

Revêtements PVD pour le micro-usinage de titane

Raymond Constantin, Fabrice Bisoffi, Catherine Cséfalvay, Joël Matthey, Oksana Banakh (Haute Ecole Arc Ingénierie)
 Marc Erard, Pierre Falbriard, Arnaud Maître (Louis Bélet SA) - Christian Galamand, Peter Tapp (Platit SA)

Le micro-usinage du titane représente un défi technologique car ce matériau est considéré comme difficile à usiner en raison du collage entre l'outil et la matière. À l'heure actuelle il n'existe que peu de revêtements efficaces permettant d'allonger la durée de vie de ces outils et c'est d'autant plus difficile pour les micro-outils.

Des revêtements à base de TiSiN, avec et sans l'ajout de carbone, ont été déposés par la technique PVD-HIPIMS (*High Power Impulse Magnetron Sputtering*) et optimisés pour répondre aux exigences du micro-usinage de titane.

Le titane est un matériau métallique largement utilisé dans plusieurs applications industrielles grâce à sa grande résistance chimique et mécanique, ainsi qu'à sa biocompatibilité. Le potentiel du titane est très prometteur. Il est beaucoup utilisé pour la fabrication d'implants médicaux et son emploi se développe dans les industries aéronautiques et automobiles, grâce notamment à sa légèreté et à sa résistance à la corrosion.

Les outils destinés au micro-usinage du titane doivent être revêtus pour prolonger leur durée de vie, mais un revêtement efficace fait défaut. Dans le cadre d'un projet innovant destiné à développer un nouveau type de revêtement anti-usure pour les outils de coupe destinés au micro-usinage, la société Louis Bélet SA et la Haute Ecole-Arc se sont approchées de la PME soleuroise Platit SA, spécialisée dans la conception de machines de dépôt sous vide (PVD). Ce projet s'est terminé en 2022, avec le développement d'un nouveau revêtement efficace pour les outils destinés au micro-usinage du titane. Des couches minces de TiSiN avec ou sans ajout de carbone ont été appliquées sur ces micro-outils par le procédé PVD-HIPIMS (*High-Power Impulse Magnetron Sputtering*) dans un réacteur conçu spécialement à cet effet. Les principaux résultats de cette étude sont décrits ci-dessous.

État de l'art

Les revêtements PVD (*Physical Vapor Deposition*) sont largement utilisés dans l'industrie de l'usinage pour améliorer les performances des outils de coupe. Parmi ces revêtements, le nitrure de titane et

de silicium (TiSiN) a gagné en popularité en raison de ses excellentes propriétés mécaniques, chimiques et thermiques. Le revêtement TiSiN possède une dureté élevée (3000 HV environ), qui offre une bonne résistance à l'usure, à l'abrasion et aux déformations plastiques, prolongeant ainsi la durée de vie de l'outil de coupe [1].

En outre, ce revêtement présente des propriétés tribologiques intéressantes, diminuant le frottement entre l'outil de

coupe et la pièce à usiner, permettant ainsi de réduire l'usure de l'outil, de minimiser les échauffements, de réduire les contraintes sur l'outil et de minimiser les vibrations. Tout cela améliore les performances de coupe et rend le processus de micro-usinage plus stable [2].

Le micro-usinage peut générer des températures élevées au niveau de l'outil de coupe, en raison de la taille réduite de la zone de contact. L'excellente résistance

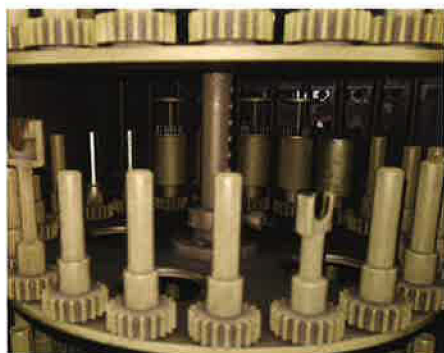
PVD-Beschichtungen für die Mikrobearbeitung von Titan

Die Mikrobearbeitung von Titan stellt eine technologische Herausforderung dar, da es aufgrund der Verklebung zwischen Werkzeug und Material als schwer bearbeitbar gilt. Derzeit gibt es nur wenige wirksame Beschichtungen, die die Lebensdauer dieser Werkzeuge verlängern können. Umso schwieriger gestaltet sich die adäquate Beschichtung von Mikrowerkzeugen.

