frac{1}{j\omega C} \quad (\text{A.7})$$

avec :

$$C = \varepsilon\varepsilon_0 \frac{A}{e}$$

Plusieurs modèles ont été proposés afin de connaître la structure de cette double couche : la répartition des charges à l'interface Electrode/Electrolyte en fonction de la différence du potentiel de l'interface $\phi_M - \phi_s$.

A.2.1.3 Le modèle de Helmholtz

En adsorption spécifique (absence d'interactions fortes avec la surface de l'électrode), les ions ne peuvent pas s'approcher de l'interface de l'électrode qu'à une distance nanométrique (quelques dixièmes de nanomètres). Cela est dû à l'influence du champ électrique de l'interface électrode/électrolyte (Force électrostatique des ions). Par conséquent, le centre de ces ions se placent sur une surface parallèle à celle de l'électrode (le plan de Helmholtz PH, figure A.5). C'est la couche de Helmholtz (couche compacte) est comprise entre la surface de l'électrode et le plan de Helmholtz, elle contient que les molécules du solvant orientées par le champ électrique.

Donc, l'excès de charge à côté de l'électrolyte est réparti uniformément sur l'interface de l'électrode à une distance x_H . La double couche se comporte comme un condensateur plan parallèle dont la capacité est donnée par l'équation (A.8) :

$$C_H = \frac{\varepsilon_0 \varepsilon_r}{e_{SEH}} S \quad (\text{A.8})$$

- ε_0 : Permittivité du vide
- ε_r : Permittivité électrique du solvant
- e_{SEH} : Distance entre les deux plans parallèles, de quelques nanomètres
- S : Surface de la section considérée

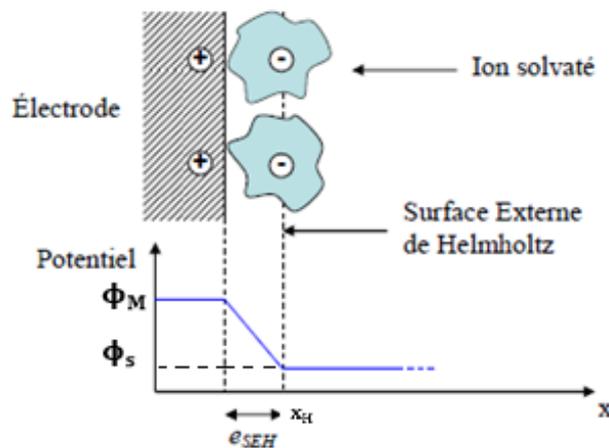


FIGURE A.5 – Modèle de Helmholtz [55]

A.2.1.4 Le modèle de Gouy et Chapman

Les ions accumulés près de l'électrode sont soumis à une agitation thermique qui les éloigne de l'interface et entraîne l'établissement d'une couche de répartition des ions non adsorbés. Cette couche s'appelle la couche diffuse de Gouy-Chapman [55].

Ce modèle repose sur l'existence, à proximités de la surface de l'électrode, d'une couche qui s'appelle «couche diffuse» qui a des propriétés différentes à celles de la solution, mais au-delà d'une certaine distance (longueur de Debye L_D), cette couche possède les caractéristiques de la solution (tension de repos, concentrations en ions identiques à celles de la solution). C'est une zone de transition où la distribution de charges tend graduellement vers une situation de répartition homogène. La figure A.6 montre l'atténuation progressive de la tension en fonction de la distance.

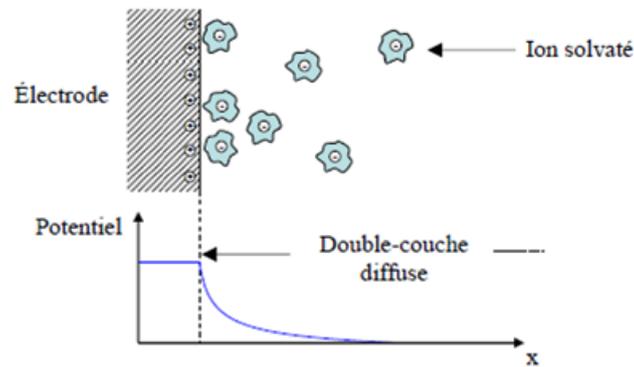


FIGURE A.6 – Modèle de Gouy et Chapman [55]

Cette capacité est définie par [55] :

$$C_{GC} = \frac{\varepsilon_0 \varepsilon_r S}{L_D \cosh\left(\frac{z\phi_0}{2V_{th}}\right)} \quad (\text{A.9})$$

- ε_0 : Permittivité du vide ($8,8510^{-12}$ F/m)
- ε_r : Permittivité du liquide physiologique ($\varepsilon_{eau} = 78$ à 25°C)
- S : Surface de l'électrode
- z : Charge des ions en solution
- ϕ_0 : Potentiel appliqué à l'électrode
- L_D : Longueur de Debye
- n_0 : Nombre d'ions dans la solution sans polarisation
- V_{th} : Tension thermique, $V_{th} = \frac{KT}{q}$
- $K=1,3810^{-23}$ J/K : Constante de Boltzmann
- T : Température en Kelvin
- $q=1,60210^{-19}$ C : Charge élémentaire en Coulomb

Une autre formule qui permet de calculer la capacité de Gouy-Chapman, est :

$$C_{GC} = \sqrt{\frac{2\varepsilon_0 \varepsilon_r F^2 z^2 C_{moy}^0}{RT}} \cosh\left(\frac{-zF}{2RT} U\right) \quad (\text{A.10})$$

- F : Constante de Faraday 96485 C/mol
- z : Charge des ions en solution
- C_{moy}^0 : Concentration d'espèces ioniques loin des électrodes
- T : Température en K
- U : Potentiel appliqué dans la solution
- R : Constante des gaz parfaits $8,314\text{J.K}^{-1}.\text{mol}^{-1}$

A.2.1.5 Le modèle de Stern

Ce modèle est le regroupement des deux modèles précédents (celui de Helmholtz et celui de Gouy-Chapman). Il considère l'existence d'une couche compacte à l'interface (type Helmholtz) et une couche diffuse (type Gouy-Chapman). Le plan qui sépare la couche compacte de la couche diffuse s'appelle le plan de Stern (Figure A.7).

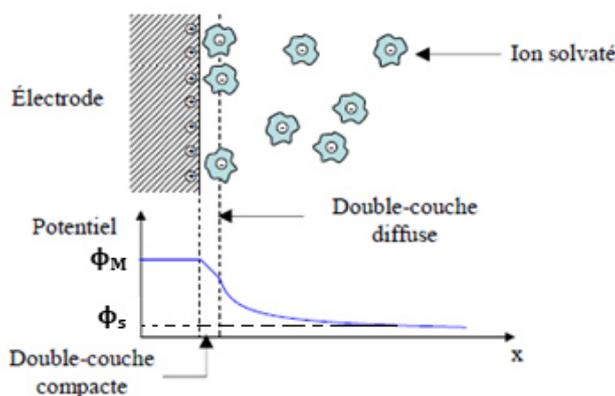


FIGURE A.7 – Modélisation de la double-couche électrochimique [55]

La capacité de la double couche (modèle de Stern) est, donc, la mise en série de deux condensateurs : l'un correspond à la couche compacte C_H et l'autre à la couche de Gouy-Chapman C_{GC} , comme montré sur l'équation (A.11) :

$$C_s = \left(\frac{1}{C_H} + \frac{1}{C_{GC}} \right)^{-1} \quad (\text{A.11})$$

A.2.1.6 Impédance faradique Z_F

L'impédance faradique modélise les phénomènes qui se produisent pendant une réaction redox. Cette impédance se compose de la résistance de transfert de charge R_t et de l'impédance de Warburg Z_W .

A.2.1.6.1 La résistance de transfert de charges R_t :

Pendant l'équilibre de la cellule électrochimique (absence de la polarisation), les courants d'oxydation et de réduction correspondent à la densité de courant d'échange J_0 . Lorsqu'une tension est appliquée, le courant d'oxydation et de réduction sont différents. Cela est dû au transfert de charge entre la solution et l'électrode. La résistance de transfert de charges est donné par l'équation (A.12) :

$$R_t = \frac{R.T}{J_0 z F} \quad (\text{A.12})$$

- $R = 8,31 J.mol^{-1}.K^{-1}$: Constante des gaz parfaits
- z : Valence
- J_0 : Densité de courant d'échange
- $F = 96485 C/mol$: Constante de Faraday

A.2.1.6.2 Impédance de Warburg Z_W :

Elle décrit le transport de matière par diffusion. Il existe plusieurs formules mathématiques qui permettent de calculer cette impédance, elles dépendent de l'hypothèse choisie pour décrire la variation de concentration des éléments dans la couche de diffusion. Si la couche de diffusion est considérée comme semi-infinie, l'impédance de Warburg s'écrit de cette façon (eq A.13)[55] :

$$Z_W(\omega) = \frac{\sigma(1-j)}{\sqrt{\omega}} \quad (\text{A.13})$$

Si la couche de diffusion est considérée avoir **une épaisseur finie**, l'impédance de Warburg est donnée par l'équation suivante (eq A.14) [55] :

$$Z_W(\omega) = R_d \frac{\tanh(\sqrt{j\omega} \frac{\delta_n^2}{D})}{\sqrt{j\omega} \frac{\delta_n^2}{D}} \quad (\text{A.14})$$

— R_d : Résistance de diffusion

— δ_n : Épaisseur de la couche de diffusion selon le modèle de Nernst

Si la couche de diffusion est **infinie**, l'impédance de Warburg s'écrit sous cette forme (eq 1.15) :

$$Z(\omega) = \frac{R_t \lambda}{\sqrt{j\omega}} \quad (\text{A.15})$$

où :

$$\lambda = \frac{k_d}{\sqrt{D_{Ox}}} + \frac{k_i}{\sqrt{D_{Red}}}$$

k_d et k_i sont les vitesses de réaction directe et inverse exprimées en $mol.s^{-1}.m^{-2}$.

A.2.1.7 Représentation graphique :

Le tracé du spectre d'impédance dans le plan de Nyquist permet de déterminer graphiquement les paramètres électriques de la cellule. En haute fréquence, la résistance d'électrolyte R_e est déterminée par l'intersection du demi-cercle avec l'axe des abscisses. Tandis qu'en basse fréquence, nous trouvons la somme de la résistance d'électrolyte R_e et la résistance de transfert de charges R_t (figure A.8 (a)). La capacité d'interface C_I est déterminée à partir de la fréquence de coupure f_c . L'impédance de Warburg Z_W est connue par l'apparition d'une droite à 45° en basse fréquence sur le diagramme de Nyquist (figure A.8 (b)).

