

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

**MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE**

UNIVERSITE FERHAT ABBES SETIF ALGERIE

جامعة فرحات عباس سطيف 1

THESE

Présentée à l'Institut d'Optique et Mécanique de Précision

Pour l'obtention du diplôme de

DOCTORAT EN SCIENCES

Option : Optique et mécanique de précision

Par :

BENTOUMI MOHAMED

**Etude comparative du polissage du verre optique par des
particules en oxyde de cérium libres et fixes**

Soutenu le :

M. N. Bouaouadja
M. D. Bouzid
M. M. Labaiz
M. F. Benkhenafou
M. A. Iost

devant le jury :

Prof. U.F.A SETIF	Président
Prof. U.F.A SETIF	Rapporteur
Prof. U. ANNABA	Examineur
MCA.U. TLEMCEN	Examineur
Prof. ENSAM Lille France	Invité

ANNEE UNIVERSITAIRE 2016/2017

Remerciement

Tout d'abord, le grand remerciement au bon dieu le grand puissant, de m'avoir aidé et donné la volonté pour arriver à ce stade et réaliser ce modeste travail. Mes vifs remerciements sont adressés à mon encadreur Professeur Bouzid Djamel de l'université Ferhat Abbas de Sétif et Co-encadreur Professeur Émérite Iost Alain de l'école nationale supérieure d'arts et métiers de Lille France pour leurs conseils, leurs aides, leurs soutiens, leurs orientations, et leurs confiances qu'ils m'accordent.

Je tiens vivement remercie le président de jury le professeur N. Bouaouadja et les membres du Jury (Professer M.Labaiz et F. Benkhenafou) qui m'ont fait l'honneur de participer et d'assister à ma soutenance.

Je remercie tous les enseignants qui ont contribué à mon stage de perfectionnement, ainsi que tous les employés de l'école nationale supérieure d'arts et métiers de Lille de France.

Je remercie ma mère, ma femme et mes petits enfants qui, ont patientés tout la longue durée durant mon stage de perfectionnement en France.

Je n'oublierai jamais mes remerciement sincères et en particulièrement mon épouse pour sa patience, ses encouragements et soutien sur tous les aspects.

En fin, je remercie tous ceux qui ont contribué soit de près ou de loin dans ce mémoire.

Sommaire

Introduction générale	3
Chapitre I : Généralités sur les matériaux optiques	7
1.1 Verre minéral	7
1.1.2 Historique.....	7
1.1.2 Composition chimique du verre.....	8
a) Formateurs.....	8
b) Modificateurs.....	8
c) Intermédiaires.....	8
1.1.3 Transition Vitreuse.....	8
1.1.4 Elaboration du verre.....	9
1.1.4.1 Verre soda-calcique.....	9
1.1.4.2 Verre flotté (Float glass).....	9
a) Sa composition.....	9
b) Procédé de fabrication du verre flotté.....	9
1.1.5 Types de verre.....	10
a) Verre-glace.....	10
b) Verre technique.....	10
c) Verre de lunette.....	10
d) Verre optique.....	10
e) Verre céramique.....	11
1.2 Verre optique	11
1.2.1 Propriétés optiques.....	12
a/ Indice de réfraction.....	12
b/ Dispersion.....	13
c/ Transmission.....	15
d/ Biréfringence.....	17
1.2.2 Propriétés mécaniques.....	18
a) Masse volumique.....	18
b) Coefficient de dilatation thermique.....	18
c) Elasticité et coefficient de poisson du verre.....	18
d) Résistance mécanique.....	20
e) Dureté.....	20
f) Indentation.....	20
1.3 Verre Céramiques	21
1.3.1 Introduction.....	21
1.3.2 Historique.....	22
1.3.3 Définition.....	23
1.3.4 Procédé de synthèse d'une vitrocéramique.....	23
1.3.4.1 La dévitrification.....	24
1.3.4.1.1 Nucléation et croissance cristalline.....	24
a) Nucléation.....	25
b) Croissance.....	25
1.3.4.1.2 Dévitrification spinodale.....	26
1.3.4.2 Synthèse par chimie douce.....	27
1.3.5 Propriétés des vitrocéramiques.....	27
1.3.5.1 Propriétés mécaniques des vitrocéramiques.....	28

1.3.5.2	Propriétés thermomécaniques des vitrocéramiques.....	28
1.3.5.3	Propriétés optiques des vitrocéramiques.....	29
1.4	Conclusion du chapitre 1.....	32
1.5	Références bibliographiques.....	33
Chapitre II : Méthodes de surfaçage des surfaces optiques par des grains abrasi		37
2.1	Introduction.....	38
2.2	Ebauchage.....	38
2.3	Procédé de rodage.....	39
2.3.1	Rodage par des abrasifs.....	40
2.3.2	Rodage par des grains abrasifs libres et liés.....	40
2.3.3	Facteurs influençant le procédé de rodage.....	41
2.3.4	Mécanisme d'enlèvement de la matière en rodage.....	41
a)	Mode d'enlèvement de la matière.....	41
b)	Usure abrasive.....	42
01/	Abrasion à deux corps.....	42
02/	Abrasion à trois corps.....	42
03/	Rodage : Indentation de large échelle.....	43
2.4	Procédé de polissage.....	46
2.4.1	Polissage à abrasifs en suspension.....	46
2.4.2	Polissage par des abrasifs liés.....	46
2.4.3	Facteurs influençant le procédé de polissage.....	47
2.5	Généralités sur les outils d'abrasions.....	48
2.5.1	Abrasifs.....	48
2.5.2	Grains d'abrasifs.....	48
2.5.2.1	Abrasifs naturels.....	48
2.5.2.2	Abrasifs synthétique.....	49
a)	Abrasifs d'oxyde d'aluminium synthétique.....	49
b)	Carbure de silicium.....	49
c)	Diamant.....	49
01)	Diamant naturel.....	50
02)	Diamant synthétique.....	50
2.5.3	Différentes applications d'abrasif.....	53
01/	Les abrasifs agglomérés.....	53
02/	Les abrasifs appliqués.....	53
03/	L'utilisation des grains en suspension sur un support.....	53
2.5.4	Caractérisation des composants optiques.....	53
2.5.4.1	Effet de la rugosité et du taux d'enlèvement.....	53
2.5.4.2	Défauts et les moyens de caractérisation.....	54
a)	Défauts de surface.....	54
•	Défauts ponctuels.....	54
•	Défauts d'aspect.....	54
b)	Défauts internes.....	55
01/	Défauts du 1 ^{er} ordre.....	55
02/	Défauts du 2 ^{ème} ordre.....	55
03/	Défauts du 3 ^{ème} ordre.....	55
04/	Défauts du 4 ^{ème} ordre.....	55
2.5.4.3	Ordres de défauts de surface.....	56
01/	Ecart de forme (échelle macroscopique).....	56
02/	Ondulation (échelle macroscopique).....	56

03/ Stries et sillons.....	56
04/ Défauts localisés (échelle microscopique).....	56
05/ Structure cristalline (échelle mésoscopique).....	56
06/ Réseau cristallin (échelle nanoscopique).....	56
2.5.5 Moyens de caractérisations.....	57
2.5.5.1 Topographie de la surface.....	57
2.5.5.2 Mesure de forme et des états de surface.....	57
a) Mesures de forme.....	57
b) Mesures d'état de surface.....	58
2.5.5.3 Rugosité.....	60
01) Défauts locaux.....	61
• Rayures et frayures Filandres.....	61
• Piqûres.....	61
• Gris localisé.....	61
02) Micro-mamelonnage.....	61
2.6 Conclusion du chapitre 2.....	63
2.7 Références bibliographiques.....	64
Chapitre III: Technique d'indentation.....	67
3.1 Introduction.....	68
3.2 Test d'indentation.....	69
3.2.1 Principe.....	69
3.2.2 Indentation conventionnelle.....	69
3.2.2.1 Dureté Brinell.....	69
3.2.2.2 Dureté Vickers.....	70
3.2.2.3 Dureté Rockwell.....	71
a) Dureté Rockwell HRC.....	71
b) Dureté Rockwell HRB.....	72
3.2.2.4 Dureté Knoop.....	72
3.2.2.5 Dureté Berkovich.....	73
3.2.2.6 Synthèse.....	74
3.3 Indentation instrumentée.....	75
3.3.1 Définition.....	75
3.3.2 Technique et analyse.....	75
3.3.3 Phases durant l'essai d'indentation.....	76
3.3.4 Séquences de l'indentation Vickers.....	76
a) Début de chargement.....	77
b) Chargement critique.....	77
c) Croissance stable.....	77
d) Début de déchargement.....	77
e) Effet des contraintes résiduelles.....	77
f) Déchargement.....	77
3.4 Caractérisation de la ténacité K_{Ic} par indentation.....	78
3.4.1 Introduction.....	78
3.4.2 Différentes formes de fissures dans les verres d'oxydes.....	79
3.5 Technique nano-indentation.....	81
3.5.1 Définition.....	81
3.5.2 Principe.....	81
3.5.3 Caractérisation mécanique par nano-indentation.....	82

3.5.3.1	Propriétés mesurées.....	82
3.5.3.2	Méthodes de détermination des propriétés mécaniques à partir d'une courbe charge-décharge.....	83
a)	Méthode linéaire d'extrapolation.....	83
b)	Méthode de la loi de puissance (Oliver et Pharr).....	83
3.5.3.3	Phénomène de Pop-in.....	84
3.5.4	Les méthodes d'estimation de la ténacité.....	85
3.5.4.1	Introduction.....	85
3.5.4.2	Méthodes nécessitant la mesure de la longueur des fissures.....	86
a)	Méthode classique.....	87
b)	Méthode utilisant le rapport W_t/W_e	87
3.5.4.3	Méthodes ne nécessitant pas la mesure de la longueur fissures.....	89
a)	Méthode de la charge critique.....	89
b)	Méthode de l'écaillage.....	89
c)	Méthode basée sur l'enfoncement brutal de l'indenteur (Popin).....	90
d)	Méthodes énergétiques.....	91
3.6	Conclusion du chapitre 3	92
3.7	Références bibliographiques	93
Chapitre IV	Résultats expérimentaux et discussions	99
4.1	Introduction	100
4.2	Matériaux et méthodes	100
4.2.1	Matériaux utilisés.....	100
4.2.2	Elaboration des grains abrasifs liés (pastilles en oxyde d'alumine et en oxyde de cérium).....	101
4.2.3	Rodage et polissage par pastilles.....	103
4.2.4	Choix du liant (Polissoir).....	104
4.2.5	Opération de rodage et polissage.....	107
4.3	Caractérisation de la surface des matériaux (rugosité)	109
4.3.1	Principe du profilomètre.....	110
4.3.2	Etat de surface.....	111
4.3.3	Micrographie des verres obtenus par le microscope électronique à balayage.....	112
4.3.3.1	Equipements périphériques pour la métallisation des échantillons.....	116
4.3.3.2	Métallisation de la surface de l'échantillon.....	117
4.4	Micrographies obtenues par MEB	118
4.5	Technique d'indentation	120
4.5.1	Moyens utilisés.....	120
A/	Machine macro indentation.....	120
B/	Composition et principe de l'indenteur.....	121
4.5.2	Essai d'indentation.....	122
4.5.3	Résultats et discussions.....	123
4.6	Effet de la fatigue mécanique des verres utilisés durant l'indentation cyclique	131
4.6.1	Indentation cyclique en mode constant.....	131
a)	Paramètres de mesure.....	131
b)	Résultats obtenus.....	132
4.6.2	Indentation cyclique en mode variable.....	135
4.7	Conclusion du chapitre 4	144

4.8 Références bibliographiques	145
Conclusion générale	147
Résumé en français et en anglais	150
Liste des tableaux et des figures	151

**INTRODUCTION
GENERALE**

Introduction générale

Cette thèse a été réalisée entre deux laboratoires de recherches : laboratoire de Mécanique, Surfaces, Matériaux et Procédés (MSMP) de l'Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers de Lille (France) et le laboratoire d'Optique Appliquée (LOA) de l'Institut d'Optique et Mécanique de Précision de Sétif (Algérie). Elle est consacrée à la synthèse et à la caractérisation mécanique de différents matériaux fragiles à savoir : les verres sodocalciques (verre Flotté), verres optiques (Crown et Flint) et vitrocéramiques (Zerodur®).

Notre objectif consiste en premier lieu à étudier l'influence des paramètres d'élaboration des échantillons des outils agglomérés (mode de compactage, type de liant, charge de la presse,...) ainsi que les paramètres technologiques des processus de surface à savoir : le meulage, le rodage et le polissage (temps de polissage, vitesse de rotation de l'outil et de la pièce,...) sur les critères d'efficacité et de qualité caractérisés par l'état de surface de différents verres utilisés.

En second lieu, nous présentons les résultats comparatifs obtenus lors de traitement de surfaces des différents types de verres: Crown, Flint lourd, verre Flotté et Zerodur® par rodage avec des grains abrasifs en oxyde d'aluminium Al_2O_3 , puis polies par des grains abrasifs en oxyde de cérium CeO_2 libres ou liés.

L'état de surface (rugosité) des matériaux fragiles est caractérisé au moyen d'un profilomètre optique. La technique d'indentation classique est utilisée pour estimer le facteur d'intensité de contrainte, K_{Ic} calculé à l'aide de différentes relations établies dans la littérature.

Des essais de fatigue par indentation sont également effectués pour étudier le comportement des différents matériaux en fonction du mode d'application de la charge (progressif ou répété) et du temps de maintien de la charge.

La thèse s'articule autour de quatre chapitres :

Le premier est consacré à une description générale des matériaux fragiles étudiés, en particuliers les verres et les vitrocéramiques à base d'oxyde. Nous distinguons quelques notions historiques, définitions, structures et toutes leurs propriétés.

Le deuxième chapitre concerne la description des différentes méthodes de préparation des surfaces des matériaux fragiles et les facteurs influençant le procédé de fabrication. La finition d'un composant optique s'effectue habituellement par trois étapes après tronçonnage, le meulage (ébauchage), le rodage et le polissage.

La caractérisation de ce composant optique dépend de l'état de surface, donc de la méthode de préparation, et des défauts produits par cette dernière.

Le troisième chapitre présente la technique d'indentation classique, et le calcul de la ténacité à partir de la longueur de fissures formées par différentes relations en fonction des hypothèses faites sur la géométrie des fissures. Les résultats obtenus sur ces différents verres, ainsi que leurs dispersions, sont comparés. Par la suite, nous

visualisons le comportement de chaque verre permettant de déterminer les propriétés et de suivre l'effet de la fatigue mécanique en fonction du nombre de cycles et de la charge d'indentation et du temps de maintien à la charge maximale au cours de l'indentation répétées en deux modes constants et progressives.

Dans le quatrième chapitre, nous présentons des résultats obtenus dans le processus de polissage par des grains abrasifs libres et liés, et les ténacités estimées par des différentes relations pour les matériaux utilisés, ainsi que les propriétés mécaniques et l'effet de la fatigue durant l'indentation cyclique qui sont aussi comparées et discutés.

Et finalement, une conclusion générale soulignera les résultats les plus marquants de ce travail et proposera différents objectifs pour le poursuivre.

Ce travail a donné lieu à plusieurs travaux :

A/ Publications dans des revues internationales

01/ M.Bentoumi, D.Bouزيد, I.Hervas et A. Iost , « Etude comparative par indentation des caractéristiques mécaniques de verres sodo-calcique et vitrocéramique rodés et polis par des grains abrasifs liés, » EDP Sciences, Matériaux et Techniques 103, 611, 2015.

02/ I. Hervas , A. Montagne , A. Van Gorp , M. Bentoumi , A. Thuault et A. Iost, « Fracture toughness of glasses and hydroxyapatite: A comparative study of 7 methods by using Vickers indenter, » Ceramics International 42 (11), 12740-12750, 2016.

03/ M Bentoumi, D Bouزيد, H Benzaama, A Mejias, S Kossman, A Montagne, D.chicot et A.Iost, « Multiscale and multicycle instrumented indentation to determine mechanical properties: Application to the BK7 crown borosilicate, » Journal of Materials Research, 1-12, 2017.

B/ Conférences internationales

04/ M.Bentoumi et D.Bouزيد, « Comparaison du polissage du matériau optique par des grains abrasif en oxyde de cérium, » International Conference of Optics (ICO), 21-23 Avril 2013, Sétif, Algérie, 2013.

05/ M.Bentoumi, D Bouزيد et A Iost , « Fracture toughness measurement of crown-flint glass polished by free fixed abrasive grains, » International conference on mechanics of complex solids and fluids (ICMSF), Lille, France, 17-22 mai 2015.

06/ M.Bentoumi, D Bouزيد et A Iost , « Optical and mechanical characteristics of flint glass and Zerodur during the indentation test, » International conference on sustainable Materials Science and Technology (ICSMST), Paris, France, 15-17 July 2015.

07/ M.Bentoumi, D Bouزيد et A Iost , « Characterization of brittle materials lapped and polished by pellets and free abrasive grains during the indentation test, » Advanced in materials and processing technologies conference (AMPT), Madrid, Espagne, 14-17 December 2015.

C/ Colloques internationales

08/ M.Bentoumi , « Etude comparative sur des caractéristiques mécaniques de verres sodo-calciques et vitrocéramique doucis et polis par des grains abrasifs liés, » 10^{ème} colloque en Matériaux Mécanique, Microstructure, CEA, INSTN Saclay, France (ICO), 18-19 Juin 2015.

09/ M.Bentoumi, « Determination of fracture toughness of crown BK7 and Heavy glass by Vickers indentation test, » Colloque du Groupe Indentation Multi-échelle, Lille, France, 11-12 Octobre 2016.

10/ M.Bentoumi, « Nano-Indentation hardness and macroscopic mechanical behaviors in filled elastomeric nanocomposites, » Colloque du Groupe Indentation Multi-échelle, Lille, France, 11-12 Octobre 2016.

CHAPITRE I

Généralités sur les matériaux optiques

1.1. Verre minéral

1.1.1 Histoire

Le verre est considéré comme l'un des plus anciens matériaux façonnés par les hommes préhistoriques. En 2000 avant Jésus Christ, la première roche constituant le verre naturel est l'obsidienne d'origine volcanique, elle était utilisée par les civilisations précolombiennes au Pérou pour fabriquer des objets tranchants et des pointes de flèches [1]. Les Mésopotamiens (région de l'Irak) ont fabriqué des perles, des colliers et de petites statuettes en pâte de verre il y environ 2500 ans, les phéniciens ont mélangé et fondu du sable et du nitrate de sodium, où ils ont découverts la formation d'une substance translucide. Le verre artificiel est apparu [2]. En plus, entre 3000 et 1500 ans avant J.C, les égyptiens ont découvert d'abord des perles et des bijoux et par la suite des récipients ou des objets en verre. Les verres ainsi fabriqués sont de type silico-sodo-calcique, obtenus en fondant un mélange de sable et d'alcalins. Ces derniers sont des cendres végétales marines [3].

Vers 100 à 50 ans J.C, l'art vitrier était répandu à travers différentes nations, cela a donné naissance à une sorte d'industrie verrière en inventant la technique de soufflage et vitrage à mis fin au façonnage de verre par un noyau central [4]. Puis l'industrie verrière en France s'est développée sous l'essor de Louis XIV, en fabriquant des verres creux tels que : bouteilles, flacons et gobelets, et entre 17 et 18^{ème} siècle, la manufacture royale de Saint-Gobain créée par Colbert, le verre cristal fut destiné à imiter l'éclat du cristal en ajoutant un pourcentage important d'oxyde de plomb pour augmenter l'indice de réfraction [5].