Beschichtungen auf TiSiN-Basis, mit und ohne der Zugabe von Kohlenstoff, wurden mittels PVD-HIPIMS (*High Power Impulse Magnetron Sputtering*) abgeschieden und für die Anforderungen der Titan-Mikrobearbeitung optimiert.



Fig. 1. Les micro-fraises de Louis Bélet sans revêtement (à gauche) et revêtues (à droite).



■ Fig. 2. Le carrousel équipé des posages permettant effectuer le dépôt en 3D dans la machine PVD utilisée au laboratoire.

à l'oxydation à des températures élevées des revêtements TiSiN les rend appropriés pour ce genre d'opérations [3].

Enfin, en réduisant le frottement entre l'outil et la pièce, l'utilisation du TiSiN minimise les phénomènes indésirables, tels que les manques d'adhésion, les échauffements excessifs et les déformations, conduisant ainsi à une amélioration significative de la qualité de surface des pièces lors du micro-usinage [4]. Tous ces avantages en font un choix prometteur pour les applications de micro-usinage où des outils précis et durables sont recherchés.

Méthodologie appliquée

La plupart des revêtements actuels destinés aux outils de coupe sont déposés

Vitesse de coupe [m/min]	50
Diamètre de coupe [mm]	0,5
Vitesse de broche [rpm]	31831
Avance par dent [mm]	0,00236
Vitesse d'avance [mm/min]	300
Profondeur axiale de coupe [mm]	0,6
Profondeur radiale de coupe [mm]	0,1
Machine	WM 401S2 (3 axes)
Type d'usinage	Spiral en avalant
Lubrification	Huile
Matière usinée	TiGr5-ELI - Ø 45 mm

■ Tableau 1. Conditions du test d'usinage.



■ Fig. 3. Le banc de test d'usinage avec les éprouvettes usinées.

par le procédé arc cathodique (également de la famille PVD). Ces revêtements ne conviennent pas au micro-usinage, en raison des microgouttelettes se formant à la surface de l'outil. Les revêtements déposés par HIPIMS ne présentent pas ces microparticules. De plus, la technologie HIPIMS se distingue par l'utilisation d'impulsions de puissance élevée, ce qui génère des plasmas denses favorables aux bonnes propriétés mécaniques des revêtements [5].

Pour ce projet, une machine PVD industrielle Alcatel Decora 760, dotée d'une chambre de 300 l, a été utilisée. La cible, d'une taille 50,8 cm x 12,7 cm, était en alliage Ti:Si = 85:15 (% atomiques), obtenu par la technologie des poudres. La cible a été pulvérisée en mode HIPIMS avec l'azote (N_2) et l'acétylène (C_2H_2) comme gaz réactifs. Le procédé complet de déposition est assez complexe et ne peut être détaillé dans le cadre de cette publication.

En résumé, l'architecture de la couche est basée essentiellement sur une variation graduelle des propriétés (gaz réactifs, polarisation du substrat) afin de minimiser les contraintes internes dans le revêtement. Les échantillons utilisés pour le dépôt du revêtement ont été des disques en métal dur (WC-Co), ainsi que des micro-outils fournis par Louis Bélet. Ces micro-fraises, également en WC-Co (ref-1450d0.50, diamètre 0,5 mm) et dotées de quatre dents, sont spécialement développées pour l'usinage profond de titane (figure 1).

Lors du dépôt, les disques et les micro-fraises ont été disposés sur les posages spécialement conçus à cet effet et mis en rotation dans l'enceinte de dépôt, permettant de revêtir les pièces tridimensionnelles de manière homogène (figure 2).

Pour ce projet, l'influence du carbone dans les couches TiSiN sur leurs propriétés mécaniques et leurs performances en micro-usinage a été étudiée. Les mesures de nanodureté ont été réalisées à l'aide d'un nanoduromètre et les tests tribologiques à l'aide d'un tribomètre bille-disque. Le test tribologique bille-disque est une méthode couramment utilisée en laboratoire pour évaluer les propriétés de frottement et d'usure de matériaux. Les tests tribologiques ont été réalisés à sec, avec deux matériaux de bille, l'acier 440C et l'alliage Ti6Al4V. Finalement, des tests d'usinage sur le Ti6Al4V réalisés par Louis Bélet ont permis de valider les résultats.