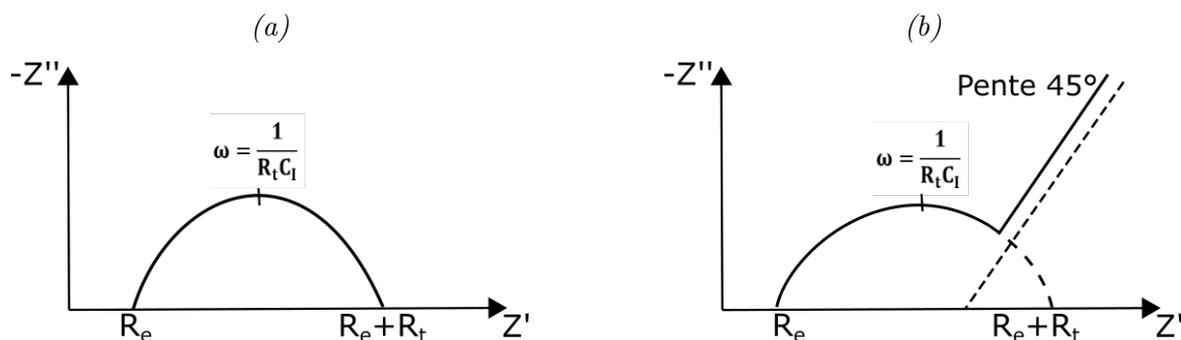


FIGURE A.8 – Représentation graphique : (a) Transfert de charge seul ; (b) Transport de matière par diffusion[55]

A.3 Constant Phase Element (CPE)

Une dispersion en fréquence (non-idéal) est souvent rencontrée dans les diagrammes d'impédance électrochimique, elle ne peut pas être ajustée à l'aide des éléments simples, comme : la résistance, la capacité, l'inductance ou l'impédance de diffusion (élément de Warburg). Cette dispersion en fréquence est décrite comme étant un changement de capacité en fonction de la fréquence qui peut être exprimée par le terme CPE (Élément à phase constante). Ce composant se caractérise par sa phase constante sur toute la bande fréquentielle. L'équation (A.16) décrit l'impédance de CPE dans le cas général :

La littérature propose plusieurs définitions qui mettent en équation cette dispersion en fréquence. Elle s'exprime comme étant [55] :

$$Z_{CPE} = \frac{1}{T(j\omega)^\phi} \quad (\text{A.16})$$

avec :

- $\omega = 2\pi f$
- T : Constante exprimée en $F.cm^{-2}.s^{\phi-1}$
- ϕ : Un nombre relié à l'angle de rotation de la droite purement capacitive dans le plan complexe de Nyquist.

Une autre équation, est [55] :

$$Z_{CPE} = \frac{Q}{(j\omega)^{1-\alpha}} \quad (\text{A.17})$$

avec :

- Q est en $\Omega.cm^2.s^{1-\alpha}$
- $1 - \alpha$ ayant la même signification que Q décrit précédemment

Nous trouvons, aussi, ces deux formules dans la littérature [55] :

$$Z_{CPE} = \frac{1}{Q_a(j\omega)^\alpha} \quad (\text{A.18})$$

$$Z_{CPE} = \frac{1}{(Q_b j\omega)^\alpha} \quad (\text{A.19})$$

Q_a et Q_b sont exprimés respectivement en $\Omega^{-1} \cdot m^{-2} \cdot s^\alpha$ et $(\Omega \cdot m^2)^\frac{1}{\alpha} \cdot s^\alpha$.

Le comportement du CPE dépend de la valeur de l'exposant α :

- Si α est proche de 0, le CPE représente une résistance
- Si α est proche de -1, le CPE est une inductance
- Si $\alpha = 0.5$, le comportement de CPE est celui d'une impédance de diffusion de Warburg
- Si $\alpha = 1$, le CPE est une capacité

La valeur du paramètre α peut être extraite à partir de la pente du diagramme. Elle représente le logarithme de la partie imaginaire sur le logarithme de la fréquence, dans le domaine de la fréquence associée au comportement CPE.

La figure A.9 montre un exemple de cette représentation, si α est égal à 1, le CPE se comporte comme une capacité.

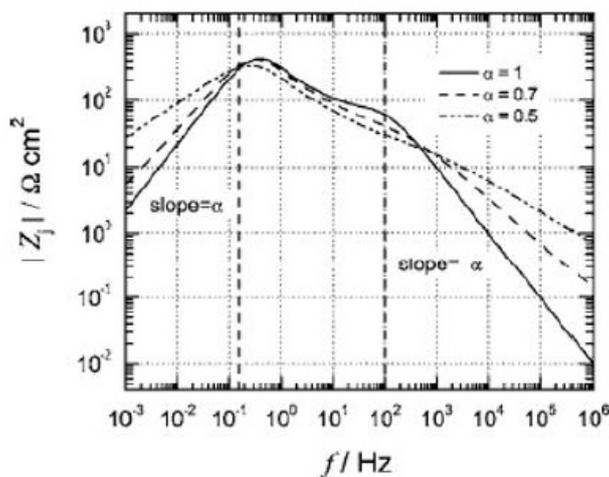


FIGURE A.9 – Détermination du paramètre α à partir de la pente de la courbe dans la représentation de la partie imaginaire en fonction de la fréquence en coordonnées logarithmiques [55]

A.3.1 Phénomènes physiques engendrant l'apparition d'un CPE :

Plusieurs phénomènes entraînent l'apparition d'un CPE. Dans la littérature, nous trouvons cinq cas [55] :

- Hétérogénéité et rugosité de surface
- Électrode poreuse
- Modification de la composition de revêtements
- Phénomènes d'adsorption lents
- Influence de la distribution de courant et du champ de potentiel

A.4 Résultats expérimentaux

Dans cette partie, nous allons présenter la SIE avant et après gravure ainsi que le modèle équivalent de la cellule. Les expériences montrées dans cette section ont été effectuées dans les conditions expérimentales suivantes :

- Solution NaOH de concentration 4mol/l
- Micro-outil (WE) en tungstène : il représente l'électrode de travail, il est mis en anode. Son diamètre est de $250\mu\text{m}$ et la longueur plongée est de 2cm
- Contre-électrode (CE) en platine, sous forme de serpentín
- Électrode de référence (RE) de type Ag/AgCl/KCl saturé
- Temps de gravure 75s

A.4.1 SIE avant/ après gravure

L'impédance électrochimique a été mesurée autour du potentiel de repos $V_{OFF}=-0,8\text{V}$ en utilisant un potentiostat équipé d'un logiciel qui permet de générer le diagramme de Nyquist et déterminer les paramètres électriques de la cellule. La mesure d'impédance est effectuée avant et après gravure afin d'étudier l'impédance de la cellule dans les deux cas et voir si elle varie lorsque la gravure du micro-outil est effectué.

D'après la littérature, en haute fréquence l'intersection avec l'axe des abscisses permet de déterminer la résistance d'électrolyte. Tandis qu'en basse fréquence, se trouve la résistance de transfert de charges. La capacité de transfert se détermine à partir de la fréquence de coupure.

A partir du diagramme de Nyquist obtenu, nous avons déterminé les paramètres électriques de la cellule. La figure A.10 montre la variation des paramètres électriques du modèle avant/après gravure, cela est dû à la diminution de diamètre de micro-outil après gravure ce qui entraîne l'augmentation de la résistance de transfert de charge R_t et la diminution de la capacité d'interface C_I . Les valeurs de ces paramètres avant/après gravure sont montrés dans le tableau (tableau A.1).

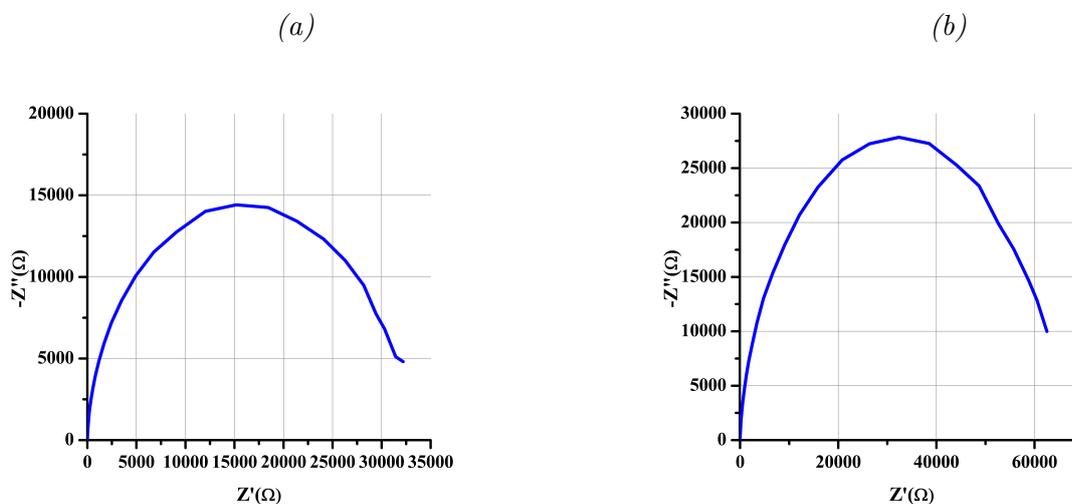


FIGURE A.10 – Diagramme de Nyquist : (a) avant gravure ; (b) après gravure

Gravure	$\Phi(\mu\text{m})$	$R_e(\Omega)$	$R_t(\text{K}\Omega)$	$C_I(\mu\text{F})$	$f_c(\text{Hz})$
Avant	247	2,6	68,4	5,97	0,39
Après	211	2,3	95,9	4,25	0,39

TABLE A.1 – Paramètres électriques de la cellule avant/ après gravure

A.4.2 Modèle équivalent de la cellule pendant le repos

La figure A.11 montre le diagramme de Nyquist obtenu. Il comporte deux courbes, celui en pointillé décrit le comportement de la cellule, tandis que celui en continu montre l'ajustement du modèle électrique proposé. Nous constatons que le modèle avec CPE décrit précisément la cellule dans les deux bandes fréquentielles (basse et haute).

