

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE

**MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE**

UNIVERSITÉ FERHAT ABBAS – SÉTIF

THESE

**Présentée à la faculté des sciences de l'ingénieur
Département d'optique et de mécanique de précision
Pour l'obtention du diplôme de**

DOCTORAT EN SCIENCE

**En optique et mécanique de Précision
Par**

Mr. BELKHIR NABIL

THÈME :

**CONTRIBUTION À L'AMÉLIORATION DES PROPRIÉTÉS OPTIQUES ET
MÉCANIQUES DES SURFACES DOUCIES ET POLIES**

Soutenu le : 12/02/2008

Devant la commission d'examen

ZEGADI RABAH	Prof.	UFAS	Président
BOUZID DJAMEL	Prof.	UFAS	Rapporteur
HAMIDOUCHE MOHAMED	Prof.	UFAS	Examineur
HARABI A/HAMID	Prof.	U.M. Constantine	Examineur
VOLKER HEROLD	M.C.	U.F.S.Jena (R.F.A.)	Examineur

Remerciement

Je voudrais dans le présent travail remercier tous ceux qui m'ont aidé à finir cette modeste étude de près ou de loin.

*D'abord, je tiens à remercier vivement mon rapporteur le Professeur **DJAMEL BOUZID**, pour sa présence continue durant ce travail, pour m'avoir dirigé, ainsi que pour ses précieux conseils et ses discussions fructueuses afin de mener à bien ce travail. Je tiens à le remercier également pour m'avoir encouragé à poursuivre mes recherches dans ce domaine.*

*Mes remerciements vont également au Dr.Ing.habil **HEROLD VOLKER** pour m'avoir accueilli dans son laboratoire de technologie de surface à l'Institut des Sciences des Matériaux et Technologie à l'Université Friedrich Schiller de Jena (RFA), pour son aide, ses conseils, et pour avoir mettre à ma disposition tous les moyens possibles pour mener à bien mes expériences, et pour avoir accepté d'être membre examinateur dans mon jury de thèse.*

*Je remercie également le professeur **RABAH ZEGADI** pour avoir présider le jury de cette thèse.*

*J'exprime ma très sincère reconnaissance au Professeur **MOHAMED HAMIDOUCHE** pour avoir accepté d'être examinateur de cette thèse et de participer au jury, ainsi que son aide et ses précieux conseils et ses discussions très intéressantes.*

*Je voudrais également remercier le professeur **ABDELHAMID HARABI** pour avoir accepté de faire partie des membres examinateurs dans le jury de cette thèse.*

*Mes vifs remerciements vont également au staff de l'Institut des Sciences des Matériaux et Technologie à l'Université Friedrich Schiller de Jena (RFA), et plus précisément le staff du laboratoire Technologie de Surface, **MR.A.KOCH, MR.S.ECKNER, FRAU.BAESEL, MR.ELSTERMANN,***

***MR. SCHWENNIGER** pour leur disponibilité, leur gentillesse et leur aide ainsi que **MR. HAMPLE, MR. POTZEK, ET FRAU GARLIPP** du labo matériau. Je remercie également **DR. YUNGSTAND, DR. BOSSERT ET DR. SCHNAP** pour m'avoir aidé chaque un dans sa spécialité.*

J'adresse mes remerciements à tous mes amis, mes collègues, le personnel et les étudiants du DOMP qui m'ont aidé dans ce travail.

Enfin, je dédié ce travail :

- à **MON PÈRE et MA MÈRE** que dieux les gardes et je les remercie vivement pour leurs aides et sacrifices.
- à **MA FEMME** qui ma soutenue durant ce travail et je la remercie pour sa patience et son aide durant notre séjour en Allemagne.
- à mon bébé « **MOHAMED EL AMINE** »
- à toute **MA FAMILLE**.

RÉSUMÉ

Le domaine optique est un domaine pouvant intervenir dans toutes les industries avec une grande efficacité. En effet, tout défi de précision n'est atteint que par des méthodes ou appareillages optiques. La fiabilité de l'instrument optique est étroitement liée à la qualité des différents éléments qui le composent particulièrement les composants optiques. Cependant, la performance des composants est dépendante de la précision et de l'état des surfaces fonctionnelles. Les processus de finition classiques restent à nos jours les plus fiables pour la réalisation de surface de très haute qualité malgré la complexité de ces procédés qui sont influencés par un nombre important de paramètres technologiques qui a pour conséquence la non reproductibilité des résultats. Ce phénomène reste un grand problème à résoudre dans l'industrie optique. Les agents de doucissage et de polissage sont considérés comme les paramètres technologiques les plus influents ce qui nous a conduit à travers cette thèse d'effectuer des investigations sur le comportement des grains en alumine et en oxyde de cérium en déterminant leurs évolution (morphologie et grosseur) durant les procédés de finition.

Les phénomènes décrivant le comportement des particules lors des processus de finition des surfaces optiques sont extrêmement complexes comme tous les systèmes dont la conséquence est le résultat aléatoire d'événements innombrables. Les résultats obtenus sont donc de grandes variances et par conséquent les conclusions claires ne sont pas facilement tirées. L'effet des dimensions des particules et leurs taux d'usure sur les résultats des processus de doucissage et de polissage est établi.

SOMMAIRE

INTRODUCTION GÉNÉRALE

CHAPITRE 1

GÉNÉRALITÉS SUR LES PROCESSUS DE FINITION DES COMPOSANTS OPTIQUES

Introduction.....	1
1.1. Étapes de finition des composants optiques.....	1
1. Tronçonnage	2
2. Meulage.....	2
3. Doucissage:.....	3
4. Polissage:	4
1.2. Classification des processus de finition.....	6
1.3. Mode d'enlèvement en doucissage et de polissage.....	8
1.3.1.Processus de doucissage.....	8
1.3.2.Processus de polissage	12
1.3.3.Modèles d'enlèvement de matière durant le doucissage et le polissage.....	17
1.4.Effet des paramètres technologiques sur les processus de doucissage et polissage.....	20

CHAPITRE 2

POUDRES ABRASIFS ET LEUR COMPORTEMENT EN DOUCISSAGE ET POLISSAGE

2.1. Poudres abrasives employées en doucissage et polissage.....	30
2.1.1. Introduction.....	30
2.1.2. Définition	30
2.1.3. Abrasifs naturels	31
2.1.4. Abrasifs synthétiques	33
2.1.5. Agents de polissage.....	43
2.2. Comportement des grains abrasifs lors du doucissage et polissage.....	46
2.2.1. Introduction.....	46
2.2.2. Mécanismes d'usure.....	46
2.2.3. Action des grains abrasifs lors du doucissage et polissage.....	49
2.2.4. Caractéristiques des poudres abrasives.....	51

CHAPITRE 3
RELATION ENTRE L'USURE ABRASIVE ET L'ÉTAT DE SURFACE LORS DU
DOUCISSAGE

Introduction.....	62
1. Doucissage par abrasifs libre pendant un temps optimal.....	62
1.1. Procédure expérimentale.....	62
1.2. Résultats et interprétations.....	66
a. État de surface du verre.....	66
b. Morphologie des grains	70
c. Distribution granulométrique et taux d'usure	72
d. Perte en masse (taux d'enlèvement de matière):.....	76
2. Détermination de la durée d'utilisation d'une poudre de doucissage.....	78
2.1. Procédure pratique	78
2.2. Résultats obtenus	79
2.3. Interprétation.....	86
3. Conclusion	87

CHAPITRE 4
EFFET DES PARAMETRES D'ELABORATION DES PASTILLES SUR
L'USURE DES GRAINS ABRASIFS

1. Introduction.....	88
2. Élaboration des pastilles.....	88
3. Essai de compressibilité.....	92
4. Doucissage par pastilles.....	93
5. Résultats.....	94
5.1. Pastilles liées par polyuréthane	94
5.2. Pastilles liées par verre.....	95
5.3. Pastilles liées par résine	97
5.4. Comparaison des pastilles en fonction de leurs qualité et efficacité.....	98
5.5. Effet du liant sur la perte en masse et la perte en épaisseur.....	98
5.6. Effet de la pression de compactage sur la perte en épaisseur	100
6. Corrélation entre l'efficacité et l'usure des pastilles.....	103
7. Comportement à l'usure des grains abrasifs liés.....	105
7.1. <i>Morphologie des grains</i>	105
8. Conclusion.....	112

CHAPITRE 5
COMPORTEMENT À L'USURE DES GRAINS ABRASIFS D'OXYDE DE CÉRIUM
DURANT LE POLISSAGE DU VERRE

1. Introduction.....	113
2. Procédure expérimentale.....	113
3. Évolution de l'usure des grains abrasifs en CMP.....	114
3.1. <i>Évolution de l'usure des grains aux premières minutes de CMP</i>	114
a. <i>Caractérisation</i>	116
b. <i>Résultats et interprétations</i>	117
3.2. <i>Évolution de l'usure des grains lors du polissage continue</i>	123
4. CONCLUSION.....	136

CHAPITRE 6
TRIBOLOGIE ET MODE D'ENLÈVEMENT EN DOUCISSAGE
ET POLISSAGE DU VERRE OPTIQUE

1. Action des grains abrasifs en doucissage et polissage du verre.....	137
1.1. <i>Introduction</i>	137
1.2. <i>Rayures causées par l'essai de scratch</i>	137
1.2.1. Procédure expérimentale.....	137
1.2.2. Résultats et interprétations.....	139
1.3. <i>Rayures causées par doucissage</i>	148
2. Comportement tribologique en doucissage et polissage.....	155
1. <i>Phénomène de frottement en doucissage et polissage</i>	155
1.1. Procédure expérimentale.....	155
1.1.1. Coefficient de friction en doucissage.....	156
1.1.1.1. Calcul du coefficient de friction	158
1.2. Résultats et interprétations.....	160
1. Doucissage par abrasifs liés	160
2. Doucissage par abrasifs libres.....	161
3. Polissage par abrasifs libres	162
3.1. Effet du temps de polissage	163
3.2. Effet de la vitesse	165
3.3. Effet de la nature du polissoir	166
4. CONCLUSION.....	167

CONCLUSION GÉNÉRALE

Introduction générale

La perfection industrielle est un défi entre les technologues dans le but de satisfaire le souhait humain toujours existant. En effet, on parle dans certaines industries, en l'occurrence les industries optiques et optoélectronique, de produit sans défaut. Les sociétés telles que : Les sociétés allemandes INFINION et CARL ZEISS ont relevé un défi de réalisation de produits parfait. Le domaine optique reste le plus adéquat pour l'obtention de ce résultat. La fiabilité de l'appareillage optique utilisé dans l'objectif cité est étroitement liée à la qualité des composants optiques le constituant. Cependant, la qualité des composants dépend de leurs formes et leur qualité de surface. Cette dernière n'est plus assez difficile à obtenir mais reste toujours l'exigence de l'intervalle de précision. Effectivement, des surfaces d'une rugosité de l'ordre du nanomètre ou l'angström, avec un écart de forme de l'ordre du micromètre au nanomètre, sont réalisées. Mais les processus de finition classiques restent toujours les plus fiables dans ce sens. Ces processus de finition peuvent être définis comme étant des processus mettant en jeu des paramètres non maîtrisables pour la réalisation de surfaces parfaites, malgré les problèmes pouvant surgir dans ces derniers à cause de leur complexité. L'un des problèmes posé est la reproductibilité du processus, qui est étroitement lié aux éléments des opérations de doucissage et de polissage, dont les plus importants sont: l'agent de doucissage ou de polissage (poudre abrasive) et l'outil (polissoir).

L'étude du comportement des agents de polissage et de doucissage est un domaine de recherche très important à cause de la prédominance du rôle des particules dans ces processus et leur nécessité. Cependant, les phénomènes décrivant le comportement des particules sont extrêmement complexes comme tous les systèmes dont la conséquence est le résultat aléatoire d'événements innombrables. Les résultats obtenus sont donc de grandes variances et par conséquent les conclusions claires ne sont pas facilement tirées. L'effet des dimensions des particules et leurs taux d'usure au cours des

processus de doucissage et de polissage est à éclaircir, toute en connaissant la difficulté d'identification des causes de ce phénomène.

Afin de traiter ce problème, certaines questions peuvent être posées :

Comment peut-on rendre possible une utilisation efficace d'une quantité de poudre abrasive pour l'obtention de surfaces de haute qualité ?

Plusieurs questions secondaires sont ajoutées à cette question :

Quelles sont les caractéristiques essentielles des grains abrasifs ?

Quelle est la limite d'utilisation d'un grain en doucissage ou en polissage ?

Quels sont les effets de l'usure des grains sur la qualité de la surface obtenue ?

Quelle est la différence dans l'usure des grains libres et liés ?

Quelle est la relation entre l'état de surface et l'usure des grains libres et liés ?

Quelle est l'influence des paramètres technologiques des processus de doucissage et de polissage sur l'usure des grains abrasifs ?

Quel est l'effet des paramètres d'élaboration des outils agglomérés sur l'efficacité des grains abrasifs lors du doucissage et polissage par pastilles (abrasifs liés) ?

Quelle est la manière d'action des grains sur la surface lors des processus ?

Quelle est la relation entre le mode d'enlèvement de matière et l'usure des abrasifs ?

La problématique posée fait l'objet de cette étude, à travers laquelle on a essayé de répondre aux questions posées par le biais d'essais pratiques réalisés à l'institut de sciences des matériaux et technologie de l'université Friedrich Schiller de Jena (Allemagne).

Les réponses aux questions précédentes nécessitent:

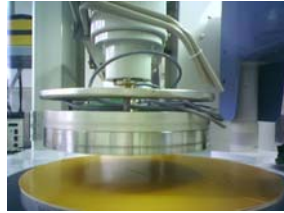
- La détermination de la corrélation entre l'état de surface et l'usure des grains abrasifs.
- La détermination des caractéristiques des grains, morphologie, distribution granulométrique, angles des arêtes vifs et l'étude du changement de ces caractéristiques lors du doucissage et du polissage.

- Étude de l'effet des paramètres technologiques sur le processus de polissage et de doucissage.
- Étude de l'effet des paramètres d'élaboration des pastilles sur l'usure des grains abrasifs.
- Étude de l'action des grains sur la surface du verre et le mode d'enlèvement de matière.

Pour cela, ce travail est divisé en deux grandes parties distinctes: la première partie se compose de deux chapitres théoriques qui présentent des généralités sur les processus de doucissage et de polissage; ainsi que les différents poudres abrasives et leurs comportements durant les procédés de finition.

Quant à la partie pratique; elle comporte quatre chapitres. Le premier montre la relation entre l'usure abrasive et l'état de surface lors du doucissage, le deuxième décrit l'effet des paramètres d'élaboration des pastilles sur l'usure des grains abrasifs. Quant au troisième; il illustre le comportement à l'usure des grains abrasifs d'oxyde de cérium durant le polissage du verre et le dernier est consacré à la tribologie et le mode d'enlèvement de matière en doucissage et polissage du verre optique.

CHAPITRE 1 : GÉNÉRALITÉS SUR LES PROCESSUS DE FINITION DES COMPOSANTS OPTIQUES



Introduction.....	1
1.1. Étapes de finition des composants optiques.....	1
1. Tronçonnage.....	2
2. Meulage.....	2
3. Doucissage.....	3
4. Polissage.....	4
1.2. Classification des processus de finition.....	6
1.3. Mode d'enlèvement en doucissage et de polissage.....	8
1.3.1.Processus de doucissage.....	8
1.3.2.Processus de polissage.....	12
1.3.3.Modèles d'enlèvement de matière durant le doucissage et le polissage.....	17
1.4.Effet des paramètres technologiques sur les processus de doucissage et polissage..	20

CHAPITRE 1

GÉNÉRALITÉS SUR LES PROCESSUS DE FINITION DES COMPOSANTS OPTIQUES.

Introduction

Le doucissage et le polissage des composants optiques, quel que soit leur utilisation dans le domaine spectral, demeure une technologie indispensable à la réalisation des instruments optiques. Les précisions demandées, la nature des substrats utilisés, évoluent rapidement depuis quelques années, ce qui entraîne des évolutions importantes dans les procédés de production associés. Ces évolutions concernent aussi bien les profils des composants (surfaces asphériques, diffractives,...) que les précisions recherchées et la qualité des états de surface (principalement en terme de rugosité). Pour le doucissage et le polissage des surfaces planes et sphériques, les technologies classiques restent largement utilisées et les travaux de Recherches et développement, menés aussi bien par les industriels que par les laboratoires, sont orientés sur l'amélioration de la qualité des états de surface.

Les moyens de production conventionnels restent encore les plus utilisés dans les ateliers de production et ceci malgré la part importante de la main d'oeuvre spécialisée qu'ils nécessitent. Ceci peut être lié à des problèmes d'investissement, à ce que les séries à réaliser sont trop faibles pour être automatisées, ou parce que ces moyens restent encore les seuls capables de réaliser un haut niveau de qualité (en précision et en état de surface). Cependant, il est apparu sur le marché toute une gamme de machines à commandes numériques permettant de réaliser la totalité des opérations d'ébauchage, doucissage, polissage. Les dimensions des pièces réalisables et les précisions obtenues avec ces machines répondent à une part importante des applications du secteur de l'optique instrumentale.

La finition d'un composant optique s'effectue en général en trois étapes après tronçonnage, le meulage (ébauchage), le doucissage et le polissage. Les trois dernières opérations sont basées sur le même principe.

1.1. Étapes de finition des composants optiques

La fabrication de composants optiques implique habituellement les trois étapes de travail à froid: meulage, doucissage et polissage [*Izu86, Kar93, Hor83*].

Izumitani [*Izu86*] décrit ces processus en détail. Tous les trois processus impliquent une interaction considérable entre les propriétés mécano-chimique du matériau optique et la qualité de la surface optique fabriquée qui est décrite par la rugosité de la surface, les endommagements

subsuperficiels, tensions résiduelles de surface, et le taux d'enlèvement de matière. Les propriétés mécaniques impliquent des paramètres élastiques (module de Young), paramètres plastiques (dureté Vickers ou dureté Knoop, ou la résistance au scratch), et les paramètres de la fracture (résistance à la fracture, peut être croissance de la résistance à la fracture avec accroissement de la fissure), tous ce qui peut être considérablement affecté par la composition chimique de la suspension utilisée dans les processus industriels.

1. Tronçonnage: Il est effectué en général par des outils diamantés ayant des arrêtes coupantes. Selon les dimensions et la forme des pièces, la technique de sciage se fait soit par la technique de tronçonnage à couteau diamanté ou par le sciage par disque diamanté (voir fig.1.1).

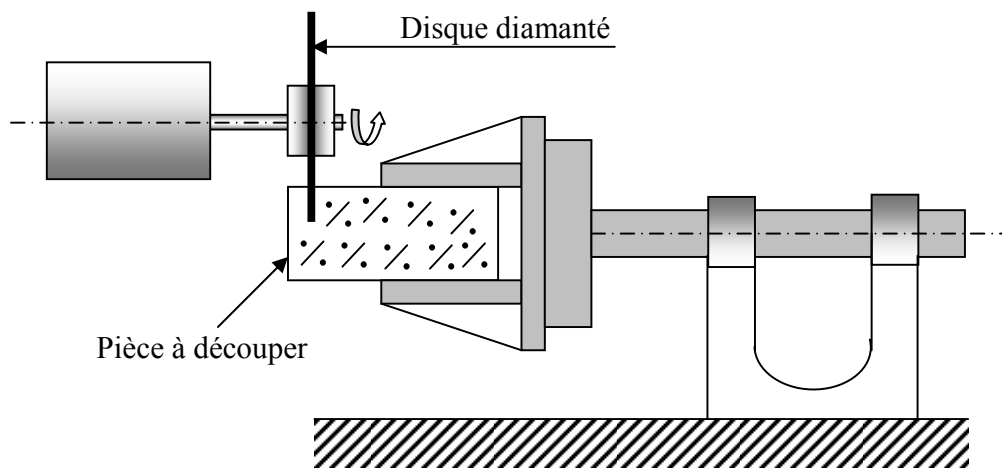


Figure 1.1 : Principe de découpage (cisailages) du verre par disque diamanté

2. Meulage: Son objectif est de définir les formes de la pièce à doucir et à polir, il est basé sur le fait que l'outil diamanté et le composant optique à usiner sont montés chacun sur une broche (voir fig.1.2). La broche porte-outil tourne à une grande vitesse. Les axes de rotation sont dans le même plan, ils forment entre eux un angle [Mar00].

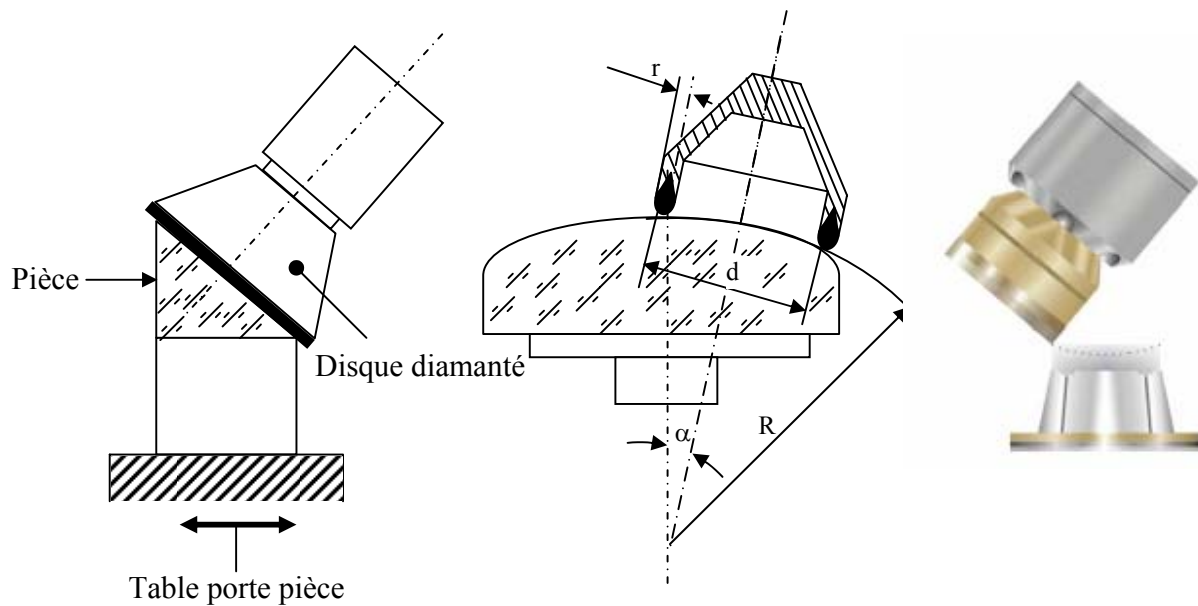


Figure 1.2 : Principe de meulage du verre

3. Doucissage: C'est une opération de finition, qui succède au meulage. La littérature a rapporté plusieurs définitions du processus. Marioge et al. [Mar00] le définit comme étant un processus qui met en œuvre un rodoir métallique et des grains abrasifs (voir fig.1.3). Les grains s'incrudent entre le rodoir et la surface. Au cours du déroulement de l'opération, les grains abrasifs enlèvent les défauts macro-géométriques et préparent la surface à l'étape de polissage.

D'autres études l'ont défini comme étant un processus abrasif à trois corps dans lequel une charge fixe est appliquée à un disque métallique (rodoir) qui presse une suspension, constituée d'un liquide et des particules (grains) abrasives, sur la surface optique à fabriquer [Kar93,Phi77, Gla91]. La suspension est alimentée de façon continue, et le disque (rodoir) tourne par rapport au composant optique. Les particules abrasives indentent ou entaillent la surface optique fragile, en induisant des fissures latérales qui permettent l'enlèvement de matière [Phi77] et des fissures radiales ou médianes qui peuvent être identifiées avec les couches subsuperficielles endommagées [Lam97].

Cette méthode d'abrasion est utilisée beaucoup plus pour les matériaux fragiles, comme les céramiques et les minéraux. Les disques de doucissage existent plusieurs variétés, ils peuvent être en acier, en cuivre, en plastique ou en verre [Van82].

Le doucissage est caractérisé par son faible taux d'enlèvement de matière dans le cas des métaux et plus élevé dans le cas des matériaux fragiles, et par une subsurface endommagée modérée et une bonne planéité avec une rugosité assez bonne [Ste91].

En plus du doucissage ou du rodage par suspension, d'autres opérations industrielles sont utilisées actuellement dans lesquelles, le taux d'alimentation, plutôt que la pression nominale, est restée constante. Ces opérations industrielles sont décrites collectivement en tant que micro rodage ou micro doucissage (microcutting).

Des composants optiques de haute précision ont été obtenus par ces méthodes. A titre d'exemple, des surfaces sphériques convexes et concaves avec un rayon de courbure de 5 mm à ∞ (c.à.d. plane), et des diamètres du travail de 10 à 150mm ont été accomplis à l'université de Rochester (New York USA) [Pol 91, Gol92, Gol94, Pol94, Lie92]. La surface spéculée, résultante après moins de 5 min de microrodage, avait une rugosité quadratique (R_q) de moins de 20 nm, 1 mm de subsurface endommagée, et un écart de forme supérieur à $\lambda/2$ du PVA [Lie92]. Les taux d'alimentation typiques sont de 6 à 10 $\mu\text{m}/\text{min}$, avec une grosseur des abrasifs en diamant de 2 à 4 μm . Des surfaces asphériques ont été aussi fabriquées [Lam97].

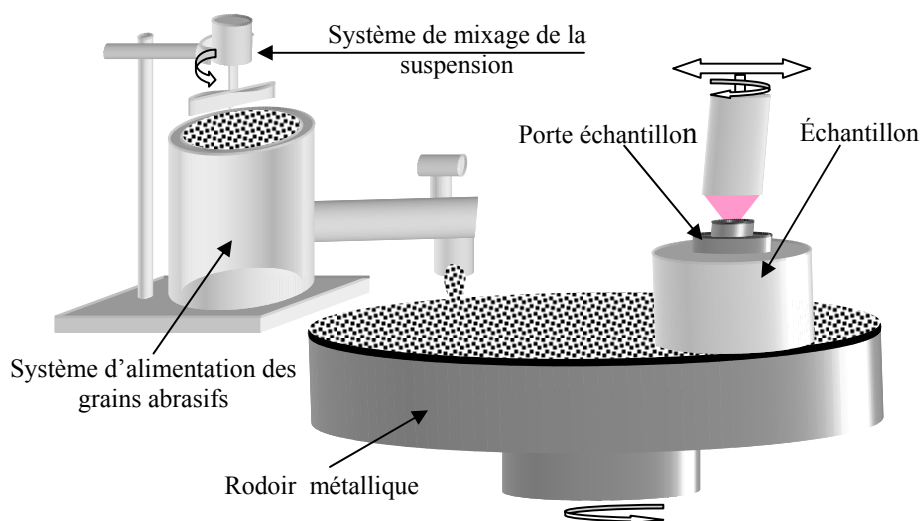


Figure 1.3 : Principe de doucissage par abrasifs libres du verre

4. Polissage: Le polissage par abrasifs, considéré peut être l'une des technologies industrielles les plus anciennes, est un processus communément utilisé pour la finition des composants optiques [Kom97].

Le polissage est la dernière opération de finition des composants optiques, elle s'effectue selon le même principe que le doucissage sauf qu'on emploie un polissoir plus doux et des grains abrasifs plus fins. Le polissage permet deux opérations simultanées : La diminution de la rugosité et la mise en forme à la précision nécessaire [Mar00].

Une rugosité inférieure à 1nm et un écart de forme de l'ordre du nanomètre peuvent être atteint en polissage des surfaces planes et sphériques.

Le polissage se caractérise par la génération d'une rugosité minimale de la surface avec un faible taux d'enlèvement. Des grains abrasifs de taille micrométriques et des polissoirs relativement doux sont utilisés généralement. Cependant, la transition entre le doucissage et le polissage est restreinte puisque, sous certaines conditions, le doucissage peut aussi être utilisé comme processus final [Bri06].

Les opérations de polissage classique sont effectuées par abrasifs libres ou par abrasifs liés (pastilles) (voir fig.1.4).

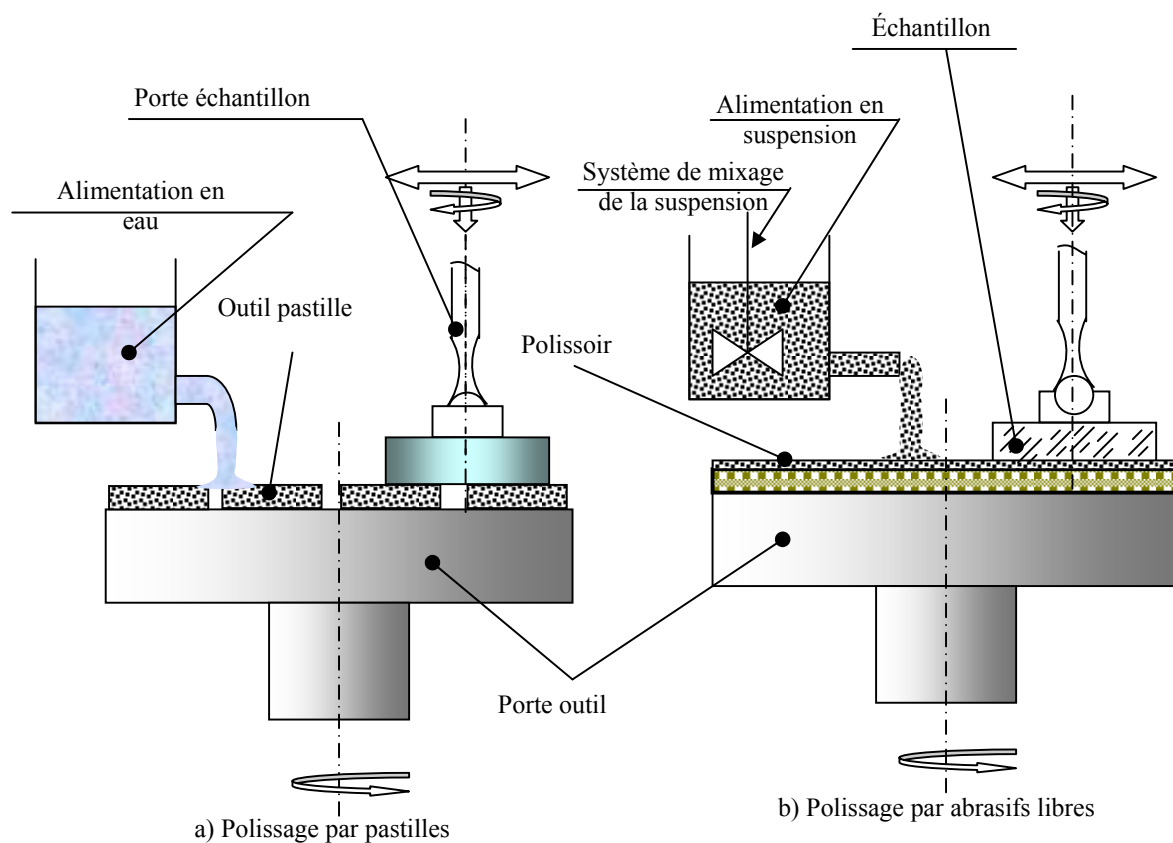


Figure 1.4 : Principe de polissage du verre optique

Durant ces dernières années, en plus de la préparation des composants optiques le polissage classique par abrasifs libres est employé dans l'industrie des semi-conducteurs en particulier la préparation des wafers. La spécificité des matériaux semi conducteurs a exigé l'emploi d'un agent de polissage, constitué d'une poudre très fine de grosseur inférieure au dixième du micromètre généralement en oxyde de Silicium (SiO_2), et d'une solution chimique agressive

(acides et bases) afin de permettre une importante réaction chimique durant le processus de polissage. Ce processus est appelé dans la littérature le polissage mécano chimique (Chemical Mechanical Polishing (CMP)) dont le principe est montré dans la figure 1.5 [Luo03].

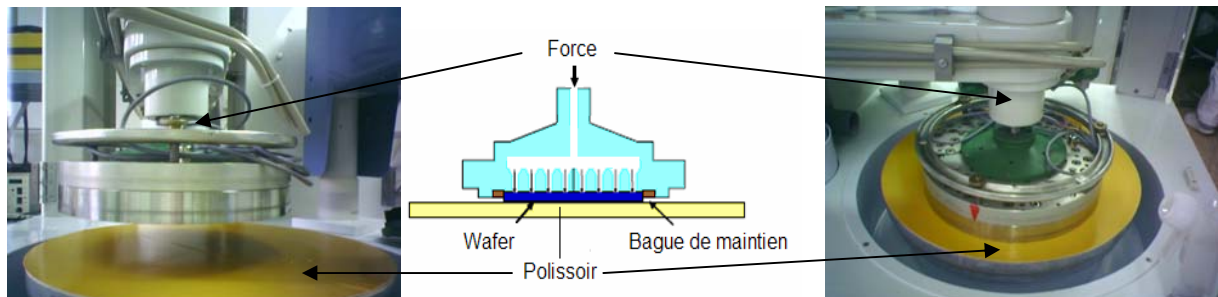


Figure 1.5 : Principe du polissage mécano chimique (CMP)

1.2. Classification des processus de finition

Les processus de finition par abrasifs sont différents par leurs propriétés, éléments et qualité des produits. La classification du doucissage et de polissage par Kasai [Kas90] est basée sur le support des abrasifs (outil dur et souple) et la grosseur des grains abrasifs (abrasifs fins et moyens) pour les différentes applications (voir fig.1.6). Par exemple, pour la finition des wafers en silicium ou bien les lentilles en verre, un support souple et des grains fins sont employés. Cependant, en doucissage conventionnel, un support dur (ex. acier) et des abrasifs moyens sont employés. De la même façon, pour la finition du saphir, un support dur et des abrasifs fins sont utilisés alors que pour la finition des matériaux ferromagnétiques, un support souple et des abrasifs moyens sont utilisés.

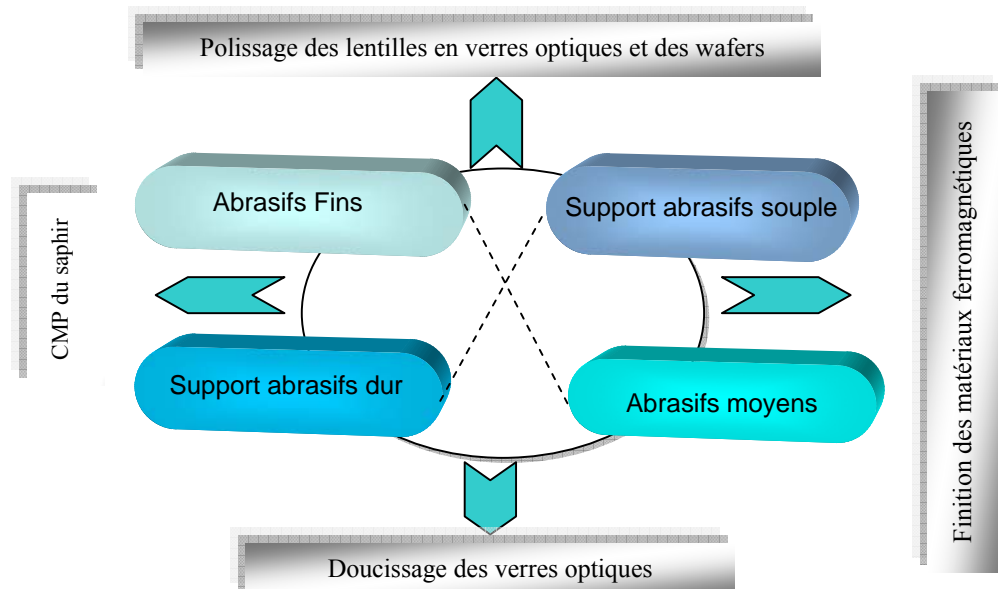


Figure 1.6 : Schémas des différentes combinaisons des supports et des grains abrasifs [Kas90]

La classification peut être faite également selon le mode d'enlèvement de matière lors des processus de finitions. En effet, la figure 1.7 montre une classification selon le mode d'enlèvement de matière [Kas90, Kom97].

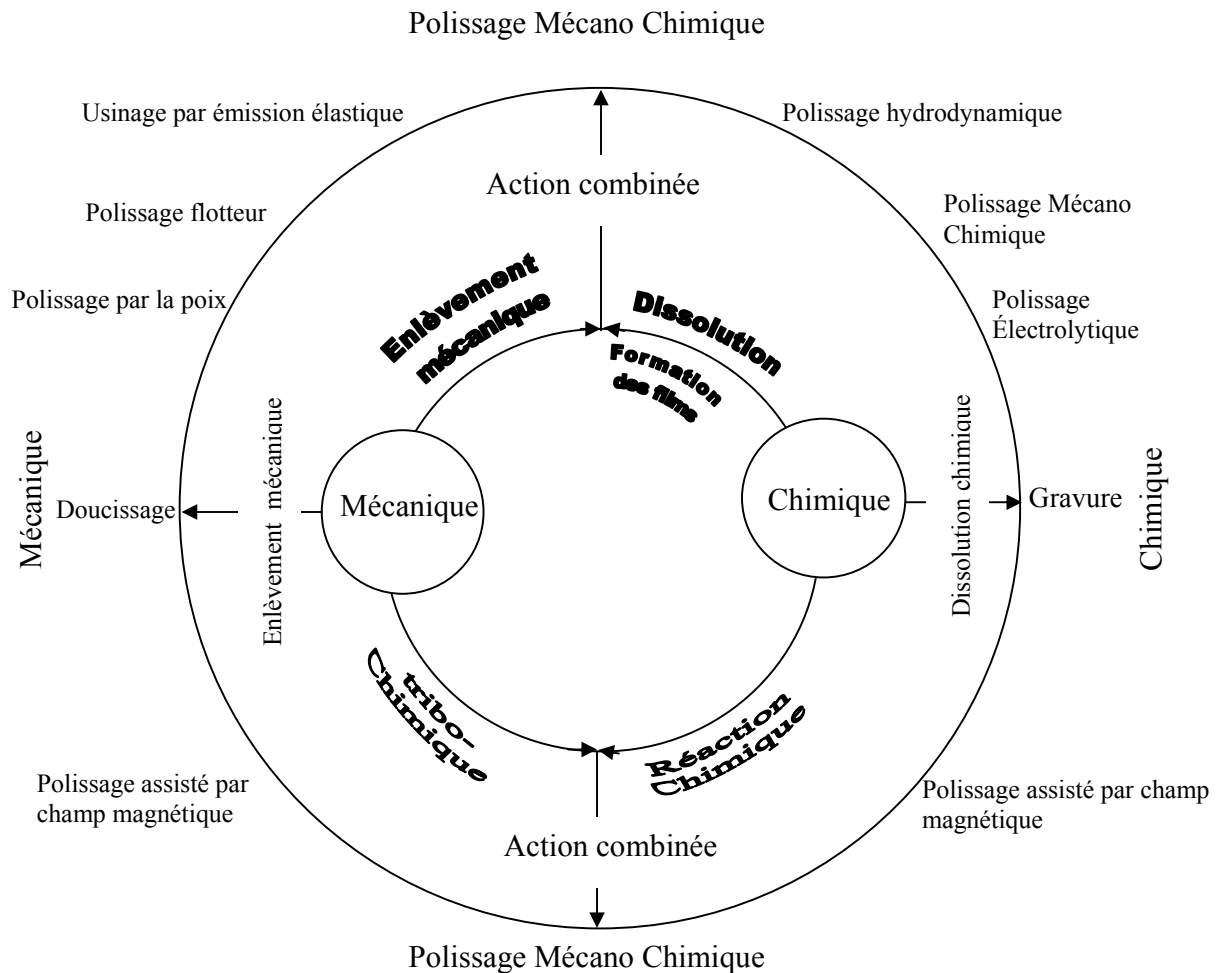


Figure 1.7 : Classification des procédés de finition selon le mécanisme d'enlèvement de matière [Kom97].

Imanaka et Okutomi [Ima79] ont donné une autre classification des procédés, en se basant sur la nature mécanique prédominante dans ces procédés où la matière est enlevée par les grains abrasifs fins par action mécanique. Cependant, par le propre choix de l'environnement abrasifs-Matériau usiné, il est possible d'introduire une action chimique supplémentaire pour encourager la finition mécano chimique. Les processus pris en considération dans ce classement sont respectivement :

- Le rodage ultra - précis
- Le polissage conventionnel par abrasifs libres et liés

- Le polissage à commande numérique
- Le polissage flotteur
- Finition par émission élastique
- Rodage par ultras
- Jets érosifs
- Finition assistée par champ magnétique

1.3. Mode d'enlèvement en doucissage et de polissage

1.3.1. Processus de doucissage

Vu l'ancienneté des procédés de doucissage et de polissage dans l'industrie du verre, l'explication du mode d'enlèvement de matière constitue l'un des objectifs les plus recherchés dans les différents travaux liés à ces deux processus. Effectivement, Lord Rayleigh [*Ray1903*] en 1892 a étudié des surfaces doucies et a constaté qu'il existe de profondes fissures sous la surface rugueuse. Ces fissures sont le prolongement des piqûres créées par le doucissage.

French [*cité par [Mar82]*] en 1917 a fait remarquer que lors du doucissage, les abrasifs libres du type carborundum ou corindon ne coupent pas le verre, mais créent des tensions locales de cisaillement dans le verre qui produisent des éclats. Ce même auteur a montré que la masse de la matière éliminée par doucissages est directement proportionnelle à la charge et à la vitesse relative entre le verre et l'outil. En 1974 Weise [*Wei74*] a décrit un modèle physique pour prédire l'usure moyenne par des abrasifs libres

Preston [*Pre21*] a étudié des surfaces doucies. Il a indiqué, que les grains abrasifs peuvent avoir une action, soit en roulant sur eux mêmes, soit en se translatant après avoir été fixés sur l'outil. Dans ces deux cas, les traces n'ont pas le même aspect. Pour un grain en translation, la concavité de ces fractures est dirigée vers le point d'où vient le grain. Pour un grain ne roulant pas, le sens de cette concavité est inverse. Chaque grain produit des fractures plus ou moins profondes, et c'est l'association de plusieurs d'entre elles qui provoque l'enlèvement d'un petit fragment de matière, ou la formation d'une écaille.

La compréhension du mode d'enlèvement de matière appelé communément l'usure abrasive reste de nos jours d'un intérêt majeur pour les chercheurs. En effet, ce phénomène est étroitement lié à tous les éléments du processus (grains abrasifs, échantillon,...) et les paramètres technologiques de l'opération (pression de doucissage, pH de la solution...). Le phénomène d'abrasion a fait l'objet de plusieurs études depuis plus d'un siècle [*Men95*]. Plus de 300 modèles et équations, recensés par Meng et Ludema [*Men95, Sin07*], ont été proposés pour décrire le phénomène.

Tous ces modèles restent à cette date insuffisants et ont une validité générale non spécifique, ceci peut être dû à la complexité du processus d'abrasion [Har98]. Le modèle d'Archard reste le plus employé dans le cas de la description de l'usure abrasive [Men95, Sin07, Hut92].

Il a été démontré que les matériaux fragiles, comme le verre, peuvent être doucis sans provocation de fractures. Ce processus est appelé rodage ou doucissage à régime ductile ou le doucissage fin [Bif91].

D'après Phillips [Phi77], le doucissage par abrasifs libres est un processus d'usure à trois corps dans lequel une charge fixe est appliquée au rodoir qui presse la solution abrasive, contre la surface optique à usiner. La suspension est alimentée continuellement, et le rodoir tourne par rapport au composant optique. Les particules abrasives indentent la surface optique fragile, en induisant des fissures latérales qui enlèvent la matière et des fissures radiales ou médianes qui peuvent être identifiées avec les endommagements subsurfaciques. Cette théorie a été soutenue par Buijs et Korpelvanhouten [Bui93, Bui93bis].

Kang et Hadfield [Kan05] ont rapporté que le modèle trouvé conduit aux expressions du taux d'enlèvement (ou usure), rugosité de la surface, les subsurfaces endommagées et les charges par particule comme une fonction de la forme de la particule, grosseur de la particule, propriétés des matériaux de l'échantillon et du rodoir, la pression appliquée et la vitesse relative entre la pièce et le rodoir. Le modèle a été trouvé pour donner une bonne description des résultats expérimentaux, en permettant le calcul du taux d'enlèvement, la rugosité de la surface ou la pénétration du dégât à partir de la mesure de l'un de ces paramètres.

Buijs et Korpel [Bui93] ont avancé que le comportement des abrasifs, dans l'opération de doucissage, peut se situer entre deux extrêmes: soit les particules abrasives sont complètement enfoncées dans le rodoir dans ce cas, ils se comportent comme des particules liés, où ils roulent entre la surface de l'échantillon et le rodoir. Les contributions relatives de ces deux conditions rendent l'enlèvement de matière dépendant des dimensions et la forme des particules abrasives et la dureté relative du rodoir et de l'échantillon (voir fig.1.8). L'action des grains abrasifs, durant les processus de fabrication du verre, produit les caractéristiques de structure de surface montrée à la figure 1.9. La surface endommagée est rugueuse avec des dimensions du P-V (peak to valley) de l'ordre de 1 à 10 μ m. Sous la surface se trouve une couche contenant des microfissures qui s'étend dans la masse à des profondeurs de l'ordre de 10-100 μ m. L'ampleur de la rugosité de surface et la subsurface endommagée ne dépend pas seulement des propriétés du verre mais aussi des paramètres du processus de fabrication.

Pour la plus part des applications, cette structure de surface n'est pas acceptable et doit être éliminée. Elle produit la diffusion de la lumière et diminue la résistance mécanique du verre. Cette couche endommagée est enlevée lors du polissage habituellement. Kachalov [cite par [Pau87]] a été le premier qui a rapporté que les épaisseurs des deux couches sont reliées comme suit :

$$F = K \times h \dots\dots\dots(1.1)$$

Ou : h : est la rugosité P-V et F : est l'épaisseur de la couche subsuperficielle endommagée. La proportionnalité constante k est de 3.7 pour le cas du verre plat douci par abrasifs sur un rodoir en acier dur.

Aleinikov [Ale57] a approfondi ces études, pour les abrasifs libres, à d'autres types de verres et quelques matériaux cristallins. Il a trouvé, dans le cas de l'emploi de grains en SiC et un rodoir en acier, un facteur $k = 3.93 \pm 0.17$.

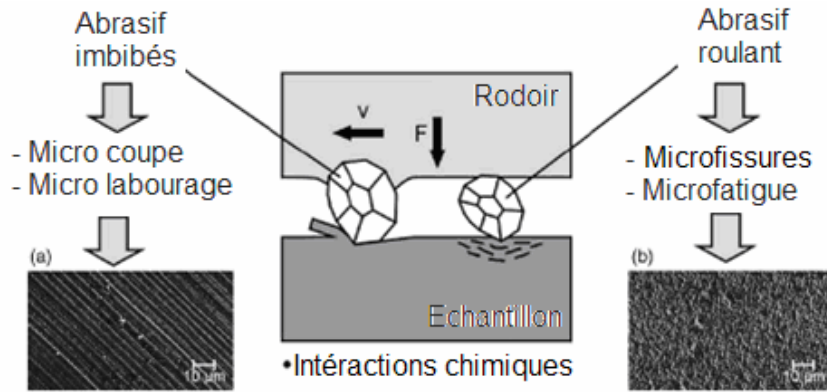


Figure 1.8 : Mécanisme d'enlèvement de matière en doucissage [cha00, Tre99]

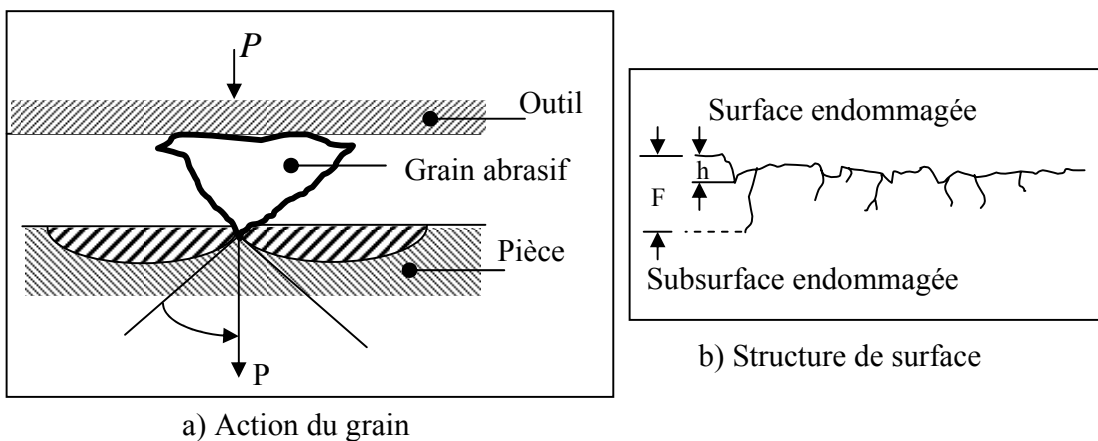


Figure 1.9: Schémas de la structure de surface du verre résultante de l'action abrasive Paul Hed [Pau87] a montré une corrélation entre la rugosité de surface (P-V) et la profondeur de la couche subsuperficielle endommagée (SSE) (voir fig.1.10) ainsi que l'influence de la grosseur des grains sur la rugosité de surface (RS) et la couche endommagée (SSE) (voir fig.2.11). Il a

noté que la profondeur de la couche subsuperficielle augmente au fur et à mesure que la rugosité P-V augmente, mais cette évolution dépend du type de verre traité. Quand à la relation entre la rugosité de surface, la couche subsuperficielle et la grosseur des grains il a trouvé sur un échantillon en verre BK7 que toutes les caractéristiques (Rugosité, ou couche subsuperficielle) augmentent avec l'augmentation de la grosseur des grains ce qui laisse à conclure que la finesse des grains produit des surfaces de meilleur qualité.

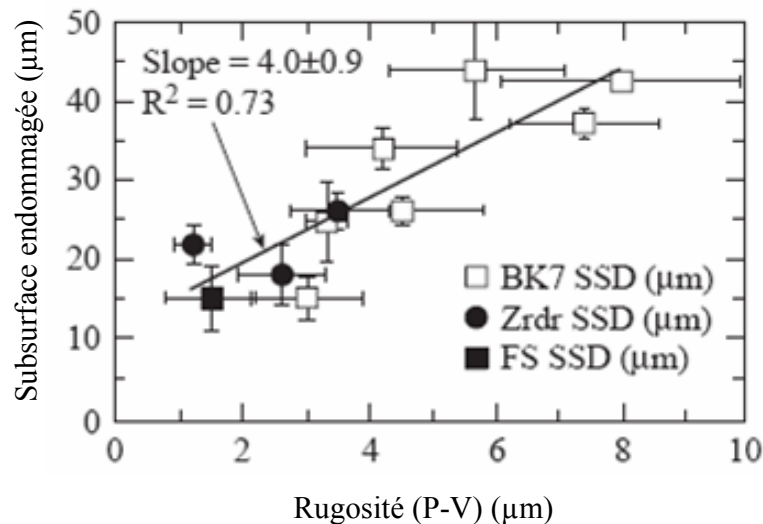


Figure 1.10 : Relation entre la subsurface endommagée et la rugosité de surface [Pau87]

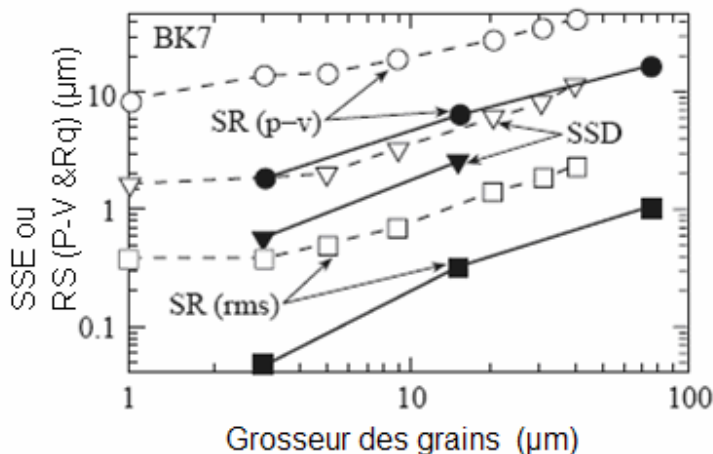


Figure 1.11: Influence de la grosseur des grains sur l'endommagement de la surface et la rugosité [Pau87]

Yuan et al. [Yua03], dans leur travail sur le quartz, ont reporté que dans le processus de doucissage, l'action des abrasifs est en étroite relation avec les propriétés du matériau du rodoir. Les micros fissures, produites sur le quartz, sont dues à l'action des abrasifs. C'est le principal mode d'enlèvement de matière en doucissage. L'extension des fissures a pour conséquence la

formation d'un écaillage et par la suite l'enlèvement de matière. La distribution de la longueur des fissures microscopiques sous la surface du quartz est presque identique. Plus la charge est élevée plus les fissures sont plus longues. L'auteur a conclu que la profondeur de la fissure sous la surface du quartz est égale au tiers de la grosseur moyenne du grain abrasif.

1.3.2. Processus de polissage

Si le processus du doucissage est assez bien compris, aucune théorie n'explique complètement le polissage du verre. Plusieurs chercheurs ont essayé de donner des explications de ce processus.

Kaller [Kal 91] a écrit que Cornish a rapporté que sur 279 articles qui ont été publiés jusqu'en 1961, 0l'existence de trois 3 théories sur le polissage du verre :

- La microabrasion d'une couche très fine de la surface par les grains de polissage durs (extension du processus de doucissage)
- Un flux plastique tangentiel des particules du verre fines en dessous des grains durs de polissage. Cette théorie est appelée théorie de Beilby [Bei1904]. Beilby a supposé dans sa théorie que la surface du verre est déformée thermoplastiquement durant le polissage sous l'effet des grains durs.
- Processus mécano-chimique où le polissage est expliqué comme une séparation mécanique de la surface de verre hydratée (voir fig.1.12).

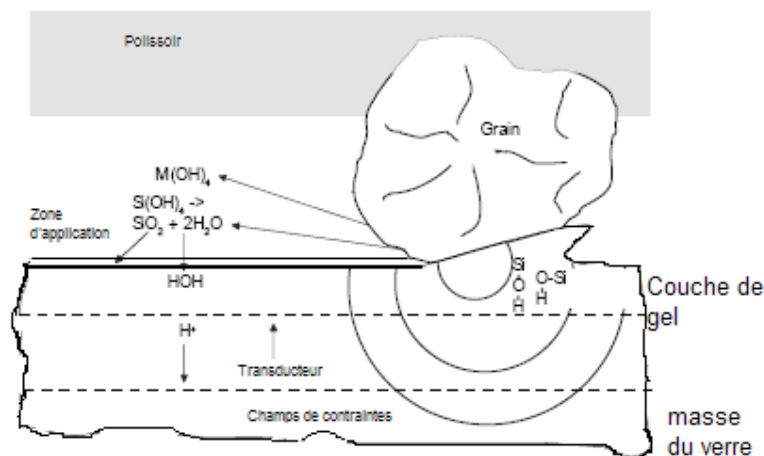


Figure 1.12: Principe d'enlèvement de matière selon Cook et Brown [Eva04]

Les processus mécano-chimiques ont été spécialement accentués par l'école de Leningrad, particulièrement par Grebensčikov et Katčalov. Kaller [Kal 91] dans son étude déclare que ses arguments expliquant le mécanisme de polissage ont été erronément attribués dans certains articles à expliquer le processus mécano-chimique (CMP).

Les recherches, entreprises dans le même objectif concernant l'explication du phénomène d'enlèvement de matière en polissage pendant la période de 1961 au 1977, avaient la particularité de l'investigation par les scientifiques Japonais Kinoshita [*Kin70*] et Sakata [*Sak73, Sak73bis*] de la technique de l'ellipsométrie pour la détermination de l'épaisseur de la couche de polissage, en plus de ceux concernant les mécanismes du polissage mécano-chimique par Izumitani [*Izu71, Izu79*].

En résumé, tous les auteurs de 1961 à 1977 sont en faveur de l'enlèvement mécanique de la surface du verre hydratée pendant le polissage par la poudre de polissage de dureté élevée.

Les points de vue publiés sur le mécanisme de polissage durant la période entre 1977 et 1990 sont restés inchangés par rapport aux précédents. Dans tous les articles publiés de Brown et al [*Bro79, Bro87, Bro90*] le processus de polissage est considéré comme étant un processus mécano-chimique, dont l'action chimique joue un rôle important. Cook [Coo90] dans son étude a traité l'action chimique en polissage mécano chimique avec plus de détails. Elle est décrite comme étant l'influence de l'eau sur la surface du verre en polissage. Cependant, il reste difficile de définir lequel des deux processus chimique ou mécanique est prépondérant.

Dans le polissage, l'effet du polissoir est également très important. En effet, d'après Kaller [*Kal56*] le polissoir a une influence décisive sur l'enlèvement de la matière durant le polissage, cette influence est chimique et par conséquent l'action mécanique reste toujours inférieure à 100%. Cook [Coo90] a aussi parlé de l'activité chimique des particules de l'oxyde de cérium lesquelles causent plus de friction durant le polissage que les grains de diamant qui sont inerte. Cependant, aucune explication n'a été mentionnée concernant l'effet de cette activité chimique de la poudre de polissage.

En examinant l'action chimique durant le polissage du verre optique, rapportée par les travaux de Izumutani et Harada [*Izu71, Izu79*] qui traitent la dépendance de l'efficacité de polissage sur la résistance chimique du verre. La figure 1.13 illustre la relation entre la vitesse de polissage et la perte en masse des verres silicates et borates immergée dans l'acide nitrique; la relation trouvée est linéaire. Les verres moins résistants comme le SK16 ont une grande vitesse de polissage. Le même résultat a été trouvé lorsque ces verres sont immergés dans l'eau comme le montre la figure 1.14. Ce sont donc les mêmes phénomènes qui se répètent lors de l'utilisation de l'acide ou de l'eau pure, ce qui montre qu'il y a des réactions chimiques qui se produisent entre la suspension de polissage et le verre. La figure 1.15 montre des verres lessivées pendant 60 min dans l'acide chlorhydrique, on constate que la vitesse de polissage est inversement proportionnelle à la dureté de la couche hydratée, plus dure la couche de la surface, plus grande

la vitesse de polissage. Ce qui montre que la vitesse de polissage est influencée par la dureté de la couche hydratée. La différence de la vitesse de polissage entre verres borates et les verres silicates qui ont la même dureté des couches hydratées est dû à la différence dans la durabilité chimique c'est-à-dire dans la vitesse de formation de la couche hydratée. La vitesse de formation de la couche hydratée dépend de la durabilité chimique du verre, les verres moins durs ont une forte tendance à former une couche hydratée douce.

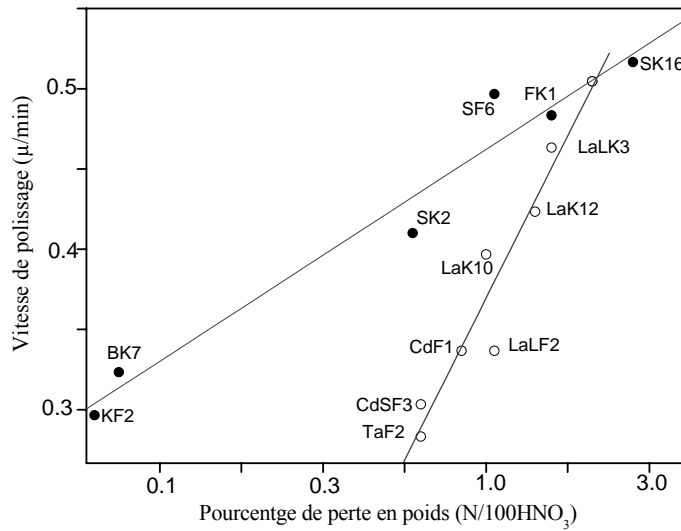


Figure 1.13 : relation entre la vitesse de polissage et la perte en poids des verres immergés dans l'acide nitrique [Izm79]

● Verres Silicates ○ Verres Borates

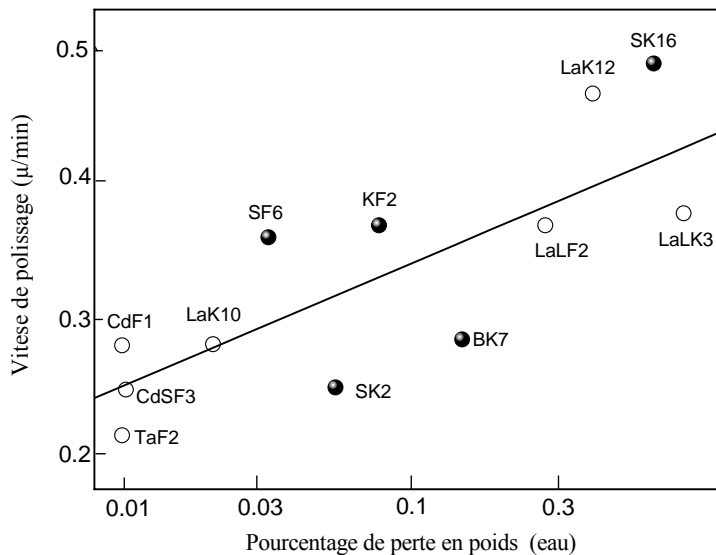


Figure 1.14 : Relation entre la vitesse de polissage et la perte en poids des verres immergés dans l'eau [Izm79]

● Verres silicates ○ verres borates

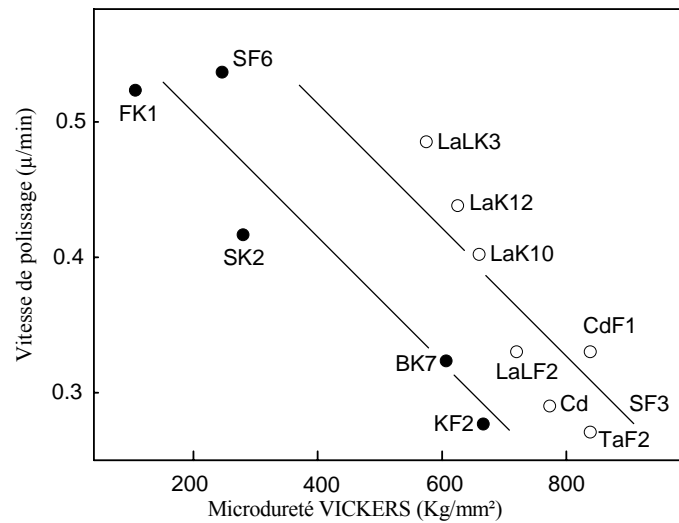


Figure 1.15: relation entre la microdureté et la vitesse de polissage des verres immergés pendant 1 heure dans l'acide chlorhydrique [Izm79]

● Verres silicates

○ verres borates

Depuis le commencement de l'investigation dans la compréhension des processus de polissage des surfaces du verre, le rôle important des agents polissant avait été reconnu, bien que leurs propriétés ne sont pas connues. Au début, on a pensé que le polissage est une continuation du processus de doucissage avec des grains considérablement plus petits. Il a été supposé par conséquent que les grains de polissage doivent être très durs, similaires aux grains de doucissage. Cette théorie de la dureté élevée des grains abrasifs reste actuellement souvent acceptée et citée dans la littérature [Eva04, Wan02]. Il a été mentionné par Sakata [Sak73] que le diamant est capable de polir le verre et de produire une bonne surface polie. Dans le travail de Brown et Cook [Bro84] le rôle de l'abrasion durant le polissage optique des métaux et du verre avec des poudres abrasifs en diamant avec des grains de grosseurs de $0.1\mu\text{m}$ sur un polissoir en poix ont été étudiés et la similarité entre le mécanisme de polissage du métal et du verre a été adopté.

Parks et al. [Par84] a fait une comparaison entre le polissage du verre BK7 avec l'oxyde de cérium et le diamant en utilisant des grains de grosseurs de $10\mu\text{m}$ liés par époxy.

Les auteurs par leurs investigations ont mis en évidence que tous les agents de polissage doivent être très durs parce qu'ils incluent des grains du diamant comme agent de polissage.

Kaller [Kal 91] a cité quatre autres articles de Brown et al. qui confirment que les agents de polissage sont considérés également à être des grains très durs. Et que la différence entre le doucissage et le polissage a été expliquée dans le premier article cité de Brown par le fait que le

mécanisme de fracture est principalement produit dans le matériau verre fragile en doucissage tandis que durant le polissage la surface de verre est enlevée par le mécanisme d'un cisaillement plastique.

Evans [*Eva04*] a évoqué la théorie d'usure par friction. Il a rapporté que cette hypothèse a été supposée pour compléter l'insuffisance de la théorie chimique du point de vue effet de l'agent de polissage où l'interaction entre l'agent de polissage et le verre n'était pas débattue. Cependant, l'enlèvement de matière par action mécanique a été remplacé par une réaction chimique entre le grain abrasif et les éléments constituant le verre. La réaction du corps solide tend à occuper les défauts dans la maille du cristal de l'oxyde métallique utilisé comme agent de polissage. Cette liaison est plus solide que celle dans la matrice du verre, causant l'enlèvement de matière. Également, il y a deux manières d'augmenter l'efficacité de l'agent de polissage ; soit par l'augmentation de la surface active par réduction de la grosseur des grains abrasifs de polissage à la zone de travail (gap de polissage). Ou bien par la production sélective des défauts dans la maille du cristal ou la production des agents de polissage par la sélection des oxydes métalliques réactifs particulièrement.

Dans les dernières années, Kaller [*Kal98*] dans son travail a critiqué l'hypothèse avancée par certains auteurs qui ont été cités tels que Brüche et Smekal qui ont démontrés que les grains employés dans le polissage doivent être très durs pour permettre l'enlèvement de matière. Kaller a démontré dans le travail cité qu'au contraire l'agent de polissage doit être plus doux que le matériau à polir et il a avancé une théorie de polissage dont le mode d'enlèvement de matière est l'effet tribochimique (il a définie la tribochimie comme étant une branche de la mécano chimie, et aussi une branche de la chimie qui concerne les changements chimiques et physico chimiques du solide comme résultat de l'application d'une énergie mécanique). Dans sa théorie connue aussi par la théorie des défauts de maille de l'agent à polir, Kaller a conclu que les défauts de maille de l'agent de polissage conduit aux valeurs quantifiables pour les caractéristiques désirées des agents de polissage aussi bien qu'aux méthodes par lesquelles ces caractéristiques peuvent être réalisées à travers la connaissance et le contrôle de la manière de fabrication.

Evans [*Eva04*] a rassemblé les différentes théories, qui expliquent le phénomène d'enlèvement de matière, citées dans la littérature. L'organigramme de la figure 1.16 montre ces différentes hypothèses.

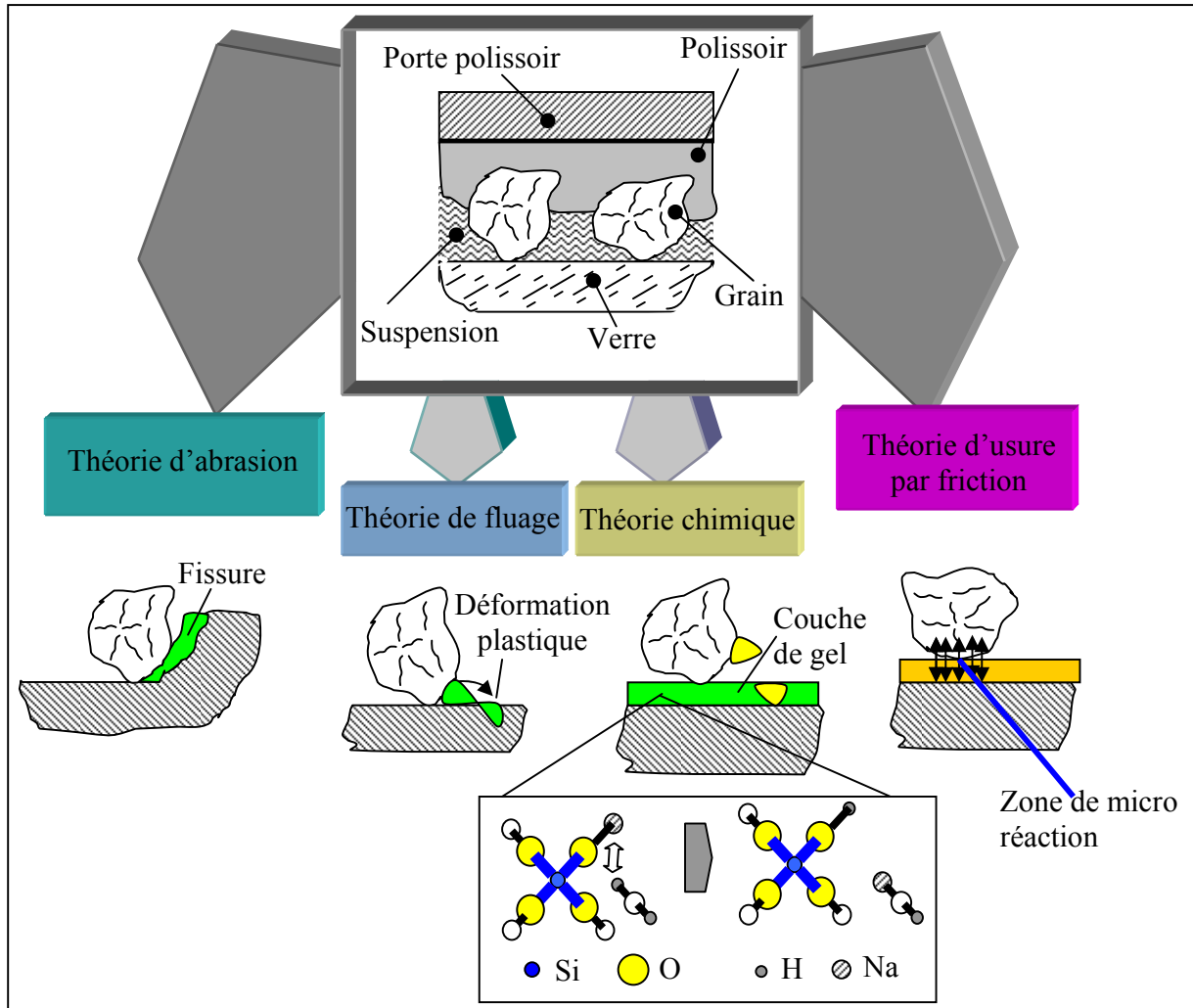


Figure 1.16 : Théories de polissage [Eva04]

1.3.3. Modèles d'enlèvement de matière durant le doucissage et le polissage

Une multitude de modèles ont été émis afin de pouvoir expliquer le phénomène d'enlèvement de matière et d'établir des relations entre les paramètres technologiques et les critères de qualité et d'efficacité depuis la théorie de Preston [Pre23, Pre25, Pre27].

Les plus part de ces modèles ont été basé sur le faite que les phénomènes mécano-chimique qui sont prépondérant en processus de doucissage et polissage des composants optiques et des wafers. Le modèle de Preston [Pre23, Pre25, Pre27] donné par la relation (1.2) reste la base de tous les modèles qui l'ont succédé.

$$\frac{dz}{dt} = C_p \frac{L ds}{A dt} \dots\dots\dots(1.2)$$

Où : $\frac{dz}{dt}$ est le taux d'enlèvement [m/s], C_p est le Coefficient de Preston [m²/N], L est la force totale [N], A est la surface sur laquelle l'usure se produit [m²], $\frac{ds}{dt}$ et la vitesse relative [m/s].

Cette équation montre une proportionnalité entre le taux d'enlèvement du verre et la pression ($\frac{L}{A}$) et la vitesse ($\frac{ds}{dt}$). C_p est considéré généralement comme un paramètre correctif ou comme une mesure empirique de l'efficacité de polissage [Bro90bis, Tes92].

La résolution de l'équation (1.2) est donnée par la relation (1.3) où le coefficient de Preston est [Cum95] :

$$C_p = \frac{1}{\rho L} \frac{\Delta m}{\Delta s} \dots\dots\dots(1.3)$$

Avec :

Où : ρ est la densité de l'échantillon du verre. Δm est la perte en masse du verre durant un intervalle de temps de polissage donné. Δs est la longueur de la trajectoire totale balayé par l'outil durant le même intervalle de temps.

Brown [Bro81] a développé un modèle dans le quel Il a supposé que le volume de la matière enlevée par chaque particule abrasive est égal au produit de l'aire projeté du côté de la vue de pénétration et la distance parcouru par la particules. Et ils ont formulé la relation donnée par l'équation (1.5) où le taux d'enlèvement R_i , est donnés par:

$$R_i = \frac{1}{2E} \times P \times V_r \dots\dots\dots(1.5)$$

Avec :

R_i : Taux d'enlèvement

E : Module de Young du matériau à polir

P :Pression nominale

V_r : Vitesse relative

Warnock [cité par [Nan95]] Il a présenté un modèle du polissage CMP des wafers reliant le taux d'enlèvement (P_i) à trois facteurs qu'il a appelé: K_i le facteur cinétique, A_i le facteur d'accélération (le point le plus élevé sur le wafer) et S_i le facteur de projection (le point le plus bas sur le wafer). Le modèle est donné par la relation 1. :

$$P_i = \frac{K_i.A_i}{S_i} \geq 1 \dots\dots\dots(1.6)$$

Quand à Cook [Coo90] il a développé un modèle concernant le processus CMP, où il a trouvé une relation entre la rugosité de surface qu'il supposé la profondeur de pénétration (R_s) et la pression (P), le diamètre des particules (Φ), la concentration des particules (k), et le module de Young de l'échantillon. L'équation (1.7) montre cette relation :

$$R_s = \frac{3}{4} \cdot \Phi \cdot \left(\frac{P}{2 \cdot k \cdot E} \right)^{2/3} \dots\dots\dots(1.7)$$

Yu et al [Yu 93] ont présenté un modèle physique de CMP qui inclut le critère de rugosité du polissoir et les interactions dynamiques entre le polissoir et l'échantillon. Premièrement, les auteurs ont établis une relation entre les surfaces de contact et la pression de polissage comme le décrit la relation (1.8):

$$A_{con} / A = k_1 \cdot P \dots\dots\dots(1.8)$$

Où:

A_{con} est la surface de contact total, A est la surface de contact (grain/polissoir) et k_1 est une constante qui est déterminée uniquement par la rugosité et l'élasticité du polissoir.

Les auteurs ont voulu établir une relation de ces résultats avec l'équation de Preston. Pour cela ils ont supposé que pour un wafer, si le taux d'enlèvement de matière (R) est proportionnel à la surface balayée par unité de temps :

$$R = k_2 \cdot A_{con} \cdot v \dots\dots\dots(1.9)$$

Où (k_2) est une constante expérimentale et (v) la vitesse du polissoir. En substituant les équations (1.8) et (1.9), une forme semblable à l'équation de Preston peut être obtenue.

$$R = k_1 k_2 \cdot P \cdot V \cdot A = k_p \cdot P \cdot V \cdot A \dots\dots\dots(1.10)$$

Avec : K_p est la constante de Preston

Dernièrement Lin [Lin07] a développé un modèle analytique pour le taux d'enlèvement de matière en polissage. Le modèle est basé sur le contact grains surface, et la théorie d'usure abrasive. Le modèle du taux d'enlèvement de matière obtenu montre une relation entre le taux d'enlèvement de matière et la qualité du polissoir, les dimensions des particules, la vitesse relative et la pression de polissage, il est exprimé par la relation (1.11).

$$\rho = \frac{3}{\pi} \cdot \frac{(r_c + r_p)^2}{D} \cdot \frac{D - 2 \frac{r_c^2}{D} - \sqrt{D^2 - 4r_p^2}}{2} \times \frac{PV}{E_{spad}} \left(\frac{\pi R}{\sigma} \right)^{1/2} \left(\frac{6x}{\pi D^3} \right)^{2/3} \dots\dots\dots(1.11)$$

$$\text{Si : } C = \frac{3}{\pi} \cdot \frac{(r_c + r_p)^2}{D} \frac{D - 2\frac{r_c^2}{D} - \sqrt{D^2 - 4r_p^2}}{2} \times \frac{1}{E_{spad}} \left(\frac{\pi R}{\sigma} \right)^{\frac{1}{2}} \left(\frac{6}{\pi D^3} \right)^{\frac{2}{3}} \dots\dots\dots(1.12)$$

Le modèle sera :

$$\rho = CPVx^{\frac{2}{3}} \dots\dots\dots(1.13)$$

Avec :

x : Volume de concentration des particules dans la suspension,

C : Constante du taux d'enlèvement de matière donnée par la relation (1.12)

P : Pression appliquée

V : Vitesse relative entre polissoir et échantillon

r_p : Rayon de la surface de l'indentation circulaire du particule sur la surface due à la déformation plastique

r_c : Rayon de la surface de l'indentation circulaire du particule sur la surface due à la déformation élastique

D : Diamètre moyen des particules de la suspension.