L'usinage est réalisé en spirale pour avoir le plus possible un contact continu entre l'outil et la matière. Le banc de test d'usinage est présenté dans la figure 3. Les conditions de test sont décrites dans le tableau 1. Le critère de performance a été défini par la hauteur des bavures.

L'optimisation du dépôt des revêtements

La première série des revêtements a été déposée uniquement avec l'azote comme gaz réactif, sans apport d'acétylène. Le tableau 2 montre l'évolution de la nanodureté et des contraintes internes en compression des couches TiSiN en fonction de la durée

Temps du dépôt (min)	Flux de N_2 (sccm)	Bias, V	Nanodureté (GPa)	Contraintes internes (GPa)
20	9	-20	7,7	-2,2
45-60	10	-30	20,2-21,4	-3,4
85	11	-40	35,7	-4,6

■ Tableau 2. Évolution de la nanodureté et des contraintes internes en fonction de la durée de déposition des revêtements TiSiN, de flux d'azote et du bias.

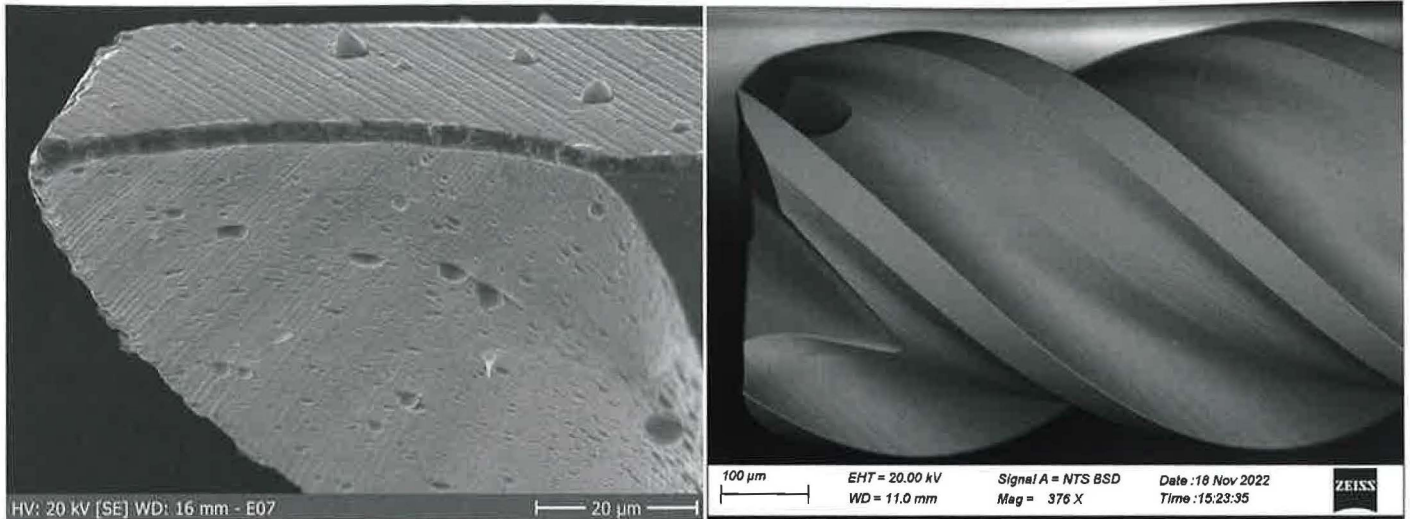


Fig. 4. L'image obtenue par microscopie électronique à balayage (MEB) montrant la présence de macroparticules à la surface de l'outil de coupe revêtu (à gauche) et l'image MEB d'un outil revêtu exempt de macroparticules (à droite).

du procédé. Durant le dépôt, le flux du gaz réactif (N_2) et de la polarisation du substrat (bias) ont été augmentés par paliers. Les deux paramètres du procédé influencent les propriétés mécaniques des couches, ainsi que le niveau de contraintes internes. Un bias modéré est en général indispensable pour une bonne qualité mécanique de couche, mais il augmente les contraintes internes. Il faut donc l'augmenter progressivement dans le processus du dépôt et limiter sa valeur maximale. Dans notre cas, la dureté a atteint des valeurs de 40 GPa (4000 HV environ) avec des contraintes internes en compression de -4,6 GPa. Ces contraintes, bien qu'élevées, ne sont en aucun cas excessives, l'adhérence des

couches étant suffisante. En effet, des contraintes internes de compression sont bénéfiques si elles sont modérées, mais elles peuvent créer un manque d'adhérence si elles sont excessives.

