

Technologie EFG de croissance de cristaux pour la production de glaces de montre en saphir Swiss made

Nicolas Oian, Alexandre Netuschill

Comadur SA

Col-des-Roches 33, CH – 2400 Le Locle

info@comadur.ch – www.comadur.ch

Juin 2022

27

Bulletin SSC n° 93

Les premiers verres de montres (glaces) en saphir ont fait leur apparition dans les années 30 du siècle dernier (Fig. 1). Ces glaces ont été réalisées à partir d'un procédé révolutionnaire inventé et présenté environ 30 ans auparavant à l'Académie des Sciences de Paris: le procédé Verneuil [1], du nom de son inventeur. Auguste Verneuil développa cette technique au cours de ses travaux de recherche sur la synthèse du rubis (saphir dopé avec de l'oxyde de chrome) par fusion à la flamme. Les pierres (rubis) ainsi créées remplacèrent alors les rubis naturels dans les mouvements horlogers. Ce procédé, toujours utilisé de nos jours, a depuis été rejoint par de nouvelles technologies de cristallogenèse apportant des avantages significatifs. Parmi celles-ci se trouve l'**EFG** (Edge-defined Film-fed Growth) [2], [3], [4] dont Comadur a fait le choix de s'équiper pour compléter son outil industriel. Dans cet article, nous allons présenter le fonctionnement de ces deux méthodes de croissance, en exposer les avantages et les bénéfices de leurs utilisations respectives.

Mots-clés: Saphir, Cristaux, Glace de montre, Croissance, Verneuil, EFG

Le procédé Verneuil, utilisé aujourd'hui encore par Comadur, une société de Swatch Group, consiste littéralement à faire fondre de la poudre d'alumine ultra-fine (oxyde d'aluminium, Al_2O_3) à l'aide d'une flamme oxyhydrique à 2050°C et de former, par solidification des gouttelettes, un monocristal sous forme de cylindre (appelé «boule») (Fig. 2 et 3).

À partir d'un germe natif, la croissance se fait de bas en haut par la superposition de fines couches de matière, à l'instar d'une stalagmite (Fig. 4).

Les boules ainsi obtenues servent de matière première pour la production des glaces. Étant donné l'extrême dureté de ce matériau (9/10 sur l'échelle de Mohs, 2000HV0.5), toutes les opérations de découpe, de mise en forme et de polissage sont réalisées à l'aide d'outils diamantés.



Fig. 1 : Omega Marine, une des premières montre bracelet équipée d'une glace en saphir (1932).

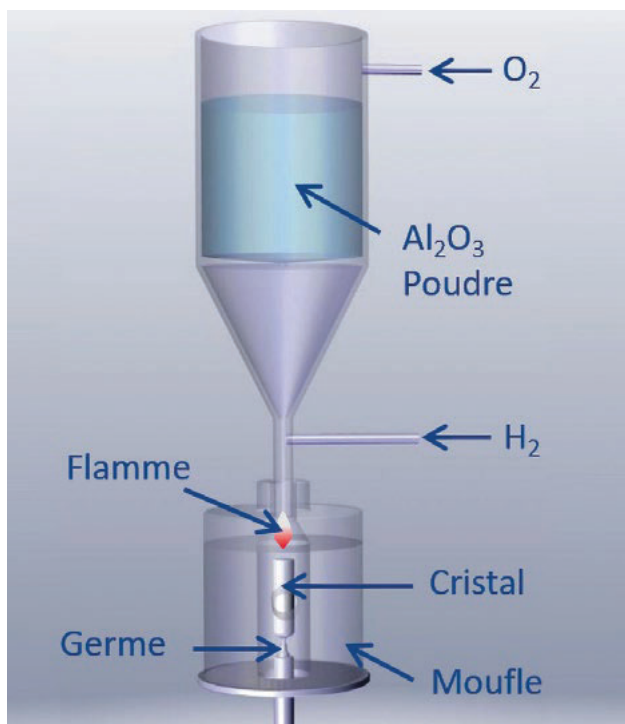


Fig. 2 : Schéma de principe de fonctionnement du procédé Verneuil. La poudre d'alumine se trouve dans un réservoir placé au-dessus de la flamme oxyhydrique. Sous l'action de légères vibrations, des petites quantités de particules tombent directement sur le chalumeau. Une goutte d'alumine en fusion se forme alors et tombe au sommet du germe où elle se cristallise selon l'arrangement cristallographique déjà en place.