E_{spad} : Module de Young équivalent entre la pièce et le polissoir.

R : Rayon de courbure de l'aspérité

σ : Rugosité (Rq) du polissoir.

L'auteur a conclu que le modèle qu'il a développé indique que le taux d'enlèvement de matière est proportionnel à la pression et à la vitesse relative entre surface et polissoir. Il est aussi proportionnel au volume de concentration des particules dans la suspension.

En fin, il est à conclure que les plus part des modèles développés dans les différentes recherches décrivant le taux d'enlèvement de matière lors du doucissage ou du polissage converge vers le modèle de Preston. Ceci confirme la proportionnalité entre le taux d'enlèvement de matière et les paramètres technologiques des opérations de finition (vitesse relative, pression, surface de contact).

1.4. Effet des paramètres technologiques sur les processus de doucissage et polissage

Les processus de doucissage et de polissage par abrasifs libres en fonction du temps ont réalisés beaucoup de progrès du point de vue qualité des produits. Mais ceci n'a été possible que par l'amélioration de certains paramètres pouvant influencer ces procédés.

Le douçissage et le polissage ont été toujours considérés comme étant des processus très complexes à cause du grand nombre de paramètres technologiques influençant ces opérations. Certains paramètres ont fait l'objet de travaux de recherche.

Lambropoulos [Lam05] a étudié l'effet de la grosseur des grains sur l'efficacité de douçissage des verres céramiques, où il a trouvé que la grosseur des grains est inversement proportionnelle à la rugosité de surface (voir fig.1.17).

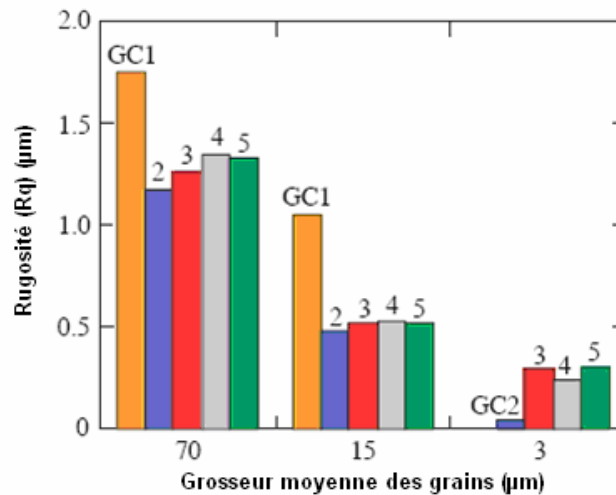


Figure 1.17 : Corrélation entre la grosseur des grains et l'état de surface en douçissage [Lam05]

Chuang [Chu06] a démontré dans son étude l'effet de la grosseur des grains d'alumine (Al_2O_3) qu'il a appelé type de grains abrasifs sur l'écart de forme (PV) et la rugosité (Ra) des lentilles asphériques douçées (voir fig.1.18). Il a constaté que les deux critères de l'état de surface varient linéairement en fonction du type des grains abrasifs.

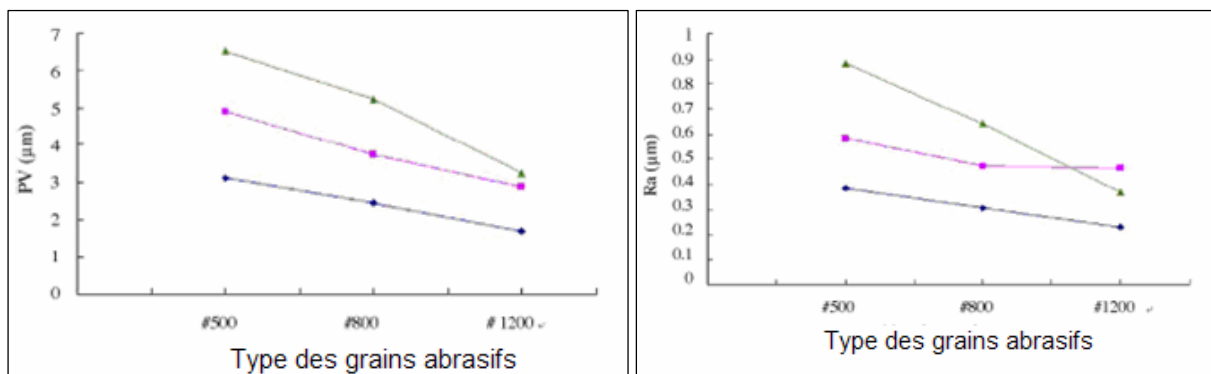


Figure 1.18 : Relation entre la rugosité et l'écart de forme et le type des grains abrasifs lors du douçissage [Chu06]

Chuang [Chu06] a également étudié l'effet de la nature du rodoir sur l'écart de forme des lentilles asphériques meulées préalablement par un outil diamanté. Pour cela, il a utilisé un rodoir dur (acier) un autre moins dur (MHC14B monocouche) et un dernier très dur (composite IC 1000/SUBA IV). La figure 1.19 montre le profil de la surface doucie par les trois rodoirs. L'auteur a trouvé que les traces laissées par l'outil de meulage peuvent être enlevés lentement à cause de la dureté du rodoir en acier. Cependant, la forme de la lentille a été changée par la rigidité élevée du rodoir en acier et l'écart de forme est devenu plus grand qu'avant le doucissage.

Bien que la forme puisse être maintenue lors de l'utilisation du rodoir en MHC14B monocouche, les traces de l'outil de meulage ne peuvent pas être éliminées complètement dû à la dureté insuffisante de ce rodoir. Par conséquent, il est à conclure que si le matériau du rodoir est très doux l'objectif du doucissage n'est pas réalisé. Cependant, si le matériau du rodoir est très dur, la forme de la lentille peut être déformée. Par conséquent, le rodoir doit avoir une surface dure avec une sous surface douce afin de permettre au rodoir de se déformer le long de la forme de la lentille pour éviter le changement de l'écart de forme. En plus, la surface du rodoir doit être assez dure pour que les traces de meulage puissent être enlevés. D'après Chuang le rodoir en composite IC 1000/SUBA IV est conforme à la dernière structure, puisque il est constitué de deux couches. La couche supérieure est en IC 1000, qui est une structure de coquille dure, la couche inférieure est en SUBA IV, qui est une structure élastique molle (voir fig.1.20).

Les résultats de la figure 1.16 montre que l'écart de forme obtenu par le rodoir IC1000 SUBA IV est clairement meilleur que celui obtenu par les deux autres rodoirs. Ce rodoir peut en même temps éliminé les traces du meulage et maintenir la forme originale de la lentille [Chu06].

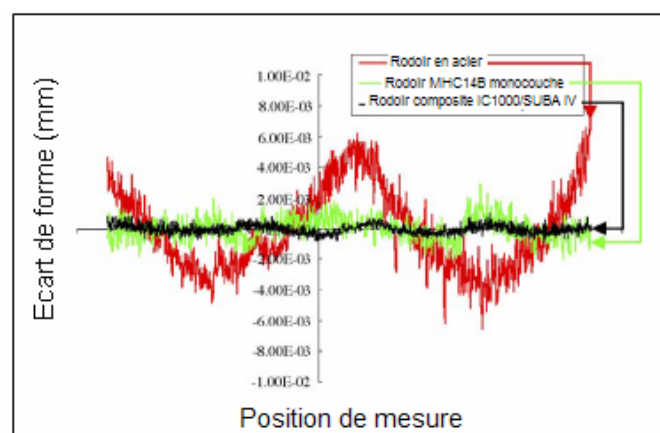


Figure 1.19: Influence du type de rodoir sur l'écart de forme des lentilles rodées [Chu06]

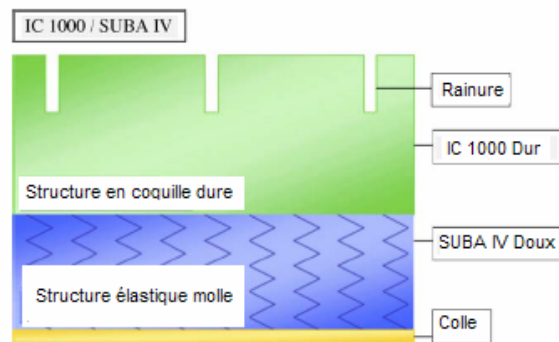


Figure 1.20: Schémas de la structure du rodoir en composite IC1000/SUBA IV [Chu06]

Cumbo [cum95] a étudié le processus de polissage et a trouvé une corrélation entre le taux d'enlèvement de matière du verre BK7, le diamètre moyens des grains abrasifs d'oxyde de cérium et le temps de polissage (voir fig.1.21).

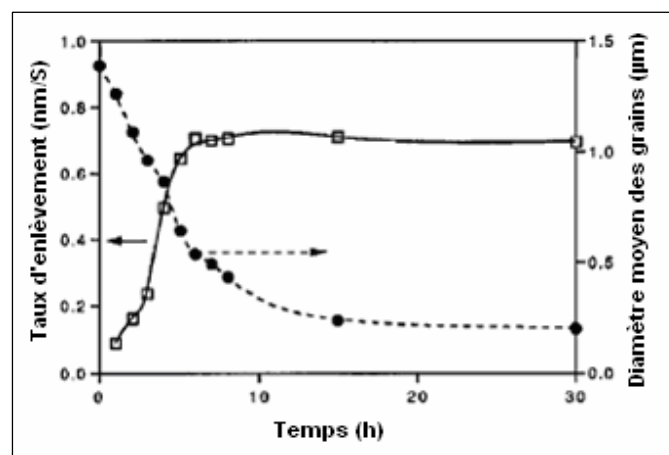


Figure 1.21: Taux d'enlèvement du verre BK7 et le diamètre moyen de l'agent de polissage CeO_2 correspondant en fonction du temps de polissage [cum95]

L'auteur sur la base de ses résultats a remarqué que le taux d'enlèvement du verre se stabilise après 6 heures, validant le besoin à charger un nouveau polissoir au moins pour une durée égale à celle si (6h). Entre 8 et 30 heures de polissage, le taux d'enlèvement était essentiellement constant. Ceci établit un minimum raisonnable de durée de vie du polissoir, Cela a établi une durée de vie minimum raisonnable du polissoir, qui n'a jamais été dépassée pendant les expériences du polissage. Après 6 h de polissage, la grosseur des grains de l'agent de polissage

(CeO₂) a diminué de 0.64 μm , ce qui représente une diminution de presque 50% de la valeur initiale [cum95].

L'effet du pH sur l'efficacité du processus de doucissage a été également entrepris par Cumbo [cum95]. Il a utilisé trois types de solution : Eau distillée, Catéchol aqueux et NaCl aqueux (5% en poids) (voir fig.1.22). L'auteur a noté qu'à chacun des trois niveaux de pH l'effet relatif des additifs sur le taux de l'enlèvement du verre était assez logique. La suspension en eau produit le taux d'enlèvement le plus élevé suivis du catéchol aqueux et en fin le NaCl aqueux. Le maximum du taux d'enlèvement est obtenu par la suspension sans additifs au pH7. Par contraste avec le taux d'enlèvement du verre, les valeurs finales de la rugosité quadratique (Rq) (la moyenne de cinq mesures) pour le cas de neuf combinaisons des fluides de suspension additifs et des pH été presque indiscernable. Les valeurs moyennes varient entre 10 et 16 Å [cum95].

Ces résultats démontrent deux points clés. Le premier, en terme de la rugosité finale de la surface du verre BK7, la performance de l'agent de polissage CeO₂ est insensible aux variations chimiques considérables du fluide. Évidemment un niveau insignifiant d'adsorption spécifique des ions évolue du verre BK7 pendant le processus de polissage. La seconde, comme mesuré par le taux d'enlèvement de matière du verre, il y a une perte lors de l'utilisation du catéchol ou du NaCl comme un additif à la suspension entre pH 4 et pH 10. Parce que l'effet qualitatif des deux additifs est semblable et non bénéfique au processus de polissage [cum95].

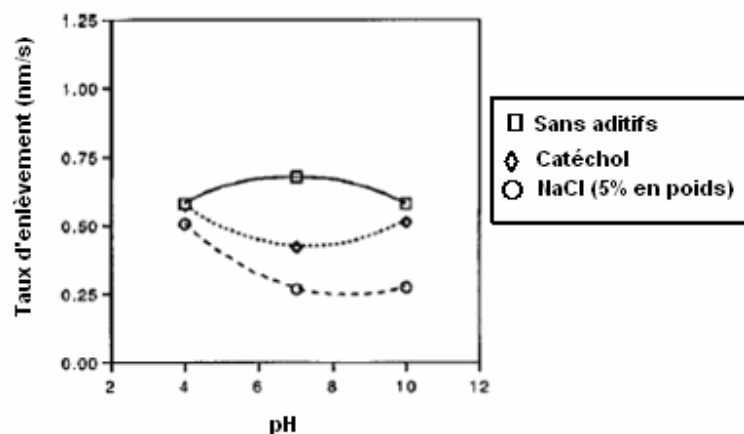


Figure 1.22: Taux d'enlèvement du verre en fonction du pH de la suspension et les solutions additives pour le polissage du verre BK7 par CeO₂ [cum95]

Quand à l'effet du pH de la solution de plissage sur la grosseur des grains et l'état de surface. Cumbo [Cum95] a trouvé que le rapport des diamètres augmente avec l'augmentation du pH avant d'atteindre un maximum pour un pH égal à 7, puis il commence à diminuer, ce qui signifie

l'influence du pH de la suspension sur l'agglomération des grains de polissage. D'autre part la rugosité diminue au fur et à mesure que le pH augmente ce qui permet de conclure que les solutions basiques permettent un meilleur polissage (voir fig.1.23).

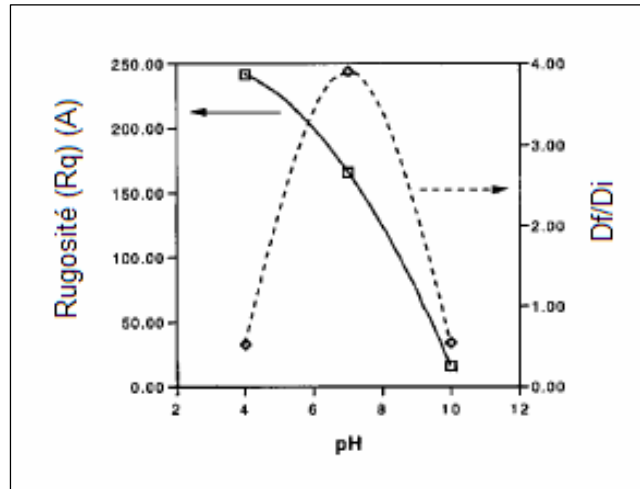


Figure 1.23 : Variation de la rugosité et du rapport entre le diamètre final et le diamètre initial des grains abrasifs en fonction du pH de la suspension [Cum95]

Bouzid [Bou01] dans son investigation de l'emploi des outils abrasifs liés à base d'oxyde de cérium en polissage des verres optiques, a étudié l'influence du temps de polissage sur la rugosité de surface et le taux d'enlèvement de matière lors du polissage d'un verre BK7 (voir fig.1.24 et 1.25).

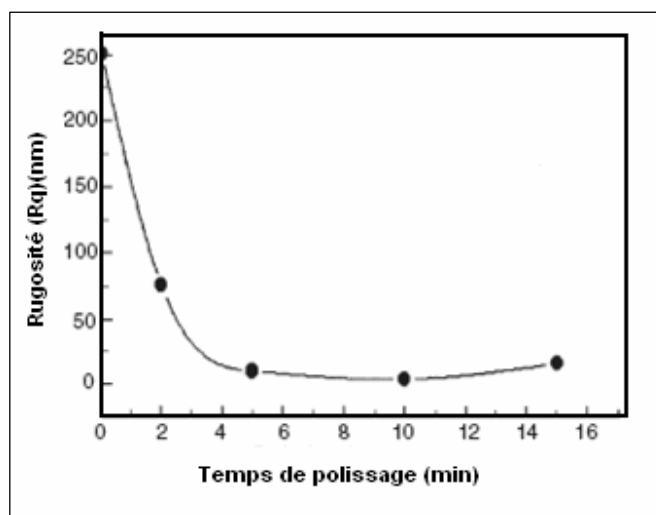


Figure 1.24 : Relation entre la rugosité de surface et le temps de polissage lors du polissage du verre BK7 [Bou01]

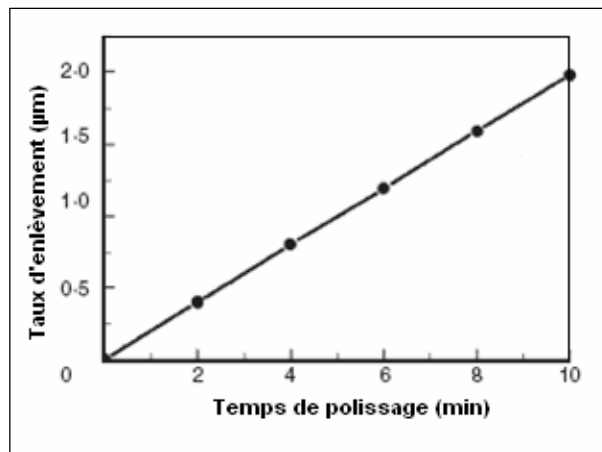


Figure 1.25 : Relation entre le taux d'enlèvement et le temps de polissage du verre Bk7 [Bou01]

L'auteur a remarqué que la rugosité diminue rapidement pour les 5 premières minutes ensuite elle atteint le minimum en 10 minutes après lesquelles elle augmente. Cependant, le taux d'enlèvement de matière il varie linéairement en fonction du temps de polissage.

Aliouane [Ali06] a étudié l'influence du temps de polissage et du type de polissoir sur la rugosité de surface et la perte en masse du verre BK7 lors du polissage par abrasifs libres en oxyde de cérium (voir fig.1.26 et 1.27)

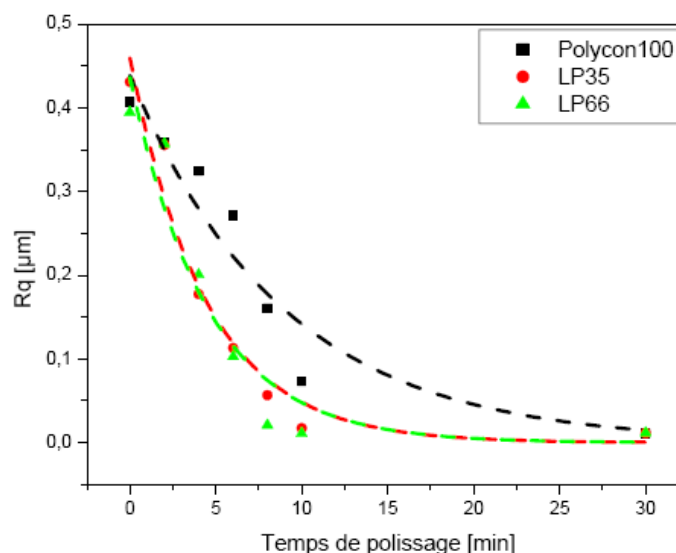


Figure 1.26: Variation de la rugosité quadratique en fonction du temps de polissage d'un verre BK7 par trois polissoirs [Ali06]

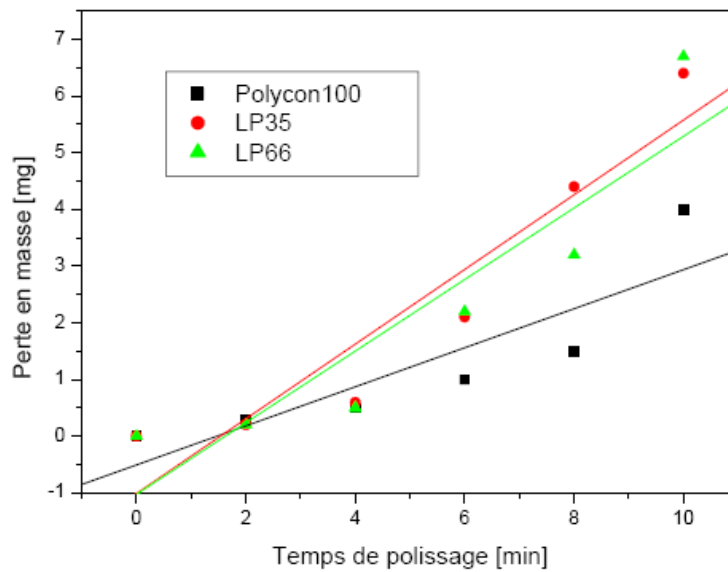


Figure 1.27: Variation de la perte en masse en fonction du temps de polissage d'un verre BK7 par trois polissoirs [Ali06]

L'auteur a noté que les allures des courbes de la rugosité et de la perte en masse sont les mêmes pour les trois types de polissoir [Ali06]. Cependant, il est à ajouter que la variation de la perte en masse est linéaire en fonction du temps, et que la rugosité diminue en fonction du temps pour atteindre un minimum de rugosité vers les 10 minutes puis la variation de la rugosité devient plutôt constante.

Yuan [Yua03] a étudié l'effet des paramètres technologiques sur la qualité du quartz obtenu douci et poli. La figure 1.28 montre l'effet de la vitesse de doucissage sur le taux d'enlèvement de matière. L'auteur a déduit que le taux d'enlèvement de matière est proportionnel à la vitesse de doucissage. L'influence de la pression de doucissage sur le taux d'enlèvement de matière est illustrée par la figure 1.29. Dans ce résultat, l'auteur a également conclu que la pression de doucissage et le taux d'enlèvement sont proportionnel mais il a noté que la pression ne doit pas dépasser un certain seuil pour éviter la cassure total de l'échantillon surtout s'il est de faible dimensions.

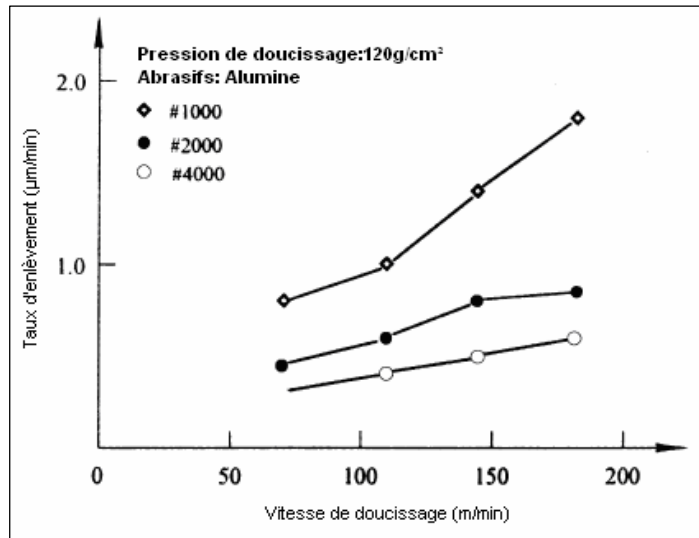


Figure 1.28 : Effet de la vitesse de douçissage sur le taux d'enlèvement de matière [Yua03]

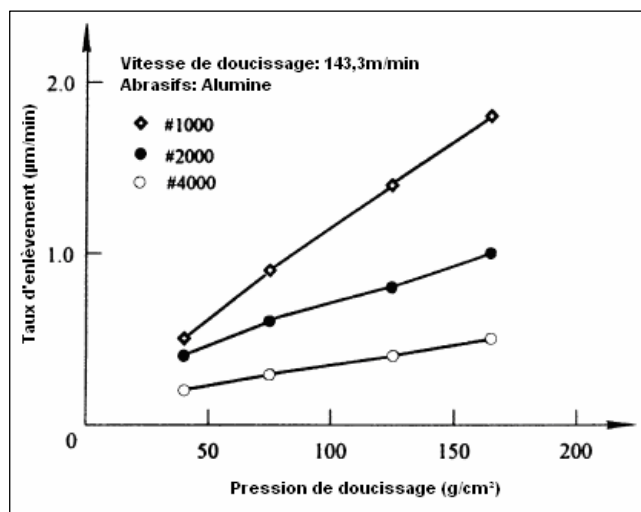


Figure 1.29 : Effet de la pression de douçissage sur le taux d'enlèvement de matière [Yua03]

La figure 1.30 présente la relation entre la grosseur des grains, le taux d'enlèvement de matière et la rugosité de surface durant l'opération de douçissage. L'auteur a conclu que le taux d'enlèvement de matière et la rugosité sont proportionnels à la grosseur des grains. En effet la diminution de la grosseur des grains implique la diminution du taux d'enlèvement de matière et la rugosité.

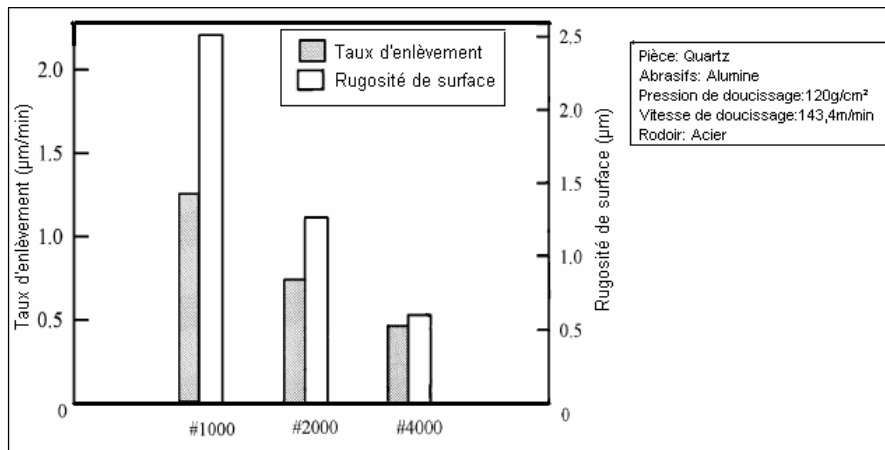


Figure 1.30: Relation entre la grosseur des grains, le taux d'enlèvement de matière et la rugosité de surface [Yua03]

En fin Yuan a montré l'effet de la nature des grains abrasifs et leurs grosseurs sur le taux d'enlèvement de matière et la rugosité de surface. La figure 1.31 montre les résultats trouvés. L'auteur a conclu que le type d'abrasifs influence sur les critères de qualité et d'efficacité et également la grosseur vu qu'il a employé des grains de silice plus fine que ceux de l'oxyde de fer et de l'oxyde de cérium.

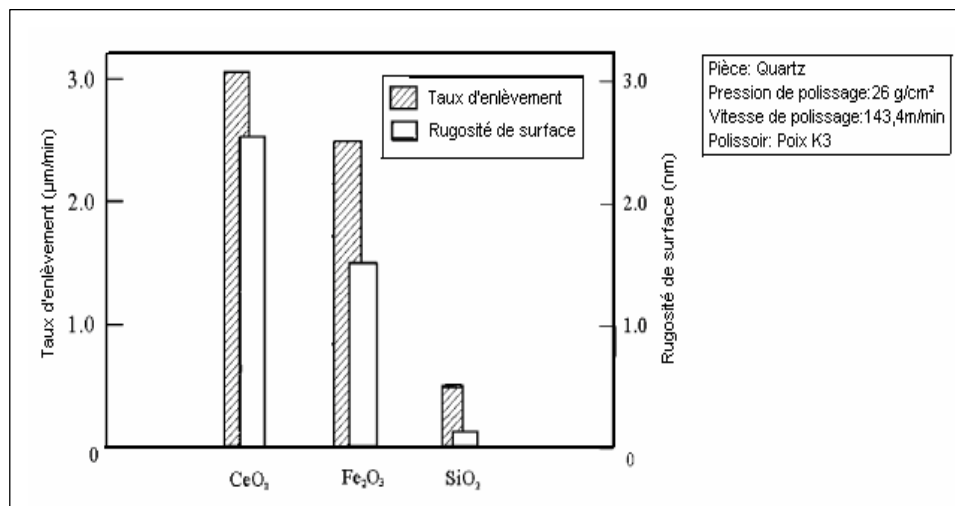
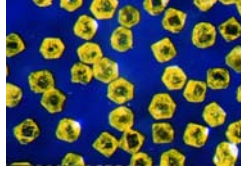


Figure 1.31: Relation entre le type d'abrasifs, le taux d'enlèvement et la rugosité de surface [Yua03]

CHAPITRE 2 :

POUDRES ABRASIFS ET LEUR COMPORTEMENT EN DOUCISSAGE ET POLISSAGE



II.1. Poudres abrasives employées en doucissage et polissage	30
II.1.1. Introduction	30
II.1.2. Définition	30
II.1.3. Abrasifs naturels	31
1. <i>Émeri</i>	31
2. <i>Corindon</i>	32
3. <i>Grenat (garnet)</i>	32
II.1.4. Abrasifs synthétiques	33
1. <i>Abrasifs d'oxyde d'aluminium synthétique</i>	33
2. <i>Carbure de silice</i>	38
3. <i>Diamant</i>	39
3.1. <i>Diamant naturel</i>	40
3.2. <i>Diamant synthétique</i>	40
II.1.5. Agents de polissage	43
II.2. Comportement des grains abrasifs lors du doucissage et polissage	46
II.2.1. Introduction	46
II.2.2. Mécanismes d'usure	46
1. <i>Usure abrasive</i>	47
2. <i>Usure adhésive</i>	48
3. <i>Usure corrosive (ou tribochimique)</i>	48
4. <i>Usure par fatigue</i>	48
II.2.3. Action des grains abrasifs lors du doucissage et polissage	49
II.2.4. Caractéristiques des poudres abrasives	51
1. <i>Caractéristiques chimiques</i>	51
2. <i>Caractéristiques mécaniques</i>	52
3. <i>Caractéristiques géométriques</i>	52
3.1. <i>Dimension des grains abrasifs et technique de caractérisation</i>	53
3.2. <i>Distribution granulométrique</i>	55
3.3. <i>Technique d'analyse granulométriques</i>	57

CHAPITRE 2

POUDRES ABRASIFS ET LEUR COMPORTEMENT EN DOUCISSAGE ET POLISSAGE

2.1. Poudres abrasives employées en doucissage et polissage

2.1.1. Introduction

Les opérations de doucissage et de polissage classiques sont effectuées en employant plusieurs moyens. Chacun de ces moyens peut influencer considérablement la qualité du produit. Quand au rôle primordial, c'est celui des grains abrasifs. En effet, du fait que les grains abrasifs sont les micro-outils employés pour l'enlèvement de la matière par abrasion ceci rend leurs emplois indispensables. Ce degré d'importance des poudres abrasives de doucissage et de polissage nécessite leur étude très soigneusement.

Les matériaux optiques sont doucis ou polis par des grains minéraux durs qui ont une dureté Mohs de sept ou plus. Une dureté suffisante est nécessaire pour l'abrasion d'une large gamme de matériaux optiques, ce qui signifie que le grain abrasif individuel ne doit pas se fracturer facilement. En plus de la dureté, la résistance à la fracture, la forme et la grosseur du grain abrasif individuel déterminent ses caractéristiques. Il y a des abrasifs naturels qui proviennent des minerais et subissent un traitement pour leurs emplois dans l'industrie optique. Quelques uns parmi eux n'ont pas été longuement utilisés dû à leur remplacement par des abrasives synthétique développé ayant une meilleure qualité pour les applications industrielles. Plusieurs types de poudres abrasifs sont commercialisés, seulement les plus employés en doucissage et en polissage des surfaces optiques sont surtout, l'alumine, le diamant, le carbure de silicium et l'oxyde de cérium.

2.1.2. Définition

Un abrasif est défini comme étant un matériau d'extrême dureté qui est utilisé pour façonner d'autre matériaux par action de doucissage ou de polissage. Les abrasifs sont employés sous forme libre ou liés (pastilles, meule) ou coller sur un support en papier ou en étoffe. Dû à leur dureté élevée et leur propriété réfractaire, ils ont l'avantage d'accélérer les opérations de finition, et de produire une bonne qualité. Les produits abrasifs sont utilisés pour la rectification de tous les métaux, le doucissage et le polissage du verre, ou pour des travaux de tronçonnage des métaux et des verres [*Sma99*].

2.1.3. Abrasifs naturels

Les premiers abrasifs utilisés en fabrication optique étaient d'origine naturelle. Les poudres d'Émeri (Emery), de Corindon (Corundum) et de Grenat (Garnet) ont été les seuls abrasifs disponibles jusqu'à l'introduction du premier produit synthétique. Les abrasifs en diamant naturel ont été aussi utilisés pour plusieurs années.

Parce que ces abrasifs sont d'origine naturelle, il est important de savoir l'emplacement de laquelle la matière première était extraite de la terre pour la convertir en abrasifs utiles.

Chaque source de la matière brute a ses caractéristiques spécifiques qui donnent les qualités désirables ou indésirables à l'abrasif. Même les abrasifs de la même source n'étaient pas exactement uniformes d'un lot à un autre à cause de la différence de composition de la roche du quelle ils ont été minés. Il pourrait y avoir une grande quantité de variable que l'opticien avait à reconnaître pendant les premières phases d'usinage et à ajuster en conséquence à la méthode du rodage (doucissage et polissage).

Avec la disponibilité des abrasifs synthétiques d'excellentes qualités et uniformités, le rôle des abrasifs naturels dans l'industrie de l'optique a nettement diminué.

Les abrasifs naturels peuvent offrir des avantages en plus des matières synthétiques sous certaines conditions, tel qu'une action coupante plus douce avec fracture facile des grains qui peut produire un bon fini sur quelques matières [Kar93].

1. Émeri

L'émeri est un produit minéral naturel qui été le premier abrasif utilisé en fabrication optique. Il y a deux sources importantes de ce type d'abrasifs dans le monde. La plus ancienne est située en Turquie (émeri turque). L'autre source se trouve aux états unis d'Amérique (émeri américain).

Les émeris sont des mélanges naturels d'oxyde d'aluminium (Al_2O_3) et de magnétite (Fe_3O_4). Leurs couleurs varient entre le gris clair au gris foncé. L'émeri turc est plus foncé que celle américaine dû à sa contenance d'une teneur élevée d'alumine. Cette différence le rend un abrasif plus agressif. Cependant, les deux émeris ont une action abrasive plus douce que l'actuel plus populaire oxyde d'aluminium synthétique à cause de minéraux plus doux dans leur agrégat (composition). La dureté Mohs des émeris varie entre 8 et 9.

Les grains d'émeri sont vifs et angulaires, et ils permettent la production d'une surface relativement rugueuse sur la plus part des matériaux optiques. Ces propriétés limitent leurs usage courant à la plus part des applications non optiques tels que le doucissage et le

polissage des métaux. L'émeri est occasionnellement utilisé en optique spécialement pour des opérations de dégrossissement [Kar93].

Il existe actuellement un abrasive synthétique sur le marché appelé « L'émeri optique » [Izu86]. L'oxyde d'aluminium qu'il contient est similaire à celle de l'émeri naturel, mais la version synthétique ne contient aucune magnétite. Ce n'est pas le vrai émeri. La couleur bronze claire de ce produit le différencie aussi de l'émeri naturel. Le tableau 2.1 montre une comparaison de la composition de ces abrasifs avec l'émeri naturel [Kar93].

2. Corindon

Le corindon se produit naturellement de l'oxyde d'aluminium. Sa composition est à peu près 90% Al_2O_3 avec une faible teneur de dioxyde de silicium (SiO_2), d'oxyde de titane (TiO_2) et des traces d'autres éléments. La couleur prédominante du corindon est le bronze clair.

Le corindon a été utilisé en doucissage fin des verres optiques pour plus de 100 ans. Il reste actuellement utilisé dans la fabrication ophtalmique de grand volume.

La dureté inhérente et la résistance, et la bonne finition qui peut produire, fait du corindon un bon alternatif aux abrasifs synthétique pour la doucissage fin du quartz et d'autres matériaux de l'optique durs [Kar93].

3. Grenat (garnet)

Les abrasifs grenat sont extraits de minerais à l'état de New York (USA). Le matériau brut est un mélange homogène de fer aluminium silicate dans lequel tous les oxydes sont combinés pour former un minéral rose au rouge foncé. La formule chimique générale qui décrit ce minéral est $\text{Fe}_3\text{Al}_2\text{Si}_3\text{O}_{12}$. Les constituants primaires sont le dioxyde de silicium et l'oxyde d'aluminium. L'oxyde ferreux (FeO) et l'oxyde ferrique (Fe_2O_3) sont aussi des constituants importants. La présence de l'oxyde de fer (Fe_2O_3) dans le minéral donne au grenat sa couleur spécifique.

Le grenat est un abrasif plus doux, avec une dureté Mohs entre 7 et 8. Les abrasifs en grenat sont vifs, angulaires et totalement irréguliers. L'abrasif grenat est l'un des plus friables des abrasifs. Cette aptitude facilite sa fracture en grains plus fins plus rapidement à une pression de doucissage relativement faible. Ses caractéristiques de douceur et de fracture rend l'abrasif grenat un bon choix pour le doucissage des matériaux optiques doux [Kar93].

Éléments chimiques	Émeris Américain	Émeri Turc	Corindon	Grenat	Émeri optique
Oxyde d'Aluminium (Al ₂ O ₃)	41.4%	67.4%	89.0%	20.4%	52.5%
Oxyde de Calcium (CaO)				3.0%	
Oxyde de Chrome (Cr ₂ O ₃)			<1%		
Oxyde ferreux (FeO)				9.6%	
Oxyde de fer (Fe ₂ O ₃)			<1%	12.6%	<1%
Magnétite (Fe ₃ O ₄)	25.9%	24.5			
Oxyde de Magnésium (MgO)	3.6%	<1%		12.3%	
Oxyde de Manganèse (MnO)				<1%	
Dioxyde de silicium (SiO ₂)	25.3%	3.5%	6.6%	41.2%	17.6%
Dioxyde de titane (TiO ₂)	2.8%	3.5%	3.0%		1.2%
Oxyde de Zirconium (ZrO ₂)					28.5%
Paramètres physiques					
Masse volumique (g/cm ³)	3.5	3.8	3.8	4.0	4.0
Dureté Mohs	8.0	9.0	9.0	8.5	9.0

Tableau 2.1 : Composition chimique et paramètres physiques des abrasifs naturels [Kar93]

2.1.4. Abrasifs synthétiques

Les abrasifs synthétiques ont été produits depuis plus de 50ans. Les méthodes de fabrication ont été perfectionnées durant ce temps à une telle ampleur que presque tous les abrasifs utilisés en fabrication optique aujourd'hui sont synthétiques. Ils sont typiquement d'une uniformité excellente et une pureté élevée. Ils sont également plus précisément triés et classés que les abrasifs naturels. Les plus largement utilisés des abrasifs sont les poudres d'oxyde d'aluminium. Ils varient du bronze au blanc pur en couleur, selon les impuretés résiduelles. Deux autres abrasifs synthétiques important sont le carbure de silicium (SiC) et le carbure de bore (B₄C). Les deux abrasifs sont très durs avec la dureté du carbure de bore proche de celle du diamant [Kar93].

1. Abrasifs d'oxyde d'aluminium synthétique

En commerce le produit d'oxyde d'aluminium est l'abrasif le plus employé dans les travaux optiques. Puisque le saphir est une forme pure d'oxyde d'aluminium, il a aussi été appelé de temps en temps la poudre du saphir. Le matériau brut est dérivé de la bauxite. Il est constitué à l'origine d'hydroxyde d'aluminium. Environ 60% est l'oxyde d'aluminium avec l'oxyde de fer, l'oxyde de titane, et le calcium est estimé à environ 25%, tandis que le reste est composé de traces d'éléments et d'eau. En premier, le minerai est délicatement écrasé (broyé) et puis calciné. La calcination est une opération de purification pendant laquelle le minerai écrasé est chauffé à une température légèrement en dessous de son point de fusion pour éliminer toutes les impuretés volatiles tel que les résidus organiques et particulièrement l'eau piégée. L'étape

de calcination est suivi d'un broyage durant la quelle la bauxite calciné est broyée à une poudre granulaire grossière. Le fer et le carbone sous forme de coke fondant sont mélangés avec la poudre de bauxite. Le mélange est placé dans un four électrique à arc où il est fondu dans une masse solide à très haute température. Le coke qui est dérivé de charbon est utilisé comme un agent réducteur pour libérer l'oxygène de l'oxyde du fer; cela le convertit au fer métallique. Les autres constituant tels que le titane, le silicium, et le calcium forment un alliage avec le fer et alors se dépose comme résidus au fond du four.

Dû à sa coloration distinctement plus sombre, le résidu est ultérieurement facilement séparé du produit résultant du four le quel est un matériaux très dur qui est plus de 95% d'oxyde d'aluminium [Kar93, Sma 99]. L'oxyde d'aluminium brut est broyé en poudre grossière, avec des grosseurs de grain typiquement entre 0.5 et 2.5 mm. Selon le processus du raffinement employé pour l'amélioration de la pureté et de la dureté du matériau abrasif, l'oxyde de l'aluminium synthétique commercialement disponible est soit l'alumine calciné ou l'alumine fondue qui a été soumise à des traitements thermiques supplémentaires. L'oxyde d'aluminium basique est fabriqué à l'origine d'alpha alumine polycristalline. La poudre granulaire d'oxyde d'aluminium est délicatement broyée, ensuite triée et soigneusement classée selon la grosseur. Le produit résultant de ces processus impliqué est largement utilisé dans les magasins optiques. Le processus de base de fabrication des abrasifs synthétiques est montré à la figure2.1.

La couleur de la poudre abrasive de l'oxyde d'aluminium apporte une indication de la pureté du matériau. L'alumine de presque 100% de pureté est de couleur blanche pure. La couleur blanche cassée indique la présence d'impuretés de résidu minéral, et la poudre abrasive de couleur bronze contient un pourcentage appréciable de ces minéraux (voir tab.2.2) [Kar93].

Alumine	Courante	Blanche	Précision
Type de cristal	Alpha	Alpha	Alpha
Processus	Calcinée	Fondue	Calcinée
Couleur	Bronze / grise	Blanche	Blanche
Composition (%)			
Al ₂ O ₃	96.0	99.6	99.4
Na ₂ O	0.0	0.2	0.4
TiO ₂	2.6	0.0	0.0
SiO ₂	1.1	0.1	0.1
Fe ₂ O ₃	0.3	0.1	0.1
Dureté Knoop	2090	1980	2000
Dureté Mohs	9	9	9
Masse volumique (g/cm ³)	3.95	3.9	3.85

Tableau 2.2 : Composition chimique et propriétés physiques de l'alumine [Kar93].

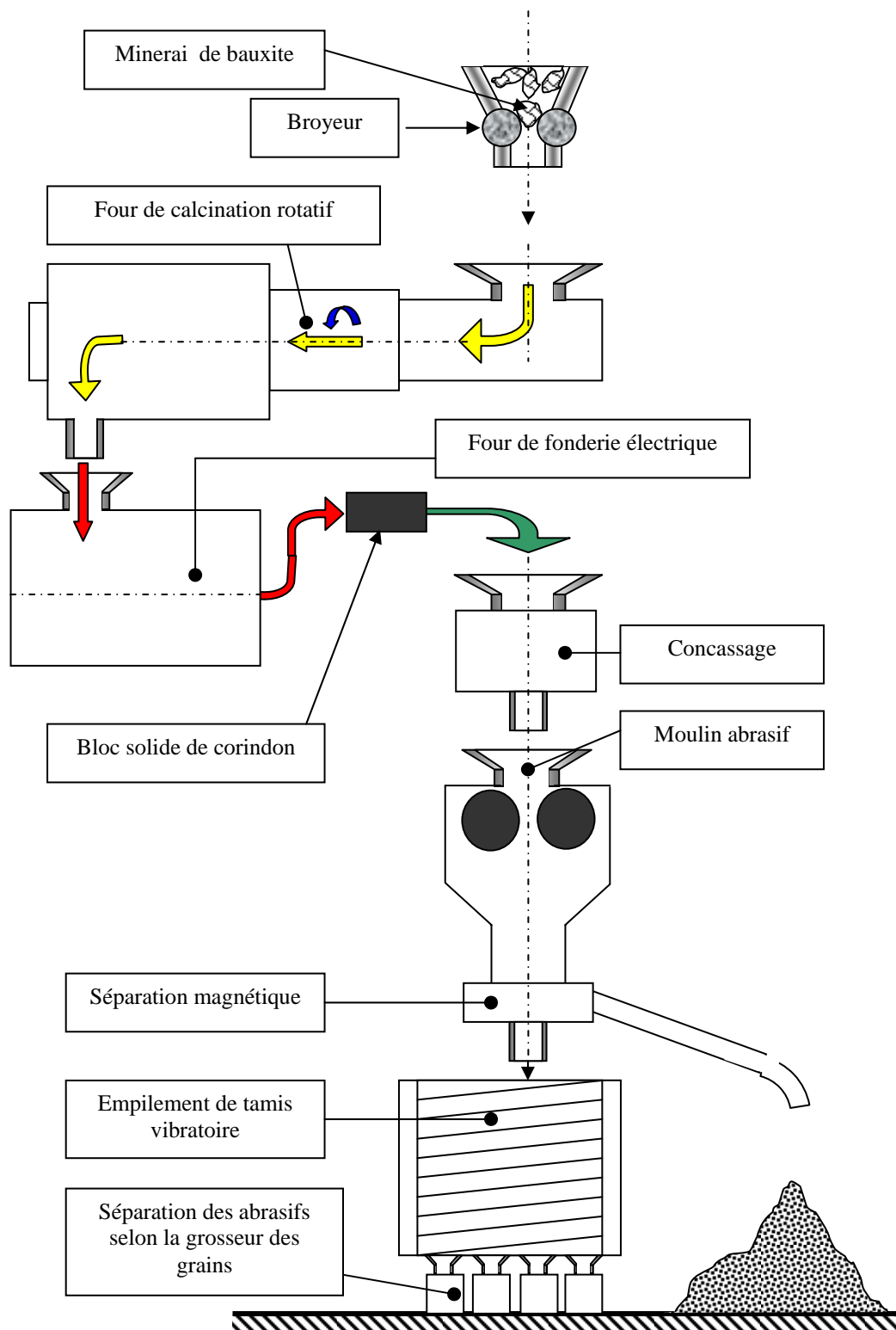
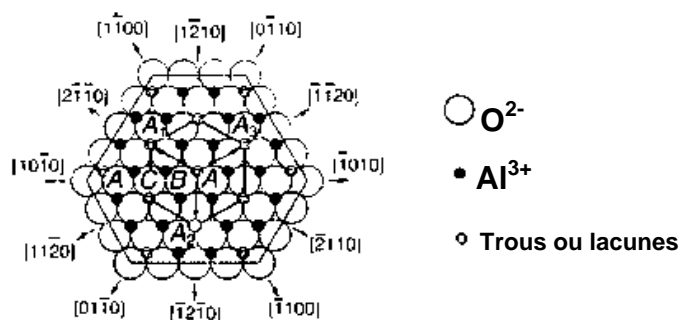


Figure 2.1 : Schéma de fabrication des poudres abrasifs synthétiques [Kar93]

L'alumine existe en deux structures basiques cristalline : l'alpha alumine ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) et le gamma alumine ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$). En plus, il y a l'alumine fondue, calcinée, et hydratée. La structure générale de l' α -alumine ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) est présentée à la figure 2.2. [sma99]

Figure 2.2: Structure de l' α -Alumine (corindon) [sma99]

L'oxyde d'aluminium fondu courant est la qualité synthétique la plus économique. Il est aussi connu par l'émeri optique, bien qu'il partage seulement sa couleur avec son homonyme naturel. La structure du cristal est à l'origine l'Alumine Alpha polycristalline. L'alumine est écrasée et triée par tamisage en fonction des tailles des mailles, ou broyée par broyage à bille et classée par sédimentation en dimensions du micron à partir de 45 μ m et moins (voir tab.2.3). Les grains abrasifs sont des particules de haute dureté ayant beaucoup d'arrêtes tranchantes. Le triage est effectué pour éliminer tous les éclats de particules qui peuvent causer des rayures. Les grains abrasifs ont une capillarité spécifique qui aide au mouillage adéquat qui augmente la résistance des grains à l'agglomération dans la suspension aqueuse. La plupart des poudres de l'oxyde de l'aluminium sont disponibles avec suspension traitée pour assurer la dispersion complète des grains abrasifs dans la suspension. Elle réduit également le tassement et l'empilement de l'abrasif dans le système de circulation de la suspension [Kar93].

Grosseur moyenne des particules (μ m)	Courant (grade)	Blanc (Maille) «Mesh»	Précision (grade)
40.0		280	#40
35.0		320	#35
30.0		400	#30
27.5	#275		#28
25.0	#250		#25
22.5	#225		#22
20.0	#200	500	#20
17.5	#175		#18
15.0	#145	600	#15
12.5	#125	700	#12
9.0	#95	800	#9
5.0	#50	900	#5
3.0	#30	1000	#3
1.0	#10	1200	#1
0.8		1500	
0.6		2000	

Tableau 2.3 : Désignation des grosseurs de grains abrasifs d'alumine [Kar93].

Les alumines sont presque libres de fer. Cela les rends de faibles propriétés magnétiques, les quelles sont importants lors du doucissage des matériaux semi conducteurs.

L'alumine courante est souhaitée pour l'usage industriel général et les applications optiques non critiques.

Les abrasifs d'oxyde d'aluminium blanc représentent la version la plus pure des poudres d'alumine courantes. Il est produit de la très pure Alumine Alpha fondu (>99%). Les abrasifs sont traités magnétiquement afin d'enlever les contaminants ferreux. Il est également chimiquement purifié ce qui permet son emploi là où la contamination chimique est une inquiétude. Bien que les propriétés de l'oxyde d'aluminium blanc soient essentiellement identiques à celui courant, les grains tendent à être plus friables à cause de leur inhérente porosité.

Les grains de l'alumine blancs ont une forme avec des angles vifs. Le broyage du brut est effectué par broyage à bille pour produire des grosseurs de grains uniformes et une distribution granulométrique serrée (close). L'action de coupe douce de l'alumine blanche lui permet d'être un bon choix pour le doucissage des matériaux doux de l'optique métallique et non métallique [Kar93].

L'alumine de précision est plus communément connue par son nom de marque « Microgrit » [Shot72]. L'alumine de précision est fabriquée par l'oxyde d'aluminium calciné. C'est un pur alpha alumine monocristallin qui contient plus de 99% de Al_2O_3 . La caractéristique la plus distinguée de l'alumine de précision est la forme des particules qui peut être hexagonal irrégulière, plaquettes ou lamellaire (voir fig.2.3). Les grains abrasifs de forme lamellaire ont un rapport d'aspect d'un cinquième. Cela signifie qu'ils sont cinq fois plus longs que large. Ce type d'abrasifs est aussi comme les autres abrasifs sont disponibles sous forme de suspension traitée pour être employé en système de circulation. La concentration recommandée des suspensions est de l'ordre de 25% des grains abrasifs en volume dans l'eau ou un autre liquide adéquat. Cependant, plusieurs utilisateurs ont trouvé que beaucoup de suspensions plus légères avec une concentration inférieure à 10% travail aussi bien. L'alumine de précision est spécifiquement élaborée pour l'optique de précision pour la finition de surface de haute qualité sur une variété large de matériaux optiques. Par comparaison aux autres types d'abrasifs, l'alumine de précision est plus rapide en coupe sur les plus part des matériaux optiques, et ils sont également souhaités pour le rodage moyen des métaux et matériaux des semi conducteurs durs [Kar93].

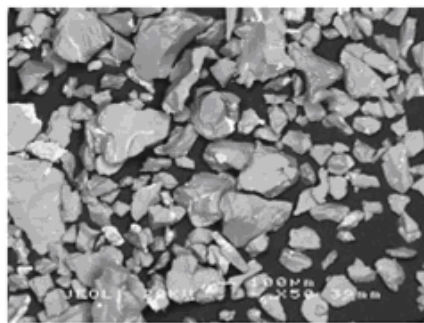
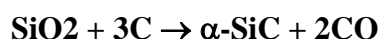


Figure 2.3 : Micrographie MEB des grains abrasifs d'alumine

2. Carbure de silicium

Le carbure de silicium est un matériau abrasif synthétique très dur qui a plusieurs applications en industrie. C'était aussi connu autrefois par le carborundum. Aucune forme naturelle de ce minéral n'a été trouvée.

Les abrasifs sont produits à haute température à partir d'un mélange de sable de quartz très pure et de coke pétrolier pulvérisé. Le silicium, qui est l'essentiel constituant du sable de quartz, se combine avec le carbone de la poudre de coke pour former le carbure de silicium (SiC). La réaction entre le silicium et le carbone est décrite par la formule suivante [sma99].



Bien que le carbure de silicium à une température de fusion élevée de l'ordre de 2200°C, il a tendance à se décomposer lentement par oxydation dans l'air à température au-dessus de 1600°C [Kar93].

Les deux principales formes structurales du carbure de silicium sont le α -SiC (non cubique, hexagonal) et β -SiC (Cubique). La forme cubique (β -SiC) commence à se transformer à la forme α -SiC lorsque la température atteint 2100°C [sma99].

Les deux types de carbure du silicium sont différents par leurs couleur, densité et dureté. L'un est noir ou gris foncé et l'autre est vert. Le carbure de silicium noir est plus tenace et légèrement plus dur que le carbure de silicium vert. La raison de cette différence est que le carbure de silicium noir a une structure moins poreuse qui lui donne une densité plus élevée que celui vert. Cependant, puisque les paramètres physiques des deux types sont presque identiques, il est peu probable l'existence d'une différence réelle dans leurs efficacité de rodage dans les conditions normales de l'opération. Certaines propriétés physiques et la composition des deux types de carbure de silicium sont données par le tableau 2.4. Les dimensions disponibles des grains de carbure de silicium commercialisées varient entre 6 mailles (Mesh) et 280 pour la classification par tamisage, et entre 40 μm et 6 μm pour la

classification par sédimentation. Les grosseurs essentielles utilisés en rodage optique son cités dans le tableau 2.4 [Kar93]. Quelques formes des grains de SiC sont montrés à la figure 2.4.

Composition (%)	SiC Noir	SiC Vert	Grosueur en maille (Mesh)	Grosueur en μm
SiC	98.6	98.2	280	40
SiO ₂	0.5	1.0	320	35
Si	0.3	0.2	400	28
C	0.4	0.4	500	22
Fe ₂ O ₃	0.1	0.1	600	18
Al	0.1	0.1	800	12
			1000	8
			1200	6
Dureté :	Knoop (kg/mm ²) 2480			
	Mohs 9.3			
Densité (masse volumique): (g/cm ³)	3.2			

Tableau 2.4: Propriétés physiques, composition et dimensions
du carbure de silicium [Kar93]

Le carbure de silicium est largement utilisé dans les meules abrasives pour le rodage précis des métaux et autres matériaux durs et fragiles. Cependant, Les meules en carbure de silicium sont rarement employées dans la fabrication optique puisque la plus part des outils liés utilisés dans ce domaine sont en diamant [Kar93].

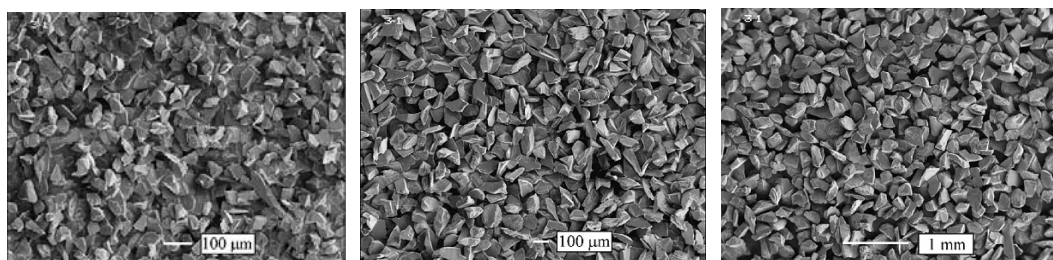


Figure 2.4 : Quelques formes des grains abrasifs en SiC de grosseurs différents.

3. Diamant

Les abrasifs en diamant jouent un rôle toujours croissant dans la fabrication optique, et des semi-conducteurs. Ils sont utilisés sous forme de poudre comme une suspension en diamant, ou ils sont liés dans une matrice métallique ou organique pour les utiliser sous plusieurs formes d'outils en diamant. L'utilisation de la suspension de diamant a été limitée jusqu'à maintenant au doucissage et au polissage de matériaux durs et difficile à travailler tels que quelques métaux, le saphir, et les céramiques.

Mais avec la croissance constante des matériaux optiques, il est tout à fait possible que la suspension de diamant va jouer un rôle plus important au futur. Cependant, La majorité des matériaux optiques sont relativement doux et sont mieux doucis et polis par des abrasifs standard. Non seulement parce qu'ils sont moins onéreux que la suspension de diamant, mais il produit aussi meilleur fini sur ces matériaux doux.

3.1. Diamant naturel

Les diamants naturels ont été formés à une température très élevée et sous des pressions énormes profondes à l'intérieur de la croûte de la terre. Ils se trouvent dans plusieurs endroits sur la planète, mais l'Afrique du sud reste la localité la plus importante de diamant naturel au monde.

La bonne qualité de diamants naturels a un nombre de caractéristiques uniques sans pareil par une autre substance connue par l'être humain. La plus importante de ses caractéristiques est la dureté du matériau. Elle est de l'ordre de 10 sur l'échelle de Mohs (par définition) et la dureté Knoop correspondante est supérieure à 8000 kg/mm².

La structure basique du diamant est le carbone élémentaire qui se cristallise en orientation cubique. Le diamant naturel a une couleur claire brillante.

Précédemment le diamant inutilisé est appelé le « diamant vierge ». Les poudres de diamant vierges naturelles de haute qualité sont produites du « diamant bort » (type de diamant spécial traité et raffiné) qui a été extrait dans des conditions contrôlées soigneusement, ensuite broyées par broyage à bille, et finalement tamisées et classées pour être utilisées comme abrasif en suspension ou des outils en diamant. Le tamisage et la classification permettent d'enlever les fragments fins qui sont très petits et inefficaces, et d'éliminer toutes les formes irrégulières qui peuvent produire des rayures [Kar93].

3.2. Diamant synthétique

Le diamant synthétique a été produit plus de 30 ans par plusieurs processus qui ont été développés pour répondre à la provision incertaine et le coût élevé du diamant naturel « diamant bort ». Actuellement beaucoup d'outils diamantés sont fabriqués exclusivement de poudre de diamant synthétique. Différents mélanges de diamant synthétique et naturel, que ce soit vierge ou recyclé sont aussi souvent utilisés pour l'élaboration des outils.

La majorité des outils diamantés constitués de variétés de diamant synthétiques ou des mélanges et liés par des liants résinoïdes. Les outils liés par métaux sont faits par la liaison des grains de diamants dans une matrice métallique par le processus de frittage à haute température. Les abrasifs de diamant peuvent exister en commerce sous la forme sèche, mais presque tous les abrasifs en diamant sont vendus comme suspension ou pâte diamantée. Ceci est à l'origine dû à la mouillabilité difficile, qui peut causer des problèmes d'agglomération si le mixage est incorrect. L'agglomération est un problème pour toutes les grosseurs mais il est particulièrement inacceptable pour les plus fins d'un micromètre ou moins qui sont utilisés en polissage. N'importe quelle agglomération peut créer des rayures sérieuses sur la surface polie. Les suspensions prémixées, dans lesquelles les grains en diamant sont suspendus et

dispersées, sont généralement basées sur un liquide qui est l'eau déionisée de haute pureté dans laquelle est ajoutée une huile synthétique spéciale pour éliminer les attractions entre les particules de diamant. L'existence des suspensions de diamant est également contrôlée par la concentration du diamant qui est un paramètre important pouvant affecter les résultats obtenus. Elle est aussi le premier facteur pour déterminer le coût des abrasifs. La concentration est connue en trois types ; bas ou léger, moyen ou standard, fort ou lourd. En plus de la concentration, le grade et la grosseur sont deux autres paramètres très intéressants des grains abrasifs de diamant. Le gradation (classement selon grade) décrit le type et la qualité du diamant, alors que le dimensionnement (classement selon la grosseur) décrit la manière par laquelle les poudres sont séparées dans une classe spécifique de grosseur des particules. La gradation attribue souvent un code lettre au type de diamant (voir tab.2.5) [Kar93]

Type de diamant	Caractéristique	Désignation de grade
Naturel	Dureté moyenne	D ou A
Naturel	Dur	BD
Naturel	Traiter	ED
Synthétique	Friabilité moyenne	ID ou F
Synthétique	Très friable	MD ou E
Synthétique	Nickel induit	ND, C ou CD
Synthétique	Cuivre induit	CDC ou D

Tableau 2.5 : Désignation typique des grades de diamant [Kar93]

Le dimensionnement est un paramètre très important pour tous les produits abrasifs. Il est particulièrement important pour les abrasifs de grosseur micrométrique (voir fig.2.5) qui sont souvent utilisés en polissage de surfaces critiques. Le dimensionnement soigné ne résulte pas seulement une poudre avec une grosseur moyenne spécifique, mais plus important, avec une distribution granulométrique serrée. Les grosseurs des grains de diamant disponibles au marché sont présentées au tableau 2.6. Les figures 2.6 et 2.7 montrent quelques formes de grains abrasifs en diamant synthétique [Kar93].

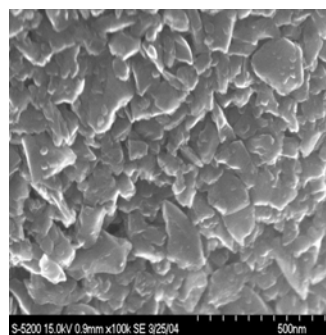


Figure 2.5 : Micrographie MEB des grains de diamant micrométriques

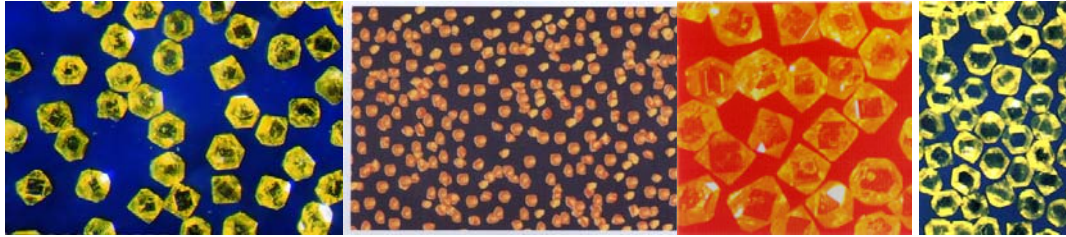


Figure 2.6 : Quelques types de grains abrasifs en diamant synthétique

Gros. (μm)	Moy	Intervalle (μm)	Maille équivalente	Couleur	Concentration du diamant		
					Légère	Moyenne	Lourde
1/10		0.0-0.2	240000	Gris ou blanc	•	•	•
1/8		0.0-0.3	200000	Blanc	•	•	•
1/4		0.0-0.5	100000	Gris ou blanc	•	•	•
1/2		0.0-1.0	60000	Gris ou blanc	•	•	•
3/4		0.5-1.5	20000	Blanc	•	•	•
1.0		0.0-2.0	14000	Bleu ou ivoire	•	•	•
1.5		1.0-2.0	13000	Blanc	•	•	•
1.8		0.5-2.5	12000	Rose	•	•	•
2.0		1-3	11000	Clair ou blanc	•	•	•
2.5		2-3	9000	Rose	•	•	•
3.0		2-4	8000	Jaune	•	•	•
3.5		2-5	7000	Vert jaunâtre	•	•	•
4.0		3-5	6000	Clair	•	•	•
4.5		3-6	4500	Vert jaunâtre	•	•	•
5.0		3-8	4000	Orange	•	•	•
6.0		4-8	3000	Jaune / orange	•	•	•
7.0		5-10	2700	vert	•	•	•
7.5		5-10	2500	Vert /orange	•	•	•
8.0		5-12	2300	Vert	•	•	•
9.0		8-12	1800	Vert	•	•	•
10		8-16	1700	Vert	•	•	•
12		9-15	1500	Clair	•	•	•
13		10-16	1500	Vert	•	•	•
14		12-17	1400	Bleu	•	•	•
15		10-20	1200	Bleu clair	•	•	•
16		12-22	1100	Bleu clair	•	•	•
17		15-20	1100	Bleu foncé	•	•	•
18		12-25	1000	Bleu	•	•	•
20		15-25	900	Bleu foncé	•	•	•
21		18-24	875	Bleu foncé	•	•	•
22		20-25	850	Rouge	•	•	•
25		20-30	800	Rouge	•	•	•
26		22-30	700	Rouge	•	•	•
30		22-36	600	Rouge	•	•	•
35		30-40	500	Rouge ou marron	•	•	•
40		30-50	450	Brun	•	•	•
45		36-54	330	Brun	•	•	•

Tableau 2.6 : Grosseurs des poudres abrasifs en diamants [Kar93]

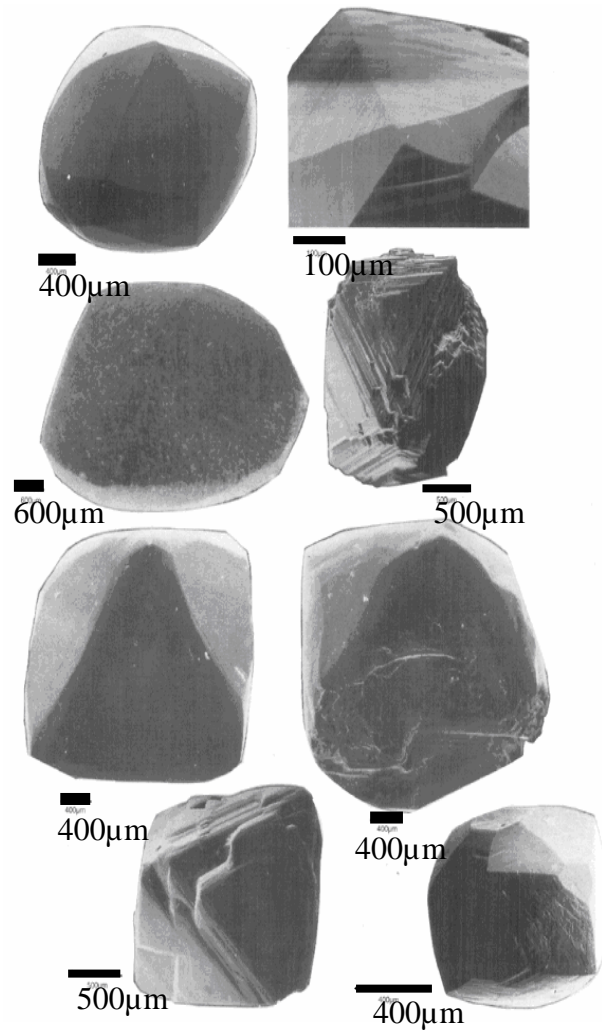


Figure 2.7 : quelques formes des grains abrasifs de diamants [Cen95]

En plus des trois types de grains abrasifs employés aux opérations de doucissage des surfaces optiques, autres poudres abrasives sont utilisées telles que le carbure de bore (B_4C), qui est un matériau de dureté proche à celle de l'alumine et du SiC et il est employé dans les parts part des cas dans des opérations de doucissage des métaux.

2.1.5. Agents de polissage

Les abrasifs de polissage sont utilisés avec des polissoirs, ils sont fabriqués à partir d'une variété d'oxydes synthétiques raffinés des terres rares et autres éléments. L'un des plus anciens agents de polissage est l'oxyde de fer connu sous le nom du « rouge de polissage ». Il est suspecté que les anciens artisans Égyptiens étaient déjà en connaissance des caractéristiques de polissage et des agents produits naturellement, bien qu'ils les utilisent pour polir les pierres précieuses et les métaux de l'époque. Le rouge est utilisé à peine plus, bien que ce fût d'usage répandu il y a seulement 50 années. L'oxyde de zirconium été utilisé

comme une alternative du coût inférieure au rouge, principalement dans l'industrie ophtalmique. Mais l'emploi de la zircone commence à croître dans l'industrie optique d'une manière générale lorsque les ressources du rouge sont séchées durant la 2^{ème} guerre mondiale. Cependant, l'oxyde de zirconium n'était pas aussi agressif que le rouge, et les recherches d'un remplacement effectif du rouge se sont terminées par le développement de l'oxyde de cérium et d'autres oxydes des terres rares. Ces composants des terres rares sont préparés soit comme oxyde individuel, comme l'oxyde de cérium de degré de pureté variable, ou comme mélange d'un nombre d'oxydes.

Actuellement dans l'industrie optique de précision les agents de polissage préférés sont l'oxyde de cérium de qualités supérieures et les formulations pré mélangées (préparé en suspension) contenant l'oxyde de zirconium, l'alumine ou la silice colloïdale.

En résumé les agents de polissage employés dans l'industrie optique sont surtout l'oxyde de cérium (CeO_2), l'oxyde de zirconium (ZrO_2), l'alumine (Al_2O_3), la silice colloïdale (SiO_2). En plus d'autres sont de degré d'application inférieur qui sont oxyde d'étain (SnO), Oxyde de fer (Fe_2O_3) et l'oxyde de Chrome (Cr_2O_3) moins.

L'alumine de polissage est de la même nature que l'alumine de doucissage, avec une grosseur moyenne des particules inférieure à 2 μm . Le tableau 2.7 montre les grosseurs des grains appropriés aux désignations appelées «LINDE» (fabricant de la poudre alumine) [Kar93].

Désignation	Type d'alumine	Grosseur moyenne (μm)	Application en polissage
A	Alpha	0.3	Pour l'alumine de polissage standard
B	Gamma	0.05	Pour polissage fin sur des matériaux doux
C	Alpha	1.0	Pour polissage agressif des matériaux durs

Tableau 2.7 : Applications et dimensions correspondantes des poudres de polissage en alumine [Kar93].

Quand à l'oxyde de cérium son extraction et raffinement sont plutôt compliqués. D'une manière brève et générale, la poudre d'oxyde de cérium est obtenue de la manière suivante. Les minerais de monazite et la bastnaésite sont délicatement extraits et puis les soumettre à un processus appelé «Cracking» qui implique de hautes températures et pressions. Le produit résultant est filtré et raffiné chimiquement afin d'éliminé les substances minérales indésirables tels que les éléments de silicate et de fer les quelles ont prouvé à être détriment à l'efficacité de polissage. Le produit intermédiaire est entièrement séché pendant l'étape de

calcination et finalement dimensionné et classé dans une poudre de polissage d'oxyde de cérium [Kar93].

Les dimensions des grains et les applications sont données en générale par chaque fabricant de ce type de grains abrasifs. A titre d'exemple la société Piplow & Brand (P&B) fournit une large gamme de produit d'oxyde de cérium. Le tableau 2.8 montre un exemple des dimensions et applications de quelques poudres d'oxyde de cérium fabriquées par cette société. La figure 2.8 montre la forme des grains d'oxyde de cérium.

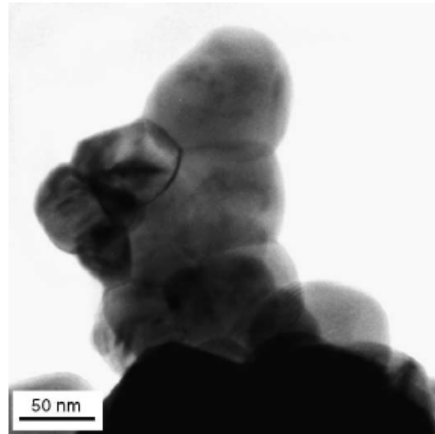


Figure 2.8 : Micrographie MET d'un agglomérat de grains abrasifs d'oxyde de cérium [Gil05]

<i>Matériau</i>	<i>Désignation du produit</i>	<i>Applications</i>	<i>Gros. Moy. (μm)</i>
Oxyde de cérium (jaunâtre et blanc)	CERI 100VO	Pré polissage et polissage de précision	2.5
	CERI 3000G	Polissage de précision	1.2
	CERI 3000	Polissage de précision	0.7
	CERI3000F	Divers	0.4
	CERI HPC	Polissage de haute précision	0.7
	CERI HPC/RO	Polissage de précision avec hautes performances	0.9
	CERI 2630	Verre plat	2.25

Tableau 2.8 : Grosseurs et application de quelques poudre de CeO₂ de la société P&B [www1]

2.2. Comportement des grains abrasifs lors du doucissage et polissage

2.2.1. Introduction

Dans la plus part des travaux qui ont étudié les processus de doucissage et de polissage, il a été souvent question d'étudier les procédés eux-mêmes et l'influence des paramètres sur la qualité et l'efficacité du produit. Dans ces deux cas, la présence des grains abrasifs est plus que nécessaire. En effet, le comportement des grains abrasifs a un rôle crucial dans l'étude des procédés vu son influence directe sur la qualité des produits. Ce comportement est limité plus souvent dans les phénomènes d'usure et de frottement.

Les termes, usure et frottement, sont en général inscrit dans une science très vaste: la tribologie. La tribologie (du grec «Tribos», frottement) fut toute d'abord défini comme « la science des surfaces en contact animées d'un mouvement relatif » (G. Salomon, 1968) [Fil04]. On doit à Léonard de Vinci (XVe siècle) les premiers travaux sérieux de la tribologie «moderne», et en particulier les premiers efforts pour caractériser le frottement en fonction de la charge appliquée ou de la surface de contact, mais également l'usure suivant la direction de la charge appliquée [Fil 04]. Le phénomène de frottement a été aussi étudié par Bowden et Tabor en 1950 [Bow50] ont développé cependant une approche originale du glissement entre surfaces rugueuses en prenant en compte les interactions entre rugosités, ainsi que leur comportement élasto-plastique. On citera également le travail de Rice [Ric83] qui a mis en évidence les instabilités de frottement

2.2.2. Mécanismes d'usure

Le mouvement d'une surface contre l'autre est un comportement typique de différents mécanisme et appareillage. L'usure est un type d'endommagement qui se produit par l'existence d'un mouvement de l'un sur l'autre. Ce phénomène implique l'enlèvement de petites quantités de matière. L'usure cause le changement structurel, déformation plastique et fissuration de la surface. Les différents mécanismes d'usure peuvent se produire selon la lubrification, nature des surfaces, environnement chimique et les conditions de l'opération.

Une liste non exhaustive de mécanismes d'usure peut être dressée. Ces phénomènes, repérés dans des cas différents de contacts, peuvent en théorie s'appliquer tous en même temps, certains étant prépondérants par rapport à d'autres en fonction des conditions imposées. En doucissage et en polissage, le phénomène d'usure prépondérant est l'usure abrasive.

1. Usure abrasive

L'usure abrasive est un phénomène mécanique qui représente l'endommagement des surfaces par des aspérités ou des particules dures. Ce phénomène est prépondérant lors de la coupe (enlèvement de matière), particulièrement repérée pour des matériaux fragiles [Geo00].

L'usure abrasive est aussi définie comme étant l'enlèvement de matière à partir d'une surface par des particules dures glissant entre deux surfaces. Il y a deux types d'usure abrasive :

a) Abrasion à deux corps qui est produite par les protubérances dures dans les contre faces ou par des particules dures imbibés dans les contre faces, tel est le cas en rodage et en usinage par coupe.

b) Abrasion à trois corps qui est causée par des particules dures qui roulent ou glissent entre les surfaces de contact comme le cas du polissage et du douçissage.

Les particules abrasives produisent des endommagements sur la surface. C'est pourquoi il est important de connaître leurs propriétés pour comprendre quel type d'endommagement ils peuvent causer [Rod 06].

Les particules abrasives doivent être plus dures que les matériaux qu'ils sont capables à rayer. En fonction de la dureté des abrasifs les endommagements suivants peuvent avoir lieu:

- Si $H_a/H_s > 1.2$ une indentation plastique est produite, c'est l'abrasion dure (voir fig.2.9a).
- Si $H_a/H_s < 1.2$ Il n'y a pas de production d'indentation plastique, c'est l'abrasion douce. Il est important de mentionner que si $H_a/H_s \ll 1.2$, alors il est un bon rapport pour la coupe du bois et autres applications (voir fig.2.9b).

Où H_a est la dureté des particules abrasives et H_s et la dureté de la surface [Rod 06].

La forme des particules abrasives est également très importante parce que les particules anguleuses produisent une usure plus sévère que celles qui sont rondes.

En dépendance de la grosseur des grains le taux d'usure peut être très varié. Lorsque des abrasifs moyens sont utilisés, des valeurs élevées du taux d'usure sont obtenues. Alors que le cas contraire est obtenu si des abrasifs ultrafins sont employés [Hut92].