Cependant, un autre problème apparaît lorsque la durée du dépôt augmente : l'empoisonnement des cibles par des gaz réactifs (N_2). Ce phénomène se produit lorsque le composé réactif céramique (dans ce cas, $TiSiN$) s'accumule sur la surface de la cible et y diminue sa conductivité électrique, altérant la vitesse de pulvérisation de la cible. Ceci peut entraîner des variations indésirables dans la composition chimique du revêtement déposé, des modifications dans les propriétés

physiques et mécaniques du matériau et surtout, des défauts ou des macro-particules projetés sur le revêtement en croissance, de manière identique au procédé PVD arc (figure 4, à gauche).

Ces macroparticules incorporées dans la couche en croissance ne jouent pas de rôle trop défavorable lors de l'usinage conventionnel mais elles peuvent engendrer des effets indésirables lors du micro-usinage, tels que des dégradations des surfaces et une réduction de la qualité des revêtements. Pour minimiser l'impact des macroparticules sur le micro-usinage, il est donc nécessaire d'optimiser les paramètres du procédé, notamment la température, la pression, la vitesse de dépôt, les propriétés du plasma et, surtout, de limiter l'épaisseur des revêtements (typiquement $< 1 \mu m$), générant aussi des contraintes internes de compression plus faibles (de l'ordre de -2 GPa), bénéfiques pour l'adhérence. La figure 4, à droite montre une couche $TiSiN$ déposée dans les conditions optimales et exempte de macroparticules.

Lors de la campagne suivante, l'impact de l'ajout du carbone dans la couche sur ses propriétés mécaniques a été évalué. La figure 5 montre une légère diminution de la dureté en fonction de l'augmentation du flux d'acétylène (C_2H_2), mais cette baisse est accompagnée d'une diminution importante du coefficient de frottement (frottement à sec contre une bille en 440C et contre une bille en $Ti6Al4V$), valeur diminuée au mieux d'un facteur trois par rapport à un revêtement $TiSiN$ sans carbone. Les analyses de surface ont montré que le carbone incorporé est sous forme graphitique et ne forme pas de carbures, ce qui explique la baisse de dureté accompagnée d'un