Fig. 3 : Rampes Verneuil en opération. Les cristaux en gestation se trouvent à l'intérieur de moufles réfractaires.

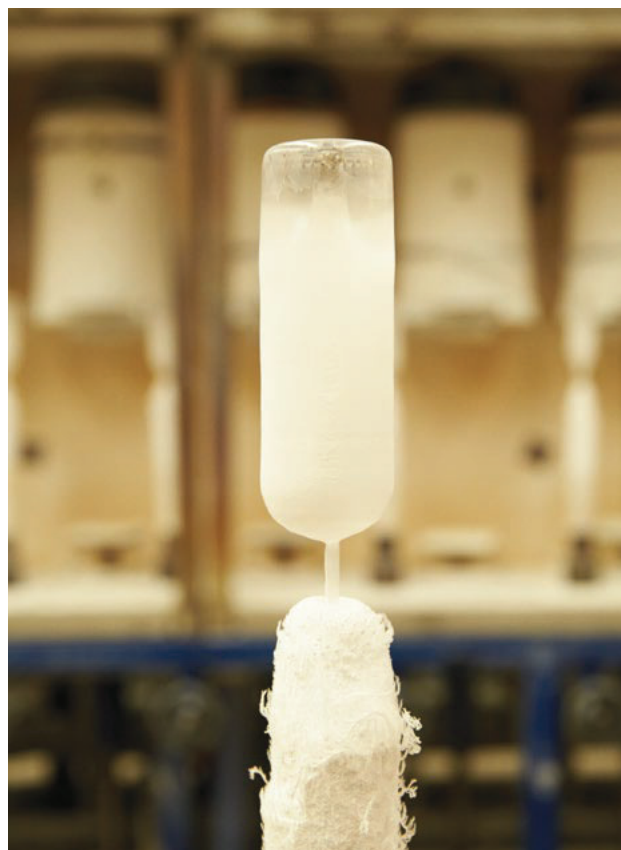


Fig. 4 : Boule standard (~ Ø30 mm x 150 mm) obtenue après 8 h de croissance.



Fig. 5 : Équipement EFG pour l'étrépage des plaques dans l'usine de Comadur à Bad Zurzach (AG).

Évolution technologique au service de l'industrie

Le procédé Verneuil possède de nombreux avantages, tels que la rapidité de croissance (plusieurs cm/h), la possibilité d'obtenir des températures très élevées ($>2000^{\circ}\text{C}$) ou encore l'absence de creuset, souvent réalisé dans des matières très coûteuses.

Il s'agit en outre d'une méthode simple, éprouvée et dès lors résolument industrielle. Elle présente également quelques limites bien connues, telles qu'une grande sensibilité à la qualité de la poudre de base et aux conditions atmosphériques, ainsi qu'un besoin en hydrogène conséquent.

La limitation la plus contraignante pour l'industrie horlogère suisse est celle du diamètre maximum atteignable par les boules. Au-delà de 40mm environ, des défauts dans la structure cristalline apparaissent (bulles, voiles), rendant difficilement exploitable cette zone périphérique.

Ce phénomène est principalement dû à la difficulté de conserver une température homogène au sein d'une flamme de grande dimension.

Pour pallier à ce problème et offrir des solutions pour les glaces ou composants de grandes tailles et de fortes épaisseurs, il faut se tourner vers d'autres technologies capables de faire croître des cristaux plus volumineux tout en restant homogènes et stables.