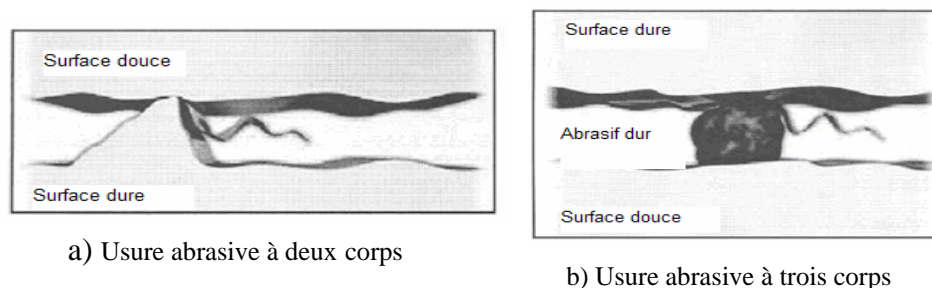


Figure 2.9: Illustrations des phénomènes d'usure abrasifs

2. Usure adhésive

L'usure adhésive fait appel à des notions de physico-chimie. Il y a formation de liaisons (intermoléculaires, inter atomiques) à l'interface. On parle d'usure douce lorsqu'on a cisaillement de ces liaisons. L'usure sévère (aussi appelée « grippage ») apparaît lorsqu'il y a arrachement de matière de l'une des surfaces. D'où la formation d'un « film de transfert », collée à la surface antagoniste (voir fig.2.10) [Geo00].

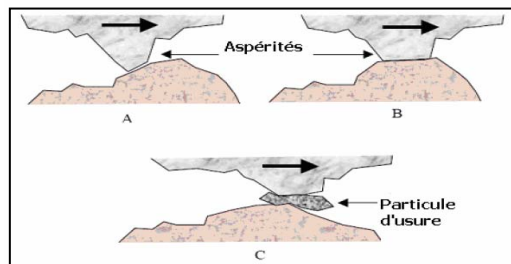


Figure 2.10 : Illustration de l'usure par adhésion

3. Usure corrosive (ou tribochimique)

L'endommagement ici est dominé par des réactions chimiques, et les produits de corrosion sont enlevés par action mécanique. Il y a formation de films inter faciaux compactés [Geo00].

4. Usure par fatigue

Il y a formation de fissures dans les matériaux sous l'effet de gradients de contraintes cycliques. Les fissures se propagent vers la surface et il y a détachement de «grosses» particules dont la taille peut atteindre le millimètre. On parlera particulièrement d'égrènement lorsqu'il y a formation de trous correspondant à la microstructure initiale des matériaux. Il y a «déchaussement» au niveau des joints de grains d'un métal par exemple. On parle de délamination lorsque les déformations plastiques répétées des premiers corps conduisent à des fissures en sous- surface, parallèles à la surface. Il y a propagation des fissures le long du plan de cisaillement maximum [Geo00] (voir fig.2.11).

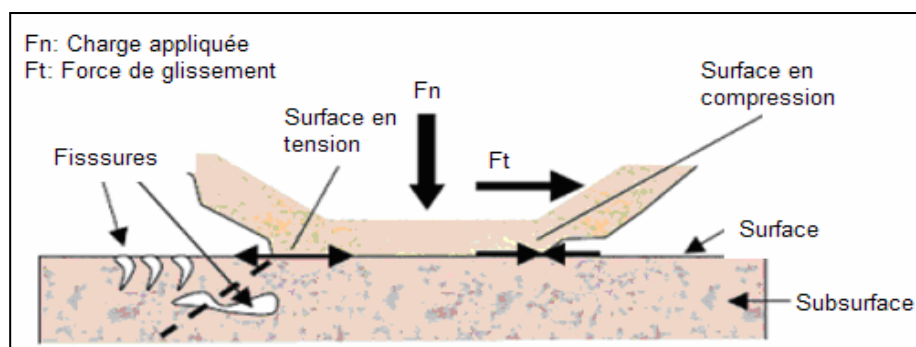


Figure 2.11 : Illustration du mécanisme d'usure par fatigue

2.2.3. Action des grains abrasifs lors du doucissage et polissage

Gahr [Gah 98] a rapporté que dans l'usure abrasive, la matière est enlevée ou séparée d'une surface solide par les particules dures, ou les particules dures qui sont entre ou incrustées dans l'une ou les deux surfaces en mouvement relatif (voir fig.2.12), ou par la présence de protubérances sur une surface du contre face glissant avec une vitesse relative le long de la surface. L'abrasion de deux corps est causée par les protubérances dures ou les particules dures incrustées tandis que dans l'abrasion à trois corps les particules dures peuvent se déplacer librement (rouler ou glisser) entre les surfaces en contact. D'après les travaux de [Rab61, Fan93, Xie96], le taux d'enlèvement de matière obtenu par abrasion à trois corps peut être inférieur à celui par abrasion à deux corps, parce que les particules abrasives dégagées abrasent pendant approximativement seulement 10% du temps les surfaces solides entre lesquels ils sont situés, pendant qu'ils dépensent 90% du temps en roulant.

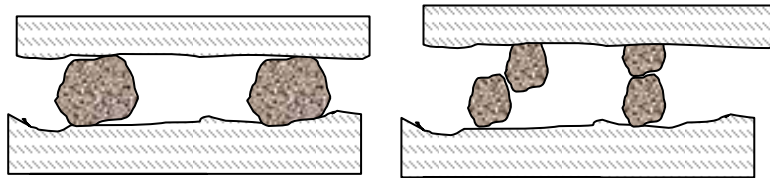


Figure 2.12 : Principe d'abrasion en doucissage et polissage

Lors du doucissage et de polissage les grains abrasifs viennent s'imbiber entre le rodoir ou le polissoir et la surface à traiter. L'action d'un grain abrasif lors du déroulement des opérations de doucissage et de polissage est schématisée par la figure 2.13.

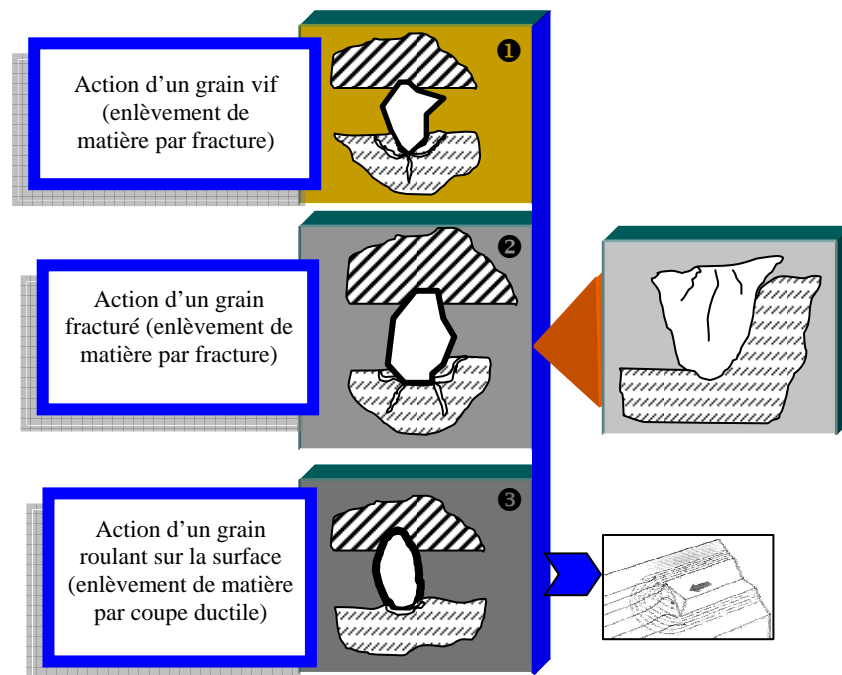


Figure 2.13: Action d'un grain abrasif sur la surface au cours du doucissage et de polissage du verre

L'enlèvement de matière se diffère en fonction de la position relative du grain par rapport à la surface. En effet, si le grain est en position permettant à l'arrête vif d'être en contact de la surface, le grain crée des endommagements sur la surface par rayage ou par indentation et l'enlèvement de matière est obtenue par fracture sous l'effet de la propagation des fissures sous l'impact du grain (voir fig.2.13❶).

Dans le cas de l'usure du grain par la fracture de l'arrête vif ou l'orientation du grain sur une face plane, le grain glisse sur la surface mais l'enlèvement de matière reste toujours par fracture causé par les fissures générées à la fin aux bords de la face plane (voir fig.2.13❷). Une autre possibilité est celle où le grain roule sur la surface causant en même temps la fracture de ces arrêtes vifs et d'autre part l'enlèvement de matière par coupe ductile (voir fig.2.13❸).

De Pellegrin [*De P04*], a présenté les différentes possibilités d'orientation d'un grain abrasif, ses positions peuvent avoir lieu dans les opérations de finition (voir fig.2.14).

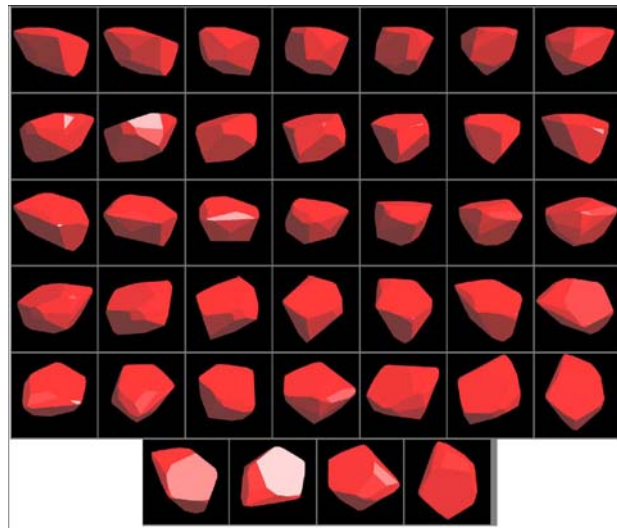


Figure 2.14: Orientation possible d'un grain abrasif
lors du doucissage ou de polissage [*De P04*]

Il est à noter que chacune des orientations du grain présenté sur la figure 2.14 peut être l'un des cas de contact entre grain et surface présenté à la figure 2.13. Ceci permet de déduire que l'enlèvement de matière est généralement assuré lors des processus de doucissage et de polissage et ce en présence des grains ayant des arrêtes vifs. En général et sur la base des cas présentés à la figure 2.13, le déroulement des opérations de finition des surfaces optiques peut être présenté schématiquement comme le montre la figure 2.15.

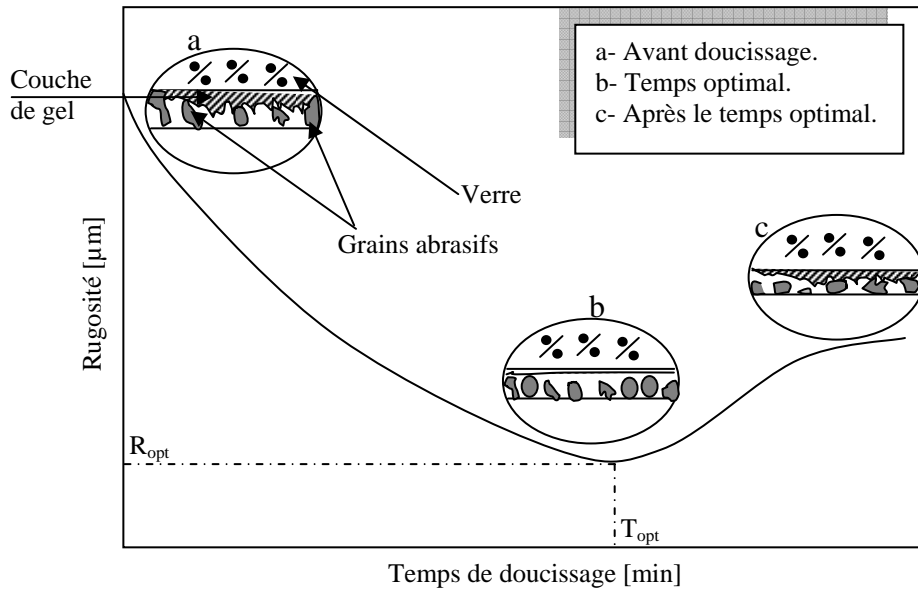


Figure 2.15 : Étapes de finition des surfaces optiques [Bel07]

Rémond [Rem02] a rapporté pour l'explication de l'action d'un grain sur la surface, que dans le cas des matériaux fragiles, la résistance à la tension peut mener à des fissures qui se propagent et provoquent par conséquent l'enlèvement de fragments (voir fig.2.16).

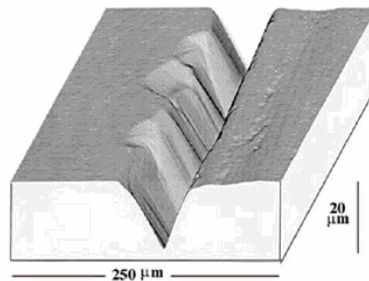


Figure 2.16: Enlèvement de matière par glissement des grains abrasifs lors des processus de finition [Rem02]

2.2.4. Caractéristiques des poudres abrasives

Les poudres abrasives employées en polissage et en doucissage ont certaines caractéristiques à tenir en compte. Les plus essentielles de ces caractéristiques sont surtout les caractéristiques chimiques et les caractéristiques mécaniques et en fin les caractéristiques géométriques.

1. Caractéristiques chimiques

Les plus essentielles des caractéristiques chimiques sont surtout la composition chimique et l'activité chimique (pH). La composition chimique est en générale déterminée dans le but de contrôler une éventuelle réaction entre la poudre abrasive et la surface à traiter. L'activité chimique est en général allouée à la suspension pour définir la vitesse d'enlèvement de

matière en doucissage ou en polissage, ou autres phénomènes qui peuvent avoir un effet néfaste sur la poudre elle-même tels que l'agglomération des poudres fines [Kal98, Reb59].

2. Caractéristiques mécaniques

Les caractéristiques mécaniques des poudres abrasifs prises en compte sont surtout la dureté des grains abrasifs. En effet, la dureté est d'une importance cruciale vu son influence directe sur le taux d'enlèvement de matière lors des processus de finition. La figure 2.17 montre l'évolution du taux d'enlèvement de matière en fonction de la dureté. Il est à remarquer sur la figure 2.17a que la variation du taux d'enlèvement de matière varie en deux étapes la première lente et la deuxième rapide après une dureté entre 4 et 5 avant de se stabiliser à partir d'un seuil qui est de l'ordre de 6. Sur la figure 2.17b, il est clair que chaque type d'oxyde produit un taux d'enlèvement de matière différent et le taux le plus élevé est obtenu par les grains abrasifs d'oxyde de cérium bien que leur dureté n'est pas la plus importante ce qui implique que la dureté n'est pas proportionnel au taux d'enlèvement de matière. Ce résultat a été confirmé par d'autres travaux [kal98, kal56].

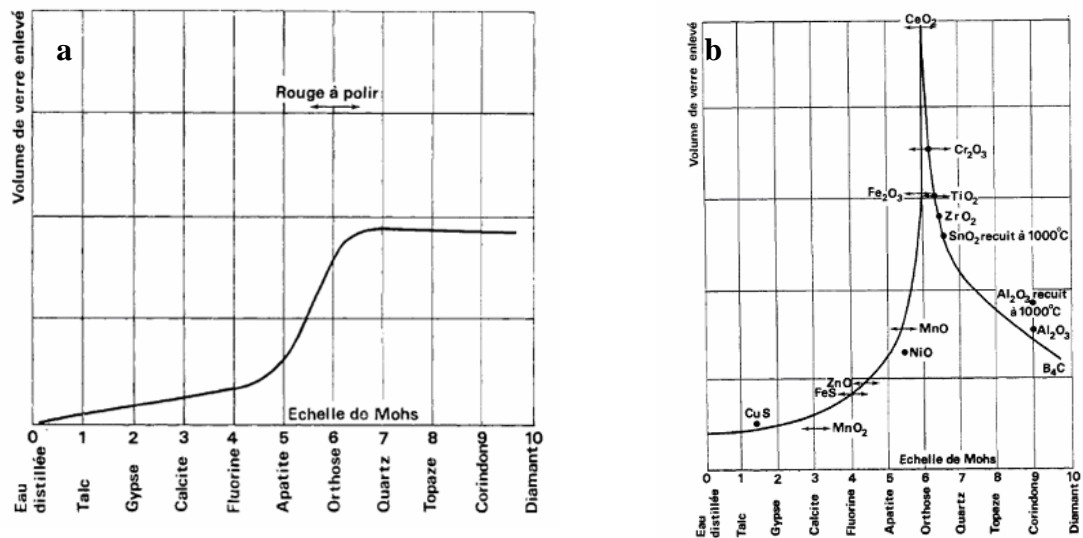


Figure 2.17 : Evolution du taux d'enlèvement de matière en fonction de la dureté [Ali06, Pey52]

3. Caractéristiques géométriques

Les caractéristiques géométriques ont une grande influence sur le choix des grains abrasifs dans les opérations de doucissage et de polissage. En effet, une poudre abrasive est choisie selon la morphologie des grains, leur distribution granulométrique si non leur surface spécifique. La morphologie consiste en la forme des grains, elle est obtenue par microscopie. Plusieurs formes de grains existent comme le montre la figure 2.18.

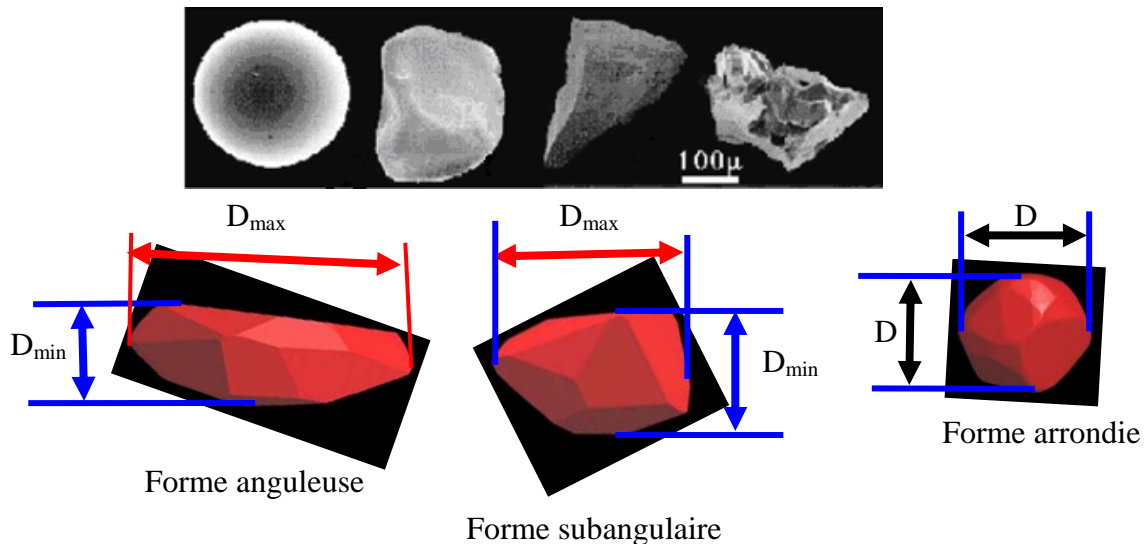


Figure 2.18 : Morphologie de grains visualisés par microscope

3.1. Dimension des grains abrasifs et technique de caractérisation

Ce point a été entrepris par plusieurs auteurs [*Lamb99, All90, Bec89, Hin90, Raf80*], ils ont essayés de donner chacun de son côté une définition des dimensions des particules ainsi que les techniques de caractérisation. Il a été affirmé qu'il est très difficile de déterminer les dimensions exactes d'un grain ayant une forme irrégulière, cette lacune a été résolue par les approximations qui peuvent être:

- ☞ Soit par la prise en compte des dimensions de la forme des particules par observation directe qui s'effectue en général par microscopie (microscope optique, MEB, TEM, AFM), Dans ce cas trois dimensions du grain sont distingués (voir fig.2.19); où:
 - ✓ Le diamètre de FERET est la distance entre deux tangentes sur les bords opposés de la particule, perpendiculaire à la direction d'analyse (observation microscopique).
 - ✓ Le diamètre de Martin est la longueur de la ligne parallèle à la direction d'analyse (observation microscopique) qui divise le profil de la particule en deux parties égales.
 - ✓ Les diamètres linéaires maximal et minimal sont deux dimensions linéaires évidentes qui peuvent être utilisées. Ces valeurs peuvent être amalgamées pour donner une seule valeur sous forme de la racine carrée de leurs produits, qui sont plus représentatif de dimension que l'une ou l'autre valeur seul. Cependant, le processus est plutôt fatigant, et fréquemment des échelles spéciaux consistant en une série de cercles de diamètres différents sont placés sur les photographies (ou dans l'oculaire de microscope) où les particules irrégulières peuvent être comparé à un cercle de surface équivalente (ou périmètre équivalent) (voir fig.2.20) [*Lamb99*]

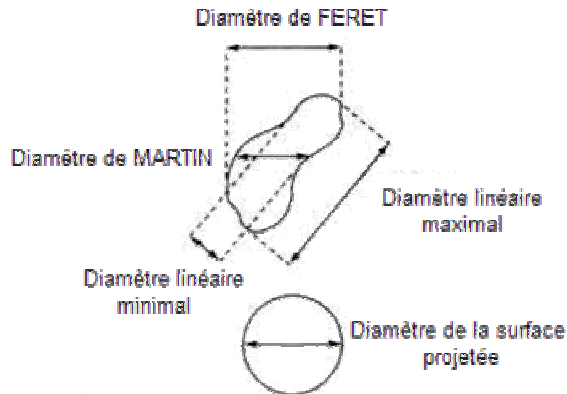


Figure 2.19: Dimensions d’une particule non sphérique [Lamb99]

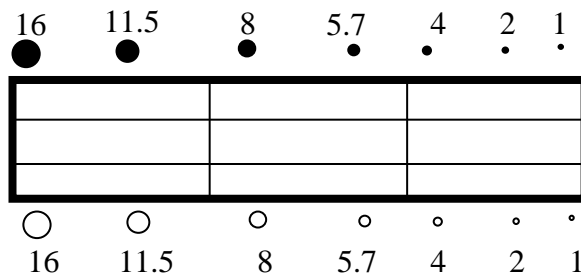


Figure 2.20: Grille de comparaison microscopique [Raf80]

☞ Soit par la considération de la dimension de la particule comme étant celle d’un élément géométrique (côte de carré, diamètre d’un cercle...etc.) dans lequel la particule puisse s’inscrire. La plus utilisée des approximations est celle de la sphère équivalente. L’approximation par la sphère équivalente consiste en la supposition de la particule en forme de cylindre puis la détermination du diamètre équivalent d’une sphère de volume égale a celui du cylindre (voir fig.2.21).

Donc si en en a un grain de la figure 2.18 ayant des dimensions connues, une hauteur égale à «L» et une largeur égale à «D1», ce dernier est assimilé premièrement par un cylindre de volume «V_C», puis une comparaison entre le volume du cylindre (V_C) et d’une sphère équivalente (V_S) est effectué dans le but de déterminer le diamètre équivalent.

Il est connu que le volume de la sphère et du cylindre sont donnés par les relations 2.1 et 2.2 respectivement.

$$V = \frac{4}{3} \pi . r^3 \dots\dots\dots(2.1)$$

$$V = \pi . r^2 . h \dots\dots\dots(2.2)$$

Si en met : $V_c = V_s \Rightarrow \pi.r_1^2.L = \frac{4}{3}\pi.X^3$, X: Étant le diamètre équivalent de la sphère

inconnu, Donc: $X = \sqrt[3]{\frac{3.r_1^2.L}{4}} = r_2$, r_2 : est le rayon de la sphère équivalente.

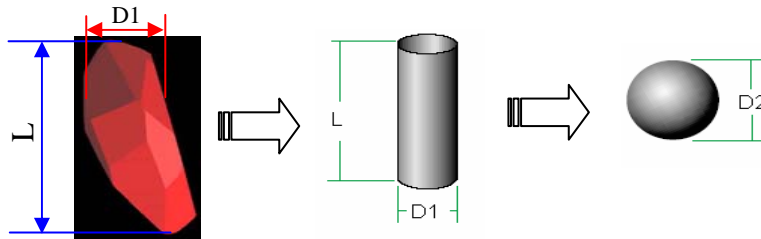


Figure 2.20: Approximation d'une particule non sphérique en une particule sphérique

3.2. Distribution granulométrique

L'obtention de la caractéristique dimension des particules mène à l'étude de la population des particules constitutives d'un corps granulaire, en opérant suivant les méthodes de la statistique descriptive. En pratique sur un fractionnement de la population, les particules sont regroupées par les méthodes de l'analyse granulométrique en diverses classes comprise entre deux dimensions limites, on peut alors, soit évaluer le nombre de particules (voir fig.2.22), soit déterminer la masse des particules de chaque classe. Les résultats sont présentés sous forme de courbe de fréquence ou histogramme (voir fig.2.23). Le choix du modèle de distribution n'obéit pas à des règles bien établies. La loi normale (LAPLACE-GUASS) s'applique à ce que nous pouvons appelés des populations mono granulaires dans les quelles les variations de la dimension autour d'une valeur moyenne sont dues à des causes tout à fait aléatoires [Raf80].

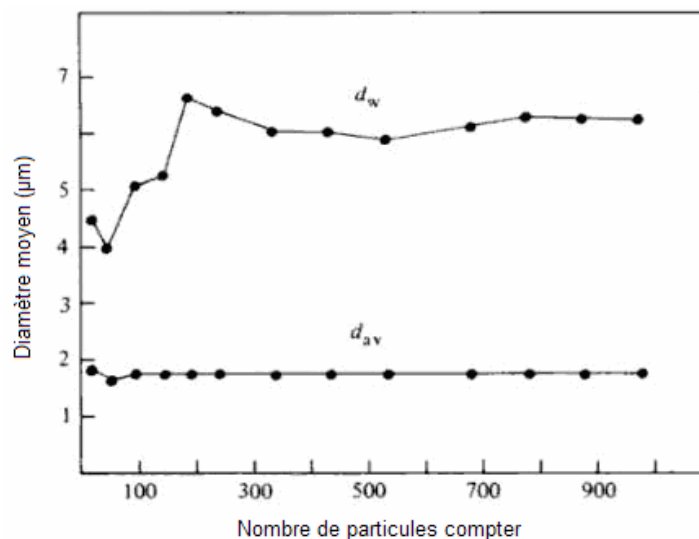


Figure 2.22: Distribution granulométrique obtenue par comptage [Lamb99]

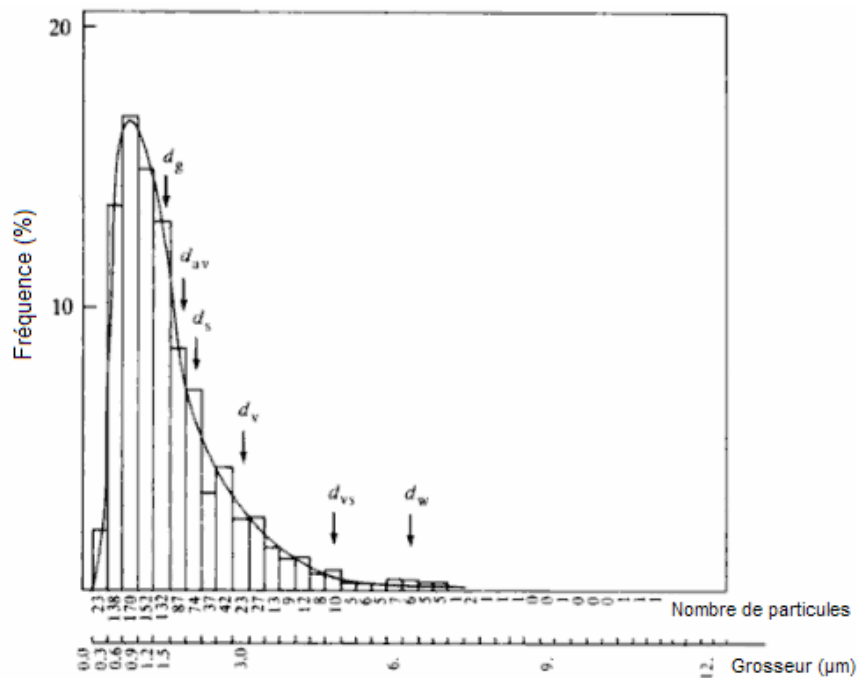


Figure 2.23 : Distribution granulométrique selon la loi normale [Lamb99]

Lambourne [Lamb99] a donné plusieurs définitions des paramètres qui peuvent être tirés de la courbe de la distribution granulométrique (voir fig.2.23) :

- ☞ Diamètre médian: Le diamètre pour que 50% des particules mesurées soit inférieur à la dimension énoncée.
- ☞ Diamètre moyen (d_{av}): La somme de tous les diamètres divisée par le nombre total de particules $\frac{\sum nd}{\sum n}$.
- ☞ Moyenne géométrique : La racine énième du produit des diamètres de «n» particules mesurées $d_g = n\sqrt{d_1 d_2 \dots d_n}$ habituellement déterminé comme: $\log d_g = \frac{\sum n(\log d)}{\sum n}$.
- ☞ Moyenne harmonique: L'inverse des diamètres mesurés $\frac{1}{d_m} = \frac{\sum (n/d)}{\sum n}$
- ☞ Longueur de diamètre médiane : (d_1) Mesuré $d_1 = \frac{\sum nd^2}{\sum nd}$ comme moyenne il est comparable à la médiane arithmétique et géométriques; il représente la somme des surfaces divisée par la somme des diamètres.
- ☞ Surface moyenne (d_s): $d_s = \sqrt{\frac{\sum nd^2}{\sum n}}$.

- ☞ Volume moyen (d_v): $d_v = \sqrt[3]{\frac{\sum nd^2}{\sum n}}$, la valeur médiane de cette fréquence est souvent appelée diamètre médian de masse.
- ☞ Volume - Surface Moyen (d_{vs}) (ou Moyenne Sauter) : $d_{vs} = \frac{\sum nd^3}{\sum nd^2}$ la dimension moyenne basée sur la surface spécifique par unité de volume.
- ☞ Poids moyen (d_w) (ou moyen De Broucker) : $d_w = \frac{\sum nd^4}{\sum nd^3}$ dimension moyenne basée sur le poids unitaire de particule.

3.3. *Technique d'analyse granulométriques*

La visualisation d'une particule sous microscope, une projection 2D est observée, alors plusieurs diamètres peuvent être mesurés pour sa caractérisation. Si la longueur maximale de la particule est utilisée, ceci conduit à affirmer que la particule est une sphère de cette dimension maximale. Également, si le diamètre minimal ou quelque autre quantité utiliser, ceci donnera une réponse différente suivant la dimension de la particule. D'où l'importance de savoir que chaque technique de caractérisation de la dimension de la particule permet de mesurer une propriété différente de la particule (longueur maximale, longueur minimale, volume, surface etc.) et par conséquent donnera une réponse différente d'une autre technique qui mesure une dimension alternative. La figure 2.24 montre quelques-unes des réponses différentes qui sont possibles pour un seul grain. Chaque technique n'est pas incertaine. Elles sont toutes bonnes; c'est tout simplement qu'une propriété différente de la particule a été mesurée. Donc une mesure de la dimension de la particule d'une poudre ne peut être sérieusement comparé que si la même technique a été utilisée. Cela veut dire qu'il n'est pas possible de parler d'une particule standard dans le cas des grains de formes irrégulières. Les particules standards doivent être de forme sphériques pour la comparaison des techniques. Cependant, il est possible d'avoir une dimension standard de la particule pour une technique particulière. Cela devrait permettre la comparaison entre les instruments utilisant cette technique [Raw02].

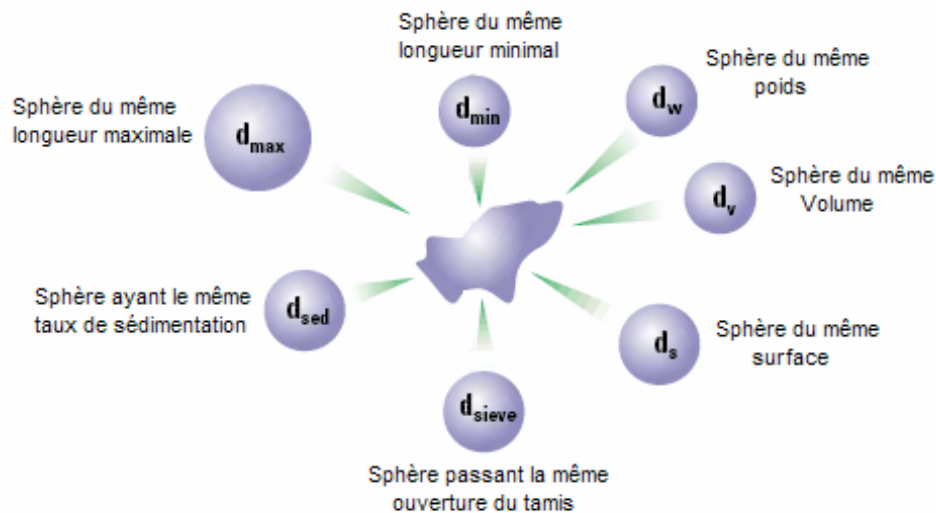


Figure 2.24 : Différentes mesures de la grosseur d'un seul grain

Le nombre de méthode qui a été proposé en vue d'analyse des corps granulaires est extrêmement élevé. Les plus anciennes méthodes ont évidemment fait appel à l'expérience immédiate, vitesse de chute dans un fluide, mesure directe par référence à un étalon de longueur ou de surface puis progressivement, les méthodes se sont enrichies par des nouvelles possibilités offertes par les découvertes scientifiques (microscope optique puis électronique, analyse des images, diffraction de la lumière, des rayons X et dernièrement la diffraction laser). Les techniques les plus utilisé dans la détermination de la distribution granulométrique sont surtout:

- Le tamisage
- La sédimentation
- L'examen microscopique
- Le granulomètre à laser.
- Le conteur automatique Coulter

a) *Technique de tamisage*

Le tamisage est une technique extrêmement vieille. Cette dernière a l'avantage d'être de bon marché et elle est aisément utilisable pour les grandes particules tels que les grandes particules des mines. Allen [All90] a discuté les difficultés de la reproductibilité du tamisage, les inconvénients majeurs pour les nombreux utilisateurs sont les suivant:

- ☞ Ce n'est pas possible de mesurer des émulsions

- ☞ Mesurage des poudres sèches sous inférieure à 400# (38µm) est très difficile. Le tamisage humide est effectué pour résoudre ce problème mais les résultats de cette technique est de faible reproductibilité et les mesures sont difficiles à obtenir.
- ☞ Les matériaux cohésifs et agglomérés, tels que les argiles, sont difficiles à mesurer.
- ☞ La méthode n'est pas fondamentalement de haute résolution.
- ☞ Temps de mesure très long.

b) *Technique de sédimentation*

Cette technique a été la méthode traditionnelle de mesure dans l'industrie céramique. Sa gamme d'application est entre 2 et 50 µm [Lamb99, All90]. Le principe de mesure est basé sur la loi de Stokes donné par l'équation (2.3). Le matériel utilisé dans cette méthode peut être aussi simple que la pipette d'Andreason ou le densimètre (méthode de l'hydromètre), ou bien des moyens plus compliqués en impliquant l'usage de centrifugeuses ou les rayons X.

$$U_s = \frac{(\rho_s - \rho_F)D^2 g}{18\eta} \dots\dots\dots(2.3)$$

Avec : U_s : Vitesse limite [cm/s]

ρ_s et ρ_F : Densité de la particule et du fluide respectivement

D : Diamètre de la particule (cm)

η : Viscosité (poise) , pour l'eau = 0.01p

g : accélération de la pesanteur [cm/s²]

La technique de la sédimentation donne un résultat plus faible que la réalité et c'est pourquoi quelques fabricants se trompent. Les inconvénients principaux de la technique sont :

- * Vitesse de mesure faible. Les temps moyens pour la mesure sont 25 à 60 minutes et par conséquent la répétition de l'analyse devient difficile et les chances d'agglomération des particules sont augmentées.
- * Le contrôle de la température exact est nécessaire afin de prévenir le gradient de température et les changements de la viscosité.
- * La technique ne peut pas être utilisée pour des mélanges de différentes densités.
- * Limite d'application (intervalle d'application entre 2 et 50µm) [Raw02].

c) *Examen microscopique*

La microscopie fournit une base excellente pour l'évaluation visuelle de particules. Les formes des particules peuvent être souvent vues, et il serait possible de juger également si la bonne dispersion a été atteinte ou si l'agglomération est présente dans le système. La méthode est relativement de faible coût et, pour quelques systèmes du microscope, la possibilité

d'utilisation du traitement d'image permet l'obtention des valeurs numériques des dimensions des particules. Il est à noter que 1g de particules de 10 μm (densité 2.5 $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$) contient 760 x 10⁶ particules qui évidemment ne peuvent jamais toutes être examinées individuellement par microscopie.

La microscopie n'est pas convenable pour le contrôle de qualité ou le contrôle technique plutôt elle permet un simple jugement. Vu le peu de particules pouvant être examinées il y a un réel danger d'échantillonnage non représentatif.

La microscopie électronique exige la préparation compliquée et lente de l'échantillon. En plus du faible nombre de particules examinées et la fatigue rapide de l'opérateur, il y a le problème du choix de la dimension qui devrait être mesurée; d'où il peut y avoir une grande variabilité entre opérateur et autre sur le même échantillon.

En combinaison avec l'examen des particules par la technique de diffraction, la microscopie devient une aide très précieuse à la caractérisation des particules [Raw02].

d) Technique de diffraction laser

Cette technique est appelée quelquefois la diffusion laser à faible angle « Low Angle Laser Light Scattering (LALLS) » mais le terme générique « Diffusion de la lumière » est préféré. Cette méthode est devenue une norme préférée dans beaucoup d'industries pour la caractérisation et le contrôle de qualité. La gamme d'application de la technique, d'après ISO13320, est 0.1 - 3000 μm [ISO99].

L'instrumentation de la diffusion laser a été développée ces vingt dernières années. La méthode est basée sur le fait que l'angle de la diffraction est inversement proportionnel à dimension de la particule. Les instruments consistent en une source laser, un détecteur convenable et quelques moyens pour faire passer l'échantillon à travers le faisceau laser.

En pratique, il est possible de mesurer une poudre sèche qui peut être soufflée à travers le faisceau au moyen de la pression et aspirée dans un aspirateur pour prévenir la vaporisation de la poussière dans l'environnement.

Les particules en suspension peuvent être mesurées par la circulation de la suspension devant le faisceau laser.

Les plus anciens instruments et quelques-uns plus récents se basent seulement sur l'approximation de Fraunhofer qui a fait les suppositions suivantes [Raw02]:

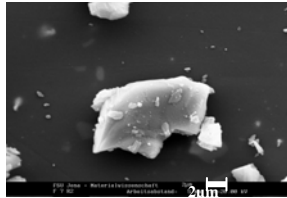
- ☞ Les particules sont beaucoup plus grandes que la longueur d'onde de lumière employée (ISO13320 définit ceci comme étant plus grand que 40λ , ou 25 μm quand un laser He-Ne est utilisé [ISO99].

- ☞ Toutes les particules diffusent avec les mêmes efficacités. Le coefficient de diffusion est supposé 2.00 pour toutes les grosseurs des particules.
- ☞ Les particules sont complètement opaques et aucune lumière n'est transmise à travers. D'où seulement la lumière diffusée autour de la particule est considérée dans le traitement.

Rawle [*Raw02*] dans son étude a cité plusieurs avantages de la méthode de diffraction laser :

- La méthode est effectuée par des installations basées sur des principes scientifiques fondamentaux. Ceci évite le besoin d'étalonnage de l'instrument.
- Une gamme d'application large. En effet, un bon matériel de la diffraction laser permet le mesurage dans une intervalle entre 0.1 à 3000 μm . Les plus petits échantillons (1nm–1 μm) peuvent être mesurés avec la technique de spectroscopie à condition que le matériau reste en suspension et sans la présence du phénomène de sédimentation.
- Les poudres Sèches peuvent être mesurées directement.
- Les suspensions liquides et les émulsions peuvent être mesurées dans une cellule de circulation et cela donne une haute reproductibilité.
- L'échantillon entier est mesuré en une seule fois. Bien que les échantillons sont petits (pratiquement 4–10 g pour les poudres sèches, 1–2 g pour les suspensions) et un échantillon représentatif doit être obtenu, l'échantillon entier doit passer à travers le faisceau laser et la diffraction est obtenue de toutes les particules.
- La méthode est non destructive. D'où la récupération des échantillons précieux est possible.
- Une distribution du volume est produite directement, laquelle est égale à la distribution du poids si la densité est constante.
- La méthode est rapide, en produisant une réponse dans moins d'une minute. Cela veut dire que les répétitions des analyses sont possibles et faites très facilement.
- Une technique de haute reproductibilité.
- Haute résolution. Jusqu'à 100 classes de dimension ou plus peuvent être fournies.

CHAPITRE 3 : RELATION ENTRE L'USURE ABRASIVE ET L'ÉTAT DE SURFACE LORS DU DOUCISSAGE



Introduction	62
I. opération de doucissage par abrasifs libres	62
I.1. Doucissage pendant un temps optimal	62
1. Procédure expérimentale	62
2. Résultats et interprétations	66
a. État de surface du verre	66
b. Morphologie des grains :	70
c. Distribution granulométrique et taux d'usure :	72
d. Perte en masse (taux d'enlèvement de matière):	76
I.2. Détermination de la durée d'utilisation d'une poudre de doucissage	77
1. Procédure pratique	77
2. Résultats obtenus	78
3. Interprétation	85
4. Conclusion	87

CHAPITRE 3

RELATION ENTRE L'USURE ABRASIVE ET L'ÉTAT DE SURFACE LORS DU DOUCISSAGE

Introduction

La surface à obtenir par les techniques de doucissage par abrasifs libres ou liés est étroitement liée à l'état des grains abrasifs utilisé. En effet, cette relation a fait l'objet de plusieurs sujets de recherche [Lam97, cha00, Xie96, Lin07, Abi04, Sin07]. La disponibilité de nouvelles techniques de mesure (tribomètre, profilomètres...), en plus de microscopes à grossissement élevé (MEB, MET..) et l'outil informatique a contribué énormément à l'encouragement des chercheurs à examiner de plus en plus l'évolution de l'usure des grains abrasifs de très faible dimensions (micrométrique et nanométrique).

Dans ce chapitre, on étudie l'évolution de l'état de surface doucie en fonction de l'usure des grains abrasifs.

1. Doucissage par abrasifs libre pendant un temps optimal

1.1. Procédure expérimentale

L'opération de doucissage dont le principe est montré dans la figure 3.1 a été effectuée par une machine de doucissage classique (voir fig.3.1). Elle est constituée d'un porte outil qui tourne à des vitesses variables, un porte pièce qui tourne en sens inverse du porte outil avec une vitesse constante et oscille à des amplitudes réglables selon le diamètre du rodoir. Au cours de l'opération une quantité de grains abrasifs se trouve dans la zone de travail. La récupération des grains a été effectuée après doucissage pendant un temps optimal pour chaque phase de doucissage.

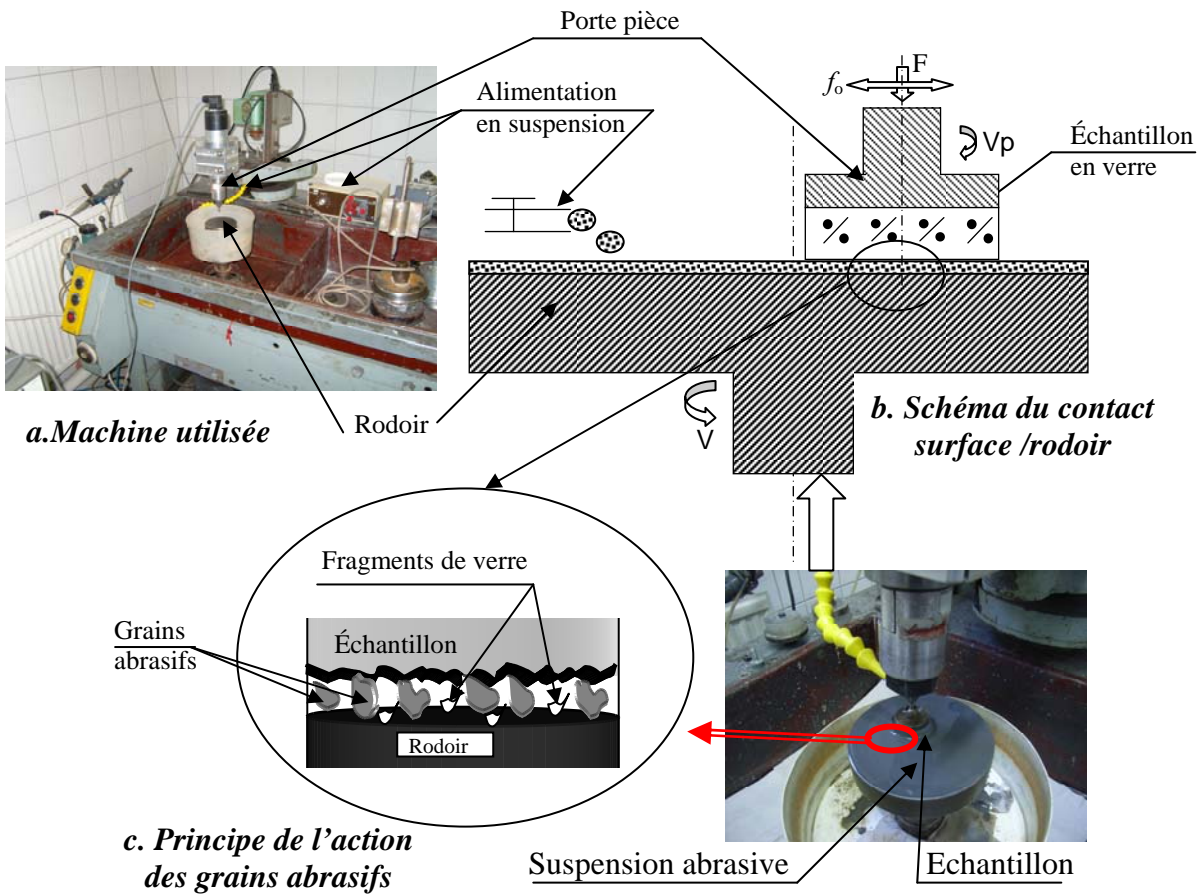


Figure 3.1: Principe et machine de doucissage par abrasifs libres

Le déroulement des essais est montré par l'organigramme de la figure 3.2.

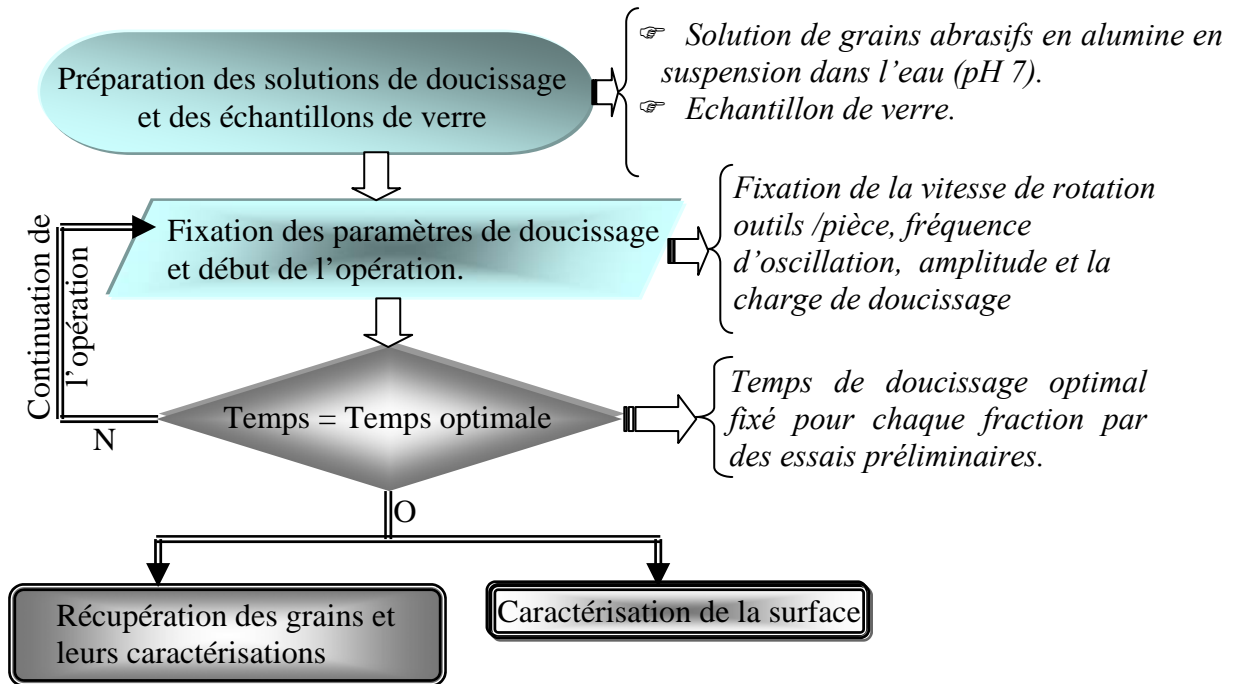


Figure 3.2 : Organigramme du déroulement des essais

Les grains abrasifs utilisés sont du type α - alumine (Al_2O_3) type (ABRALOX, Qualité E, de la société Pieplow & Brandt GmbH) dont les caractéristiques fournies par le producteur sont données au tableau 3.1. Les deux types de verre: le verre céramique (Zerodur®) et le verre borosilicate BK7 de SHOTT ont été doucis respectivement par les fractions F80 ($D_{moyen}=80\mu m$), F40 ($D_{moyen}=40\mu m$), F30 ($D_{moyen}=30\mu m$), F20 ($D_{moyen}=20\mu m$) et F7 ($D_{moyen}=7\mu m$). Les paramètres technologiques de l'opération de doucissage sont montrés au tableau 3.2.

Propriétés	Dureté Mohs	Densité [g/cm ³]	Couleur	Classe	\varnothing_{moy} [μm]
α -Alumine	9	3,93	Brune	F80	80
				F40	40
				F20	20
				F7	7
α -Alumine	9	3,90	Blanche	F30	30

Tableau 3.1 : Propriétés des grains abrasifs utilisés.

Paramètres technologiques	
Échantillon	BK7 et Zerodur®
Vitesse de l'outil	57 tr/min
Vitesse de la pièce	257 tr/min
Fréquence d'oscillation	30 cycles/min.
Amplitude d'oscillation	10 mm
Concentration de la solution	35g/100ml
Charge de doucissage	Nulle

Tableau 3.2 : Paramètres technologiques du premier mode de doucissage

Lors du doucissage, l'état de surface est évalué par profilomètre mécanique de type «Form Talysurf serie 2» fabriqué par la société Taylor Hobson GmbH (voir fig.3.3). Il est équipé d'un palpeur en diamant qui permet le balyage du profil et doté d'un logiciel de calcul qui permet l'obtention des différents critères de rugosité (R_a , R_q , R_t ,...), la forme et la déviation de la surface, en plus de son profil en 2 et 3D. Quand à la perte en masse de l'échantillon, elle a été mesurée par une balance de précision à $1/10000^{eme}$ de gramme.

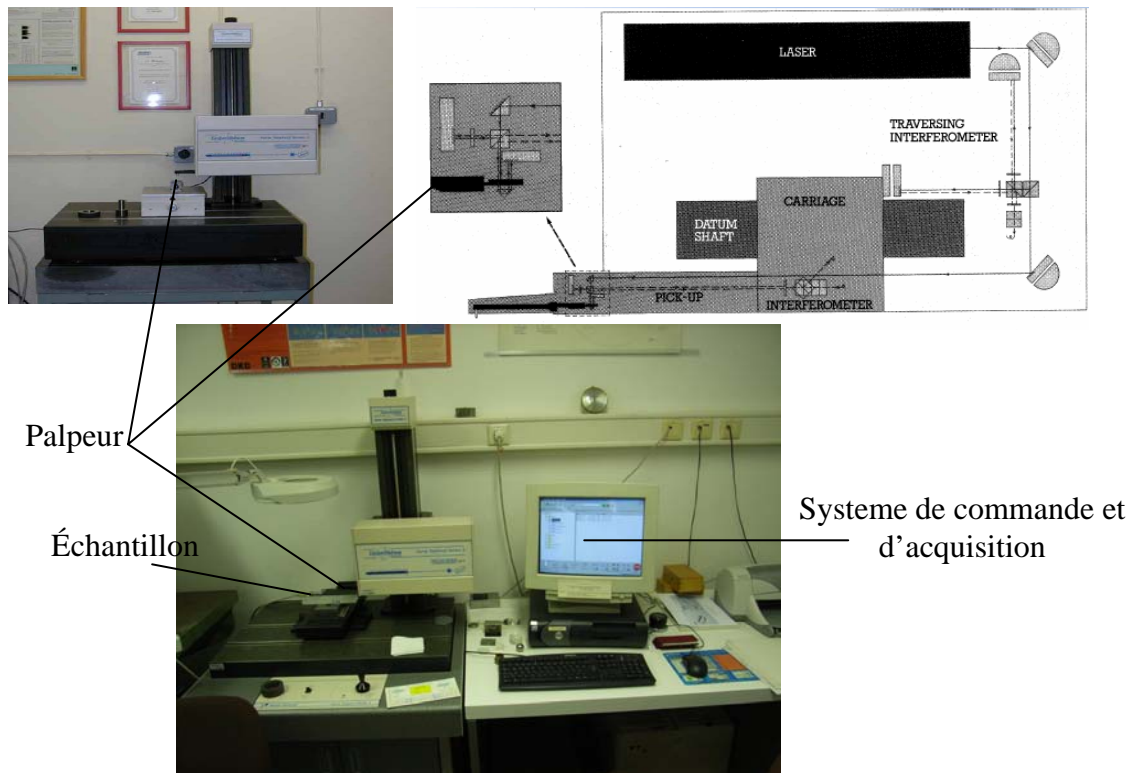


Figure 3.3: Profilomètre mécanique « Form Talysurf Series2 »

Les grains récupérés ont été observés par microscope optique de type Werth ScopeCheck® 200 (voir fig.3.4).



Figure 3.4: Microscope optique (Werth ScopeCheck® 200)

Les grains les plus fins ont été analysés par le microscope électronique à balayage (MEB) de type « Leica S440 » (voir fig.3.5). Il permet la visualisation microscopique, la spectrométrie en énergie (Energy dispersive spectrometry ou EDX, Energy Dispersive X-ray Spectrum) et la cartographies X.



Figure 3.5 : Microscope électronique à balayage (LEICA S440).

La distribution granulométrique a été déterminée en utilisant un granulomètre à diffraction laser (Laser Diffraction Size Analyzer) de type « BECKMAN COULTER LS 13 320 » (voir fig.3.6)



Figure 3.6. Granulomètre à diffraction laser (BECKMAN COULTER LS 13 320).

1.2. Résultats et interprétations

a. État de surface du verre

Les résultats des critères de rugosité (R_a , R_q et P-V (Peak to valley)) pour les quatre fractions (F80, F40, F20 et F7) sont donnés par les figures 3.7 et 3.8.

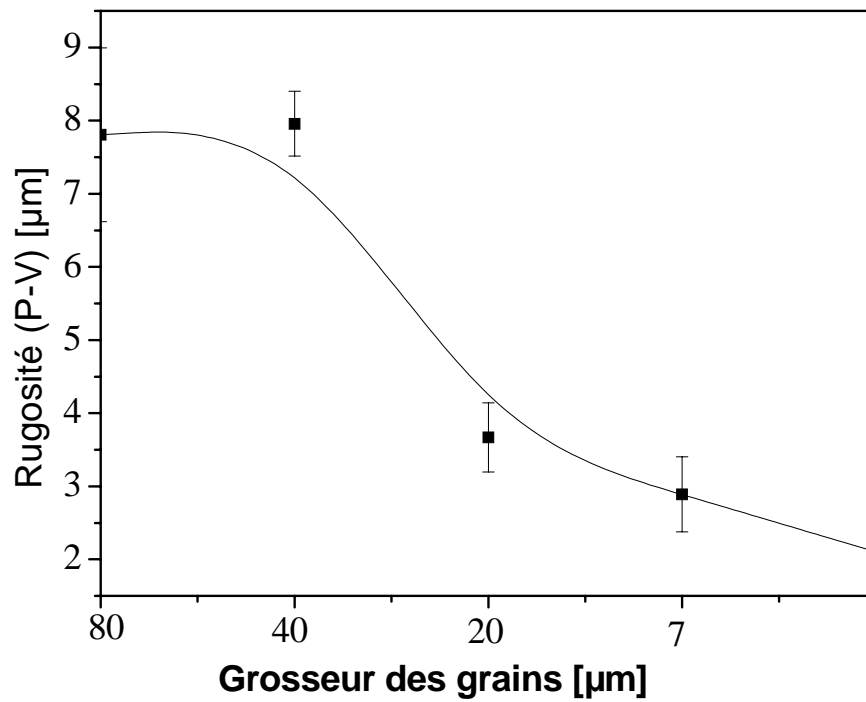


Figure 3.7: Variation de la rugosité (P-V) de la surface du verre Zerodur® en fonction de la grosseur des grains [Bel07]

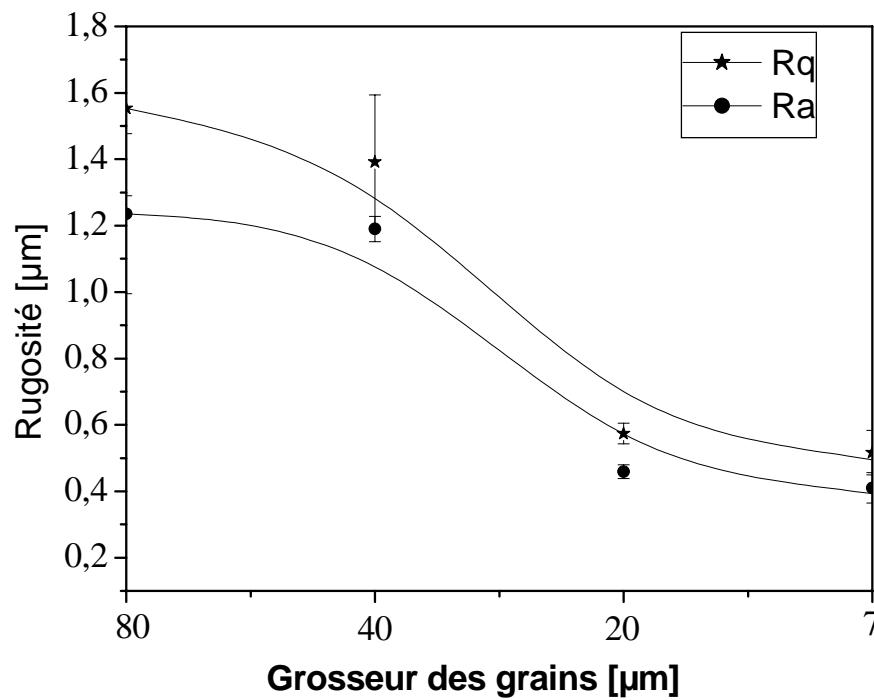


Figure 3.8: Variation de la rugosité (Rq, Ra) de la surface du verre Zerodur® en fonction de la grosseur des grains [Bel07]

La variation de la rugosité du verre BK7 doucie par la succession de fraction F80, F30, F20 et F7 est donnée dans les figures 3.9 et 3.10.

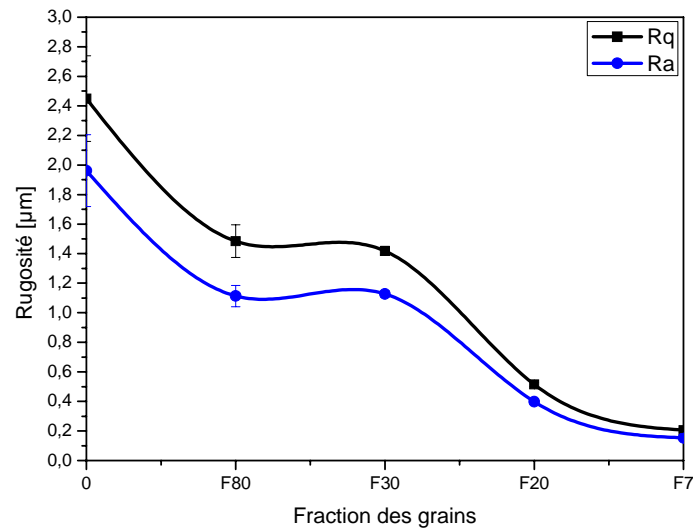


Figure 3.9 : Variation de la rugosité en fonction de la grosseur des grains pour le verre BK7 [Bel07]

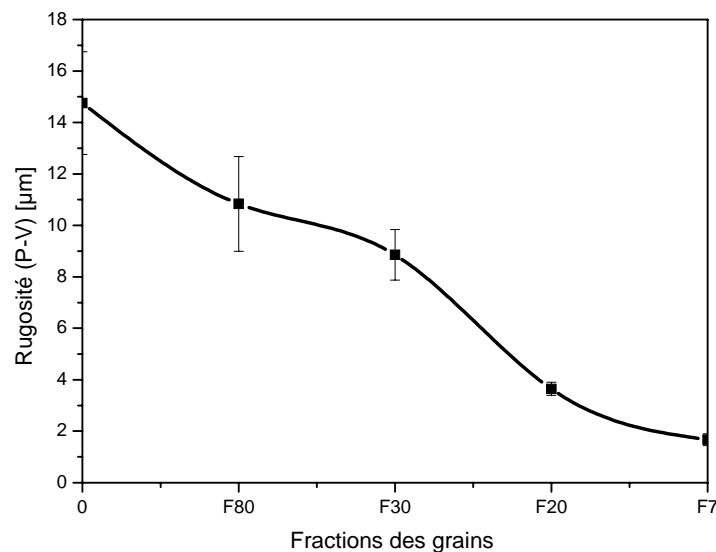


Figure 3.10: Variation de la rugosité (P-V) en fonction de la grosseur des grains pour le verre BK7 [Bel07]

☞ Les courbes de rugosité données aux figures 3.7 à 3.10, ainsi que les micrographies de la figure 3.11 montrent que la surface s'améliore au fur et à mesure que la grosseur des grains diminue. Ceci peut être dû à l'effet de la surface de contact entre grains et surface de

l'échantillon (voir fig.3.12). En effet, au début du doucissage les arrêtes vifs des gros grains entrent en contact avec les aspérités de la surface très rugueuse (voir fig.3.13a), ce qui favorise l'enlèvement de macro défauts (défauts macro géométriques). Au fur et à mesure que le temps de doucissage augmente des grains plus fins sont employés et par conséquent la surface de contact est réduite avec la réduction des dimensions des arrêtes vifs et des défauts de surface (voir fig.3.13b). Ceci engendre l'enlèvement des défauts de faible dimensions (micro géométrique) ce qui permet de réduire la rugosité de la surface. Ce résultat est en concordance avec plusieurs études [Agh70, Jia03, Yon96] où il a été trouvé que la diminution de la rugosité est proportionnelle à la diminution de la grosseur des grains.

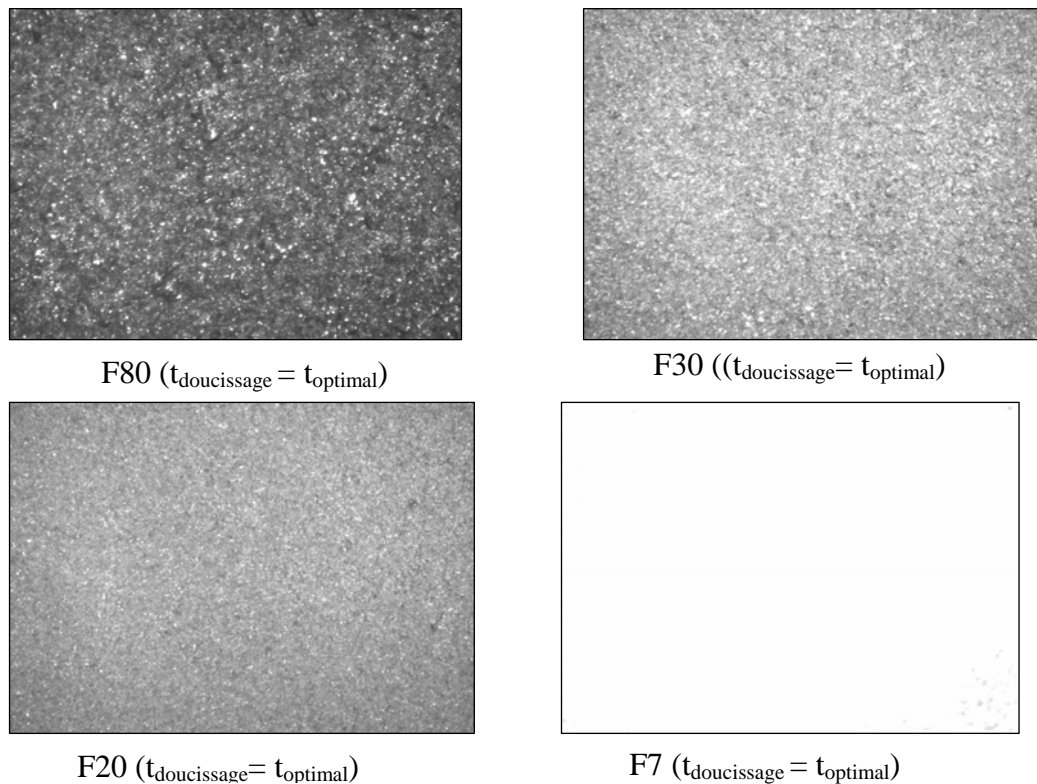


Figure 3.11: Micrographies de la surface du verre Bk7 au temps optimal de chaque phase (200X)

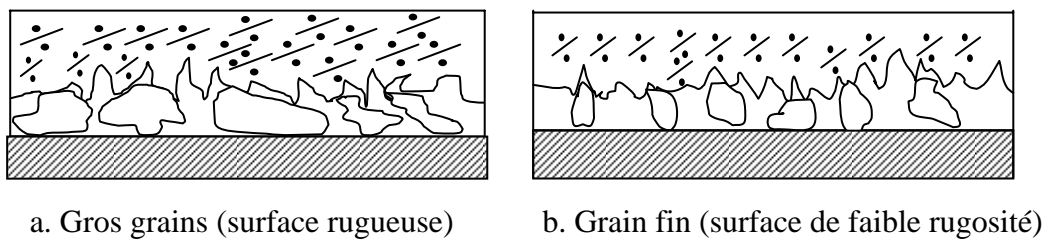


Figure 3.12 : Principe de contact grains surface

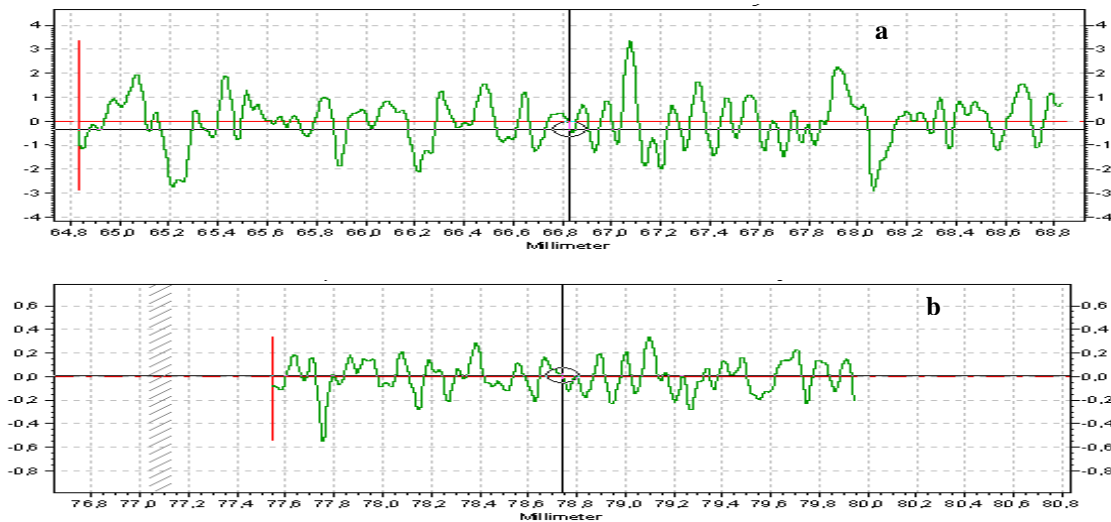
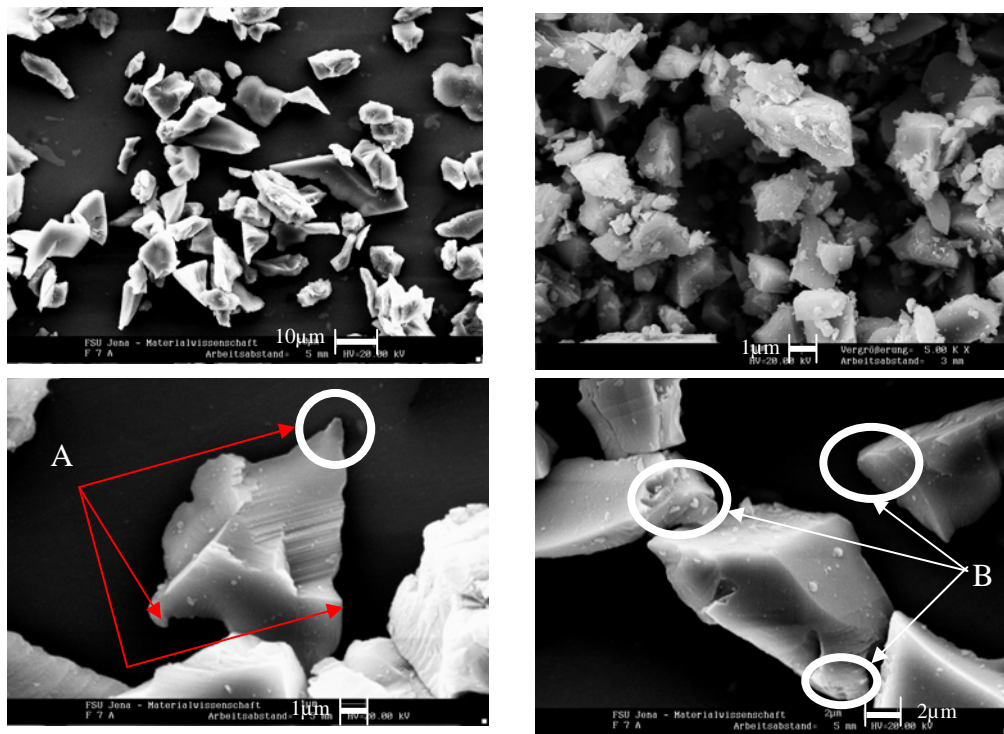


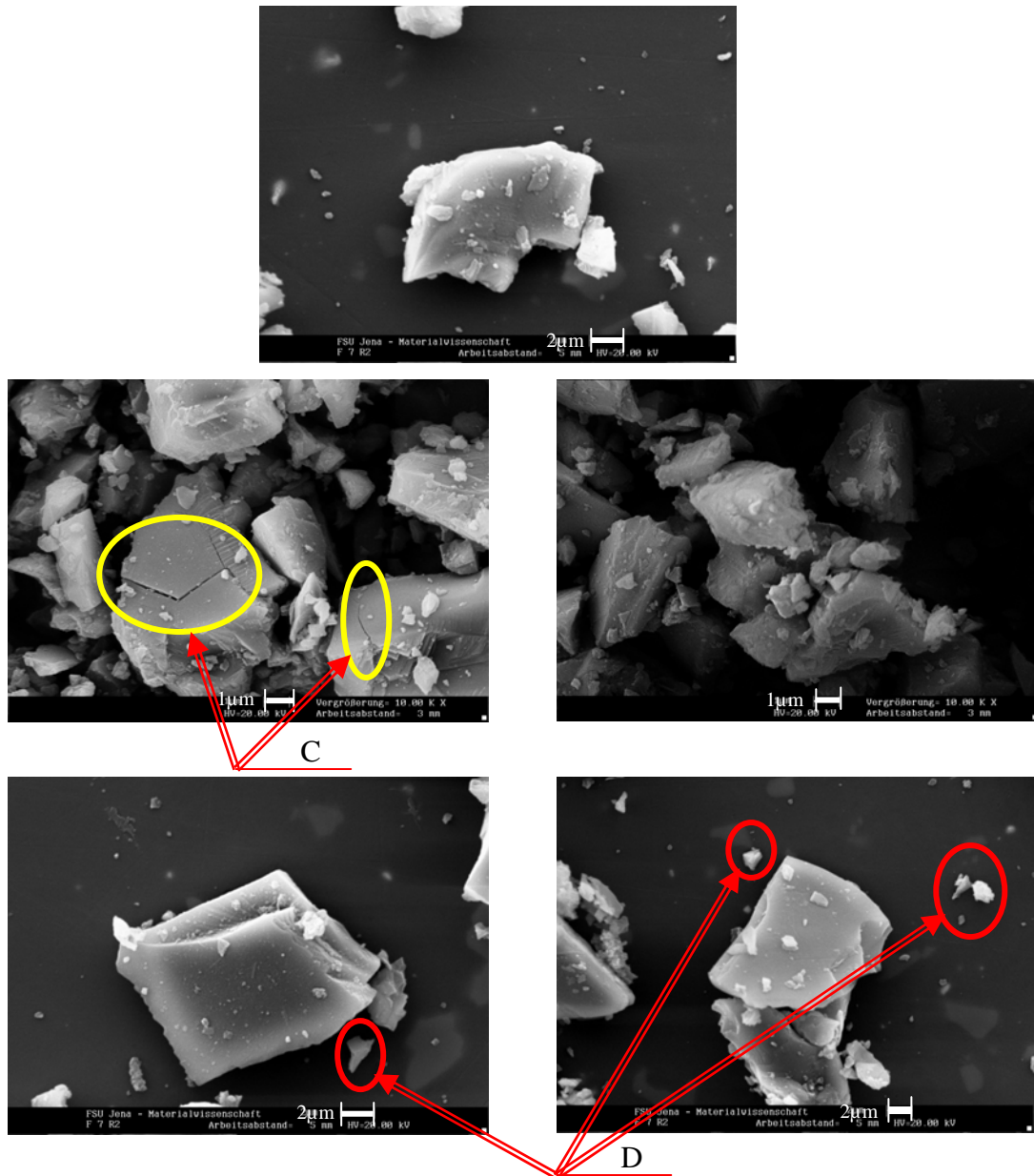
Figure 3.13 : Profil de la surface du verre BK7 doucie
 a. Surface doucie par F80 b. Surface doucie par F7

b. Morphologie des grains

Les micrographies obtenues par observation microscopique des grains abrasifs par MEB sont montrées dans les figures 3.14 et 3.15.