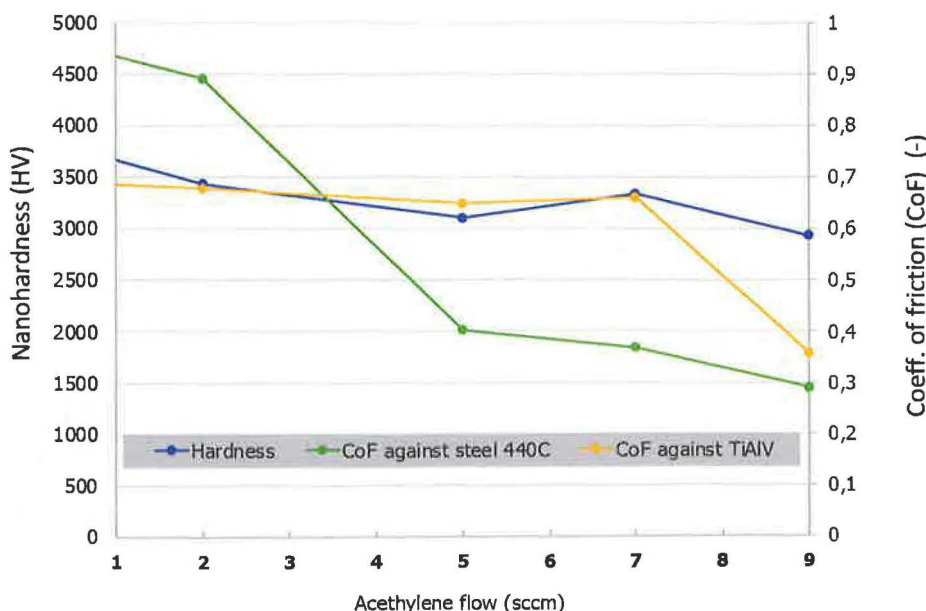


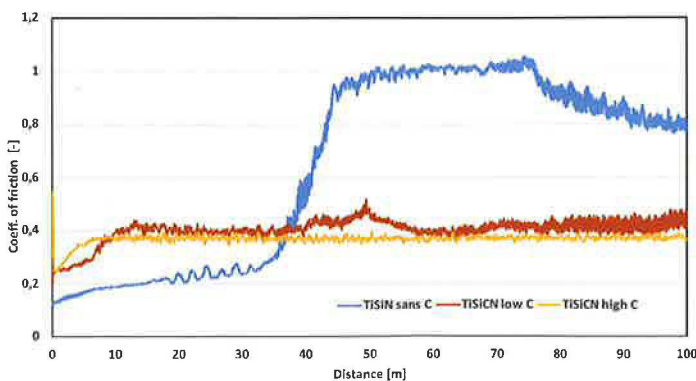
Fig. 5. Évolution de la dureté du revêtement et du coefficient de frottement (CoF) en fonction du flux d'acétylène dans la chambre (frottement à sec contre la bille en acier 440C et contre une bille en $Ti6Al4V$).

Temps du dépôt, min	Nombre d'arcs	Rugosité, Rz (µm)
45	1950	1,9
65	5950	2,4
85	11850	3,5

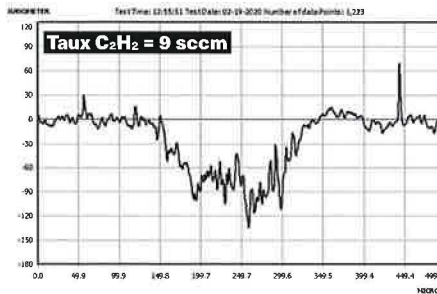
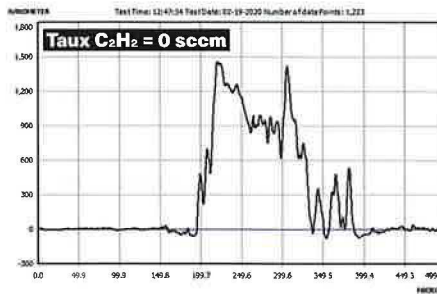
■ Tableau 3. Nombre d'arcs électriques détectés et rugosité de surface du revêtement en fonction de la durée du dépôt.

coefficient de frottement plus faible. Cependant, malgré une baisse significative de ce coefficient de frottement, l'ajout d'acétylène dans l'installation crée une forte contamination des parois de l'installation et augmente le nombre d'arcs électriques en créant un composé plus isolant sur les cibles (tableau 3). Le flux d'acétylène doit donc être optimisé de manière à baisser le coefficient de frottement, tout en contrôlant la contamination des cibles.

La figure 6 montre des coefficients de frottement (CoF) des revêtements déposés avec un flux d'acétylène variable (frottement à sec contre une bille en acier 440C). Elle montre le rôle du carbone dans le comportement tribologique. Sans carbone (TiSiN), le coefficient de frottement augmente rapidement après environ 40 m de distance de parcours avec un phénomène de transfert métallique sur le TiSiN créant un effet de grippage avec arrachement de la couche. Le comportement en frottement entre un échantillon à forte teneur en carbone (obtenu avec le flux de C₂H₂ égal à 7 sccm) et plus faible teneur (C₂H₂=5 sccm) est très semblable, le coefficient de frottement se stabilisant autour de 0,4 sur toute la durée du test.



■ Fig. 6. Évolution des coefficients de frottement (à sec contre la bille en acier 440C) en fonction de la distance parcourue pour trois échantillons revêtus : TiSiN sans carbone, TiSiN à faible taux de carbone et TiSiN à haute teneur en carbone.