La méthode Czochralski, inventée par le chimiste polonais Jan Czochralski en 1916 [5], consiste à cristalliser le matériau à partir de sa phase liquide. Un creuset métallique, généralement réalisé en tungstène, molybdène ou iridium, contient un bain d'alumine fondue à partir duquel le cristal va être généré.

Un germe monté sur une tige rotative est trempé à la surface du bain entraînant ainsi une solidification locale, due à la différence de température entre le germe et le bain.

Le cristal se forme ensuite par l'action d'un mouvement ascensionnel et rotatif, permettant à la matière de se solidifier au fur et à mesure de la montée. La température à l'interface entre le bain et le cristal est régie par l'équilibre solide-liquide. En variant la puissance du bain, on force le cristal à compenser la différence en augmentant sa chaleur latente de solidification, ce qu'il fait par la modification de son diamètre.

Cette méthode revêt une importance particulière pour l'approvisionnement du silicium nécessaire à l'industrie des semi-conducteurs équipant nos ordinateurs, les panneaux photovoltaïques et toute l'électronique en général.

Elle est également très utilisée pour la croissance de cristaux pour l'industrie optique, notamment les YAG (Yttrium Aluminum Garnet) qui, lorsqu'ils sont dopés (Néodyme, Erbium) sont utilisés comme cœur actif de certains lasers.

Adapter pour mieux cibler: la méthode EFG

Les cristaux Czochralski peuvent donc être très volumineux, mais restent, comme leurs cousins Verneuil, des blocs qui nécessitent de nombreux travaux de taille pour obtenir des préformes servant de point de départ aux glaces de montre (appelés communément «préparages» dans le jargon des producteurs de glaces).

La méthode EFG (Edge-defined Film-fed Growth), que l'on peut traduire par «croissance par tirage en filière» est une adaptation de la méthode Czochralski permettant d'obtenir des cristaux de formes différentes du cylindre plein (Fig. 5).

L'ajout d'une filière à la sortie du bain permet de réaliser des formes simples, telles que des tubes ou des plaques. En misant sur les phénomènes de capillarité agissant au sein de la filière, on fait remonter la matière fondue au sommet de celle-ci où se trouve le germe monocristallin (Fig. 6).

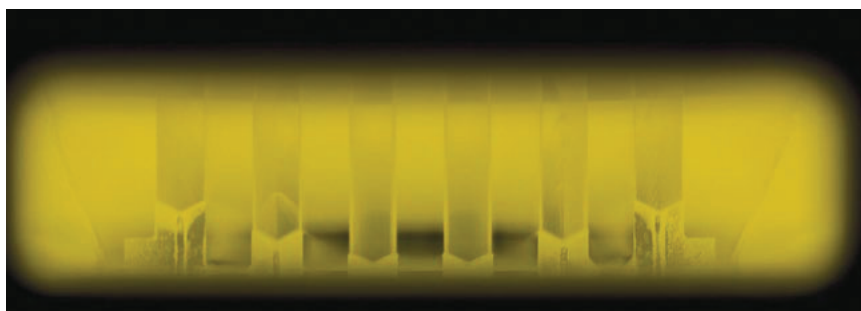


Fig. 6 : Germes et plaques naissantes au sein du four de croissance EFG.

En présence de la phase liquide, un ménisque s'établit et s'inscrit dans la filière, imposant ainsi la forme désirée au liquide qui se refroidit et se solidifie lors de l'ascension du germe (Fig. 7).

Cette méthode permet non seulement de réaliser des cristaux volumineux, mais également d'adapter la forme de ceux-ci pour mieux cibler le besoin en production.

Comadur a décidé de réaliser des monocristaux de saphir sous forme de plaques dont les dimensions peuvent atteindre 1.5 mètre de long pour 15 cm de large et plusieurs millimètres d'épaisseur (Fig. 8).

La croissance d'une telle plaque prend environ 2 jours et il est possible d'en faire croître simultanément un maximum dans l'épaisseur utile de la filière et ceci au cours du même cycle de production.