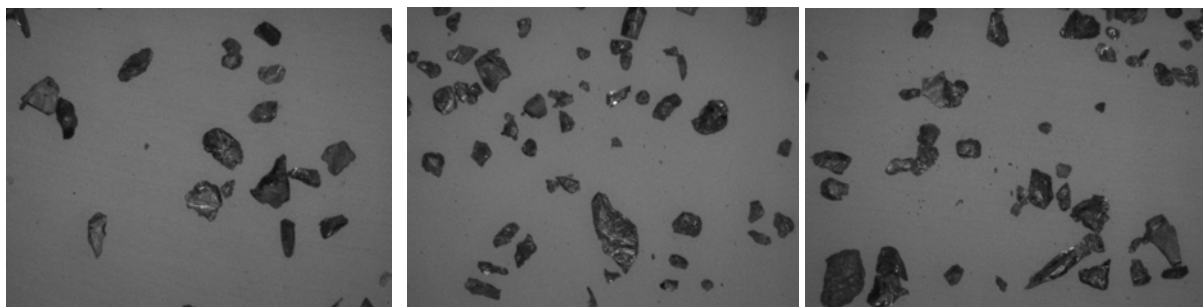


a)- F7 initial

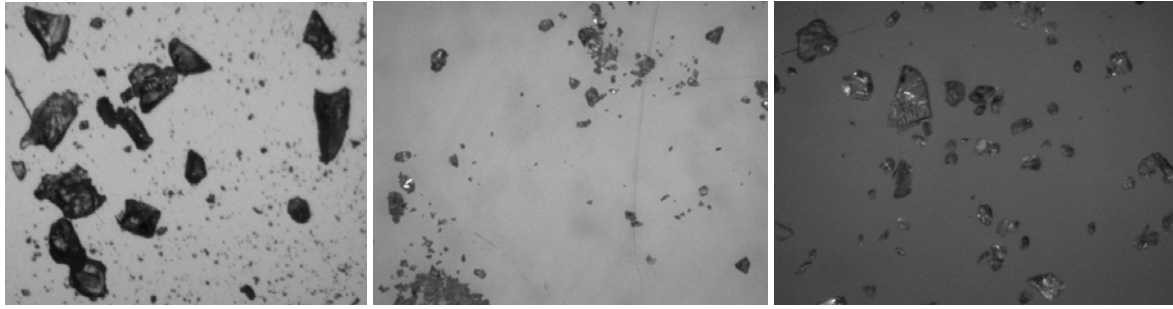


b)- F7 a $t_{\text{doucissage}} = 2$ minutes (2000X)

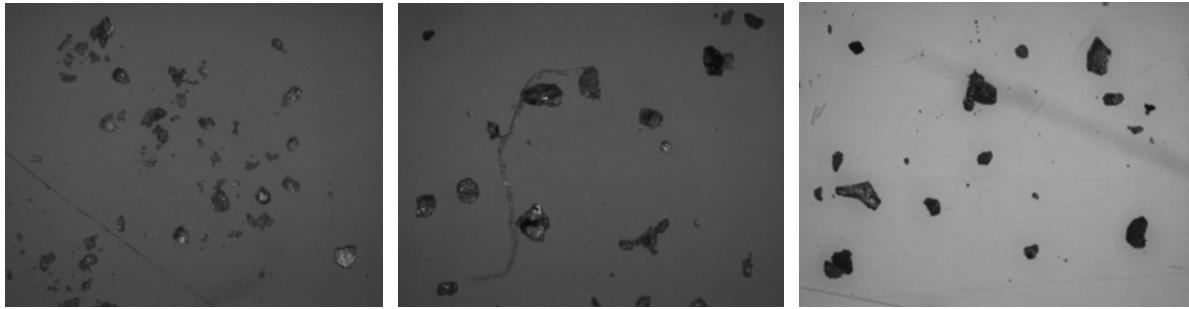
Figure 3.14: Microphotographies de la fraction F7 obtenues par MEB
(A, C: zone de fracture, B: zone d'usure, D: Débris et fragmentations)



$t = 0$ min (G=200X)



t= 2 min (G= 200x)

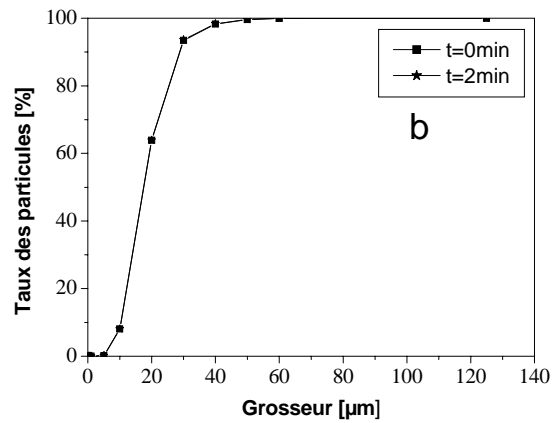
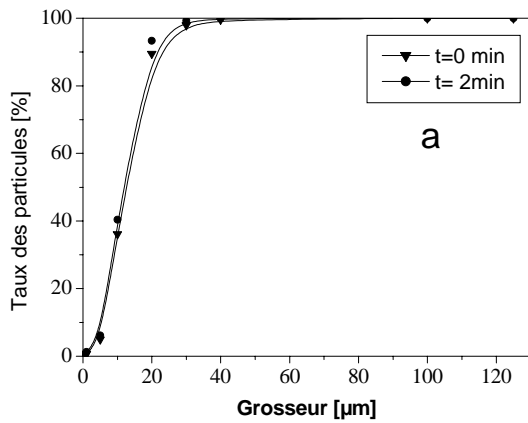


t=4min (G=200X)

Figure 3.15: Micrographies de la fraction F80 obtenue par microscope optique Scope Check ® 200

c. Distribution granulométrique et taux d'usure

La distribution granulométrique obtenue par le granulomètre à diffraction laser du type « BECKMAN COULTER LS 13 320 » est montré à la figure 3.16.



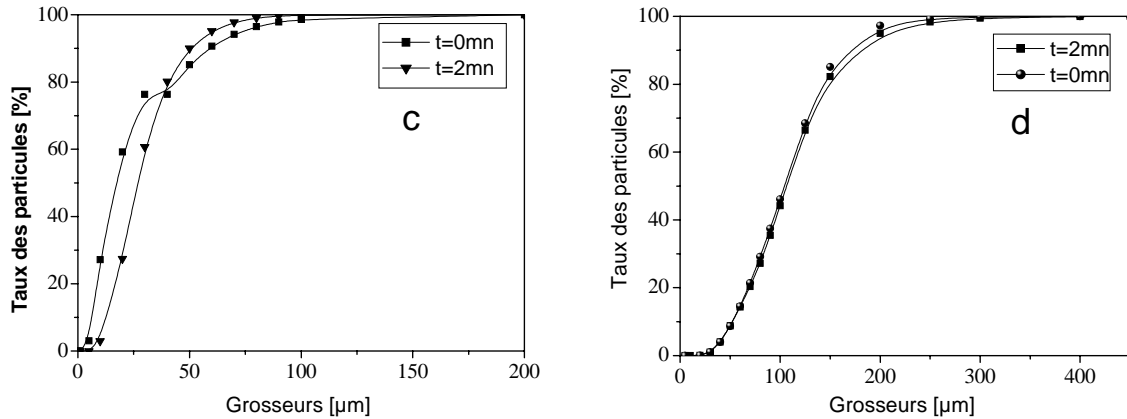


Figure 3.16: Distribution granulométrique des grains abrasifs
(a. F7, b. F20, c. F40, d. F80) [Bel07]

Les résultats de la distribution granulométrique ont permis le calcul de la différence entre le taux des particules ayant une grosseur moyenne avant et après leurs emplois en doucissage. Cette différence est appelée « taux d'usure » et elle est donnée par la relation (3.1). Les résultats obtenus pour chaque fraction sont montrés au tableau 3.4.

$$T_u [\%] = T_p (t_i) - T_p(t_f) \dots \dots \dots (3.1)$$

Avec :

$T_u [\%]$: Taux d'usure en pourcentage

$T_p(t_i)$: Taux des particules au temps initial

$T_p (t_f)$: Taux des particules au temps final

Fraction	Grosseur des grains [μm]	Taux d'usure (%)
F7	7	4.23
F20	20	0.19
F40	40	15.63
F80	80	2.04

Tableau 3.4 : Taux d'usure des grains abrasifs [Bel07]

Afin de vérifier le changement des angles des arrêtes vives des grains abrasifs. On a choisi de mesurer les angles des grains abrasifs de la fraction F80 représentant la fraction ayant les grosseurs des grains les plus grandes. Les mesures ont été effectuées par le microscope Scope check ® 200. Les angles ont été divisés en trois intervalles :

- 1.2.1.1. Angles aigu ($\alpha < 90^\circ$)
- 1.2.1.2. Angles moyenne ($90^\circ < \alpha < 120^\circ$)
- 1.2.1.3. Angles large ($\alpha > 120^\circ$)

Le taux des angles dans un interval est calculé par la relation (3.2). Les résultats obtenus pour la fraction choisie sont montrés sur la figure 3.17.

$$P\alpha[\%] = \frac{N\alpha}{N\alpha_t} \times 100 \dots\dots\dots(3.2)$$

Avec : $P\alpha$: Pourcentage des angles (intervalle d'angle)

$N\alpha$: Nombre d'angles dans un interval

$N\alpha_t$: Nombre total d'angle

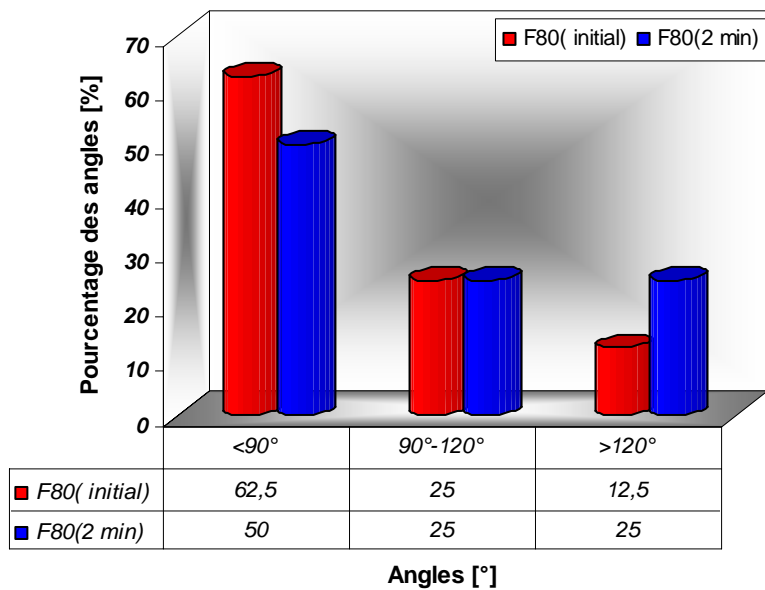


Figure 3.17: Variation des angles des grains abrasifs d'alumine (Fraction F80)

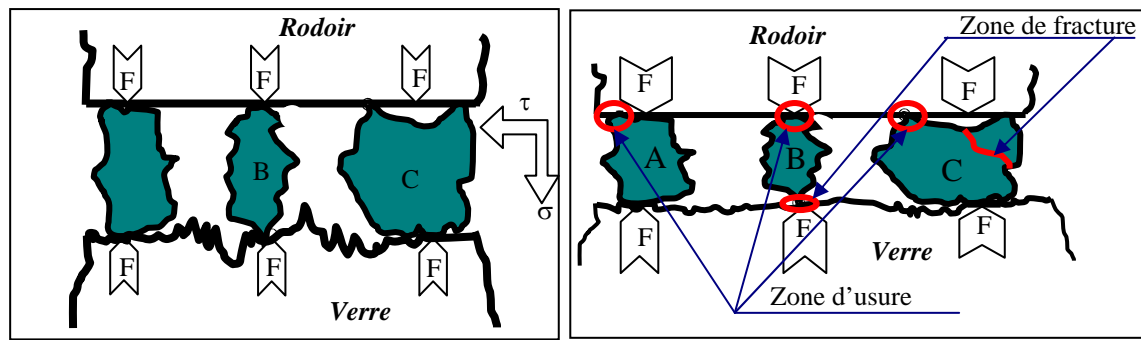
D'après les résultats de la figure 3.14 et 3.15 on remarque que la morphologie des grains abrasifs ne change pas beaucoup, sauf que la probabilité de fracture montrée par l'existence des zones fracturées remarquer sur la figure 3.14b. En plus, cette fracture est démontrée par l'existence de fragmentations sur les échantillons des grains montrés aux figures 3.14 et 3.15. Les phénomènes qui peuvent surgir lors du doucissage sont montrés par le schéma de la figure 3.18. La fracture des grains est plus importante lorsque la surface de contact est de moins en moins petite. Il est connu que la contrainte est donnée par le rapport de force à la surface de contact (voir relation (3.3)).

$$\sigma = \frac{F}{A} \dots\dots\dots(3.3)$$

Où: F : Force appliquée, A : Section

La force de doucissage est supposée la même sur tous les grains, alors la différence de contrainte est reliée à la surface ceci prouve que lors d'un contact ponctuel, la contrainte est plus importante est par conséquent la probabilité de fracture des grains ayant des arrêtes vives (angle inférieur à 90°) est plus probable (voir zone A figure 3.14a). Cependant un contact entre grain et surface par une des faces du grain rend la contrainte moins importante et par conséquent le grain peut subir une usure plus qu'une fracture (voir zone B figure 3.14a).

En plus de ces deux suppositions, il est à noter que la forme irrégulière des grains peut contenir une zone de fracture critique qui rend la fracture du grains très facile (voir schéma du grains fig. 3.18 et C fig. 3.14) ou de nouveaux grains ayant des arrêtes vifs et des dimensions moins importantes sont générés.

Doucissage à $t = 0$ min

Après un temps de doucissage

Figure 3.18 : Phénomène d'usure et de fracture des grains abrasifs

lors du doucissage

Les résultats de la distribution granulométrique (voir fig.3.16) montre la variation très faible de la distribution granulométrique avant et après doucissage. Cette variation est quantifiée en taux d'usure donnée au tableau 3.4. Ce résultat est expliqué par l'existence des deux phénomènes cités au paragraphe précédent, qui sont la fracture des grains ou leurs usure si non à l'existence dans la suspension récupérée des débris de verre ayant des dimensions moins faible.

En ce qui concerne les résultats des angles vifs montrés à la figure 3.17, on distingue que le taux des angles inférieur ou égal à 90° est plus important avant et après utilisation. Ceci est dû a deux facteurs qui sont l'usure lente des grains après deux minutes de doucissage ce qui ne provoque pas un grand changement de la population des grains dans l'échantillon, et la fracture des grains qui peut générer des grains ayant des arrêtes vifs.

La relation entre la rugosité de la surface doucie et le taux d'usure est donnée par la figure 3.19.

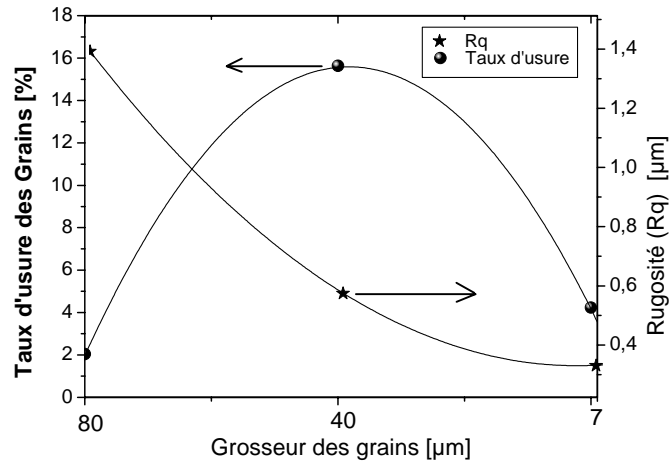


Figure 3.19: Corrélation entre la rugosité et l'usure des grains abrasifs [Bel07]

D'après la courbe de la figure 3.19, il est à remarquer que les grains abrasifs F40 représente le taux d'usure le plus élevé, cependant la vitesse de diminution de la rugosité à cette phase est plus importante.

La variation de la rugosité explique la variation de la différence d'usure pour les différentes fractions. Si une large décroissance de la rugosité est obtenue, les grains s'usent plus. Ce qui est vérifié pour les grains de la fraction F40. Cependant, le faible changement de rugosité réalisé par les grains de la fraction F7 provoque un taux d'usure plus faible.

d. Perte en masse (taux d'enlèvement de matière):

Le taux d'enlèvement de matière est considéré comme étant le cumulé de la masse enlevée durant la phase de doucissage. Il est donné par la relation (3.4) suivante :

$$\Delta m = m_i - m_f \dots \dots \dots (3.4)$$

Où : Δm est la perte en masse, m_i est la masse initiale et m_f est la masse finale

Les résultats obtenus sont montrés aux figures 3.20 et 3. 21.

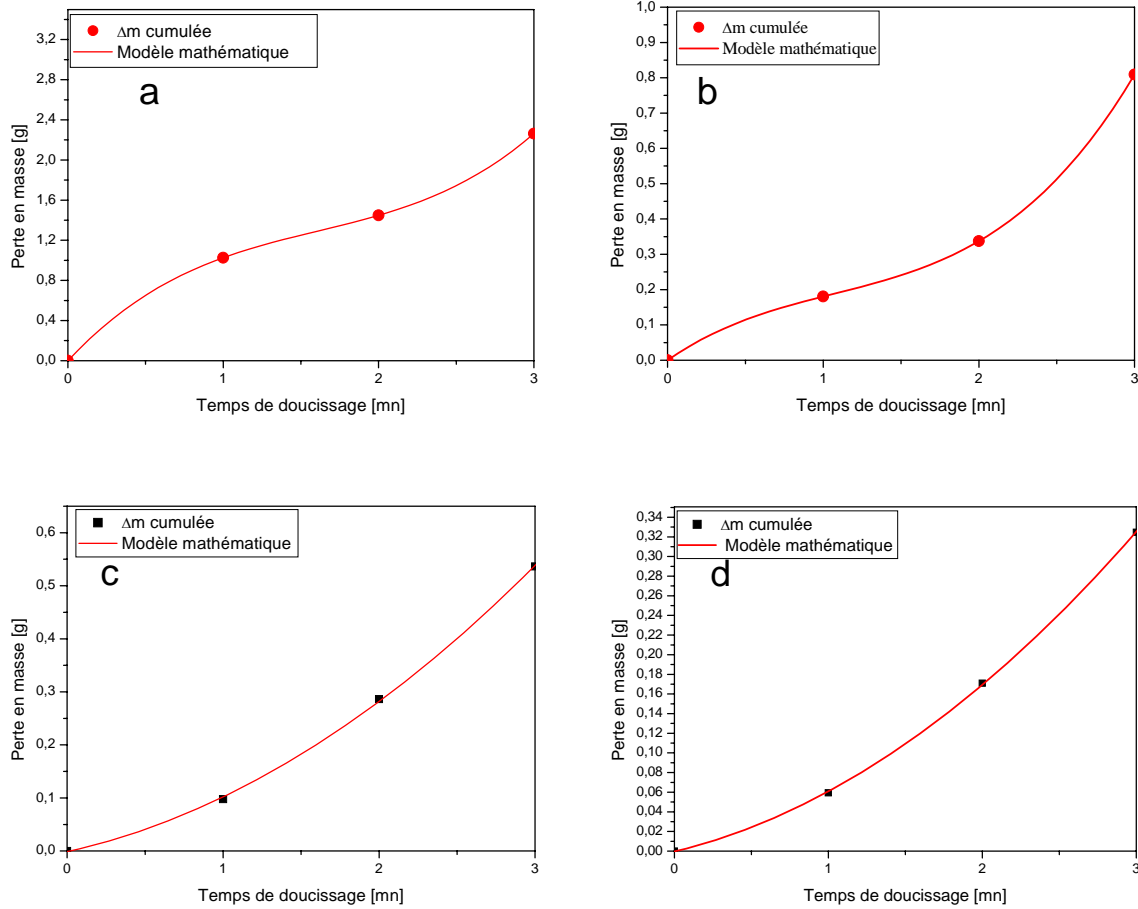


Figure 3.20: Variation de la perte en masse en fonction du temps de douçissage (a : F80, b :F40, c :F20, d :F7)

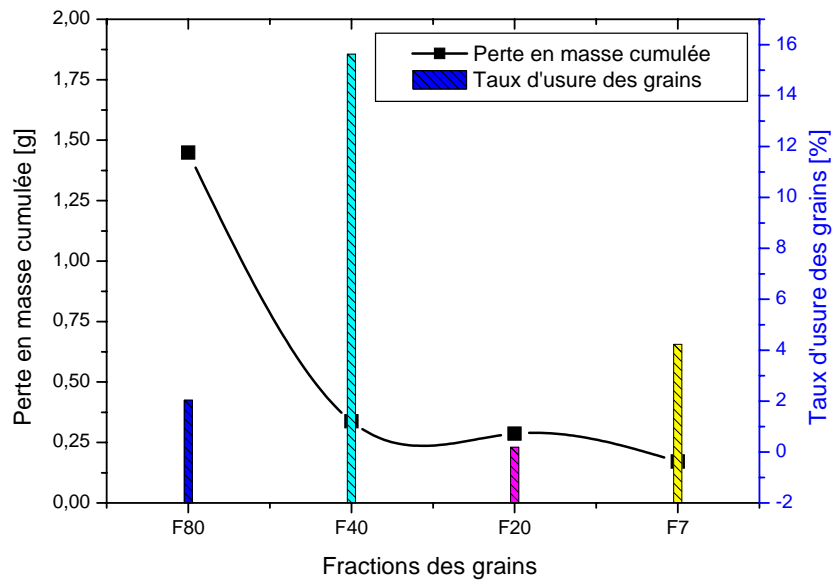


Figure 3.21 : Corrélation entre la taux d'usure des grains et la perte en masse

D'après les courbes des figures 3.20 et 3.21 on remarque que le taux d'enlèvement de matière augmente en fonction du temps. En plus le taux le plus élevé est réalisé par les grains abrasifs de la fraction F80 et le plus faible par les grains F7. Ce résultat peut être expliqué par le fait que lors du gros doucissage, la surface de contact entre les grains et la surface meulée représentant un profil très rugueux est plus grande est par conséquent les grains enlèvent plus de matière ce qui engendre un taux d'enlèvement caractérisé par la perte en masse plus important. Cependant les grains fin en contact avec la surface moins rugueuse constituent une surface de contact moins importante et par conséquent le taux d'enlèvement est plus faible.

En ce qui concerne la corrélation de la perte en masse avec le taux d'usure des grains abrasifs. Il est à remarquer qu'il est difficile de lier les deux variations. En effet, le taux d'usure le plus élevé est obtenu pour la fraction F40 cependant le taux d'enlèvement de matière le plus important est réalisé par la fraction F80. Ceci laisse à penser que le changement du taux d'usure des grains n'est pas relié à l'usure des grains proprement dite mais beaucoup plus à leur fracture.

2. Détermination de la durée d'utilisation d'une poudre de doucissage

2.1. Procédure pratique

Après avoir étudié l'évolution de l'usure des grains abrasifs durant le doucissage durant un temps optimal (chaque phase). L'usure des grains abrasifs en alumine, utilisés en doucissage par abrasifs libre, a été étudiée pour une durée de 3 heures. L'opération de doucissage a été effectuée sur la même machine de doucissage présentée à la figure 3.1. L'alimentation continue de la zone de travail par la suspension abrasive est assurée par une pompe spéciale d'alimentation de suspension (voir fig3.22). Les conditions de travail sont citées au tableau 3.5.

Verre	Bk7 (ϕ 50 mm)
Vitesse de l'outil	57 tr/min
Vitesse de la pièce	155 tr/min
Charge	3Kg
Amplitude d'oscillation	10 mm
Fréquence d'oscillation	30Hz
Grains abrasifs	Alumine (F80)
Concentration	0,2g/ml
Temps de doucissage	3 heures

Tableau 3.5: Conditions de travail au cours du doucissage continu

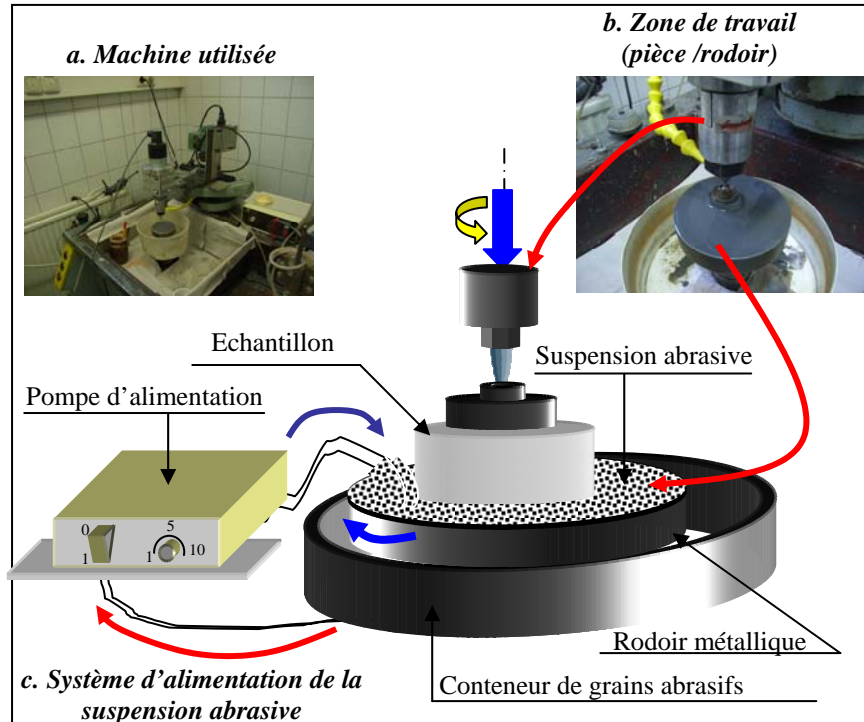


Figure 3.22 : Principe de doucissage continu

2.2. Résultats obtenus

Les résultats de la perte en masse sont donnés par l'histogramme de la figure 3.23.

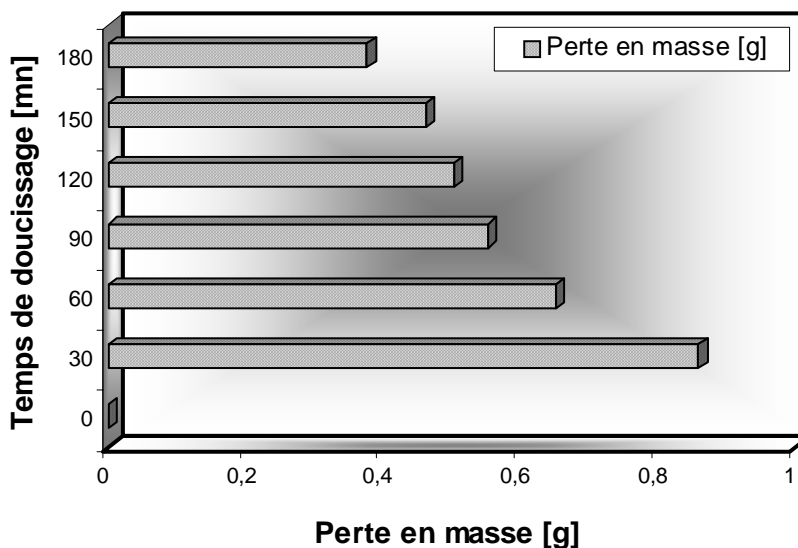


Figure 3.23: Variation de la perte en masse en 3 heures de doucissage continu

La distribution granulométrique des grains abrasifs F80, récupérés de la zone de travail chaque 30 minutes, est montrée par la figure 3.24.

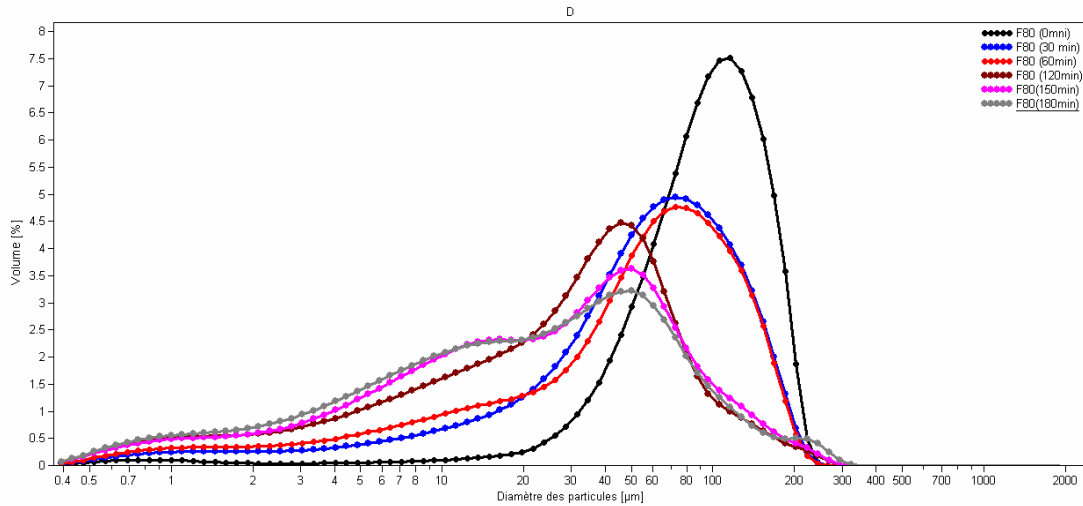


Figure 3.24 : Distribution granulométriques de la fraction F80 pendant 3 heures de douçissage

Les variations du diamètre moyen et de la surface spécifique de la fraction F80 mesurés pendant les 3 heures sont montrées au tableau 3.6.

Temps [min]	0	30	60	120	150	180
Diamètre moyen [µm]	96,09	66,91	63,58	38,27	25,25	22,17
Surface spécifique [m²/ml]	0,182	0,4233	0,53	0,825	0,846	0,942

Tableau 3.6: Valeurs du diamètre moyen et de la surface spécifique de la fraction F80 pendant 3 heures de douçissage

Les mêmes échantillons de grains abrasifs en alumine (F80) ont subi une analyse chimique par EDX. L'analyse a été effectuée pour l'ensemble des grains de l'échantillon en plus de l'analyse d'un seul grain choisi au hasard de la population des grains. Les résultats des compositions chimiques sont montrés aux figures 3.25- 3.28.

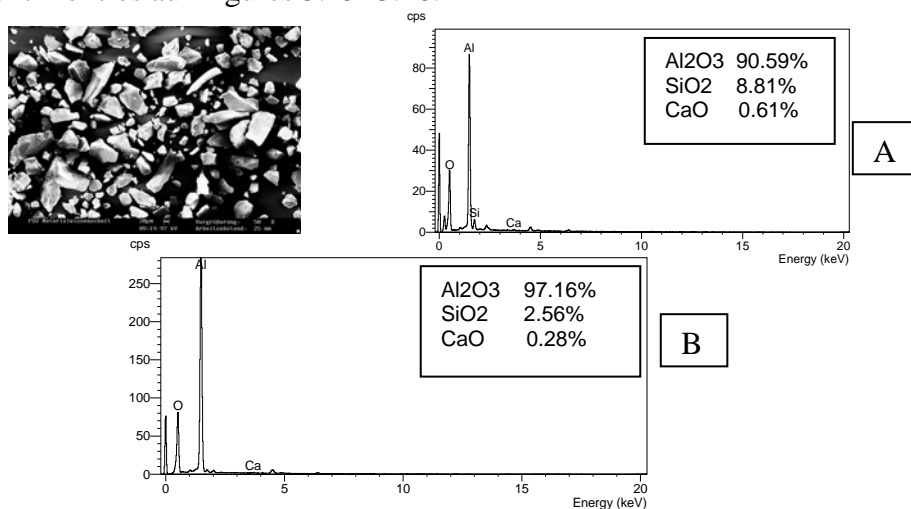


Figure 3.25: Composition chimique des grains abrasifs F80 à l'état initial

(A. Poudre abrasive, B. Grain seul)

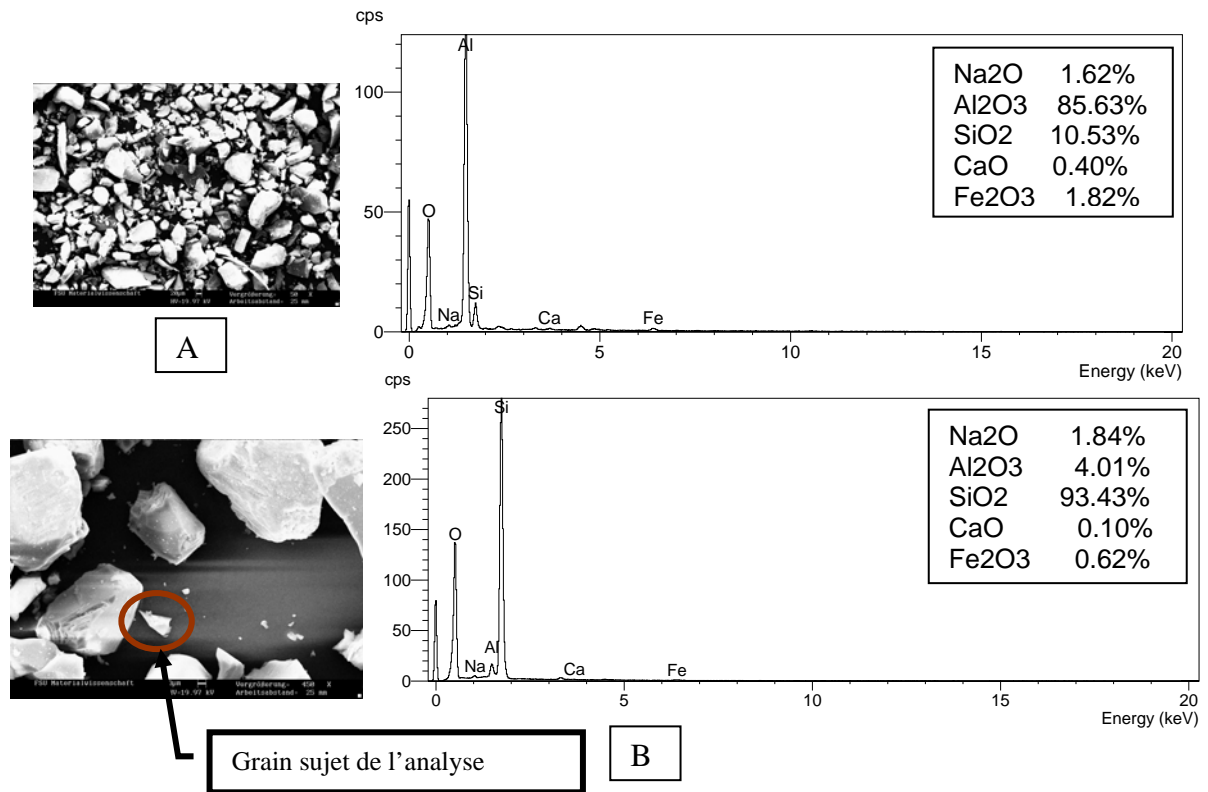


Figure 3.26: Composition chimique des grains abrasifs F80 après 60 minutes de doucissage (A. Poudre abrasive, B. Grain seul)

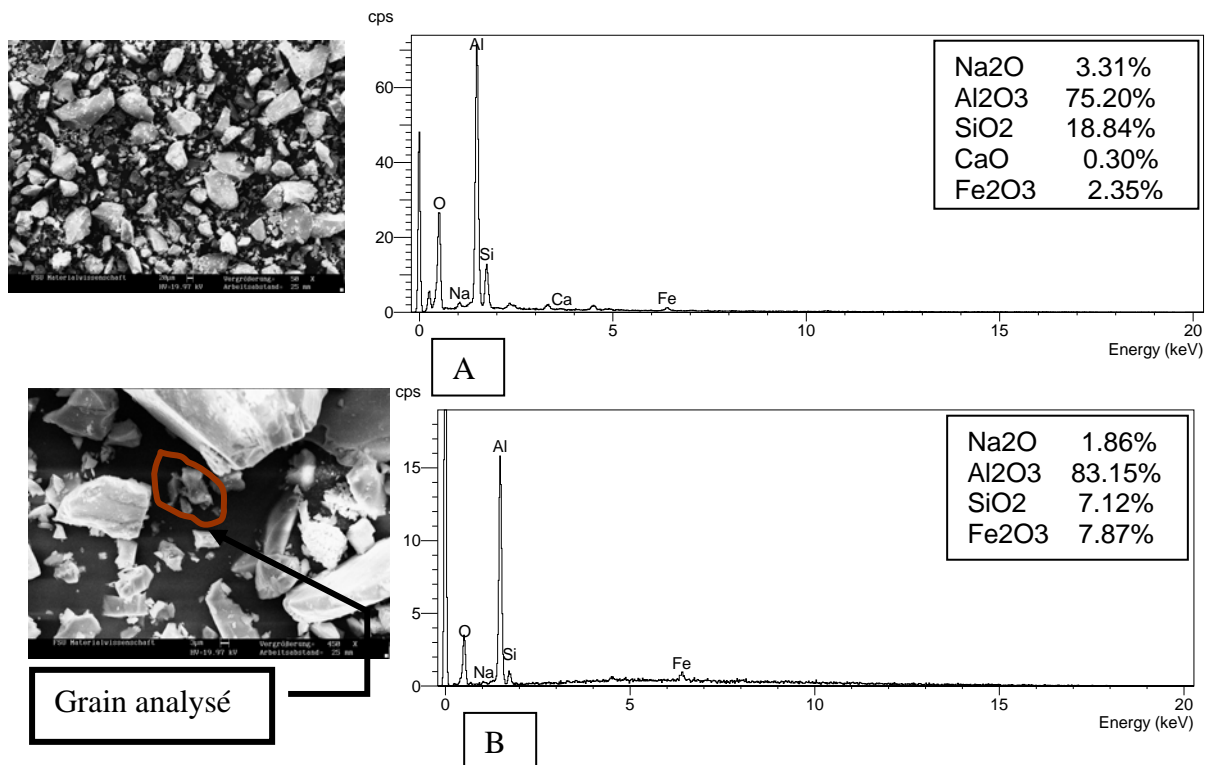


Figure 3.27: Composition chimique des grains abrasifs F80 après 120 minutes de doucissage (A. Echantillon complet, B. Fragment)

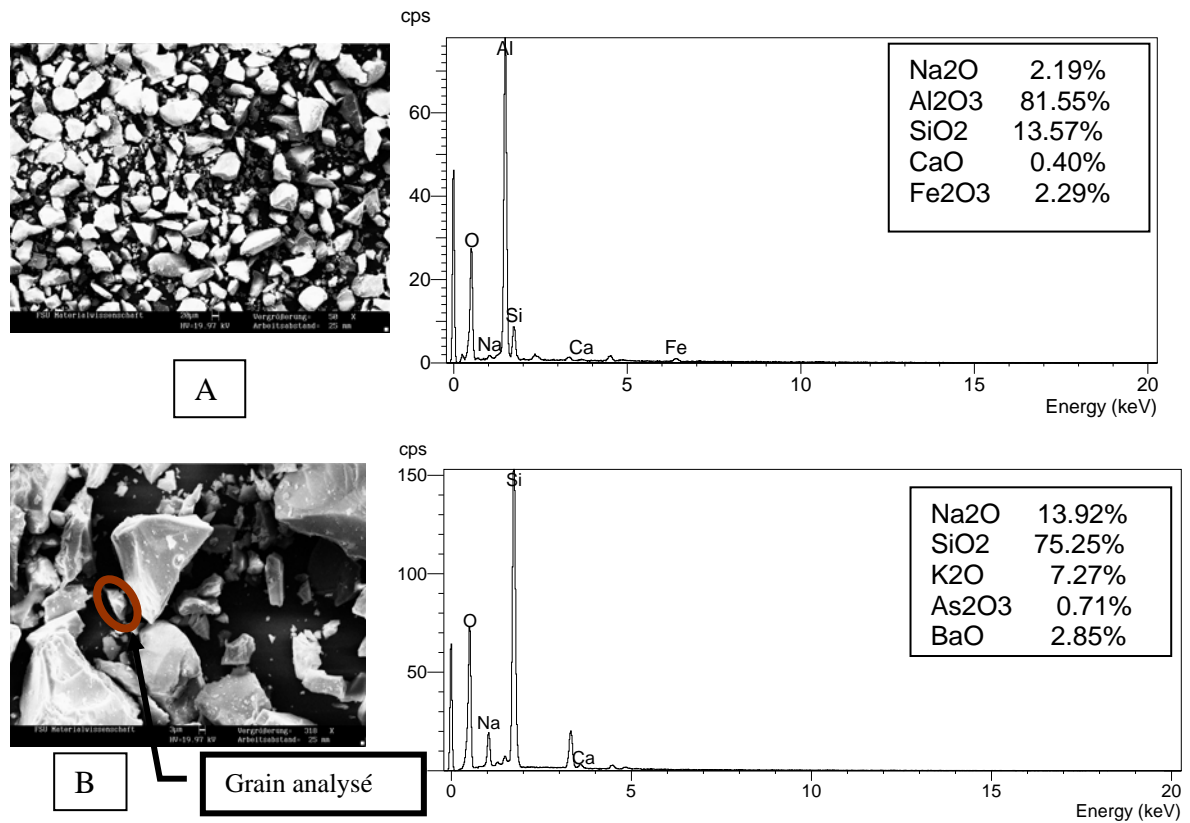


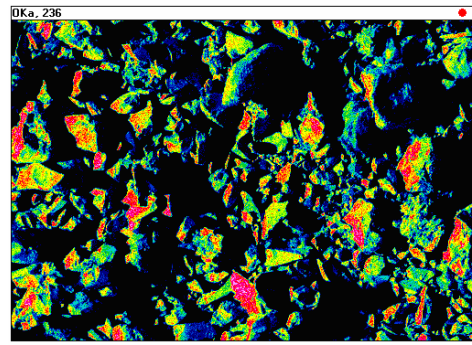
Figure 3.28: Composition chimique des grains abrasifs F80 après 180 minutes de doucissage (A. Échantillon complet, B. Fragment)

En plus de l'analyse quantitative de la composition chimique des échantillons, la cartographie X a été effectuée pour deux échantillons d'alumine récupérés, où trois éléments chimiques ont été choisis (Al, Si et O) pour l'analyse de chaque échantillon, le nombre des atomes de chaque élément existant dans l'échantillonnage analysé est déterminé, puis le pourcentage de chaque élément relativement aux autres a été calculé. Les résultats sont montrés dans les figures 3.29 et 3.30.

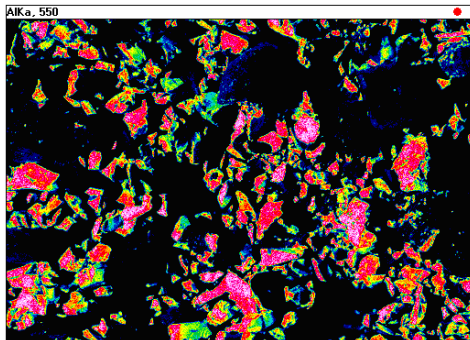
L'observation de la morphologie des grains a été effectuée par MEB. Les micrographies des grains abrasifs F80 sont montrées à la figure 3.31.



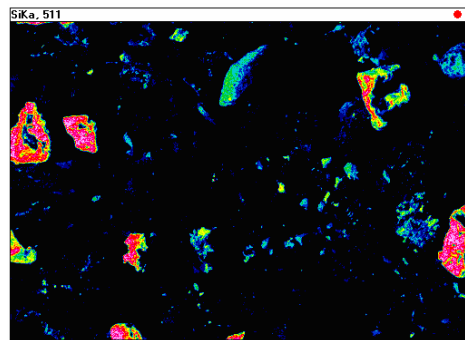
Poudre d'alumine analysée



Analyse de l'élément oxygène
(Nombre d'atomes trouvés 236 atomes)



Analyse de l'élément Aluminium
(Nombre d'atomes trouvés 550 atomes)



Analyse de l'élément Silicium
(Nombre d'atomes trouvés 511 atomes)

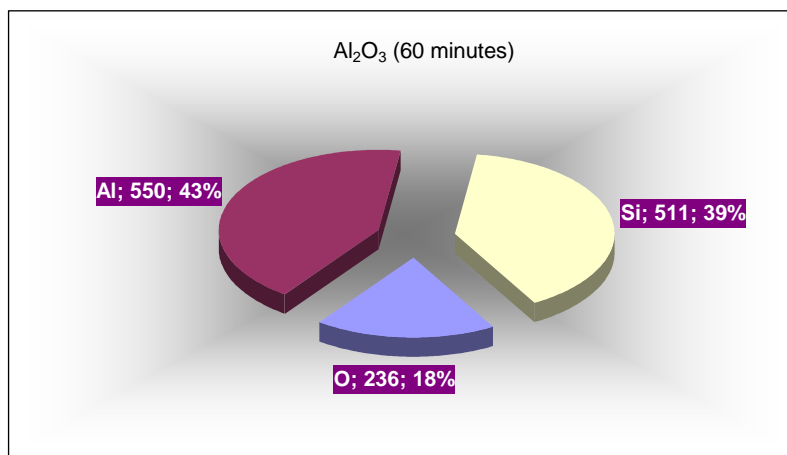
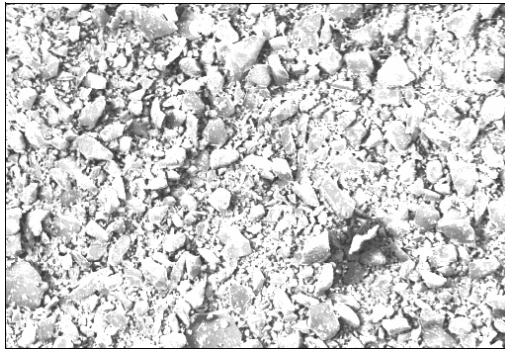
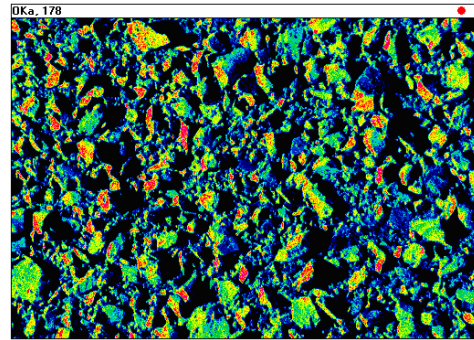


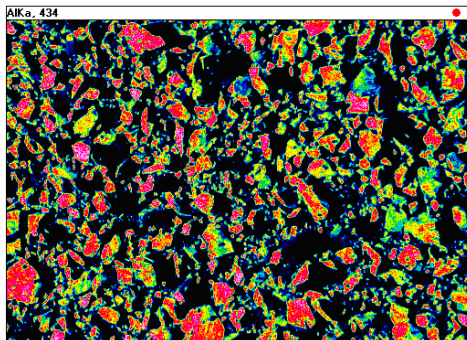
Figure 3.29 : Cartographie X de la poudre abrasive d'Alumine récupérée après 60 minutes de doucissage



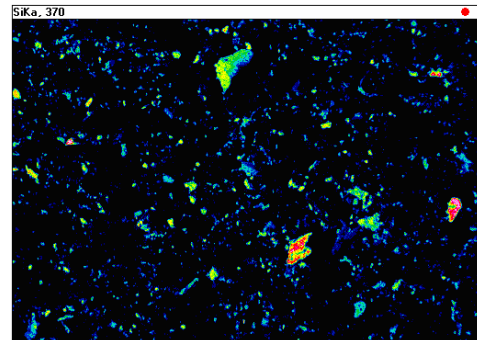
Poudre d'alumine analysée



Analyse de l'élément oxygène
(Nombre d'atomes trouvés 178 atomes)



Analyse de l'élément Aluminium
(Nombre d'atomes trouvés 434 atomes)



Analyse de l'élément Silicium
(Nombre d'atomes trouvés 370 atomes)

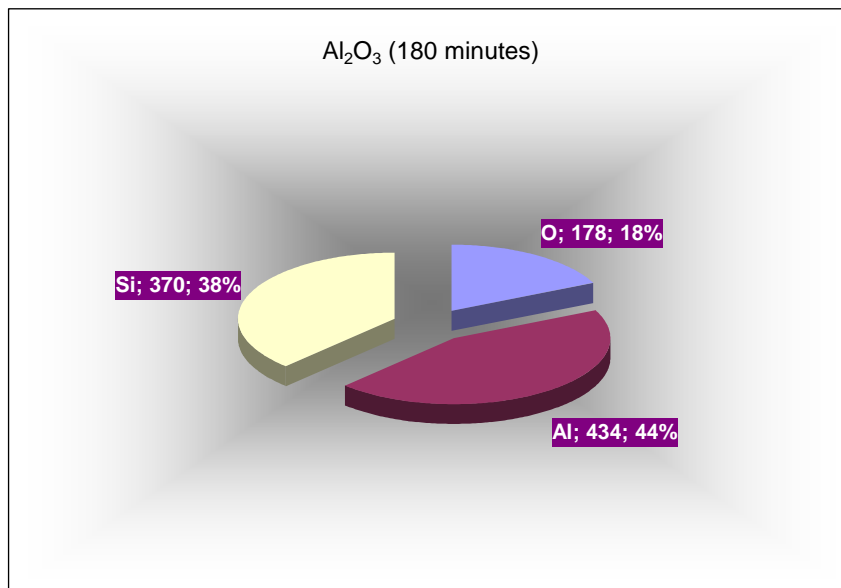


Figure 3.30 : Cartographie X de la poudre abrasive d'Alumine récupérée après 180 minutes de doucissage

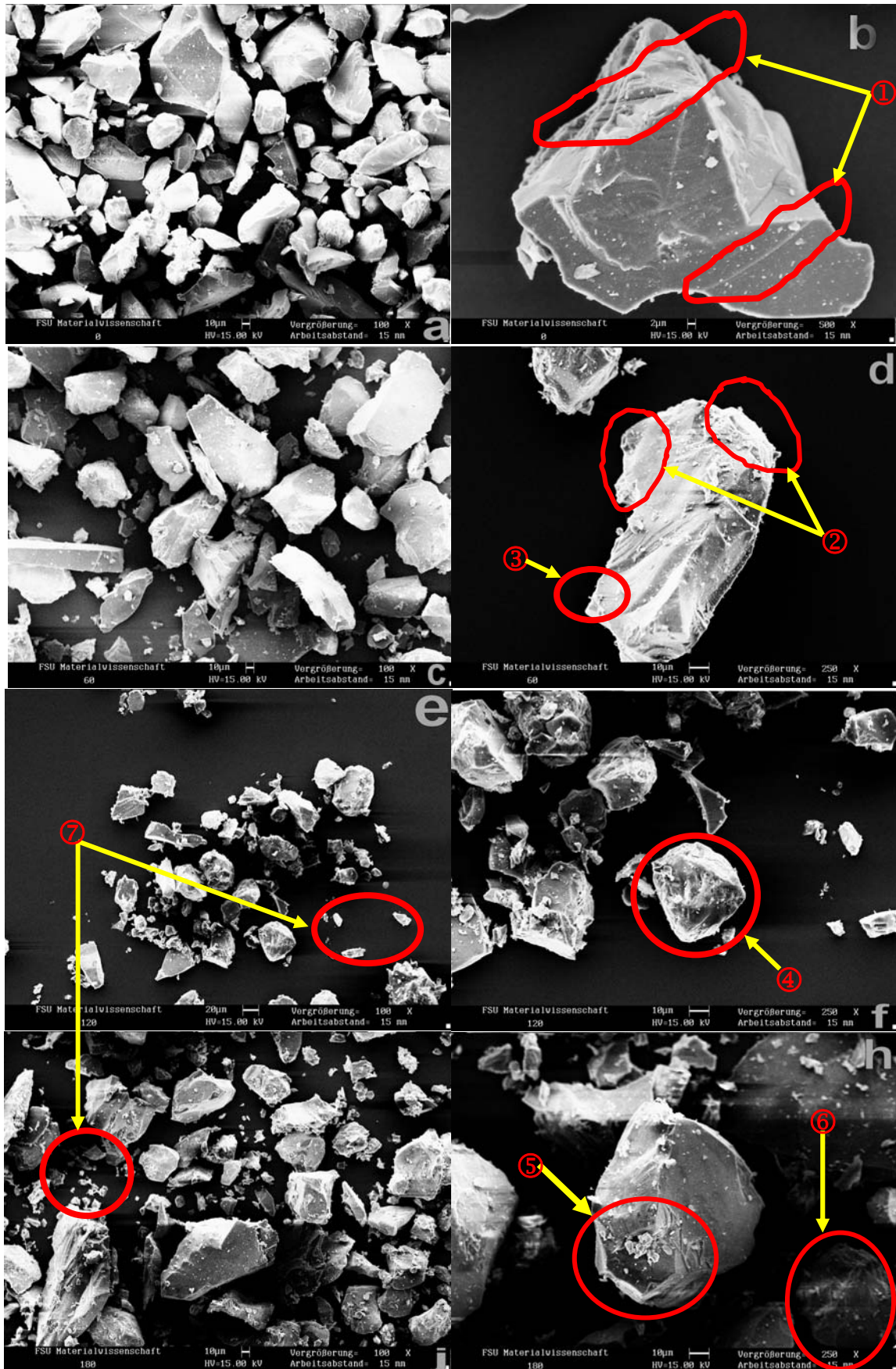


Figure 3.31: Micrographies des grains abrasifs F80 récupérés
 (a, b: état initial, c, d : 60 min, e, f :120 min, j, h :180 min)

2.3. Interprétation

Les résultats obtenus convergent tous vers la confirmation du phénomène d'usure par fracture et par arrondissement des grains abrasifs. En effet, d'après la figure 3.23 montrant la perte en masse de l'échantillon obtenue par les grains abrasifs chaque 30 minutes. On remarque que la perte en masse diminue au fur et à mesure que le temps augmente. Ceci explique que l'efficacité des grains diminue avec le temps de doucissage ce qui peut être dû à l'usure et à la fracture des grains abrasifs utilisés.

L'usure des grains est en effet évidente, et les micrographies de la figure 3.31 montrent que les grains ont des arrêtes arrondies (voir détail ②d, ④f et ⑤h fig.3.31) ce qui signifie leurs usure ou leurs fracture. Et par conséquent l'efficacité de la poudre abrasive diminue et c'est ainsi que la perte en masse diminue en fonction du temps de doucissage.

En ce qui concerne la fracture, les mêmes micrographies de la figure 3.31 montrent que le grain a son état initial est un grain d'une forme irrégulière ayant des arrêtes vifs comme le montre la micrographie (b) et en subissant la fracture probablement aux zones critiques (voir détail ①b) deviendra presque arrondi si non la fracture génère des grains plus fins (voir détail ⑥h et ⑦e et j).

Quand à l'usure, elle se manifeste en général par l'arrondissement des grains comme le montre les micrographies (f et h) de la figure 3.31.

En plus des micrographies les résultats de la distribution granulométrique montrés à la figure 3.24 et le tableau 3.6 illustrent un changement de la grosseur des grains. En effet, on distingue que la grosseur des grains passe d'un diamètre moyen $96,09\mu\text{m}$ à $22,17\mu\text{m}$ ce qui signifie le passage d'une fraction F80 à une fraction F20 cette diminution de la grosseur des grains est accompagné par une augmentation de la surface spécifique. Ceci signifie que les grains abrasifs ont subi une fracture ou une usure qui a permis la création d'une nouvelle distribution granulométrique. Il est à noter que les débris de verre enlevés peuvent aussi contribuer au changement de la distribution.

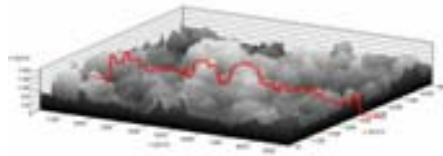
L'existence des débris a été démontré par l'analyse chimique (EDX) montrées sur les figures 3.25-3.28 ainsi que la cartographie X, où les échantillons analysés sont composés chimiquement d'alumine Al_2O_3 en plus de la présence d'une teneur plus importante de la silice après utilisation des grains abrasifs en doucissage. On remarque que certains fragments (voir fig. 3.28) sont constitués de silice, ce qui indique que ces fragments sont des débris de verre enlevés de la surface dont les tailles sont presque les mêmes que les fragmentations des grains abrasifs et ce résultat est confirmé par les résultats des cartographies X (fig.3.29 et 3.30) ou un pourcentage important de grains de silice est observé dans les deux échantillons analysés.

3. Conclusion

Les obtenus ont bien prouvé l'existence du phénomène de fracture des grains et de l'usure lors du doucissage. Le taux de fracture dépend du temps d'emploi de la suspension de l'agent de doucissage, cependant l'usure est très lente. Selon les résultats, une poudre abrasive de grains en alumine employée en doucissage grossier a au minimum une durée de vie égale à trois heures. Les grains, employés dans les opérations de doucissage, sont restés efficaces même après 3 heures de travail.

Les débris de verre enlevés s'introduisent dans la poudre abrasive et contribue au changement de la distribution granulométrique. Cependant leur action sur la surface reste difficile à définir, mais vu leurs faibles dimensions par rapport aux grains abrasifs, il est peu probable qu'ils contribuent dans l'action sur la surface à traiter.

CHAPITRE 4 : EFFET DES PARAMETRES D'ELABORATION DES PASTILLES SUR L'USURE DES GRAINS ABRASIFS



1. Introduction.....	88
2. Élaboration des pastilles.....	88
3. Essai de compressibilité.....	92
4. Doucissage par pastilles.....	93
5. Résultats.....	94
5.1.Pastilles liées par polyuréthane	94
5.2.Pastilles liées par verre.....	95
5.3.Pastilles liées par résine.....	97
5.4.Comparaison des pastilles en fonction le leurs qualité et efficacité.....	98
5.5.Effet du liant sur la perte en masse et la perte en épaisseur.....	98
5.6.Effet de la pression de compactage sur la perte en épaisseur.....	100
6. Corrélation entre l'efficacité et l'usure des pastilles.....	103
7. Comportement à l'usure des grains abrasifs liés.....	105
7.1Morphologie des grains	105
8.Conclusion.....	112

CHAPITRE 4

EFFET DES PARAMETRES D'ELABORATION DES PASTILLES SUR L'USURE DES GRAINS ABRASIFS

1. Introduction

Les processus de finition des composants optiques par outils agglomérés (pastilles) présentent une certaine différence vis-à-vis des processus de finition par abrasifs en suspension. Effectivement, l'action des grains abrasifs, la surface de contact ...etc sont différents dans les premiers processus. Ces différences peuvent rendre l'usure des grains abrasifs différente de l'usure de ceux utilisés en processus par abrasifs libres. En effet, l'action des grains dans ces processus est déterminée par certains paramètres d'élaboration à savoir la nature du liant, la pression de compactage, le temps de maintien au compactage et à la cuisson. Ces paramètres influencent le phénomène de détachement des grains (détachement facile ou difficile) et par conséquent la vitesse de leurs usure. Dans le but de déterminer l'effet des paramètres d'élaboration des pastilles sur l'usure des grains abrasifs. Des outils agglomérés ont été élaborés en combinant plusieurs paramètres d'élaboration qui sont la nature du liant, la pression de compactage, le temps de maintien au compactage et à la cuisson et la grosseur des grains. Des opérations de doucissage ont été effectuées et les grains ont été récupérés et étudiés.

2. *Élaboration des pastilles*

Les pastilles utilisé en doucissage sont à base d'alumine en forme de grains abrasifs liés par un liant organique ou vérfiant. L'élaboration des pastilles nécessite au moins trois étapes essentielles à savoir :

- a) **Préparation du mélange:** Consiste à mélanger 80% d'Alumine et 20% de liant (résine, verre, polyuréthane) pendant un temps de 5 à 10 minutes pour rendre le mélange homogène. Les teneurs des grains abrasifs et du liant dans le mélange ont été déterminés par des essais préliminaires.
- b) **Mise en forme:** Réalisée en mode uniaxial, elle consiste à soumettre une quantité de mélange (0,720g) déposée dans une matrice fermée à une compression sous une pression variant entre 99,52Mpa et 298,57MPa ce qui correspond à des efforts variant

de 5 à 15 KN par pas de 5 KN. L'opération s'effectue selon les étapes schématisées sur la figure 4.1.

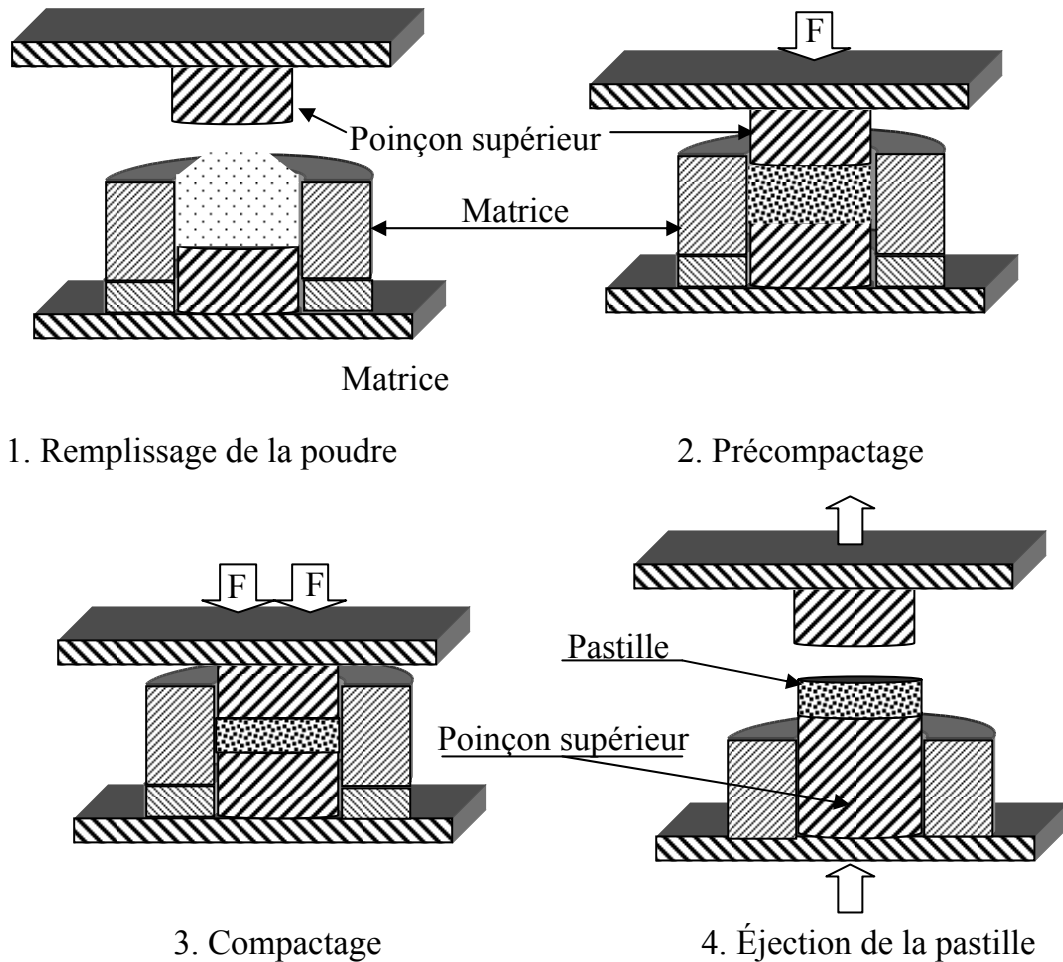


Figure 4.1. Principe de mise en forme des pastilles

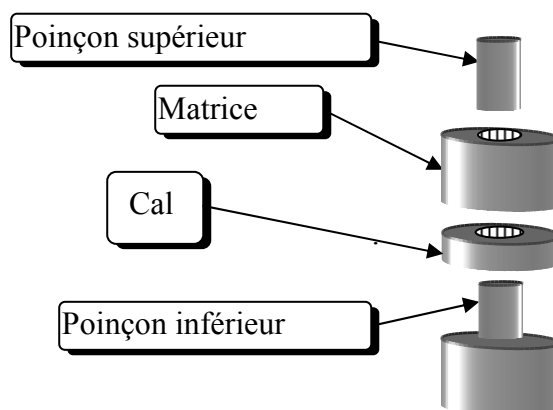


Figure 4.2 : Outil de compression des pastilles

c) **Cuisson:** Les pastilles sont chauffées à une température inférieure à celle de fusion pendant un temps de maintien de 30 et 60min. La température de cuisson est choisie

selon le type de liant utilisé: 150°C pour la résine, 850°C pour le verre et 120°C pour le polyuréthane.

Les combinaisons des pastilles élaborées sont montrées au tableau 4.1 suivant :

Remarque: Les pastilles réalisées sont désignées comme suit :

F \emptyset , L, P, t_{co}, T_{cu} (Exemple : pastille (P80) désignée par : F80R 200MPa,30'',60')

Ou :

F \emptyset : Fraction des grains abrasifs utilisée

L : Type de liant (R : résine, V : verre, P : polyuréthane)

P : Pression de compactage

t_{co} : Temps de maintien au compactage [en secondes]

T_{cu} : Temps de maintien à la cuisson [min]

	Liant	Pression (MPa)	Temps de maintien au compactage (Seconde)	Température de cuisson (°C)	Temps de maintien à la cuisson (min)	Diamètre (mm)
Fraction F80, F40, F30, F7	Résine	100	0	150	30	8
		200			60	
		300	30			
	Polyuréthane	100	0	120	30	8
		200			60	
		300	30			
	Verre	100	0	850	30	8
		200			60	
		300	30			

Tableau 4.1 : Combinaison des pastilles de doucissage élaborées.

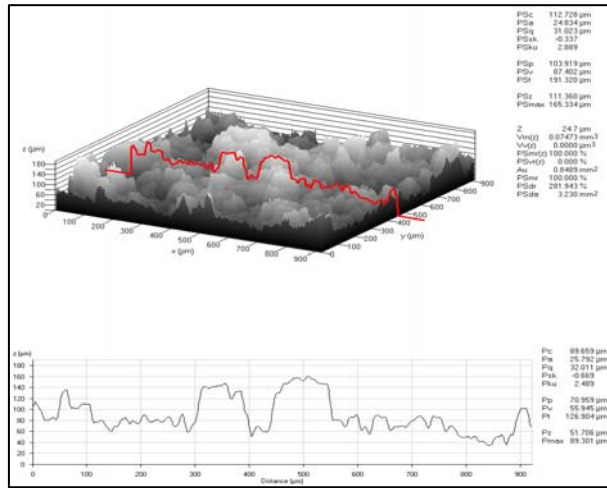
Les pastilles obtenues ont été visualisées par le microscope confocal à balayage laser (CLSM, Confocal Laser scanning microscope). Le CLSM utilisé est de type « LSM 510 META » fabriqué par la société Carl Zeiss en 2001. Ce microscope permet l'obtention d'image avec une grande précision. Il est équipé d'un logiciel de traitement d'image qui permet l'obtention de plusieurs paramètres à savoir (le profil, la porosité, la rugosité ...) et la représentation de l'image en 2D et 3D (voir fig.4.3).



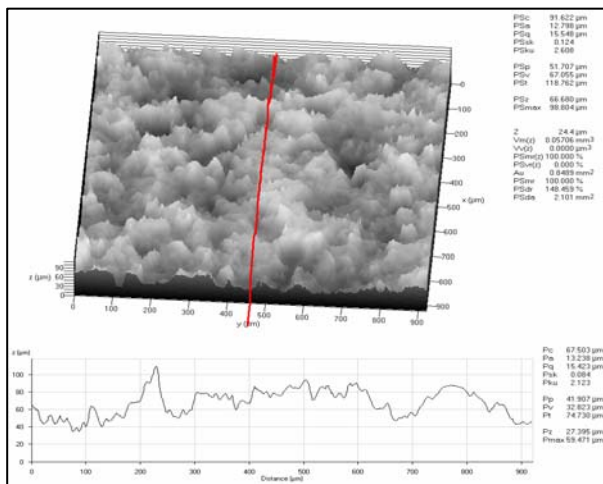
Figure 4.3. Microscope confocal à balayage laser (Zeiss LSM 510 Meta)

Les micrographies des différentes pastilles en fonction du liant sont montrées à la figure 4.4 suivante.

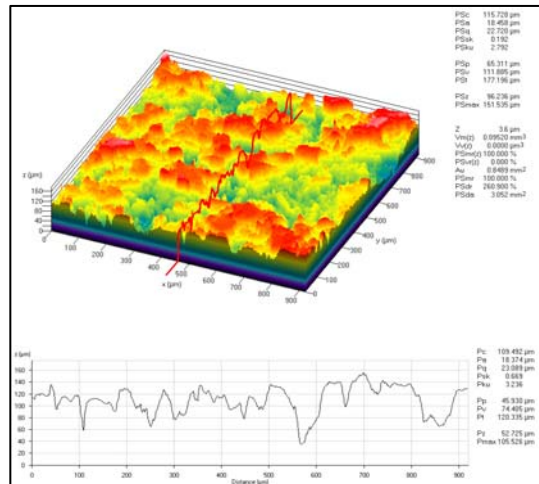
a) F7Verre



b) F40 verre



c) F40 résine



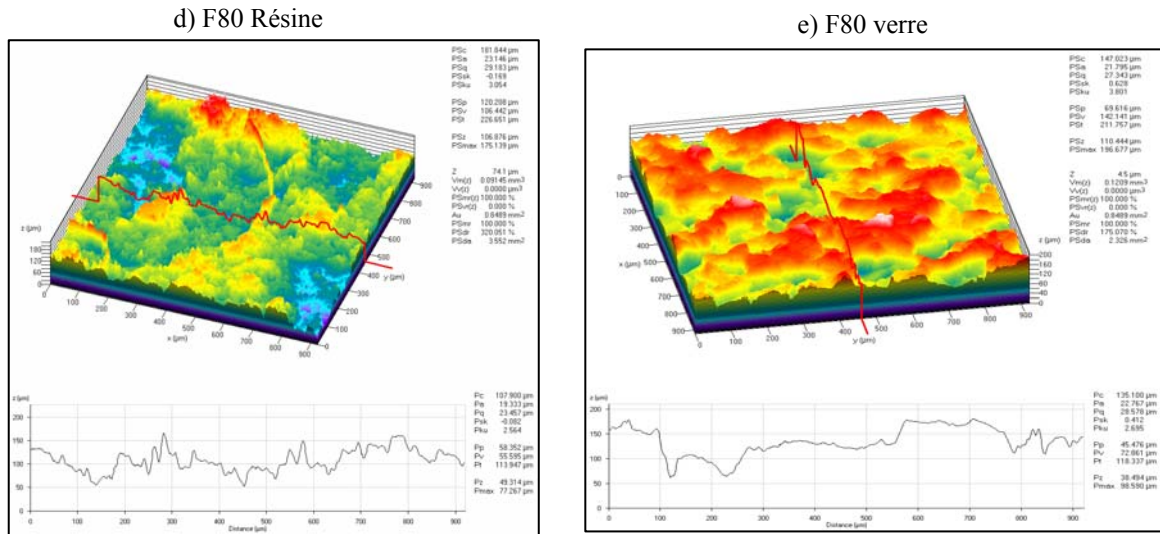


Figure 4.4: Micrographies des pastilles élaborées (X100)

3. Essai de compressibilité:

L'essai de compressibilité a pour but de déterminer l'influence de la pression exercée sur le tassement (densification) des poudres en fonction du temps et de la pression appliquée. La compressibilité est caractérisée par la diminution de l'épaisseur d'une poudre sous compression (ΔH) et elle est mesurée par oedomètre (voir figure 4.5).

L'opération de mesure se déroule selon les étapes suivantes :

1. Mise en place de la poudre dans le porte échantillon
2. Ajustage du bras de l'oedomètre selon l'axe horizontal
3. Placement d'un poinçon supérieur sur la poudre
4. Placement du palpeur digital indiquant le 1/1000 mm sur le poinçon
5. Application d'une pression progressive de 100 MPa à 300MPa
6. Lecture de la diminution d'épaisseur (ΔH) sur l'afficheur du palpeur

L'opération a été effectuée en deux étapes :

- a. Charge variable et temps de maintien à la compression fixe
- b. Charge fixe et temps de maintien à la compression variable

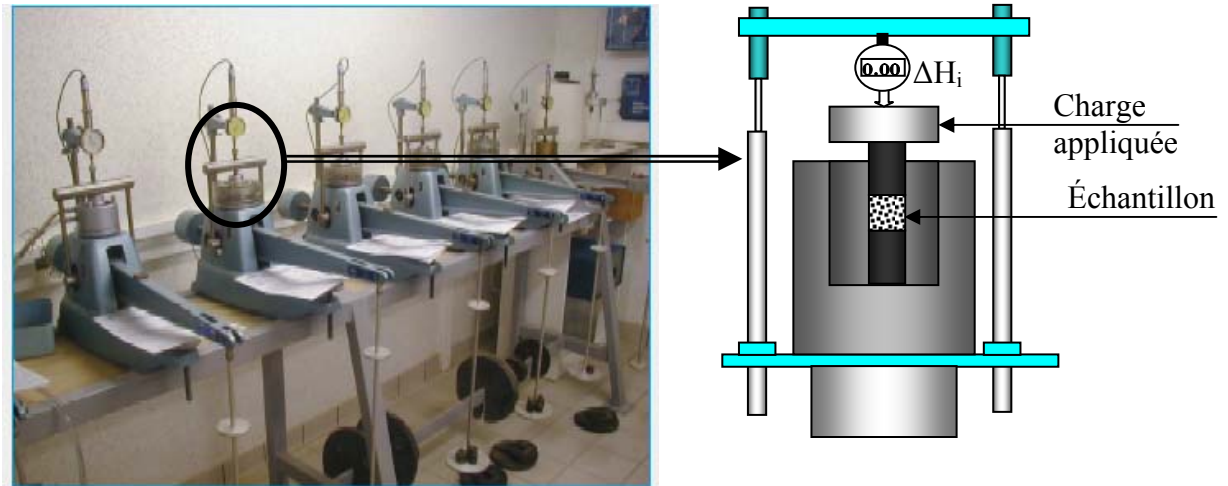


Figure 4.5: Principe de mesure par oedomètre

4. Doucissage par pastilles :

Les essais de doucissage ont été effectués par une machine de doucissage en fixant les pastilles sur un porte-outil comme le montre la figure 4.6. Les paramètres de l'opération de doucissage sont les mêmes que ceux du doucissage par abrasifs libres. Durant l'opération l'eau alimente la zone de travail (voir fig. 4.7).

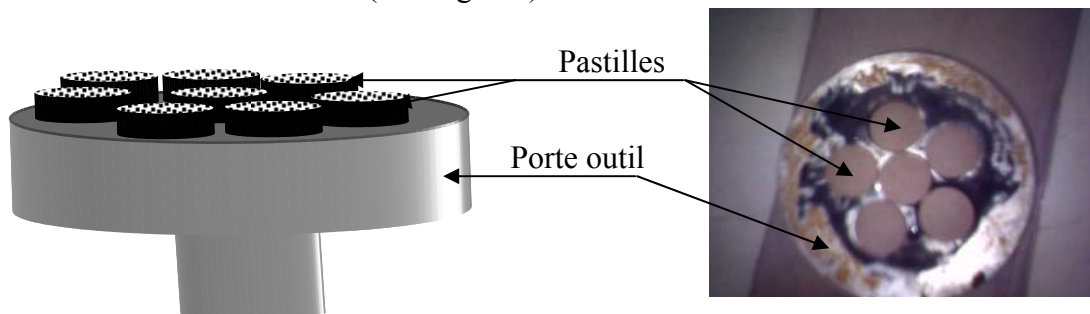


Figure 4.6 : Fixation des pastilles de doucissage

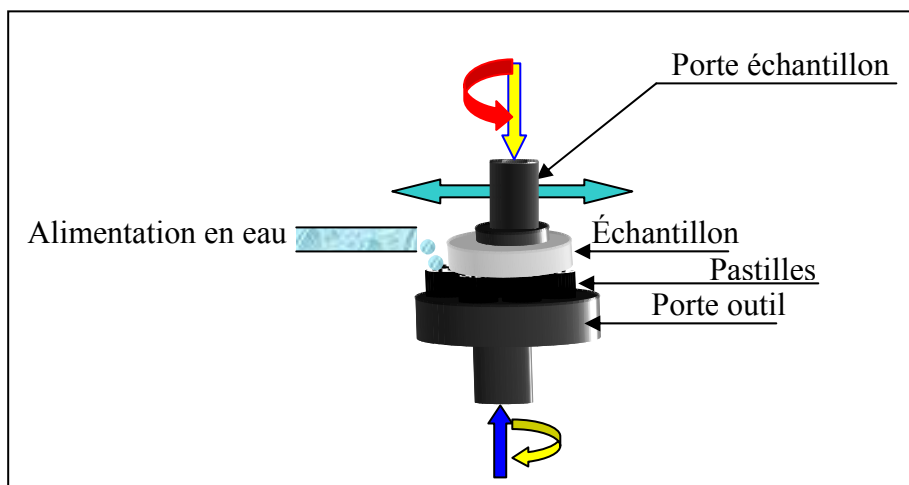


Figure 4.7 : Principe de doucissage par abrasifs liés

5. Résultats

Les pastilles réalisées ont été employées dans des opérations de douçissage. Les résultats de la rugosité et de la perte en masse obtenus par ces pastilles sont présentés comme suit :

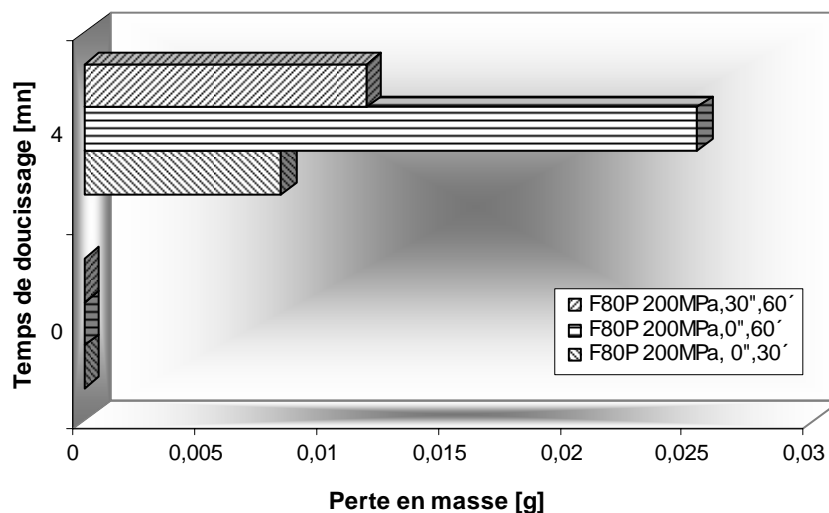
5.1. Pastilles liées par polyuréthane :

Les résultats de la rugosité et de la perte en masse sont présentées respectivement au tableau 4.2 et à la figure 4.8.