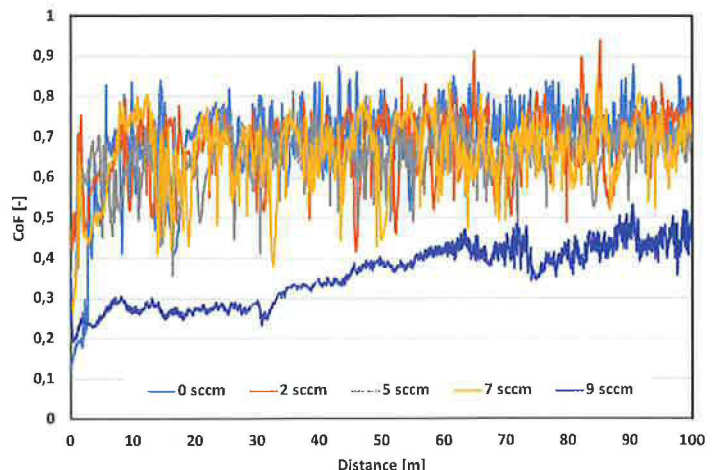
■ Fig. 8. Profils d'usure, taux d'usure et images optiques de sillons d'usure de deux revêtements, TiSiN (sans C) et TiSiN (déposé avec le flux d'acétylène de 9 sccm).

Le comportement similaire a été observé lors du frottement contre une bille en Ti6Al4V (figure 7). Les revêtements déposés avec un taux d'acétylène inférieur à 7 sccm montrent les coefficients de frottement élevés. Le seul revêtement donnant des valeurs CoF plus faibles est celui déposé avec le flux C₂H₂ fort (9 sccm).

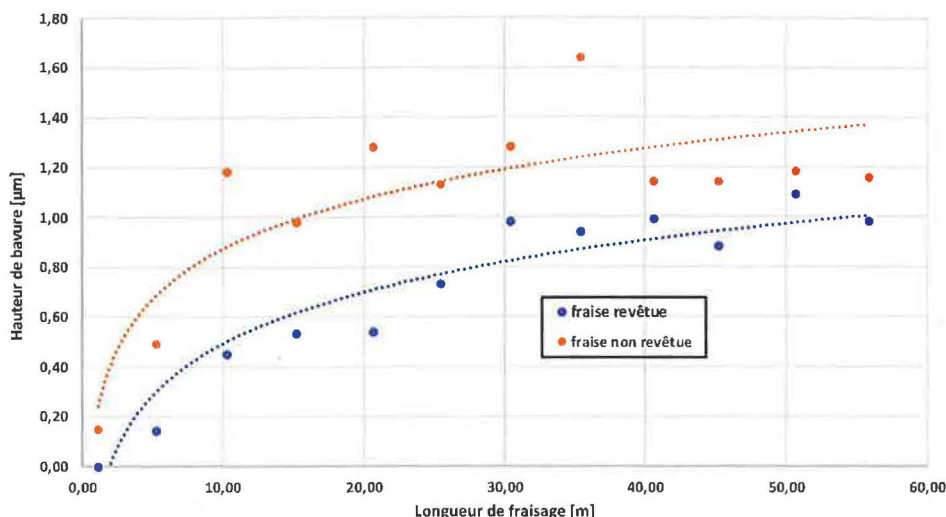
La figure 8 représente les profils d'usure ainsi que les images de la surface du sillon d'usure en fonction du taux de carbone dans les couches. Les revêtements non carbonés présentent un sillon d'usure marqué par le transfert de la matière de bille (acier 440C) sur la surface du revêtement. L'usure est adhésive,

alors que le sillon d'usure du revêtement avec un taux de carbone élevé est à peine visible, l'usure étant du type abrasif. Les différents modes d'usure sont corrélés avec le coefficient de friction.

Bien que, l'ajout de carbone dans la couche améliore les conditions tribologiques du couple « revêtement/bille », surtout à forte teneur en carbone dans TiSiN, le flux élevé de l'acétylène lors du dépôt augmente le nombre d'arcs électriques générés, ce qui rend le processus du dépôt instable et difficilement maîtrisable dans les conditions industrielles. De ce fait, il a été décidé de limiter, voire de supprimer l'utilisation de C₂H₂ pour le dépôt des couches.



■ Fig. 7. Évolution de la dureté du revêtement et du coefficient de frottement (CoF) en fonction du flux d'acétylène dans la chambre (frottement à sec contre la bille en Ti6Al4V).



■ Fig. 9. Hauteur de bavure en fonction de la distance d'usinage (résultats de test d'usinage effectués avec deux fraises, non revêtue et revêtue de TiSiN).