Figure 1.1 : Images représentatives du verre préhistorique [6]
 (a) fragment obsidienne, (b) objets tranchants et flèches pointues
 (c) bracelet en perle obsidienne noire et (d) Collier en verre.

La science du verre prend tout son sens, grâce à l'interaction entre les laboratoires de recherche et l'industrie. De plus en plus de techniques ont été mises en place pour mesurer les propriétés physico-chimiques, mais aussi pour analyser et caractériser la structure du verre. Aujourd'hui, les applications innombrables du verre sont en perpétuelle évolution, le verre dispose de composition diverse, offrant une large gamme de réfringence et de dispersion, avec une transmission pour l'optique dans le visible et dans le proche infrarouge qui en fait un matériau incontournable pour des applications industrielles, citons par exemple les composants optiques. Ils sont

notamment utilisés dans le domaine du bâtiment, de l'éclairage, de l'automobile, de l'électroménager, de la chimie, etc. Depuis les années 60, les technologies innovantes s'étendent avec l'apparition de la télécommunication par fibre optique et les verres silicates de phosphore, la médecine, l'amplification optique et l'émission laser pour les verres dopés aux lanthanides, dans l'optronique et l'optique avec des verres plus fins et récemment dans la polarisation optique [7-15].

1.1.2 Composition chimique du verre

En 1932, Zachariasen [16] établit une classification des oxydes à l'intérieur du réseau permettant la création de verre. Un verre est constitué de formateurs, auxquels on ajoute des modificateurs et éventuellement des intermédiaires.

a/ Formateurs

Les éléments les plus courants pour former un réseau vitreux sont principalement les oxydes de silicium SiO_2 , de bore B_2O_3 , et de phosphore P_2O_5 . Ces composés sont responsables de l'état vitreux ; en plus ils donnent la résistance mécanique, ainsi que la résistance aux acides ; leur coefficient de dilatation thermique est très bas.

b/ Modificateurs

Les plus courants sont les oxydes alcalins (Na_2O , K_2O), qui diminuent le point de fusion et K_2O qui augmente la brillance du verre. Les métaux bivalents comme CaO , BaO , PbO , MgO , augmentent la stabilité chimique du verre, par contre les métaux trivalents comme l'oxyde de fer et d'aluminium ($\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3$) ont pour rôle d'augmenter la résistance aux agents chimiques.

c/ Intermédiaires

Ils ont des comportements différents suivant la composition du verre. Ils peuvent s'insérer au réseau et agir en tant qu'oxydes formateurs, ou se comporter comme des modificateurs. Les principaux éléments intermédiaires dans les verres d'oxydes sont : Al, Fe, Ti, Ni et Zn.

1.1.3 Transition vitreuse

Le verre est un matériau transparent et fragile, il a un sens beaucoup plus vaste et moins facile à définir dans le langage scientifique. Zarzyki[5] définit le verre comme étant un solide non-cristallin présentant le phénomène de transition vitreuse.

Doremus ne fait par contre aucune distinction entre les verres et les matériaux amorphes dans sa définition : un verre est un solide amorphe [17].

En effet, la transition vitreuse présente un intervalle de température dans lequel de nombreuses propriétés sont modifiées, on l'appelle aussi domaine de transformation.

La technique la plus utilisée pour obtenir un solide vitreux s'appelle la trempe qui consiste à refroidir très rapidement un matériau à partir de son état liquide. En abaissant la température d'un liquide jusqu'à son point de fusion T_f , certaines grandeurs thermodynamiques : le volume V ou l'enthalpie H décroissent de façon

régulière. Si lors du refroidissement d'un liquide en dessous de sa température de fusion T_f la viscosité η est trop importante ou le refroidissement très rapide, la cristallisation n'a pas le temps de se produire et un liquide surfondu est obtenu. Aucune discontinuité dans l'enthalpie H n'est alors observée et à T_f sa pente reste inchangée. Il semble alors possible si l'on suit la pente de la courbe (fig.1.2), d'obtenir un composé ayant une entropie inférieure à celle du composé cristallisé correspondant ; cette observation caractéristique de la formation d'un verre est appelée paradoxe de Kauzmann [18].

En poursuivant le refroidissement, la viscosité du liquide augmente de façon exponentielle et le liquide surfondu devient quasiment solide. Lorsqu'elle atteint 10^{13} poises [5,19], la rigidité empêche les mouvements microscopiques locaux et on observe un changement de pente de l'enthalpie (la pente devient presque la même que pour celle du composé cristallisé). La température à laquelle se produit ce changement s'appelle température de transition vitreuse T_g .

Pour une température inférieure à T_g , le matériau est un solide avec un désordre structural proche de celui d'un liquide: c'est un verre. Le désordre, et donc l'entropie, est plus élevé dans un verre que dans un cristal; d'un point de vue thermodynamique le verre est dans un état métastable, l'état d'énergie minimale étant l'état cristallisé. La température de transition vitreuse T_g est une propriété intrinsèque du verre, elle dépend d'une part de la nature du matériau et d'autre part de l'historique de sa formation (conditions de température et pression). En particulier elle dépend de la vitesse de refroidissement utilisée lors de la trempe : plus le liquide est refroidi rapidement, plus la température T_g est élevée.

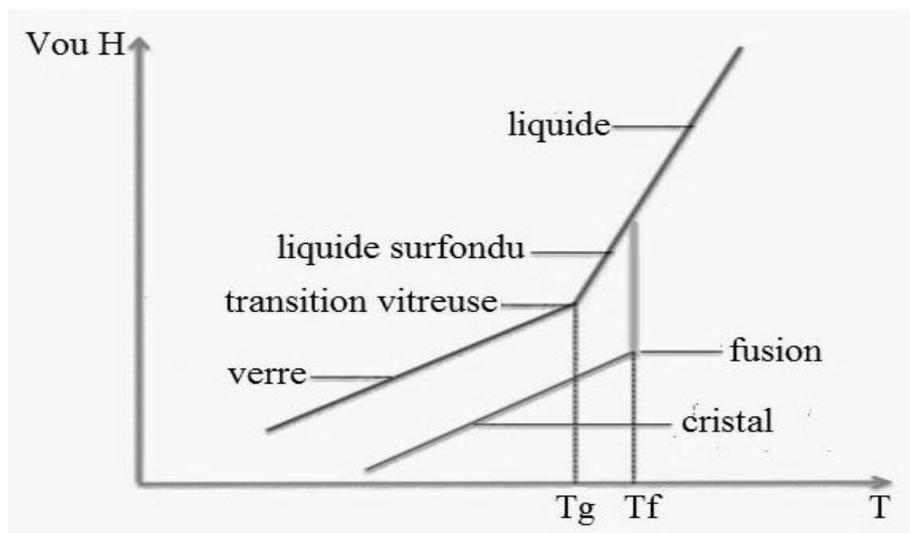


Figure 1.2 : Variation du volume spécifique (ou de l'enthalpie H) d'un verre en fonction de la température [19].

1.1.4 Elaboration du verre

1.1.4.1 Verre soda-calcique

Le verre sodo-calcique « Soda-lime glass » est le verre le plus répandu. Sa famille regroupe des verres à base de silice. Sa structure vitreuse se présente sous la forme d'un empilement désordonné de tétraèdres SiO_4 reliés les uns aux autres par leurs sommets (fig.1.3), toutes les liaisons interatomiques étant covalentes.

Les verres sodo-calciques sont utilisés pour la fabrication de bouteille, de flacon et de vitrage industriel.

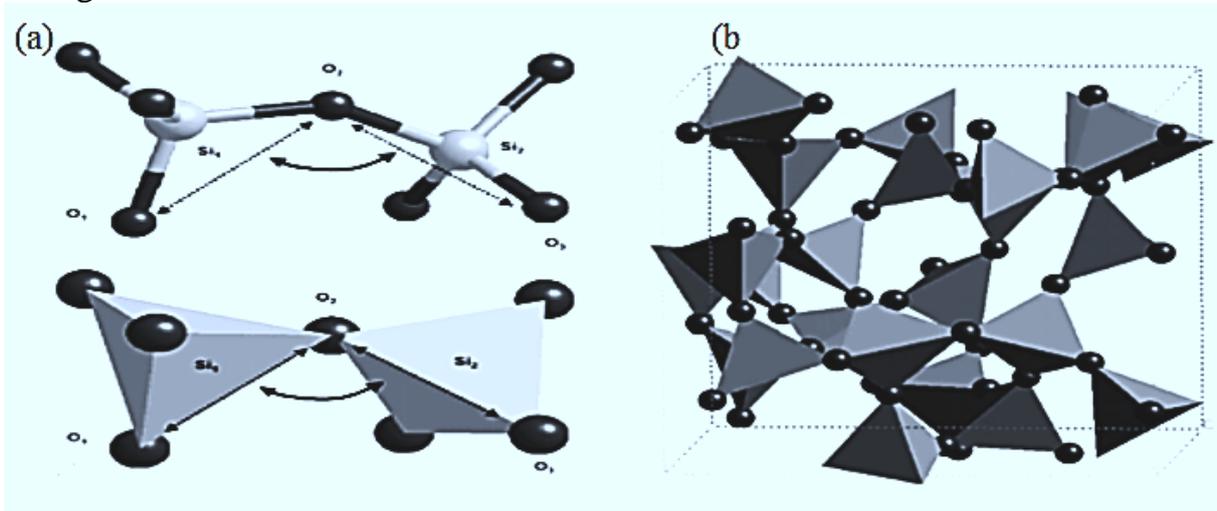


Figure 1.3 : (a) Deux tétraèdres de silice reliés par un même atome d'oxygène.
(b) Structure de la silice amorphe : empilement désordonné de tétraèdres de silice [20].

1.1.4.2 Verre flotté (Float glass)

a/ Sa composition

Le verre flotté a été inventée en 1952 par Pilkington [21]. Il est composé à 70 % de sable et plus précisément de la silice (vitrifiant), et d'un certain nombre d'éléments modificateurs : 20 % de soude Na_2O permettant ainsi de diminuer la température de fusion (fondant), et 10 % de chaux CaO qui rend le verre plus résistant (solidification).

b/ Procédé de fabrication du verre flotté

Le procédé de fabrication permet de produire un verre flotté avec un excellent état de surface sans passer par les étapes de rodage et polissage. Au début, les composants sont portés à la température de fusion de $1500\text{ }^\circ\text{C}$ dans un four, puis après deux heures de cuisson le mélange est déversé en continu sur un bain d'étain en fusion à environ $1050\text{ }^\circ\text{C}$. Le verre s'étale sur l'étain et forme un bandeau plus au moins fin, les deux matériaux ne se mélangent pas, car le verre moins dense que l'étain reste à sa surface (comme l'huile reste à la surface de l'eau). A l'extrémité du bain d'étain, la température du verre est retombée à environ $620\text{ }^\circ\text{C}$ et le verre devient suffisamment rigide pour être entraîné par des rouleaux, ensuite le bandeau de verre passe dans un

tunnel de refroidissement où sa température va doucement redescendre jusqu'à environ 50 °C (fig.1.4).

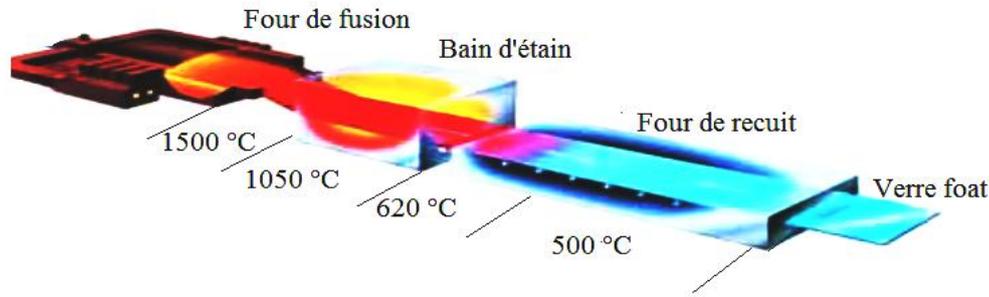


Figure 1.4 : Procédé de fabrication d'un verre flotté (Float glass) [21].

1.1.5 Types de verre

Avant de connaître les propriétés du verre, il est indispensable de distinguer les différents types de verres qui sont produits industriellement, parmi eux on cite :

a) Verre-glace :

Il s'agit du verre à vitres et du verre à miroirs obtenus par flottaison du verre fondu sur un bain d'étain (Float glass).

b) Verre technique :

Sous ce nom on trouve les verres résistant à la chaleur et aux chocs : le verre trempé, le verre pour ampoules ou pour vaisselle de laboratoire, le verre à bouteilles ainsi que les verres pour écran d'ordinateur.

c) Verre de lunette :

C'est un verre optique qui se présente sous forme de feuilles obtenues par étirage au-dessus d'un bain de verre en fusion. L'épaisseur maximale obtenue est de 10 mm. Il est utilisé à la fabrication de lentilles de faible épaisseur.

d) Verre optique : (Verre scientifique)

Il est généralement séparé en deux grandes familles : les crowns et les flints.

- Le crown : contient des oxydes de sodium et de calcium, il a un faible indice de réfraction, et un nombre d'Abbe élevé supérieur à 50.

- Le flint : riche en oxyde de plomb, son indice de réfraction varie entre 1,5 et 2.

Il est reconnu par sa grande brillance. Cette dernière est due à une forte dispersion suscitée par l'oxyde de plomb dans le mélange de base qui augmente la réfringence et diminue le nombre d'Abbe. Le verre flint est dispersif par rapport au verre crown [22].

e) **Verre céramique :**

Le verre céramique ou la vitrocéramique Zerodur® de Schott, reconnu par un coefficient de dilatation presque nul, une excellente homogénéité dans la matière et grande stabilité thermique et chimique. Le verre céramique (Zerodur®) est destiné à la réalisation de grands miroirs astronomique et des plaques de cuisson.

1.2. Verre optique

1.2.1 Propriétés optiques

Les principales propriétés optiques du verre sont :

a) **Indice de réfraction**

L'indice de réfraction est la caractéristique la plus importante d'un matériau optique utilisé dans la fabrication d'éléments travaillant en transmission. L'indice de réfraction n est défini par le rapport des vitesses de propagation de la lumière dans le vide et dans un milieu considéré [22].

$$n = \frac{c}{v} \tag{1.1}$$

Où

c : La vitesse de la lumière égale à 3.10^8 m.s^{-1}

v : La vitesse dans un matériau exprimée par même unité

L'indice de l'air dans les conditions normales de pression et de température est de 1.0003 et l'indice du vide est égal à 1.

La figure 1.5 montre le diagramme d'Abbe, introduit par Schott en 1923, qui est une révélation dans l'industrie du verre. Les types de verre sont donnés dans un système de deux coordonnées, indiquant le nombre d'Abbe (V_d) sur l'axe x et l'indice de réfraction (n_d) sur l'axe y. L'axe x est en direction inversée avec les nombres augmentant de la droite vers la gauche.

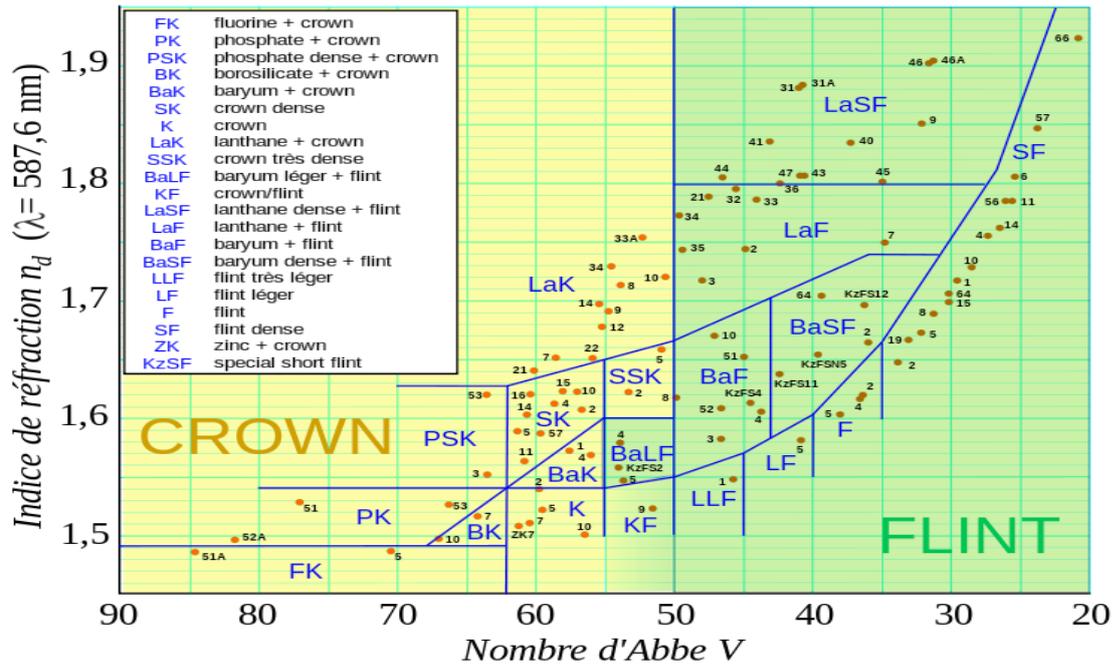


Figure 1.5 : Schott Diagramme d'Abbe [22].

b) Dispersion

La dispersion chromatique s'explique par la variation de l'indice de réfraction d'un verre en fonction de la longueur d'onde λ .

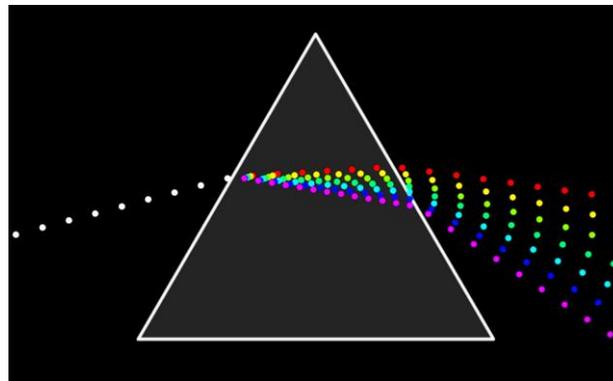


Figure 1.6 : Illustration d'une dispersion chromatique effectuée par un prisme

La dispersion des verres caractérisée par le coefficient de dispersion (nombre d'Abbe) est définit par :

$$V_d = \frac{n_D - 1}{n_F - n_C} \tag{1.2}$$

Avec :

n_D : Indice pour la raie jaune ($\lambda_D = 589,6$ nm) du spectre d'émission du sodium n_F et n_C : Respectivement les indices pour les raies bleue ($\lambda_F = 486,1$ nm) et rouge ($\lambda_C = 656,3$ nm) du spectre de l'hydrogène (voir fig .1.7).

Il a été remarqué que plus le nombre d'Abbe V_d est grand, moins le verre est dispersif [22].