Temps (min)	F80P 200 30 60		F80P 200 0 30		F80P 200 0 60	
	Rq	P-V	Rq	P-V	Rq	P-V
0	1,142 0,067	7,916 0,6	1,918 0,433	13,183 4,599	2,262 0,183	14,161 1,111
4	0,945 0,028	6,962 1,4	1,039 0,122	6,98 0,491	0,959 0,121	7,127 1,625

Temps (min)	F30P 200 0 60		F30P 200 0 30		F30P 200 30 60	
	Rq ΔRq	P-V $\Delta P-V$	Rq ΔRq	P-V $\Delta P-V$	Rq ΔRq	P-V $\Delta P-V$
0	0,959 0,121	7,127 1,625	1,095 0,086	7,575 0,41	0,945 0,028	6,962 1,4
4	0,767 0,063	6,031 0,989	0,829 0,167	6,12 1,524	0,681 0,115	4,246 0,637

Tableau 4.2 : Résultats de l'état de surface des pastilles (P80 et P30) liées par polyuréthane



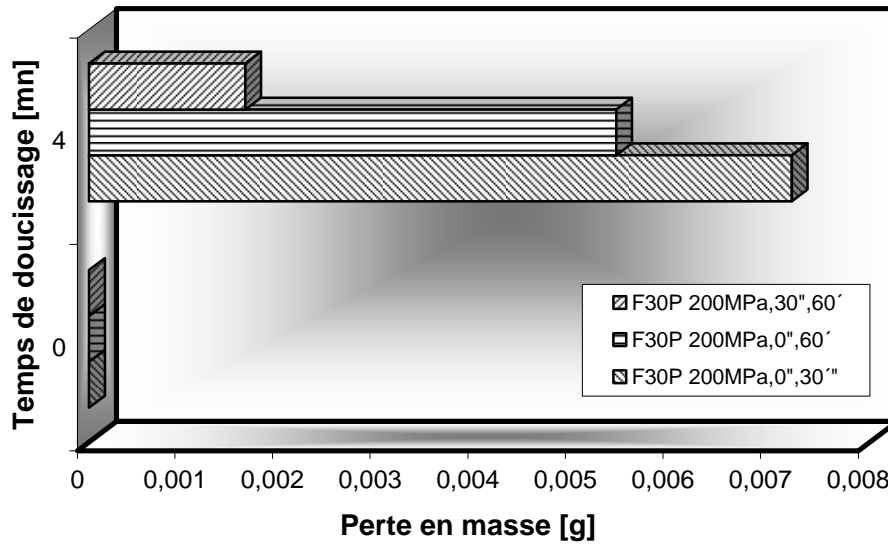


Figure 4.8: Variation de la perte en masse réalisée par les pastilles P80 et P30 (Liant polyuréthane)

D'après les résultats obtenus, on remarque pour toutes les combinaisons des pastilles liées par polyuréthane que la rugosité diminue au fur et à mesure que le temps de doucissage augmente. Cette baisse est accompagnée par une amélioration de la forme de la surface. Cependant les meilleurs résultats sont obtenus par les pastilles réalisées avec un effort de compactage de 10 KN et un temps de maintien au compactage de 30 secondes et un temps de maintien à la cuisson de 60 minutes. Ce qui permet la considération de ces paramètres comme étant des paramètres optimaux.

5.2. Pastilles liées par verre

La rugosité de surface obtenue et la perte en masse sont montrés respectivement par le tableau 4.3 et la figure 4.9.

Temps (min)	F80V 200 30 30		F80 V 200 30 60		F80V 200 0 60		F80V 200 0 30	
	Rq ΔRq	P-V ΔP-V	Rq ΔRq	P-V ΔP-V	Rq ΔRq	P-V ΔP-V	Rq ΔRq	P-V ΔP-V
0	2,194 0,363	15,849 1,601	2,523 0,44	14,618 3,609	1,37 0,065	9,462 1,171	1,951 0,233	12,981 2,411
4	0,801 0,283	6,447 2,448	1,07 0,069	8,245 1,509	0,631 0,146	6,697 2,566	0,931 0,138	7,177 0,668
6	0,681 0,187	5,47 0,27	1,327 0,279	11,301 1,878	0,654 0,065	5,723 0,639	0,688 0,439	7,683 1,869

Temps (min)	F30 V 200 0 60		F30 V 200 30 60		F30 V 200 30 30		F30 V 200 0 30	
	Rq Rq	PV ΔPV	Rq ΔRq	PV ΔPV	Rq Rq	PV ΔPV	Rq ΔRq	PV ΔPV
0	0,654 0,065	5,723 0,639	1,327 0,279	11,301 1,878	0,588 0,1	5,388 1,05	0,688 0,439	7,683 1,869
4	0,376 0,078	3,751 1,189	0,851 0,158	7,902 1,982	0,5 0,046	4,581 0,466	0,59 0,196	4,617 1,2
6	0,451 0,167	3,877 0,819	0,945 0,115	8,38 0,651	0,905 0,076	6,312 0,446	0,751 0,17	6,523 0,552

Tableau 4.3: Résultats de l'état de surface des pastilles (Liant verre)

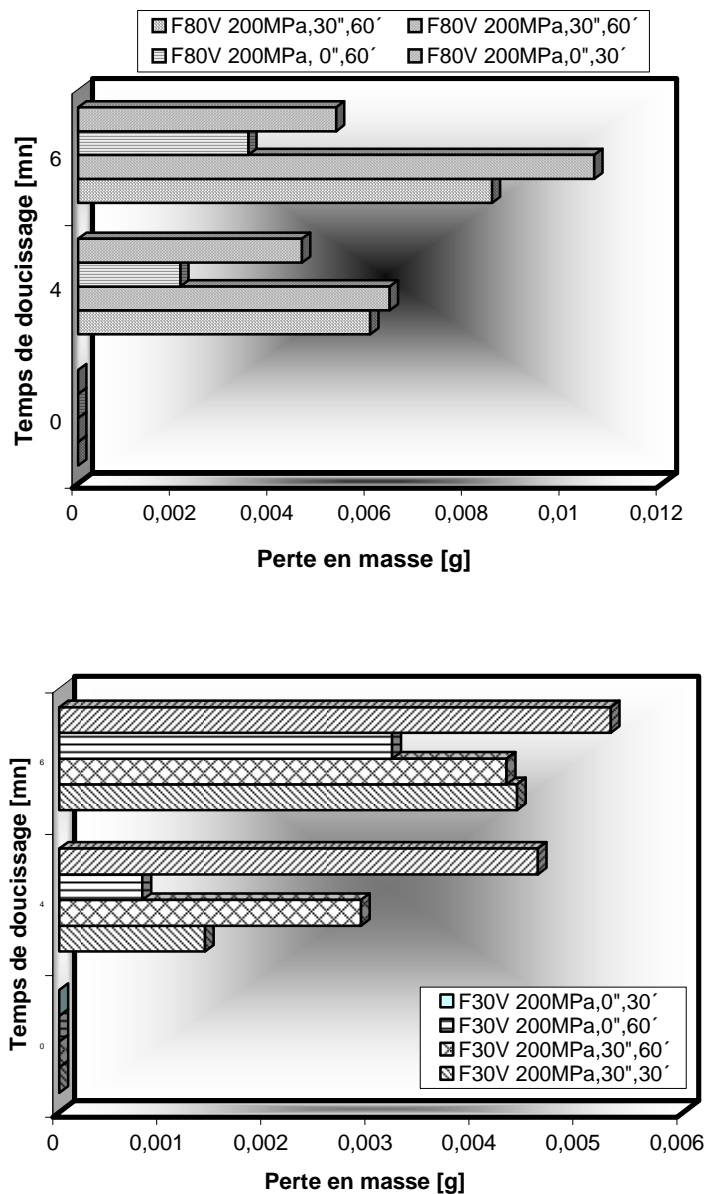


Figure 4.9: Variation de la perte en masse réalisée par les pastilles P80 et P30 (Liant verre)

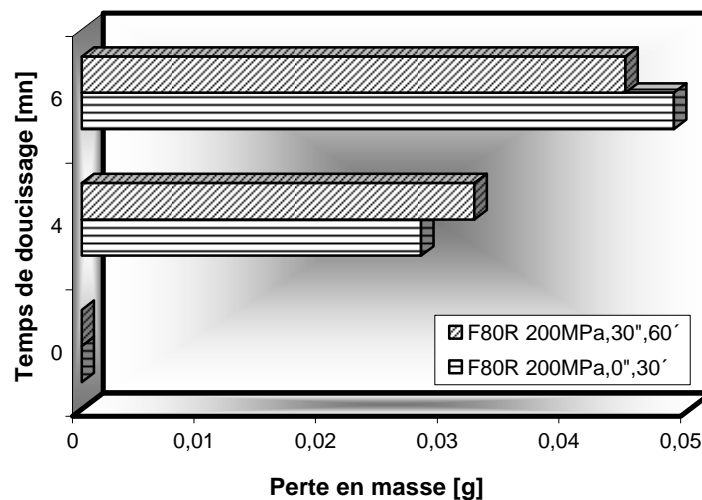
D'après les résultats, on remarque que les meilleurs états de surface sont obtenus par les pastilles réalisées par la combinaison d'une durée de maintien au compactage de 30 secondes et une durée de maintien à la cuisson de 60 minutes. Également la plus importante perte en masse est réalisé par le même type de pastilles. Ceci peut être expliqué par le fait que les pastilles liées par le verre sont les plus dures par rapport aux autres liants. Par conséquent, le choix d'un temps élevé en compactage et à la cuisson produit une bonne liaison des grains ce qui empêche leurs détachement facile. Ce résultat rend l'usinage plus stable (participation des grains abrasifs liés pour une grande durée) ce qui permet l'enlèvement d'une grande quantité de matière et par conséquent l'enlèvement des défauts de surface ce qui peut produire un bon état de surface.

5.3. Pastilles liées par résine

Le tableau 4.4 et la figure 4.10 illustrent les résultats de la rugosité et de la perte en masse obtenus.

Temps (min)	F80 R 20010 0 30		F80R 200 30 60		F30R 200 0 30		F30R 200 30 60	
	Rq ΔRq	PV ΔPV	Rq ΔRq	PV ΔPV	Rq ΔRq	PV ΔPV	Rq ΔRq	PV ΔPV
0	3,293 0,565	19,506 1,816	1,626 0,063	10,901 2,039	0,625 0,077	5,536 0,716	1,697 0,268	11,932 2,721
4	1,388 0,033	8,921 0,593	1,511 0,078	9,855 1,162	0,385 0,036	3,303 0,533	0,63 0,03	4,282 0,395
6	1,737 0,184	10,149 0,597	1,697 0,268	11,932 2,721	0,418 0,042	3,311 0,762	0,503 0,014	3,845 0,41

Tableau 4.4: Résultats de l'état de surface des pastilles (Liant résine).



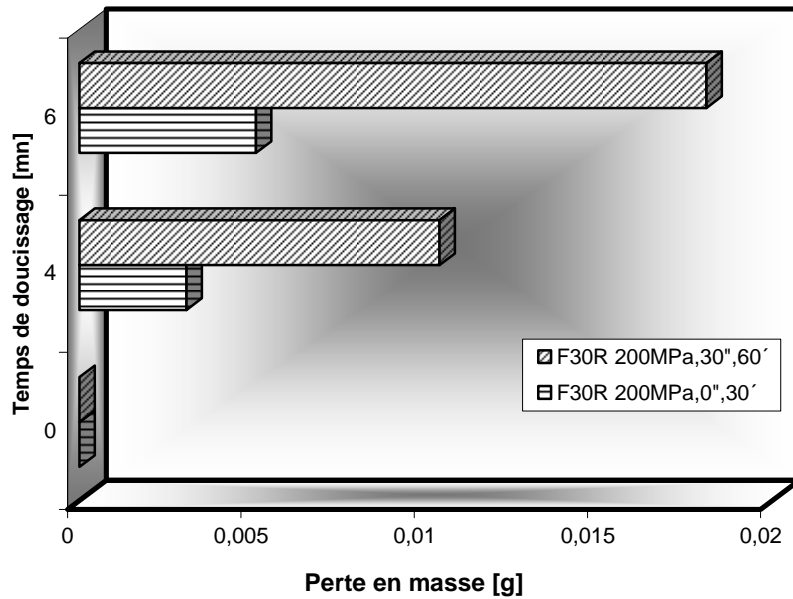


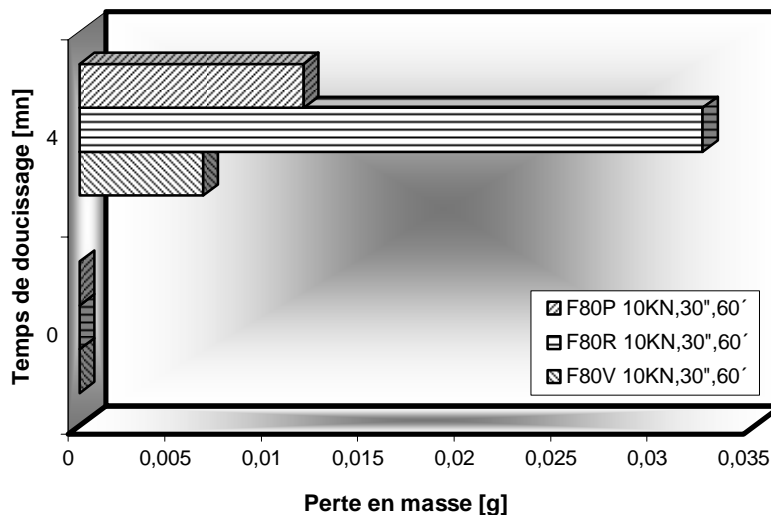
Figure 4.10: Variation de la perte en masse réalisée par les pastilles
(Liant résine)

5.4. Comparaison des pastilles en fonction de leur qualité et efficacité

La comparaison des pastilles en fonction de leur qualité et efficacité a été faite pour les deux fractions de grains abrasifs F80 et F30, liés par les trois types de liant : verre, résine et polyuréthane. En fixant les autres paramètres d'élaboration comme l'effort de compactage (10KN), la durée de maintien au compactage (30 secondes) et la durée de maintien à la cuisson (60 minutes).

5.5. Effet du liant sur la perte en masse et la perte en épaisseur

Les résultats de la perte en masse de l'échantillon et la perte en épaisseur des pastilles obtenus par les trois combinaisons de pastilles sont montrés par les figures 4.11 et 4.12.



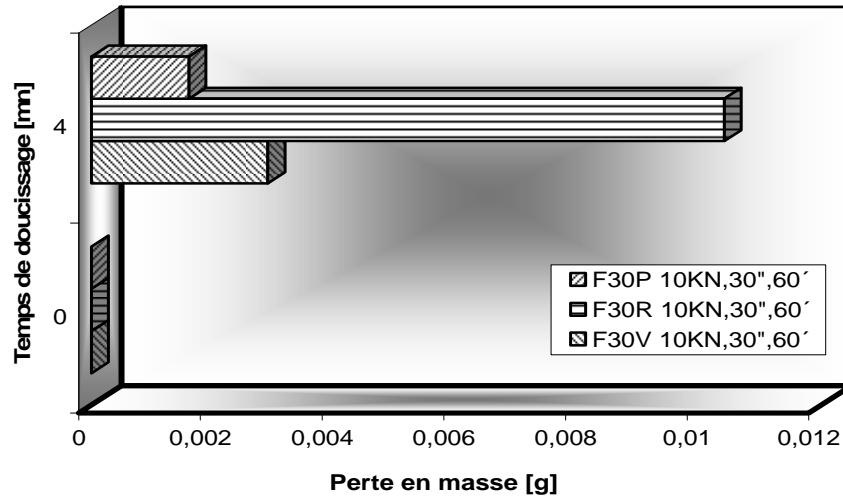


Figure 4.11: Effet de la nature du liant sur la perte en masse de l'échantillon

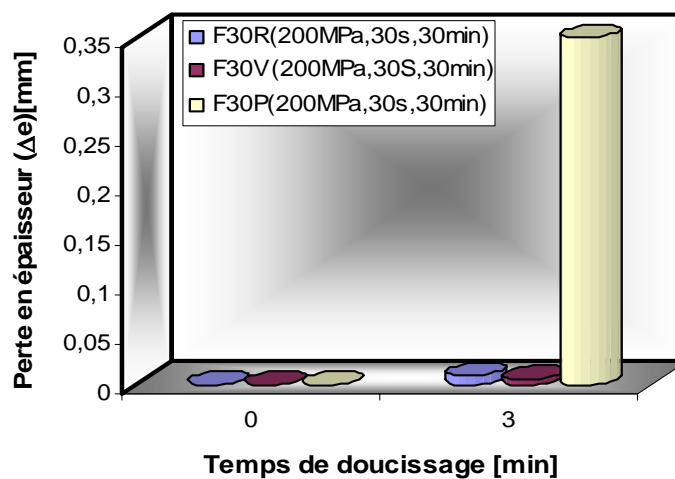
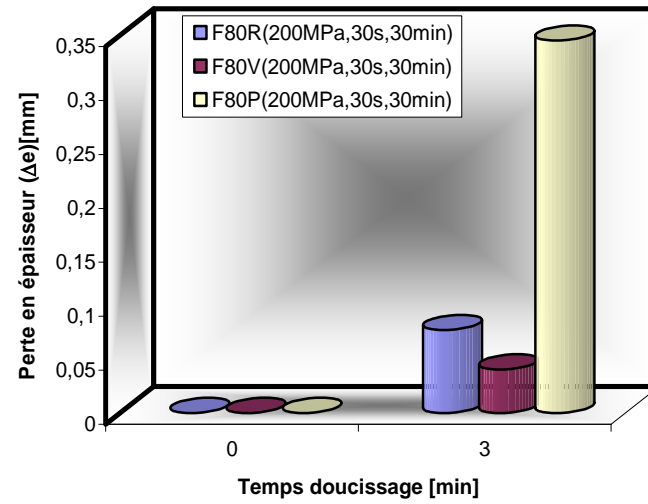


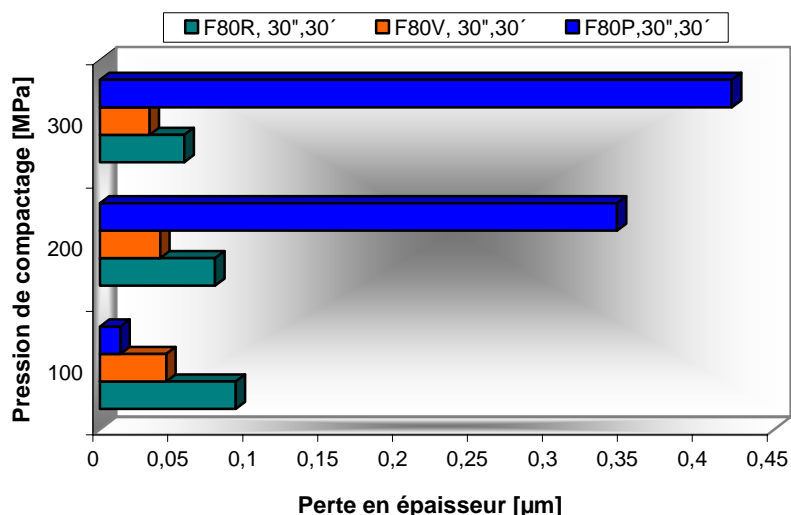
Figure 4.12: Variation de perte en épaisseur des pastilles en fonction de la nature du liant

D'après la figure 4.11, on remarque que les meilleurs résultats de la perte en masse sont obtenus par les pastilles liées par résine pour les deux fractions. Ce résultat peut être dû à la nature du liant qui permet une bonne liaison entre les grains abrasifs. Cela peut être attribué à la température de fusion de la résine et de sa viscosité ce qui lui permet de se diffuser et d'enrober l'ensemble des grains lors de la cuisson. En effet, cette liaison est plus dure que la liaison par polyuréthane qui peut être dû à la faible mouillabilité de ce dernier avec les grains abrasifs d'alumine. En même temps, elle est moins solide que celles liées le verre et frittées à une température de 850°C, cette température permet d'atteindre la température de ramollissement de la poudre de verre qui, après refroidissement produit des pastilles très dures où le détachement des grains sera très difficile et par conséquent la perte en masse est moins importante que celle réalisée par les pastilles liées par résine.

La qualité des pastilles est illustrée par les résultats de la figure 4.12. Il est à remarquer que les pastilles liées par polyuréthane sont les plus mauvaises à cause de leur effritement très rapide lors du doucissage ce qui résulte une très courte durée de vie plus au moins égale à une seule phase de doucissage. Cependant les plus solides sont ceux liés par le verre où l'usure a été la plus faible relativement aux autres liants. Mais cette durée de vie très élevée n'est pas accompagnée par une bonne efficacité. Par contre les pastilles liées par résine sont les plus efficaces et en même temps leurs usure est plus au moins faible ce qui les rend les plus rentables.

5.6. Effet de la pression de compactage sur la perte en épaisseur

En plus de l'étude de l'effet de la nature du liant sur la qualité et l'efficacité des pastilles réalisées, l'effet de la pression de compactage a été également étudié. Les résultats obtenus sont montrés à la figure 4.13.



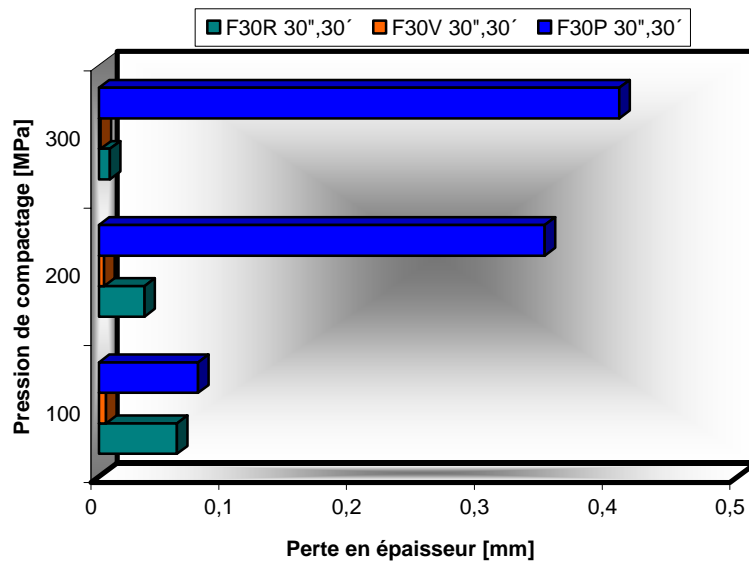


Figure 4.13: Variation de perte en épaisseur en fonction de la pression de compactage

On remarque sur les histogrammes de la figure 4.13 que la variation de la perte en épaisseur des outils pastilles n'est pas régulière pour les trois types de pastilles. Effectivement, on remarque que pour les pastilles liées par polyuréthane la perte en épaisseur augmente au fur et à mesure que la force augmente. Ceci peut être dû à la nature du mélange compacté qui est constitué de polyuréthane sous forme de liquide et des grains abrasifs. Ceci permet lors du compactage que le liant liquide est poussé aux parois ou à l'extérieur de la matrice fermée et ce phénomène est plus important lorsque la pression augmente. Et par conséquent la distribution du liant dans la pastille est moins homogène ce qui rend ces pastilles moins résistantes à l'usure au fur et à mesure que la pression augmente. En plus, un autre phénomène est remarqué pour ce type de liant c'est son attitude à se regrouper sous l'effet de la température ce qui provoque une perturbation de son distribution dans la pastille et par conséquent l'usure peut être influencé par ce phénomène.

Concernant les deux autres types de pastilles liées par le verre et la résine, la perte en épaisseur diminue au fur et à mesure que la pression augmente. Ce qui peut être dû à la densification des grains en fonction de la pression appliquée ce qui permet un bon compactage et par conséquent le détachement des grains est plus difficile ce qui ralentit le phénomène d'usure des pastilles.

Dans le but de vérification de l'influence de la pression de compactage sur la densification des poudres; les résultats des essais de compressibilité effectués sur des mélanges de poudres différentes sont montrés aux figures 4.14 et 4.15.

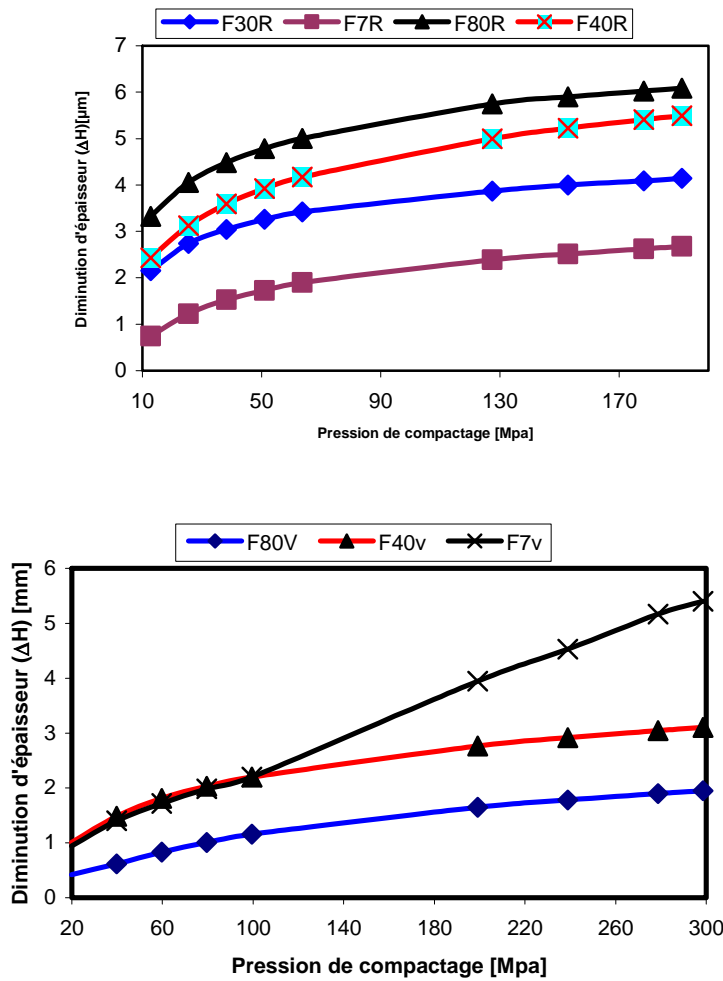


Figure 4.14 : Effet de pression de compactage sur la densification.

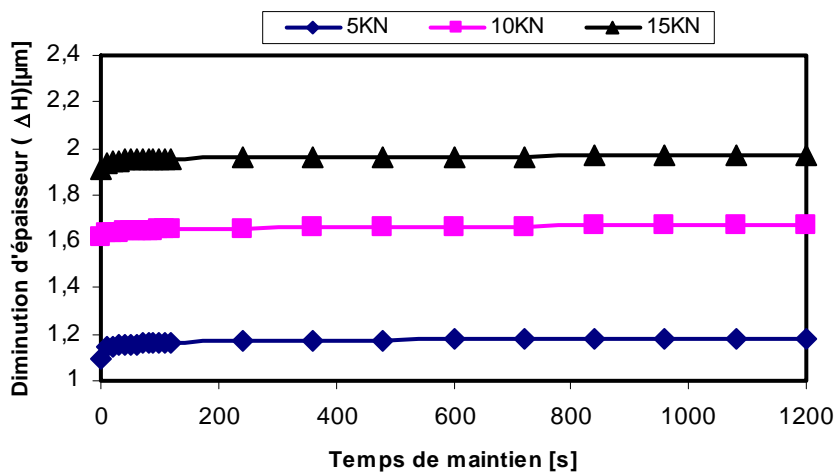


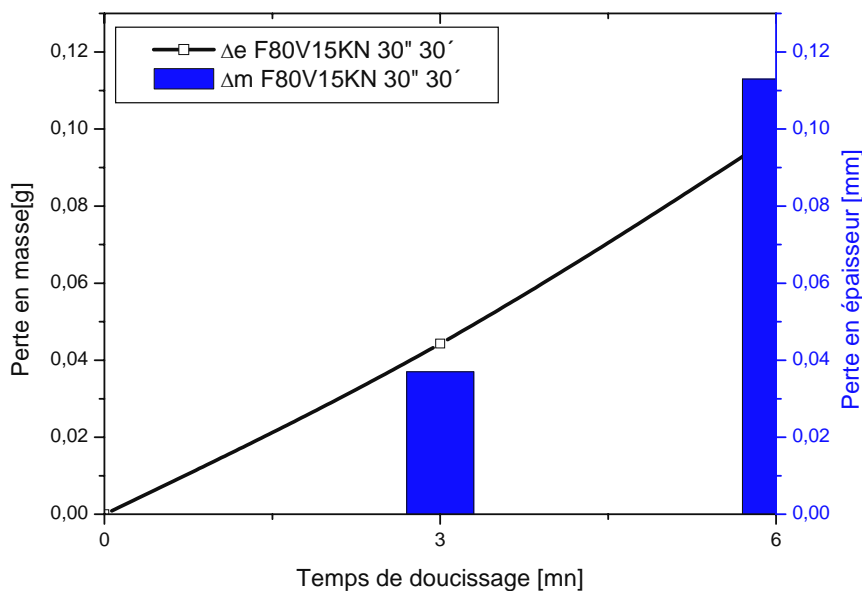
Figure 4.15 : Effet du temps de maintien au compactage sur la densification des poudres.

On remarque sur la figure 4.14 que la densification augmente au fur et à mesure que la pression augmente puis elle tend à se stabiliser. Elle est plus importante dans le cas de la poudre constituée de résine et des grains abrasifs. Cette différence peut être due à la nature du liant lequel est plus doux dans le cas de la résine alors qu'il est assez dur dans le cas du verre. Elle peut être attribuée aussi à la granulométrie de la poudre de verre qui est plus grande que celle de la résine.

Concernant l'effet du temps de maintien, on peut remarquer sur la figure 4.15 que l'influence de ce paramètre est limitée aux premiers instants et cela quelque soit la pression appliquée. Ceci peut être expliqué par le fait que durant les premiers instants l'air existant entre les grains est réduit au fur et à mesure que le temps d'application de la pression augmente jusqu'à l'obtention d'une poudre densifiée et ainsi la diminution du volume devient très faible ou nulle.

6. Corrélation entre l'efficacité et l'usure des pastilles

La figure 4.16 présente la corrélation entre l'efficacité des pastilles lors du doucissage caractérisée par la quantité de matière enlevée et leur usure caractérisée par la perte en épaisseur pour les pastilles élaborées par les liants: résine, verre et polyuréthane.



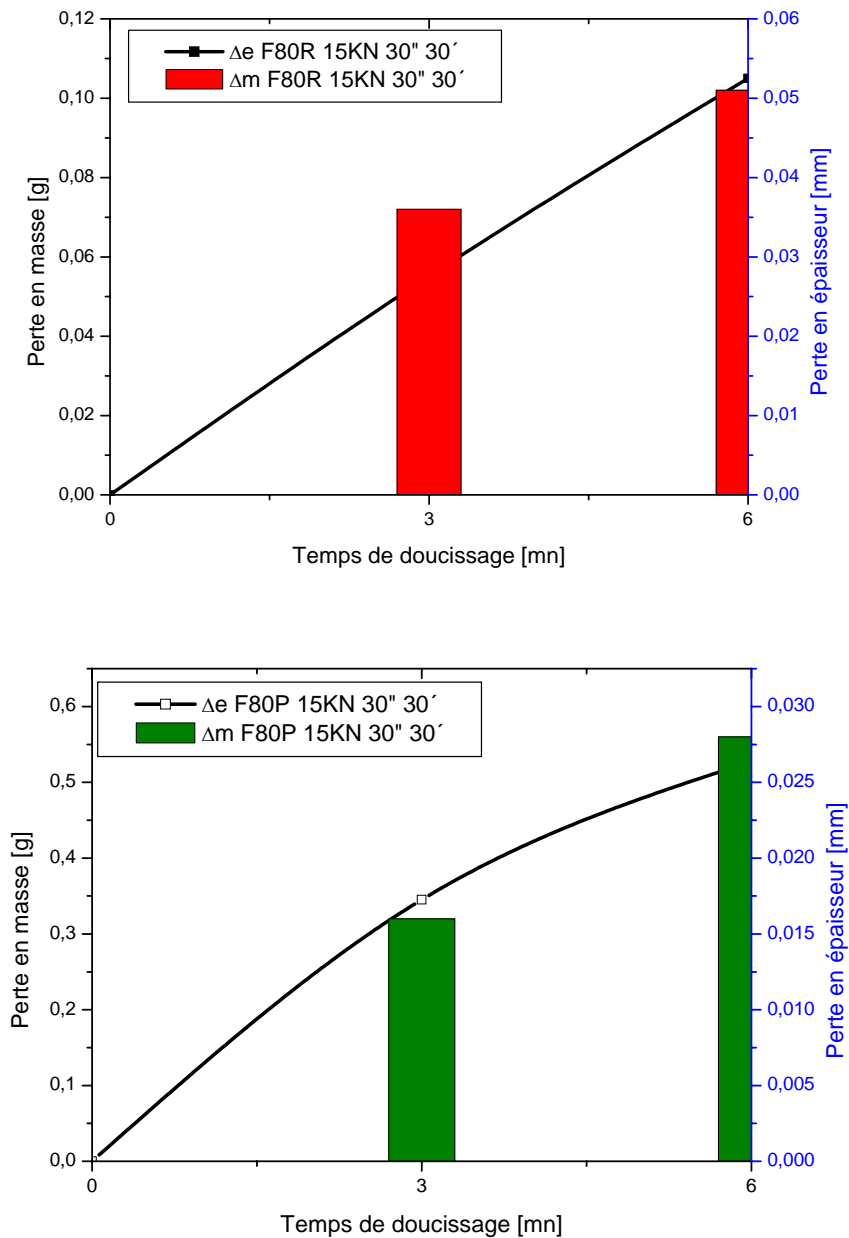


Figure 4.16 : Corrélation entre la perte en masse et la perte en épaisseur en fonction du type de liant.

La figure 4.16 montre la proportionnalité entre l'efficacité et la qualité des pastilles. Effectivement, il est à remarquer que l'augmentation de la perte en masse de l'échantillon réalisée est accompagnée par une augmentation de la perte en masse. Ceci peut être expliqué par le fait que les pastilles au fur et à mesure que le temps de l'opération augmente les grains en contact avec la surface sont détachés ce qui permet leur renouvellement et ainsi la

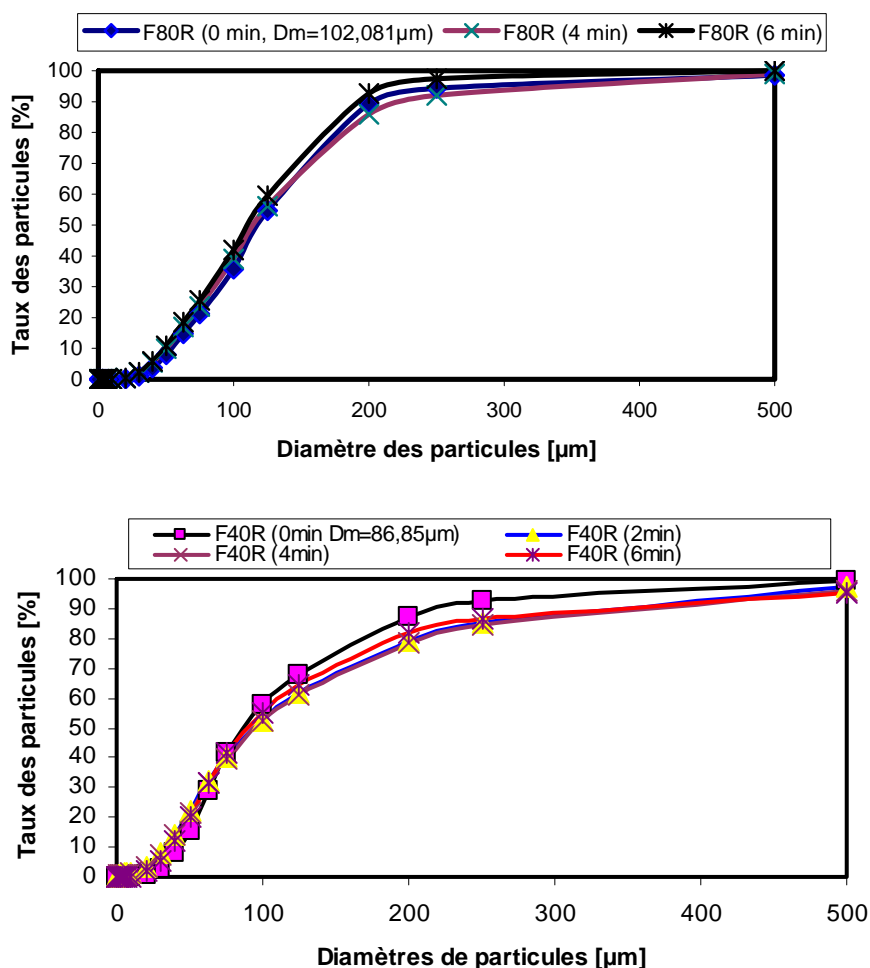
continuité de l'enlèvement de matière est assurée, ce qui engendre l'augmentation de la perte en masse.

7. Comportement à l'usure des grains abrasifs liés

Après avoir étudié la pastille considérée comme outil homogène et son comportement à l'usure lors de son emploi en opération de doucissage (forme macrogéométrique) il est utile d'étudier les changements morphologiques que peuvent avoir les grains abrasifs constituant ces pastilles (forme microgéométrique). Ces changements peuvent produire l'usure des grains liés.

7.1. Morphologie des grains

Lors de l'emploi des pastilles dans les opérations de doucissage les grains abrasifs d'alumine ont été récupérés de la zone de travail dans le but d'analyser leur morphologie. La distribution granulométrique a été déterminée en utilisant le granulomètre à diffraction laser du type (BECKMAN COULTER LS 13 320). Les résultats de la distribution granulométrique sont montrés aux figures 4.17 et 4.18.



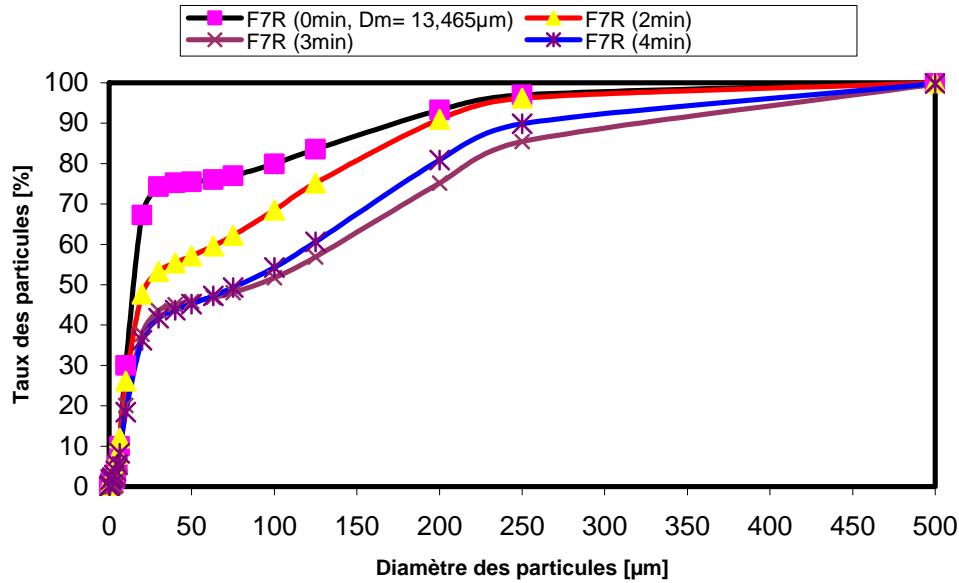


Figure 4.17: Distribution granulométrique des mélanges grains abrasifs d'alumine liés par résine

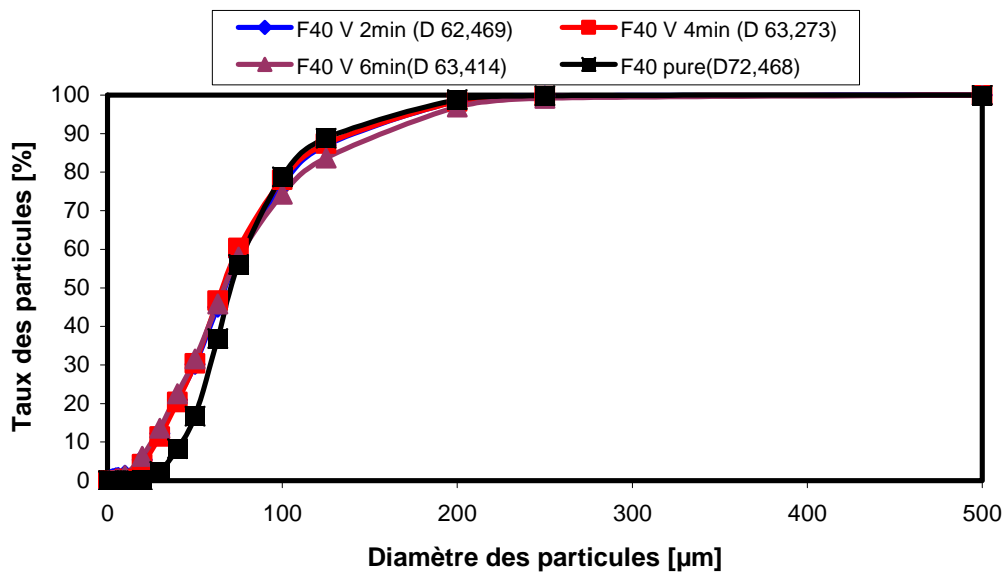


Figure 4.18: Distribution granulométrique des mélanges grains abrasifs D'alumine liés verre

D'après les résultats présentés aux figures 4.17 et 4.18, on remarque que le comportement à l'usure des grains abrasifs liés est très semblable à celui des grains libres. En effet, on constate pour les grains liés par résine ou verre (F80 et F40) que le changement est très faible et ce durant toute la phase de doucissage, ce faible changement peut être expliqué par deux hypothèses. La première est que les grains abrasifs ne subissent pas des fractures due à leurs

maintiens dans le corps pastilles. Effectivement, le grain étant entouré dans la pastille par le liant la force appliquée est supportée en même temps par les grains et le liant (voir fig.4.19) ce qui réduit la contrainte sur le grain et par conséquent la fracture est réduite.

Cependant les grains pouvant subir la fracture sont ceux fracturés lors du compactage des pastilles dans le processus d'élaboration ainsi que ceux ayant des arrêtes vifs ou de forme lamellaire (voir fig.4.19).

La deuxième hypothèse est que les grains, en fonction du type de liant, sont détachés rapidement (liant résine) sans usure totale et par conséquent leur comportement devient typique à celui des grains abrasifs en suspension. Dans le cas contraire, le détachement est très difficile (liant verre) dans ce cas la fracture est moins probable que le cas du liant résine alors le phénomène prépondérant est l'usure des arrêtes vifs qui n'a pas une influence remarquable sur la distribution granulométrique.

Il est à noter que les grains les plus fins (F7) ont subi un changement inverse, où on remarque sur la figure 4.17 que le diamètre des grains augmente avec une baisse du taux des particules. Ceci peut être lié à la faible grosseur des grains ce qui facilite l'agglomération des grains si non la contenance des échantillons analysés (récupérés de la zone de travail) d'une quantité de grains du liant (résine) ayant des dimensions supérieures aux grains d'alumine. Ce dernier phénomène peut être également présent dans les autres fractions mais d'une ampleur moins importante.

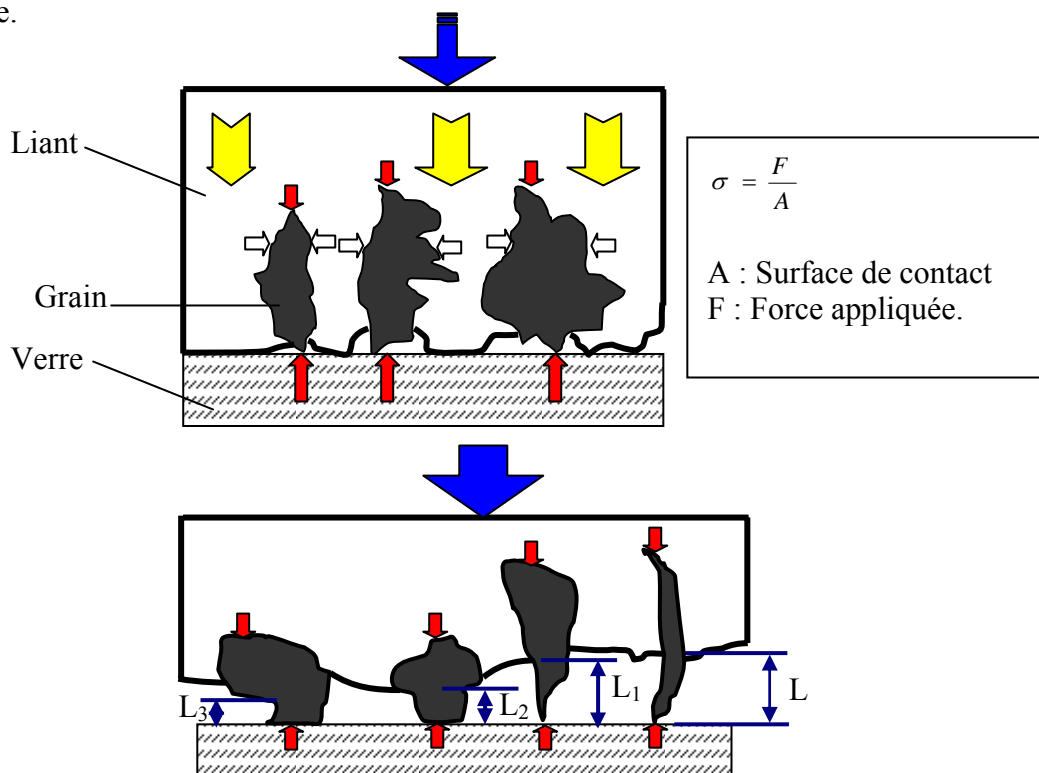


Figure 4.19: Forces appliquées sur les grains dans la pastille lors du doucissage

Le phénomène d'usure des grains liés a été également analysé par microscopie en utilisant le microscope électronique à balayage de type (LEICA S440) Afin de visualiser le changement des grains lors du doucissage.

Il est à remarquer sur les micrographies de la figure 4.20 que les grains des pastilles F80 liés par résine après 2 et 4 minutes n'ont pas subi une grande variation où on remarque l'existence de grains de forme irrégulière (voir fig.4.20 détail① et②) en plus de l'absence d'une grande quantité de fragmentations, ce qui renforce l'hypothèse de la faible fracture des grains liés.

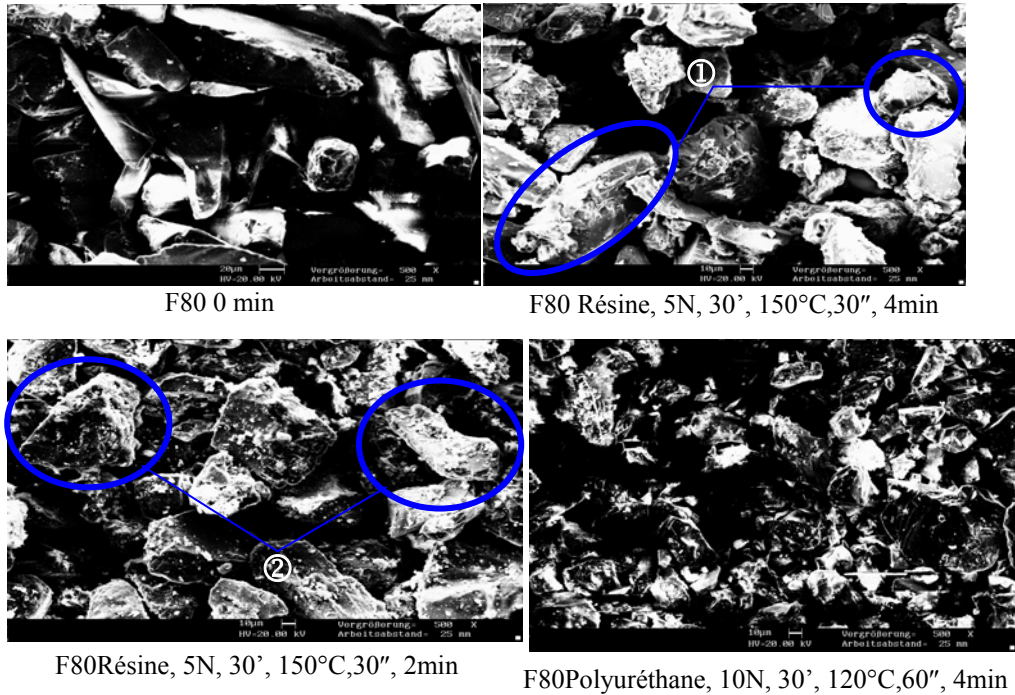


Figure 4.20 : Micrographies des pastilles F80 élaboré avec différents paramètres

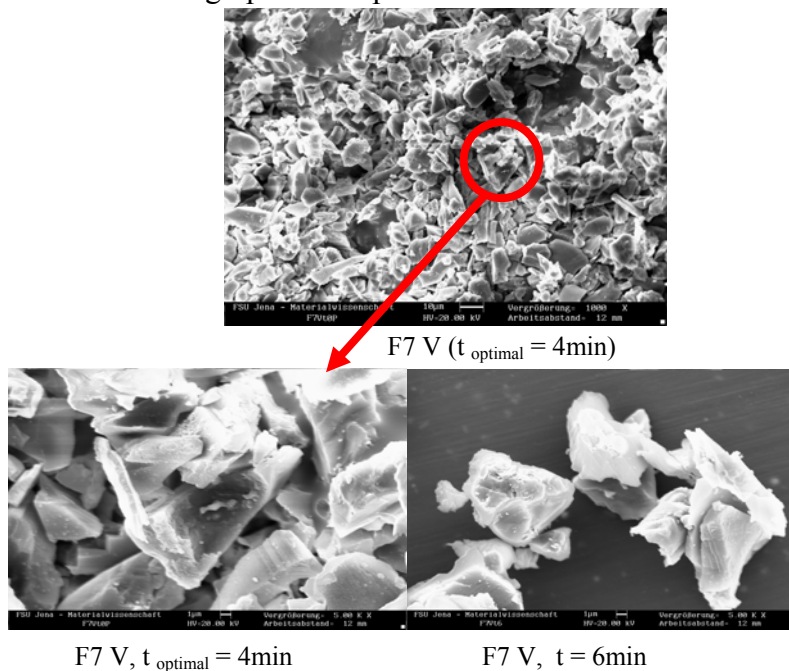
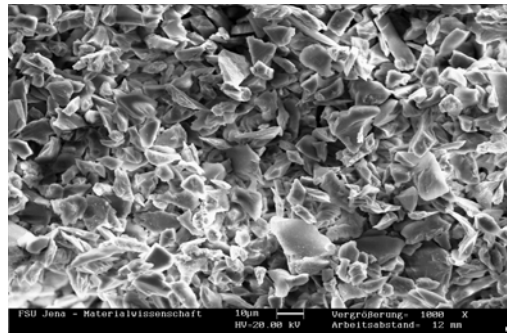
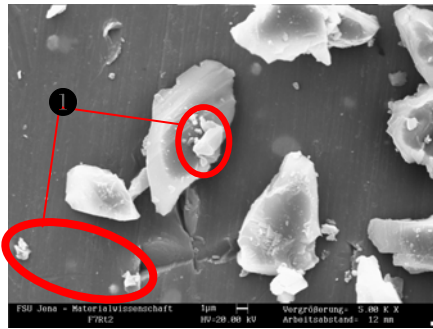


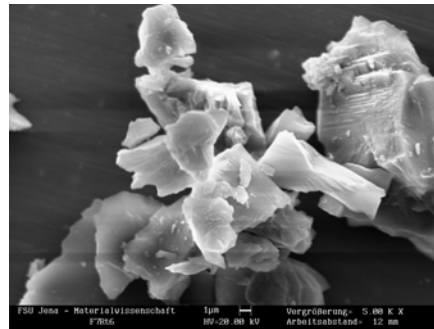
Figure 4.21 : Micrographies des pastilles F80 liés par verre



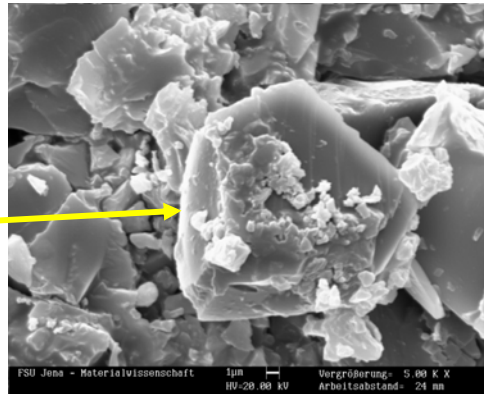
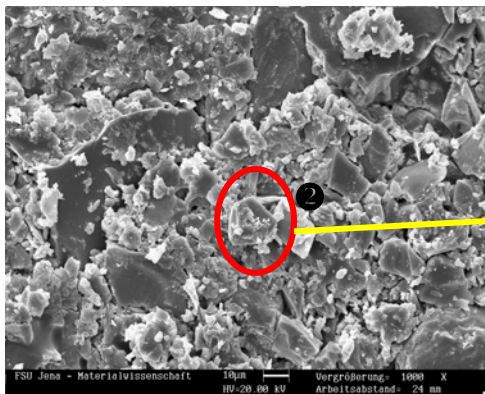
F7 R ($t_{\text{optimale}} = 4\text{min}$)



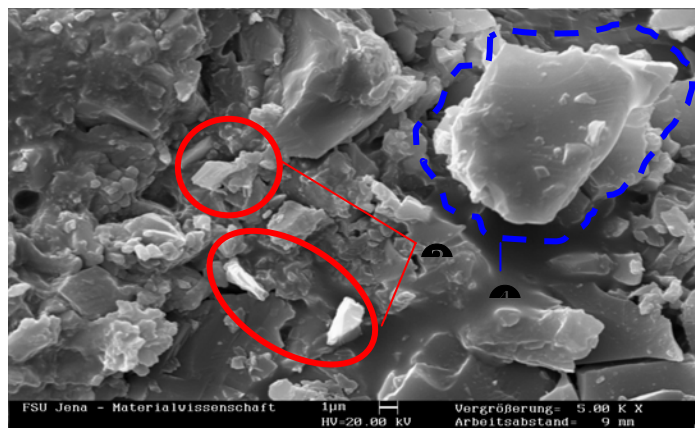
F7 R ($t = 2\text{min}$)



F7 R ($t = 6\text{min}$)



F80 R (2min)

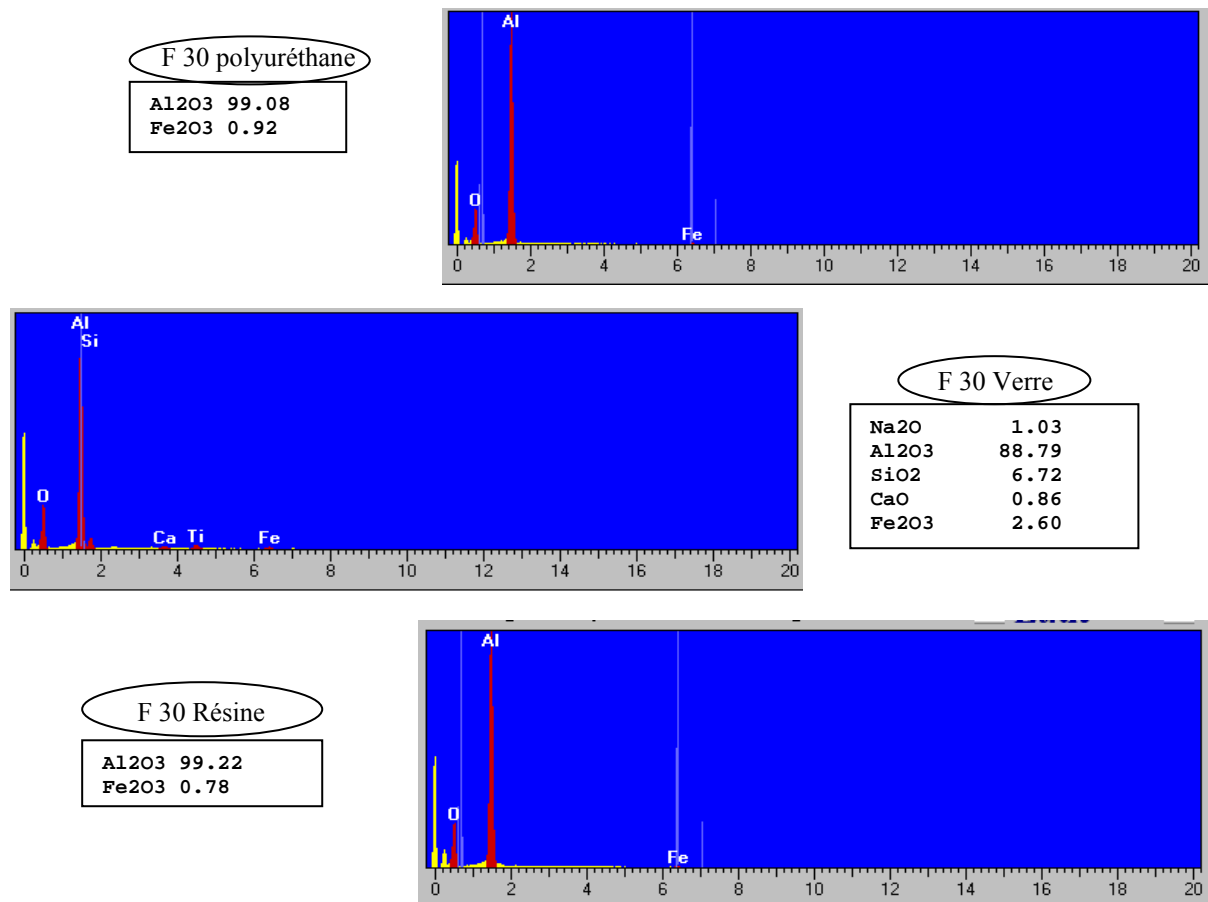


F80 R (2min)

Figure 4.22 : Micrographie des pastilles liés par résine et des grains récupérés lors du doucissage par pastilles

Les résultats de la microscopie présentés aux figures 4.21 et 4.22 montrent que les grains abrasifs liés utilisés dans le processus de doucissage gardent toujours leurs formes irrégulières avec l'existence des arrêtes vives quelque soit la nature du liant (voir fig. 4.21 et 4.22 détails ② et ④). Néanmoins certains fragments sont remarqués sur les micrographies (voir fig. 4.21 et 4.22 détails ① et ③) mais leur quantité est très faible par comparaison aux grains en plus ces fragments peuvent provenir du liant comme ils peuvent être des grains abrasifs. Ce résultat peut contribuer à mettre en évidence l'hypothèse du faible taux de fracture des grains liés et par conséquent la vérification du faible changement des distributions granulométriques présentées dans les figures 4.17 et 4.18. Ceci nous permet de conclure que les grains abrasifs utilisés sous forme liée dans le procédé de doucissage subissent une faible usure lors de leur emploi dans une phase de doucissage.

Afin de vérifier la composition chimique des grains récupérés et des pastilles. Une analyse chimique par EDX a été effectuée par MEB. Les résultats trouvés sont montrés sur la figure 4.23.



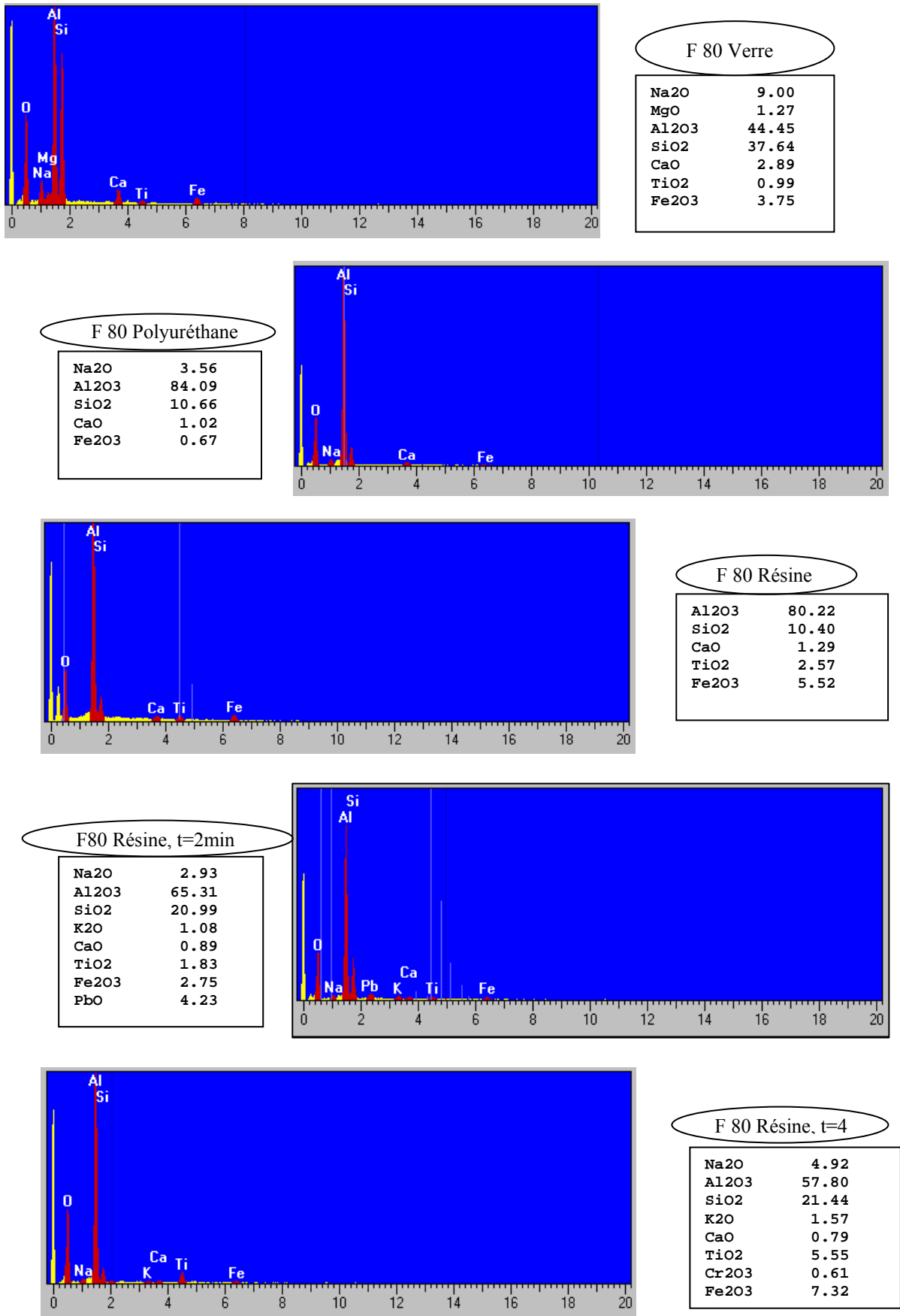


Figure 4.23 : Composition chimique de pastilles et grains lors du doucissage par pastille

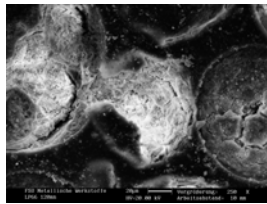
on remarque sur les spectres des échantillons analysés que l'emploi des pastilles dans les opérations de doucissage change la composition chimique comme le cas des pastilles lié par résine employés pendant 2 et 4 minutes. En effet, le taux de la silice est plus important dans le cas de ce type de pastille relativement aux résultats de ce type de pastille avant emploi. Il est à noter que dans certains cas, la différence de la composition chimique peut provenir de l'échantillonnage lors de l'analyse par EDX où il s'agit de balayer une partie contenant un taux des débris de verre enlevé ou de grains de liant plus que celui des grains d'alumine et de ceci résulte un pourcentage moins important de l'alumine dans l'échantillon.

8. Conclusion

Les résultats obtenus nous ont permis de déduire que le comportement à l'usure des grains abrasifs liés lors du processus de doucissage par pastilles n'est pas aussi différent que leur comportement lors de leurs emploi sous forme libre. En effet, on conclue que :

- ☞ Les grains abrasifs utilisés sous forme liée dans le procédé de doucissage subissent une faible usure lors de leurs emploi dans une phase de doucissage.
- ☞ L'influence des paramètres d'élaboration des pastilles sur leur usure n'est pas significative.
- ☞ La fracture des grains abrasifs peut avoir lieu lors de leurs emploi en doucissage où lors du compactage des pastilles, ce qui rend plus difficile la détermination de la cause exacte de l'usure des grains liés.
- ☞ L'usure de l'outil pastille est étroitement liée aux paramètres de leur élaboration.
- ☞ Les pastilles liées par le liant verre ont la plus longue durée de vie, cependant les pastilles liées par résine sont les plus rentables.

CHAPITRE 5 : COMPORTEMENT À L'USURE DES GRAINS ABRASIFS D'OXYDE DE CÉRIUM DURANT LE POLISSAGE DU VERRE



1. Introduction.....	113
2. Procédure expérimentale.....	113
3. Évolution de l'usure des grains abrasifs en CMP.....	114
3.1.Évolution de l'usure des grains aux premières minutes de CMP.....	114
a. Caractérisation.....	116
b. Résultats et interprétations.....	117
3.2.Évolution de l'usure des grains lors du polissage continue.....	123
4. CONCLUSION.....	136

CHAPITRE 5

COMPORTEMENT À L'USURE DES GRAINS ABRASIFS D'OXYDE DE CÉRIUM DURANT LE POLISSAGE DU VERRE

1. Introduction

Le polissage par suspension nommé communément le polissage mécano chimique du verre est une opération très complexe succédant le doucissage. Le CMP (Chemical Mechanical Polishing) est employé dans le but de réduire au maximum les défauts microgéométriques et de produire une surface plus fine que possible. Cet objectif attendu par le processus nécessite l'emploi d'outil plus performant pour atteindre les objectifs tracés. En effet, en plus de l'utilisation des polissoirs de précision, des grains abrasifs de grosseurs très fines allant à quelques dizaines de nanomètre sont employés. L'efficacité du processus est étroitement liée à l'état de ces grains abrasifs et leur comportement. Dans cet optique, le comportement à l'usure des grains abrasifs d'oxyde de cérium est étudié.

2. Procédure expérimentale

Dans le but d'étudier l'usure des grains abrasifs d'oxyde de cérium des opérations de polissage ont été effectuées en utilisant une polisseuse de précision de type (NAICOTEC NLP4000) (voir fig. 5.1). Le principe du CMP est montré à la figure 5.2.

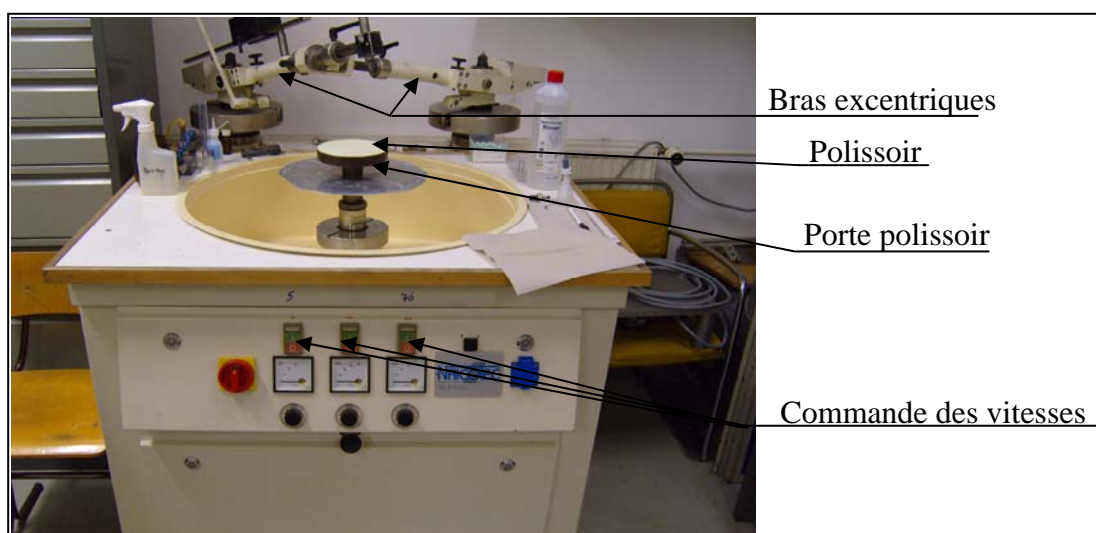


Figure 5.1 : Polisseuse de précision NAICOTEC NLP4000

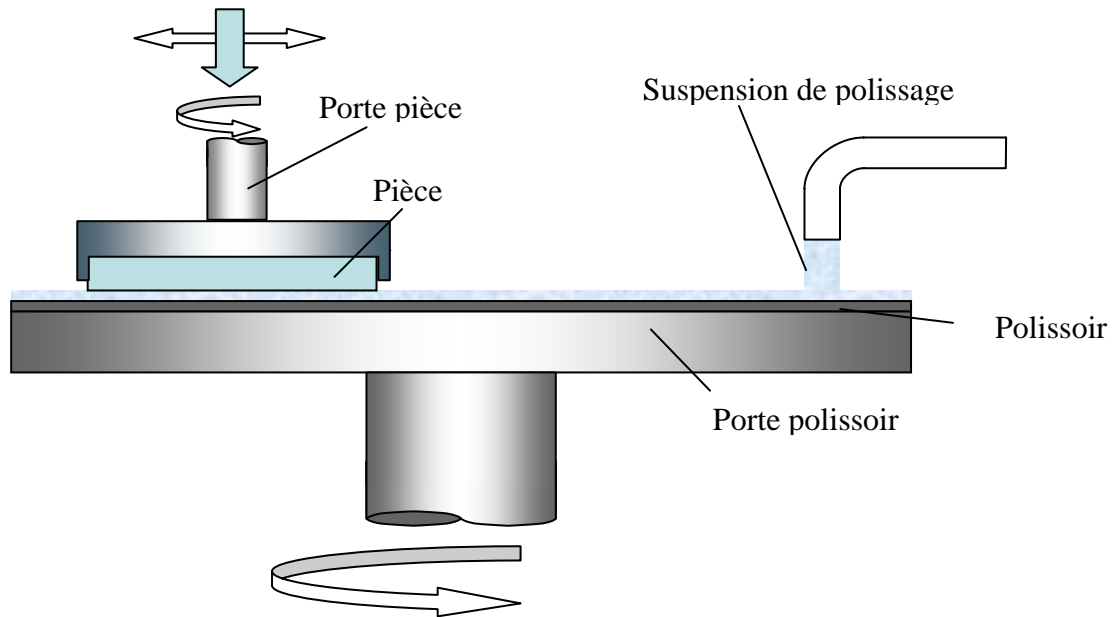


Figure 5.2: Principe du CMP

3. Évolution de l'usure des grains abrasifs en CMP

3.1. Évolution de l'usure des grains aux premières minutes de CMP

Dans cette partie l'opération de polissage a été effectuée en utilisant des grains abrasifs en oxyde de cérium ayant trois grosseurs différentes comme le montre le tableau 5.1.

Grains	$\varnothing_{\text{moyen}}$ (fournisseur) [μm]	pH	Fournisseur	Couleur
CeO ₂ (0,5)	0,5	--	Logitec USA	Blanc
CeO ₂ (3 μm)	3	-	Logitec USA	Blanc
CERI 400V0	2,5	7	Pieplow & brandt	Beige (jaunâtre)

Tableau 5.1 : Caractéristiques des trois types de poudre abrasive d'oxyde de cérium

Les opérations de polissage ont été effectuées sur des échantillons préalablement doucis en verre SHOTT BK7 dont les caractéristiques fournies par la compagnie SHOTT sont données aux tableaux 5.2 et la figure 5.3 . Sa composition chimique est donnée par le tableau 5.3. Les conditions de travail sont présentées au tableau 5.4.