Tests d'usinage

Les tests d'usinage ont été effectués avec les micro-fraises revêtues de TiSiN (sans apport de carbone). Le graphique de la figure 9 présente les principaux résultats d'usinage avec une fraise non revêtue

utilisée comme référence. Les résultats sont satisfaisants pour trois raisons. Premièrement, le revêtement présente systématiquement une hauteur de bavure réduite par rapport à l'outil non revêtu, ce qui était l'objectif principal du projet.

Deuxièmement, le revêtement semble améliorer la répétabilité de l'usinage avec une courbe plus lisse. Enfin, la phase de rodage semble plus longue avec le revêtement. Dans les deux cas, on observe la même évolution de hauteur de bavure, consistant en une augmentation suivie d'une phase de stabilisation. La phase de rodage de l'outil non revêtu se produit pendant les 15 premiers mètres, alors que celle avec le revêtement dure 30 mètres. Après 30 mètres, leurs performances sont proches, mais l'outil revêtu reste globalement plus performant.

Malgré un coefficient de frottement plus élevé par rapport à un revêtement carboné TiSiCN, les résultats sur les outils revêtus de TiSiN ont montré une amélioration de la durée de vie de l'arête de l'outil par rapport à un outil non revêtu, ce qui montre la bonne performance de ce revêtement PVD en usinage.

Synthèse et conclusions

L'optimisation de couches dures de TiSiCN déposées par le procédé PVD-HIPIMS permet d'améliorer de manière significative le comportement tribologique des outils de coupe en micro-usinage, en

En bref / In Kürze

Des traitements de surface homogènes pour implants médicaux

Catherine Tondou

Les revêtements ALD, pour Atomic Layer Deposition, sont des dépôts chimiques en phase vapeur obtenus sous vide. Ils permettent de réaliser des couches très fines, dont l'épaisseur est contrôlée à l'échelle nanométrique, sur des surfaces complexes. À la HE-Arc Ingénierie, ces dépôts sont effectués sur des polymères fabriqués par impression 3D pour réaliser des implants médicaux. « Le procédé consiste en une fine projection de gaz, capable de réagir avec une surface. Le dépôt obtenu par croissance enrobe ainsi de façon homogène tous les éléments d'une pièce, sans zone d'ombre », explique Sophie Farine-Brunner, adjointe scientifique dans l'équipe Ingénierie des surfaces de l'école. Le gaz déposé contient des atomes de métal, par exemple de titane, qui réagissent avec le substrat ; la première couche ainsi obtenue produit des oxydes lorsqu'elle est soumise à un second réactif, ici de la vapeur d'eau ; une succession de couches permet, selon ce procédé, d'obtenir des revêtements de 10 à 100 nm d'épaisseur.

Des implants en PEEK par fabrication additive

Après avoir longtemps travaillé sur des substrats métalliques pour des projets en horlogerie, les spécialistes de la HE-Arc déclinent leur savoir-faire aux polymères, pour des applications à visée médicale. Ils travaillent notamment sur le polyétheréthercétone (PEEK), un thermoplastique semi-cristallin utilisé pour la fabrication de prothèses chirurgicales. « Il nous faut adapter nos procédés chimiques pour obtenir les résultats escomptés ; ce polymère est poreux et les gaz réagissent d'une façon différente avec sa surface. », ajoute Sophie Farine-Brunner

Élaborés sur mesure par fabrication additive, les implants en PEEK se substituent à la perfection à un élément osseux qu'il est nécessaire de remplacer ; la technologie 3D permet de réaliser des formes complexes particulièrement utiles pour la chirurgie maxillo-faciale, crânienne ou vertébrale. Le revêtement de dioxyde de titane leur apporte une protection supplémentaire et une plus-value en termes de soin, en favorisant la prolifération des cellules environnantes impliquées dans le processus de guérison.

Des dépôts sous vide sur des polymères flexibles

Toujours en collaboration avec le milieu médical, Sophie Farine-Brunner et son équipe envisagent de mener à bien d'autres projets, en développant de nouvelles compétences autour de la technologie ALD. Les dépôts sont actuellement réalisés sous vide à des températures comprises entre 150 et 300 °C ; en abaissant cette température, il deviendrait possible de les appliquer sur des polymères flexibles pour la mise au point, par exemple, de cathéters de nouvelle génération.