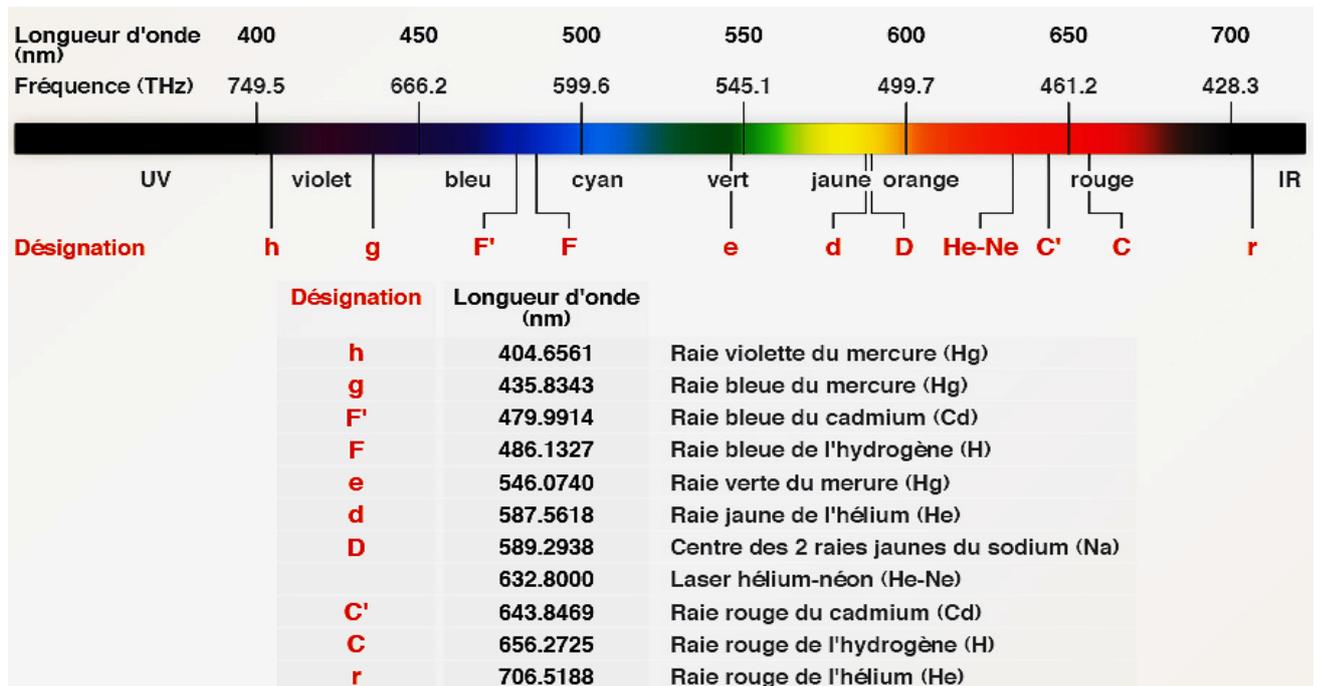


Figure 1.7 : Spectre visible et désignation des longueurs d'onde de référence [22].

La figure 1.8 montre la variation de l'indice de réfraction en fonction de la longueur d'onde pour les principaux verres optiques [23].

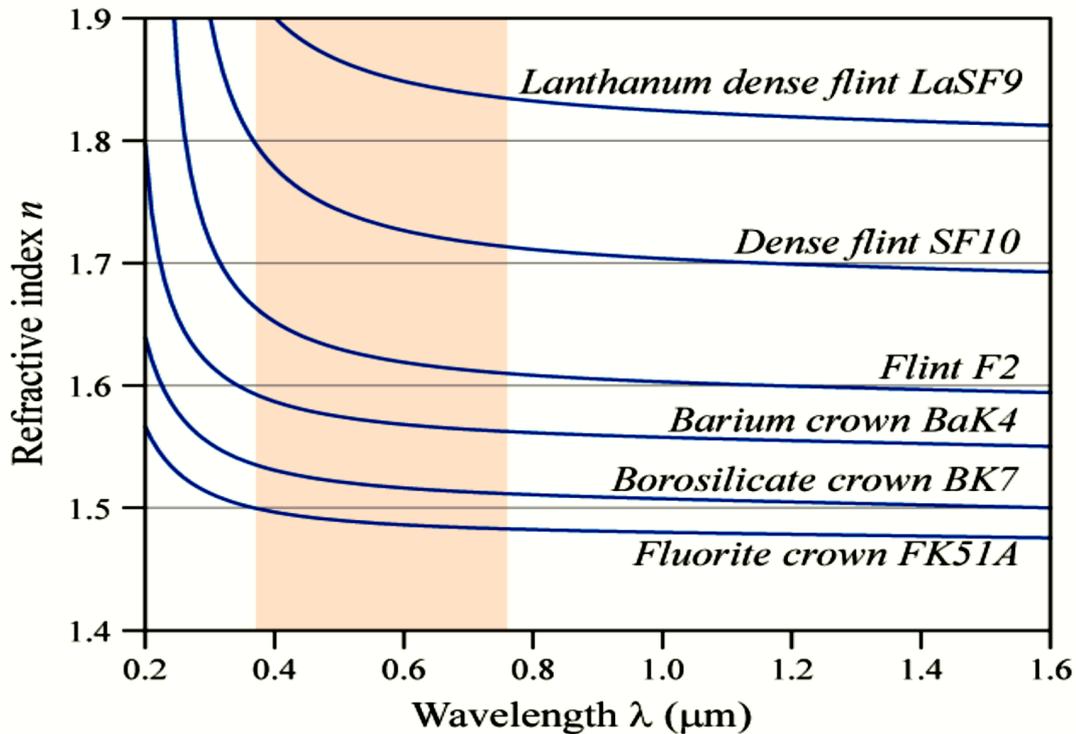


Figure 1.8 : Indice de réfraction en fonction de la longueur d'onde pour les principaux verres optiques [23].

Le tableau ci-dessous montre l'indice de réfraction pour différentes fractions du verre crown et verre flint.

Verres	Indice de réfraction n pour différentes radiations		
	Rouge $\lambda = 656$ nm	Jaune $\lambda = 589$ nm	Bleue $\lambda = 486$ nm
Crown moyen	1,511	1,514	1,520
Flint moyen	1,555	1,558	1,568
Flint lourd	1,655	1,660	1,673

Tableau 1.1 : Quelques valeurs d'indices de réfractions pour des verres crowns et flints

c) Transmission

La transmittance d'un verre est la fraction du flux lumineux le traversant. Elle est définie comme le rapport entre l'intensité de la lumière émergente et celle de la lumière incidente. En notant I_0 l'intensité incidente et I l'intensité transmise, La transmittance exprimée en pourcentage, est donnée par la relation suivante :

$$T = \frac{I}{I_o} \quad (1.3)$$

La figure 1.9 illustre quelques verres qui ont des fenêtres de transmission utilisées dans des spectres différents. En effet, les verres à base de silice sont plus ou moins transparents dans un spectre qui varie entre le proche ultraviolet et l'infrarouge moyen, soit une transmission entre 300 et 5000 nm environ.

- Le fluorure de calcium est un monocristal à base de CaF_2 transparent, sa transmission est bonne de l'UV dans le vide à l'infrarouge. Son excellente transmission des UV est entre 150 et 9000 nm et ses propriétés non biréfringentes en font un matériau idéal pour la transmission de l'UV à courte longueur d'onde.
- Le crown borosilicate est la famille la plus connue, il est connu en optique sous la référence BK7. Il est utilisé pour le visible et l'infrarouge proche. Sa grande homogénéité, sa faible porosité et sa facilité d'usinage en font un bon matériau pour la transmission optique. Sa plage de transmission s'étend de 380 à 2100 nm.
- La silice fondue de classe UV est du dioxyde de silicium amorphe synthétique extrêmement pur. Ce verre de silice incolore non cristallin présente à la fois un coefficient de dilatation très faible, de bonnes qualités optiques et une excellente transmission de l'ultraviolet. Sa transmission et son homogénéité sont meilleures que celles du quartz cristallin qui, comme tout cristal, pose des problèmes d'orientation et d'instabilité thermique. La silice fondue est utilisée pour la transmission comme pour la réflexion, en particulier lorsqu'un seuil de dommage laser élevé est nécessaire.
- Le fluorure de magnésium MgF_2 est un cristal biréfringent. Sa transmission est bonne de l'UV dans le vide à l'infrarouge. Sa bonne transmission des UV jusqu'à 150 nm et son utilisation éprouvée en présence de fluor en font un matériau idéal pour les lentilles.
- Le quartz cristallin est un monocristal biréfringent. Sa transmission est bonne de l'UV dans le vide à l'infrarouge proche. De par ses propriétés biréfringentes, le cristal de quartz est très utilisé pour les lames d'onde.
- Le Pyrex[®] est un verre borosilicate présentant un faible coefficient de dilatation. Il est principalement utilisé pour les optiques non transmissives comme les miroirs, car son homogénéité est faible et sa porosité élevée.

- Le verre flint est un verre comme les autres oxydes, sa transmission est située dans le spectre visible, allant de 200 nm à 2,5 μm , bordée dans l'ultraviolet par leur énergie de gap importante variant selon le type de métaux utilisés dans la composition du verre, et dans l'infrarouge par l'absorption des phonons des groupes hydroxyles.

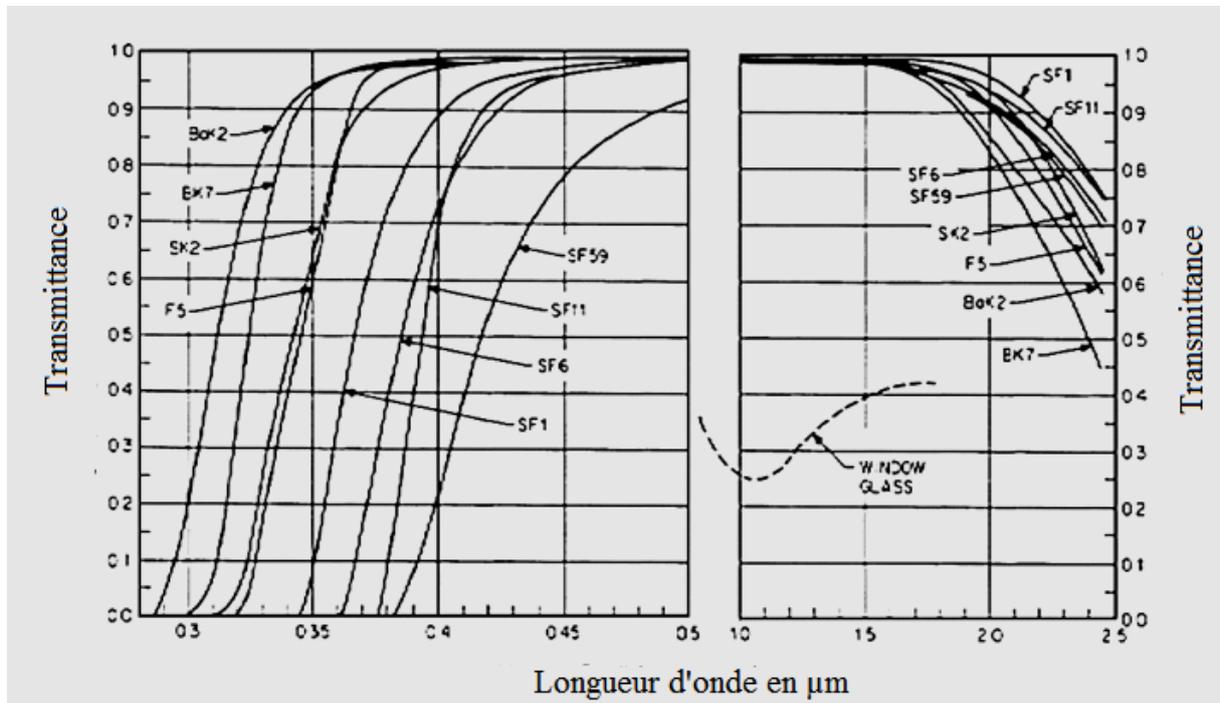


Figure 1.9 : Transmission de différents types de verres pour une épaisseur de 25mm [23]

d) Biréfringence

La fabrication d'un verre implique certainement la phase critique du refroidissement. Des tensions internes peuvent alors apparaître dans la masse et sont à l'origine de la biréfringence du verre. Une attention particulière doit être apportée au choix du verre, si les pièces optiques font partie d'un système dans lequel la polarisation de la lumière joue un rôle essentiel.

Les caractéristiques physiques et thermomécaniques des différents verres tels que : les verres optiques, verres sodo-calciques et borosilicates et ainsi les vitrocéramiques sont présentées dans le tableau suivant :

Caractéristiques du verre	Différents types de verre								
	Pyrex	Zerodur	BK7	SF2	Silice fondue	Quartz Cristallin	Sodo-calcique	CaF ₂	MgF ₂
Indice de réfraction	1,474	1,542	1,52	1,647	1,458	1,544	1,517	1,434	1,378
Nombre d'Abbe	66	56	64 - 66	33,85	67,8	69,87	72	94,96	106,2
Coefficient de dilatation (10 ⁻⁶ /°C)	3,25	0,01	7,1 - 8,3	8,4	0,52	4 - 7,1	6 - 8,6	18,85	13,7
Conductivité thermique (W/m°C)	1,13	1,46	1,09 - 1,11	0,73	1,38	10,4	0,7 - 1,2	9,71	21
Capacité thermique (J/g°C)	0,75	0,82	0,86 - 0,88	0,5	0,75	0,74	0,72 - 0,83	0,85	1,02
Masse volumique (g/cm ³)	2,23	2,53	2,51	3,86	2,2	2,649	2,4 - 2,8	3,18	3,17
Module de Young(GPa)	60 - 66	80 - 92	77 - 82	55	73	75,5 - 97	69 - 74	75,8	138,5
Ténacité (MPa.m ^{1/2})	0,4 - 0,9	0,8 - 1,7	0,75 - 0,9	0,4 - 0,6	0,74 - 0,81	-	0,72 - 0,82	-	-
Coefficient de Poisson	0,22	0,24	0,20	0,26	-	-	0,25	0,28	-

Tableau 1.2 : Caractéristiques de quelques verres minéraux [24,25].

1.2.2 Propriétés mécaniques

a) Masse volumique

La masse volumique est une propriété remarquable du verre. Elle est facile à mesurer et utile pour les contrôles de production, mais aide aussi à préciser le rôle joué par les différents constituants dans les réseaux vitreux.

La masse volumique est exprimée par la relation suivante :

$$\rho = m/v \tag{1.4}$$

Avec :

m : La masse molaire

v : Le volume occupé par une mole

b) Coefficient de dilatation thermique

Comme tous les corps solides, les verres subissent des variations dimensionnelles avec la température. La dilatation du verre optique BK7 par effet thermique suit une loi de dilatation linéaire où l'évolution de la longueur Δl est proportionnelle à l'évolution de la température ΔT :

$$\Delta l = \alpha \Delta T \quad (1.5)$$

On désigne le coefficient de proportionnalité α sous le nom de coefficient de dilatation thermique.

c) Elasticité et coefficient de Poisson du verre

Il existe de nombreux verres, naturels ou artificiels, organiques (polymères vitreux), qui sont distingués par leurs compositions chimiques. Pour les verres inorganiques, on peut citer les verres de chalcogénures, les verres oxyazotés, les verres oxycarbonés, les verres métalliques, les verres de silice.... etc.

Le verre de silice est parfaitement élastique, fragile et se rompt brutalement lorsqu'il est soumis à une charge croissante.

Le module d'Young est la propriété mécanique la mieux connue pour le verre, avec la température de transition vitreuse T_g : il s'agit d'un terme d'énergie volumique moyenne. T_g est reliée à la densité volumique de liaisons atomiques, et augmente, par exemple, quand la proportion de liaisons faibles diminue au profit de liaisons plus fortes, avec l'ordre classique entre les énergies de liaison.

Le coefficient de Poisson ν [26] correspond lui à la résistance relative du matériau à un changement de volume par rapport à un changement de forme. Il est plus riche d'information que E sur le réseau vitreux, mais il est peu connu et difficilement mesurable avec précision. Pour conclure cette partie, il est à noter qu'il n'y a de pas dépendance directe entre E et T_g , comme le montre la figure 1.10 : pour une même T_g , il existe plusieurs verres avec différents E [27].

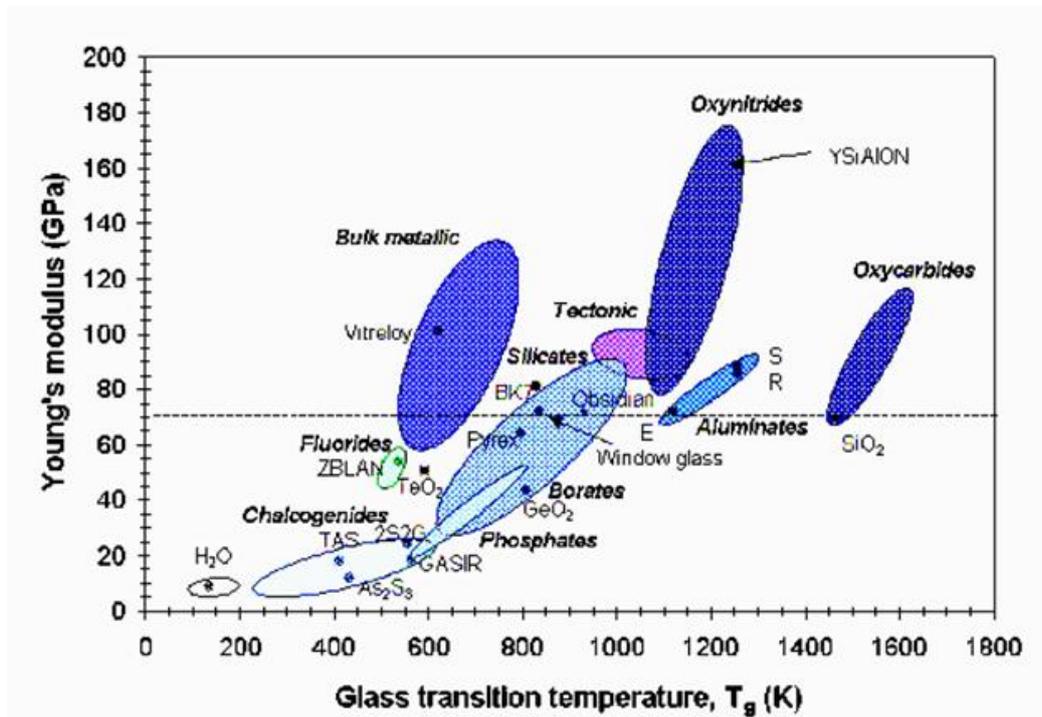


Figure 1.10 : Module d'Young par rapport à Tg pour différents verres inorganiques à 293 K [27].

d) Résistance mécanique

Le verre est caractérisé par sa grande dureté liée aux fortes liaisons atomiques du réseau tridimensionnel de silice. L'absence de plasticité à grande échelle dans le verre empêche toute adaptation du matériau aux efforts locaux. Par conséquent, il n'y a pas d'arrangement moléculaire à la pointe des fissures. C'est pourquoi la résistance mécanique est gouvernée en particulier par les défauts de surface. C'est l'une des raisons qui fait que le verre est vulnérable aux agressions extérieures [28]

e) Dureté

La dureté des matériaux est définie comme étant la résistance à la pénétration d'un corps par un autre corps plus dur. Elle est comprise entre 6 et 7 sur l'échelle de Mohs et vaut environ 5 à 6 GPa pour les verres sodo-calciques [29]. Il existe plusieurs méthodes pour déterminer la dureté par pénétration des matériaux fragiles. Parmi eux on cite: Berkovitch, Vickers, Rockwell ou Knoop.