Caractéristiques	Tg [$^{\circ}\text{C}$]	ρ [g/cm ³]	E [10^3 N/mm ²]	H _{v 0.1/20} Constructeur	H _{v0.1} Mesurée
BK7	557	2.51	82	610	612

Tableau 5.2 : Caractéristiques physico chimique du verre BK7 SHOTT [www2]

Élément	Sio2	B2O3	Na2O	K2O	CaO	BaO	TiO2
%	68.5	10.6	9.2	7.3	0.9	2.3	1.2

Tableau 5.3: Composition chimique du verre BK7 SHOTT [www2, www3]

Paramètres de polissage	
Échantillon	BK7 (Ø 40mm)
Pression de polissage	0,024 MPa (Charge 3 kg)
Polissoir	Lp 66
Vitesse de la pièce	30 tr/min
Vitesse de l'outil	30 tr/min
A oscillation	40 mm
Concentration	0,5g/ml
pH	7
Grains abrasifs	CeO2 (Diamètre 0,5µm) (logitek) CeO2 (Diamètre 3µm) (logitek) CeO2 (Ceri 400VO (D2,5µm) (Pieplow & brandt)

Tableau 5.4 : Condition de travail lors du polissage

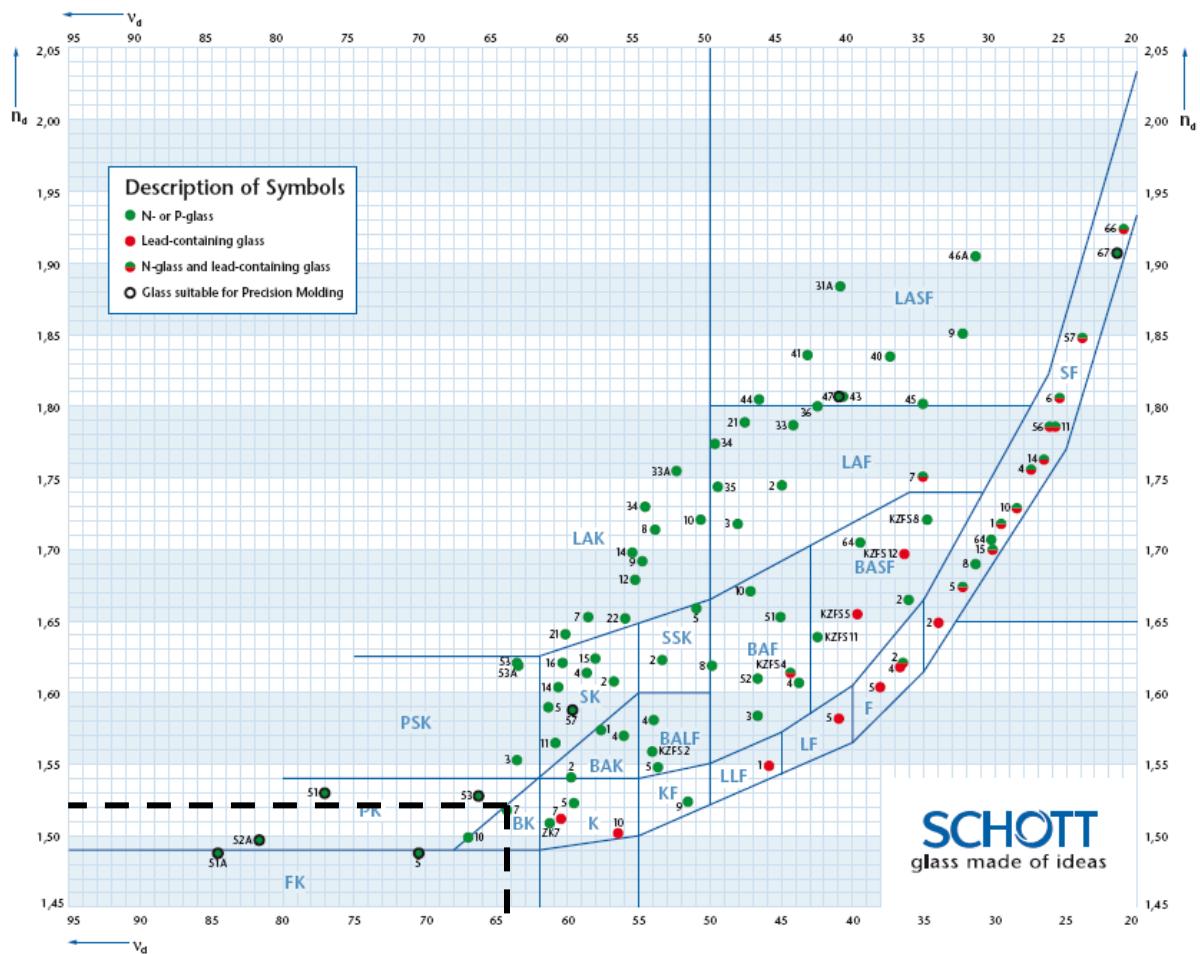


Figure 5.3 : Caractéristiques optiques du verre BK7 SHOTT [www1]

a. Caractérisation

Au cours du déroulement de l'opération de polissage les caractérisations suivantes sont effectuées comme le montre l'organigramme de la figure 5.4 suivante :

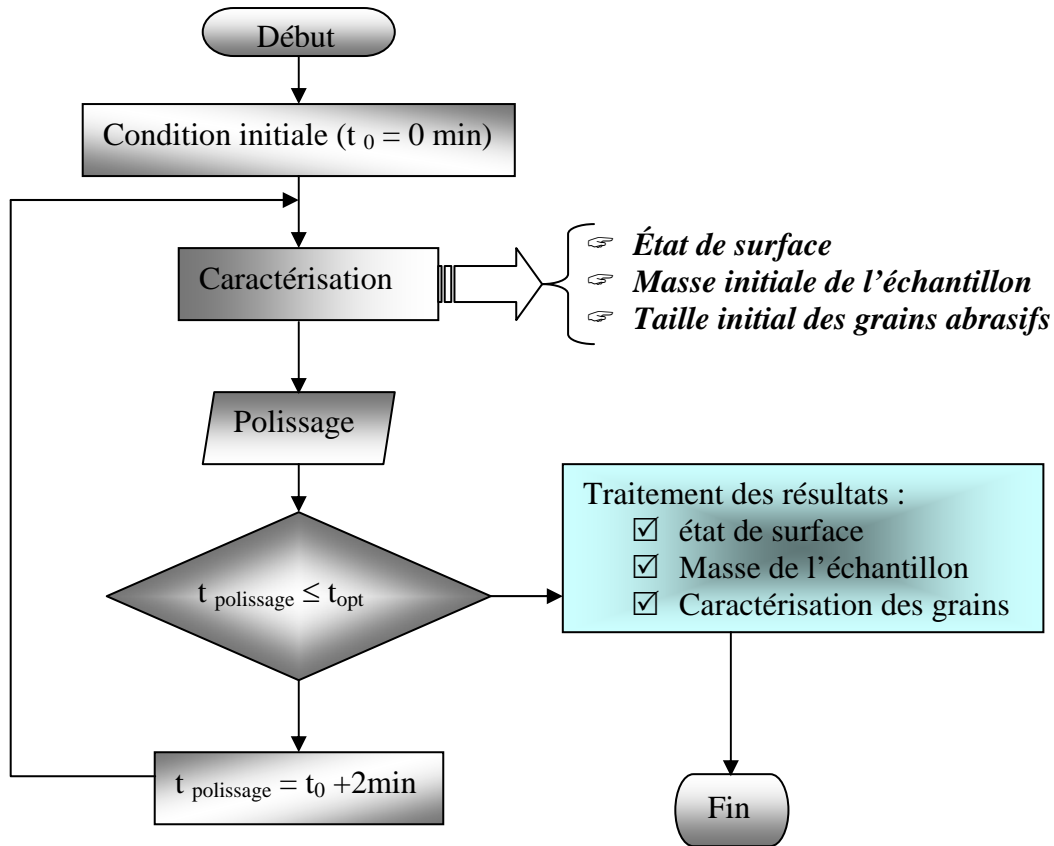


Figure 5.4 : Organigramme de déroulement des essais

La caractérisation de l'état de surface a été effectuée par le profilomètre mécanique «Form Talysurf serie 2» présenté dans le chapitre 3 (voir fig.3.2). L'efficacité de polissage (EFF) a été calculée par la relation (5.1) suivante :

$$EFF = \frac{\Delta m}{S \times t} \dots\dots\dots(6.1) [www4]$$

Avec :

S: Surface de l'échantillon ($S = 3.14 \times (20^2) = 1256 \text{ mm}^2$)

t: Temps de polissage [min]

Δm : Perte en masse

Quant à la caractérisation des grains, ils ont été visualisés par le microscope électronique à balayage (MEB) «Leica S440» présenté dans le chapitre 3 précédent (voir fig.3.4) en plus de l'emploi du microscope électronique en transmission (MET) de type JEM-2010 fabriqué par la société (JEOL, JAPAN) utilisé en général pour les nano poudres (voir fig.5.5). La distribution

granulométrique a été effectuée par le granulomètre à diffraction laser (BECKMAN COULTER LS 13 320) (voir fig. 3.5) .



Figure 5.5 : Microscope électronique en transmission (JEM-2010)

b. Résultats et interprétations

Les résultats obtenus de la rugosité et de l'efficacité de polissage des échantillons polis sont présentés aux figures 5.6-5.7.

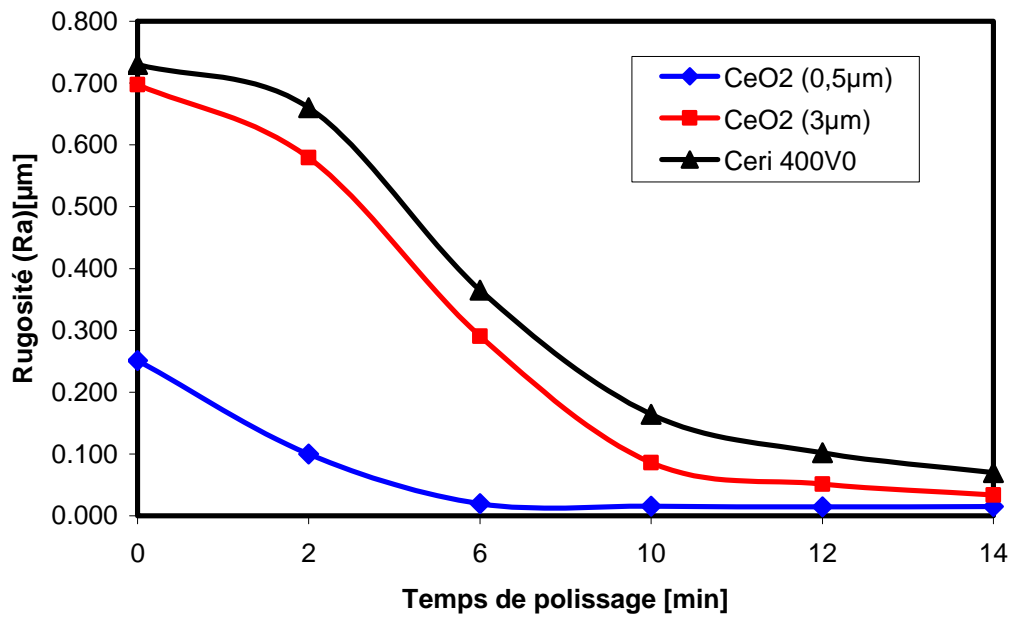


Figure 5.6 : Évolution de la rugosité en fonction du temps de polissage.

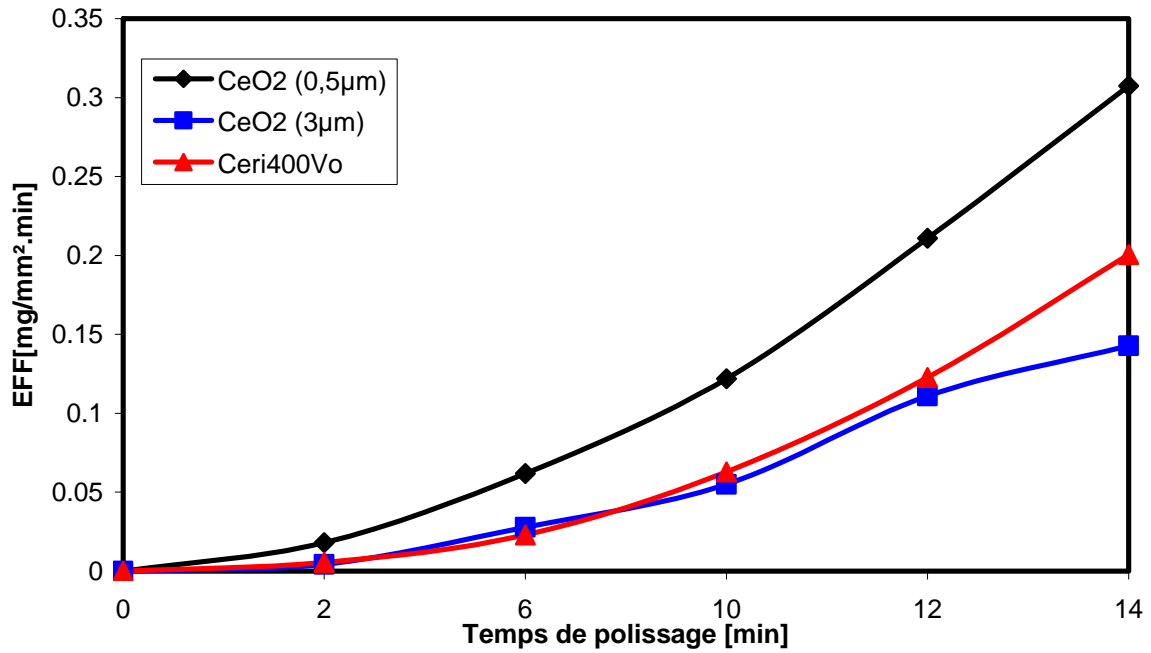


Figure 5.7 : Variation de l'efficacité de polissage en fonction du temps de polissage

Les résultats obtenus par polissage montrent que le meilleur état de surface est réalisé par les grains abrasifs d'oxyde de cérium de type (CeO₂ (0,5)) ce qui peut être dû à la finesse des grains ainsi qu'à l'état initial de la surface avant polissage. En ce qui concerne l'efficacité de polissage elle est plus élevée pour le même type de grains ce qui peut être expliqué par le fait que les grains de faible grosseurs ayant une surface spécifique plus élevée peuvent avoir une surface de contact plus élevée avec l'échantillon ce qui permet d'avoir ce résultat. En effet, dans l'étude [Lin07] l'auteur a rapporté que Rabinowicz [Rab95] a décrit la relation entre le volume de matière enlevé et la surface de contact par la relation (5.2) [Lin07].

$$\Delta G = K \cdot \frac{F_p}{3H} \Delta S \dots\dots\dots(5.2)$$

Cette relation montre clairement que l'augmentation de la surface de contact (ΔS) implique l'augmentation directe du volume enlevé (ΔG). De ce faite la surface de contact entre échantillon et surface spécifiques des grains abrasifs qui est la plus élevée est importante ce qui permet la réalisation d'un taux d'enlèvement de matière plus élevé et ainsi l'efficacité de polissage est plus élevée.

Les distributions granulométriques et la corrélation entre les diamètres et les surfaces spécifiques des grains utilisés sont montrées par les figures 5.8 et 5.9.

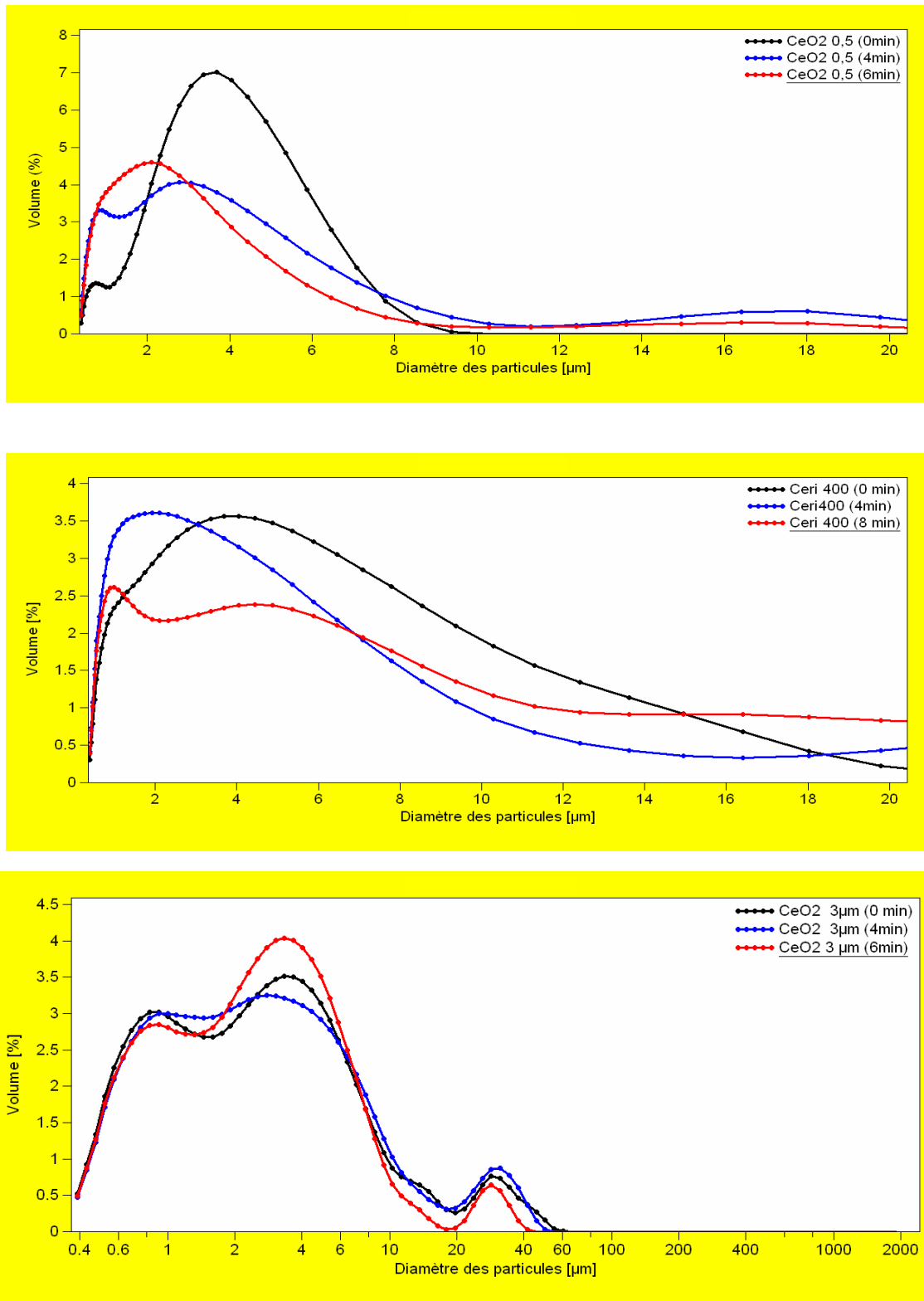


Figure 5.8 : Distribution granulométriques des suspensions d'oxyde de cérium au cours du CMP.

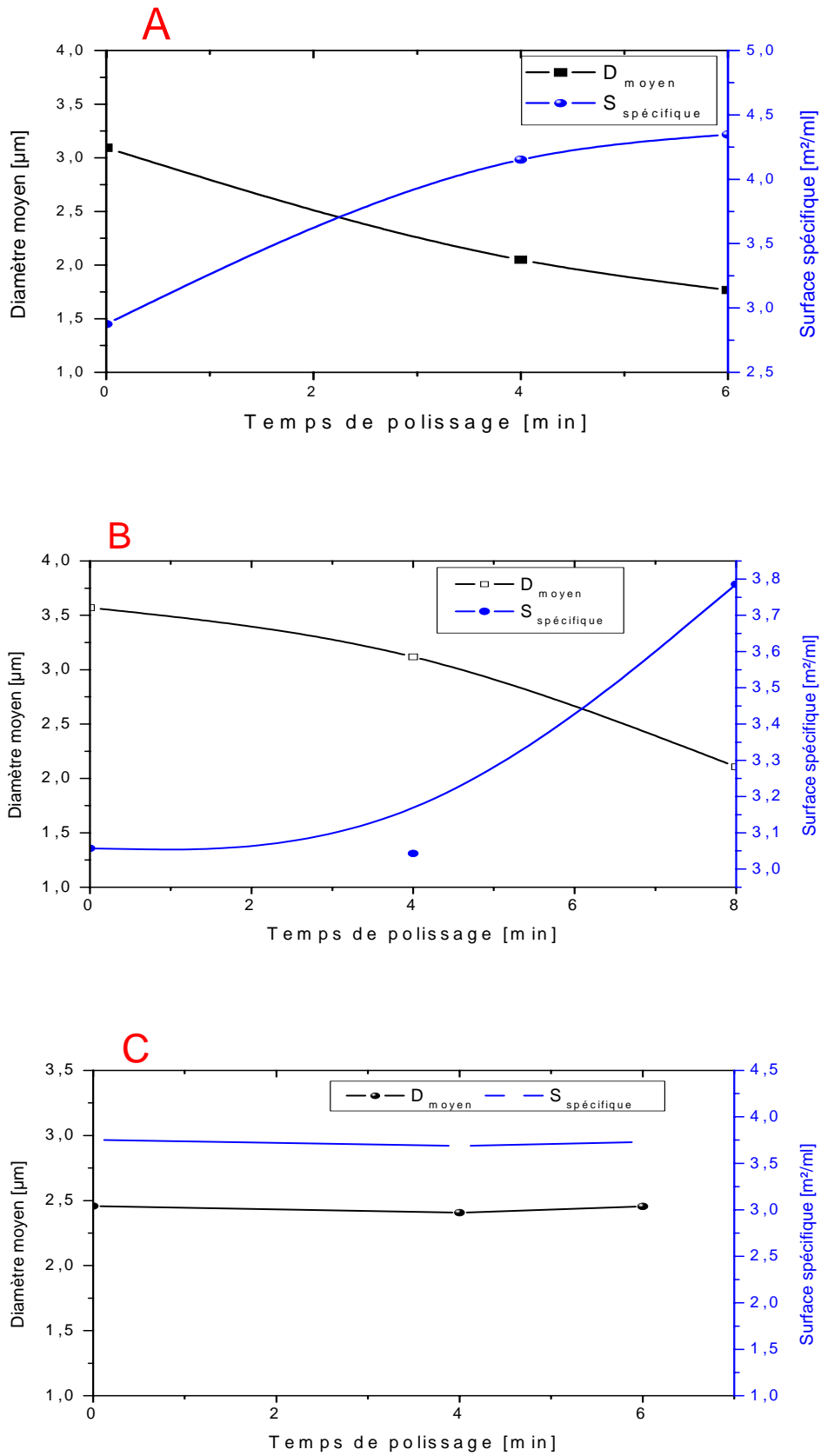


Figure 5.9: Corrélation entre la surface spécifique et le diamètre moyen des grains utilisés (A : CeO₂(0,5), B : CERI400, C : CeO₂(3μm))

Quand à la morphologie des grains abrasifs, les micrographies des grains prise par MEB et MET des grains d'oxyde de cérium (CeO_2 (0,5)) sont montré à la figure 5.10 et 5.11. La composition chimique du même type de grains effectuée par EDX est montrée à la figure 5.12.

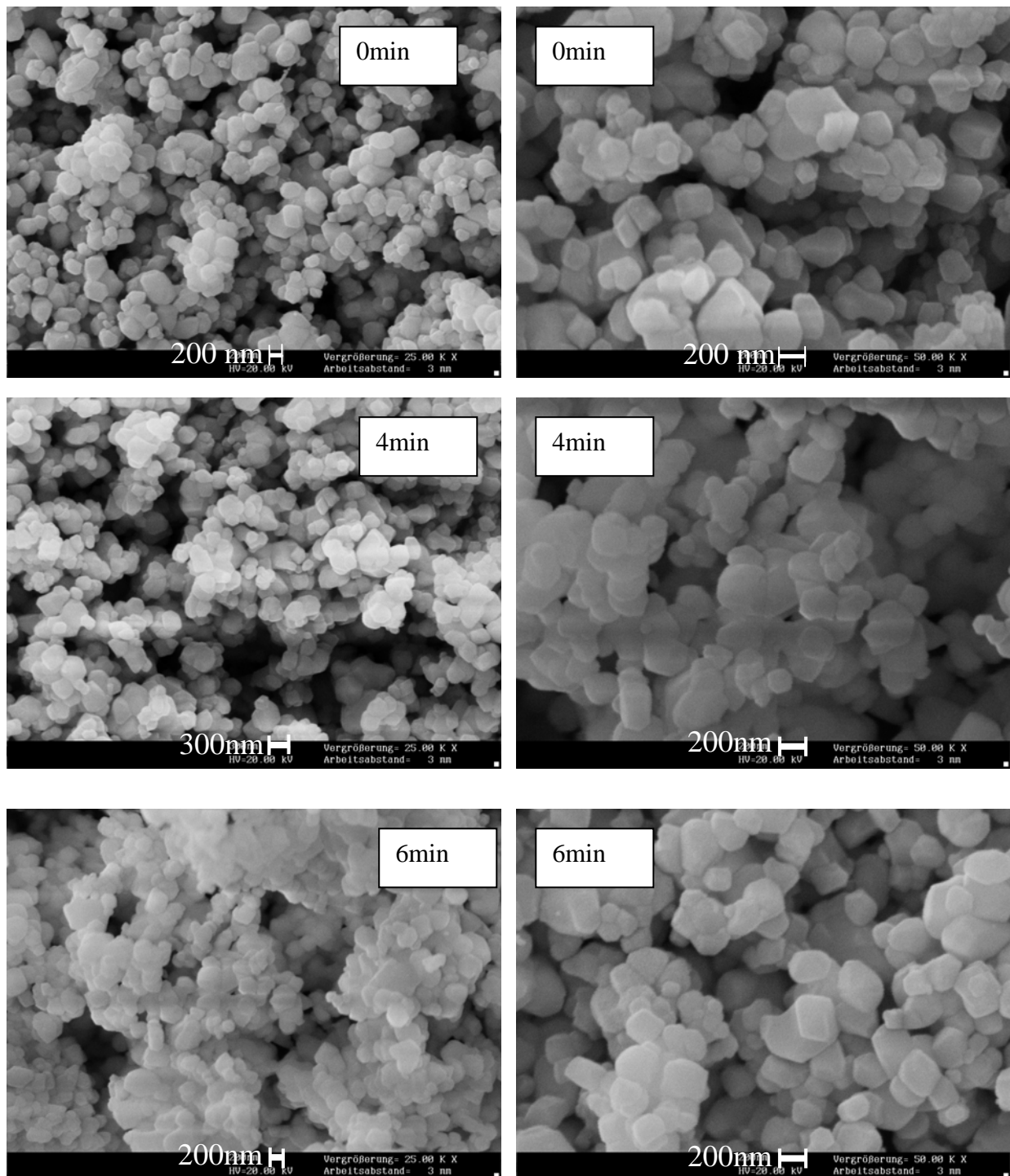


Figure 5.10 : Micrographie des grains d'oxyde de cérium (CeO_2 (0,5)) obtenus par MEB

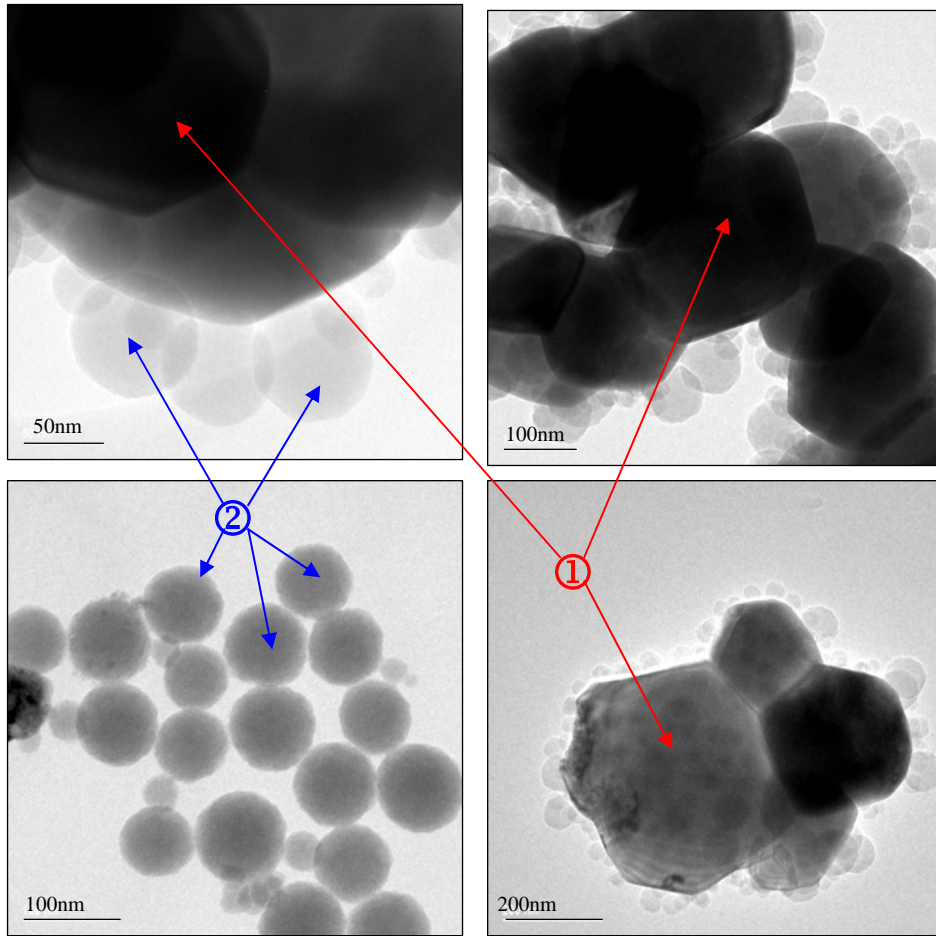


Figure 5.11 : Micrographie des grains d'oxyde de cérium (CeO_2 (0,5 μm)) prise par MET (tp= 8min)

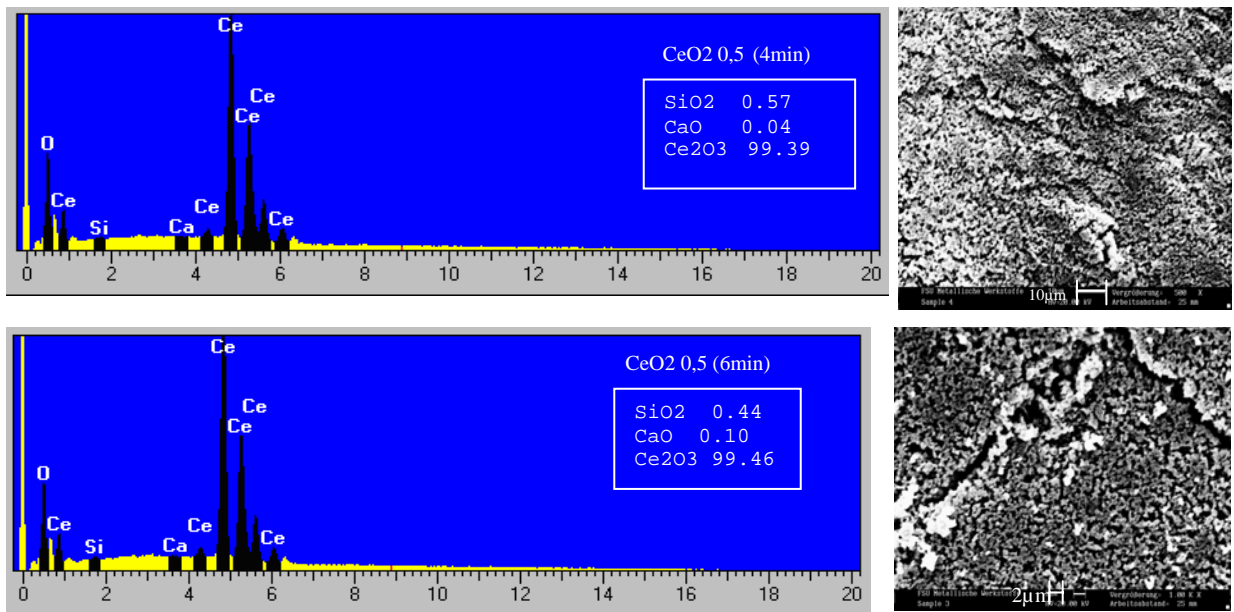


Figure 5.12: Composition chimique des grains d'oxyde de cérium (CeO_2 (0,5))

Les résultats montrés sur les figures précédentes confirme la conservation des grains abrasifs d'oxyde de cérium de leurs morphologies durant leurs utilisation dans les première minutes de polissage. En effet, les distributions granulométriques montrées à la figure 5.8 montre qu'il n'y a pas un grand changement entre la distribution granulométrique au début et après quelques minutes de polissage à l'exception d'une faible augmentation du volume des grains. La même constatation est faite pour les courbes de la figure 5.9 où il est à remarquer le faible changement de la surface spécifique inversement proportionnel au diamètre moyen mesuré en fonction du temps de polissage. Il est à noter que dans certains cas l'obtention d'un volume de grains plus important correspondant à un diamètre plus important est dû aux effets colloïdaux [Cum95] et ainsi à la formation d'agglomérat dans la suspension durant le polissage.

Ces agglomérats sont bien illustrés dans les micrographies de la figure 5.10 où on remarque que les grains abrasifs sont de formes irrégulières et cette forme est conservée durant le temps de l'opération ce qui met en évidence l'hypothèse du non changement des grains abrasifs d'oxyde de cérium pendant les première minutes de polissage. Les micrographies des grains obtenues par MET montrent plus clairement des formes des grains séparés ou presque (voir détail ① fig.5.11) ou le grains a une forme irrégulière entouré de grains de faibles grosseurs relativement à ce dernier ayant les mêmes formes. En plus de l'existence d'autres formes sphériques de taille très fine (voir détail ② fig. 5.11) qui peuvent provenir de la nanofracture des grains d'oxyde de cérium lors du polissage si non des débris de verres enlevés qui sont en général en forme sphériques.

La composition chimique n'a pratiquement eu aucun changement, ce qui peut être dû au faible taux d'enlèvement de matière réalisé en polissage et par conséquent une faible teneur de silice est obtenue. Si non à l'échantillonnage lors du déroulement de l'essai d'EDX où l'échantillon analysé ne contient pas de débris de verre enlevée ce qui rend le taux de la silice inchangé.

3.2. Évolution de l'usure des grains lors du polissage continue

Afin de vérifier l'évolution de l'usure si la suspension d'oxyde de cérium est réutilisée plusieurs fois ou employée en polissage de série. Des essais de polissage durant quatre heures a été effectué en utilisant des grains abrasifs d'oxyde de cérium de type CERI 3000G fournis par la société Pieplow & Brandt. Ce type de grains est utilisé pour les travaux optiques de précision. Un polissoir en polyuréthane de type LP35 fourni par la même société a été également utilisé. L'opération a été effectuée en fixant les conditions citées au tableau 5.5. Le principe de l'opération est montré à la figure 5.13.

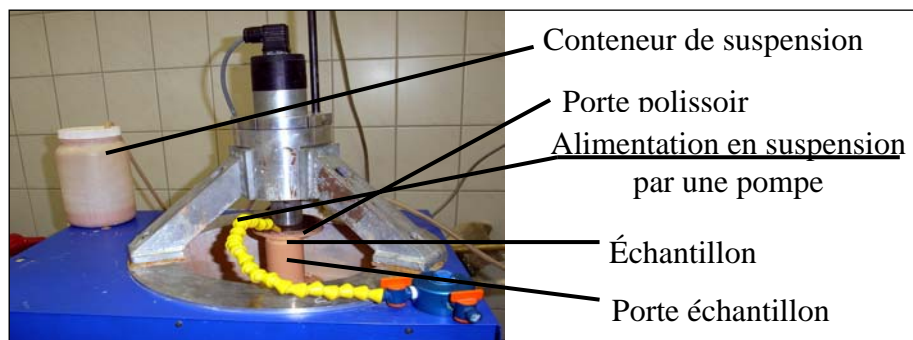


Figure 5.13 : Principe du CMP en mode d'alimentation continue

Condition de travail	
Vitesse de l'échantillon	165 tr/min
Vitesse du polissoir	155 tr/min
Échantillon	BK7 (Ø 40mm)
Concentration de la suspension	0,5 g /ml
Force de polissage	28N
Grains abrasifs	Ceri 3000G (oxyde de cérium)
Polissoir	Lp 35 (polyuréthane)

Tableau 5.5 : Condition de travail lors du CMP en mode d'alimentation continue

Lors du déroulement de l'opération la caractérisation de la surface (rugosité, écart de forme et perte en masse) a été effectuée durant 2 heures de polissage. Cependant la récupération des grains pour caractérisation a été faite pendant 4 heures.

Les résultats de la variation de l'état de surface ainsi que les profils obtenus par le profilomètre mécanique (Form talysurf serie2) sont montrés aux figures 5.14, 5.15 et 5.16. L'efficacité de polissage est donnée par la figure 5.17.

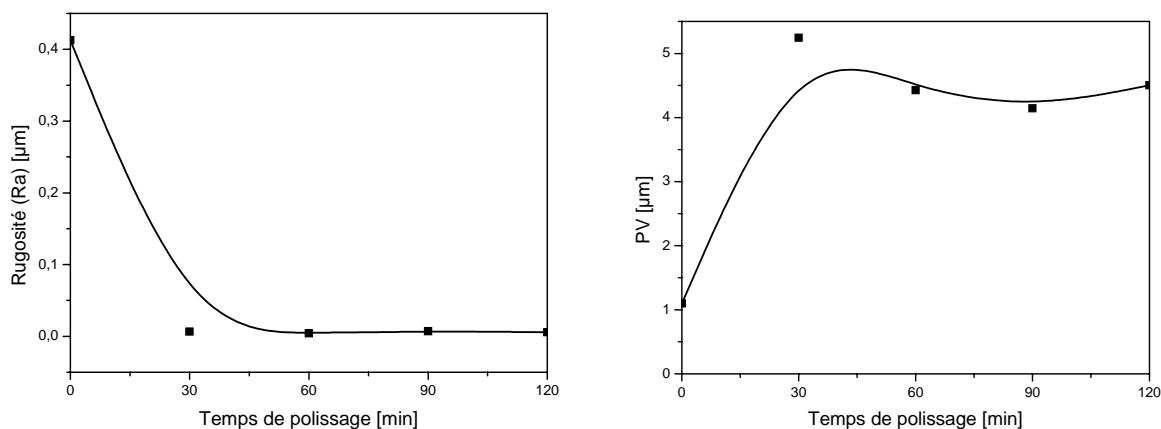
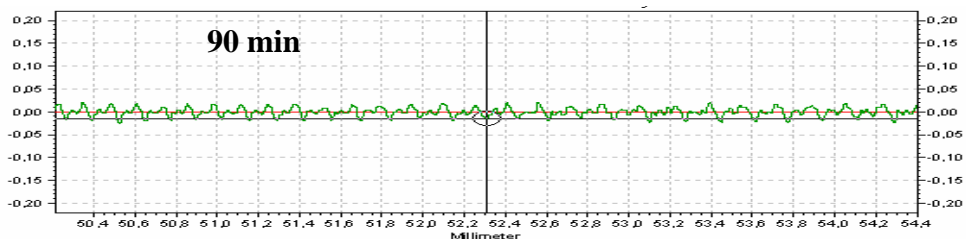
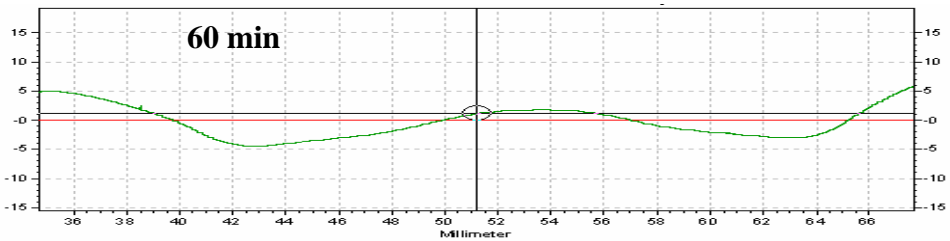
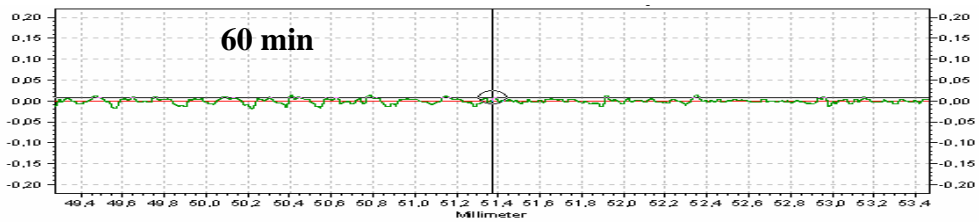
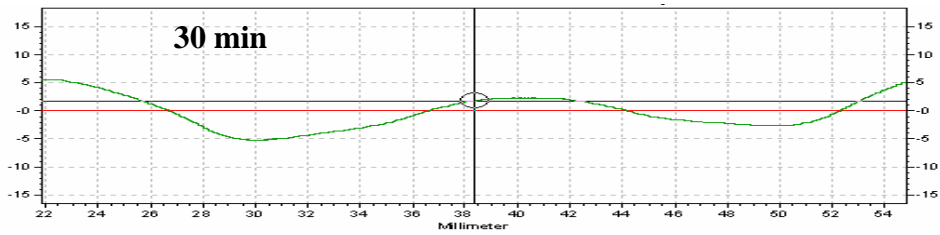
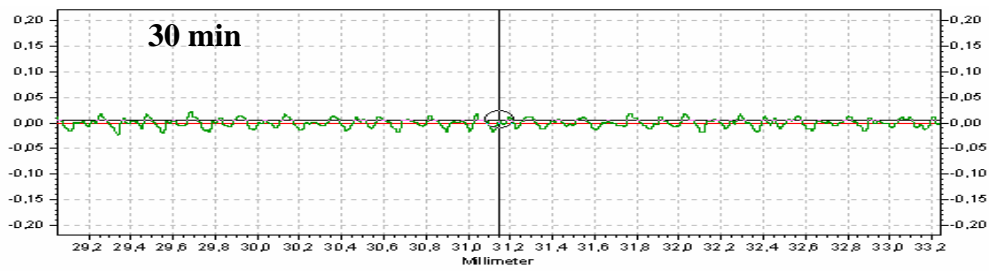
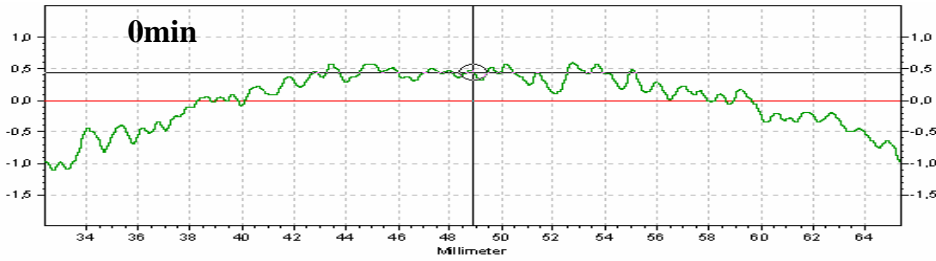


Figure 5.14 : Variation de la rugosité (Ra) et de l'écart de forme (P-V) en fonction du temps de polissage



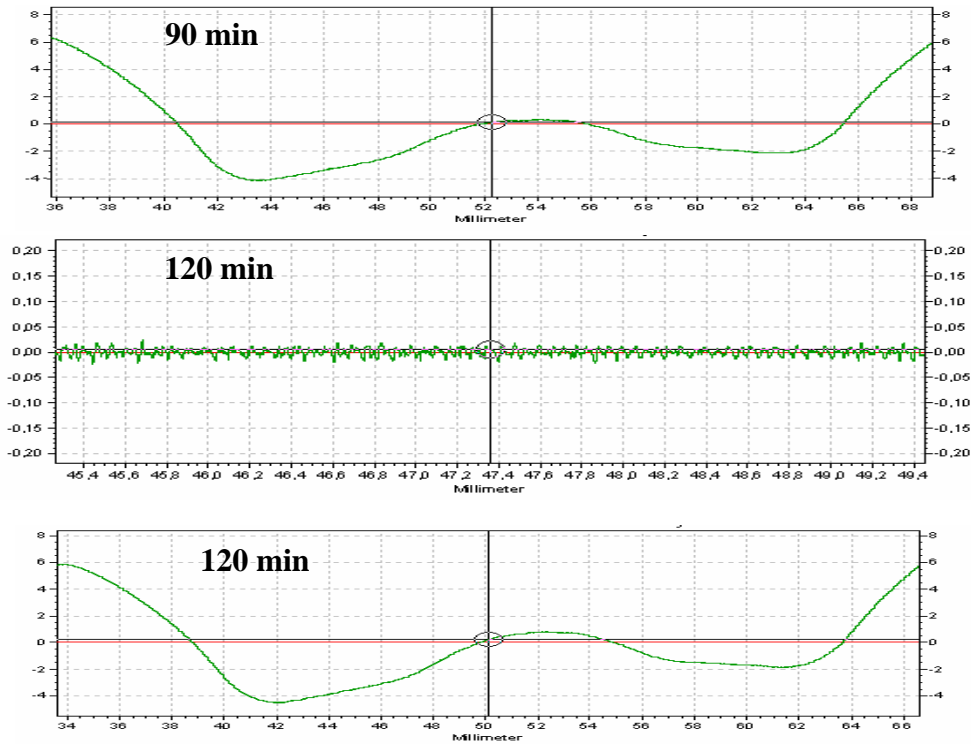


Figure 5.15 : Profil de la surface de 0 minute à 120 minutes de polissage

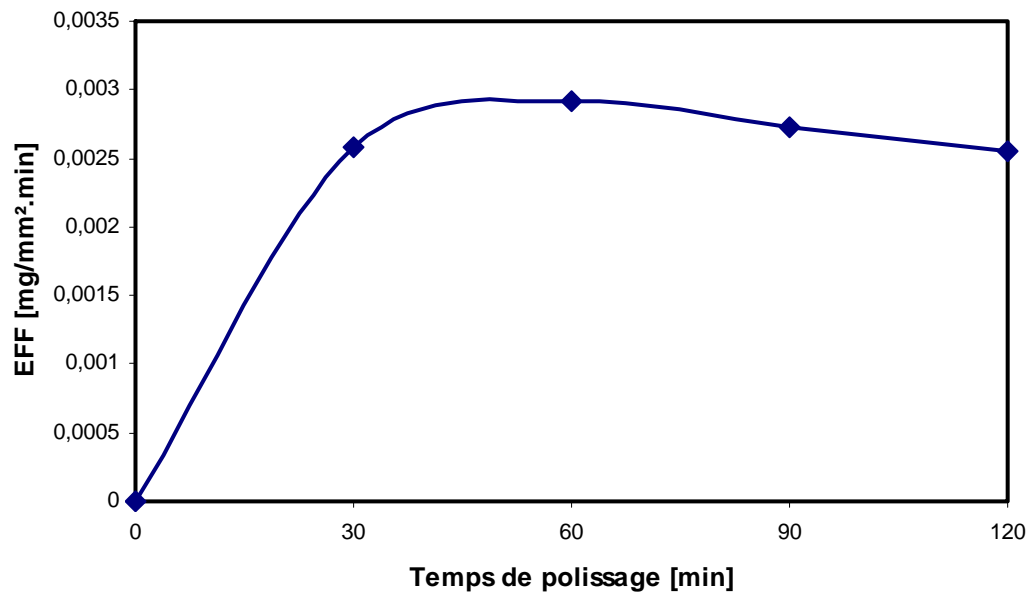


Figure 5.17 : Variation de l'efficacité de polissage en fonction du temps de polissage

Sur la figure 5.17 montrant l'évolution de l'efficacité du processus de polissage en utilisant la même suspension de grains abrasifs d'oxyde de cérium pour une grande durée, il est à remarquer que l'efficacité de polissage augmente durant la première heure d'emploi de la suspension en

suite elle tend à se stabiliser avant de se décroître après une longue durée d'emploi. Ce résultat a été trouvé par Cumbo [Cum95] où il a trouvé une proportionnalité inverse entre la taux d'enlèvement de matière et le diamètre moyen des grains abrasifs, ce qui est également trouvé dans nos résultats (voir fig.5.17 et 5.20) ceci peut être expliqué par le fait que les grains abrasifs enlèvent la matière régulièrement au début et en fonction du temps le taux d'enlèvement augmente après un temps d'utilisation les grains abrasifs subissent une usure que se soit par leurs fracture et par conséquent ils deviennent de grosseur plus fine ce qui est montré par les résultats de la distribution granulométrique cette finesse permis de produire un taux d'enlèvement plus faible, si non par l'usure de leurs arrête vifs ce qui conduit au même résultat déjà cité . L'évolution de l'état de surface comme le montre la figure 5.14 et les profils de la figure 5.15 indiquent que la rugosité diminue jusqu'à un temps puis elle tend à se stabilisée. Cette variation de l'état de surface est la plus observée dans les opérations de polissage et elle est justifiée par le fait que les grains fins de polissage enlèvent les défauts microgéométriques pour laisser une surface lisse dont la rugosité diminue au fur et à mesure que le temps de polissage augmente. Cette diminution de la rugosité atteint sa limite au temps de polissage optimal après le quel les grains rayent la surface polie et produit l'augmentation de la rugosité. Par ailleurs, l'écart de forme ne suit pas la même évolution de la rugosité, il augmente dans les 30 premières minutes puis il décroît pour se stabiliser. Cette variation peut être dû aux effets de la surface de contact entre polissoir et échantillon, et la distribution de la suspension entre polissoir et surface à polir. En effet, et vu que la surface de contact entre polissoir et surface est variable durant l'opération de polissage ceci peut produire des défaut de forme de surface, ce résultat est en concordance avec celui trouvé dans l'étude [Ali07]. A cela s'ajoute la probabilité de la non distribution uniforme de la suspension dans la zone de travail ce qui conduit à l'enlèvement de matière non uniforme sur la surface de l'échantillon et par conséquent la forme de la surface peut être influencée.

Les grains récupérés ont été caractérisés en effectuant les opérations suivantes:

- Visualisation par MEB
- Mesure de la distribution granulométrique
- Détermination de la composition chimique
- Cartographie X (X Mapping) effectué par MEB

Les résultats trouvés sont montrés aux figures 5.18 -5.22

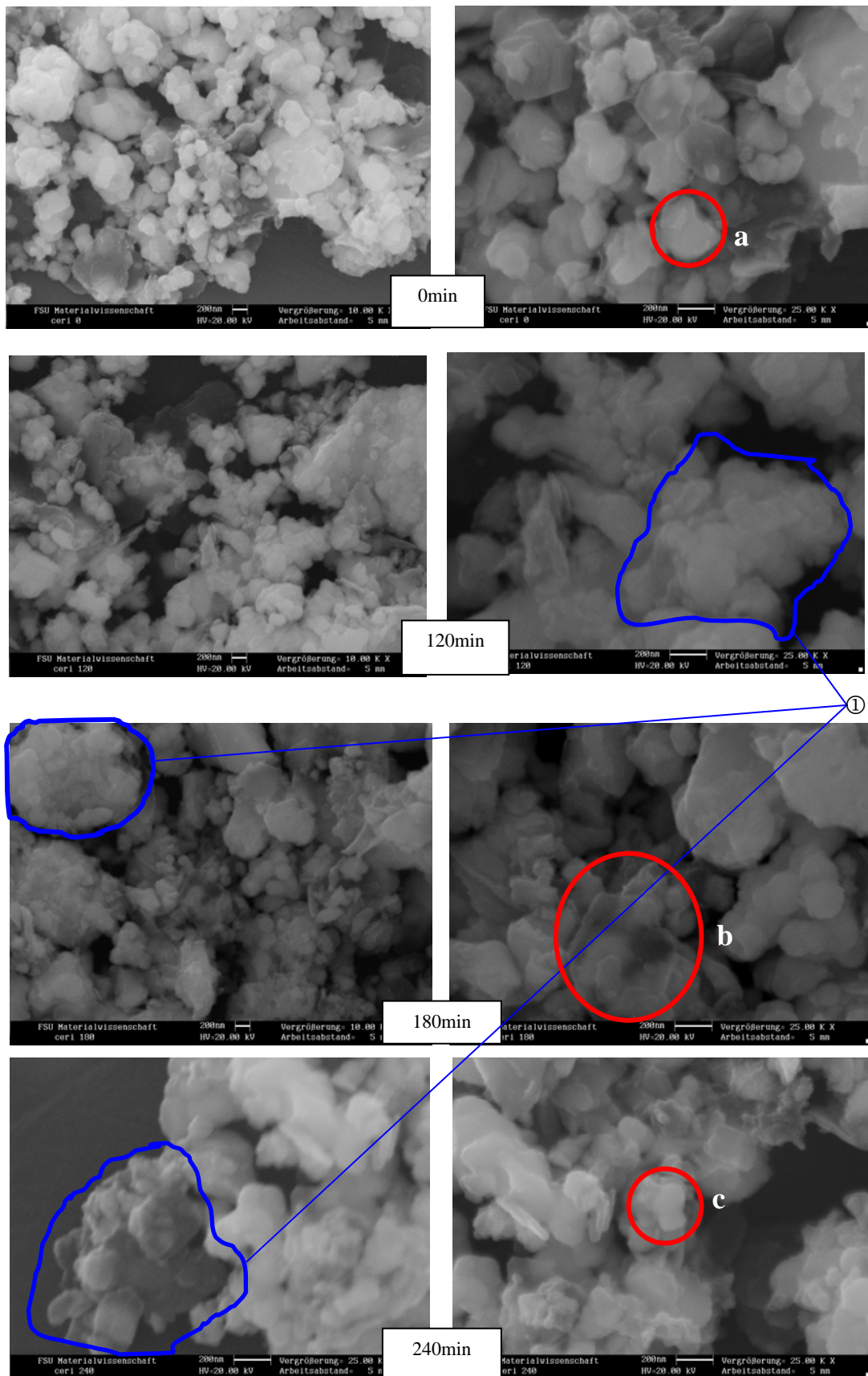


Figure 5.18: Micrographies des grains d'oxyde de cérium (Ceri 3000G)

en fonction du temps de polissage

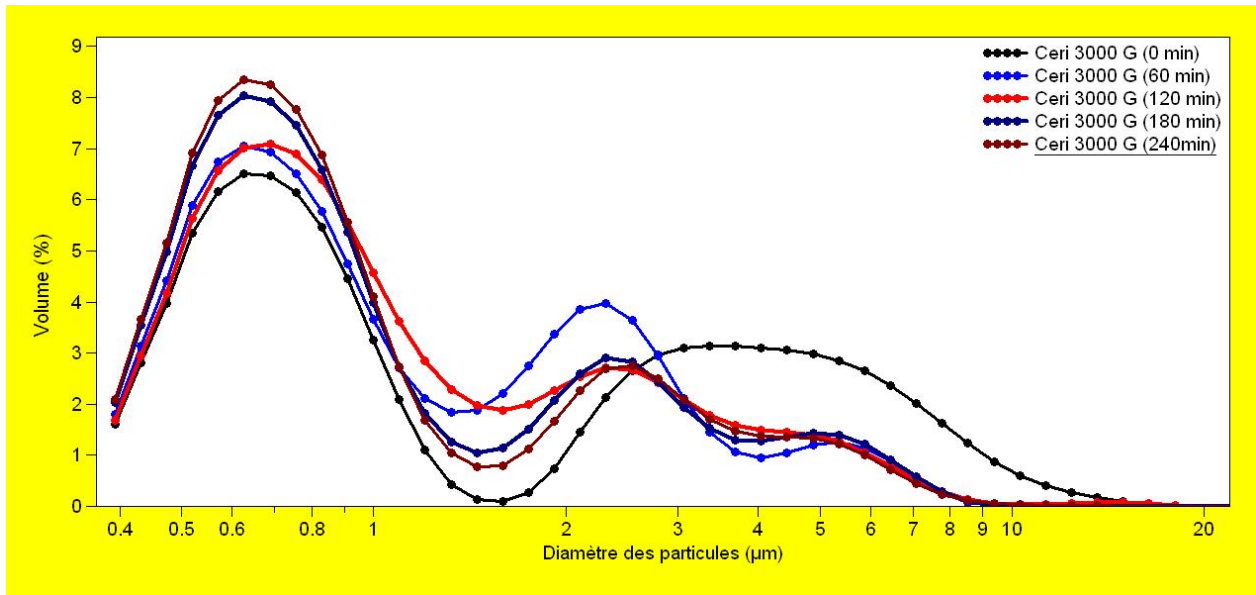


Figure 5.19 : Distribution granulométrique des grains abrasifs (Ceri 3000G) en fonction du temps de polissage

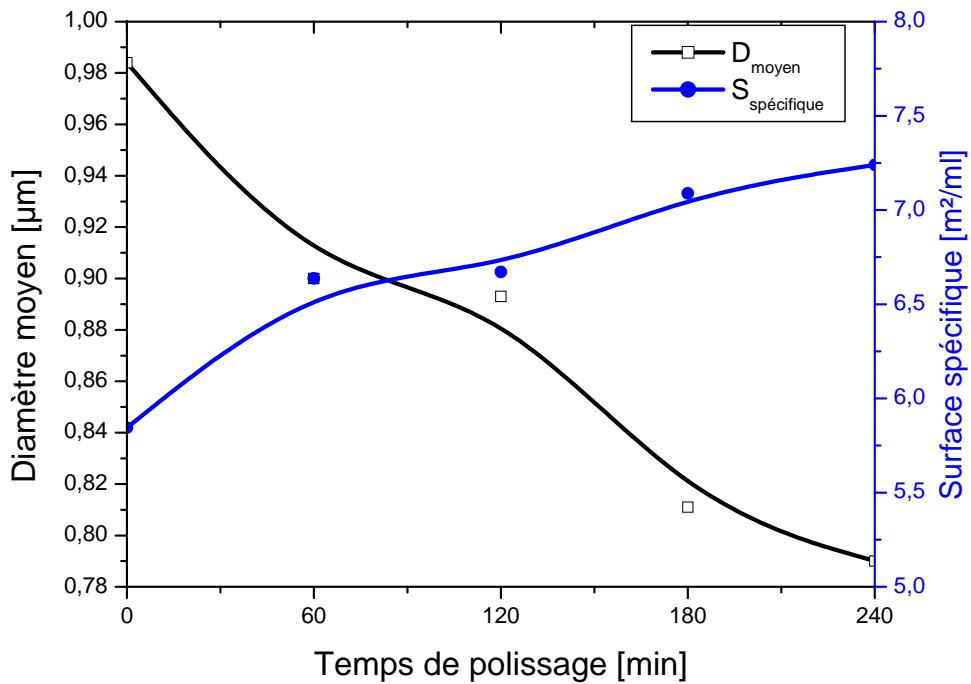


Figure 5.20 : Corrélation entre le diamètre moyen et la surface spécifique des grains abrasifs (ceri 3000G) en fonction du temps de polissage

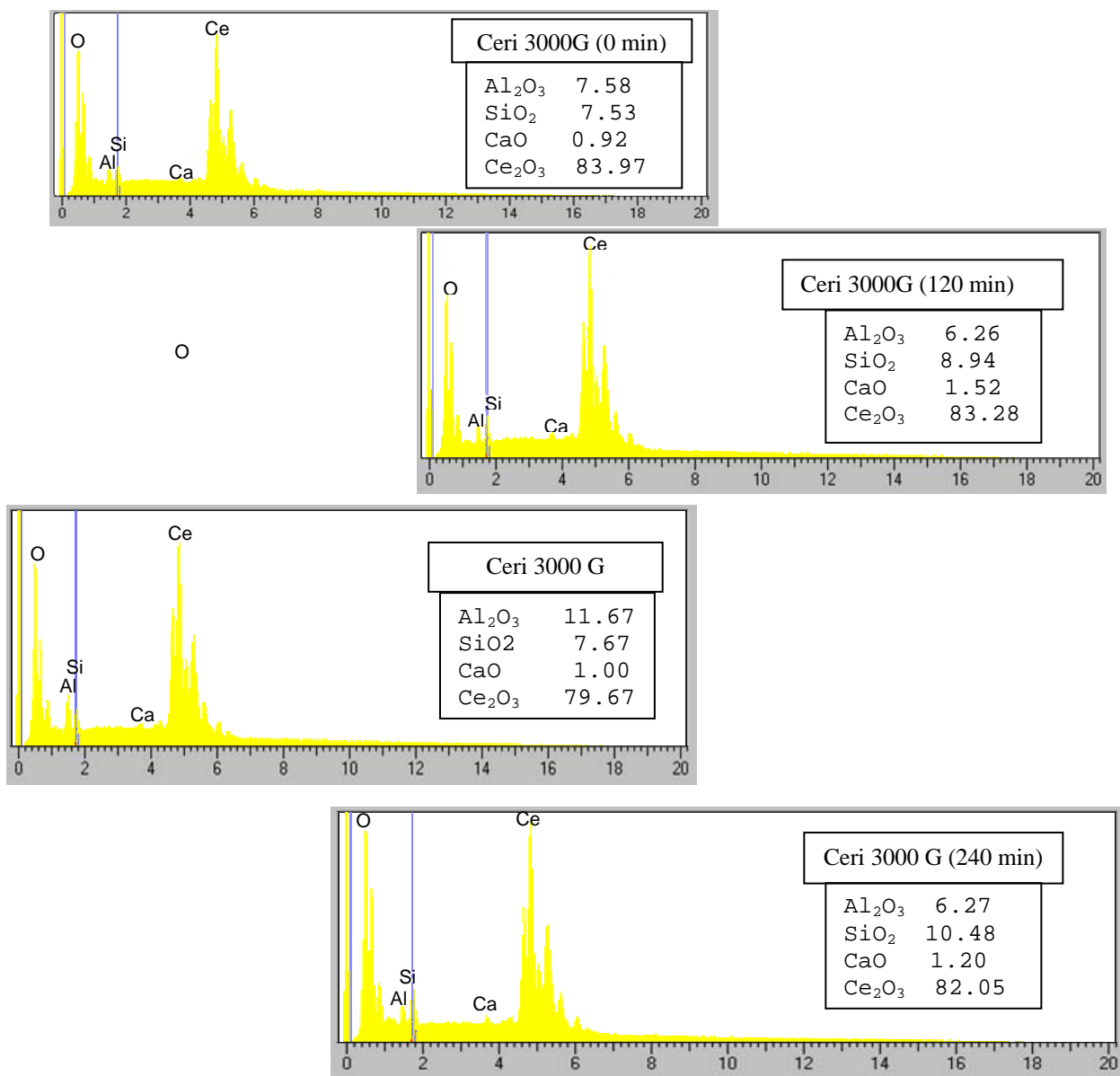
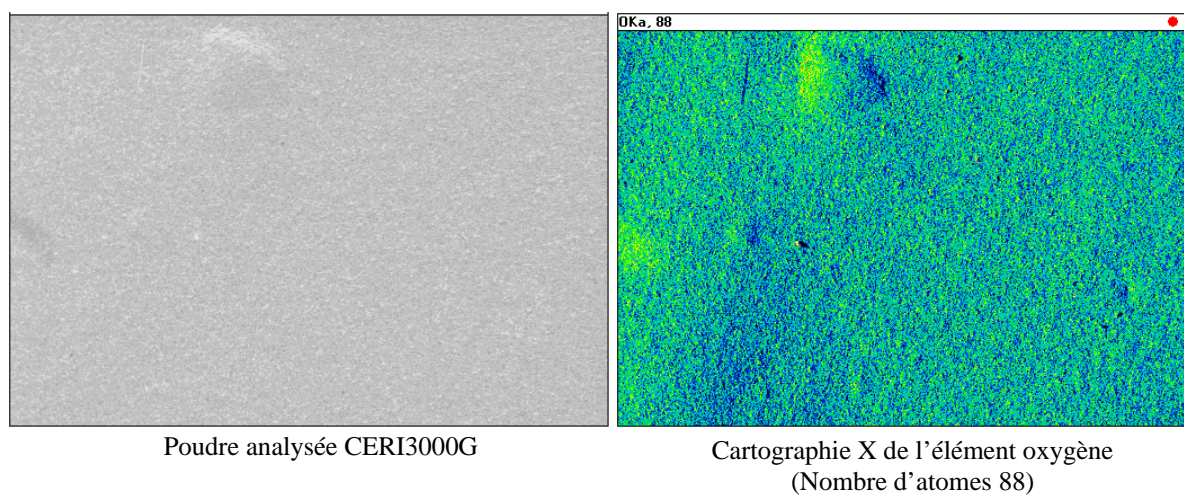


Figure 5.21: Composition chimique des grains abrasifs d'oxyde de cérium récupérés au cours du polissage



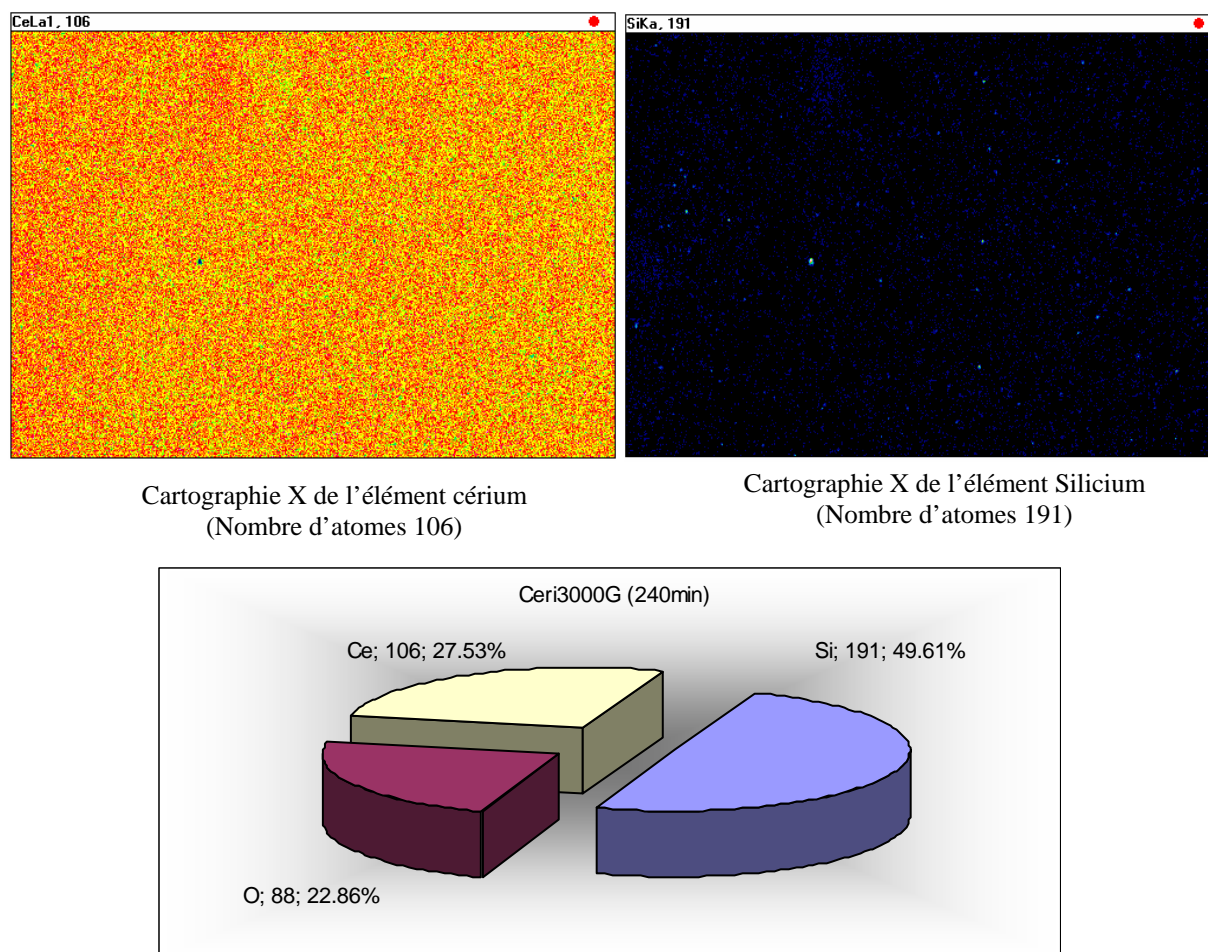


Figure 5.22: Cartographie X des grains abrasifs d'oxyde de cérium (Ceri 3000G)
Récupérés à 240 minutes de polissage

La caractérisation des grains a démontré que les grains abrasifs d'oxyde de cérium utilisés ont subi une certaine variation dans leurs dimensions tandis qu'ils ont gardé leurs propriétés morphologiques. En effet, les résultats de la figure 5.18 montre que les grains abrasifs garde le long des quatre heures de leurs emplois la même morphologie (voir détails a, b, c fig.5.18) avec le changement de la grosseur en fonction du temps de polissage et il est à noter que les grains abrasifs au fur et à mesure de leurs emplois se regroupent pour former des agglomérats (voir détail ① fig.5.18) ce qui est dû au phénomène des effets colloïdaux existant en général dans le processus de polissage comme il a été cité dans les travaux [KAI98, Cum95, Tes91, Tes 92bis, Abi04]. Où les auteurs ont montré le rôle crucial des effets colloïdaux dans le processus de polissage surtout lorsque les grains abrasifs deviennent plus fine ainsi que la possibilité du changement du pH de la suspension dû à la présence de nouveaux éléments produits par le processus de polissage, ceci favorise leurs agglomérations (voir schémas de la

figure 5.24). Ce phénomène est aussi bien montré par la distribution granulométrique des grains présentée à la figure 5.19 où on remarque que cette distribution n'est pas parfaitement gaussienne. Effectivement, bien que le diamètre moyen des grains est autour de 1 μm , un volume considérable de grains représente un diamètre plus grand allant jusqu'à 5 μm . Cependant, le taux des grains de faible grosseur augmente relativement au temps initial ce qui peut être dû à l'usure des grains abrasifs, seulement cette usure n'est pas importante. Ceci est montré par la faible variation du diamètre moyen des grains ainsi que la surface spécifique (voir fig. 5.20). La faible usure des grains abrasifs lors du polissage est liée soit à la finesse des grains qui ne facilite pas l'existence du phénomène de fracture des grains vu que la surface de contact grains échantillon est très faible. Il est à noter que plusieurs travaux ont fait allusion à la possibilité du non fracture des grains abrasifs dépassant un certain seuil de grosseur, Kaller [Kal98] a rapporté que Rebutisch et al. [reb59] dans leurs travaux ont suivis l'évolution des grains abrasifs d'oxyde de cérium par microscope électronique et ont trouvés qu'à une certaine grosseur il n'été pas possible de suivre la variation de la grosseur à cause d'agglomération des grains. D'autres travaux ont fixés le seuil de la fracture des poudres abrasives de polissage à 1 μm [Kle55, Sch71, Rum59]. Si non elle est due à la nature de contact entre les grains, le polissoir et l'échantillon, où un grand taux de grains est imbibé dans le polissoir doux sous l'effet de la pression de polissage (voir fig.5.23 et 5.25). Où on remarque que les trous du polissoir sont pleins de grains abrasifs ainsi que la composition chimique du polissoir prouve la présence de l'oxyde de cérium en plus de la silice qui peut provenir des débris de verre enlevés.

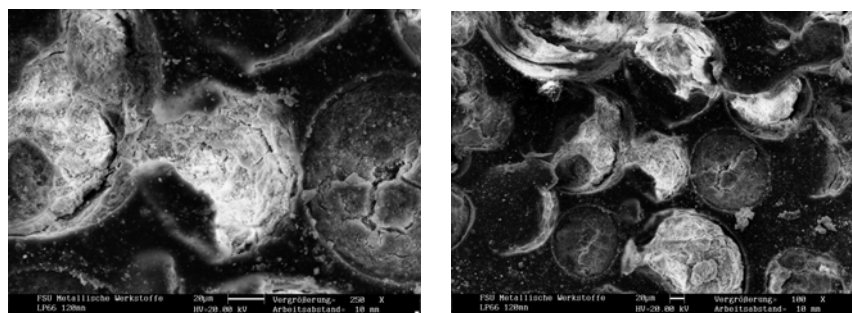


Figure 5.23 : Micrographies d'un polissoir (Lp 66) utilisé en polissage pour 120 minutes

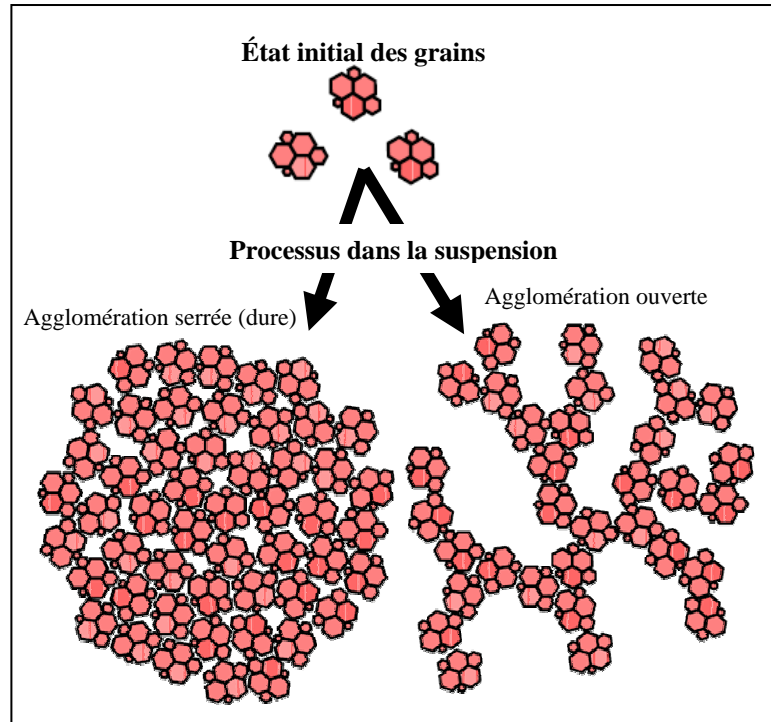


Figure 5.24: Schémas d'agglomération des abrasifs lors du polissage

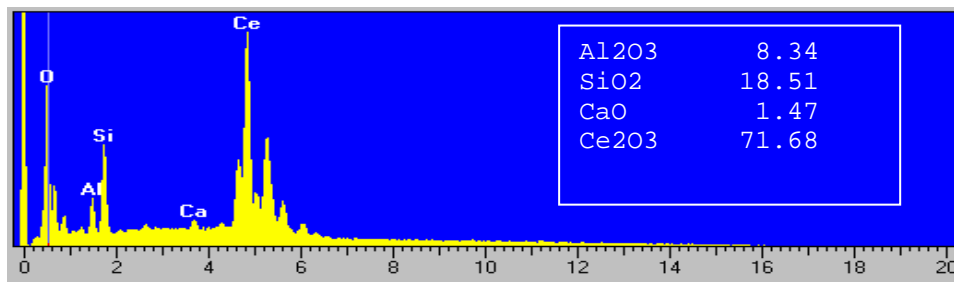


Figure 5.25 : Composition chimique d'un polissoir (Lp 66) utilisé en polissage pour 120 minutes

La figure 5.21 présentant les compositions chimiques des grains récupérés ne montre pas une différence considérable entre les compositions chimiques des grains en fonction du temps, plus spécialement la teneur en silice des poudres récupérés. Ceci peut être dû soit au taux d'enlèvement de matière très faible comparativement au doucissage, soit à la quantité de débris de verre enlevés récupérés avec les grains vu la différence de grosseur très importante entre les deux ce qui rend la probabilité de trouver les débris de verre imbibé dans le polissoir plus grande que de les récupérer avec les grains abrasifs. Cette hypothèse est bien montrée par les résultats obtenus à la figure 5.25, où le taux de la silice est nettement plus élevé que celui obtenu avec les grains récupérés à 240 minutes. Quoique le taux de silice dans ces derniers est plus élevé que celui à l'état initial. Ce résultat est également montré par la figure 5.22 où le

comptage des grains effectué par cartographie X montre que dans l'échantillon des grains récupérés à 240 minutes, le taux de la silice est plus élevé.

L'influence du comportement chimique de la suspension d'oxyde de cérium durant le processus de polissage qui consiste essentiellement aux effets colloïdaux nous a mené à vérifier un échantillon en oxyde de cérium de type (Ceri 3000G) utilisé en polissage pendant 240 minutes par la mesure du potentiel Zêta (ζ potential). La technique a été effectuée par un appareil de mesure de potentiel zêta du type « Acousto Sizer IIs » (voir fig.5.26) fabriqué par la société américaine « Colloidal Dynamics ». Cet appareil permet la mesure de potentiel Zêta (ζ), en fonction du pH, en plus de la distribution granulométrique.



Figure 5.26: L'acoutsizer IIs

Les essais ont été effectués en fixant les paramètres présentés au tableau 5.6.

Densité des particules en suspension	7.3
Concentration (initial) (grains en suspension)	4,75 % du poids
Constante diélectrique des particules en suspension	7
Nature du dispersant	NaOH
Densité du dispersant (à 25°C)	0,9971 g/ml
Viscosité du dispersant (à 25 °C)	0,8904 cp
Constante diélectrique du dispersant	78,3
Concentration du dispersant	1 mole/l
Volume initial de l'échantillon (solution)	170 ml
pH initial	7
Conductivité initiale	0,0083 S/m
Volume final de l'échantillon (solution)	172,683 ml
pH final	12
Volume ajouté du dispersant	2,683 ml
Conductivité finale	0,3204 S/m

Tableau 5.6 : Paramètres des essais de mesure du potentiel zêta et de la distribution granulométrique

Les résultats obtenus de la variation du potentiel zêta et de la conductivité en fonction de la variation du pH est présenté par la figure 5. 27.

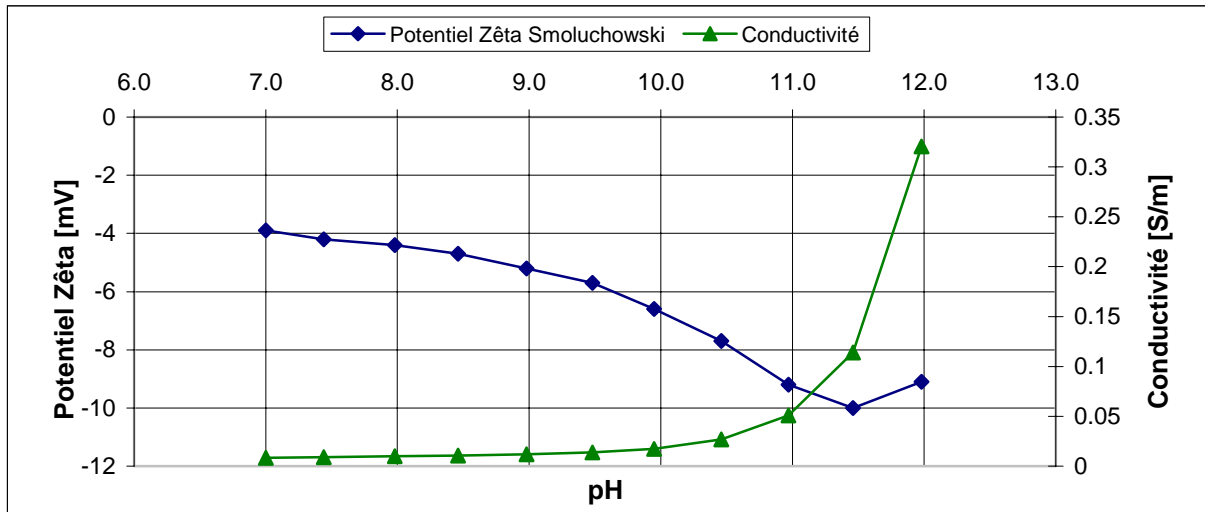


Figure 5.28 : Corrélation entre le potentiel zêta et la conductivité

En ce qui concerne la distribution granulométrique et la corrélation entre le potentiel zêta et la variation du diamètre moyen en fonction du pH de la solution ils sont représentés par les courbes des figures 5.28 et 5.29 respectivement.