Ces plaques en saphir élargissent le champ des possibilités de réalisation des glaces par rapport aux boules obtenues par croissance Verneuil. La découpe, à l'aide de puissants lasers (Fig. 9), permet en effet de réaliser des préformes quelconques (rondes, carrées, rectangulaires, ovales, etc...) et ceci dans des tailles variables.

Un autre avantage notable de l'EFG est la possibilité d'utiliser de la matière saphir recyclée pour la réalisation du bain primaire. En effet, les chutes issues par exemples des

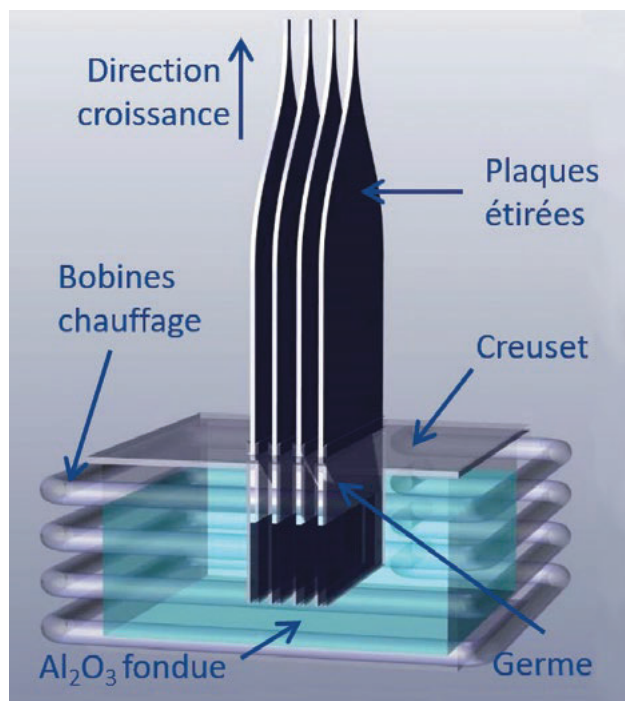


Fig. 7 : Schéma du principe de fonctionnement de la méthode EFG.

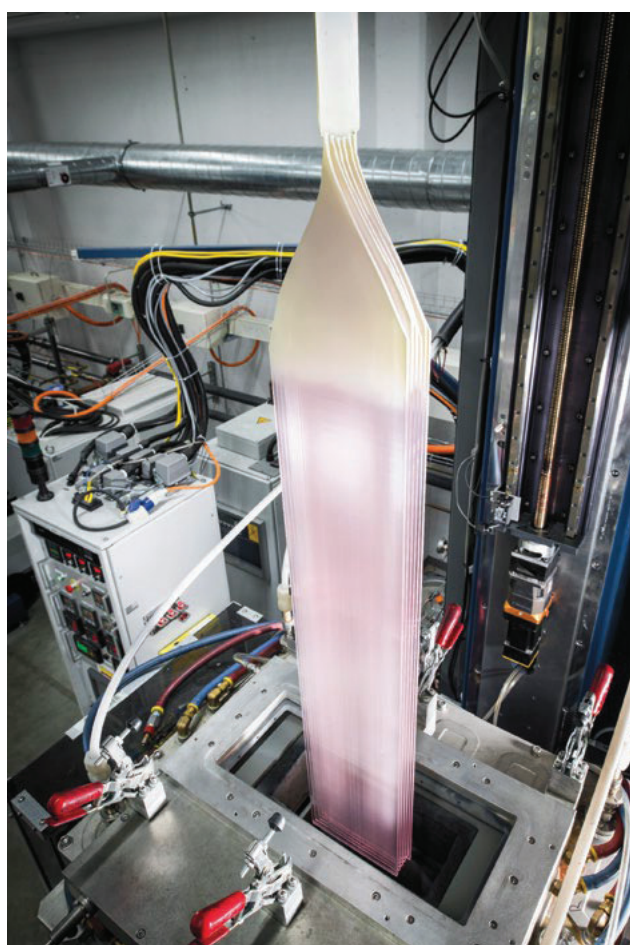


Fig. 8 : Plaques terminées (6x) après 40h de croissance.