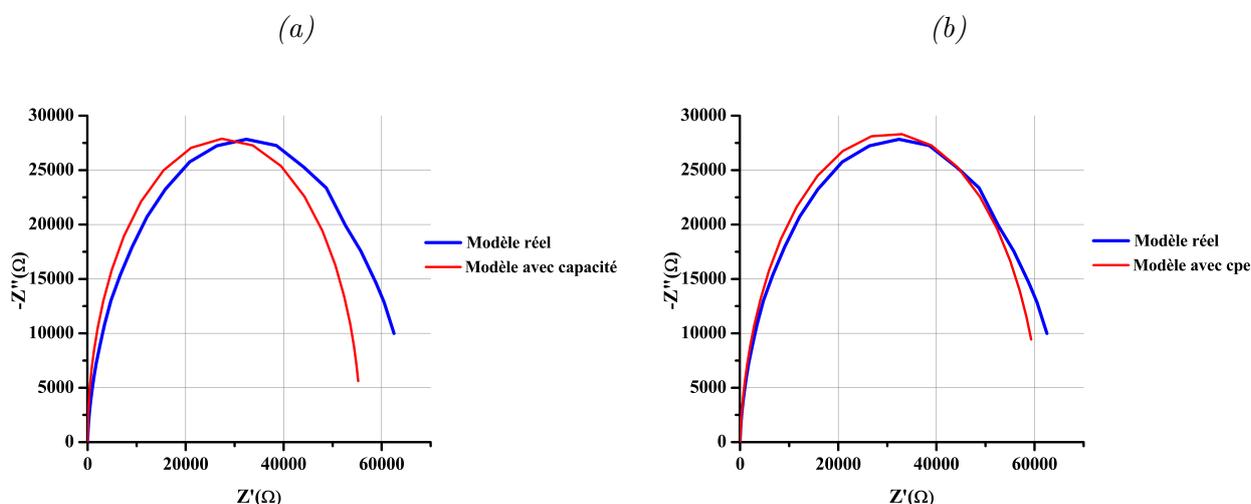


FIGURE A.11 – Le fit avec : (a) capacité; (b) CPE

Le modèle électrique de la cellule pendant le repos permet d'avoir une idée sur le comportement de la cellule. Elle est équivalente au modèle de Randles sans impédance de Warburg. Une étude approfondie est nécessaire afin de pouvoir déterminer le diamètre du micro-outil en utilisant cette technique et en exploitant les résultats expérimentaux montrés dans cette annexe.

A.4.3 Conclusion

Dans cette annexe, nous avons pu déterminer comment modéliser une cellule électrochimique et déterminer ses paramètres. Une étude complémentaire du procédé est nécessaire afin d'effectuer la liaison entre les paramètres du modèle et le diamètre de l'outil.

Protocole de nettoyage

Dans la littérature, plusieurs équipes sont intéressées à nettoyer les outils fabriqués après gravure. L'équipe Setvinn et al [123] a étudié l'efficacité de quatre protocoles de nettoyage. Le premier protocole consiste à rincer l'outil par l'eau-déionisée chauffée et l'éthanol. Le deuxième protocole se base sur l'échauffement de l'outil à une température élevée (800 ° C) afin d'enlever toutes les impuretés collées sur l'outil. La troisième méthode se représente dans l'échauffement de l'outil en utilisant le bombardement d'électron. Et, le dernier protocole utilise l'auto-pulvérisation de l'outil. Tous ces protocoles ont permis d'enlever quasiment les impuretés collées sur l'outil.

Une autre équipe [124] a procédé au nettoyage de l'outil par son rinçage en utilisant l'acétone et l'eau-déionisée pour quelques secondes puis vérifier l'enlèvement des impuretés à travers l'utilisation d'un microscope optique. Et par la suite, stocker les outils nettoyés dans un dessiccateur pour les protéger de toutes les impuretés existants dans l'air.

L'étude effectuée par Ekvall et al [125] a englobé plusieurs méthodes de nettoyage. Parmi elles, nous trouvons l'échauffement de l'outil dans une chambre UHV puis le pulvériser. L'autre protocole se base sur l'utilisation de l'acide fluorhydrique. Ces propositions ont permis de protéger relativement les outils des contaminations extérieures. Cependant, selon leurs constats, ils restent encore des améliorations à ajouter afin de perfectionner le nettoyage des outils.

Avant d'exploiter ces protocoles fournis par la littérature, il est primordial de tenir en compte les contraintes de notre procédé qui consiste à garder l'outil dans sa position sans l'enlever lors de nettoyage. Pour cette raison, nous nous sommes inspirés des suggestions citées dans la littérature pour monter notre propre protocole de nettoyage qui consiste à immerger la partie gravée de l'outil dans l'éthanol, l'acétone puis l'éthanol. Le micro-outil est gardé dans chaque solution pour une durée de 2 min. Afin d'accélérer l'enlèvement des impuretés collées sur la surface de l'outil, les deux solutions (éthanol, acétone) sont mis en mode agitation avec une vitesse de 165 trs/min. Le choix de cette vitesse d'agitation était fait en testant d'autres vitesses, et nous avons constaté qu'une vitesse supérieure à celle choisie entraîne la cassure de l'outil, et qu'une inférieure garde la solution dans l'état statique.

Le rôle de l'éthanol est de protéger le micro-outil des contaminations du milieu extérieur, tandis que l'acétone sert à enlever les résidus collés sur la surface du micro-outil.

Caractérisation des paramètres expérimentaux μ EDM

Dans cette annexe, nous présentons les résultats expérimentaux obtenus (Énergie totale des décharges, volume arraché, nombre des décharges) des trois échantillons (cratères) effectuées dans les mêmes conditions.

C.1 $C_c=10\text{nF}$

— Énergie totale des décharges des trois échantillons

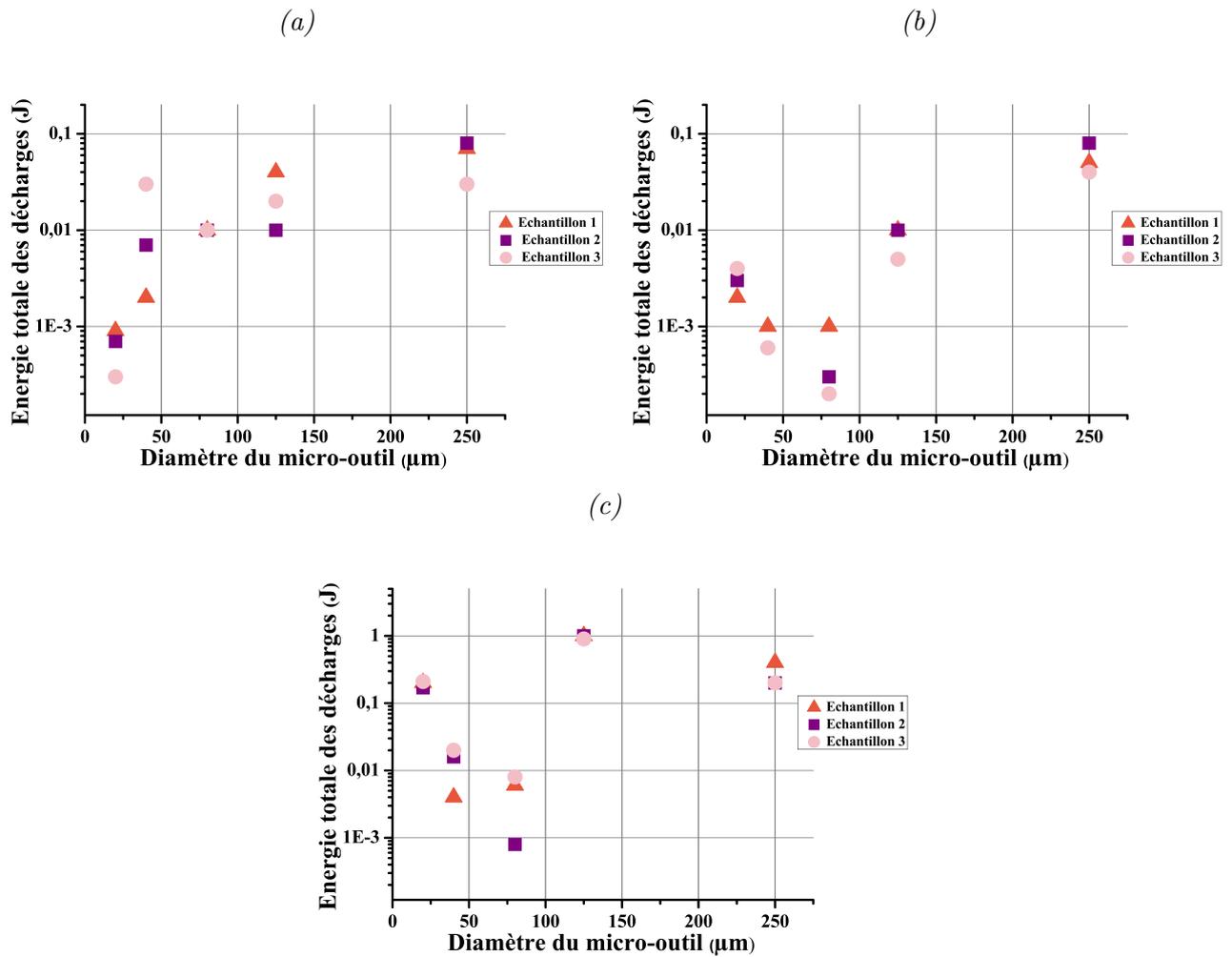


FIGURE C.1 – Énergie totale des décharges de trois échantillons ($C_c=10\text{nF}$) : (a) $V_{EE}=25\text{V}$; (b) $V_{EE}=50\text{V}$; (c) $V_{EE}=75\text{V}$