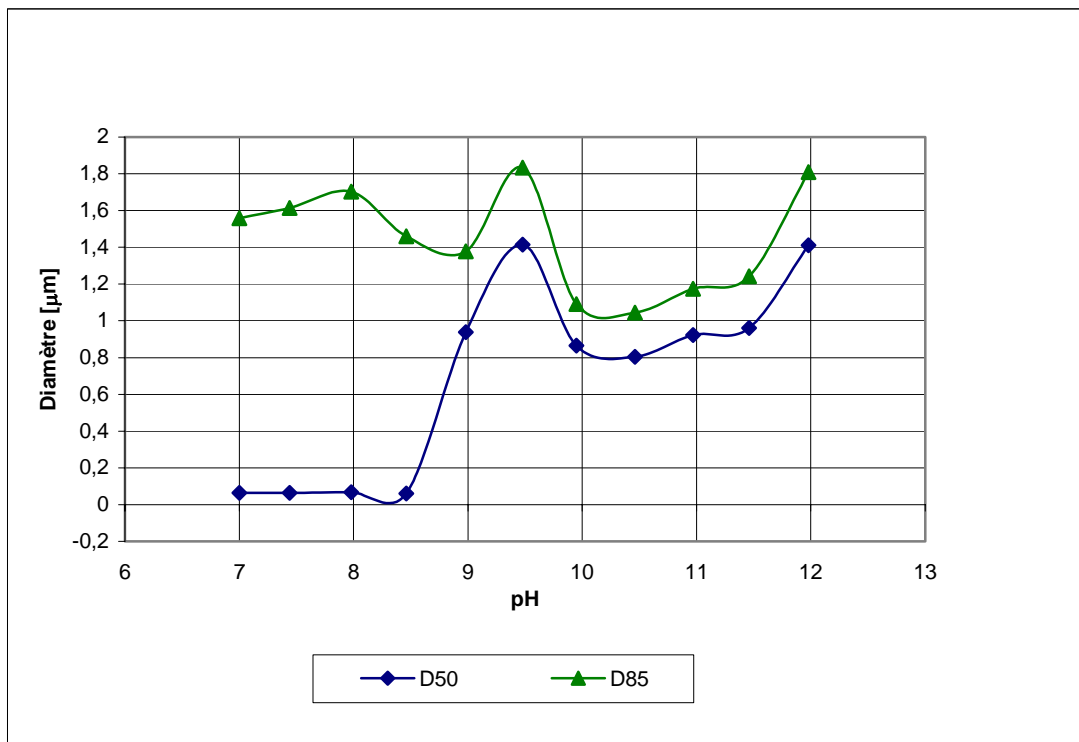


Figure 5.28 : Variation de la distribution granulométrique en fonction du pH de la solution

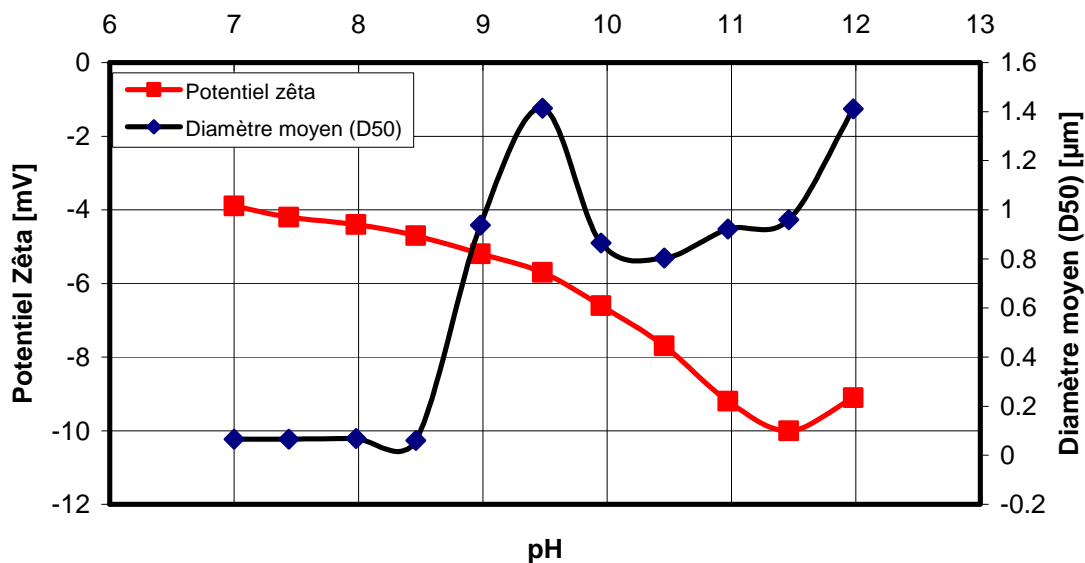


Figure 5.29 : Corrélation entre le potentiel zêta et le diamètre moyen en fonction du pH

D'après les résultats obtenus, il est à remarquer que le potentiel ζ varie entre -4 mV et -10 mV en fonction du pH, cependant la conductivité augmente considérablement quand le pH de la solution dépasse 10. La variation du potentiel ζ indique d'après les classifications de la stabilité des solutions colloïdales en fonction du pH effectué par Riddik [Rid68] et Ney [Ney73] que la solution ayant un potentiel ζ compris entre +5 mV et -30 mV présente une instabilité sous différents aspects. Ceci est aussi bien démontré par les résultats de la figure 5.28 et 5.29 où la variation des diamètres D50 et D85 n'est pas stable en fonction du pH. En effet, La corrélation entre la variation du diamètre moyen et le potentiel ζ en fonction du pH montre que au fur et à mesure que le potentiel ζ diminue, le diamètre moyen augmente ou il subit une perturbation ce qui peut être dû à la formation d'agglomération rendant ce diamètre plus important lorsque le potentiel ζ décroît.

4. CONCLUSION

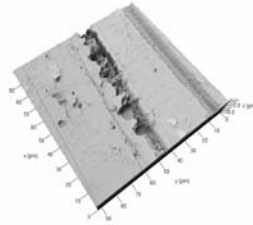
L'usure des poudres abrasives utilisées en CMP est très difficile à étudier vu la finesse des grains ainsi que l'effet d'un nombre important de paramètres de polissage. Dans ce chapitre les résultats trouvés nous ont permis de déduire que:

- Les grains abrasifs d'oxyde de cérium subissent une usure partielle lors de leur utilisation en une phase de polissage mécano chimique et ceci est étroitement lié aux paramètres de l'opération.
- Le même phénomène est observé lors de l'emploi des grains abrasifs dans des opérations plus longues (travail en continue), cependant le type de grains d'oxyde de

cérium utilisé présente une certaine résistance à l'usure relativement aux autres types essayés pour des courtes phases de polissage.

- Le phénomène des effets colloïdaux est très présent dans le processus de CMP et engendre la formation d'agglomération granulaire pouvant avoir un effet néfaste sur les résultats du processus.
- L'usure des grains abrasifs d'oxyde de cérium est le plus probable causée par la fracture des grains ce qui a permis aux grains abrasifs de conserver dans la plus part des cas leur morphologie irrégulière.

CHAPITRE 6 :
TRIBOLOGIE ET MODE D'ENLÈVEMENT EN DOUCISSAGE
ET POLISSAGE DU VERRE OPTIQUE



1.	Action des grains abrasifs en doucissage et polissage du verre.....	137
1.1.	Introduction	137
1.2.	Rayures causées par l'essai de scratch	137
1.2.1.	Procédure expérimentale.....	137
1.2.2.	Résultats et interprétations.....	139
1.3.	Rayures causées par doucissage.....	148
2.	Comportement tribologique en doucissage et polissage.....	155
1.	Phénomène de frottement en doucissage et polissage.....	155
1.1.	Procédure expérimentale.....	155
1.1.1.	Coefficient de friction en doucissage.....	156
1.1.1.1.	Calcul du coefficient de friction.....	158
1.2.	Résultats et interprétations.....	160
1.	Doucissage par abrasifs liés.....	160
2.	Doucissage par abrasifs libres.....	161
3.	Polissage par abrasifs libres.....	162
3.1.	Effet du temps de polissage.....	163
3.2.	Effet de la vitesse.....	165
3.3.	Effet de la nature du polissoir.....	166
4.	CONCLUSION.....	167

CHAPITRE 6

TRIBOLOGIE ET MODE D'ENLÈVEMENT EN DOUCISSAGE ET POLISSAGE DU VERRE OPTIQUE

1. Action des grains abrasifs en doucissage et polissage du verre

1.1.Introduction

L'interaction entre les particules abrasives et la surface à traiter est très importante durant le doucissage et le polissage. En effet, c'est cette interaction qui cause la déformation et l'enlèvement de la matière [Li98]. L'étude de cette action n'est possible que par l'assimilation pratique du phénomène.

Le test de scratch (essai de rayure) est devenu fondamental pour la compréhension du phénomène de l'action grain/matière et ainsi le mode d'enlèvement de matière en doucissage, en polissage et l'usure abrasive du moment que tous ces processus sont fonctions de l'action cumulée d'un grain individuel [Li98, Bro97].

Afin d'étudier l'action des grains abrasifs sur les verre lors de son doucissage et de son polissage ainsi que le mode d'enlèvement de matière et l'effet des paramètres de l'opération. Une assimilation expérimentale par emploi des essais de scratch par indenteur Rockwel ont été effectués.

1.2.Rayures causées par l'essai de scratch

1.2.1. Procédure expérimentale

Les essais de scratch ont été réalisés par un appareil de scratch (voir fig.6-1). Les forces normales et tangentielles sont mesurées par un dynamomètre Kistler à 3 composantes.

L'essai de rayure est réalisé par un indenter sphérique en diamant de diamètre 200 μm et angle d'inclinaison de 120° (voir fig.6.1). Lors de l'essai, l'indenteur se déplace, selon une direction parallèle à la surface de l'échantillon, sur le matériau à vitesse constante. Une force normale est imposée dans deux modes différents, l'un constant où la force normale est constante, l'autre progressif lorsque la force est variable (voir fig.6.2). Dans certains essais scratch et en plus, de la force normale et la force tangentielle, l'émission acoustique et la profondeur de pénétration sont mesurées. La morphologie des rayures est caractérisée par microscope optique « Werth ScopeCheck®200 » (voir fig.3.3) et le microscope confocal à balayage laser (CLSM) (voir fig 4.2), ou par profilomètre mécanique « Form Talysurf serie 2 » (voir fig. 3.2)

La commande de déplacement et chargement de l'indenteur ainsi que l'enregistrement des résultats des forces sont effectués par commande numérique.

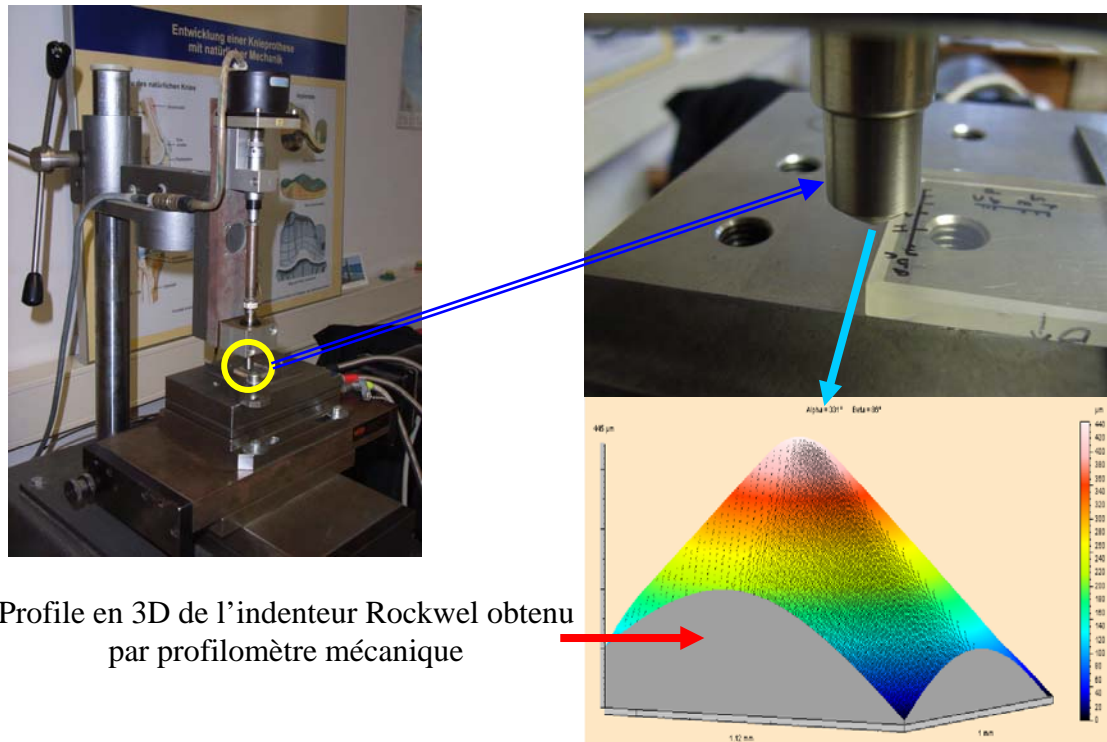


Figure 6.1 : Appareil des testes de rayure (scratch tests)

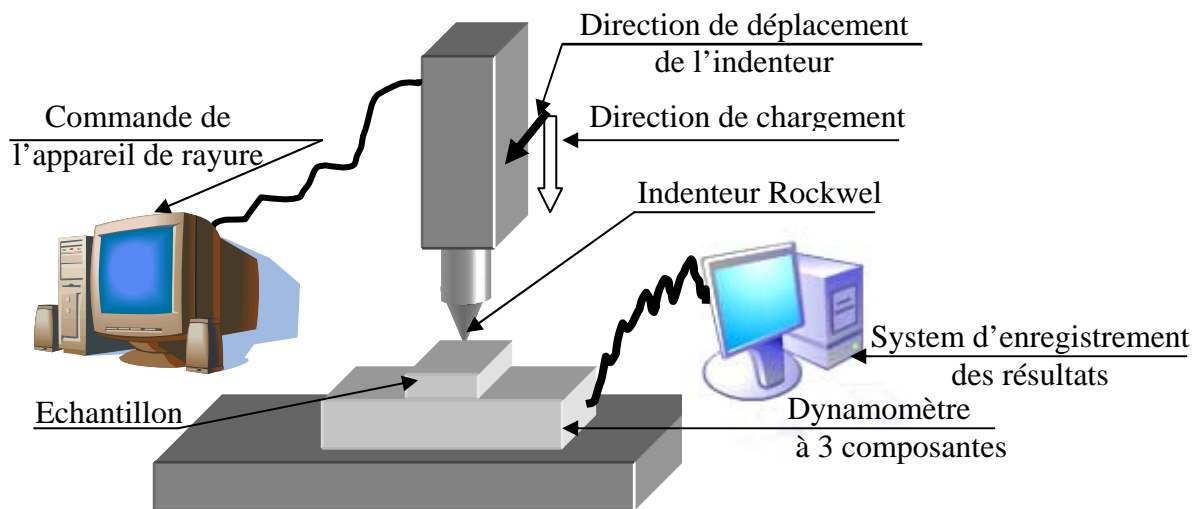


Figure 6.2 : Principe de l'essai de rayure (scratch)

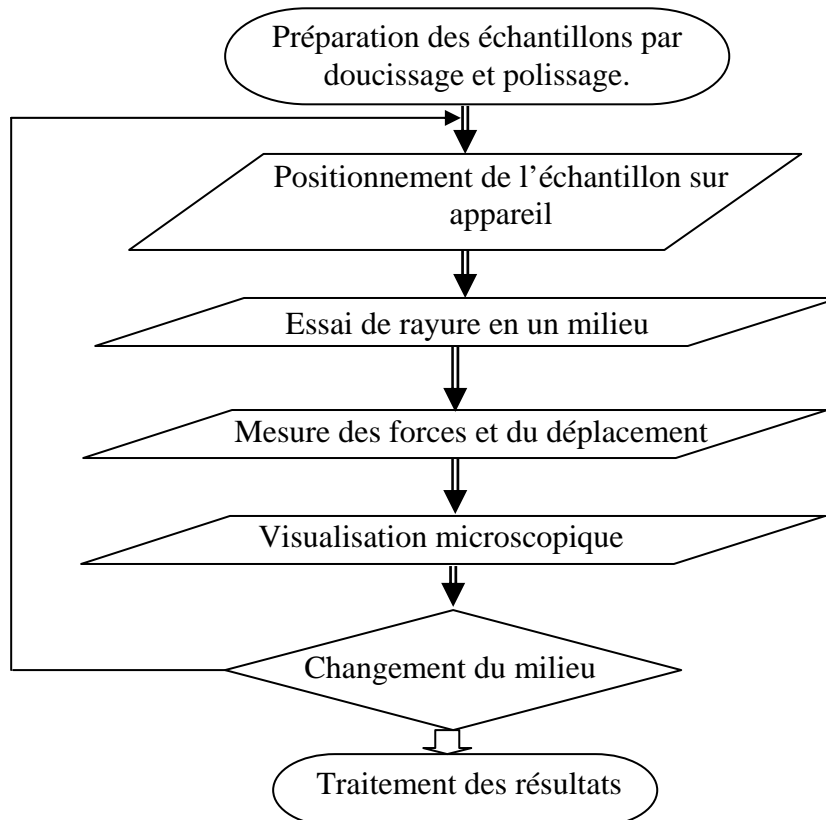
Les essais de rayures ont été faite sur trois types de matériaux fragiles : un verre borosilicate (BK7) (douce et poli), un verre céramique (Zerodur®) et le silicium monocristallin dont les duretés Vickers mesurées sont présentés au tableau 6.1.

Échantillon	BK7 poli	BK7 douci	Silicium monocristallin	Zerodur ®
Hv 0.1N	612	645	1087	738

Tableau 6.1: Résultats de la dureté Vickers des échantillons utilisés en scratch

Déroulement des essais

La procédure expérimentale a été faite selon l'organigramme suivant :



Les essais de rayure ont été effectués en mode progressif par application d'une force progressive de 1 à 15 N, dans deux milieux : l'eau et à sec pour les trois échantillons et en trois milieux pour le verre BK7.

1.2.2. Résultats et interprétations

1. Relation entre rapport de force (coefficient de frottement) et déplacement

L'ensemble des résultats de la variation du rapport de forces (normales et tangentielles) ont la même allure. L'approximation théorique des résultats expérimentaux trouvés a donné une variation exponentielle du rapport de force en fonction du déplacement décrite par la relation 6.1.

$$\mu = Ae^{(-D/B)} + C \dots\dots\dots(6.1)$$

μ : Rapport de force (coefficient de frottement), D : Déplacement en mm, A,B,C : c^{te}.

La figure 6.3 montre l'évolution du rapport de force en fonction du déplacement de l'indenteur (D) du verre BK7 en milieu sec. La variation du coefficient de frottement en fonction du déplacement est donnée par la relation 6.2 .

$$\mu = 0,4449e^{(-D/1,34441)} + 0,05328 \dots\dots(6.2)$$

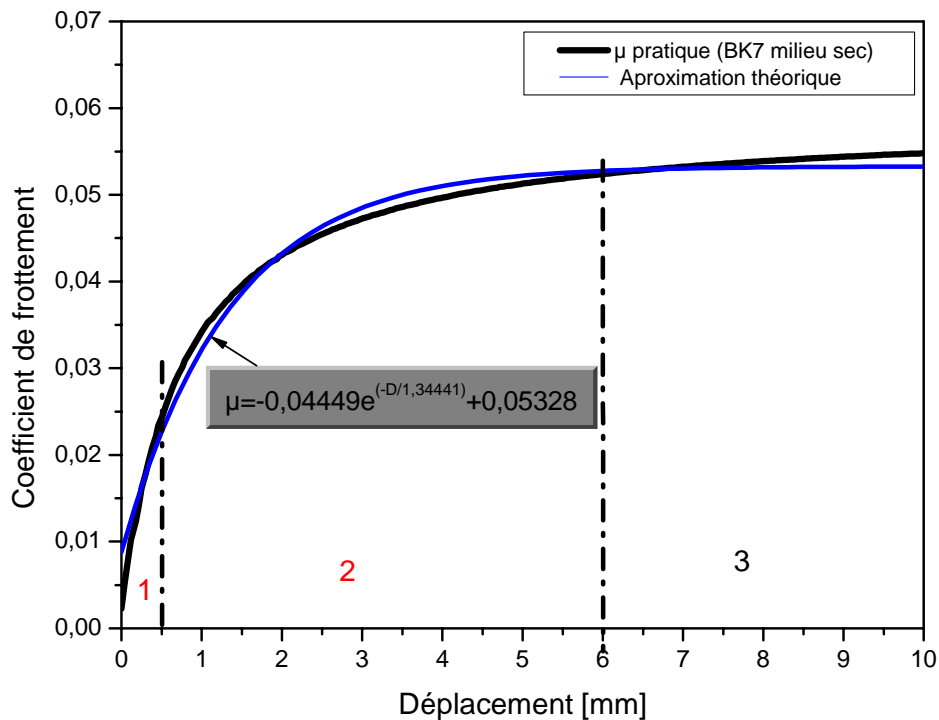


Fig.6.3 : Variation du coefficient de frottement en fonction du déplacement [Bel07bis]

D'après la figure 6.3, le coefficient de frottement varie exponentiellement en fonction du déplacement, comme il a été prouvé par l'approximation théorique où le coefficient augmente rapidement au début du déplacement puis il tend à se stabiliser vers la fin du déplacement. Ceci peut être interpréter par le faite qu'au début du test de rayure la croissance de la force tangentielle est relativement plus rapide que la force normale engendrant ainsi un rapport de force de plus en plus grand en fonction du déplacement. Au début de fissuration du verre cette croissance devient de plus en plus identique pour les deux forces permettant ainsi la stabilisation de leurs rapports. D'un autre point de vue, l'évolution du coefficient de frottement peut être expliqué en trois phases. La première phase est le début de scratch où la force de frottement est faible dû à la faible surface de contact. Au fur et à mesure que la force

augmente les rayures sont créées dû à l'application de forces supérieures à la force critique, ce qui engendre la croissance rapide et considérable de la surface de contact et par conséquent la croissance rapide du coefficient de frottement. En dernière phase, l'augmentation de charges supérieures à la force critique n'est pas accompagnée par une augmentation considérable de la surface de contact ce qui résulte une variation très faible du coefficient de frottement.

2. Effet du milieu de scratch

La figure 6.4, montre la variation du coefficient de frottement dans les trois milieux.

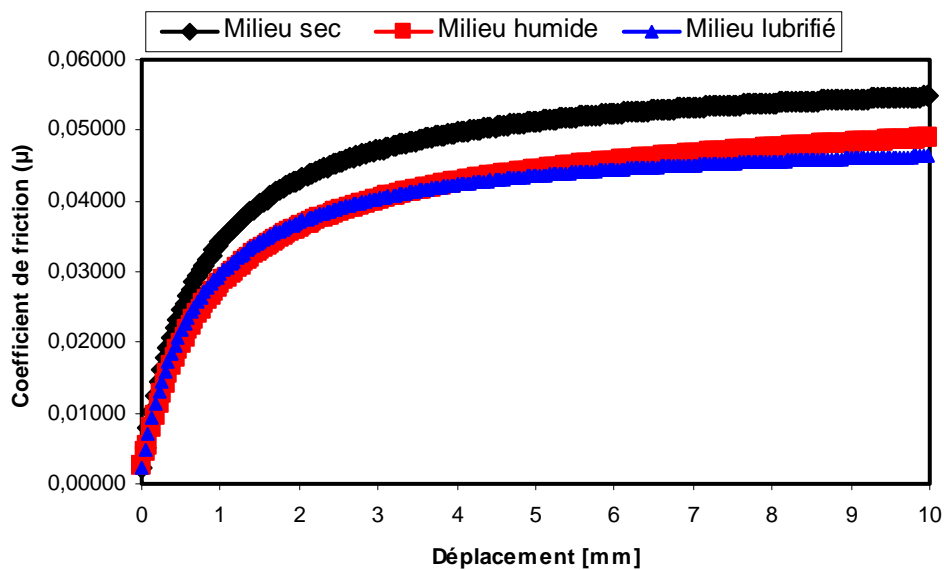


Figure 6.4: Variation du coefficient de frottement en fonction du déplacement en trois milieux [Bel07bis]

On remarque d'après les résultats de la figure 6.4 que le coefficient de frottement est différent d'un milieu à un autre. Il est plus important en milieu sec, cependant celui du milieu humide est compris entre les deux. La cause des faibles valeurs du coefficient de frottement en milieu lubrifié sont dû à l'existence du phénomène de glissement causé par l'existence de l'huile entre l'indenteur et la surface. Cependant les résultats du milieu humide, peuvent être interprétés de la même manière que celle avancée par les auteurs [cité par Li98] que bien que les deux lubrifiants (huile et eau) aient réduit la force de frottement qui a son tour réduit la force génératrice de la fissure et par conséquent baisse le coefficient de frottement, l'eau peut réagir réciproquement avec le verre et baisser son énergie de la surface, le rendant ainsi plus facile à la création et la propagation

des fissures [Wie72, Wie82, Mic80, Mic93] ce qui permet l'augmentation de la surface de contact dans ce dernier cas et par conséquent le coefficient de frottement est plus important que celui obtenu en milieu lubrifié.

Les micrographies obtenues par microscope confocal à balayage laser (CLSM) sont montrées à la figure 6.5.

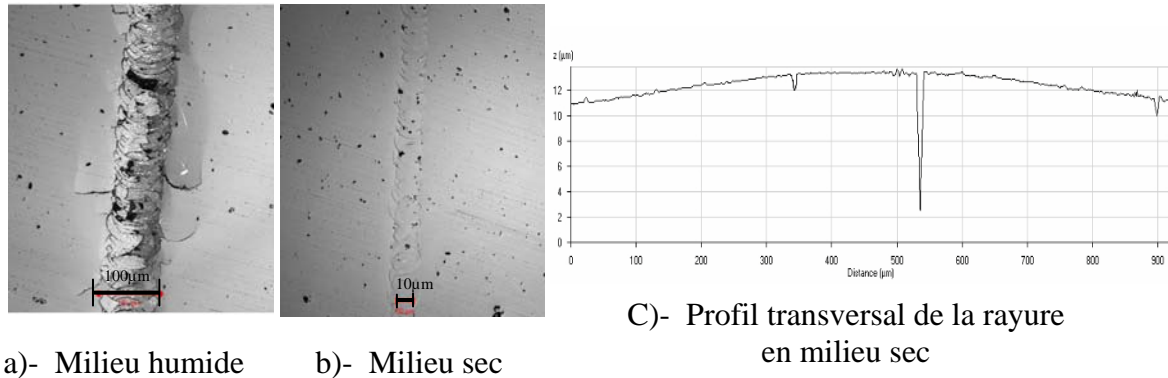
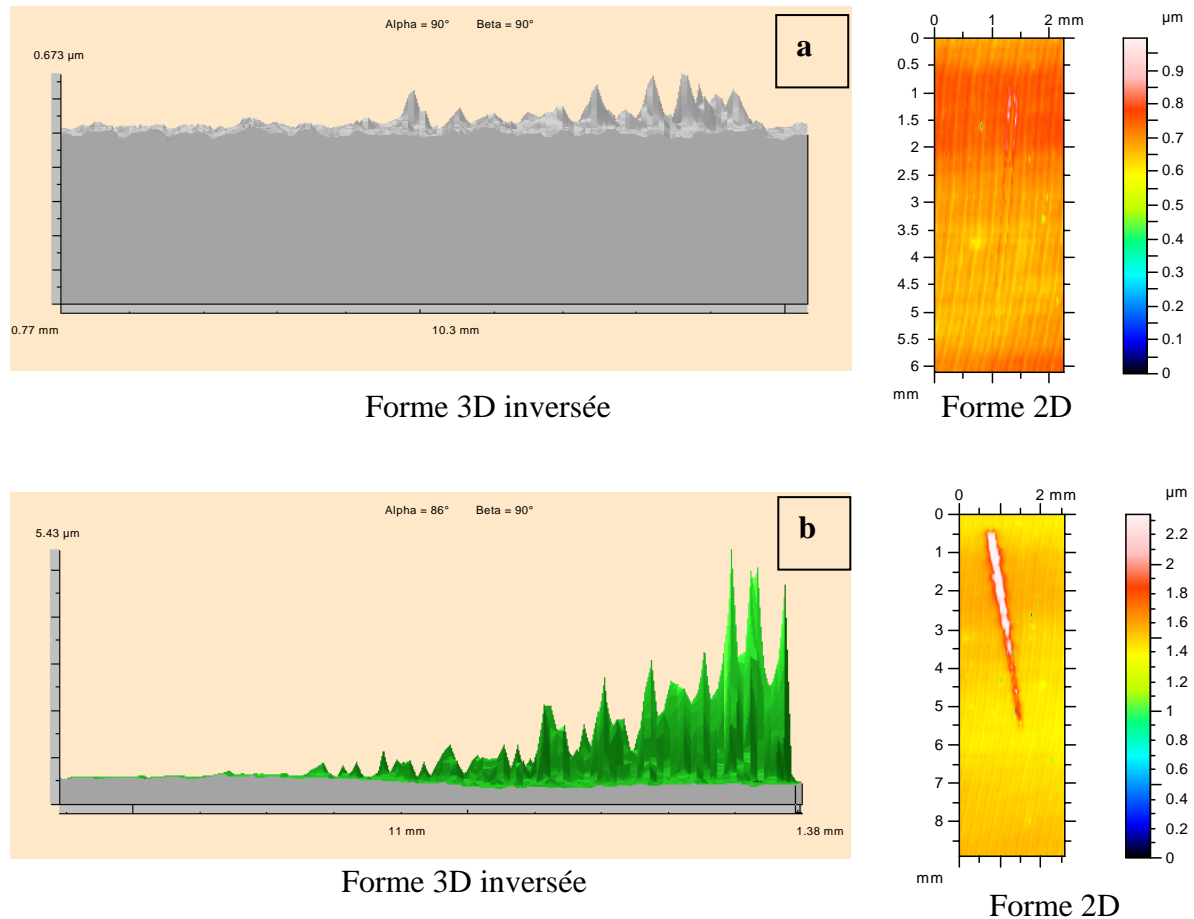


Figure 6.5 : Micrographies du verre Bk7 en milieu humide et sec [Bel07bis]

Le même échantillon a été scanné par profilomètre mécaniques, les profils 2D et 3D obtenus sont montrés à la figure 6.6 suivante.



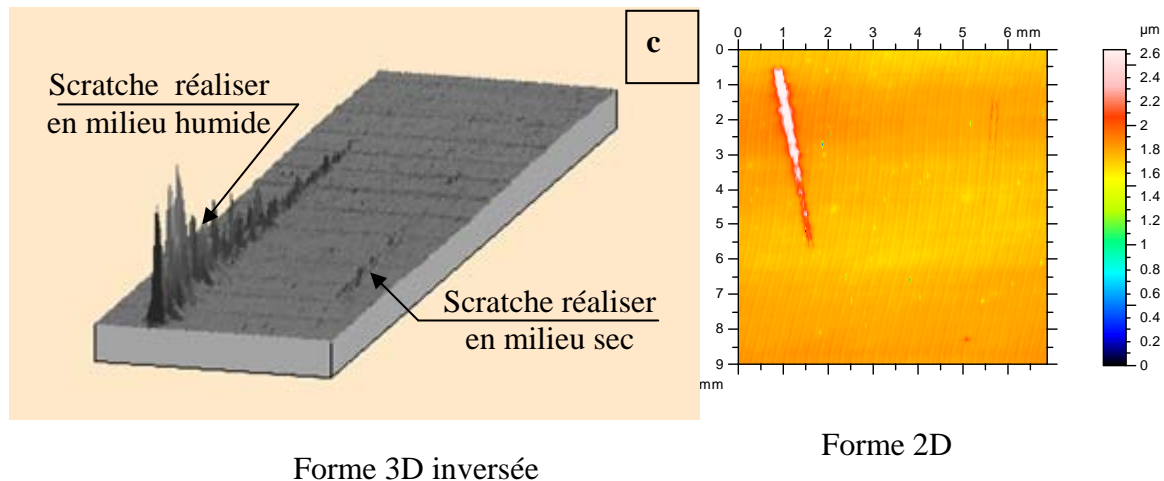


Figure 6.6 : Formes 2D et 3D inversés des rayures réalisés en deux milieux sur le verre BK7 (a. Milieu sec, b. Milieu humide, c. Deux milieux (sec et humide))

D'après les micrographies et les profils 3D, il est clair que la rayure obtenue en milieu humide présente des dimensions supérieures à celle obtenue en milieu sec. Ceci peut être expliqué par le fait que l'existence d'un milieu humide engendre la réaction chimique entre l'eau et le verre [Li98], connue dans les processus de doucissage et de polissage par la théorie chimique. Cette réaction provoque la formation d'une couche de gel sur le verre dont la dureté est légèrement faible par rapport au cœur du verre. Cette dernière est ainsi plus facile en pénétration ce qui permis par rayure l'obtention de rayures plus importantes. Ce phénomène est la base de l'enlèvement de matière lors des processus de doucissage et de polissage. Où les grains abrasifs enlèvent cette couche hydratée formée sur la surface du verre. Il est à noter que malgré l'existence de cette couche hydratée mais l'enlèvement de matière ne peut être réaliser qu'à l'application d'une force (pression) supérieure ou égale à la force critique capable de créer un labourage (rayure) du matériau. Et c'est sur cette base que le processus de polissage classique est appelé le polissage mécano chimique (CMP, Chemical Mechanical Polishing).

3. Effet de l'état de surface

L'état de surface initial a été également analysé afin de déterminer son effet sur le mode d'enlèvement de matière. Les résultats de la variation du coefficient de frottement lors du scratch du verre BK7 douci et poli sont donnés par la figure 6.7.

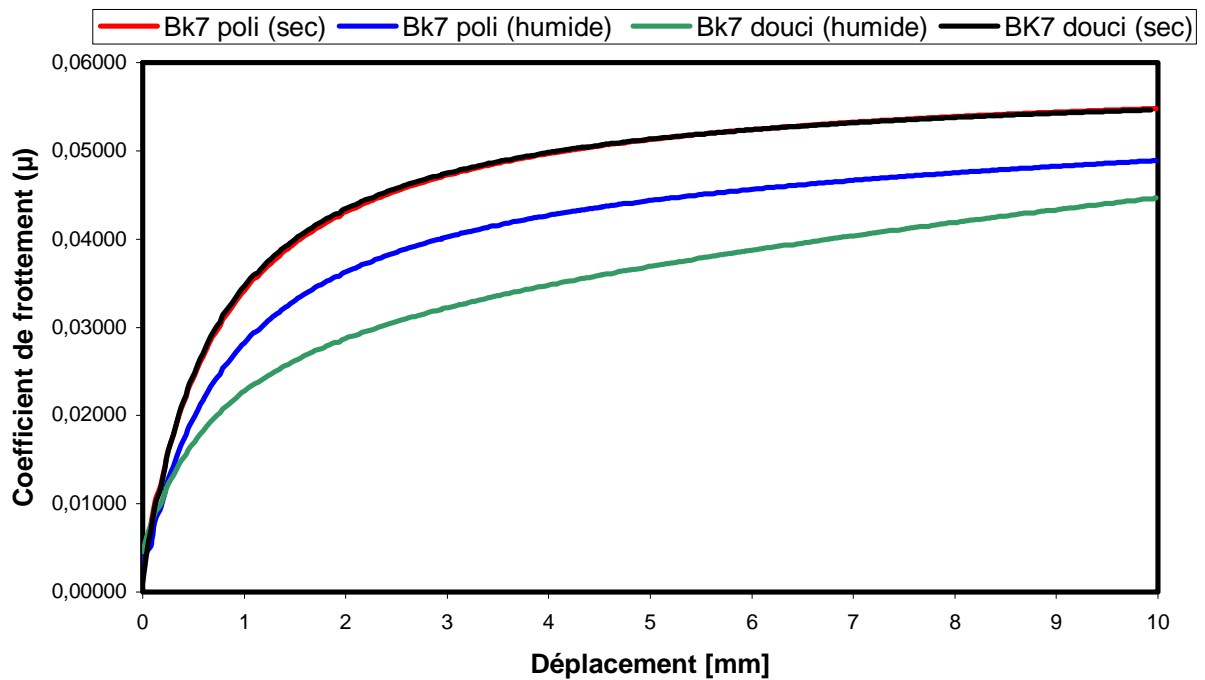
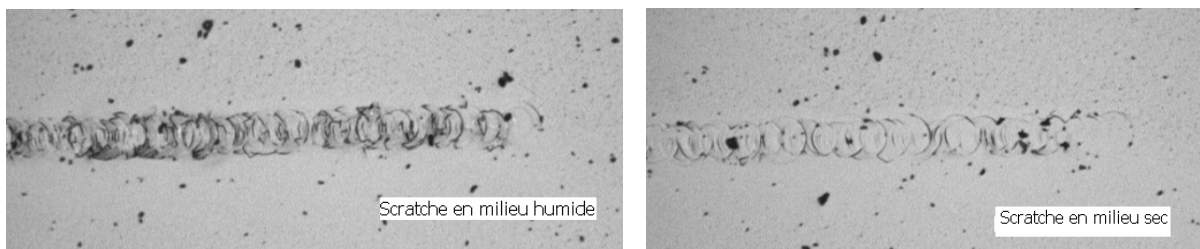


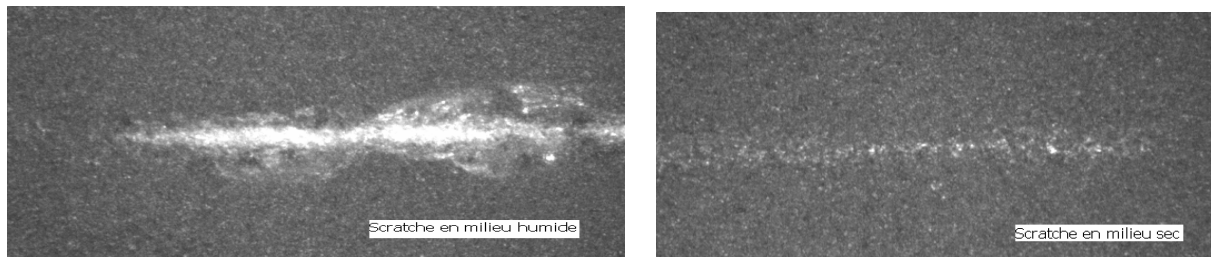
Figure 6.7 : Évolution du coefficient de friction en fonction de l'état de surface [Bel07bis]

On constate sur les courbes de la figure 6.7 que la variation du coefficient de frottement est la même lorsque la rayure est effectuée à sec, mais elle est plus faible pour le verre BK7 douci rayé en milieu humide. Cette variation peut être expliquée par le fait que le verre douci présente une surface pleine d'irrégularités (fissures, creux et des pics). Ces perturbations assez grandes comme le montre la micrographie dans la figure 6.8, facilite la formation des rayures et diminue par conséquent la force de frottement ce qui permet l'obtention d'un coefficient de frottement plus faible.

La figure 6.8 montre les micrographies des rayures obtenues sur les deux surfaces du verre BK7 (douce et poli) en deux milieux (sec et humide).



a)- Verre BK7 poli (200x)



b)- Verre BK7 douci (200x)

Figure 6.8: Micrographies des rayures sur surfaces polie et doucie en deux milieux [Bel07bis]

On note que les rayures sur la surface doucie ne sont pas assez claires puisque les limites des rayures ne sont pas faciles à distinguer des irrégularités de surface. Mais, ceci n'empêche pas de voir la différence entre la rayure réalisée sur le verre en milieu sec et en milieu humide. La rayure en milieu sec est de grandeur minime par rapport à celle en milieu humide. La différence est plus claire dans le cas de la surface polie, les rayures obtenues en milieu humide sont plus grandes que ceux réalisées en milieu sec. En plus on remarque l'existence de grand écaillage aléatoire provoqué par l'indenteur à la surface du verre douci dû à l'existence de fissures dans la surface douci facilitant la provocation de ce phénomène. Ce phénomène remarqué en surface douci peut contribuer à l'explication du processus d'enlèvement de matière durant le doucissage. En effet, les surface du verre en rodage sont pleines de défauts (piqûres, fissures...etc.), ce qui permet aux grains abrasifs et en présence de l'eau de suspension d'enlever plus facilement la matière en réalisant ainsi un taux d'enlèvement de matière plus élevé. Ceci implique que dans le processus de doucissage, le taux d'enlèvement de matière est non seulement lié à la grosseur des grains mais aussi à leurs actions lors du déroulement de l'opération.

4. Effet de la nature du matériau

La nature du matériau est étroitement liée à l'usinabilité du matériau et par conséquent à l'état de la surface obtenu durant les opérations de doucissage et de polissage. Dans le but de vérifier le comportement du matériau des composant optique à l'action des abrasifs, des essais de rayures ont été effectués en milieu humide sur trois matériaux différents: le verre Bk7, le verre céramique zerodur® et le silicium monocristallin. La variation du coefficient de frottement lors de la rayure est donnée par la figure 6.9.

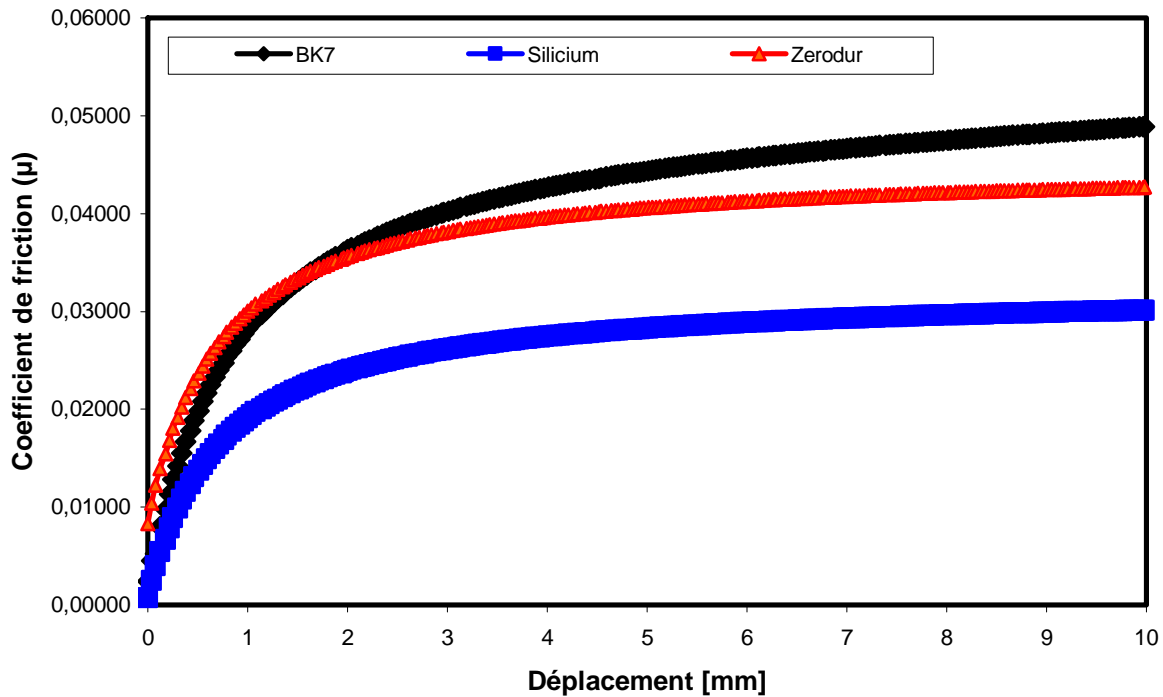
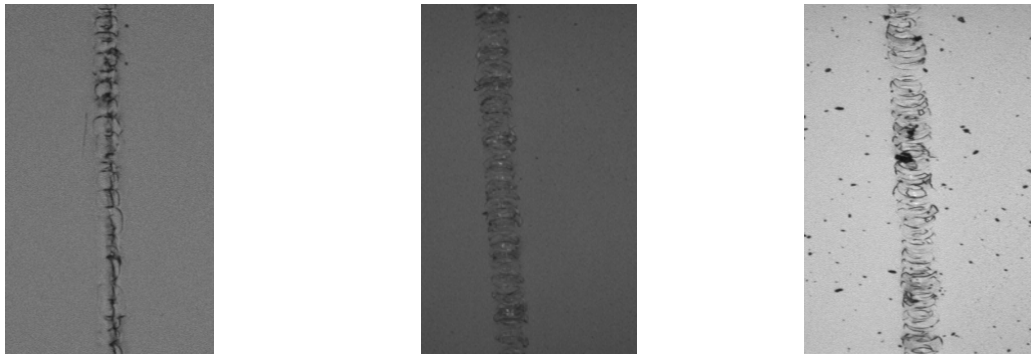


Figure 6.9: Variation du coefficient de frottement en milieu humide en fonction du déplacement [*Bel07bis*]

D'après les courbes de la figure 6.9, on constate que les grandeurs des coefficients des différents matériaux sont nettement différentes. Les valeurs du coefficient de frottement du verre BK7 sont plus importantes et ceux du silicium monocristallin sont les plus faibles. Ceci peut être dû aux propriétés mécaniques et chimiques de chaque matériau. Effectivement, le verre Bk7 peut avoir une réaction avec l'eau plus importante que les autres ce qui permet la création d'une rayure plus importante, ce qui augmente la surface de contact qui a son tour produit un grand coefficient de frottement. Ce résultat est confirmé par la morphologie des rayures réalisées sur les trois matériaux visualisées par microscope optique «Werth ScopeCheck®200» montré à la figure 6.10, où la rayure réalisé sur le verre BK7 est plus importante en dimensions que celles réalisées sur les autres matériaux. En plus de la morphologie par microscopie, les profils des rayures (voir fig.6.11) montrent également que les rayures obtenus sur le verre BK7 sont plus importantes. Ce résultat permet de déduire la facilité de finitions de certains matériaux optiques. Effectivement en processus de doucissage et de polissage, le verre BK7 nécessite un temps optimal de finition inférieur à celui du zerodur® et du silicium monocristallin.

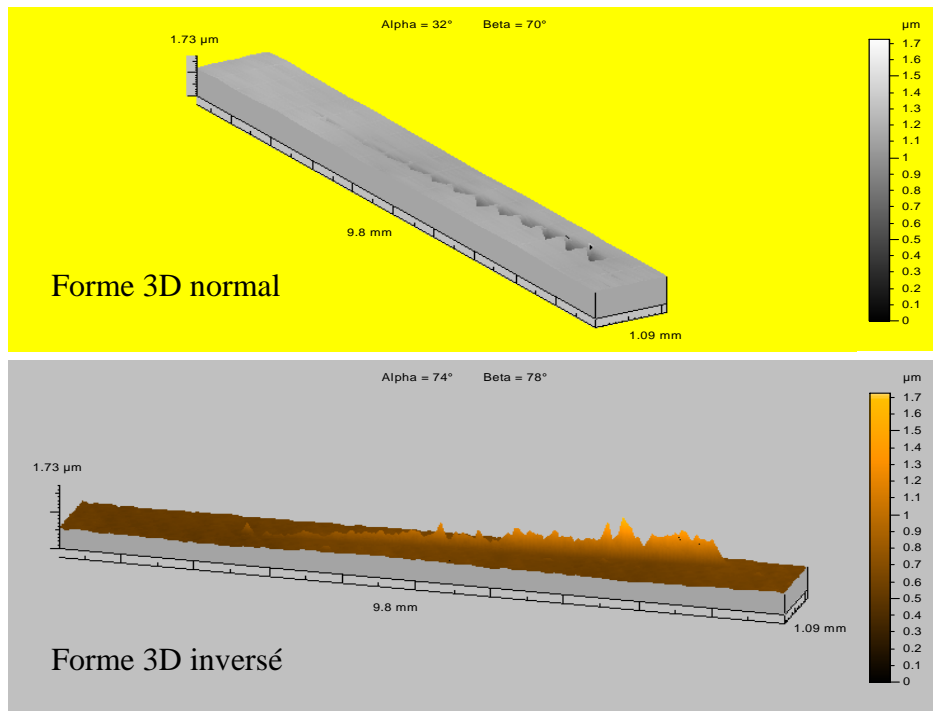


a)- Rayure sur silicium

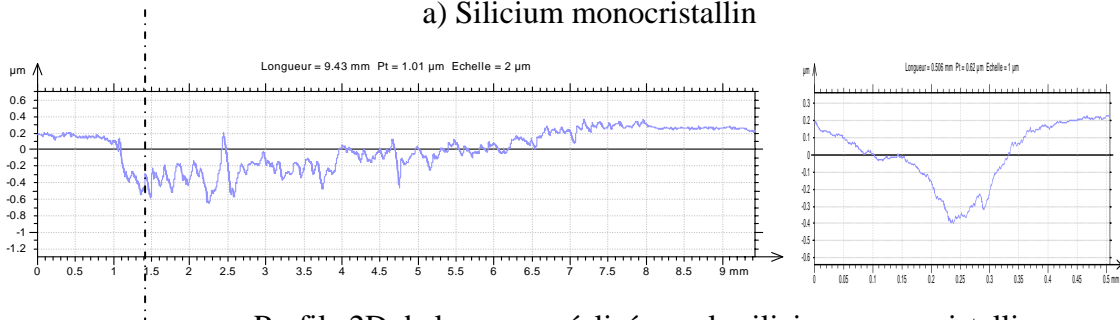
b)- Rayure sur zerodur

c)- Rayure sur BK7

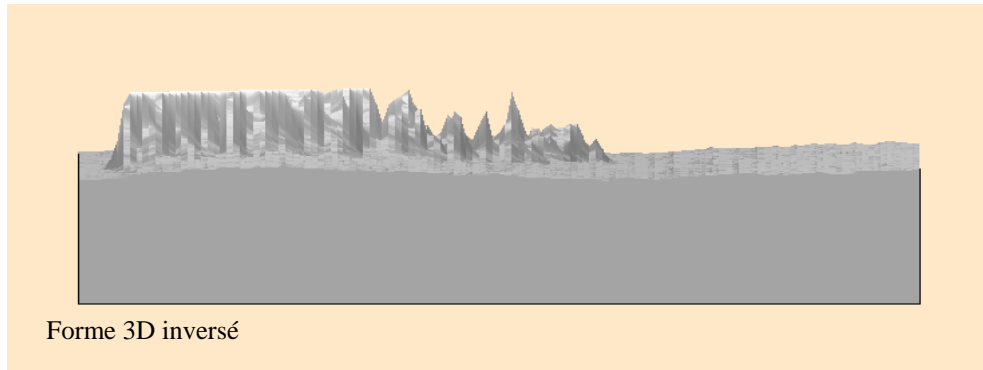
Figure 6.10: Forme des rayures réalisées par l'essai de rayure progressif (F=1 a 15N) (200x) [Bel07bis]



a) Silicium monocristallin



Profil 2D de la rayure réalisée sur le silicium monocristallin



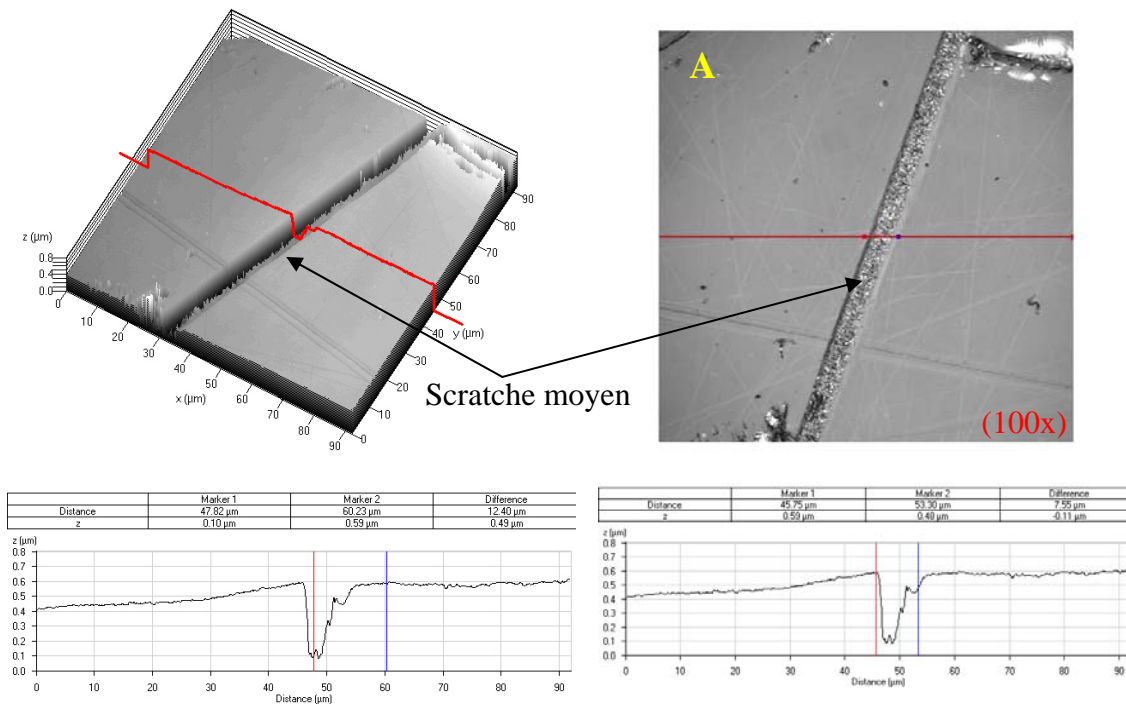
b) Verre BK7

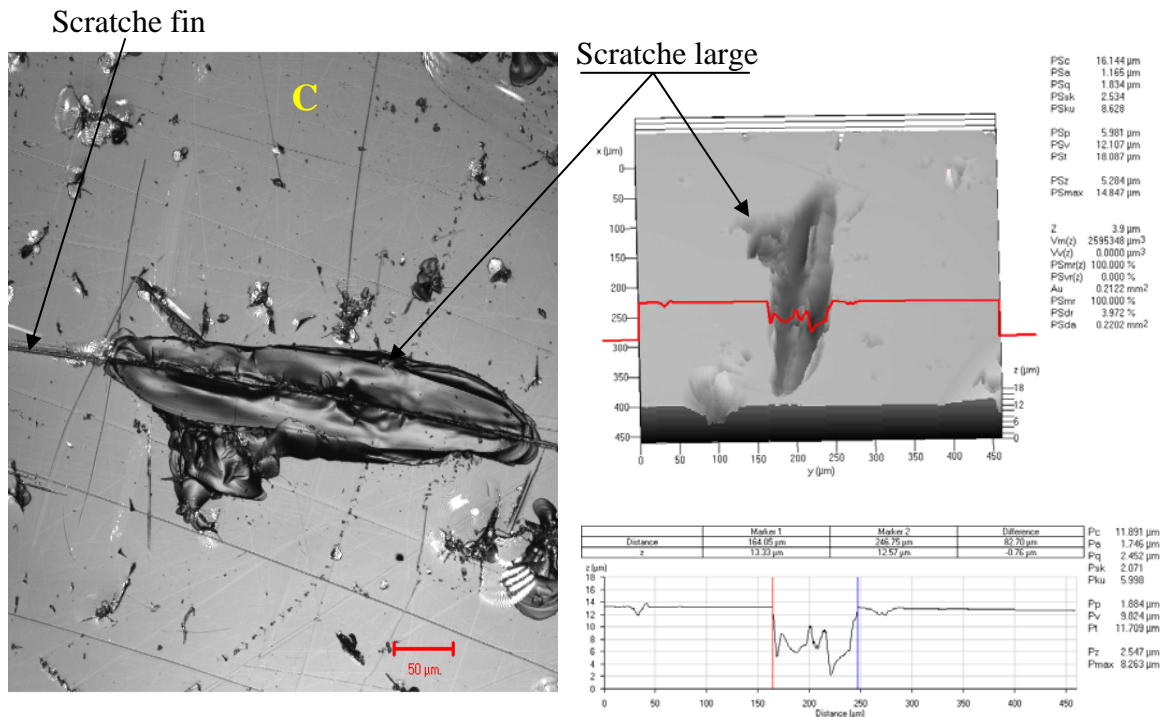
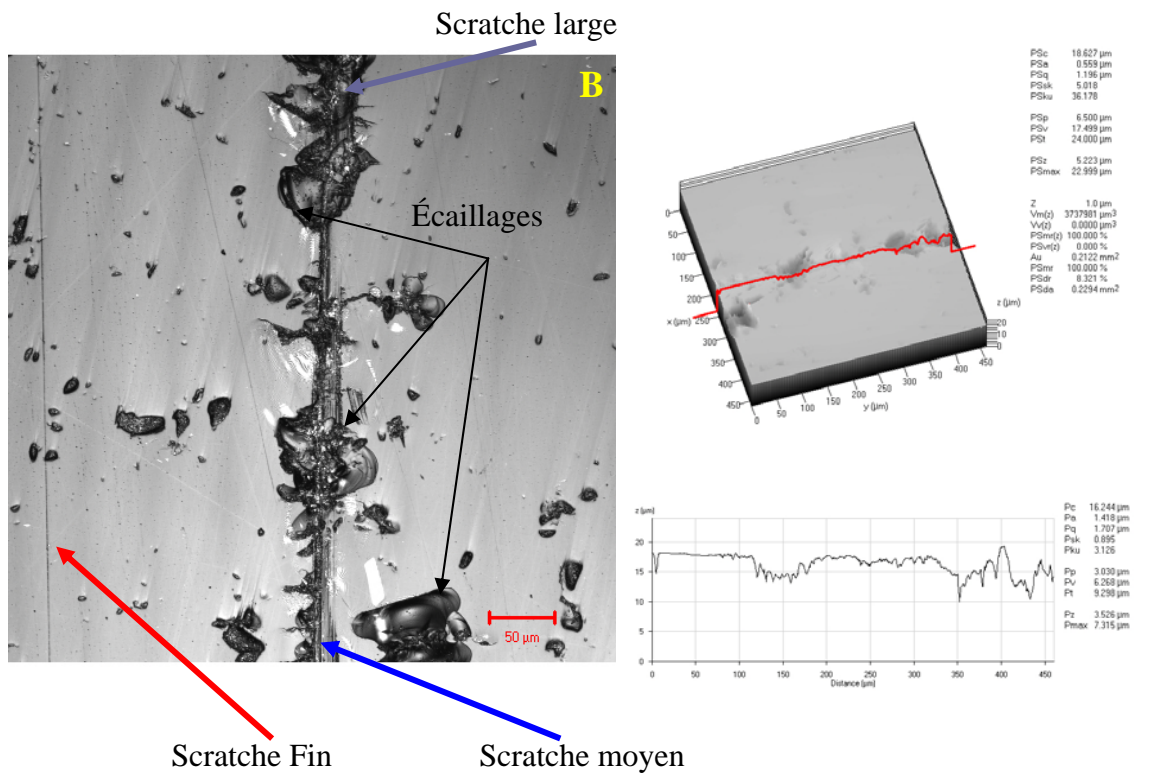
Figure 6.11: Formes et profils des rayures réalisées sur le verre BK7 et le silicium monocristallin

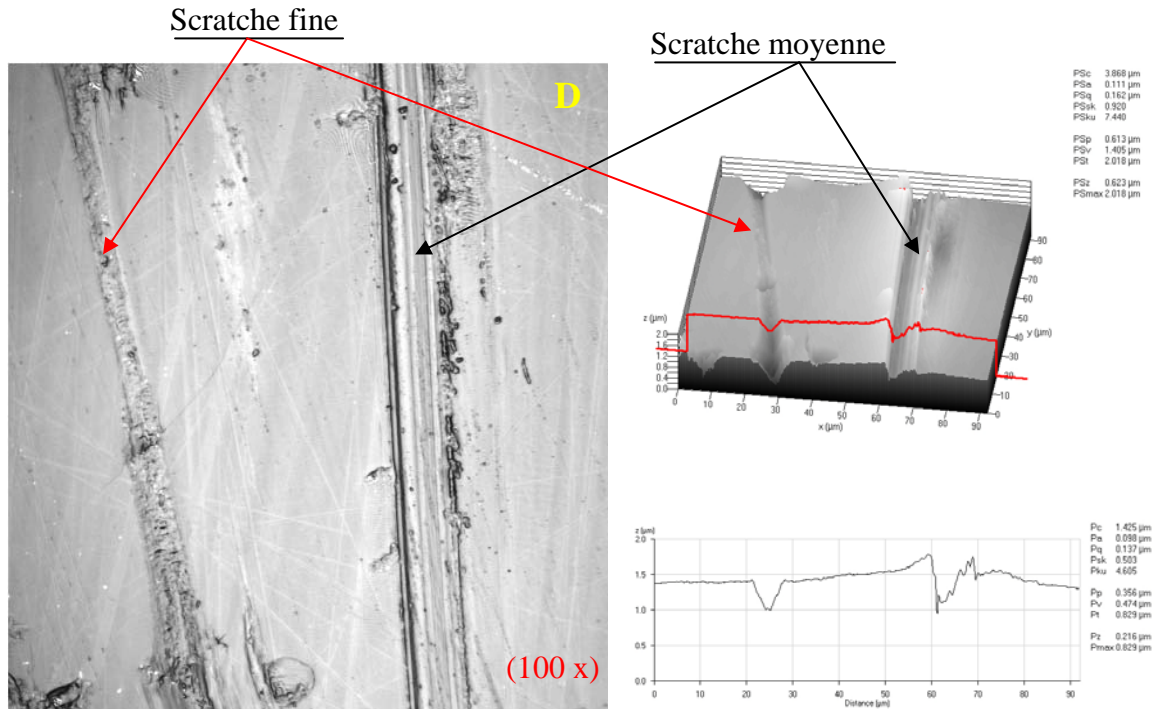
1.3. Rayures causées par doucissage

Pour étudier la morphologie des rayures produites durant le processus de doucissage, des échantillons en verre industriel (verre flottes Shott) de dureté 502HV_{0.1} ont été employés. Les échantillons polis ont été mis en contact avec le rodoir tournant à 57 tr/mn pour une durée d'une seconde avec des suspensions de grains abrasifs de différentes fractions (F80, F40, F20 et F7). Les échantillons ont été visualisés par le microscope confocal à balayage laser (CLSM).

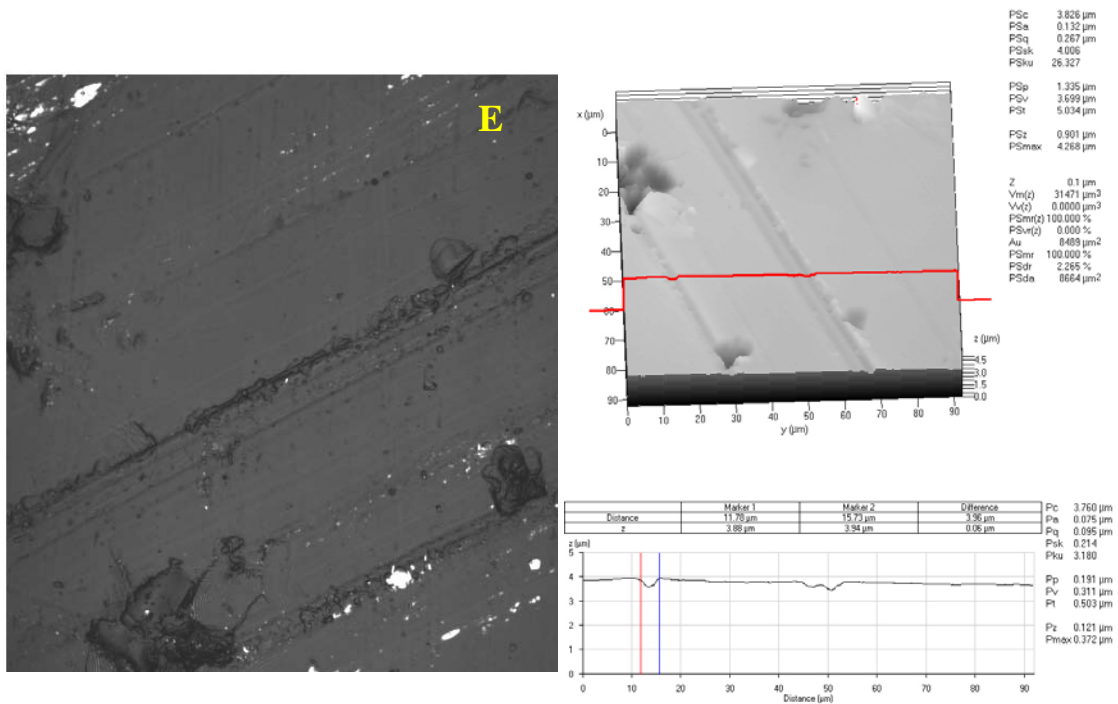
Les micrographies obtenues sont présentées à la figure 6.12 suivante



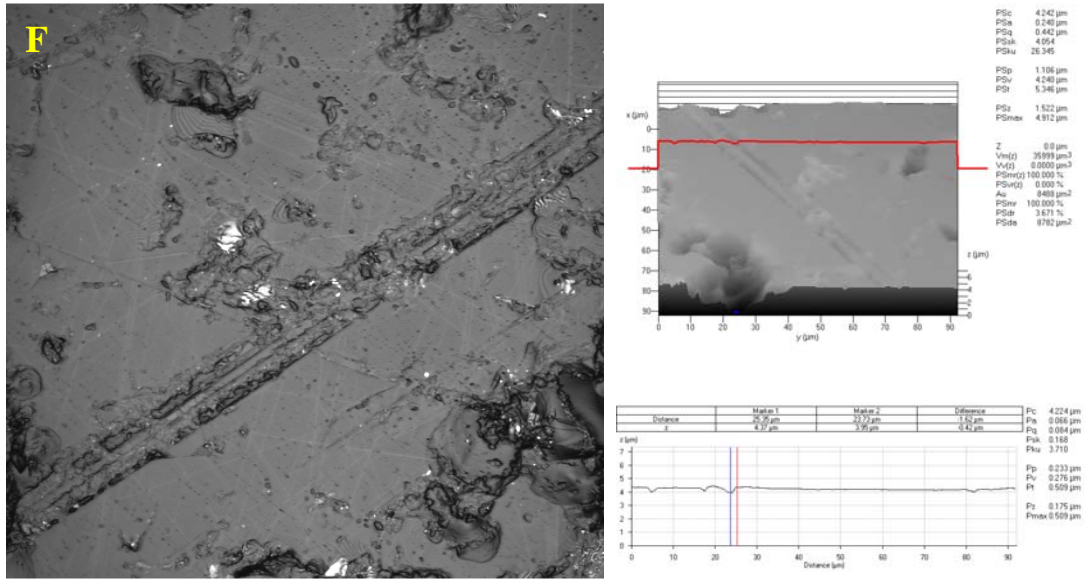




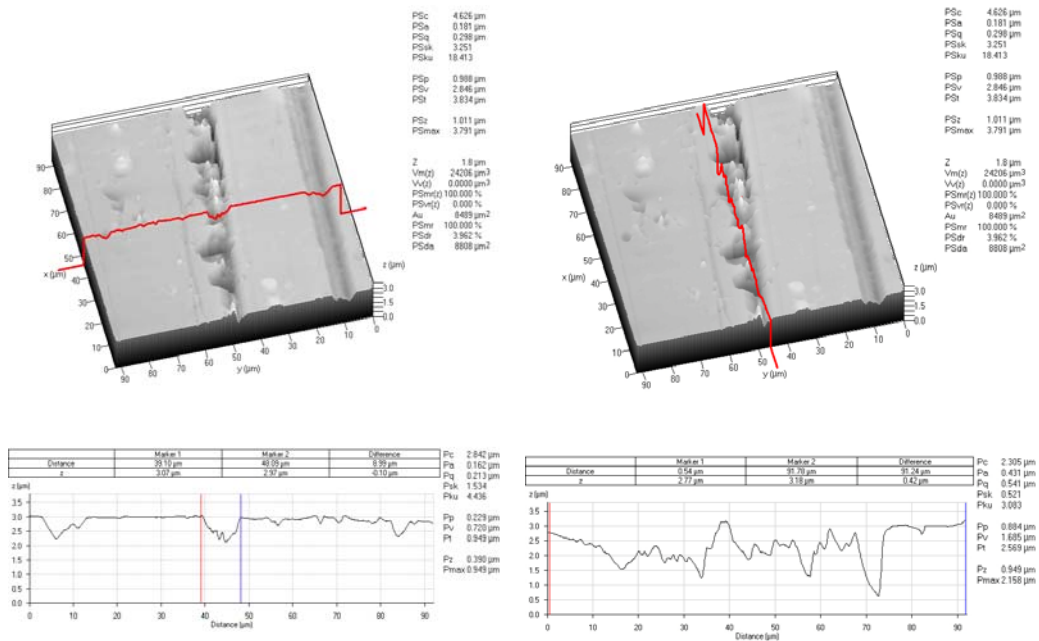
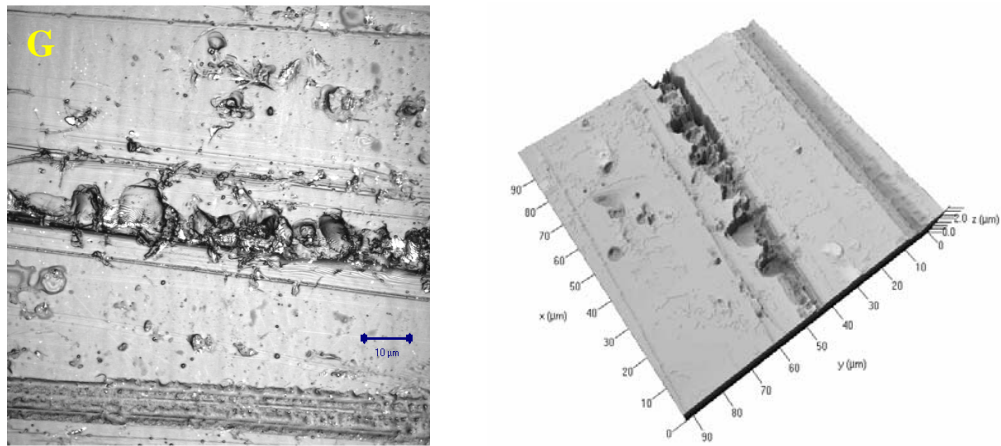
a) Échantillons doucis par F80



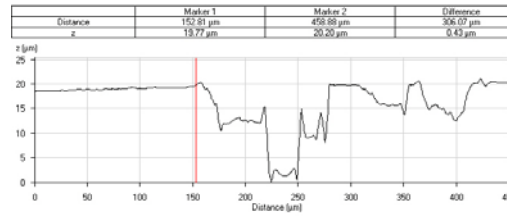
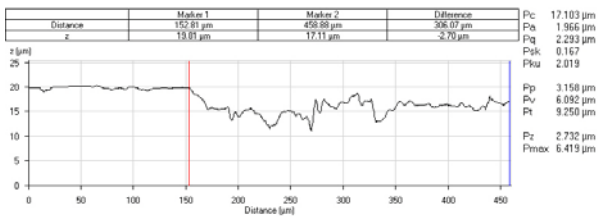
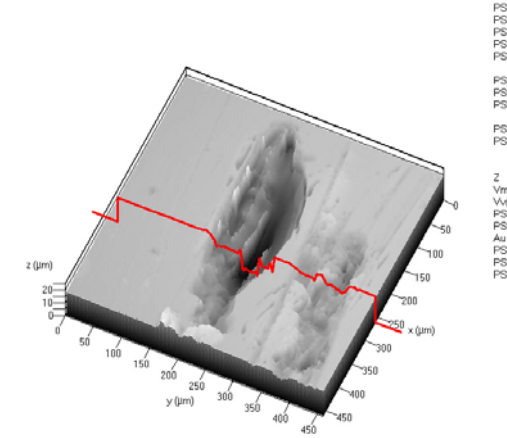
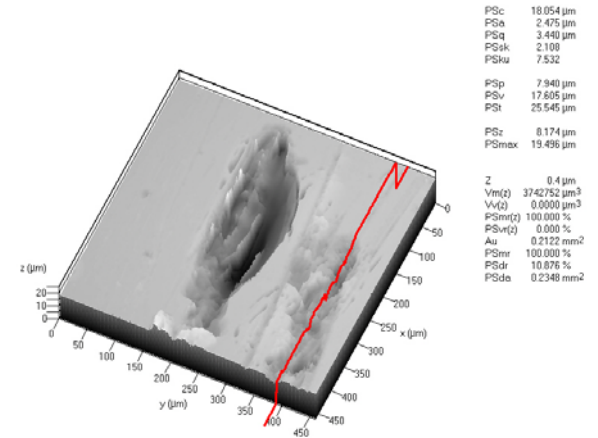
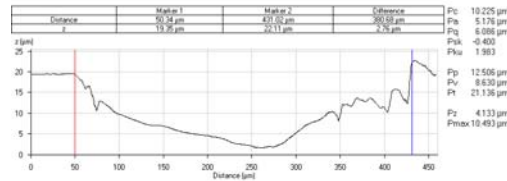
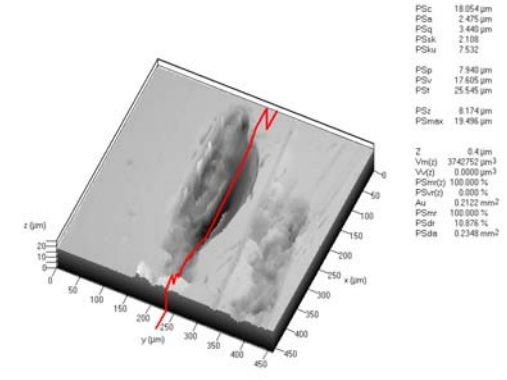
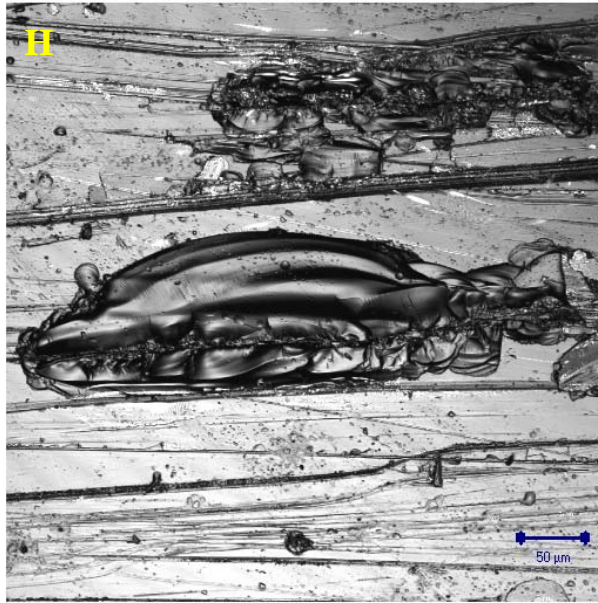
b) Échantillons doucis par F40



c) Échantillons doucis par F20



d) Échantillons doucis par F7



e) Échantillons doucis par pastille F80
Figure 6.12 : Micrographies des scratches produits par doucissage

D'après les micrographies de la figure 6.12, on remarque que les grains abrasifs d'alumine employés en doucissage produisent des rayures accompagnés d'écaillage très semblables à ceux obtenus par la technique de scratch. Les différentes rayures réalisées se différencient en largeur (fin, moyen et large) et en profondeur (profond, superficiel). La création de ces rayures et dans les plus part des cas obtenus sous l'effet de la pression appliquée sur les particules abrasives dont l'orientation des angles vifs favorise l'usure abrasive. L'orientation

des rayures obtenus dans le processus de doucissage par abrasifs libres est le plus souvent aléatoire dû au mouvement aléatoire des grains abrasifs causé par la rotation de la pièce et de l'outil, cependant les rayures sont plus ou moins parallèle dans le cas de doucissage par abrasifs fixes (voir fig.6.12 H). Le contact de la surface avec les grains engendre la création non seulement des rayures mais aussi des piqûres (semblable aux empreintes de l'indentation) (voir fig.6.12 B,C). L'écaillage peut être produit lors d'un scratch (voir fig.6.13) ce qui peut être dû à la propagation des fissures accompagnant les rayures (voir fig.6.12 B,C,F,G.). Ce résultat est en concordance avec celui trouvé dans l'étude de Buijs [**Bui93**] (voir fig. 6.15)

En ce qui concerne l'effet de la grosseur des grains sur les dimensions des scratches, on remarque sur les profils des rayures que la largeur des rayures engendrées par la fraction F80 sont les plus importante, et ceux produites par les grains F7 sont plus fin ceci peut être expliquer par le faite que les grains de grande dimensions ont des arrêtes vifs plus grande, ces dernier en contact avec la surface provoquent une déformation (labourage) plus importante.

D'après ces résultats, il est à conclure que le phénomène d'abrasion est prépondérant dans l'enlèvement de matière lors du doucissage et du polissage. Ce phénomène ce présente en deux aspects : Fracture du verre et microcoupe par scratch. La première se manifeste par la création d'empreinte similaire a ceux de l'indentation et la deuxième par la création de scratches.

La fracture par indentation plastique crée par abrasifs survient dans les matériaux fragiles (les verres) lors du dépassement de la pression de doucissage ou de polissage d'un seuil provoquant ainsi la création d'empreintes (cratères) accompagnées de fissures latérales. Les fissures latérales commencent quand le milieu est déchargé. Ils propagent parallèlement à la surface avec la répétition du cycle charge/ décharge et finalement arrivent à la surface pour former un écaillage (voir fig.6.13).