La dureté est exprimée par la relation suivante :

$$HV = P/S \tag{1.6}$$

Avec :

P : La charge appliquée en Newton

S : La surface de l'empreinte en mm².

La figure 1.11 montre le principe d'indentation Vickers utilisée en pyramide à base carrée d'un angle au sommet entre les faces égale 136°.

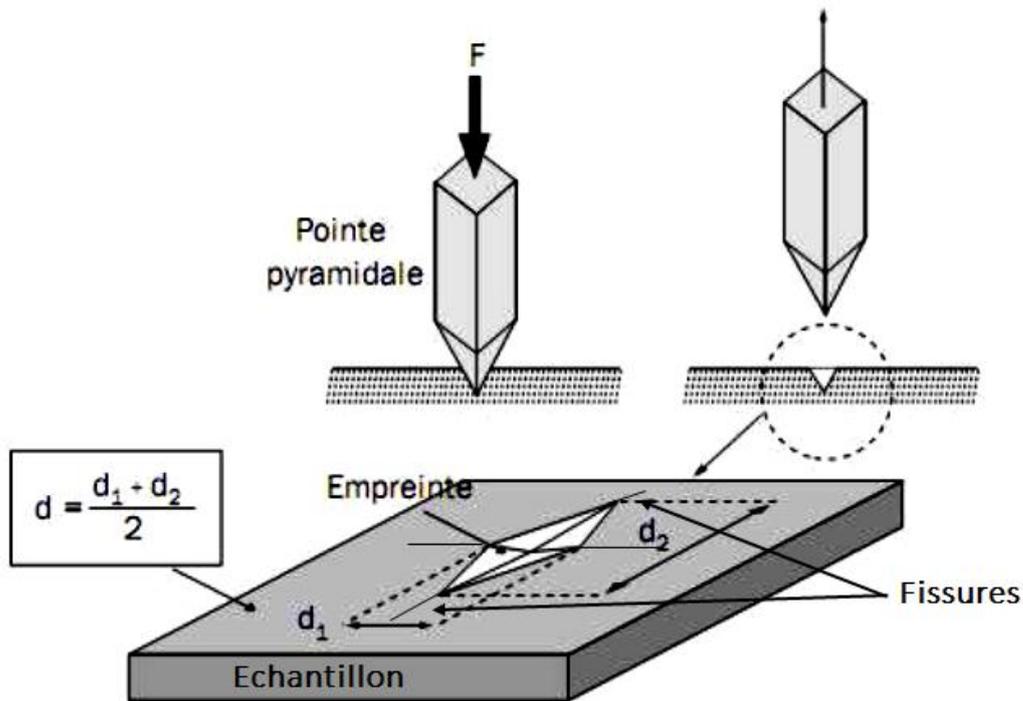


Figure 1.11 : Principe d'indentation Vickers [30].

1.3. Verres céramiques

1.3.1 Introduction

Les vitrocéramiques constituent actuellement une classe de matériau à part entière dans la famille des matériaux composites. Un matériau composite est composé d'au moins deux constituants dont les qualités respectives se complètent pour former un matériau aux performances améliorées. Dans une vitrocéramique, les particules cristallisées sont dispersées dans une phase vitreuse amorphe. Leurs tailles peuvent varier de 10 à 100 μm , et la fraction volumique cristallisée de quelques % à plus de 90% du volume total.

Toutes les propriétés d'une vitrocéramique pourront être modifiées en fonction des procédés et matériaux utilisés et selon les applications désirées.

La technologie des vitrocéramiques présente plusieurs avantages sur celle des céramiques conventionnelles (préparées à partir de poudres) tels que l'obtention de matériaux à porosité quasi-nulle, la formation de façon reproductible de microstructures uniformes ou encore une mise en forme facilitée.

Après un bref historique, nous présenterons une définition et les différentes méthodes d'obtention d'une vitrocéramique, puis nous décrirons les différentes propriétés que peuvent présenter ces matériaux ainsi que leurs domaines d'utilisation.

1.3.2 Historique

En 1739, le chimiste français Réaumur, transforma le verre sodo-calcique (verre à bouteille) en céramique poly cristalline grâce à un recuit de plusieurs jours [31]; pour la première fois était obtenue une céramique à partir d'un verre. En 1954, Stanley D. Stookey, chercheur chez Corning glass, travaillait sur le Fotoform®, un verre photosensible usinable à l'acide; un jour, lors d'un traitement thermique d'une plaque de ce verre, le régulateur du four tomba en panne et l'échantillon subit alors une température de 900°C au lieu de 700°C. Stookey observa que non seulement le verre n'était pas ramolli, mais qu'il était devenu opaque. En le sortant du four, le verre s'échappa des pinces et tomba au sol sans se briser, dans un bruit métallique. Il expliqua alors ce phénomène par la formation de cristaux au coefficient de dilatation quasiment nul au sein de la plaque de verre, améliorant le comportement du matériau à la chaleur, mais aussi augmentant sa dureté, sa résistance mécanique et sa résistivité électrique. Il a ainsi trouvé, occasionnellement, la première vitrocéramique [32,33].

Les verres photosensibles sur lesquels travaillait Stookey appartiennent au système $\text{SiO}_2\text{-Li}_2\text{O-Al}_2\text{O}_3$ et contenaient des particules précipitées d'argent, d'or ou de cuivre qui jouèrent alors le rôle de centres de nucléation. Peu après était commercialisée la première vitrocéramique: Fotoceram®. Les recherches qui suivirent cette découverte mirent à jour d'autres nucléants plus efficaces que les colloïdes métalliques : l'oxyde de titane TiO_2 et l'oxyde de zirconium ZrO_2 en particulier.

A la même époque, Corning développa la vitrocéramique Pyroceram® pour des applications militaires. Egalement à base d'aluminosilicates de lithium, elle présentait, en plus d'un très faible coefficient de dilatation et d'une forte résistance à la corrosion, une transparence aux ondes radar. Elle était ainsi utilisée pour les radômes des missiles.

Plusieurs vitrocéramiques avec différentes propriétés mécaniques, thermiques et électriques furent alors développées à partir de la Pyroceram®.

En 1959, une d'entre elles fut commercialisée sous le nom Corningware® et de nouveaux ustensiles de cuisine (plats, casseroles...) pouvant passer du réfrigérateur au four commencèrent à équiper les cuisines des foyers. De plus leur transparence aux micro-ondes (proches des ondes radar dans le spectre électromagnétique) leur conférait une grande versatilité d'utilisation.

Plus tard, Stookey observa que la céramisation pouvait se produire sans que le verre ne devienne opaque. Les vitrocéramiques Visionware® (transparentes) firent alors leur apparition sur le marché (casseroles, plaques de cuisson...) quelque temps après les Corningware® (opaques).

En 1968, Schott commercialisa une vitrocéramique aujourd'hui très répandue : le Zerodur® avec un coefficient de dilatation thermique presque nul. Cette vitrocéramique est notamment utilisée pour les miroirs astronomiques : de grandes pièces peuvent être obtenues (fig.1.12) et les aberrations optiques dues à la déformation du miroir lors des changements de température sont éliminées.

Aujourd'hui, elle est également communément utilisée pour les gyroscopes lasers équipant les avions.

De nombreux travaux de recherches suivirent ces premières découvertes et on retrouve aujourd'hui les vitrocéramiques dans de nombreuses applications : plaques de cuisson, plats/casseroles pour la cuisine, vitres de cheminées, de fours ou de fours micro-ondes, portes anti-feu, composants pour l'électronique, ou bien encore implants et prothèses en médecine et odontologie, etc....

Les vitrocéramiques sont également utilisées dans les domaines de recherche industrielle, de l'aéronautique, et de la construction [35-37].

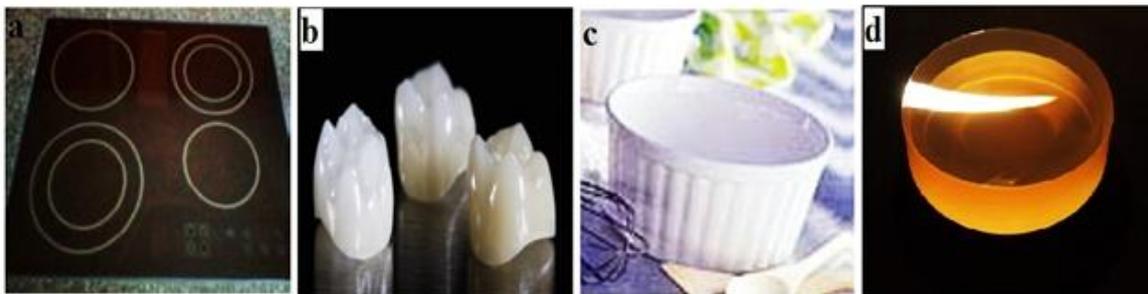


Figure 1.12: Illustration des applications des verres céramiques : (a) plaques de cuisson, (b) prothèse dentaire, (c) moule de cuisson au four, (d) disque en Zérodur® de Schott de 175 mm de diamètre [34-36].

1.3.3 Définition

La vitrocéramique qui est un matériau intermédiaire entre le verre et le cristal, est obtenue par cristallisation contrôlée du verre.

Le verre est en fait soumis à des traitements thermiques qui provoquent la nucléation et la croissance d'une ou plusieurs phases cristallines au sein de la matrice vitreuse. Selon le traitement thermique appliqué, la matrice vitreuse est partiellement ou totalement convertie en un matériau poly cristallin biphasé.

Il est relativement important de contrôler la cristallisation (contrôle de la nucléation et de la croissance des phases cristallines) en vue d'obtenir des vitrocéramiques transparentes non poreuses [37]. Idéalement, ces vitrocéramiques transparentes contiennent des nanoparticules cristallisées de taille comprise entre 0,02 et 1 μm , réparties de façon homogène dans tout le volume de la matrice vitreuse [38]. Une vitrocéramique transparente, réalisée ainsi, peut présenter une transmission quasiment identique à celle du verre et possède des propriétés thermomécaniques relativement intéressantes telles qu'une faible dilatation thermique ou une forte dureté, qui rendent alors la vitrocéramique résistante aux chocs thermiques ou mécaniques.

1.3.4 Procédé de synthèse d'une vitrocéramique

Les vitrocéramiques peuvent être préparées suivant deux méthodes : par dévitrification contrôlée des verres et par chimie douce.

1.3.4.1 La dévitrification

La dévitrification du verre est un procédé utilisé pour synthétiser des vitrocéramiques, cette méthode est la plus répandue (fig.1.13). La première étape consiste à synthétiser un verre par fusion de poudres poly cristallines et trempe rapide. Ce verre est ensuite partiellement dévitrifié, c'est-à-dire que certains de ses composés cristallisent et que le reste du matériau reste à l'état amorphe. Cette dévitrification conduit à la formation d'une vitrocéramique. Le verre peut être partiellement dévitrifié, soit par traitement thermique, soit par irradiation avec un laser pulsé femto seconde [39,40], soit par l'utilisation conjointe d'un laser UV et d'un traitement thermique [41]. La méthode la plus courante et la plus souvent utilisée, est la dévitrification par traitement thermique, mais la dévitrification par irradiation, apparue très récemment, est de plus en plus étudiée car elle permet de dévitrifier localement un verre pour créer, par exemple, des guides d'onde canaux dans un verre massif.

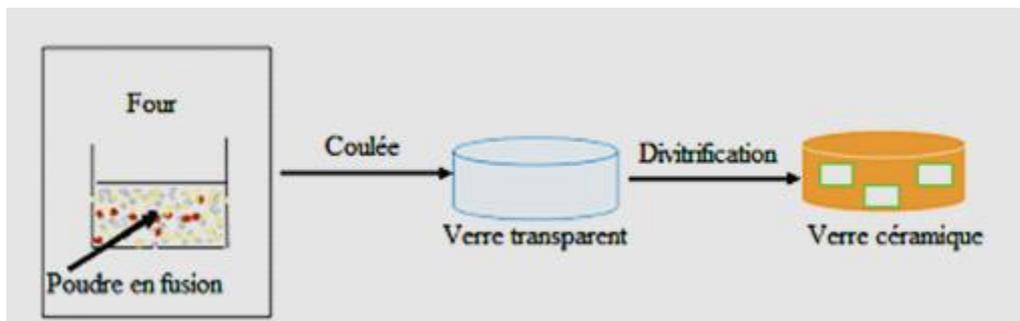


Figure 1.13: Schéma du procédé de synthèse d'une vitrocéramique [42]

La cristallisation d'un verre céramique s'effectue par deux processus distincts:

1. Processus de nucléation / croissance
2. Processus de décomposition spinodale

1.3.4.1.1 Nucléation et croissance cristalline

Ce processus est le plus fréquemment rencontré dans les verres, il est constitué de deux étapes :

a) Nucléation

La dévitrification du verre s'explique par la formation de germes, encore appelés nuclei. En premier étape, le verre est amené, à une vitesse assez lente de 2 à 5°C/min, à la température de nucléation T_1 choisie et y est maintenu pendant un temps déterminé plus ou moins long selon la difficulté à faire germer les cristaux dans le verre considéré. La température de nucléation optimale se trouve généralement autour de la température de transition vitreuse T_g (fig.1.14). La nucléation est homogène lorsqu'elle se produit de manière aléatoire dans le matériau. Elle est dite hétérogène lorsqu'elle a lieu à partir de la surface ou autour de centres de nucléation tels que les impuretés. De plus, des études thermodynamiques ont montré que l'énergie minimale

à fournir au système pour que la germination ait lieu est plus importante dans le cas d'une nucléation homogène [43].

b) Croissance

Dans cette étape, la température est augmentée avec la même vitesse que précédemment, jusqu'à la température optimum de croissance T_2 . Celle-ci correspond au grossissement des cristaux sans déformation du matériau. Elle est généralement située dans une gamme comprise entre la température de cristallisation de la phase considérée et de 20 à 50°C en dessous de la température de transformation de la phase cristalline. Le maintien à cette température doit être relativement court par rapport au temps de nucléation si l'on souhaite réaliser une vitrocéramique transparente, l'objectif étant d'obtenir un très grand nombre de particules cristallisées de petite taille [43-45].

Enfin, le verre peut être plus ou moins rapidement refroidi, selon sa résistance au choc thermique, jusqu'à la température ambiante.

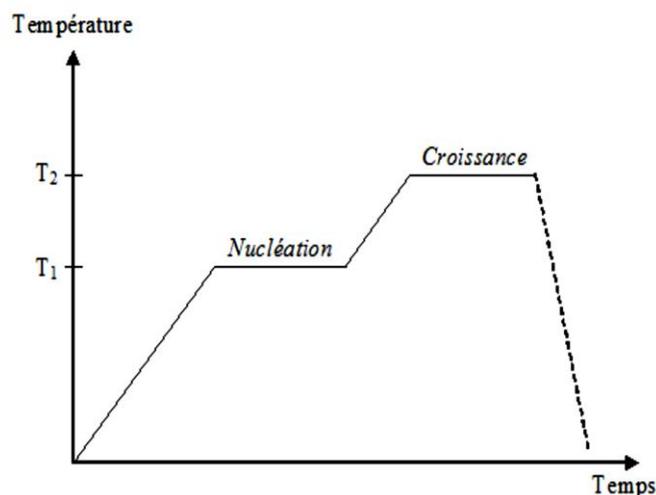


Figure 1.14 : Traitement thermique typique nécessaire à l'élaboration de vitrocéramiques (paliers de nucléation et de croissance) [43,45].

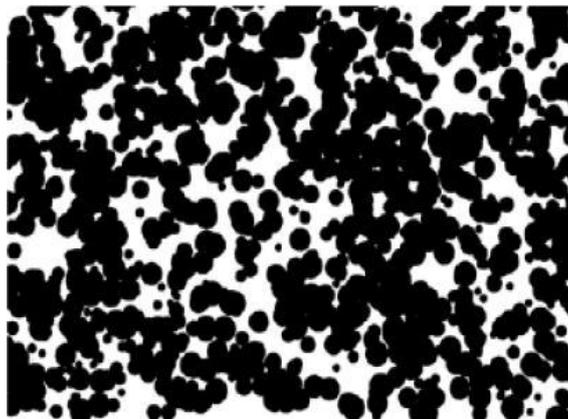


Figure 1.15 : Morphologie d'une vitrocéramique issue d'une céramisation par nucléation et par croissance [44].

En résumé, l'élaboration d'une vitrocéramique passe par la détermination des températures et des temps de nucléation et de croissance, mais également par la détermination des vitesses de montée et de descente en température.

En conséquence, les auteurs Ray et Day [46-47] se sont penchés depuis plusieurs années sur la nucléation et la croissance cristalline au sein des verres silicatés. Ils ont élaboré une méthode par ATD (Analyse Thermique Différentielle) afin de déterminer par le calcul les courbes typiques de vitesses de nucléation et de croissance des cristaux.

La figure 1.16 montre que les vitesses de nucléation et de croissance sont fonction de la température.

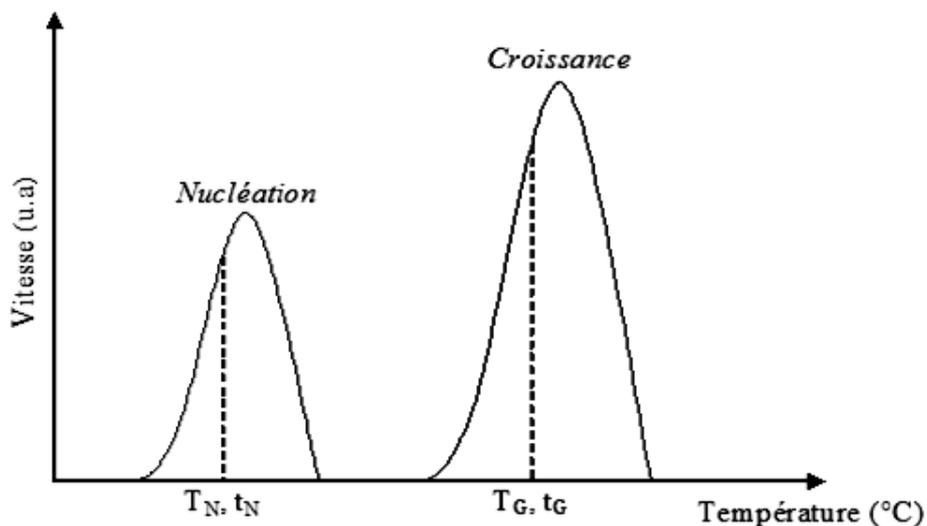


Figure 1.16 : Schéma de procédure expérimentale donné par ATD : traitement thermique de nucléation à une température T_N pour un temps t_N suivi d'un traitement thermique de croissance à une température T_G pour un temps t_G [49].

1.3.4.1.2 Dévitrification spinodale

La dévitrification des verres peut également se faire par décomposition spinodale [44,45]. Pour minimiser son énergie, le verre modifie légèrement et continûment sa composition jusqu'à se séparer en deux phases distinctes. Puis, après la séparation de phase, il y a cristallisation spontanée de l'une des deux phases.