— Volume de la quantité de matière arrachée pour les trois échantillons

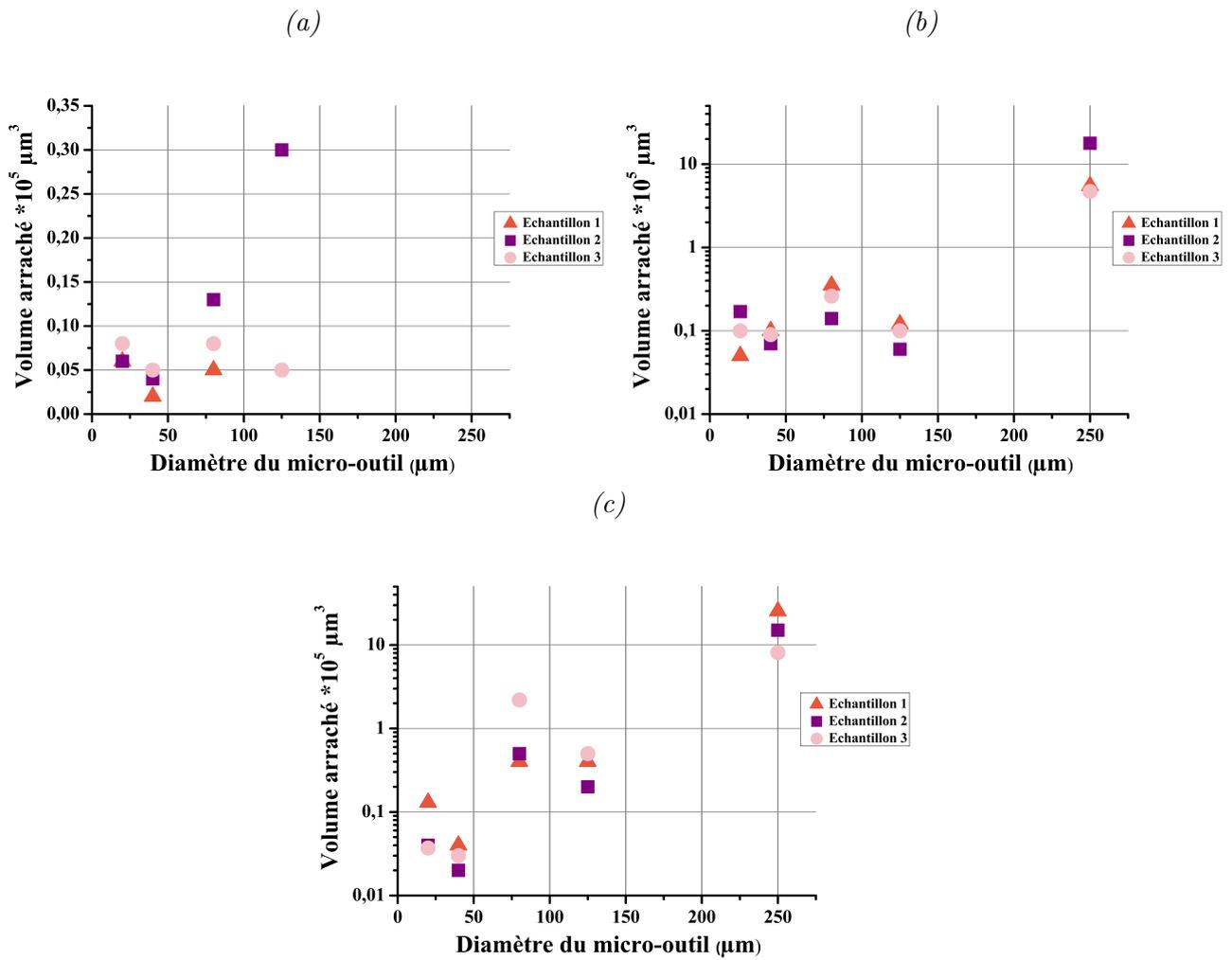


FIGURE C.2 – Volume arraché de trois échantillons ($C_c=10nF$) : (a) $V_{EE}=25V$; (b) $V_{EE}=50V$; (c) $V_{EE}=75V$

— Nombre des décharges pour les trois échantillons

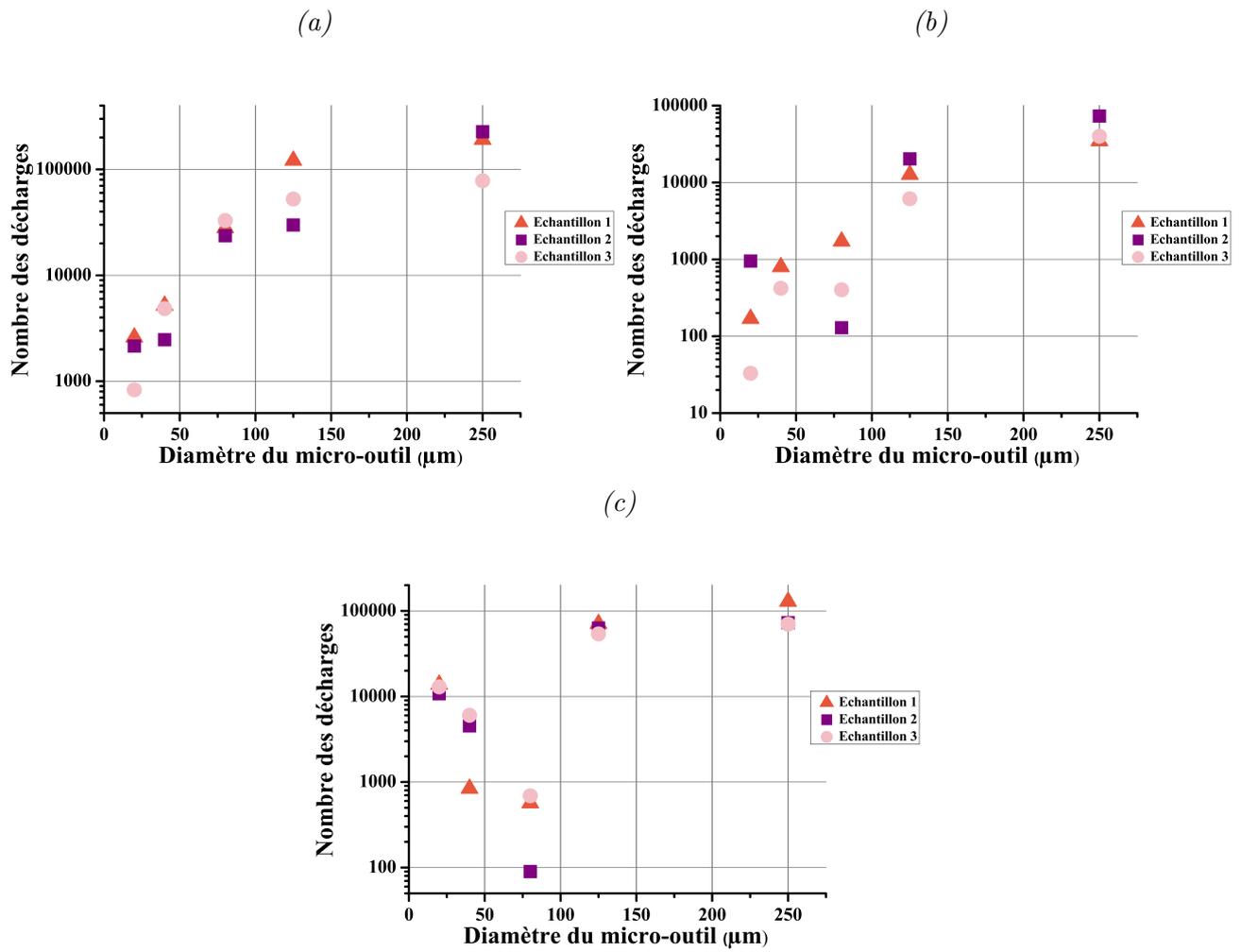
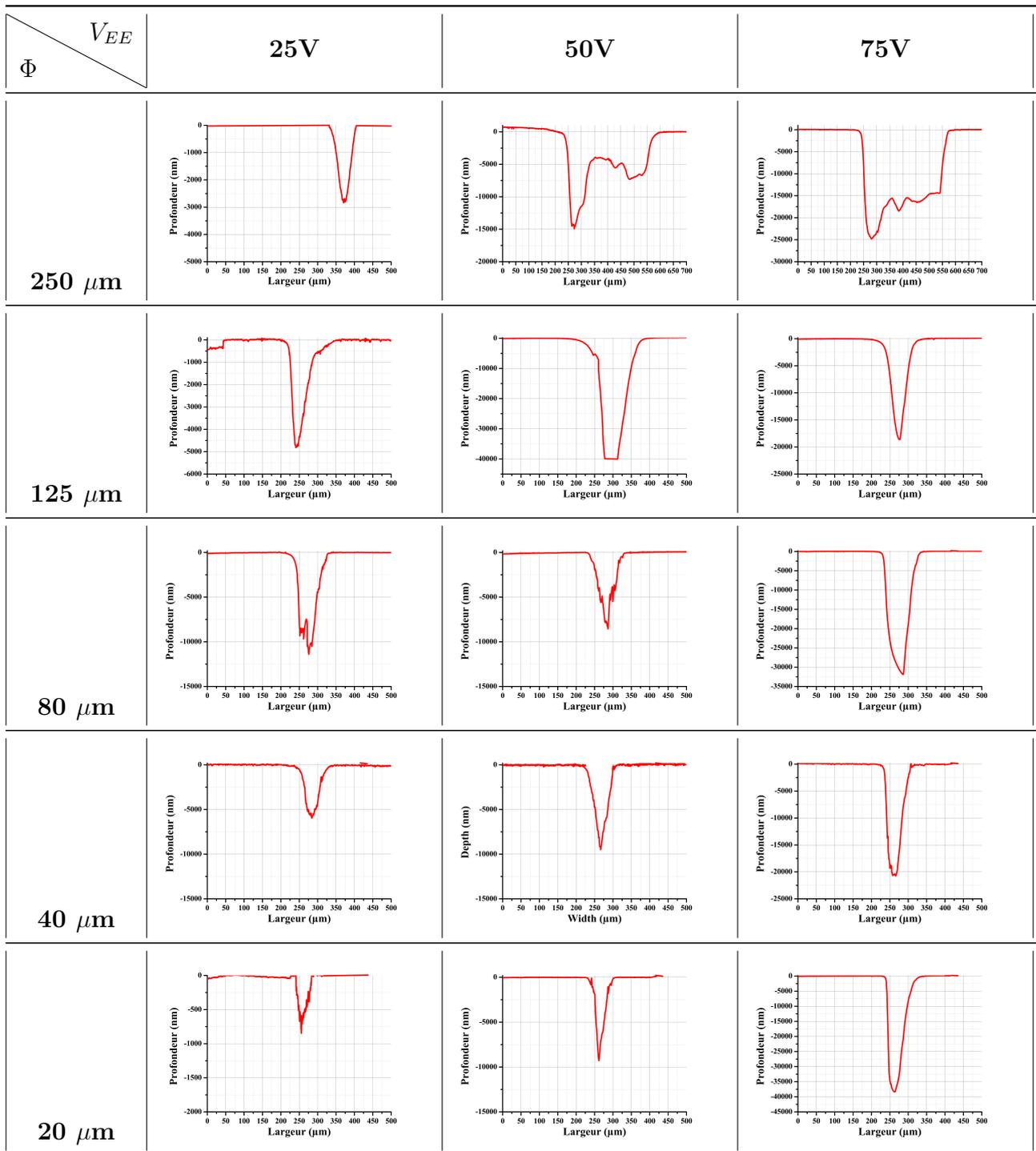


FIGURE C.3 – Nombre des décharges de trois échantillons ($C_c=10\text{nF}$) : (a) $V_{EE}=25\text{V}$ (b) $V_{EE}=50\text{V}$ (c) $V_{EE}=75\text{V}$