Sophie Farine-Brunner
Haute Ecole Arc Ingénierie
CH-2300 La Chaux-de-Fonds
Tél. +41 32 930 25 49
www.he-arc.ch/domaine/ingenierie



Article paru dans le journal en direct n° 306, mai-juin 2023, édité par l'université de Franche-Comté

raison de l'incorporation du carbone graphitique dans la couche. Que ce soit au niveau du frottement contre l'acier 440C ou le titane, l'apport de carbone dans les couches de TiSiN permet une amélioration du comportement tribologique qui se traduit par des performances accrues en micro-usinage. Le carbone présent dans la couche de TiSiN permet de diminuer de manière significative le coefficient de frottement contre l'acier et le titane, mais le prix à payer est une diminution notable de la dureté du revêtement et, surtout, l'instabilité du procédé, ainsi que la formation de gouttelettes dans la couche, qui nuit à l'état de surface des pièces micro-usinées.

C'est pourquoi il est préférable industriellement de réaliser les revêtements nitrurés

sans ajout de carbone (TiSiN). Malgré un coefficient de frottement plus élevé, ces revêtements présentent un bien meilleur état de surface, l'absence de macroparticules à la surface, avec néanmoins des propriétés tribologiques suffisantes et une durée de vie nettement augmentée par rapport à un outil non revêtu.

Remerciements

Les auteurs tiennent à remercier Innosuisse – Agence suisse pour l'encouragement de l'innovation (projet 32931.1 IP-ENG), le programme Interreg France-Suisse IVA (projet Toolexpert), ainsi que les cantons de Neuchâtel, Jura et Fribourg qui ont permis de réaliser ce projet grâce à leur soutien financier. ■

Références

- [1] Yang, J. et al, *Microstructure, mechanical properties, and corrosion resistance of TiSiN coating prepared by FCVA technique with different N₂ flow rates*, Vacuum 209 (2023), 111811.
- [2] Cheng Y.H et al, *Mechanical and tribological properties of nanocomposite TiSiN coatings*, Surface and Coatings Technology, Vol 204, Issue 14 (2010), 2123-2129.
- [3] Moritz Y. et al, *Oxidation behavior of arc evaporated TiSiN coatings investigated by in-situ synchrotron X-ray diffraction and HR-STEM*, Surface and Coatings Technology, Volume 404, (2020), 126632.
- [4] Krishnan. S et al, *Comparing Machinability Performance of TiSiN Coated HSS Tool with Uncoated HSS Tool for CNC Green Machining (CNC Turning) of High Strength Steel Alloy (EN9) for Improving Machining Rate and Surface Finish*, <https://www.pnrjournal.com/index.php/home/article/view/918/721>.
- [5] Yazdi M.A.P et al, *Properties of TiSiN coatings deposited by hybrid HIPIMS and pulsed-DC magnetron co-sputtering*, Vacuum 109 (2014), 43-51.

À propos de la HE-Arc Ingénierie

La Haute Ecole Arc est une haute école spécialisée de Suisse occidentale. La HE-Arc Ingénierie offre diverses prestations de services aux entreprises de la région et les accompagne dans leurs activités de recherche appliquée et de développement. Le groupe de compétence Ingénierie des Surfaces développe des solutions adaptées aux besoins de secteurs industriels, particulièrement la micromécanique.



www.he-arc.ch/domaine/ingenierie/

À propos de PLATIT AG

PLATIT fabrique des équipements PVD et PECVD pour des outils d'usinage et des composants.



www.platit.com

À propos de Louis Bélet SA

Louis Bélet SA est une PME familiale jurassienne employant 170 personnes. Depuis sa création en 1948, elle fabrique des outils de coupe pour l'usinage de tous les types de matière. Elle produit environ 900 000 outils par an pour 900 clients, essentiellement destinés au marché horloger.

Contact

■ Marc Erard
Louis Bélet SA
CH-2943 Vendlincourt
Tél. +41 32 474 04 10
www.louisbelet.ch



Surface Finishing is our DNA

Gleitschlifftechnik


.....

Strahltechnik

.....

AM Solutions

.....




AMX
Additive Manufacturing Expo

12. – 13.09.2023 | Luzern
Halle 1 | Stand A 1002

Gleitschlifftechnik | Strahltechnik | AM Solutions

Rösler Schweiz AG
CH-5054 Kirchleerau
Tel.: +41 62 738 55 00

rosler.ch@rosler.com
www.rosler.com



RÖSLER
finding a better way ...