La partie cristallisée représente généralement plus de 70 % du volume total du matériau. Elle a généralement une forme dendritique et les cristallites sont interconnectées [50]. Les deux processus de dévitrification d'un verre sont bien distincts et conduisent à des vitrocéramiques de morphologie différente

La figure 1.17 illustre la morphologie d'une vitrocéramique résultant d'un processus de nucléation/croissance (à gauche) et d'une décomposition spinodale (à droite).

C0 correspond à la composition du verre initial, C1 à celle de la phase vitreuse après dévitrification et C2 à celle des cristallites.

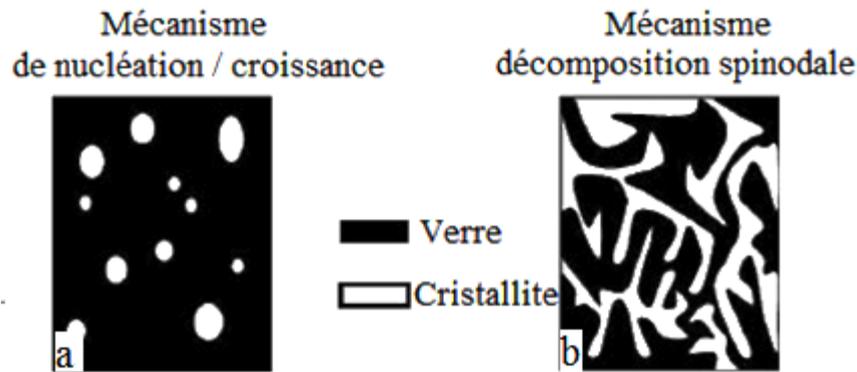


Figure 1.17: La morphologie d'une vitrocéramique résultant d'un processus de nucléation/croissance (a) et d'une décomposition spinodale (b) [42].

1.3.4.2 Synthèse par chimie douce

La technique sol-gel est un procédé permettant la synthèse de verres et de verres céramiques. Ce procédé s'effectue dans des conditions dites de chimie douce, à des températures nettement plus basses que celles des voies classiques de synthèse. Il est principalement utilisé pour des applications telles que l'élaboration de matériaux poreux ou encore pour les dépôts de couches minces.

Ce procédé fait appel à des précurseurs moléculaires en solution (essentiellement des alcoxydes métalliques). Ces derniers sont polymérisés en deux étapes : une réaction d'hydrolyse dans un premier temps, conduisant à une solution appelée sol, puis une réaction de condensation conduisant à la formation d'un gel. Selon le mode de séchage, la transition sol-gel peut donner des poudres, des matériaux denses, des aérogels, des fibres ou des couches minces.

Dans le cas d'une vitrocéramique, la technique consiste à recuire le gel obtenu pour en céramiser une partie [51-53]. Cette méthode de synthèse présente quelques avantages par rapport à la synthèse et dévitrification d'un verre :

- Températures de synthèse plus basses (pas de fusion des éléments)
- Mise en forme des vitrocéramiques : réalisation de couches minces pour former des guides d'ondes notamment [54].

1.3.5 Propriétés des vitrocéramiques

D'après l'histoire citée précédemment sur les céramiques, de nombreux chercheurs ont découverts ce matériau qui, utilisé dans diverses applications, possède une excellente propriété mécanique, résiste à la corrosion et au choc thermique, etc...

Le principal intérêt des vitrocéramiques réside dans l'association des avantages du verre (procédés d'élaboration et de formage de type verrier, absence de porosité...) avec ceux des céramiques (propriétés des matériaux cristallisés supérieures à celles du verre) et dans leurs diverses propriétés.

1.3.5.1 Propriétés mécaniques des vitrocéramiques

Les verres sont des matériaux fragiles, dans lesquels les fissures se propagent rapidement. La présence de cristallites dans une matrice vitreuse augmente la résistance mécanique de cette matrice et diminue sa fragilité en arrêtant le front de fissure de se propager, ou du moins en ralentissant la propagation des fissures (fig.1.18) [5,55]. Les vitrocéramiques ont donc de meilleures propriétés mécaniques que les verres et leurs porosités sont nulles.

Des vitrocéramiques à base d'oxyde SiO_2 , Al_2O_3 , CaO , ZrO_2 et TiO_2 sont étudiées pour le stockage de déchets radioactifs, grâce à leur bonne résistance mécanique [56]. Ces vitrocéramiques ont une phase cristallisée de composition $\text{CaZrTi}_2\text{O}_7$ (zirconolite), qui incorpore très bien certains ions radioactifs tels que les actinides mineurs (Np, Am, Cm). Outre, l'amélioration des propriétés mécaniques des vitrocéramiques par rapport aux verres, le second avantage de ce type de vitrocéramique est qu'elle offre une double barrière de confinement aux radionucléides. En effet, ces radionucléides, incorporés dans les cristallites, sont confinés par la phase cristalline d'accueil et par le verre résiduel.

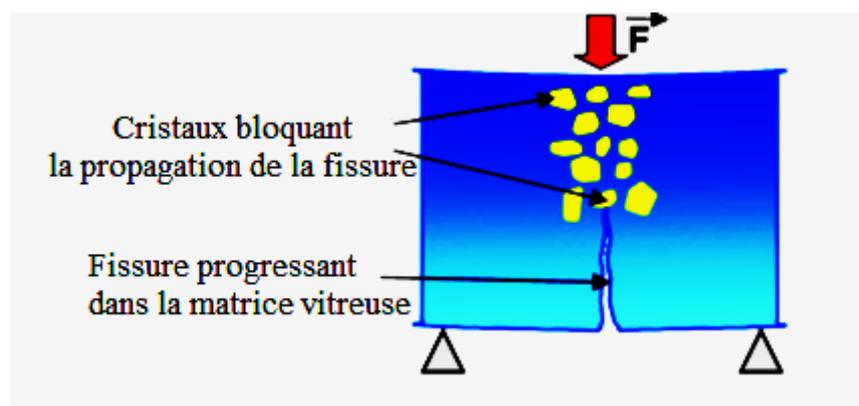


Figure 1.18 : Illustration de renforcement de la céramique par l'incorporation de particules cristallines dans une matrice vitreuse [5,55].

1.3.5.2 Propriétés thermomécaniques des vitrocéramiques

Le verre présente un coefficient linéaire de dilatation thermique. Si on considère une variation de 1°C , l'allongement par unité de longueur du verre sodo-calcique varie entre 6 et $9 \cdot 10^{-6}/\text{K}$, contre seulement $2,8 \cdot 10^{-6}/\text{K}$ pour le verre borosilicate et quasiment nul pour le verre céramique et $3,25 \cdot 10^{-6}/\text{K}$ pour le Pyrex et $4 \cdot 10^{-6}/\text{K}$ pour un verre de quartz (fig.1.19).

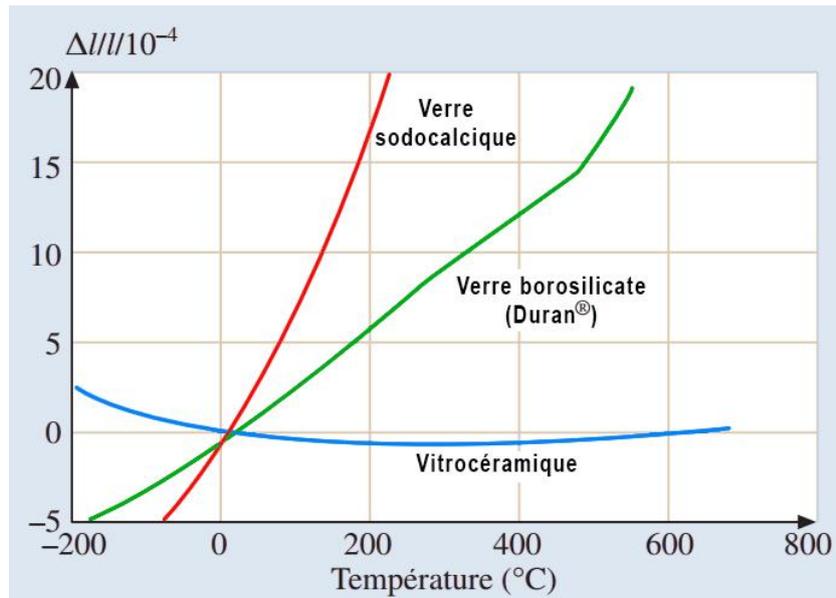


Figure 1.19 : Illustration de dilatations thermiques des principaux verres [57]

En effet, lorsqu'un matériau possède une forte dilatation thermique, il n'est pas chauffé de manière homogène. Sa partie chaude se dilate et exerce une pression sur les parties restées à plus basse température. Si la pression est trop élevée, le matériau se rompt. Dans le cas d'une vitrocéramique à faible dilatation thermique, aucune contrainte ne s'exerce sur le matériau : les vitrocéramiques ont de meilleures propriétés thermomécaniques que les verres.

01/ Des vitrocéramiques à base d'oxyde de silice et d'alumine sont utilisées pour la fabrication de pièces amenées à subir des chocs thermiques (plats de cuisson, protection contre l'incendie...).

02/ Les vitrocéramiques composées d' Al_2O_3 , SiO_2 , Li_2O et MgO sont des matériaux adéquats pour le chauffage puisque, en plus de leur bonne résistance thermique, elles transmettent jusqu'à 90% du rayonnement infra-rouge. Elles entrent dans la fabrication de plaques de cuisson et de fours.

Des vitrocéramiques sont également utilisées comme miroir dans des télescopes. Leur coefficient de dilatation thermique étant quasiment nul, les aberrations optiques dues à la déformation du miroir lors des changements de température sont éliminées [51].

1.3.5.3 Propriétés optiques des vitrocéramiques

L'une des principales propriétés définissant les vitrocéramiques est sa transparence dans le visible. Selon la taille de leurs cristaux, les vitrocéramiques peuvent être divisées en deux groupes :

- a)** Les vitrocéramiques contenant des cristaux plus petits que les longueurs d'onde du visible. Dans ce cas, la théorie de la diffusion Rayleigh peut être utilisée pour expliquer la diffusion de la lumière. Cette théorie est exprimée par la relation suivante [58] :

$$\frac{I}{I_0} = (1 + \cos^2 \theta) \pi^4 \frac{8}{L^2} \frac{r^6}{\lambda^4} \left(\frac{m^2 - 1}{m^2 + 2} \right)^2 \quad (1.7)$$

Avec

I : Intensité du faisceau de lumière diffusée,

I_0 : Intensité du faisceau de lumière incidente,

r : Rayon des cristallites

m : Rapport entre l'indice de réfraction de la particule et celui du milieu environnant.

θ : Angle de diffusion

L : Distance entre deux particules diffusantes (de rayon r).

D'après la relation (1.7), l'une des deux conditions suivantes doit être vérifiée pour obtenir une diffusion négligeable :

- $m \sim 1$: le rapport d'indice de réfraction entre le verre et la phase cristallisée doit être proche de 1 (indice du cristal et du verre très voisins).

Il est également nécessaire que le matériau soit isotrope optiquement (c'est-à-dire pas de réfringence) et ne présente aucune fluctuation d'indice ;

- $\frac{r^6}{\lambda^4} \ll 1$: pour obtenir la transparence, le diamètre des cristallites des vitrocéramiques doit être inférieur à un dixième de la longueur d'onde minimale du spectre (< 40 nm pour la transparence dans le visible) si la différence des indices de réfraction entre les cristaux et le verre est inférieure à 0,3 [42].

b) Les vitrocéramiques contenant des cristaux de taille égale ou supérieure aux longueurs d'onde du visible. Dans ce cas, la théorie Rayleigh n'est pas applicable et c'est la théorie de Mie qui permet de décrire la diffusion [59,60]. Comme dans le cas précédent, les facteurs influençant la transparence sont la taille des cristaux et le rapport des indices de réfraction du verre et des cristaux [17].

En général ce type de vitrocéramiques n'est pas transparent dans le visible puisque la taille des cristaux est égale ou supérieure aux longueurs d'onde de la lumière. Cependant, quelques rares vitrocéramiques transparentes de ce type sont rapportées dans la littérature comme par exemple les vitrocéramiques de $\text{Na}_{4+2x}\text{-Ca}_{4-x}[\text{Si}_6\text{O}_{18}]$ ($5\text{-}7\mu\text{m}$) [35].

La transparence dans ce cas est expliquée par la faible différence entre l'indice de réfraction du verre et celui des cristaux et par la basse biréfringence de ces derniers.

Il faut noter qu'il existe également des vitrocéramiques transparentes dans d'autres domaines spectraux, notamment dans l'infrarouge avec des applications intéressantes dans le domaine des systèmes à vision nocturne [61,62].

Une comparaison entre les monocristaux, les verres et les vitrocéramiques transparentes est illustrée dans le tableau ci-dessous qui, montre certains avantages et inconvénients de ces matériaux :

	monocristaux	verres	céramiques
Facilité de la synthèse	--	++	++
Coût de la synthèse	--	++	+
Taille et mise en forme des matériaux	--	++	++
Taille et homogénéité de dopage	--	++	++
Propriétés optiques	++	--	de + à +++

Tableau 1.3 : Comparaison entre les propriétés des monocristaux, des verres et des vitrocéramiques, (+) un avantage et (-) un inconvénient.

En particulier, les vitrocéramiques transparentes sont caractérisées par une synthèse relativement aisée (comparée aux monocristaux), qui est basée essentiellement sur des procédés verriers et qui permet la réalisation de vitrocéramiques à un coût peu élevé comparé à celui d'un monocristal.

1.4. Conclusion

Une histoire d'un état d'avancement des recherches sur les verres a été dressée tout au long de ce chapitre. En particulier, l'étude a été faite sur les verres et les verres céramiques (vitrocéramiques). Ils diffèrent en fonction de leurs procédés d'élaboration et possèdent différentes propriétés et domaines d'application. Néanmoins, le verre céramique est un matériau qui présente de nombreux avantages, il est utilisé aussi bien comme support de grand miroir pour télescopes comme composant mécanique. Le principal avantage du verre céramique par rapport aux autres verres optiques vient du fait que le matériau peut être produit en très grandes dimensions et a un coefficient de dilatation thermique presque nul.

1.5. Références bibliographiques

- [1] D. C. Boyd, D. A. Thompson, "Glass," 3rd Edition Kirk-Othmer : Encyclopedia of Chemical Technology, Vol.11, 1980.
- [2] R. W. Douglas, S. Frank, "A history of glass making." Keith. Cummings, A and C Black, London, UK, p.238, 2002.
- [3] C. Zerwick. " A short history of glass," Library of American Art, Harry.N. Abrams, Inc, New York, p.112, 1990.
- [4] C. Bray, "Dictionary of glass materials and techniques.," University of Pennsylvania Press, Philadelphia, PA, 2001.
- [5] J. Zarzycki, "Les Verres et l'Etat Vitreux," Ed. Masson, Paris, 1982.
- [6] A. Holdbecq, "Fulgurite et verres naturels," Collection de minéraux, Galerie de photo, Université Pierre Marie-Curie, 2007.
- [7] M. Henry, "Optique géométrique," Ed. Technique d'Ingénieur, 1981.
- [8] B. Balland, "Optique géométrique, imagerie et instruments", Ed. Lausanne, Vol.1 2007.
- [9] P. J. Moore, Z.J.Chaboyer, G.Das, "Tunable dual-Wavelength fiber laser," Optical Fibr Technology, Vol.15, pp.377-379, 2009.
- [10] Z. Xiong, T. Chen, "Multi-wavelength Raman fiber laser with 2 and 3 stage cavities in a phosphosilicate fiber," Optical Fibr Technology, Vol.13, pp. 81-84, 2007.
- [11] Y.Ohmori, Y. Sasaki, "Phase matched sum frequency generation in optical fibers," Appl. Phys. Lett., Vol.39, 466-468, 1981.
- [12] K. T. V. Grattan, T.Sun, "Fiber optic sensor technology: an overview," Sensors and Actuators, Vol.82, Issue 1-3, pp.40-61, 2000.
- [13] J. Canning, " Fibre lasers and related technologies.," Optics and Lasers Engineering, Vol.44, Issue7, pp. 647-676, 2006.
- [14] A. Bellmare, "Continuous-wave silica-based erbium-doped fibre lasers," Progress in Quantum Electronics, Vol.27, Issue 4, pp. 211-266, 2003.
- [15] Y.Ayant, G.H.Chrtier, P.C.Jaussaud, "Etude à l'aide de l'optique intégrée des processus de diffusion et d'échange d'ions dans un verre alcalin," Journal Physique, Vol.38, N°9, pp.1089-1096, 1977.
- [16] W.H.Zachariasen, "The atomic arrangement in glass," J. Am. Chem. Soc, Vol.54, pp.3841-51, 1932.
- [17] R.H. Doremus, "Glass Science," Ed. Wiley, New York, pp.1-2, 1994.
- [18] W. Kauzmann. "The nature of the glassy state and the behavior of liquids at low temperatures," Chem. Rev, Vol.43, N°2, pp.219-256, 1948.
- [19] H. Scholze, "Le Verre. Nature, structure et propriétés," 2nd édition, Institut du Verre, Paris, 1980.
- [20] R. M. Van Ginhoven, H. Jónsson L. R. Corrales, "The glass samples G1 and G2 used in this work are the structures labeled Glass 4 and 9, respectively," Physical Review B, Vol.71, pp.204-208, 2005.

- [21] A. Pilkington, "The float glass process," Proc. R. Soc. London A, Vol.314, pp.1-25, 1969.
- [22] https://fr.wikipedia.org/wiki/Verre_optique
- [23] L.Zango, "Technologies optiques, cours d'optique – Orientation MI," Fascicules Heig- Vd, Hes.SO, 2008.
- [24] J .Barton, C.Guillemet, "Le verre science et technologie," Edition EDP Science ,2005.
- [25] M. Dupeux, "Aide-mémoire, science des matériaux," Edition Dunod, 2004.
- [26] S. Poisson, Traité de mécanique, 3^{ème} édition, J. L. Garnier, 1838.
- [27] T.Rouxel, "Elastic properties and short-to medium-range order in glasses," Journal Am.Ceram.Soc, Vol.90, N° 10, pp. 3019–3039, 2007.
- [28] C. Bousbaa, "Effet des traitements sur l'érosion du Verre érodé par impact de sable," Thèse de Doctorat, D.O.M.P, Université Ferhat Abbes Sétif, p.125, 2004.
- [29] J. Barrelet, "Art du Verre," Encyclopédie Universalis de Paris, pp.734-742, 1985.
- [30] N. Bouaouadja, "Etude du comportement mécanique à haute température des carbures cémentés WC-Co," Thèse de Doctorat, p.200, 1986.
- [31] E. Hecht, "Optique," 4^{ème} Edition, traduit en français par S. Maitre La Faveur et J.L. Meyzonnette, pp.266-289, 2005.
- [32] M. Réaumur, Mém. Acad. R. Sci, 370, 1739.
- [33] S. D. Stookey, "Nucleation Technol.," Press of Massachusetts Inst. Technol. and John and Wiley & Sons, New York, 1957.
- [34] S. D. Stookey, "Catalyzed Crystallization of Glass in Theory and Practice," Ind. Eng. Chem. Vol.51, N°.7, pp. 805-808, 1959.
- [35] T. Berthier, V. M. Fokin, E. D. Zanotto, "New large grain, highly crystalline,transparent glass–ceramics.," Journal of Non-Crystalline Solids, Vol. 354, Issues 15-16, pp.1721-1730, 2008.
- [36] Y. Ledemi, "Verres et vitrocéramiques à base de chalcogénures dopés par des ions de terres rares pour la luminescence dans le visible, "Thèse de Doctorat, N°3792, 2008.
- [37] P.W. McMillan, "Glass-ceramics," Academic Press - Londres, 1964.
- [38] G.Leng Ward, M.H. Lewis, "Oxynitride glasses and their glass-ceramics derivatives,"Glasses and Glass-Ceramics, Ed. Chapman and Hall, 1986.
- [39] J. Qiu, A. Makishima, "Rare-Earth Containing Nanocrystal Precipitation and Up-conversion Luminescence in Oxyfluoride Glasses," Journal of Nanoscience and Nanotechnology, Vol.5, N°9, pp.1541–1545, 2005.
- [40] M. Nogami, A. Ohno, "Laser precipitation of SnO₂nanocrystals in glass and energytransferred-fluorescence of Eu³⁺ ions," Journal of Non-Crystalline Solids, Vol.330, Issue1-3, pp.264-267, 2003.
- [41] F. Goutaland, M. Mortier, B. Capoen, S. Turrell, M. Bouazaoui, A. Boukenter, Y.Ouerdane, "UV-assisted crystallisation of tellurite and germanate-based glasses," OpticalMaterials, Vol.28, N°11, pp.1276-1279, 2006.