— Profil latéral des cratères

TABLE C.1 – Profil latéral des cratères pour $C_c=10\text{nF}$

C.2 $C_c=4,7nF$

— Énergie totale des décharges pour les trois échantillons

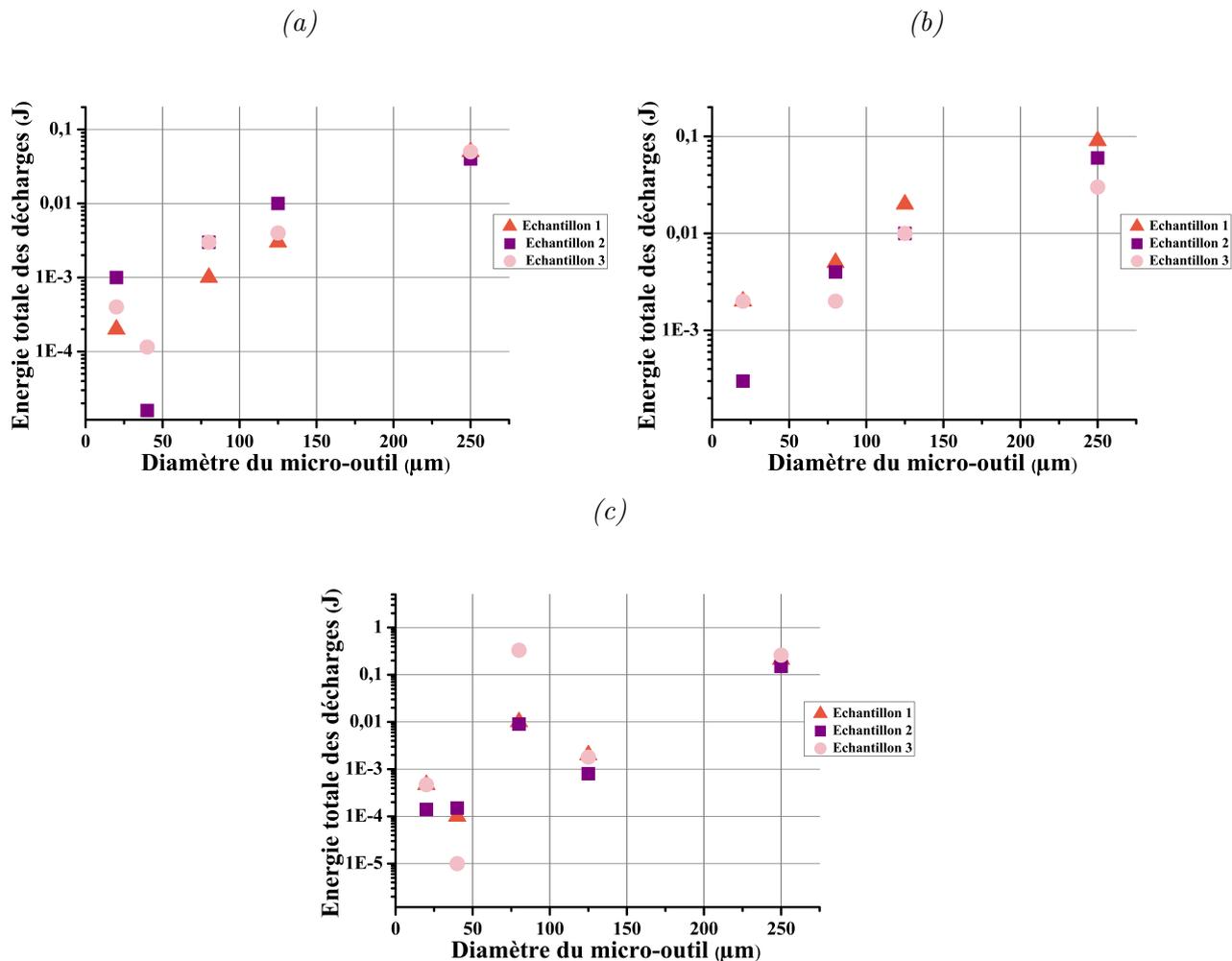


FIGURE C.4 – Énergie totale des décharges de trois échantillons ($C_c=4,7nF$) : : (a) $V_{EE}=25V$; (b) $V_{EE}=50V$; (c) $V_{EE}=75V$

— Volume de la quantité de matière arrachée pour les trois échantillons

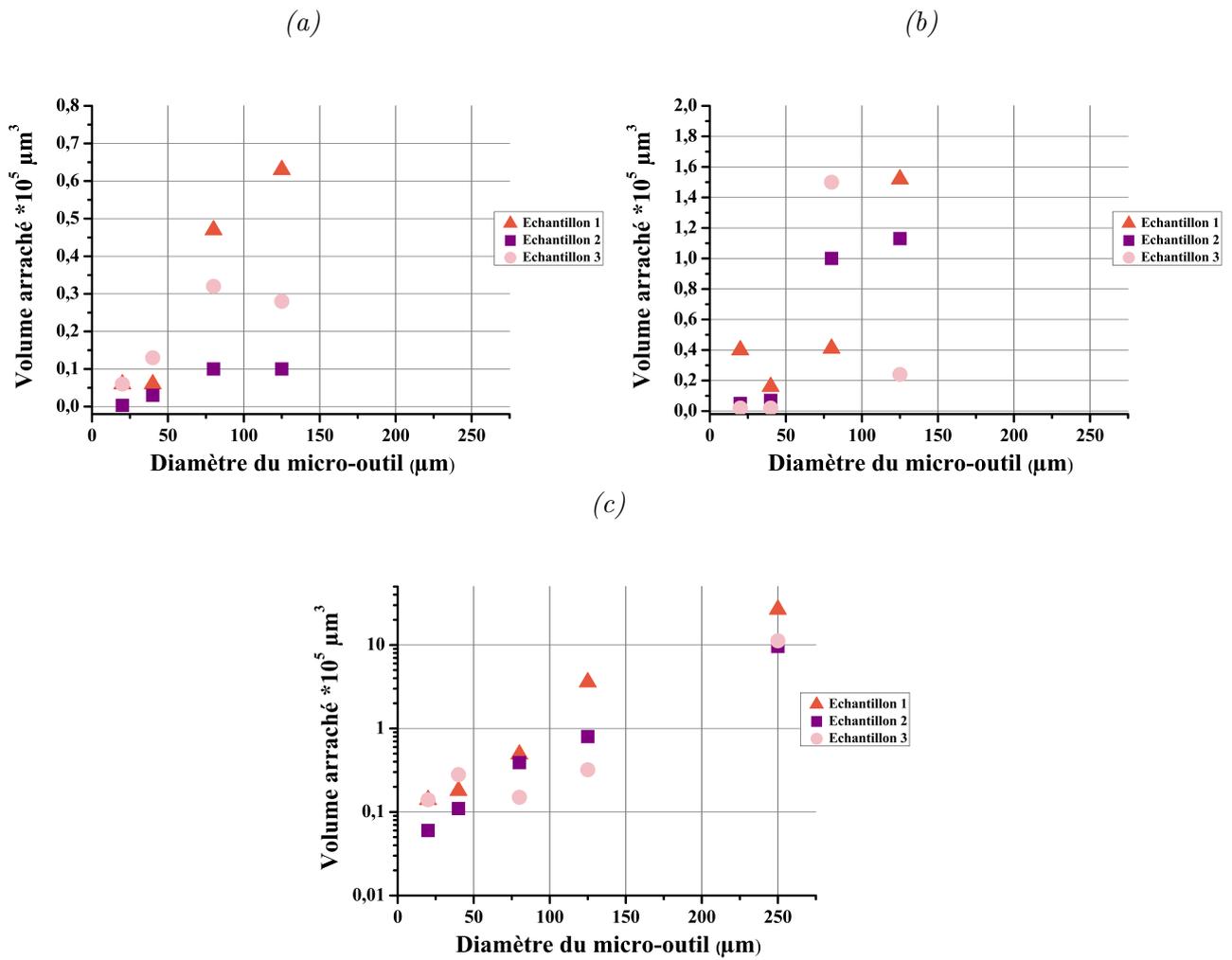


FIGURE C.5 – Volume arraché de trois échantillons ($C_c=4,7\text{nF}$) : (a) $V_{EE}=25\text{V}$; (b) $V_{EE}=50\text{V}$; (c) $V_{EE}=75\text{V}$

— Nombre des décharges pour les trois échantillons

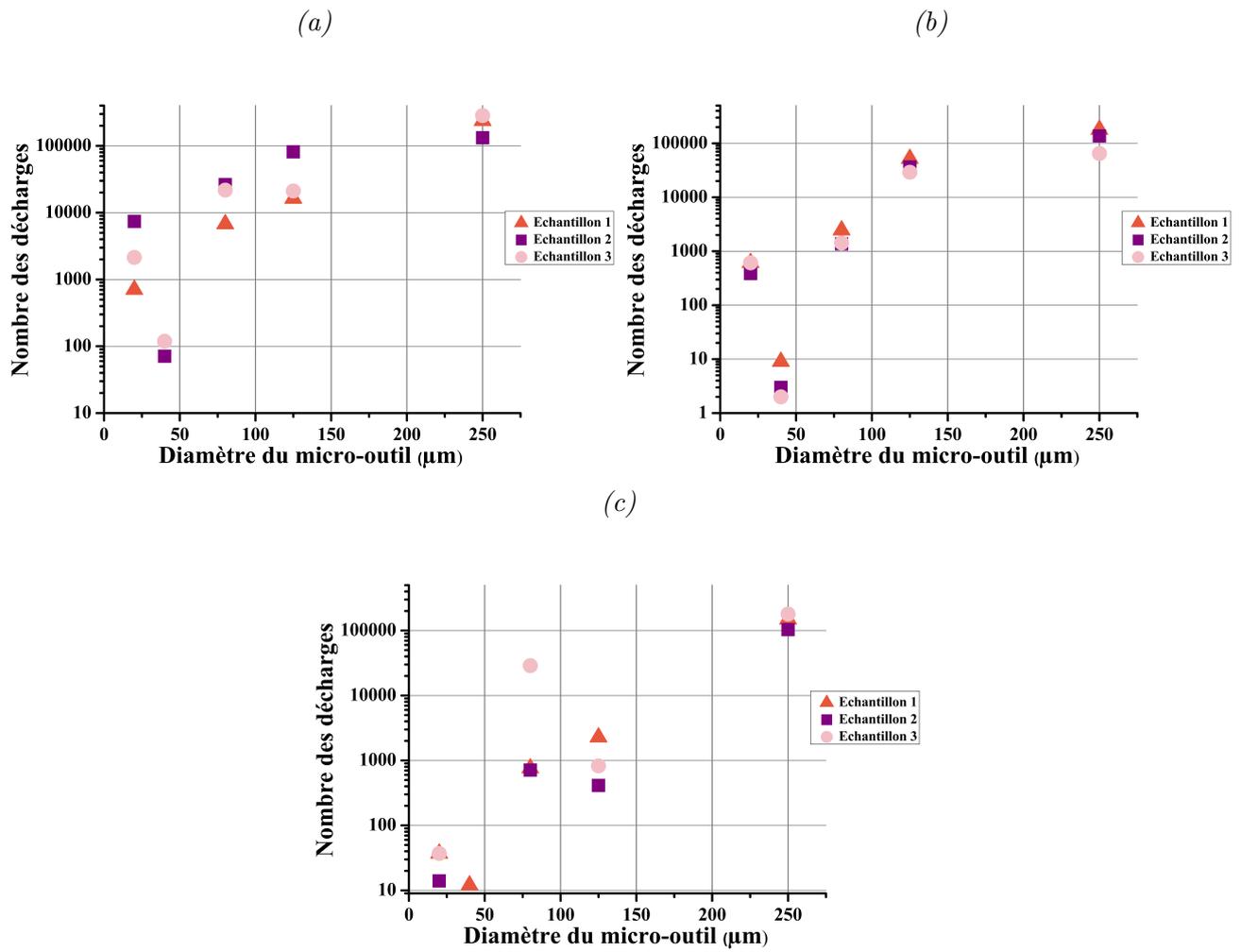


FIGURE C.6 – Nombre des décharges de trois échantillons ($C_c=4,7\text{mF}$) : : (a) $V_{EE}=25\text{V}$; (b) $V_{EE}=50\text{V}$; (c) $V_{EE}=75\text{V}$