Fig. 9 : Découpe laser des préformes dans les plaques de saphir obtenues par EFG.

boules Verneuil ou d'autres techniques peuvent être utilisés comme granulés de base après nettoyage et purification. Ils sont alors mélangés avec de la matière neuve et réinjectés dans le cycle de production.

Ce recyclage de matière s'inscrit parfaitement dans une démarche de durabilité voulue par Comadur et le Swatch Group.

On privilégiera donc la méthode EFG pour la production de glaces de grands diamètres (≥ 37 mm), épaisses (≥ 3 mm) et/ou de formes complexes, tandis que la croissance Verneuil sera plutôt utilisée pour la réalisation de glaces plus petites (< 37 mm) et moins épaisses (< 3 mm).

Ces deux technologies se complètent avantageusement pour couvrir l'ensemble des besoins en préparages pour une production de tous composants (carrures, lunettes, éléments de mouvements, etc...) en saphir synthétique.

Procédé de fabrication d'une glace en saphir

Quelle que soit la méthode de production de la matière de base, la réalisation de glaces en saphir requiert de très nombreuses opérations d'usinage, réalisées majoritairement par meulage avec des outils diamantés.

À partir de la forme brute de sciage (Verneuil) ou de découpe laser (EFG), on réalise le fameux préparage en usinant une rondelle parfaitement circulaire avec deux faces parallèles. C'est le point de départ de toutes les glaces.

On effectue ensuite les différentes opérations d'usinage et de terminaison (Fig. 10, 11) en fonction de la forme finale recherchée.

Comadur est donc en mesure de fournir des glaces Swiss made de qualité irréprochable en maîtrisant parfaitement la production de la matière première ainsi que l'ensemble des opérations de production, de terminaison et de traitements additionnels (antireflets, PVD, décors, etc...), le tout en Suisse et verticalisé à 100 %.

À titre informatif, Comadur produit annuellement plus de 100 tonnes de saphir par procédé Verneuil et 25 tonnes de saphir par EFG.

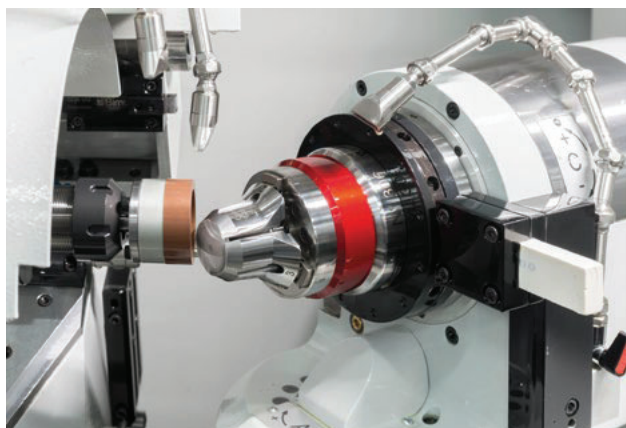


Fig. 10: Centre d'usinage 5 axes pour la mise en forme des glaces saphir.



Fig. 11: Ligne de feutrage entièrement automatisée.

Références

- [1] A. VERNEUIL, *Annales de Chimie et de Physique*, 8^e série III (1904), p. 20.
- [2] A. V. BORODIN, «Advanced technologies of shaped sapphire fabrication», *J. Cryst. Growth* 310 (2008).
- [3] A. V. DENISOV, A. MOLCHANOV, YU. O. PUNIN, V. M. KRYMOV, G. MÜLLER, J. FRIEDRICH, «Analysis of the growth conditions of long single crystalline basal-plane-faceted sapphire ribbons by the Stepanov/EFG technique», *J. Cryst. Growth* 344 (2012).
- [4] M. S. AKSELROD, F. J. BRUNI, «Modern trends in crystal growth and new applications of sapphire», *J. Cryst. Growth* 360 (2012).
- [5] J. CZOCHRALSKI, *Z. Physik Chem.* 92 (1918), p. 219. ■