- [42] G.Dantelle, "Vitrocéramique oxyfluorées transparentes dopées par ions lanthanides matériaux nano-composites luminescents à 1,5 μ m," Thèse de Doctorat Optical Materials, Université de Paris VI Pierre et Marie Curie, 2006.
- [43] A.K.Varshneya, "Fundamentals of Inorganic glasses," Edition Academic Press, London, 1994.
- [44] M. Mortier, A. Monteville, G.Patriarche, " Devitrification of fluorozirconate glasses: from nucleation to spinodal decomposition.," Journal of Non-Crystalline Solids, Vol.284, p.85, 2001.
- [45] M. Mortier, A. Monteville, G. Patriarche, G. Maze, F. Auzel, " New progresses in transparent rare-earth doped glass-ceramics," Optical Materials, Vol.16, p.255, 2001.
- [46] C.S. Ray, X. Fang, D.E. Day, " New method for determining the nucleation and crystal-growth rates in glasses," J. Am. Ceram. Soc., Vol.83, N°4, pp. 865-872, 2000.
- [47] C.S. Ray, D.E. Day, " Identifying internal and surface crystallization by differential thermal analysis for the glass to crystal transformations," J. Am. Ceram.Soc., Vol.80, N°12, pp.3100-3108, 1997.
- [48] C.S. Ray, K.S. Ranasinghe, D.E. Day, "Determining crystal growth rate-type of curves in glasses by differential thermal analysis," Solid State Sciences, Vol.3, N°6, pp.727-732, 2001.
- [49] H.C. Yang, H.C. Zeng, "Lattice strain directed synthesis of AnataseTiO₂ single-crystal microplatelet arrays on alpha-MoO₃ template," Journal of Physical Chemistry B, Vol. 108, pp.819-823, 2004.
- [50] O.Peron, "Guides d'ondes planaires en verre et vitrocéramique fluorés : élaboration par PVD et spectroscope d'ions de terres rares," Thèse de doctorat, Maine (Renne), p.261, 2007.
- [51] D. Chen, Y. Wang, Y. Yu, E. Ma and L. Zhou, "Microstructure and luminescence of transparent glass ceramic containing Er³⁺:BaF₂ nano-crystals, " Journal of Solid State Chemistry ,179 (532), 2006.
- [52] S. Fujihara, C. Mochizuki and T. Kimura, " Formation of LaF₃ microcrystals in sol-gel silica," Journal of Non-Crystalline Solids 244 (267), 1999.
- [53] S. J. L. Ribeiro, C. C. Araujo, L. A. Bueno, R. R. Goncalves and Y. Messaddeq, "Sol-gel Eu³⁺/Tm³⁺ doped transparent glass-ceramic waveguides.," Journal of Non-Crystalline Solids, 348 (180), 2004.
- [54] S. Fujihara, S. Koji and T. Kimura, J. Mater. Chem. 14 (1331), 2004.
- [55] D. R. Uhlmann, A. G. Kolbeck, Phys. Chem. Glasses, pp.17-146, 1976.
- [56] G. H. Beall, L.R. Pinckney, " Nanophase Glass-Ceramics," Journal of the American Ceramic Society, pp.82-5, 1999.
- [57] D.Krause, "Glass-Ceramic, glass of materials," Springer handbook of condensed Matter and Materials Datta," Chapter 3.4, p.558, 2005.
- [58] G.H.Beall, D.A. Duke, " Transparent Glass-Ceramics," J. Mater. Science, Vol.4, N°4, p340, 1969.

- [59] H.C.Van de Hulst, H.C, " Light scattering by Small Particles," Edition Dover Publications, Inc New Work, 1981.
- [60] G.Mie, " The optical characteristics of turbid tubes, especially colloidal metal solutions," Annalen Der Physik, Vol.25, N°.3, pp. 377-445, 2008.
- [61] X.Zhang, M.A.Hongli, J.Lucas, "A new class of infrared transmitting glass-ceramics based on controlled nucleation and growth of alkali halide in a sulphide based glass matrix," Journal of Non-Crystalline Solids, Vol.337, N°2, pp.130-135, 2004.
- [62] L.Calvez, "Selenium-based glasses and glass ceramics transmitting light from the visible to the far-IR," Advanced Materials, Vol.19, N°1, p.129, 2007.

CHAPITRE II

Surfaçage des surfaces optiques par des abrasifs

2.1. Introduction

Un matériau réalisé ayant une surface transparente et suffisamment polie inclut aujourd'hui un grand nombre de procédés de fabrication adaptés aux composants optiques et basés sur différents paramètres tels que : les équipements utilisés, la qualité de surface recherchée, la nature du matériau utilisé, les coûts et les délais de fabrication [1]. Chaque procédé possède ses propres limites, en particulier sur les matériaux à travailler, en termes de précisions rendues sur la forme finale, sur la rugosité de surface et sur la correction des défauts profonds localisés.

Après l'opération de tronçonnage, les composants optiques sont réalisés par les trois procédés de surfaçage: ébauchages, rodage et polissage. Ces derniers incluent une interaction entre les propriétés mécano-chimique du matériau et la qualité de la surface optique réalisée, les endommagements sub-superficiels, les tensions résiduelles de surface, et le taux d'enlèvement de la matière [2].

En particulier, le rodage et/ou le polissage se fait par des passes successives, à l'aide des grains abrasifs de plus en plus fins, afin d'atteindre de façon progressive une planéité et des critères de rugosité de l'ordre de quelques dizaines ou centaines de nanomètres [3].

2.2. Ebauchage

L'ébauchage est une étape d'usinage mécanique, il permet d'obtenir la forme globale souhaitée à la surface de la pièce, avec une rugosité moyenne de l'ordre du micromètre. Cette étape est réalisée par une meule diamantée à abrasifs liés, qui présente un taux d'enlèvement de matière important, mais qui génère de nombreux défauts de hautes fréquences, et en plus des Sub-Surface endommagée (SSD) inhérents à la fissuration du verre.

À cette étape, il est admis que l'abrasion est principalement d'origine mécanique (pas d'effet chimique) [4]. Les particules rayent et indentent la surface [5, 6], créant ainsi des fissures coniques, radiales et latérales (fig.2.1).

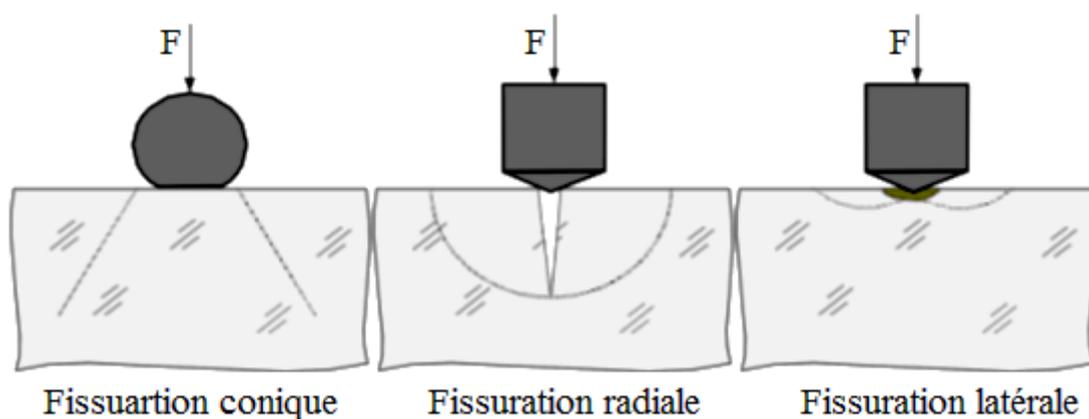


Figure 2.1 : Création de fissures dans le verre par indentation durant l'ébauchage [7].

Les fissures latérales sont responsables de l'enlèvement de matière alors que les fissures radiales génèrent des défauts de sous-surfaces, aussi appelés SSD (Sub-Surface Damages). Ces défauts sont incompatibles avec une utilisation en lithographie (dispersion et perte de transmission de lumière) et doivent donc être retirés dans les étapes de surfaçage suivantes. La profondeur des défauts générés déterminant l'épaisseur minimale à enlever par la suite, de nombreuses recherches s'intéressent à l'estimation de la profondeur des SSD, notamment dans le domaine des lasers de puissance où les SSD sont une cause d'endommagement des optiques [8-11].

La figure 2.2 montre le principe de l'ébauchage. L'outil diamanté et le composant optique sont montés chacun sur une broche. La broche porte outil tourne à une grande vitesse. Les axes des deux broches sont situés dans un même plan, ils forment entre eux un angle. L'ébauchage réalise des dioptres sphériques ou plans avec une certaine épaisseur.

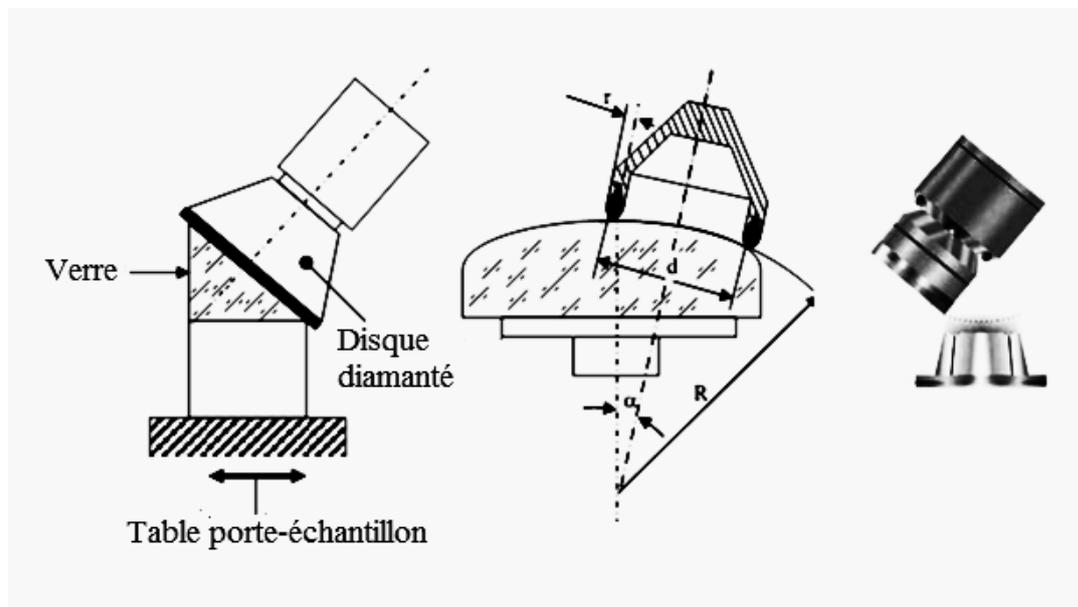


Figure 2.2 : Principe de meulage du verre [1].

2.3. Procédé de rodage

2.3.1 Rodage par des abrasifs libres

Le rodage par des grains abrasifs libres utilise des poudres mélangées avec de l'eau pour former l'agent de polissoir. L'opération est réalisée sur un rodoir en acier ou en bronze [4, 12,13]. Durant le contact, ce processus conduit à des fissurations locales de la couche superficielle du matériau avec un petit enlèvement de copeaux [14]. Le rodage par des grains abrasifs liés permet d'utiliser des outils métalliques plans ou sphériques, dont la surface utile contient des grains abrasifs, tandis que l'eau utilisée sert à refroidir l'outil, dégager les débris et aider la circulation des particules entre l'échantillon et l'outil.

La figure 2.3 décrit schématiquement l'opération de rodage du verre par des grains abrasifs libres. La solution abrasive se situe à l'interface entre la pièce et l'outil en bronze, fonte, laiton ou céramique. Une pression est exercée sur la pièce afin d'assurer des contacts multiples entre les particules abrasives et l'outil. Un mouvement relatif entre la pièce et l'outil permet de déplacer ces contacts au cours du processus d'abrasion et d'assurer un enlèvement de matière homogène.

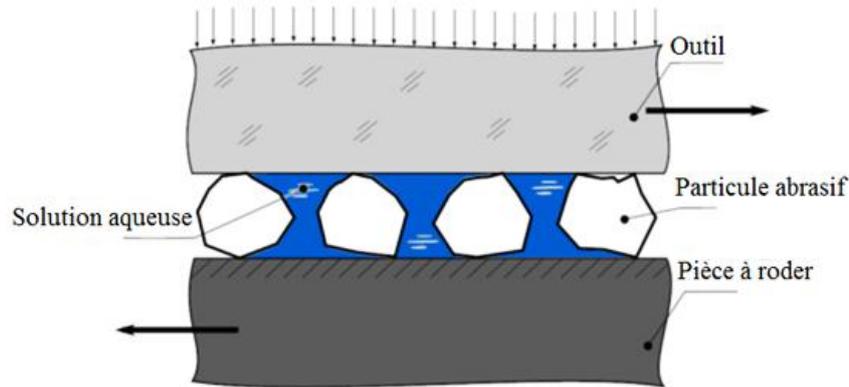


Figure 2.3 : Schéma représentant le rodage du verre par des particules abrasives libres.

2.3.2 Rodage par des grains abrasifs libres et liés

En étudiant l'état de surface d'un dioptre en verre, Rupp [15] a montré que ce processus est compliqué comparé à celui qui utilise un abrasif libre. Le rodage par abrasifs liés est un processus pendant lequel l'orientation des grains abrasifs vers la surface de l'échantillon est constante. Si l'outil est neuf, les grains pénètrent profondément dans le verre et produisent de petites écailles et des fêlures.

Des composants optiques de haute précision ont été obtenus par ces méthodes. A titre d'exemple, des surfaces sphériques convexes et concaves ont été fabriquées à l'université de Rochester (New York USA) avec un rayon de courbure de 5 mm à l'infini et des diamètres de travail de 10 à 150 mm ; après moins de 5 minutes de micro-rodage, la surface spéculée résultante avait une rugosité quadratique (R_q) inférieure à 20 nm [16-21]. Les taux d'enlèvement de matière typiques sont de 6 à 10 $\mu\text{m}/\text{min}$ pour une taille des abrasifs en diamant de 2 à 4 μm .

La figure 2.4 montre le principe de rodage par abrasif libres et liés. Une charge fixe est appliquée à un rodoir qui tourne en sens inverse par rapport au composant optique. La suspension est alimentée de façon continue.

Les particules abrasives indentent ou entaillent la surface du verre optique, en induisant des fissures latérales permettant l'enlèvement de la matière et des fissures radiales ou médianes qui peuvent être identifiées avec les couches sub-superficielles endommagées [13, 21].

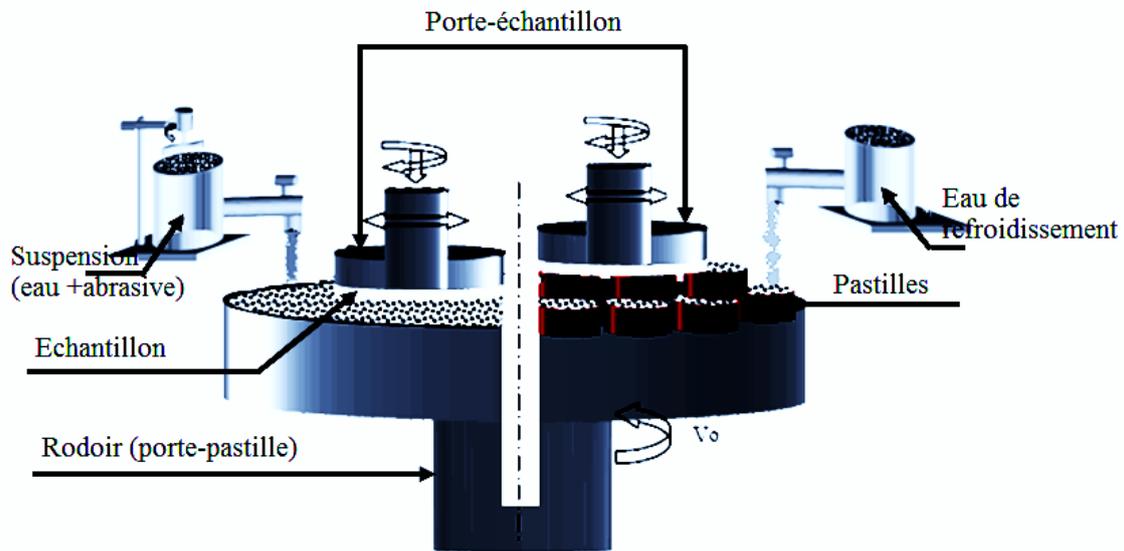


Figure 2.4 : Principe de rodage par des grains abrasifs libres et liés [22].

2.3.3 Facteurs influençant le procédé de rodage

La quantité de copeaux enlevée par unité de temps et la rugosité de surface sont influencées par plusieurs facteurs représentés par l'organigramme suivant (Fig. 2.5) :

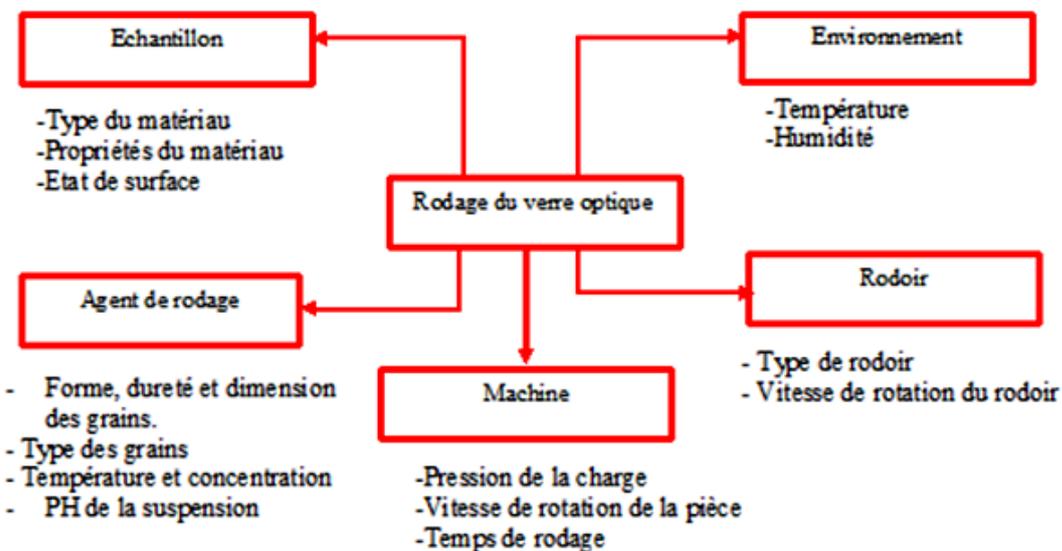


Figure 2.5 : Les facteurs influençant le procédé de rodage [23].