C.3 $C_c=1\mu\text{F}$

— Énergie totale des décharges pour les trois échantillons

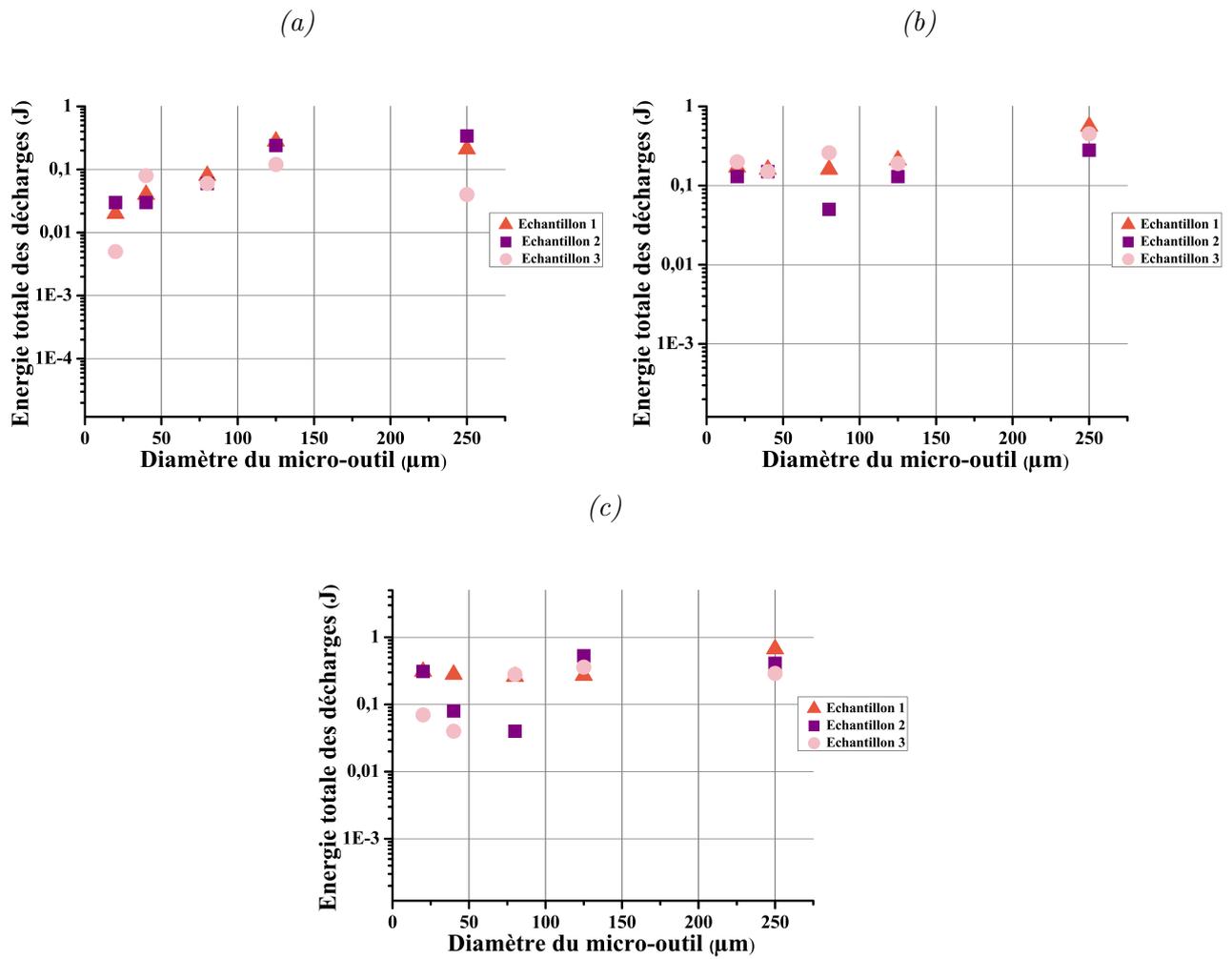


FIGURE C.7 – Énergie totale des décharges de trois échantillons ($C_c=1\mu\text{F}$) : : (a) $V_{EE}=25V$; (b) $V_{EE}=50V$; (c) $V_{EE}=75V$

— Nombre des décharges pour les trois échantillons

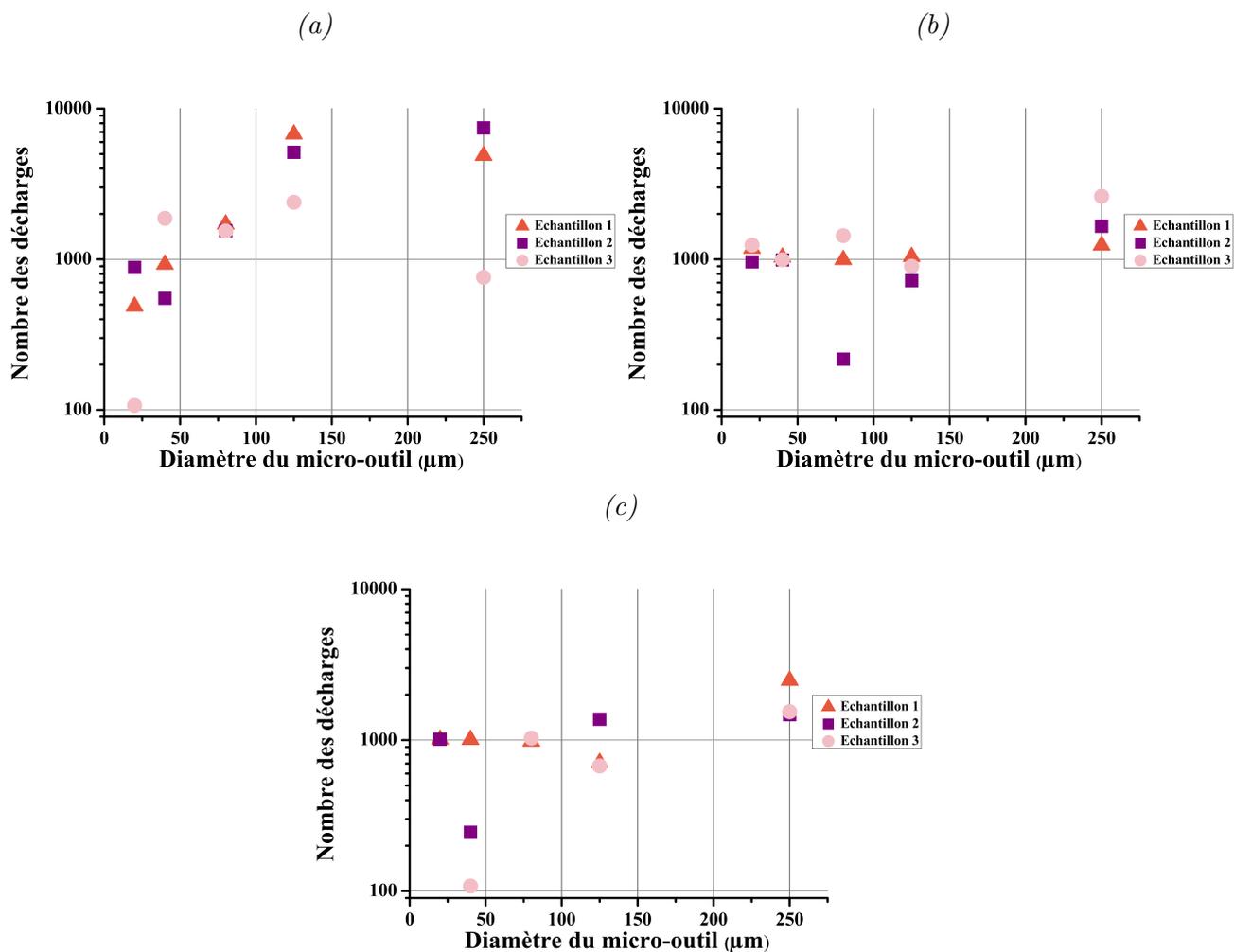


FIGURE C.8 – Nombre des décharges de trois échantillons ($C_c=1\mu F$) : (a) $V_{EE}=25V$; (b) $V_{EE}=50V$; (c) $V_{EE}=75V$

Je vous remercie de la lecture de mes travaux de thèse !

Contacts



asmaetafraouti@gmail.com



[@asmaetafraouti](#)

Bibliographie

- [1] J. Paulo Davim. Microfabrication and precision engineering : Research and development. *Woodhead Publishing Ltd*, 2016.
- [2] Luc G. Fréchette, Stuart A. Jacobson, Kenneth S. Breuer, Frederic F. Ehrich, R. Ghodssi, and R. Khanna. Demonstration of a microfabricated high-speed turbine supported on gas bearings. *Solid-State Sens. Actuator Work*, 2000.
- [3] J. Peirs, D. Reynaerts, and F. Verlpaetsen. A microturbine for electric powergeneration. *Sensors Actuators A Phys*, 2004.
- [4] T. Velten, H. H. Ruf, D. Barrow, N. Aspragathos, P. Lazarou, C. Khan Malek, M. Richter, J. Kruckow, and M. Wackerle. Packaging of bio-mems :strategies, technologies, and applications. *IEEE Transactions on Advanced Packaging*, 2005.
- [5] R. A. M. Receveur, F. W. Lindemans, and N. Fde Rooij. Microsystem technologies for implantable applications. *J. Micromechanics Microengineering*, 2007.
- [6] G. Cusanelli, M. Minello, F. Torchia, W. Ammann, and PE. Grize. Properties of micro-holes for nozzle by micro-edm. *15th International Symposium on ElectroMachining (ISEM XV)*.
- [7] O. de la Iglesia, V. Sebastian, R. Mallada, G. Nikolaidis, J. Coronas, G. Kolb, R. Zapf, V. Hessel, and J. Santamaria. Preparation of pt/zsm-5 films on stainless steel microreactors. *Catal. Today*, 2007.
- [8] R. Luttge. Nano-and microfabrication for industrial and biomedical applications. *Elsevier*, 2016.
- [9] C. K. Malek, J. C. Jeannot, and M. Froelicher. Multi-material micro/nanomanufacturing at femto-innovation. *International Journal of Technology Transfer and Commercialisation*, 2008.
- [10] J. Lin, CG. Zhang, Z. Yan, Y. Zhu, ZW. Peng, RH. Hauge, D. Natelson, and JM. Tour. 3-dimensional graphene carbon nanotube carpet-based microsupercapacitors with high electrochemical performance. *Nano Lett*, 2013.
- [11] K. Cheval, J. Coulm, and S. Gout. Progress in the manufacturing of molded interconnected devices by 3d microcontact printing. *Advances Materials Research*, 2014.
- [12] K. Cheval. *Etude et réalisation de circuits imprimés sur substrats polymères 3D (MID 3D) par microtamponnage*. PhD thesis, Université Claude Bernard Lyon 1, 2015.