Le scratch comme le montre les micrographies des figures 6.14 et 6.15 permet un enlèvement de matière via le labourage et la déformation plastique. Néanmoins ce processus est dix fois moins efficace que l'enlèvement de la matière par fracture en terme d'énergie spécifique [**Bui93, Bro78, Moo80**]. Il paraît raisonnable de supposer par conséquent que l'abrasion à trois corps dans nos expériences est aussi dominée par les événements d'indentation des particules roulantes. L'enlèvement de matière est obtenu dans ce cas par un écaillage causé par les fissures latérales qui nécessitent seulement une empreinte ou par une coalescence (interaction) de multiple fissures latérales. L'empreinte d'une particule tranchante déforme la surface de l'échantillon élasto- plastiquement, produisant une zone plastique avec contraintes

de tension résiduelles qui produisent et propagent la fissure latérale [Bui93, Sri87]. Cela est montré schématiquement à la figure 6.13.

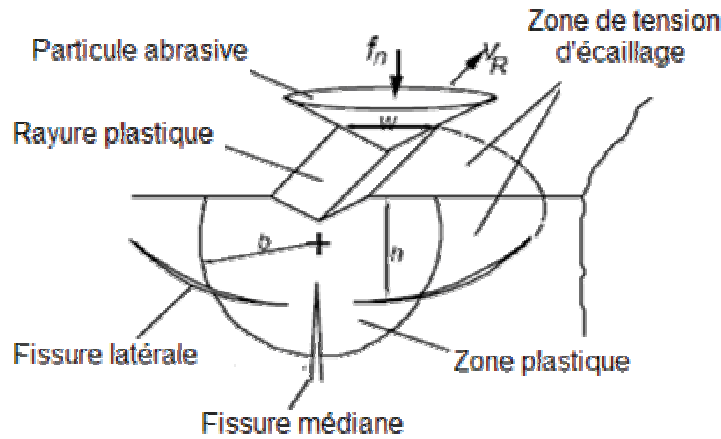


Figure 6.13 : Schéma de l'action d'une particule abrasifs sur la surface du verre lors du doucissage ou polissage du verre

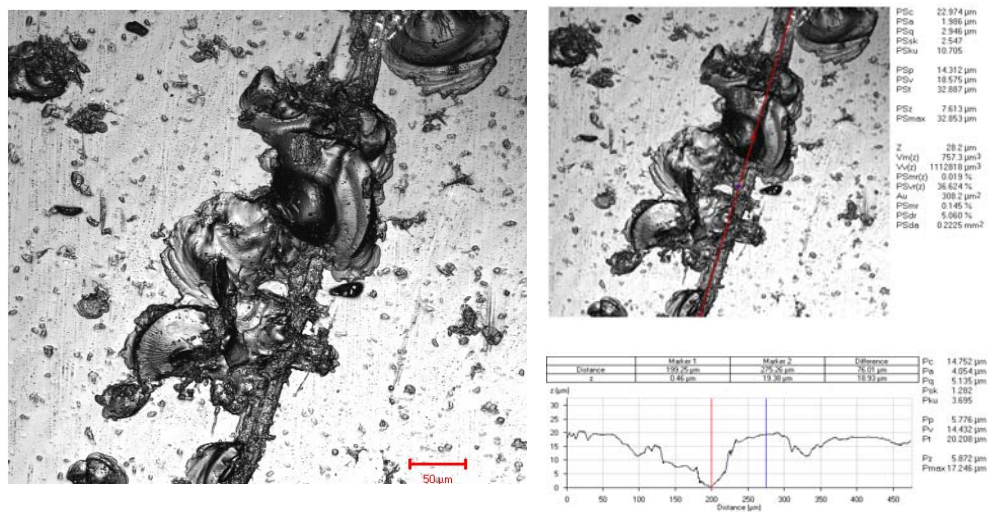


Figure 6.14 : Micrographie des scratches et écaillage produit par la fraction F80

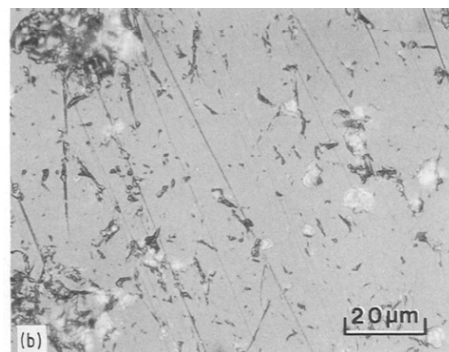


Figure 6.15 : Micrographie d'un verre à vitre douci par la suspension d'alumine pour 10s [Bui93, Sri87]

2. Comportement tribologique en doucissage et polissage

1. Phénomène de frottement en doucissage et polissage

En général le doucissage et le polissage mécano-chimique (CMP) sont expliqués par l'action des grains sur les surfaces des échantillons sous l'effet de certains paramètres technologiques en l'occurrence la pression et la vitesse de rotation. Ces paramètres engendrent le plus souvent le phénomène de frottement qui est pris en considération dans les différentes recherches effectuées dans le but d'expliquer le mode d'enlèvement de matière lors des processus de finition des composants optiques. L'étude du comportement à la friction lors des processus de doucissage et du CMP est de grande importance, afin de définir l'effet de ce phénomène sur le mode d'enlèvement de matière et l'usure abrasive.

1.1. Procédure expérimentale

Dans le but d'étudier le phénomène de friction en doucissage et en polissage, un montage a été réalisé. La figure 6.16 montre le principe de mesure du coefficient de frottement au cours du déroulement des opérations de finition.

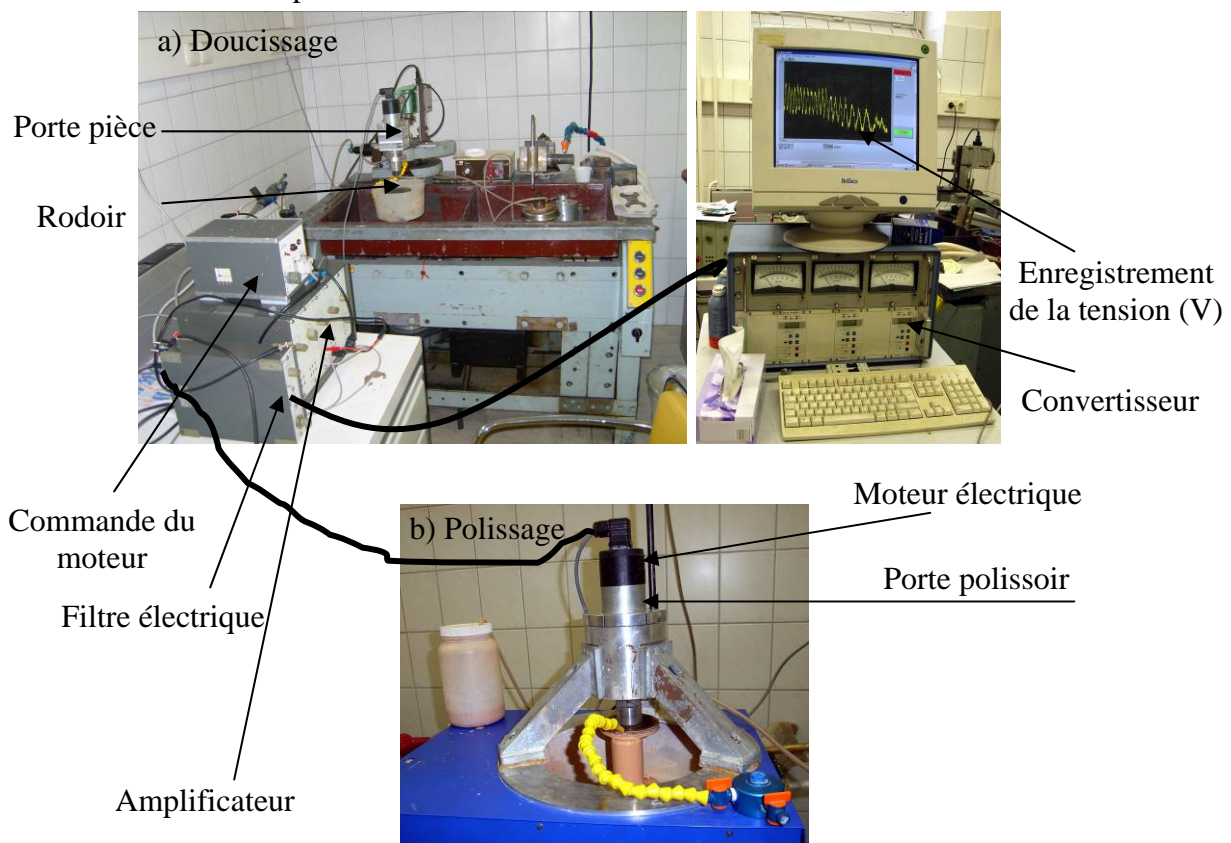


Figure 6.16 : Principe de mesure du coefficient de frottement en polissage et en doucissage

Le principe de mesure consiste à l'utilisation d'un moteur à courant continu adapté au porte outil ou au porte pièce (selon l'opération d'usinage). Le moteur est lié à un amplificateur puis à un filtre. La tension produite est transmise au micro-ordinateur doté d'un système de conversion et d'un logiciel de commande «Labview » (voir fig.6.17). Les résultats enregistrés sont employés pour le calcul du coefficient de friction.

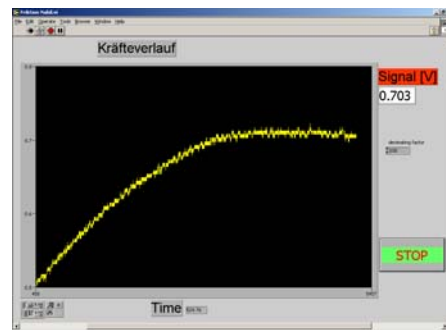


Figure 6.17 : Fenêtre du logiciel « Labview » lors du mesurage du coefficient de frottement

Les essais ont été réalisés en doucissage pour les grains abrasifs libres et liés et en polissage sur les abrasifs libres.

1.1.1. Coefficient de friction en doucissage

Dans ces expériences, les grains abrasifs d'alumine en suspension et liés ainsi que des pastilles en diamant liées par époxy ont été employées (voir fig.6.18 et 6.19). Afin d'assurer un maximum de contact entre pastille et surface, les pastilles sont rectifiées par rectification à commande numérique.



6.18 : Contact entre l'échantillon et le rodoir lors de la mesure du coefficient de friction en doucissage par abrasifs libres

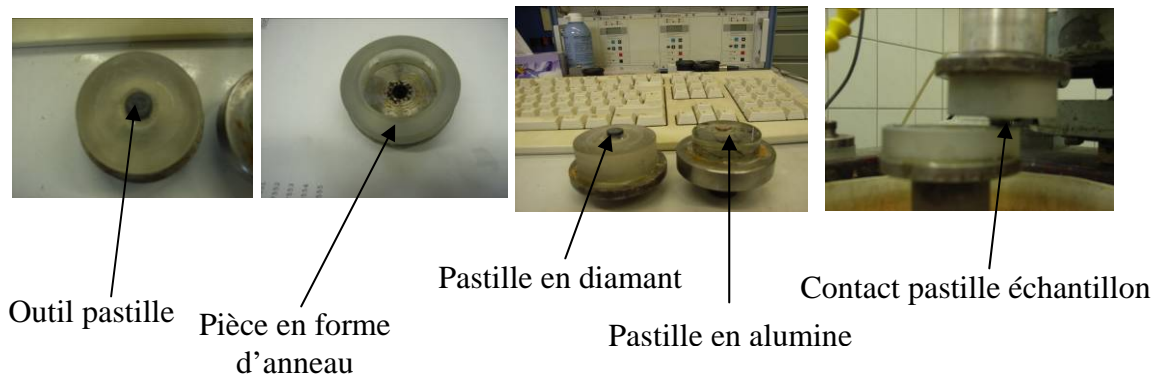


Figure 6.19 : Contact entre pastille et la surface de l'échantillon lors de mesure du coefficient de frottement en douçissage par abrasifs liés

Les essais ont été effectués en fixant les paramètres présentés aux tableaux 6.2 et 6.3 pour le douçissage par abrasifs libres et liés :

Paramètres	
Pièce	Bk7 \varnothing 22.5mm
Vitesse de la pièce	68 à 200 tr/min
Vitesse de l'outil	57 tr/min
Suspension	Alumine F80, F30 dans l'eau
Amplitude d'oscillation	12 mm
Charge de douçissage	3 kg

Tableau 6.2 : Paramètres de douçissage lors de mesurage du coefficient de friction en douçissage par abrasifs libres

Paramètres	
Pièce	Bk7 Anneau ($\varnothing_{\text{ext}}= 60\text{mm}$, $\varnothing_{\text{int}}= 40\text{mm}$)
Vitesse de la pièce	57 tr/min
Vitesse de l'outil	68 à 200 tr/min
Outils pastilles	- Pastilles élaborées F80/Verre, F30/Verre et F80/Résine (Alumine) - Pastilles commercialisées F45/Époxy (Diamant)
Amplitude d'oscillation	12 mm

Tableau 6.3 : Paramètres de douçissage lors de mesurage du coefficient de friction en douçissage par abrasifs libres

1.1.1.1. Calcul du coefficient de friction

Lors des essais de douçissage, la tension de courant du moteur est mesurée. Le moment de friction est calculé par une relation empirique obtenue par des essais de calibrage du moteur reliant le moment de friction à la tension (voir fig.6.20). On a :

$$\mu = \frac{F_t}{F_n}, \quad M_t = F_t \cdot R \Rightarrow F_t = \frac{M_t}{R} \quad \text{Donc : } \mu = \frac{M_t}{R \times F_n}$$

Avec : $F_n = m \times g$

m : masse de l'échantillon et le porte échantillon

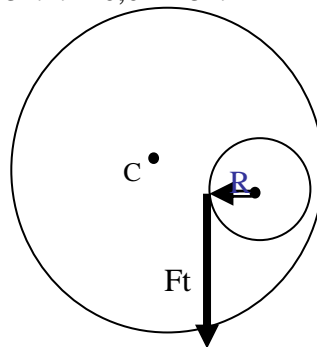
1. douçissage par abrasifs libres

Diamètre de l'échantillon = 22.5 mm donc : $R = 11.25 \text{ mm} = 0,01125 \text{ m}$

$m = m_{\text{porte outil}} = 3.00 \text{ kg}$ (mesurée par balance).

$$F_n = 3 \times 9,806 = 29.418 \text{ N}$$

$$\mu = \frac{M_t}{0,01125 \times 29.418} \Rightarrow \boxed{\mu = 3.02 \times M_t}$$

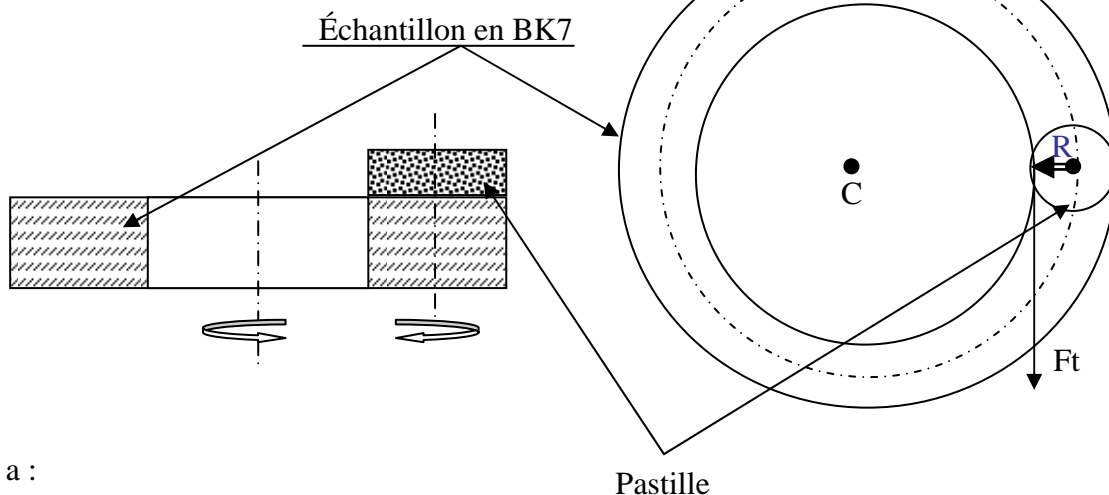


2. Douçissage par pastilles

Les pastilles ont un diamètre de 8mm (pastilles Alumine) et 10 mm pour les pastilles en diamant

$R_1 = 4 \text{ mm}$ (pastille Alumine)

$R_2 = 5 \text{ mm}$ (pastille Diamant)



En a :

$m = m_{\text{porte outil}} + m_{\text{axe}} = 2,850 \text{ kg}$ (pour les pastilles en diamant) et $2,784 \text{ kg}$ (pour les pastilles en alumine)

$F_n = m \times g$, donc : $\boxed{F_n = 2.850 \times 9.806 = 27,947 \text{ N}}$ (pour les pastilles en diamant, Alumine F80v et F80R) et $\boxed{F_n = 27,30 \text{ N}}$ (pour les pastilles en Alumine F30V)

$$\mu = \frac{Mt}{0.005 \times 27.947} \text{ (pour les pastilles en diamant),}$$

$$\mu = \frac{Mt}{0.004 \times 27.947} \text{ (pour les pastilles en alumine F80Vet F80R) et } \mu = \frac{Mt}{0.004 \times 27.30} \text{ (pour}$$

les pastilles en alumine F30V)

$$\begin{aligned} \mu &= 7,16x Mt && \text{(pour les pastilles en diamant)} \\ \mu &= 8,945x Mt && \text{(pour les pastilles en alumine F80Vet F80R)} \\ \mu &= 9,157x Mt && \text{(pour les pastilles en alumine F30V)} \end{aligned}$$

3. Polissage par abrasifs libres

Les essais ont été déroulés en fixant les paramètres suivants :

Paramètres	
Pièce	Bk7 \varnothing 40 mm
Vitesse de l'outil	155 et 200 tr/min
Vitesse de la pièce	165 tr/min
Suspension	Oxyde de cérium Ceri 3000G dans l'eau
Force de polissage	29.42 N
Type d'alimentation	Continue
Polissoir	Polyuréthane Lp35, Lp46 et Lp66

Le contact entre le polissoir sous forme d'anneau et l'échantillon sont schématisés à la figure 6.20.

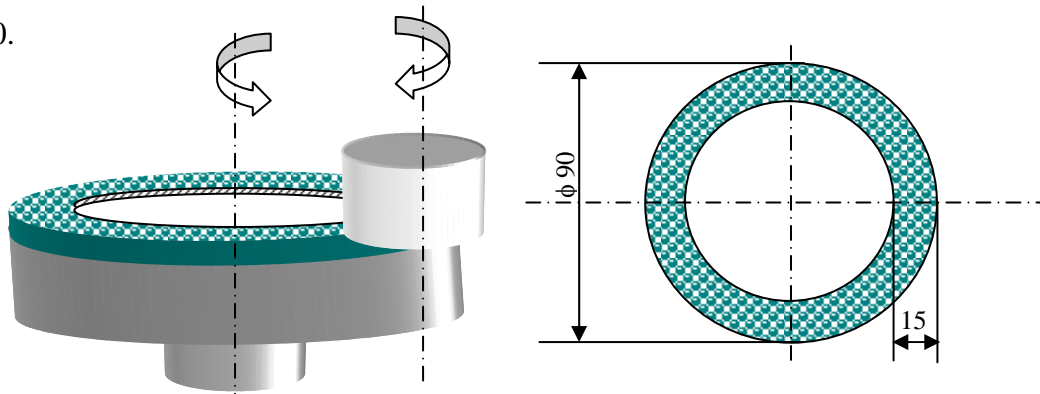


Figure 6.20 : Contact entre polissoir et échantillon lors de la mesure du coefficient de frottement en polissage par abrasifs libres

Le coefficient de friction est calculé comme suit:

$$Mt = Ft \cdot R$$

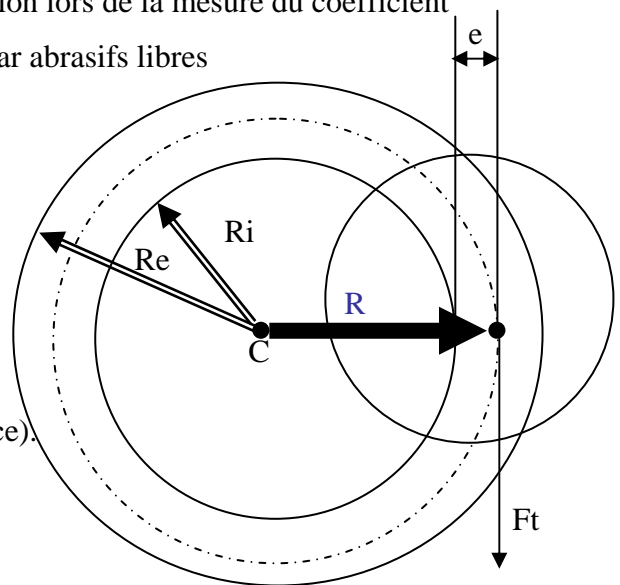
$$\text{Alors : } e = \frac{Re - Ri}{2} = \frac{45 - 30}{2} = 7,5 \text{ mm}$$

$$R = Ri + e = 30 + 7,5 = 37,5 \text{ mm} = 0,0375 \text{ m}$$

$$\text{Donc: } Ft = \frac{Mt}{R}, \text{ En a : } \mu = \frac{Ft}{Fn}$$

(Masse du porte outil + axe) = 3kg (mesuré par balance).

$$Fn = m \times g = 3 \times 9,806 = 29,42 \text{ N}$$

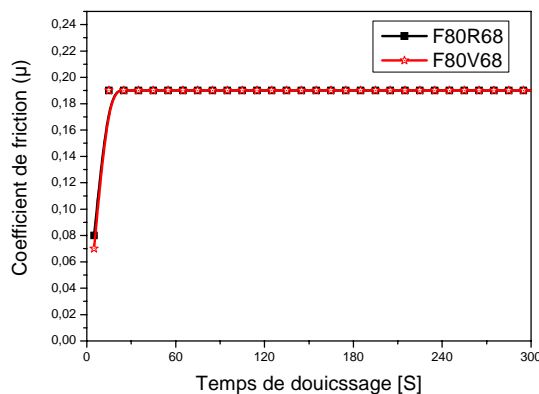


$$\mu = \frac{Mt}{R \times Fn} \text{ donc } \mu = \frac{Mt}{29,42 \times 0,0375} \text{ Alors : } \mu = 0,906 \times Mt$$

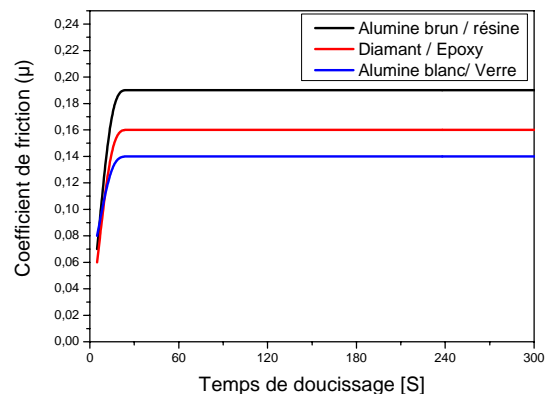
1.2. Résultats et interprétations

1. Doucissage par abrasifs liés

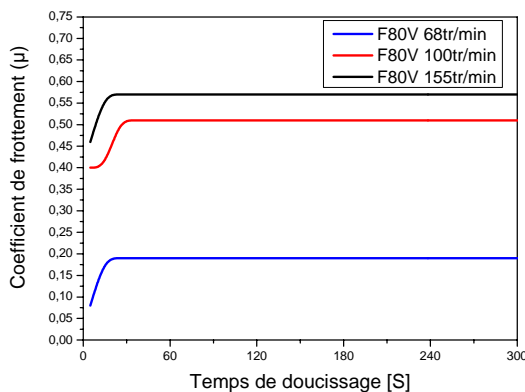
Les résultats de la variation du coefficient de friction lors du processus de doucissage par abrasifs liés sont montrés à la figure 6.21.



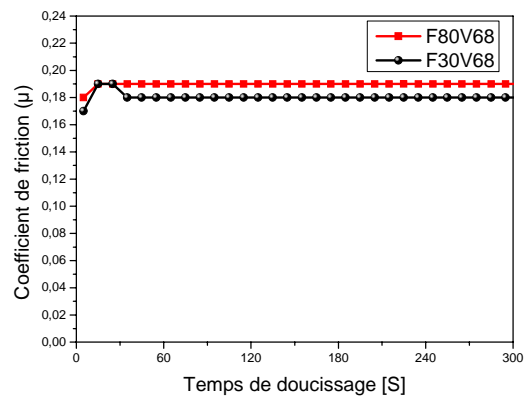
a) Effet du liant



b) Effet de la nature des grains



c) Effet de la vitesse de doucissage



d) Effet de la grosseur des grains

Figure 6.21: Variation du coefficient de friction en fonction du temps de doucissage

On remarque d'après les résultats de la figure 6.21 que le coefficient de frottement croît dans les premières secondes jusqu'à un temps de 30 secondes puis devient constant. La première variation peut être dû à l'augmentation de la surface de contact qui atteint son maximum dans les premières secondes de rodage des deux corps puis elle se stabilise. Une fois la surface de contact stable, la variation de la force de frottement tend à être constante et par conséquent le coefficient de frottement devient constant. En ce qui concerne l'effet des paramètres d'élaboration des pastilles et du processus de doucissage, la nature de liant ainsi que la

grosseur des grains n'ont pas un effet notable sur le coefficient de frottement (voir fig.6.21a et d). Quant à la nature des grains, elle a une influence considérable, montré à la figure 6.21b, où il est à remarquer que la différence du coefficient de frottement en fonction du type de grains ne peut être dû qu'à la morphologie des différentes poudres (alumine brune, alumine blanc et le diamant) et par conséquent une distribution granulométrique différente en plus de la différence du mode de fabrication des pastilles (mode et force de compactage, température de cuisson).

En dernier, l'effet de la vitesse de doucissage montré à la figure 6.21c, indique que le coefficient de frottement augmente au fur et mesure que la vitesse augmente. Ceci peut bien être logique du moment que l'augmentation de la vitesse engendre une augmentation de la force tangentielle (force de frottement) et en conséquence l'augmentation du coefficient de friction.

2. Doucissage par abrasifs libres

Les résultats trouvés lors du mesurage du coefficient de friction en doucissage par abrasifs libres sont montrés à la figure 6.22.

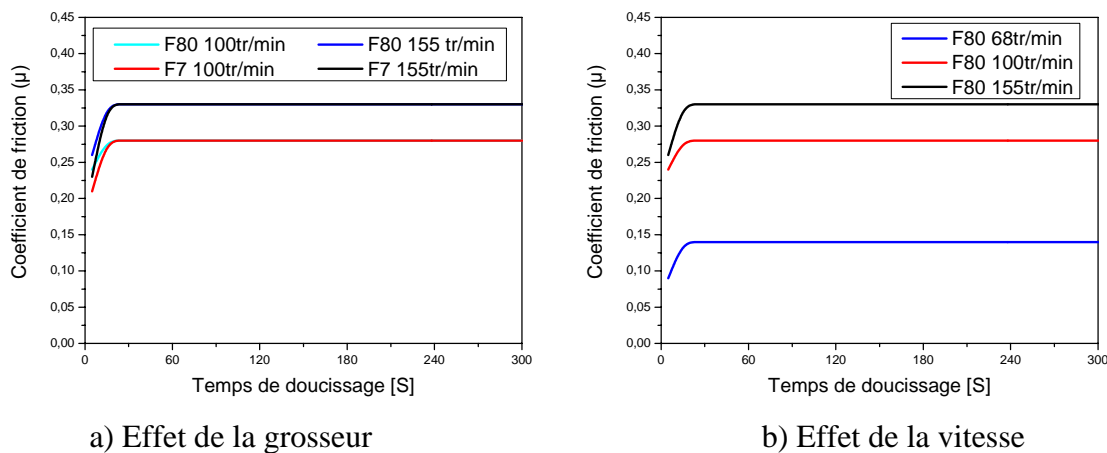


Figure 6.22 : Variation du coefficient de frottement en fonction du temps de doucissage

D'après les résultats trouvés, il est à remarquer sur la figure 6.22 que le coefficient de frottement est presque constant lors du doucissage par abrasifs libres et cela quelque soit les paramètres du processus. On remarque que la grosseur des grains n'a pas un grand effet sur le coefficient de frottement, ce qui peut être dû à la formation d'un film de liquide de la suspension entre la surface de verre et le rodoir permettant d'avoir presque la même surface de contact et par conséquent la variation du coefficient de frottement reste insensible à la

grosseur des grains. Cependant l'effet de vitesse est notable. En effet, au fur et à mesure que la vitesse augmente le coefficient de frottement augmente. Cette dépendance peut être expliquée par le fait que l'augmentation de la vitesse peut engendrer la projection des gros grains hors de la zone de contact outil-pièce laissant ainsi seulement les grains fins ayant une surface spécifique plus importante cette dernière contribue à l'augmentation de la surface de contact et par conséquent le coefficient de frottement devient plus important.

3. Polissage par abrasifs libres

Les résultats trouvés sont montrés sur les courbes des figures 6.23, 6.24, 6.25 :

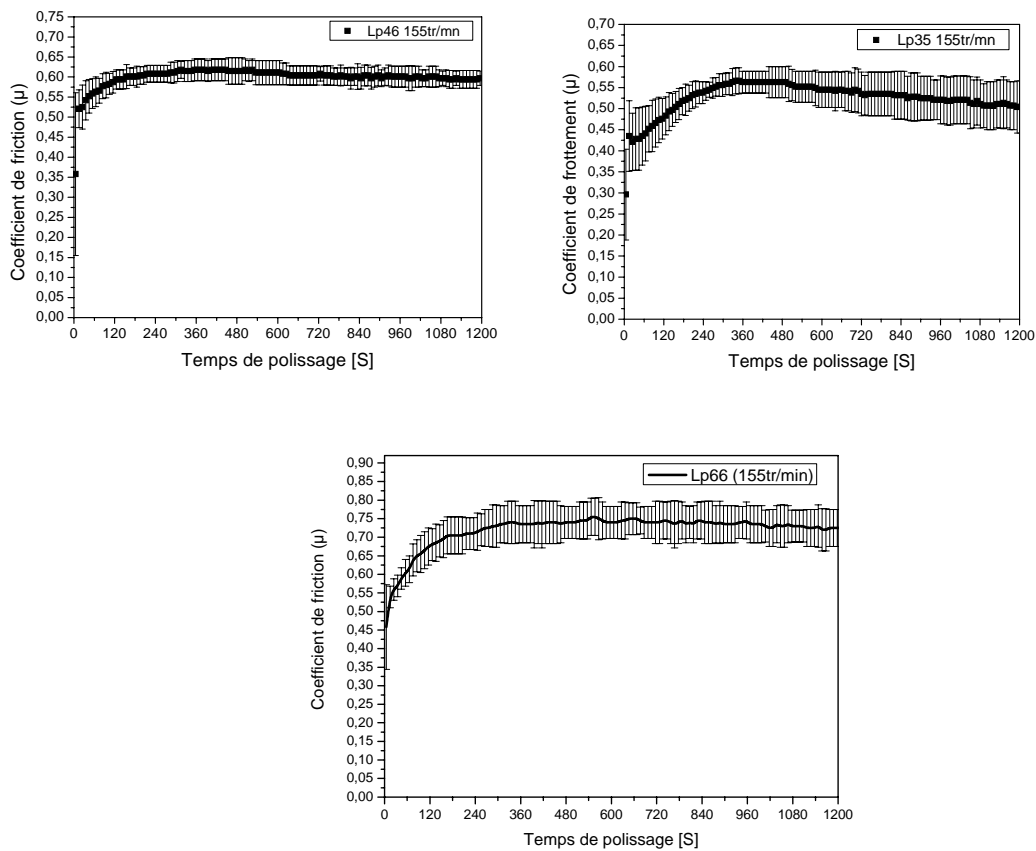


Figure 6.23: Évolution du coefficient de friction moyen en fonction du temps de polissage
(a. Lp46, b.Lp35, c.Lp66)

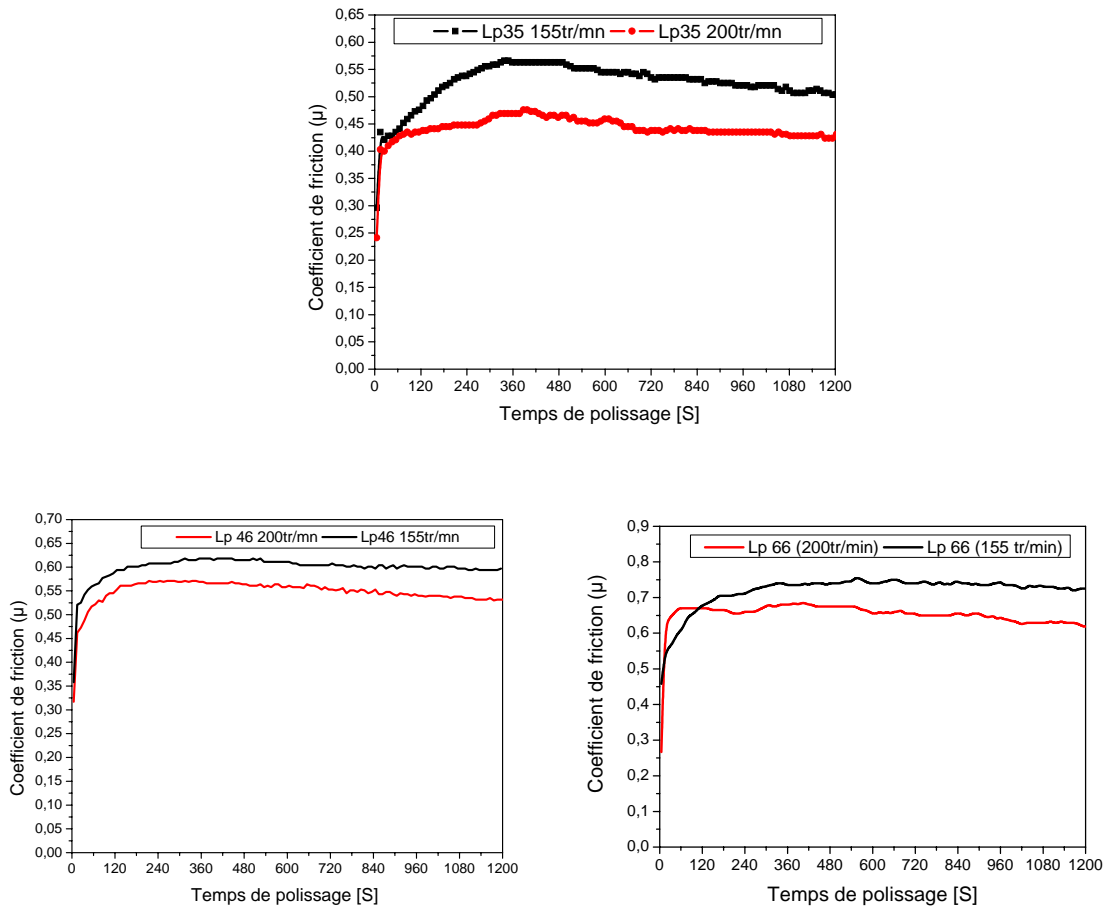


Figure 6.24: Effet de la vitesse de rotation sur la variation du coefficient de frottement

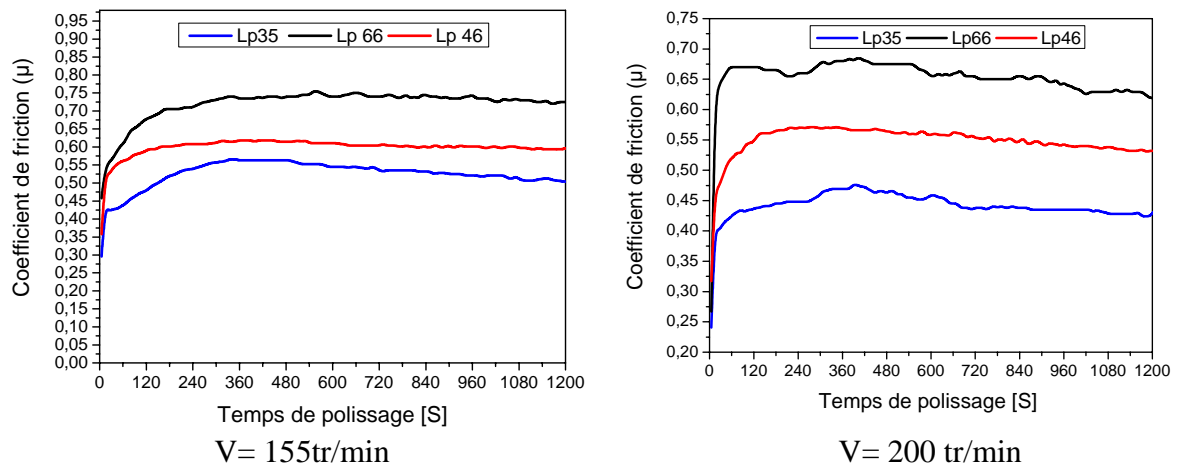
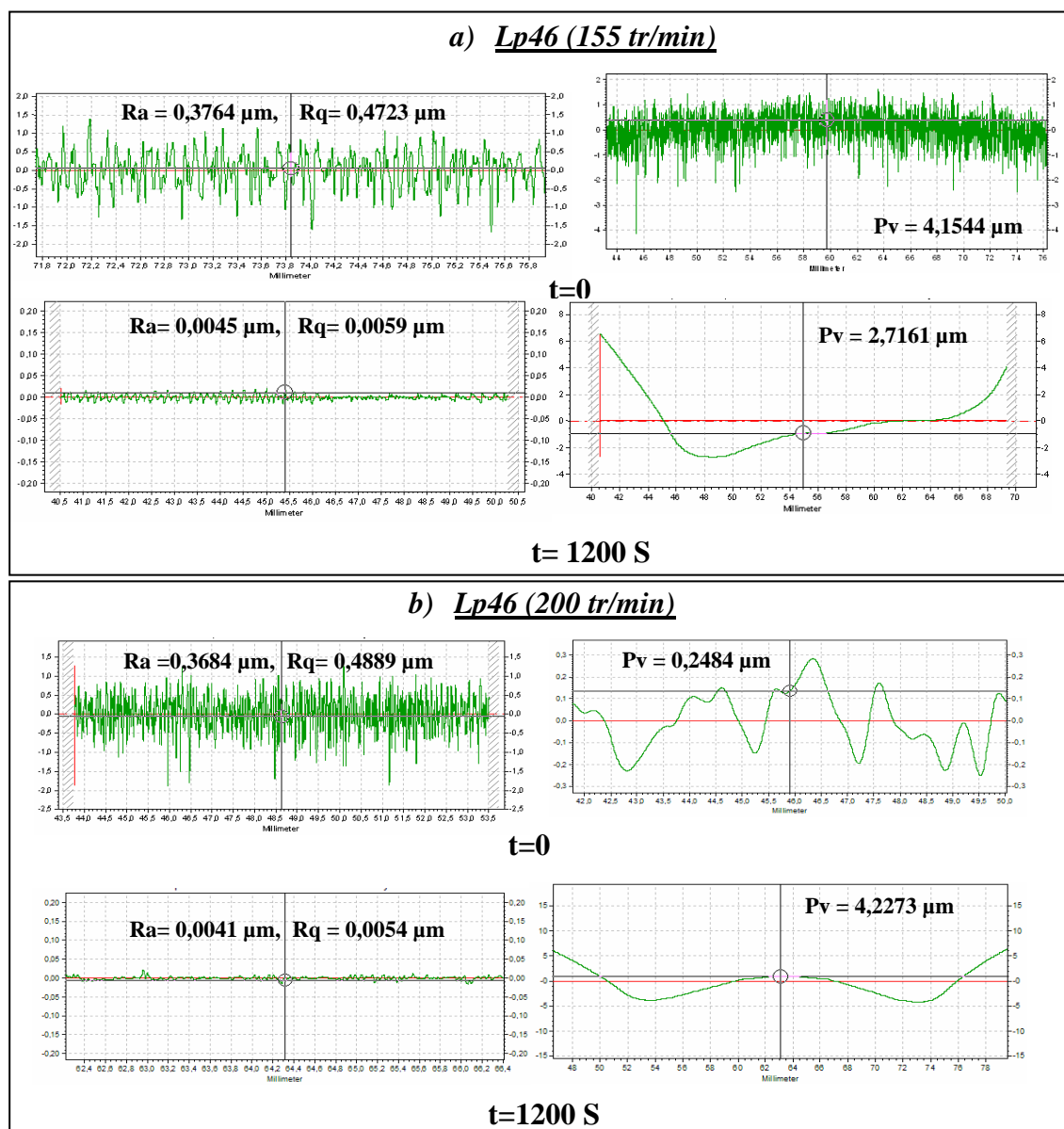


Figure 6.25 : Effet de la nature du polissoir sur la variation du coefficient de frottement

3.1. Effet du temps de polissage

Les résultats de l'évolution du coefficient de friction en polissage montrés aux figures précédentes montrent que le phénomène de friction en polissage est influencé par plusieurs paramètres. En effet, La figure 6.23 montre que le coefficient de friction

augmente en fonction du temps de polissage pendant les premières minutes de polissage puis tend à se stabiliser avant de décroître à la fin de l'opération de polissage. Ceci peut être expliqué par le fait que l'augmentation du coefficient de friction dans les premières minutes est due soit à l'état de surface initiale soit au premier contact entre la surface de l'échantillon et celle du polissoir. Au fil du temps, la rugosité de surface diminue et le polissoir épouse la forme de la surface et par conséquent la surface de contact tend à rester quasi constante ce qui stabilise le coefficient de frottement. A la fin de l'opération la surface devient très lisse et la surface de contact commence à se restreindre ce qui contribue à la diminution du coefficient de frottement. La variation de l'état de surface lors de la mesure du coefficient de frottement est montrée à la figure 6.26.



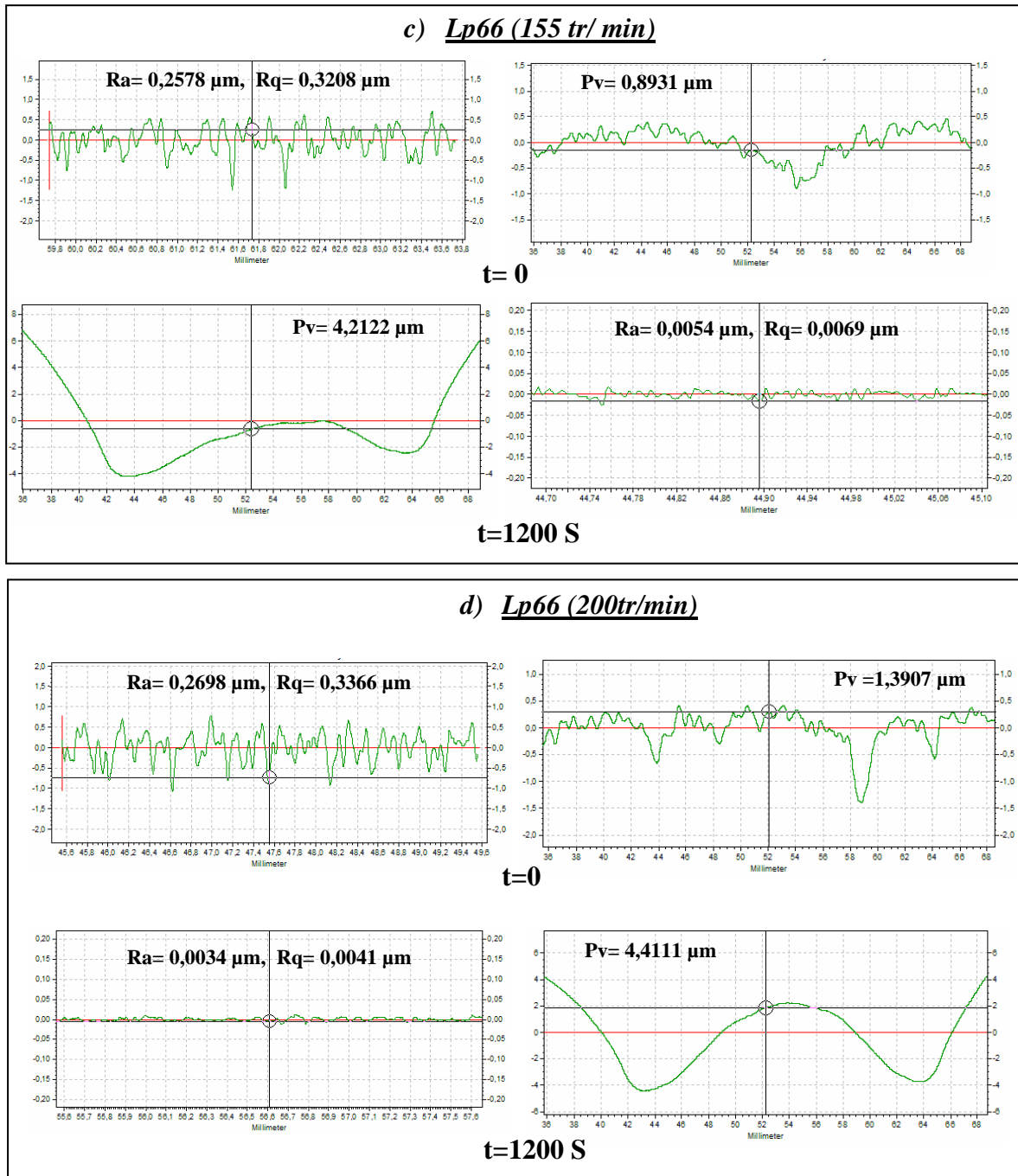


Figure 6.26: Variation de l'état de surface lors de la mesure du coefficient de frottement

3.2.Effet de la vitesse

Les résultats de la figure 6.24 montrent que le coefficient de friction diminue lorsque la vitesse de rotation de l'outil augmente. Le résultat trouvé est logique et il est en concordance avec les résultats trouvés dans les travaux de Polzer [Pol82] et Kragelski [Kra83]. La relation inversement proportionnelle entre le coefficient de frottement et la vitesse peut être

expliquée par ce qui suit; en polissage le coefficient de frottement représente la somme de deux composantes comme le montre la relation (6.1).

$$\mu = \mu_{def} + \mu_{adh} \dots\dots\dots(6.1) [Kra83]$$

Où : μ_{def} est le coefficient dû aux déformations des aspérités de la surface ou la déformation du polissoir et μ_{adh} : est le coefficient d'adhésion entre les deux surfaces.

Si la vitesse de polissage varie de 155 tr/min à 200tr/min, ceci produit une vitesse relative située dans un intervalle appelé « intervalle de Coulomb » dans ce domaine le phénomène d'adhésion est prédominant ce qui provoque la diminution du coefficient de frottement (voir fig.6.27). En plus la diminution du coefficient de frottement lorsque la vitesse augmente peut être dû à l'effet appelé « Aqua Planning Effect » caractérisé par la formation sous l'effet de la vitesse d'un film de liquide de l'agent de polissage entre la surface du verre et le polissoir ce qui diminue la surface de contact est par conséquent le coefficient de friction devient plus faible.

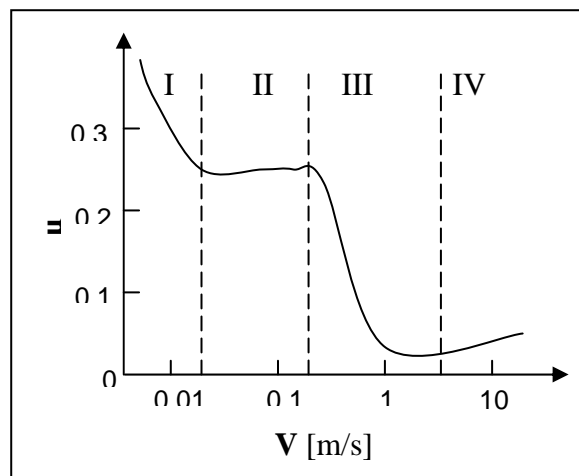


Figure 6.27 : Effet de la vitesse relative sur le coefficient de friction [Pol82]

(III. Domaine de coulomb)

3.3.Effet de la nature du polissoir

L'effet de la nature du polissoir est illustré par la figure 6.25. Il est à remarqué que l'effet de la nature du polissoir est notable. Effectivement, quoique l'allure de variation soit la même pour les trois types de polissoir mais cela n'empêche que la différence des valeurs est significative. Ceci peut être dû aux propriétés physicochimiques des polissoirs en l'occurrence le comportement élastique et la dureté des polissoirs qui permettent à chaque type de polissoir

d'avoir une déformation et par application de la relation (6.1), le coefficient de déformation μ_{def} est différente et par conséquent le coefficient de friction sera différent.

4. CONCLUSION

Les résultats obtenus nous permettent de conclure que l'assimilation de l'action d'un grain abrasif sur une surface d'un matériau fragile lors d'une opération de doucissage ou de polissage est possible par l'essai de scratch ou on a trouvé une similarité entre les formes des rayures existantes sur les surfaces doucies et ceux rayées durant l'essai de scratch. On peut conclure aussi que :

- ☞ Le milieu de l'opération est très important durant le doucissage ou le polissage. En effet, il a été trouvé qu'en présence d'eau les rayures sont plus importantes. Ceci permet de dire que lors des opérations de doucissage et de polissage, la présence du liquide de la suspension (eau) facilite l'action des grains et par conséquent augmente le taux d'enlèvement permettant ainsi d'augmenter la vitesse de doucissage ou de polissage.
- ☞ Les caractéristiques des matériaux fragiles influent le mode d'enlèvement de matière lors des opérations de finition.
- ☞ L'état de surface initial de l'échantillon peut aussi influencer l'état du produit après finition par son influence sur l'action des grains lors des opérations.
- ☞ L'enlèvement de matière est basé sur la fracture ou la micro-coupe engendrant des rayures obtenues par déformation causée par le grain soumis à une pression de doucissage ou de polissage si non par écaillage causé par l'interaction des fissures dans le cas du verre.

En ce qui concerne le phénomène de frottement dans les processus de doucissage et de polissage, on peut conclure que :

- ☞ Le phénomène de frottement n'a pas un grand changement en fonction du temps de doucissage. Cependant, la vitesse, le type d'abrasifs et leur grosseur représentent une influence considérable sur ce phénomène.
- ☞ En polissage, le comportement au frottement est influencé par tous les paramètres technologiques du processus.
- ☞ Sur la base des résultats du coefficient de friction il a été trouvé que ce dernier est inversement proportionnel à la vitesse de polissage. Ceci laisse à conclure que la vitesse de polissage peut accélérer le processus de polissage, mais en dépassant un

certain seuil ce dernier devient perturbateur par son influence sur le comportement au frottement qui est nécessaire au polissage.

- ☞ Le type de polissoir est d'un rôle prépondérant dans le processus de polissage surtout en ce qui concerne la qualité du produit finale et ce par son comportement au frottement et son adaptation à la surface à usiner.

CONCLUSION GÉNÉRALE

Les résultats obtenus dans ce travail, permettent de préciser d'une part le rôle primordial des grains abrasifs dans les processus de doucissage et de polissage des surfaces optiques, d'autre part de mettre en évidence la difficulté du contrôle de tous les paramètres pouvant intervenir dans les deux processus de finition. A cela s'ajoute le comportement des grains abrasifs à l'usure et à leur action durant les processus dans le but de vérifier les hypothèses du mécanisme d'enlèvement de matière jugées incomplètes. Les conclusions essentielles tirés de cette étude sont résumées comme suit:

- ☞ Les grains abrasifs employés en doucissage et en polissage subissent une usure soit par arrondissement des arêtes coupantes soit par fracture.
- ☞ L'usure des grains par fracture peut produire de nouveaux grains à arrêtes vives de dimensions inférieures aux grains initiaux.
- ☞ Le taux de fracture dépend du temps d'emploi de la suspension. Dans cette étude l'usure des grains est très lente surtout en polissage. Selon les résultats, une suspension abrasive de grains en alumine employée en gros doucissage a une durée de vie supérieure ou égale à trois heures de travail.
- ☞ Les débris de verre enlevés s'introduisent dans la suspension abrasive et peuvent contribuer au changement de la distribution granulométrique. Cependant leurs actions sur la surface reste difficiles à définir.
- ☞ Les grains abrasifs, utilisés sous forme liée dans le procédé de doucissage, subissent une faible usure lors de leur emploi dans une phase de doucissage.
- ☞ L'influence des paramètres d'élaboration des pastilles sur l'usure des grains abrasifs les constituants n'est pas significative.
- ☞ La fracture des grains abrasifs peut avoir lieu lors de leur emploi en doucissage où lors du compactage des pastilles, ce qui rend plus difficile la détermination de la cause exacte de l'usure des grains liés.
- ☞ L'usure de l'outil pastille est étroitement liée aux paramètres d'élaboration.

- ☞ Les pastilles liées par le liant verre ont la plus longue durée de vie, cependant les pastilles liées par résine sont les plus rentables.
- ☞ L'usure des poudres abrasives utilisées en polissage est très difficile à étudier à cause de la finesse des grains ainsi que l'effet du grand nombre de paramètres du processus.
- ☞ Les grains abrasifs d'oxyde de cérium subissent une usure partielle lors de leur utilisation durant une seule phase de polissage et ceci en étroite relation avec les paramètres de l'opération.
- ☞ Le même phénomène est observé lors de l'emploi des grains abrasifs dans des opérations plus longues (travail en continu). Cependant, le type de grains d'oxyde de cérium utilisé (CERI3000G) a une certaine résistance à l'usure contrairement aux autres types essayés pour de courtes durées de polissage.
- ☞ Le phénomène des effets colloïdaux est très présent dans le processus de polissage par abrasifs libres et engendre la formation d'agglomérats pouvant avoir un effet néfaste sur les résultats du processus.
- ☞ L'usure des grains abrasifs d'oxyde de cérium le plus probable est celui de la fracture des grains ce qui a permis aux grains abrasifs de conserver dans la plus part des cas leur morphologie caractérisée par une forme irrégulière.
- ☞ L'assimilation de l'action des grains abrasifs sur une surface d'un matériau fragile lors d'une opération de doucissage ou de polissage est possible par l'essai de scratch. Une similarité a été trouvée entre les formes des rayures causées par les grains de doucissage et ceux causés par l'essai de rayure.
- ☞ Le milieu de l'opération est très important durant le doucissage ou le polissage. En effet, il a été prouvé qu'en présence de l'eau, les rayures sont plus importantes. Ceci permet de dire que lors des opérations de doucissage et de polissage la présence du liquide de la suspension (eau) facilite l'action des grains et par conséquent augmente le taux d'enlèvement permettant ainsi d'augmenter la vitesse de doucissage ou de polissage. Ce qui prouve l'hypothèse d'un effet chimique et mécanique combinés.
- ☞ Les caractéristiques des matériaux fragiles influent sur le mode d'enlèvement de matière lors des opérations de finition.

- ☞ La qualité de la surface initiale a son impact sur le produit fini par son influence sur l'action des grains lors des opérations de finition.
- ☞ L'enlèvement de matière est basé sur la fracture ou la micro coupe engendrant des rayures obtenues par déformation causée par le grain soumis à une pression de doucissage ou de polissage si non par écaillage causé par l'interaction des fissures dans le cas du verre.



BIBLIOGRAPHIE

- [Abi04] J.T. Abiade, "Characterization of the chemical effects of ceria slurries for dielectric chemical mechanical polishing", Thèse de doctorat, Université de Florida,(2004), pp. 49-51
- [Agh70] R.L.Aghan and L.E. Samuels,"Mechanisms of abrasive polishing", Wear, Vol.16, N°4,(1970), pp.293-301.
- [Ale57] F. K. Aleinikov, "The Effect of Certain Physical and Mechanical Properties on the Grinding of Brittle Materials," Sov. Phys. Tech. Phys.Vol. 27,(1957), p.2529
- [Ali06] T.Aliouane, "Étude du comportement des polissoirs en polyuréthane durant le polissage du verre optique", Thèse de doctorat, DOMP UFAS, (2006), p.99
- [Ali07] Aliouane T., Bouzid D., Belkhir N., "Effect of the variation of the contact surface between polishing pad and glass on surface polished shape", XXIst International congress on glass 2007, Strasbourg, (July 2007).
- [All90] T. Allen "Particle Size Measurement", Chapman & Hall .London, 4th Edition, 1990, pp. 483-502
- [Bec90] G.J.J.Beckers, H.J.Veringa," Some restrictions in particle sizing with the Horiba CAPA-500", Powder Technology, Vol.60,N°3, (1990), pp.245-248.
- [Bei1904] G.T. Beilby,"Surface flow in crystalline solids under mechanical disturbance", Proc.Roy.Soc. Vol 72,N°481,(1904), pp.218-225
- [Bel07] N. Belkhir & al. "Correlation between the surface quality and the abrasive grains wear in optical glass lapping", Tribology International, Vol. 40, (2007), pp. 498–502
- [Bel07bis] N.Belkhir & al.,"Study of the abrasive grains action in the lapping of brittle materials", XXIst International congress on glass, Strasbourg, July 1- 6 2007.
- [Bif91] Bifano, T. G., Dow, T. A. and Scattergood, R. O.," Ductile-Regime Grinding: A New Technology for Machining Brittle Materials" ASME J. Eng for Industry,Vol.113, N°2,(1991), pp. 184-189
- [Bou01] D. Bouzid and al.,"Investigation of cerium oxide pellets for optical glass polishing", Glass Technol., vol. 42,N°2, (2001), pp.60–62
- [Bow50] F.P.Bowden, D.Tabor, "Friction and Lubrication of Solids", Oxford: Clarendon press, 1950, p.372.
- [Bri06] E. Brinksmeie and al.," Finishing of structured surfaces by abrasive polishing", Precision Engineering, Vol. 30, (2006), pp. 325–336
- [Bro78] A.Broese Van Groenou and J.D.B.Veldkamp,"Grinding brittle materials", Philips Tech. Rev., Vol. 38,(1978), pp. 105–118.
- [Bro79] N.J. Brown,"Flat lapping revisited. In : Workshop on optical fabrication and testing", Tucson, AZ (USA), (1979)
- [Bro81] N.J. Brown. "Optical Polishing of metals: Contemporary methods in optical fabrication". SPIE, vol.306, (1981) p.42
- [Bro84] N.J. Brown, L.M. Cook,"The role of abrasion in the optical polishing of metals and glass", Paper presented at : Topical Meeting On the Science of Polishing,Monterey, CA (USA), (1984)
- [Bro87] N.J. Brown,"Some speculations on the mechanism of abrasive grinding and polishing", Precis.Eng.,Vol.9, N°3(1987), pp.129-138
- [Bro90] Brown N.J. «Lapping, Polishing and shear mode grinding » J.Jpn.Soc. Precis. Eng., Vol.56,N°5, (1990), pp.800-805
- [Bro90bis] N. J. Brown," Optical fabrication", Lawrence Livermore National Laboratory Report MISC 4476 (LLNL, University of California, Livermore, Calif.), (1990), p.6.



- [Bro97] A. Broese van Groenou and al., "Single-point scratches as a basis for understanding grinding and lapping", in *The Science of Ceramic Machining and Surface Finishing*, Vol. II, (1997), pp.43-60.
- [Bui93] M. Buijs and K. Korpel-van Houten, "A model for lapping of glass," *J. Mater.Sci.*, Vol. 29,(1993), pp.3014–3020
- [Bui93bis] M. Buijs, K. Korpel Van Houten, "Three-body abrasion of brittle materials as studied by lapping", *Wear*, Vol. 166,N°2, (1993), pp. 237–245
- [Cen95] C. Censier, J. Tourenq, "Crystal forms and surface textures of alluvial diamonds from the Western Region of the Central African Republic", *Mineralium Deposita*, vol.30, (1995), pp. 314-322
- [cha00] Y.P. Chang and al., "An investigation of material removal mechanisms in lapping with grain size transition". *J. Manuf. Sci. Eng.*, Vol.122, N°8,(2000), pp. 413-419
- [Chu06] H.C. Chuang, P.L.Tso "An investigation of lapping characteristics for improving the form error of an aspheric lens", *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 176, (2006), pp. 183–190.
- [Coo90] L.M .Cook, "Chemical processes in the glass polishing", *J.of non cryst. Solids*, Vol.120, N°1-3, (1990), pp 157-171
- [Cum95] M. J. Cumbo, "Slurry particle size evolution during the polishing of optical glass", *Applied Optics*, Vol. 34,N°19 , (1995), pp.3743-3755
- [De P04] D.V. De Pellegrin, G.W. Stachowiak, "Simulation of three-dimensional abrasive particles", *Wear*, Vol. 258, (2005), pp.208–216
- [Eva04] C.J. Evans; E. Paul and Al., "Material removal mechanisms in lapping and polishing", PartII, *Ann.CIRP*, Vol. 52,N°2, (2004), pp.611-633.
- [Fan93] L.Fang and al., "Movement patterns of abrasive particles in three-body abrasion", *Wear*, Vol. 162–164, (1993), pp.782–789.
- [Fil 04] N. FILLOT, "Étude mécanique de l'usure - Modélisation par éléments discrets des débits de troisième corps solide", Thèse de doctorat 2004 INSA lyon.
- [Geo00] J.M. Georges, "Frottement, usure et lubrification". Paris : Eyrolles et CNRS Édition, *Sciences et techniques de l'ingénieur*, (2000), p. 424
- [Gil05] S. R. Gilliss and al., "Electron energy-loss spectroscopic study of the surface of ceria abrasives", *Applied Surface Science*, Vol. 241, (2005), pp. 61–67
- [Gla91] D.S. Glancy & M.J. damgaard, "A study in the dynamics and wear of rigid disc systems", 24th Annal convention of the international metallographic Society in Monterey, California USA, August 1, (1991), p.3
- [Gol92] D. Golini and W. Czajkowski, "Microgrinding makes ultrasmooth optics fast", *Laser Focus World* 28, (1992), pp. 146–152
- [Gol94] D. Golini, and al., "Influence of process parameters in deterministic microgrinding", *OSA*, Vol. 13, (1994), pp. 28–31.
- [Har98] S.J. Harris and al. "Effects of nanoscale morphology on the abrasion of steel by diamondlike carbon", *wear*, Vol.219, (1998), pp98-104
- [Hor83] D.F.Horne, "Optical Production Technology", 2nd ed., Hilger, Bristol, (1983), Chap.1, p.1.
- [Hut92] T.O.Hutchings, "Tribology: Friction and Wear of Engineering Materials", Ed. Edward Arnolds, (1992).
- [Ima79] O. Imanaka, M.Okutomi, "Newconcept on surface finishing and its application to ceramic:Recent progress in utltrafine finishing in Japan, the science of ceramic machining and surface finishing", National bureau of standards, Special Pub., B.J.Hockey and R.W.Rice, Eds Gaithersburg, MD, No.562, (1979), pp.157-169



- [ISO99] ISO13320 Particle Size Analysis – Laser Diffraction Methods Part1: General Principles, ISO Standards Authority (1999)
- [Izu71] T.Izumitani, S. Harada,“Polishing mechanism of optical glasses”, Glass technol.Vol. 12,N°5, (1971), pp.131-135
- [Izu79] T. Izumitani, S. Harada,“Polshing mechanism of optical glass”, Wiss.Z. Friedrich schiller-Univ. Jena, Math. Naturwiss.R.,Vol.28, N°(2/3), (1979), pp 389-413
- [Izu86] T. Izumitani,“ Optical Glass”, American Institute of Physics NewYork, (1986), Chap. 4, p. 91.
- [Jia03] Luo Jianfeng and D.A. Dornfeld,“ Material removal regions in chemical mechanical planarization for submicron integrated circuit fabrication”,IEEE,Vol.16, N°1, (2003),pp.45-65
- [Kal 91] A. Kaller, “on the polishing of glass, particularly the precision polishing of optical surface”, Glastech.Ber., Vol. 64,N°9, (1991), pp.241-252
- [Kal56] A. Kaller, “Zur poliertheorie des glases”, Silikattechnik,Vol.7,N°10,(1956), pp.380-390,399
- [KA198] A. Kaller,“Properties of polishing media for precision optics”, Glastech.Ber.Glass Sci. Technol.,Vol.71,N° 6, (1998), pp.174-183
- [Kan05] J. Kang, M. Hadfield,“Examination of the material removal mechanisms during the lapping process of advanced ceramic rolling elements”,Wear, Vol.258, (2005), pp. 2–12
- [Kar93] . H. H. Karow, “Fabrication Methods for Precision Optics”, Wiley New York, (1993), Chap. 5, p. 334.
- [Kas90] T. kasai and all, “Improvement of conventional polishing conditions for obtaining super smooth surfaces of glass and metal works”, Annals of CIRP,Vol.39,N°1, (1990), pp.321-324
- [Kin70] K.Kinosita and al.,”Ellipsometry of a transparent film overlaid on a transparent substrate having a surface layer”, Opt.Acta, Vol.17,N°2,(1970), pp.115-121.
- [Kle44] W. Klemm & al.,“Über die bildung von diamante-eindrücken in glasoberflächen” Naturwissenschaften ,Vol.29,N°47, (1944), pp.710-711
- [Kom97] R. Komanduri & al., ”Technological advances in fine abrasive processes”, Ann CIRP, vol.46, N°2, (1997), pp.545-96
- [Kra83] I.V. Kragelski & al.,“Grundlagen der berechnung von reibung und verschleiss“, VEB Verlag Technik Berlin, (1983), p.479
- [Lam05] J.C. Lambropoulos and al., “Deterministic Microgrinding, Lapping, and Polishing of Glass–Ceramics”, J. Am. Ceram. Soc.,Vol.88, N°5, (2005), pp. 1127–1132
- [Lam97] J.C. Lambropoulos, Su Xu, and Tong Fang, “Loose abrasive lapping hardness of optical glasses and its interpretation », Applied optics, Vol.36, No.7, (1997), pp 1501-1516
- [Lamb99] R. Lambourne,“Paint and Surface coatings theory and practice”, 2ndEd. Ellis Horwood Ltd.,(1999), pp.243-283
- [Li98] K. Li, Y. Shapiro and J. C. M. Li, “Scratch test of soda-lime glass”, Acta mater. Vol. 46,N°15,(1998), pp. 5569-5578
- [Lie92] J. Lienes,“Opticam SM update in Current Developments in Optical Design and Optical Engineering II”, Proc. SPIE 1752, (1992), pp.153–157
- [Lin07] T.R. Lin, “An analytical model of the material removal rate between elastic and elastic-plastic deformation for polishing process”, int.J.Adv.Manuf. Technol. Vol. 32, (2007), pp. 675-681
- [Luo03] J. Luo, ”Integrated modeling of chemical mechanical planarization /polishing (CMP) for integrated circuit fabrication: from particle scale to die and wafer scales”, Doctorate Thesis, University of California, Berkeley, (2003), pp.1-12



- [Mar00] J.P. Marioge, "Surface optique: Méthodes de fabrication et de contrôle, recherches", Edition EDP Sciences France, (2000), pp.26-33,
- [Mar82] J. P. Marioge et al, "Étude des microfractures superficielles des surfaces vitreuses utilisées en optique de précision", J. Optics (Paris), Vol. 13,N°3,(1982), pp. 159-168
- [Men95] H.C Meng, K.C.Ludema, "Wear models and predictive equation : their form and their content", wear, Vol. 181-183,N°2, (1995), pp.443-457
- [Mic80] T. A. Michalske and V. D.Frechette, "Dynamic Effects of Liquids on Crack Growth Leading to Catastrophic Failure in Glass", J. Am. Ceram. Soc., Vol.63, (1980), pp.601-603.
- [Mic93] T.A. Michalske, & B.C. Bunker, "A chemical kinetics model for glass fracture", J. Am. Ceram. Soc.Vol.76,(1993), pp. 2613–2618
- [Moo80] M.A. Moore & F. S. King, "Abrasive wear of brittle solids", Wear, Vol.60 N°1, (1980), pp. 123-140.
- [Nan95] G. Nanz, L.E.Camelletti, "Modeling of chemical-Mechanical polishing: A review", IEEE Transactions on semiconductor Manufacturing, Vol.8, N°4, (1995), pp.382-388.
- [Ney73] P.Ney, "Zeta potentiale und flotierbarkeif von mineralen", Springer-Verlag, New york, (1973), pp. 96-101
- [Par84] R.E.Parks and al. "Comparison of polishing with cerium oxide and diamond", Paper presented at: Topical Meeting on the Science of Polishing, Monterey, CA (USA), (1984)
- [Pau87] P. Paul Hed and David F. Edwards "Optical glass fabrication technology. 2: Relationship between surface roughness and subsurface damage" Applied Optics,Vol. 26(21),(1987), p. 4677
- [Pey52] I. Peyches, J. Soc.glass. Techn.36 pp 164-180.(1952)
- [Phi77] K. Phillips, G. M. Crimes, and T. R. Wilshaw, "On the mechanism of material removal by free abrasive grinding of glass and fused silica," Wear, Vol. 41, (1977), pp. 327–350
- [Pol 91] H. H. Pollicove and D. T. Moore, "Optics manufacturing technology moves toward automation," Laser Focus World 27, (1991), pp.145– 149
- [Pol82] G. Polzer and F. Meissner, "Grundlagen zu reibung und verschleiss", VEB Deutscher Verlag Für Grundstoff Industrie Leipzig, (1982), p. 67,68, 87,88.
- [Pol94] H. H. Pollicov and al., "Computer aided optics manufacturing", Opt. Photon. News, Vol. 6, (1994), pp.15–19
- [Pre21] F.W. Preston, "The Structure of abraded glass surfaces", Trans. Opt. Soc., Vol.22, (1921), p.141
- [Pre23] F.W. Preston. "Chemical and physico-chemical reactions in the grinding and polishing of glass", Journal of the society of glass technology, Vol.14,(1923), p.127
- [Pre25] F.W. Preston. "The nature of the polishing operation. Transactions of the Optical Society. London, vol.3 (1925),p. 26.
- [Pre27] F.W. Preston, "The theory and design of plate glass polishing machine", J. Society of Glass Technology, vol.11, (1927), pp.214-215
- [Rab61] E.Rabinowicz, L. A. Dunn and P. G. Russell , "A study of abrasive wear under three-body conditions", Wear, vol.4, (1961), pp. 345–355.
- [Rab95] E.Rabinowicz, "Friction and wear of materials", 2nd ed. Wiley, New York (1995)
- [Raf80] P.Raffinot, "Granulometrie", Technique de l'ingénieur, 1980, p.555
- [Raw02] A. Rawle "The importance of particle sizing to the coatings industry Part 1: Particle size measurement", Adv.Co.Sci.Tech. ,Vol.5,N°1, (2002), pp.1-12.
- [Ray1903] J. W. S Rayleigh Lord, "Scientific papers" University Press, Cambridge, Vol. 4, (1903), p. 54, 74, 542
- [Reb59] W.Rebentisch and F. Dinkelacker, "Elektronen Mikroskopische Untersuchungen an polierrot", Glastechn.Ber., vol. 32, N°8, (1959), pp.321-327.



- [Rem02] G. Rémond & C. Nockolds, "Implications of Polishing Techniques in Quantitative X-Ray Microanalysis", *J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol.*, Vol. 107, N°6, (2002), pp. 639–662
- [Ric83] J.R. Rice, A.L. Ruina, "Stability of Steady Frictional Slipping", *ASME Journal of Applied Mechanics*, Vol. 50, (1983), pp. 343–349.
- [Rid68] T.M. Riddick, "Control of colloidal stability through zeta potential". Zeta-Mater Inc, New York 1968, pp. 320–331
- [Rod 06] T. A. Rodil, "Edge effect on abrasive wear mechanisms and wear resistance in WC-6wt.% Co hard metals", Doctorate thesis, Karlstad University, (June 2006), pp. 9–12
- [Rum59] H. Rumpf "Zur Entwicklungsgeschichte der Physik der Brucherscheinungen" *Chem. Ing. Tech.*, vol. 31 N°11, (1959), pp. 697–705
- [Sak73] H. Sakata, "Effet de différents facteurs sur le processus de polissage des verres", *Verres réfractaire*, Vol. 27, N°2, (1973), pp. 58–71
- [Sak73bis] H. Sakata, "étude ellipsométrique de mécanisme fondamental de polissage du verre", *Jpn. J. Appl. Phys.* Vol. 12, N°2, (1973), pp. 173–181
- [Sch71] K. Schönert, & al. "Die Grenzen der Zerkleinerung bei kleinen Korngrößen" *Chem. Ing. Tech.*, vol. 43 N°13, (1971), pp. 773–777
- [Shot72] Shott optical Glass, Inc., Catalog., 3060/72/USA IX/72, o.P.
- [Sin07] M.T. Siniawski and al. "A universal wear law for abrasion", *wear*, Vol. 262, (2007), pp. 883–888
- [Sma99] R. E. Smallman, R. J. Bishop, "Modern Physical Metallurgy and Materials Engineering", Ed. Butterworth Heinemann, 6th Edition, (1999), p. 26, 323–393
- [Sri87] S. Srinivasan and R. O. Scattergood, "On lateral cracks in glass" *J. Mater. Sci.*, Vol. 22, (1987), pp. 3463–3469
- [Tes 92] A. A. Tesar and B. A. Fuchs, "Zerodur polishing process for high surface quality and high efficiency", *OSA*, Vol. 24, (1992), pp. 137–140.
- [Tes91] A. A. Tesar and B. A. Fuchs, "Removal rates of fused silica with cerium oxide and pitch polishing", in *Advanced Optical Manufacturing and Testing II*, V. J. Doherty, ed., *Proc. Soc. Photo-Opt. Instrum. Eng.*, Vol. 1531, (1991), pp. 80–90
- [Tes92bis] A. A. Tesar, B. A. Fuchs, and P. P. Hed, "Examination of the polished character of fused silica", *Appl. Opt.*, Vol. 31, (1992), pp. 7164–7172
- [Tre99] R.I. Trezona and al. "Transition between two-body and three-body abrasive wear: influence of test conditions in the microscale abrasive wear test", *Wear*, Vol. 225–229 part.1, (1999), pp. 205–214
- [Van82] G.F. Vander Voort, "Metallography Principles and Practice". Mc Graw Hill Inc., 1982), p. 100
- [Wan02] C.C. Wang and al., "A material removal model for polishing glass–ceramic and aluminum magnesium storage disks International" *Journal of Machine Tools & Manufacture*, Vol. 42, (2002), pp. 979–984
- [Wei74] G. E. Wiese, R. E. Wagner, "Physical model for predicting grinding rates", *Appl. opt.*, Vol. 13, (1974), p. 2719
- [Wie72] S.M. Wiederhorn. "A chemical interpretation of static fatigue", *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 55, (1972), pp. 81–85.
- [Wie82] S. M. Wiederhorn and al., "Effects of Water and Other Dielectrics on Crack Growth", *J. Mater. Sci.*, Vol. 17, (1982), pp. 3460–3478.
- [www1] <http://www.pieplow-brandt.de>
- [www2] www.shott.com
- [www3] www.hvg-dgg.com/uploads/media/Fa107a-Becker.pdf
- [www4] www.rodhia.com



- [Xie96] Y.Xie and B.Bushan, "Effects of particle size, polishing pad and contact pressure in free abrasive polishing". *Wear*, vol.200, N°1-2,(1996), pp. 281–295.
- [Yu93] T.K. Yu, C.C. Yu, M. Orłowski, "A statistical polishing pad model for chemical mechanical polishing", In *IEDM Tech. Dig.*, (1993), pp.865-868.
- [Yua03] J.L.Yuan & all., "Lapping and polishing process for obtaining super-smooth surfaces of quartz crystal", *Journal of Materials Processing Technology*, Vol.138, (2003), pp.116–119

ABSTRACT

Optical field is a field which can intervene in all industries with a big efficiency. Indeed, all challenge of precision is only reached by optical methods or equipments. The reliability of the optical instrument is closely related to the quality of the different components which composes it especially the optical components. However, the performance of components is dependent on the precision and the functional surface quality. Classical finishing processes stay until now the most reliable for the realization of very high surface quality in spite of the complexity of these processes which are influenced by a significant number of technological parameters that has for consequence non reproducibility of results. This phenomenon remained a big problem to solve in the optical industry. Lapping and polishing agents are considered as the most influential technological parameters what led us through this thesis to do investigations on the behavior of alumina and in cerium oxide grains to determine their evolution (morphology and size) during finishing processes.

Phenomena describing the behavior of particles during the finishing processes of optical surface are extremely complex as all systems whose consequence is the result uncertain of innumerable events. The obtained results are then big variances and therefore the lucid findings are not easily drawn. The effect of particle measurements and their wear rates on results of lapping and polishing processes are established.

ملخص