2.3.4 Mécanisme d'enlèvement de la matière en rodage

a) Mode d'enlèvement de la matière

Il constitue l'un des objectifs les plus recherchés dans les différents travaux liés à ce processus. En 1892, Lord Rayleigh [24] a visualisé des fissures profondes sous la

surface rodée. Il a remarqué que les abrasifs libres du type corindon ne coupent pas le verre durant le rodage, mais créent des tensions locales de cisaillement dans le verre qui produisent des éclats. Il a montré aussi que la masse de la matière éliminée par rodage est directement proportionnelle à la charge et à la vitesse relative entre le verre et l'outil.

En 1974, Weise [25] décrit un modèle physique pour prédire l'usure moyenne par des abrasifs libres. Preston [26] a montré que les grains abrasifs étudiés durant le rodage 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 non roulant, le sens de la concavité est inverse. Chaque grain produit des fractures plus ou moins profondes, et c'est l'association de plusieurs d'entre elles qui, provoquent l'enlèvement d'un petit fragment de la matière, ou la formation d'une écaille.

La compréhension du mode d'enlèvement de matière, appelé communément l'usure abrasive présente un intérêt primordial à nos jours. En effet, ce phénomène est étroitement lié à tous les éléments du processus (grains abrasifs, échantillon,..) et aux paramètres technologiques de l'opération (pression de rodage, pH de la solution....). Meng *et al.* [27,28] ont recensé les études effectuées dans ce domaine et proposé plusieurs modèles pour décrire ce phénomène d'abrasion.

b) Usure abrasive

L'usure par abrasion provoque un glissement de la surface d'un corps par rapport à la surface d'un autre corps. En appliquant une force normale entre ces deux corps, les agents abrasifs peuvent être, soit des aspérités de l'autre corps, soit des particules plus ou moins libres engendrées par l'un des deux corps aux deux l'indentent et enlèvent des particules en se déplaçant [29].

L'usure abrasive est un phénomène qui représente l'endommagement des surfaces par des aspérités ou des particules dures. Il est prépondérant lors de l'enlèvement de la matière pour les matériaux fragiles [30].

Les agents d'abrasion peuvent être de diverses natures, qui sont liés ou non à l'un des deux corps. On distinguera deux types d'abrasion [31] :

01/ Abrasion à deux corps :

Si les particules dures constituent des abrasifs fixes à la surface du corps antagoniste et qu'elles se déplacent à la surface du corps étudié sans rouler, on parlera d'abrasion à deux corps (fig.2.6.a).

02/ Abrasion à trois corps :

La figure (2.6.b) montre l'usure abrasive à trois corps. Les particules sont indépendantes des deux surfaces en mouvement relatif et qu'elles sont libres d'indenter ces deux surfaces animées de deux mouvements : mouvement de translation et mouvement de rotation.

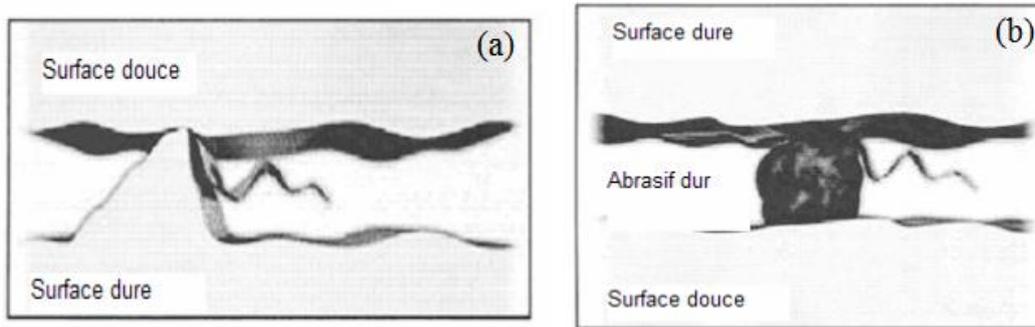


Figure 2.6: Illustrations des phénomènes d'usure abrasifs [31].
(a) Usure abrasive à deux corps et (b) Usure abrasive à trois corps

La forme des particules abrasives est également très importante parce que les particules anguleuses produisent une usure plus sévère que celles qui sont rondes. Le taux d'usure peut varier fortement en fonction de la grosseur des grains. Lorsque les grains d'abrasifs moyens sont utilisés, les valeurs obtenues du taux d'usure sont élevées. Alors que le cas contraire est obtenu si des abrasifs ultrafins sont employés [31,32].

03/ Rodage : Indentation de large échelle

Le rodage 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 de l'échantillon à usiner. Ce processus peut être présenté comme une indentation de large échelle induit par un pénétrateur pointu appliqué sur la surface du verre.

La figure 2.7 montre les morphologies du cratère de la sub-surface présentée par Wan [33], les morphologies des fissures de la sub-surface du verre rodé présentent deux types de fissures (fissures latérales et médianes) (fig. 2.7. a), qui mènent au déplacement de la matière et à la sub-surface endommagée; et une fissure médiane (fig. 2.7. b).

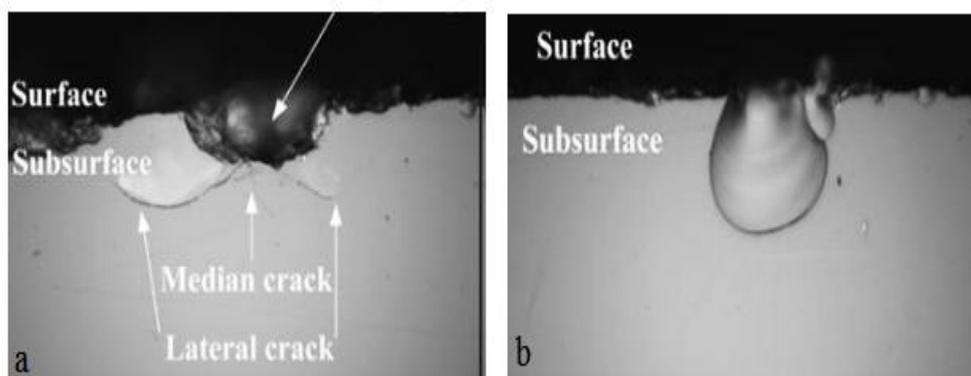


Figure 2.7: Morphologies du cratère de la sub-surface
(a) fissures latérales et médianes et (b) fissure médiane [33].

Durant le rodage Buijs *et al.* [6] ont montré que le comportement des abrasifs peut se situer entre deux extrêmes : soit les abrasifs sont complètement enfoncées dans le rodoir qui se comportent comme des abrasives liées, soit elles roulent entre la surface de l'échantillon et le rodoir. Les contributions relatives de ces deux conditions rendent l'enlèvement de la matière dépendant de la dimension et de la forme des particules abrasives, ainsi que de la dureté relative du rodoir et de l'échantillon (fig.2.8).

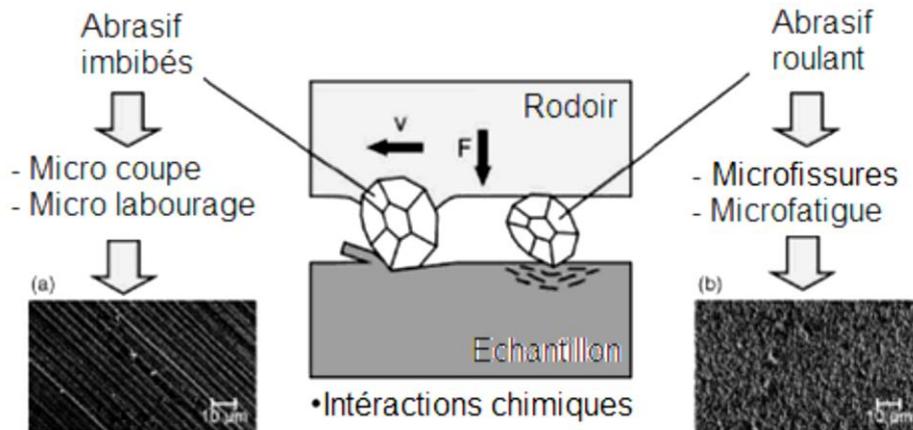


Figure 2.8 : Mécanisme d'enlèvement de matière en rodage [34]

La figure 2.9 montre l'action des grains abrasifs durant les processus de fabrication du verre, qui produit les caractéristiques de la surface structurée.

La surface endommagée est rugueuse avec des dimensions du P-V (Peak to valley) de l'ordre de la dizaine de μm . 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 μm . L'ampleur de la rugosité de surface et la sub-surface endommagée ne dépend pas seulement des propriétés du verre mais aussi des paramètres du processus de fabrication.

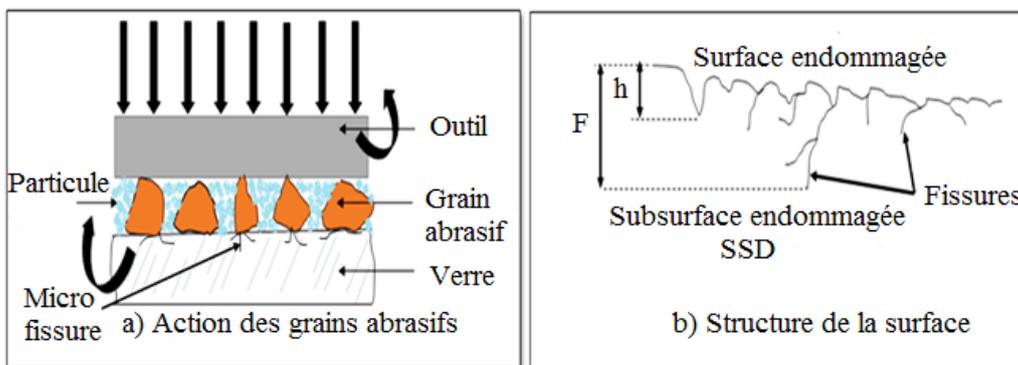


Figure 2.9: Schéma représentatif la structure d'une surface du verre résultante de l'action abrasive [35]

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. Hed *et al.* [35] ont rapportés que les épaisseurs des deux couches sont reliées comme suit :

$$F = K \times h \quad (2.1)$$

Où :

h : est la rugosité P-V

F : est l'épaisseur de la couche sub-superficielle endommagée.

La constante de proportionnalité K est de 3,7 pour le cas du verre plat douci par abrasifs sur un rodoir en acier dur. Aleinikov [36] 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 $K = 3,93 \pm 0,17$. Hed *et al.* [35] montrent aussi qu'il existe une corrélation entre la rugosité de surface (P-V) et la profondeur de la couche sub-superficielle endommagée (SSD) (fig.2.10) et que la grosseur des grains a une influence sur la rugosité de surface (RS) et la couche endommagée (SSD) (fig.2.11).

La profondeur de la couche sub-superficielle augmente au fur et à mesure que la rugosité P-V augmente, mais cette évolution dépend du type de verre traité. Quant à la relation entre la rugosité de surface, la couche sub-superficielle et la grosseur des grains, ils montrent sur le verre crown borosilicate BK7 ; les caractéristiques (Rugosité, ou couche sub-superficielle) augmentent proportionnellement avec la grosseur des grains, ce qui permet de conclure que la finesse des grains produit des surfaces de meilleure qualité.

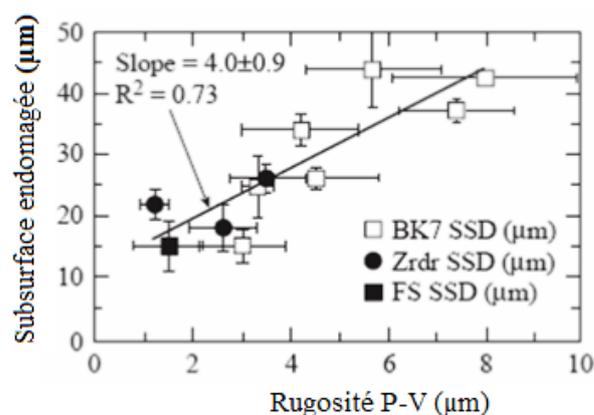


Figure 2.10 : Relation entre la sub-surface endommagée et la rugosité de surface [35]

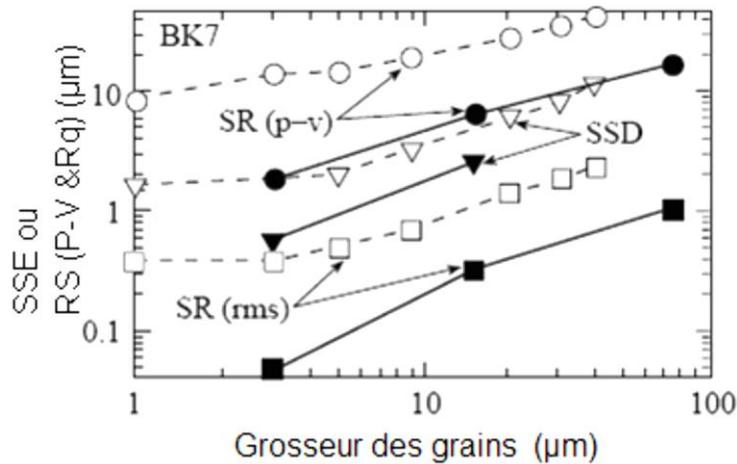


Figure 2.11: Influence de la grosseur des grains sur l'endommagement de la surface et la rugosité [35]

Yuan *et al.* [37] ont reporté que dans le processus de rodage du quartz, l'action des abrasifs est en étroite relation avec les propriétés du matériau du rodoir. Les microfissures, produites sur le quartz, sont dues à l'action des abrasifs. C'est le principal mode d'enlèvement de matière en rodage.

La propagation des fissures a pour conséquence la formation d'un écaillage et par la suite l'enlèvement de la 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.

2.4. Procédé de polissage

Il existe plusieurs méthodes de polissage du verre, parmi lesquelles on présente :

2.4.1 Polissage à abrasifs en suspension

La technique de polissage du verre optique par des abrasifs en suspension est la technique la plus utilisée dans l'industrie optique, surtout depuis l'apparition des polissoirs en polyuréthane et de grains d'oxyde de cérium de grosseur inférieure au micromètre. Cette technique met en œuvre quatre éléments essentiels: le polissoir qui sert de porteur de grains abrasifs, l'agent de polissage, le verre ainsi que la machine utilisée. L'inconvénient majeur de cette méthode est l'influence d'un grand nombre de paramètres technologiques sur le résultat de polissage [38].

2.4.2 Polissage par des abrasifs liés

Le procédé de polissage par abrasifs fixes a été introduit dans l'industrie optique à partir de 1980. Il est considéré comme un polissage rapide. En effet, le temps de polissage est très court par rapport à la technique conventionnelle. Il s'avère approprié pour la fabrication en série des lentilles de qualité moyenne. Les outils-pastilles, sont arrosés avec de l'eau pure qui est utilisée uniquement comme lubrifiant. Nous constatons, dans ce procédé, que les pastilles remplissent à la fois les fonctions de polissoir et d'agent de polissage. L'avantage de cette technique sur le

polissage par polyuréthane est qu'aucune suspension chimiquement peu fiable n'est nécessaire [38].

Ce procédé peut être amélioré et appliqué à la finition des surfaces de haute précision et peut remplacer dans l'avenir le procédé de polissage à abrasifs libres vu ses nombreux avantages.

La figure 2.12 présente le principe de polissage du verre optique par des grains abrasifs libres et grains abrasifs liés

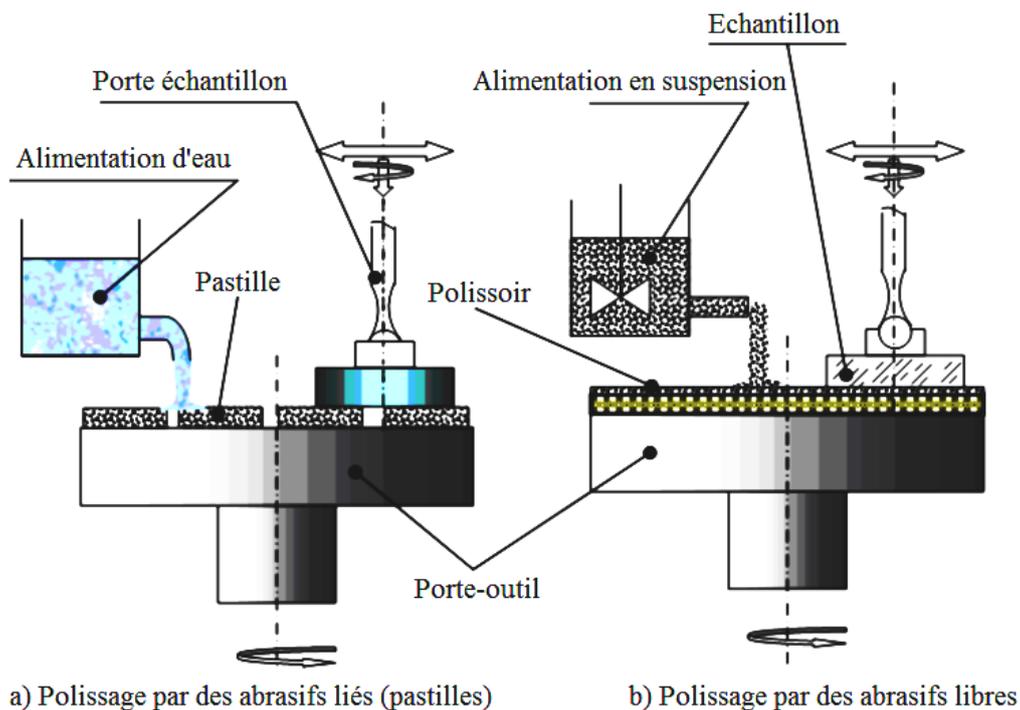


Figure 2.12: Principe de polissage du verre optique par abrasifs libres et abrasifs liés (pastilles).

2.4.3 Facteurs influençant le procédé de polissage

Les facteurs influençant le procédé de polissage sont les mêmes que pour le rodage (Échantillon, machine, environnement, moyen de polissage et polissoir). Le polissoir est utilisé pour le lissage de la surface du verre, on peut classer les polissoirs en trois grandes catégories [39] :

- 01/ Polissoirs à déformation plastique permanente (poix, polyuréthane fondu).
- 02/ Polissoirs souples et facilement déformables (drap ou tissu spécial, feutre naturel).
- 03/ Polissoirs rigides difficilement déformables (feutre durci, mousse de polyuréthane chargée).

2.5. Généralités sur les outils d'abrasions

Les techniques d'abrasion mécanique permettent des usinages de précision grâce aux principes d'abrasion, elles consistent à enlever la matière à l'aide des outils abrasifs performants. La forme la plus courante des outils abrasifs est la meule, les toiles et les papiers abrasifs, qui permettent d'obtenir un meilleur état de surface.