-
- [13] K. Takahata, N. Shibaike, and H. Guckel. High-aspect-ratio wc-co microstructure produced by the combination of liga and micro edm. *Microsyst. Technol*, 2000.
- [14] Y.Y. Hu, D. Zhu, N.S. Qu, Y.B. Zeng, and P.M. Ming. Fabrication of high-aspect-ratio electrode array by combining uv-liga with micro electro-discharge machining. *Microsyst. Technol*, 2009.
- [15] K. P. Rajurkar, G. Levy, A. Malshe, M.M Sundaram, J. McGeough, X. Hu, R. Resnick, and A. DeSilva. Micro and nano machining by electro-physical and chemical processes. *CIRP Ann. - Manuf. Technol*, 2006.
- [16] M. Jahan, M. Rahman, and Y.S. Wong. A review on the conventional and microelectro-discharge machining of tungsten carbide. *Int. J. Mach. Tools Manuf*, 2011.
- [17] G. Barillaro, A. Nannini, and M. Piotta. Electrochemical etching in hf solution for silicon micromachining. *Sensors Actuators A Phys*, 2002.
- [18] D. Zhu, K. Wang, and N.S. Qu. Micro wire electrochemical cutting by using in situ fabricated wire electrode. *CIRP Ann. - Manuf. Technol*, 2007.
- [19] H. Klank, J. P. Kutter, and O. Geschke. Co₂-laser micromachining and back-end processing for rapid production of pmma-based microfluidic systems. *R. Soc. Chem*, 2002.
- [20] G. Della Valle, R. Osellame, and P. Laporta. Micromachining of photonic devices by femtosecond laser pulses. *J. Opt. A Pure Appl. Opt*, 2009.
- [21] R. Dahmani. *Optimisation d'un procédé d'usinage par microélectroérosion*. PhD thesis, Université Claude Bernard Lyon 1, 2015.
- [22] A. Benilov. *Nouveaux procédés d'élaboration et de mise en oeuvre de capteurs et microsystèmes en silicium et silicium poreux par des méthodes luminescentes et électriques*. PhD thesis, Ecole Centrale de Lyon, 2007.
- [23] G. Girardin. *Développement d'un procédé d'usinage par micro-électroérosion*. PhD thesis, Université Claude Bernard Lyon 1, 2012.
- [24] S. Singh and A. Bhardwaj. Review to edm by using water and powder-mixed dielectric fluid. *J. od Miner. Mater. Charact. Eng*, 2011.
- [25] Ajay M. Sidpara and G. Malayath. Micro electro discharge machining principles and applications. *CRC Press*, 2020.
- [26] B. Lauwers, J.P. Kruth, W. Liu, W. Eeraerts, B. Schacht, and P. Bleys. Investigation of material removal mechanisms in edm of composite ceramic materials. *Journal of Materials Processing technology*, 2004.
- [27] H. S. Lim, Y.S. Wong, M. Rahman, and M.K. Edwin Lee. A study on the machining of high-aspect ratio micro-structures using micro-edm. *J. Mater. Process. Technol*, 2003.
- [28] D. T. Pham, S.S. Dimov, S. Bigot, A. Ivanov, and K. Popov. Micro-edm—recent developments and research issues. *J. Mater. Process*, 2004.
- [29] M. Rahman, H.S. Lim, K.S. Neo, and S.K. Anantharajan. Toolbased nanofinishing and micromachining. *J. Mater. Process. Technol*, 2007.
- [30] S. Kuriakose, K. Mohan, and M.S. Shunmugam. Data mining applied to wire-edm process. *Journal of Materials Processing Technology*, 2003.

-
- [31] C. Joseph. *Contribution à l'accroissement des performances du processus de micro-EDM par l'utilisation d'un robot*. PhD thesis, EPFL, 2005.
- [32] M. Sablier. Usinage électrochimique. *Technique de l'Ingénieur*, 1996.
- [33] S. Yoshimoto and S. Hasegawa. Dynamic electrochemical-etching technique for tungsten tips suitable for multi-tip scanning tunneling microscopes. *E-J. Surf. Sci. Nanotechnol*, 2007.
- [34] H.-J. Lim, Y.-M. Lim, and S.-H. Kim. Fabrication of tungsten micro-punch for micro-nozzles. *Review of Scientific Instruments*, 2001.
- [35] M. Anik. pH-dependent anodic reaction behavior of tungsten in acidic phosphate solutions. *Electrochim. Acta*, 2009.
- [36] B.-F. Ju, Y.-L. Chen, and Y. Ge. The art of electrochemical etching for preparing tungsten probes with controllable tip profile and characteristic parameters. *Rev. Sci. Instrum*, 2011.
- [37] M. Anik. Anodic reaction characteristics of tungsten in basic phosphate solutions. *Corros. Sci*, 2010.
- [38] H.-J. Lim, Y.-M. Lim, and S.H Kim. Fabrication of tungsten micro-punch for micro-nozzles. *Rev. Sci. Instrum*, 2001.
- [39] R. D. Armstrong, K. Edmondson, and R.E. Firman. The anodic dissolution of tungsten in alkaline solution. *J. Electroanal. Chem. Interfacial Electrochem*, 1972.
- [40] G. S. Kelsey. The anodic oxidation of tungsten in aqueous base. *J. od Electrochem. Soc*, 1977.
- [41] I. Ekvall, E. Wahlstrom, D. Claesson, H. Olin, and E. Olsson. Preparation and characterization of electrochemically etched w tips for stm. *Meas. Sci. Technol*, 1999.
- [42] Y.-M. Lim and S.H Kim. An electrochemical fabrication method for extremely thin cylindrical micropin. *Int. J. Mach. Tools Manuf*, 2001.
- [43] M. Kulakov, I. Luzinov, and K.G. Kornev. Capillary and surface effects in the formation of nanosharp tungsten tips by electropolishing. *Int. J. Mach. Tools Manuf*, 2009.
- [44] Y. Liu, D. Zhu, Y. Zeng, and H. Yu. Development of microelectrodes for electrochemical micromachining. *Int. J. Adv. Manuf. Technol*, 2011.
- [45] M. Nave, B. Rubin, V. Maximov, S. Creager, and K.G. Kornev. Transport-limited electrochemical formation of long nanosharp probes from tungsten. *Int. J. Mach. Tools Manuf*, 2013.
- [46] A. J. Melmed. The art and science and others aspects of making sharp tips. *Journal of Vacuum Science & Technology B*, 1991.
- [47] Y. M. Lim and S.H. Kim. Diameter control of an extremely thin cylindrical microprobe by electrochemical etching. *Rev. Sci. Instrum.*, 2000.
- [48] et al. H.-J. Lim, Y. Lim. Fabrication of arbitrarily shaped microelectrodes by electrochemical etching. *Japanese Journal of Applied Physics*, 2003.
- [49] S. H. Choi, S.H. Ryu, D.K. Choi, and C.N. Chu. Fabrication of wc micro-shaft by using electrochemical etching. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2006.

- [50] R. Mathew and M. Sundaram. Modeling and fabrication of micro tools by pulsed electrochemical machining. *J. Mater. Process. Technol*, 2012.
- [51] R. Stone, M. Rosamond, L. Coleman, and al. Tungstate sharpening : A versatile method for extending the profile of ultra sharp tungsten probes. *Review of Scientific Instruments*, 2013.
- [52] Y. Khan, H. Al-Falih, Y. Zhang, and al. Two-step controllable electrochemical etching of tungsten scanning probe microscopy tips. *Rev. Sci. Instrum*, 2012.
- [53] Y. Wang, Y. Zeng, N. Qu, and D. Zhu. Note : Electrochemical etching of cylindrical nanopores using a vibrating electrolyte. *Rev. Sci. Instrum*, 2015.
- [54] W.T. Chang, I.S. Hwang, M.T. Chang, C.Y. Lin, W.H. Hsu, and J.L. Hou. Method of electrochemical etching of tungsten tips with controllable profiles. *Review of Scientific Instruments*, 2012.
- [55] J. Jorcin. *Spectroscopie d'impédance électrochimique locale : caractérisation de la délamination des peintures et de la corrosion des alliages Al-Cu*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Toulouse, 2007.
- [56] M. Hecke and W.K. Schomburg. A review on micro molding of thermoplastic polymers. *J. Micromech. Microeng*, 2004.
- [57] M. Vaezi, H. Seitz, and S. Yang. A review on 3d micro-additive manufacturing technologies. *Int. J. Adv. Manuf. Technol*, 2013.
- [58] D. Huo. Micro-cutting : Fundamentals and applications. *John Wiley & Sons*, 2013.
- [59] M. Jahan, M. Rahman, and Y.S. Wong. Micro-electrical discharge machining (microedm) : Processes, varieties, and applications, comprehensive materials processing. *Materials Science and Materials Engineering*, 2014.
- [60] R. Mhanna, F. Qiu, L. Zhang, Y. Ding, K. Sugihara, M. Zenobi-Wong, and B. J. Nelson. Artificial bacterial flagella for remote-controlled targeted single-cell drug delivery. *Small*, 2014.
- [61] L. G. Fréchet, S. Jacobson, K. S. Breuer, F. F. Ehrich, R. Ghodssi, and X. Zhang. Demonstration of a microfabricated highspeed turbine supported on gas bearings. *Solid-State Sensor and Actuator Workshop*, 2000.
- [62] J. Priestley. The history and present state of electricity, with original experiments. *Polytechnique britannique*, 1769.
- [63] A. Anders. Tracking down the origin of arc plasma science. *IEEE Trans. Plasma Sci*, 2003.
- [64] A. Descoedres. *Characterization of electrical discharge machining plasmas*. PhD thesis, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, 2006.
- [65] M. P. Jahan, M. Rahman, and Y. S. Wong. A review on the conventional and microelectrodischarge machining of tungsten carbide. *Int. J. Mach. Tools Manuf*, 2011.
- [66] T. Gietzelt and L. Eichhorn. Mechanical micromachining by drilling, milling and slotting. *Micromachining Techniques for Fabrication of Micro and Nano Structures*, 2012.
- [67] K. P. Rajurkar and Z. Y. Yu. 3d micro-edm using cad /cam. *CIRP Ann. Manuf. Technol*, 2000.

- [68] C. Joseph. *Contribution à l'accroissement des performances du processus de micro-EDM par l'utilisation d'un robot à dynamique élevée et de haute précision*. PhD thesis, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, 2005.
- [69] A. Descoedres, CH. Hollenstein, G. Walder, and R. Perez. Time-resolved imaging and spatially-resolved spectroscopy of electrical discharge machining plasma. *J. Phys. D. Appl. Phys*, 2005.
- [70] A. Descoedres, C. Hollenstein, R. Demellayer, and G. Walder. Optical emission spectroscopy of electrical discharge machining plasma. *J. Mater. Process. Technol*, 2004.
- [71] W. Natsu, S. Ojimi, T. Kobayashi, and M. Kunieda. Temperature distribution measurement in edm arc plasma using spectroscopy. *JSME Int. J. Ser. C Mech. Syst. Mach. Elem. Manuf*, 2004.
- [72] B. M. Schumacher. After 60 years of edm the discharge process remains still disputed. *J. Mater. Process. Technol*, 2004.
- [73] K. H. Ho and S.T. Newman. State of the art electrical discharge machining (edm). *Int. J. Mach. Tools Manuf*, 2003.
- [74] E. Uhlmann, S. Piltz, and U. Doll. Machining of micro/miniature dies and moulds by electrical discharge machining - recent development. *J. Mater. Process. Technol*, 2005.
- [75] S. T. Chen. Fabrication of high-density micro holes by upward batch micro edm. *J. Micromech. Microeng*, 2008.
- [76] B. Xu, K. Guo, X. Y. Wu, J. G. Lei, X. Liang, D. J. Guo, J. Ma, and R. Cheng. Applying a foil queue micro-electrode in micro-edm to fabricate a 3d micro-structure. *J. Micromech. Microeng*, 2018.
- [77] S.M. Yi, M. S. Park, Y.S. Lee, and C. N. Chu. Fabrication of a stainless steel shadow mask using batch mode micro-edm. *Microsyst. Technol.*, 2008.
- [78] M. Kunieda, B. Lauwers, KP. Rajurkar, and BM. Schumacher. Advancing edm through fundamental insight into the process. *CIRP Ann. Manuf. Technol.*, 2005.
- [79] S.T. Chen, H. Y. Yang, and C. W. Du. Study of an ultrafine w-edm technique. *J. Micromechanics Micro-engineering*, 2009.
- [80] J. Richard and R. Demellayer. Micro-edm milling development of new machining technology for micro-machining. *Procedia CIRP*, 2013.
- [81] W. Zhao, Y. Yang, Z. Wang, and Y. Zhang. A cad/cam system for micro-edmilling of small 3d freeform cavity. *J. Mater. Process. Technol*, 2004.
- [82] D. M. Cao, J. Jiang, W. J. Meng, J. C. Jiang, and W. Wang. Fabrication of high-aspectratio microscale ta mold inserts with micro electrical discharge machining. *Microsyst. Technol*, 2007.
- [83] A.B.M.A. Asad, T. Masaki, M. Rahman, H.S. Lim, and Y.S. Wong. Tool-based micro-machining. *J. Mater. Process. Technol.*, 2007.
- [84] H. Tong, Y. Li, Y. Wang, and DW. Yu. Servo scanning 3d micro-edm based on macro/micro-dual-feed spindle. *Int. J. Mach. Tools Manuf.*, 2008.

- [85] E. Ferraris, D. Reynaerts, and B. Lauwers. Micro-edm process investigation and comparison performance of al₃o₂ and zro₂ based ceramic composites. *CIRP Ann. Manuf. Technol.*, 2011.
- [86] M. Murali and SH. Yeo. Rapid biocompatible micro device fabrication by micro electro-discharge machining. *CIRP Ann. Manuf. Technol.*, 2004.
- [87] K. Liu, B. Lauwers, and D. Reynaerts. Process capabilities of micro-edm and its applications. *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, 2010.
- [88] J.C. Hung, T.C. Yang, and K.C. Li. Studies on the fabrication of metallic bipolar plates - using micro electrical discharge machining milling. *J. Power Sources*, 2010.
- [89] C.S. Lee, E. Y. Heo, J. M. Kim, I. H. Choi, and D. W. Kim. Electrode wear estimation model for edm drilling. *Robot. Comput.-Integr. Manuf.*, 2015.
- [90] H. Tong, Y. Li, L. Zhang, and BQ. Li. Mechanism design and process control of micro edm for drilling spray holes of diesel injector nozzles. *Precis. Eng*, 2012.
- [91] L. Raju and S.S. Hiremath. A state of the art review on micro electro-discharge machining. *Procedia Technol*, 2016.
- [92] K. Liu, B. Lauwers, and D. Reynaerts. Process capabilities of micro-edm and its applications. *Int. J. Adv. Manuf. Technol*, 2010.
- [93] M. Garzon, O. Adams, D. Veselovac, M. Blattner, R. Thiel, and A. Kirchheim. High speed micro machining processes analysis for the precision manufacturing. *Procedia CIRP*, 2012.
- [94] S. P. Moylan S. Chandrasekar and G. L. Benavides. High-speed micro-electro-discharge machining. *Sandia Report*, 2005.
- [95] I. M. F. Bragança and G.R. Ribeiro. Machine tool development for micro-edm. In *Proceeding paper*.
- [96] K. Liu, B. Lauwers, and D. Reynaerts. Process capabilities of micro-edm and its applications. *Int. J. Adv. Manuf. Technol*, 2010.
- [97] T. T. Öpöz. Manufacturing of micro holes by using micro electric discharge machining (micro-edm). Master's thesis, Atilim University, 2008.
- [98] F. Leleu. Micro-fraisage 3d assisté par électroérosion. Technical report, PEF Centre Technique de la Plasturgie, 2011.
- [99] R. Jurischka, A. Schoth, C. Muller, C. Baggi, R. Gallera, and H. Reinecke. Rapid hybrid tooling based on cnc- and micro-edm-milling to fabricate lab-on-a-chip systems. In *Proceeding paper*.
- [100] T. Masuzawa, M. Fujino, K. Kobayashi, T. Suzuki, and N. Kinoshita. Wire electro-discharge grinding for micro-machining. *CIRP Ann. - Manuf. Technol*, 1985.
- [101] C. J. Morgan. *Micro electro-discharge machining : techniques and procedures for micro fabrication*. PhD thesis, University of Kentucky, 2004.
- [102] J. M. Morgan, R. R. Vallance, and E. R. Marsh. Micro-machining and microgrinding with tools fabricated by micro electro discharge machining. *Int. J.Nanomanuf*, 2006.
- [103] M. M. Anwar. *A study on micro-patterning of polypyrrole using micro-electrodischarge machining*. PhD thesis, Applied Science of the University Of Singapore, 2012.

- [104] A.B.M.A. Asad. *Micro-EDM process for tool-base compound micromachining*. PhD thesis, National University of Singapor, 2012.
- [105] F.Z. Han, S. Wachi, and M. Kunieda. Improvement of machining characteristics of micro-edm using transistor type isopulse generator and servo feed control. *Precis. Eng*, 2004.
- [106] S. Mahendran, R. Devarajan, T. Nagarajan, and A. Majdi. A review of micro-edm. In *Proceeding paper*.
- [107] A. Shah, V. Prajapati, P. Patel, and A. Pandey. Development of pulsed power dc supply for micro edm. *UGC Natl. Conf. Adv. Comput. Integr. Manuf*, 2007.
- [108] M. Kunieda. Challenges to miniaturization in micro edm. *ASPE Proc. Annu. Meet*, 2008.
- [109] P. Kuppan, A. Rajadurai, and S. Narayanan. Influence of edm process parameters in deep hole drilling of inconel 718. *Int. J. Adv. Manuf. Technol*, 2007.
- [110] M. Niamat, S. Sarfraz, H. Aziz, M. Jahanzaib, E. Shehab, W. Ahmad, and S. Hussain. Effect of different dielectrics on material removal rate, electrode wear rate and micro-structures in edm. *Procedia Cirp*, 2017.
- [111] D.K. Chung, B. H. Kim, and C. N. Chu. Micro electrical discharge milling using deionized water as a dielectric fluid. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 2007.
- [112] M. Kunieda, T. Kitamura, A. Aranzabe, X. Maidagan, and J. A. Sanchez. Observation of difference of edm gap phenomena in water and oil using transparent electrode. *Procedia Cirp*, 2018.
- [113] CY. Yan, RM. Zou, ZY. Yu, JZ. Li, and YY. Tsai. Improving machining efficiency methods of micro edm in cold plasma jet. *Procedia CIRP*, 2018.
- [114] SH. Yeo, PC. Tan, and W. Kurnia. Effects of powder additives suspended in dielectric on crater characteristics for micro electrical discharge machining. *J. Micromech. Microeng*, 2007.
- [115] HM. Chow, LD. Yang, CT. Lin, and YF. Chen. The use of sic powder in water as dielectric for micro-slit edm machining. *J. Mater. Process. Technol.*, 2008.
- [116] AP. Tiwary, BB. Pradhan, and B. Bhattacharyya. Investigation on the effect of dielectrics during micro-electro-discharge machining of ti-6al-4v. *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, 2018.
- [117] J. Cyril, A. Paravasu, J. Jerald, K. Sumit, and G. Kanagaraj. Experimental investigation on performance of additive mixed dielectric during micro-electric discharge drilling on 316l stainless steel. *Master. Manuf. Process.*, 2017.
- [118] F. Modica, B. Marrocco, M. Valori, F. Vigano, M. Annoni, and I. Fassi. Study about the influence of powder mixed water based fluid on micro-edm process. *Procedia CIRP*, 2018.
- [119] MP. Jahan, YS. Wong, and M. Rahman. A study on the quality micro-hole machining of tungsten carbide by micro-edm process using transistor and rc-type pulse generator. *J. Mater. Process. Technol.*, 2009.
- [120] F. Yang, J. Qian, J. Wang, and D. Reynaerts. Simulation and experimental analysis of alternating-current phenomenon in micro-edm with a rc-type generator. *Journal of Materials Processing Technology*, 2018.
- [121] HG. Cheong, YS. Kim, and CN. Chu. Machining characteristics of an rc-type generator circuit with an n-channel mosfet in micro edm. *Procedia CIRP*, 2018.

- [122] F. Yang, J. Qian, J. Wang, and D. Reynaerts. Simulation and experimental analysis of alternating-current phenomenon in micro-edm with a rc-type generator. *Journal of Materials Processing Tech*, 2018.
- [123] M. Setvin, J. Javorsky, D. Turcinkova, I. Matolinova, P. Sobotik, P. Kocan, and I. Ostadal. Ultrasharp tungsten tips – characterization and nondestructive cleaning. *Ultramicroscopy*, 2012.
- [124] M. Redshaw, A. L. Benjamin, G. Bollen, R. Ferrer, D. L. Lincoln, R. Ringle, S. Schwarz, and A. A. Valverde. Fabrication and characterization of field emission points for ion production in penning trap applications. *International Journal of Mass Spectrometry*, 2015.
- [125] I. Ekvall, E. Wahlstrom, D. Claesson, H. Olin, and E. Olsson. Preparation and characterization of electrochemically etched w tips for stm. *Measurement Science and Technology*, 1999.