2.5.1 Abrasifs

Les abrasifs sont des particules (corps) durs. Elles sont capables d'usiner par action mécanique des corps moins durs.

Dans le cas de la meule (abrasifs agglomérés) et des papiers abrasifs (abrasifs appliqués), les grains abrasifs répartis sur la surface travaillent à la façon d'un outil de coupe ; la matière enlevée dépendra donc de divers paramètres à savoir: dureté de l'abrasif, grosseur du grain, forme du grain, capacité de régénération des arêtes vives, nature du liant maintenant les grains abrasifs.

L'abrasif doit posséder certaines qualités :

01/ Il doit être plus dur que la matière à usiner.

02/ Il doit être suffisamment robuste pour résister aux efforts de meulage.

03/ Il doit résister à la chaleur afin de ne pas s'émousser sous l'effet de haute température.

04/ Il doit être friable de manière que lorsque leurs arêtes s'émoussent, il laisse de nouvelles arêtes vives pour poursuivre le travail.

2.5.2 Grains d'abrasifs

Un abrasif est un corps cristallisé dur qui sert à usiner un corps moins dur, plusieurs types d'abrasif sont utilisés, ce sont généralement des abrasifs naturels ou artificiels.

2.5.2.1 Abrasifs naturels

Les premiers abrasifs utilisés en fabrication mécanique étaient d'origine naturelle. Les poudres d'Émeri, de Corindon et de Grenat 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 à partir de laquelle ils ont été prélevés. Il pourrait y avoir une grande quantité de variable que le fabricant avait à reconnaître pendant les premières phases d'usinage et à ajuster en conséquence à la méthode du rodage et polissage.

Avec la disponibilité des abrasifs synthétiques d'excellentes qualités et uniformités, le rôle des abrasifs naturels dans l'industrie a nettement diminué [39].

2.5.2.2 Abrasifs synthétiques

Les abrasifs synthétiques ont été produits depuis plus de 50 ans. Les méthodes de fabrication ont été perfectionnées durant ce temps à une telle ampleur que presque tous les abrasifs utilisés en fabrication mécanique 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 sont les poudres d'oxyde d'aluminium. Ils varient du bronze au blanc pur en couleur, selon les impuretés résiduelles.

Deux autres abrasifs synthétiques importants sont le carbure de silicium (SiC) et le carbure de bore (B₄C). Ces deux abrasifs sont très durs avec une dureté –pour le carbure de bore proche de celle du diamant [40].

a) Abrasifs d'oxyde d'aluminium synthétique

L'oxyde d'aluminium Al₂O₃ (Alumine) est l'un des oxydes qui sont extrêmement importantes pour la fabrication.

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 blanc cassé indique la présence d'impuretés de résidu minéral, et la poudre abrasive de couleur bronze contient un pourcentage appréciable de ces minéraux [40].

b) Carbure de silicium

Le carbure de silicium est un matériau abrasif synthétique très dur qui a plusieurs applications en industrie. Aucune forme naturelle de ce minéral n'a été trouvée.

Les deux types de carbure de silicium diffèrent par la couleur, la densité et la 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 n'y a pas de différence réelle dans leur efficacité de rodage dans les conditions normales de l'opération.

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 [40].

d) Diamant

Les abrasifs en diamant jouent un rôle toujours croissant dans la fabrication mécanique, et les 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 et les céramiques.

1) Diamant naturel

Les diamants naturels sont formés à une température très élevée. 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 et la dureté Knoop correspondante est supérieure à 8000 kg/mm².

La structure basique du diamant est le carbone élémentaire qui cristallise dans le système cristallin cubique. Le diamant naturel à une couleur claire brillante [40].

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. Actuellement beaucoup d'outils diamantés sont fabriqués exclusivement à partir 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 est constituée de variétés de diamant synthétiques ou de mélanges et sont 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 [40].

La figure 2.13 montre quelques formes de grains abrasifs en diamant synthétique [40].

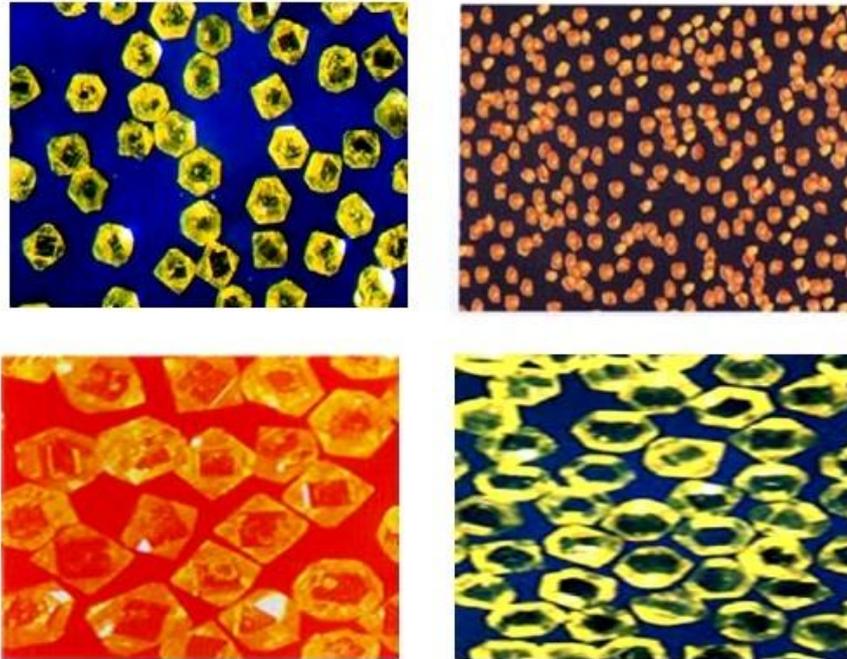


Figure 2.13 : Quelques types de grains abrasifs en diamant synthétique [40].

La figure 2.14 montre la micrographie des grains abrasifs d'alumine obtenue par microscope à balayage électronique.

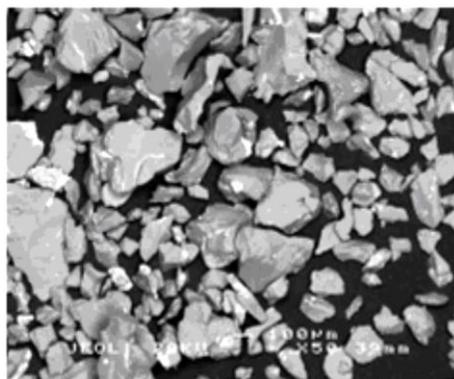


Figure 2.14 : Micrographie MEB des grains abrasifs d'alumine [40]

La figure 2.15 montre quelques formes de grains abrasifs en SiC de taille de grains différents [40]

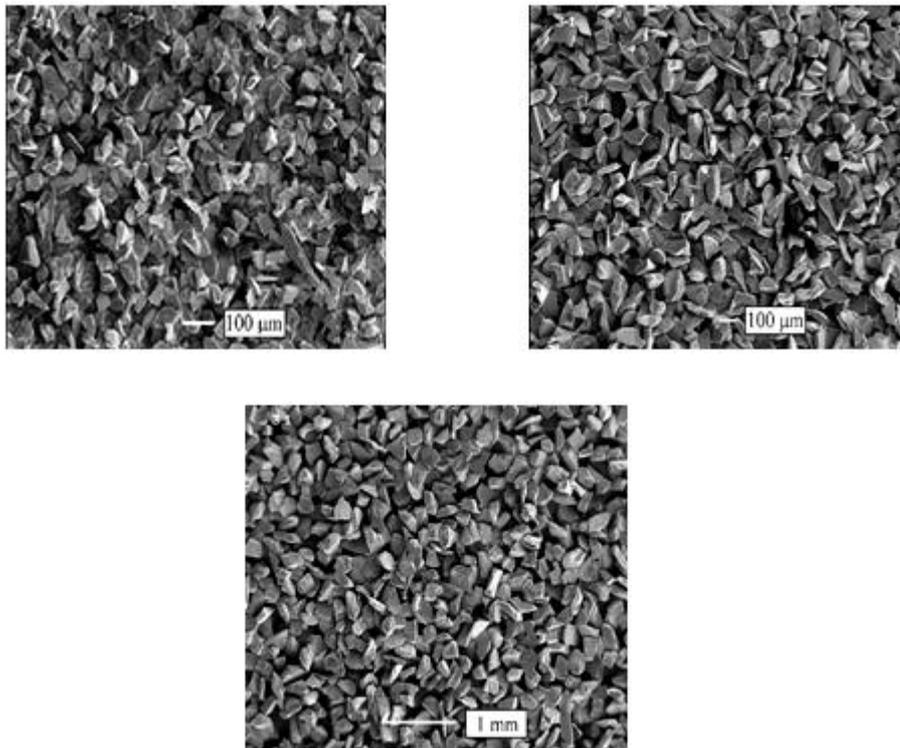


Figure 2.15 : Quelques formes des grains abrasifs en SiC de grosseurs différents [40]

La figure 2.16 montre la micrographie des grains en diamant micrométrique obtenue par microscope à balayage électronique.

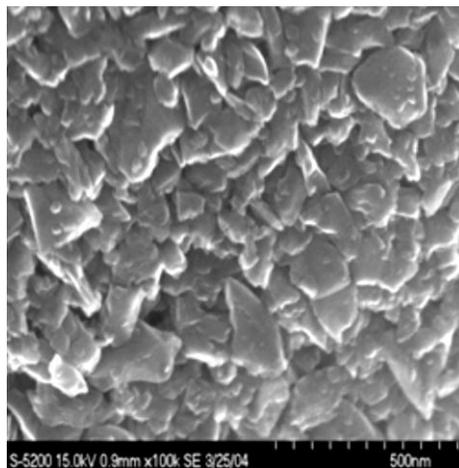


Figure 2.16 : Micrographie MEB des grains de diamant micrométriques [40].

2.5.3 Différentes applications d'abrasif

Les abrasifs sont classés en trois catégories principales, et que dans chacune de ces catégories on trouve divers types et dimensions.

01/ Les abrasifs agglomérés : les meules et les disques de meuleuse.

02/ Les abrasifs appliqués : les papiers abrasifs, les bandes abrasives, les rouleaux abrasifs et les disques abrasifs.

Les abrasifs appliqués sont constitués de grains d'oxyde d'aluminium, d'oxyde de Zirconium ou de carbure de Silicium collés par un liant (ou adhésif) sur un support qui peut être soit du papier, soit de la toile (toile de coton ou toile de polyester), soit de la fibre. Ils sont présents sous forme de bandes, disques, rouleaux ou feuilles, pour le ponçage et le polissage.

03/ Le troisième type concerne de l'utilisation des grains en suspension sur un support (toile, tissus, etc...), comme par exemple les polissoirs chargés en abrasifs.

2.5.4 Caractérisation des composants optiques

La caractérisation des matériaux dépend de l'état de surface donc de la méthode de préparation : le rodage et le polissage, et des défauts produits par cette dernière. Les procédés de finition classique restent de nos jours les plus fiables pour la réalisation de surface de très haute qualité, mais ils dépendent d'un nombre important de paramètres technologiques (les agents de rodage et de polissage), qui ont une influence sur l'état de surface (rugosité et écrouissage) et entraînent une dispersion des résultats.

En effet, le procédé de rodage permet donc de façonner les composants optiques avec des outils agglomérés ou des abrasifs en suspension. Il a pour but d'éliminer les défauts macro-géométriques de la surface meulée et d'assurer la planéité et prépare ainsi la surface à l'étape dite de polissage [3,16-17, 34]. Le principe de polissage est semblable au rodage, sauf que l'agent polissoir est plus doux et les grains abrasifs plus fins. Le polissage sert à éliminer les défauts micro-géométriques et produit une qualité de surface de haute précision.

2.5.4.1 Effet de la rugosité et du taux d'enlèvement dans les processus de finition

Le rodage est caractérisé par un 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 modéré et une bonne planéité avec une rugosité assez bonne.

De nombreux auteurs ont obtenus avec ce procédé des surfaces de bonne qualité sur les composants optiques avec un faible taux d'enlèvement de matière et une rugosité très réduite de l'ordre de quelques Armstrong ou nanomètres [19,41-45].

Marioge [1] conclut que le taux d'enlèvement de matière et la rugosité sont proportionnels à la grosseur des grains. En effet, le polissage par des grains abrasifs plus fins réduit la rugosité de la surface avec un faible taux d'enlèvement de matière.

Une rugosité inférieure à 1 nm et un écart de forme de l'ordre du nanomètre peuvent être atteints en polissage des surfaces plane et sphérique.

Bouزيد *et al.* [46] ont employé des outils abrasifs liés à base d'oxyde de cérium pour le polissage des verres optiques BK7. Ils ont étudié l'influence du temps de polissage sur la rugosité de la surface et le taux d'enlèvement de matière (Fig.2.17). Ces auteurs ont remarqué que la rugosité diminue rapidement pendant les 5 premières minutes, qu'elle atteint ensuite un minimum pour 10 minutes, avant d'augmenter à nouveau. Par contre le taux d'enlèvement de matière varie linéairement en fonction du temps de polissage.

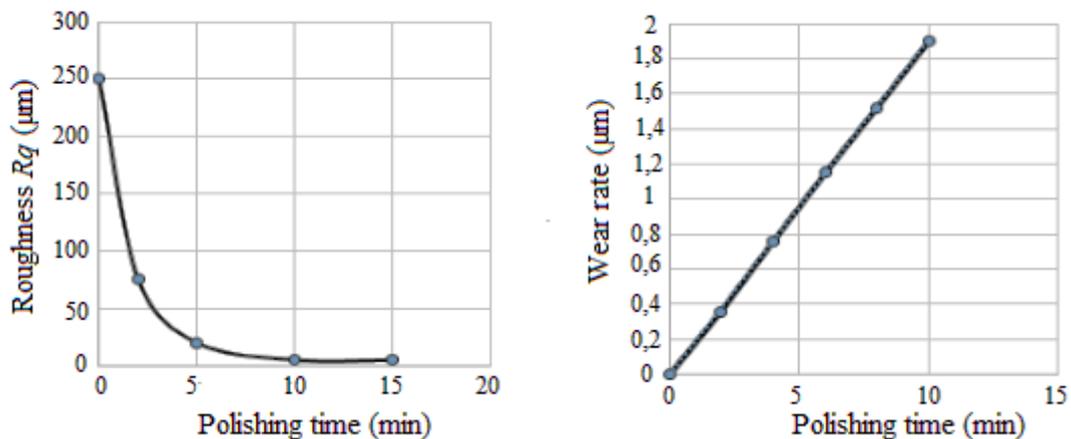


Figure 2.17 : Evolution de la rugosité et du taux d'enlèvement de matière en fonction du temps de polissage [46].

2.5.4.2 Défauts et les moyens de caractérisation

La surface d'un composant optique façonnée n'est jamais parfaite, elle présente toujours des défauts. Pour détecter ce dernier, il est évident de mettre une hétérogénéité de matière, une variation locale de propriété physique ou chimique préjudiciable au bon emploi de ceci.

Les défauts peuvent être classés en deux catégories liées à leur emplacement : les défauts de surface et les défauts internes [47].

a) Défauts de surface

Ces défauts sont accessibles à l'observation directe mais pas toujours visibles à l'œil nu, ils peuvent se classer en deux catégories distinctes :

- Défauts ponctuels
Elles correspondent aux défauts les plus nocifs sur le plan technologique, puisqu'il s'agit des piqûres, fissures et craquelures. Généralement elles sont aptes à provoquer la rupture de la pièce, en initiant par exemple des fissures de fatigue.
- Défauts d'aspect
C'est une variation de paramètres géométriques ou physiques (rugosité, surépaisseur, taches divers, etc.) qui est visible et rend le produit inutilisable.

b) Défauts internes

Ces défauts sont des hétérogénéités de natures, de formes et de dimensions extrêmement variées. Ils sont localisés dans le volume du corps à contrôler.

Nous distinguons quatre types de défauts (fig.2.18) :

01/ Défauts du 1^{er} ordre : les écarts de forme et de position.

Ils sont dus à des problèmes liés à la géométrie de la machine ou à la trajectoire de l'outil.

02/ Défauts du 2^{ème} ordre :

Les ondulations de la courbe (défauts périodiques) sont essentiellement engendrées par des vibrations.

03/ Défauts du 3^{ème} ordre :

Les sillons créent par l'outil (défauts périodiques).

04/ Défauts du 4^{ème} ordre :

Les arrachements et les fissures (défauts apériodiques).

La rugosité regroupe les défauts du 3^{ème} et 4^{ème} ordre. Ces défauts sont locaux ou microscopiques, par opposition aux défauts de forme dits globaux ou macroscopiques.

Les défauts d'ondulation en fonction de leur amplitude et de leur profondeur, peuvent être classés parmi les défauts de forme ou de rugosité.

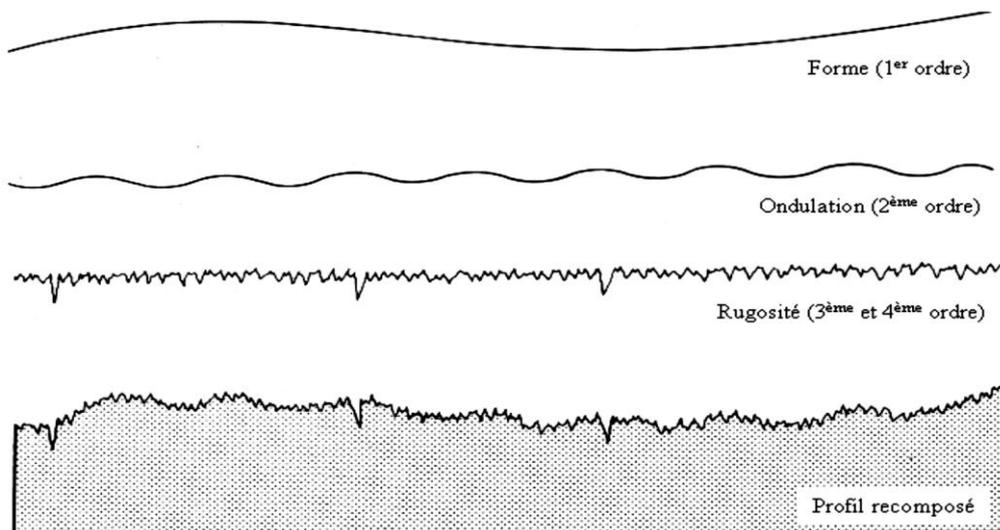


Figure 2.18 : décomposition d'un profil à partir des trois types de défauts. De haut en bas : défauts de forme, ondulation et rugosité [48].

2.5.4.3 Ordres de défauts de surface

Si nous examinons la géométrie d'une surface usinée, on observe des écarts ou des défauts géométriques par rapport au profil théorique. La norme ISO NF E05-515 distingue six ordres de défauts de surface, du plus grand au plus petit (fig.2.19) [49]:

01/ Ecart de forme (échelle macroscopique)

Les défauts de planéité, de rectitude, de circularité et de sphéricité sont généralement dues à un mauvais état ou à une mauvaise utilisation des machines (manque de rigidité de la machine et/ou de la pièce, mauvaise fixation, usure des outils, usure des machines et mauvais montages, etc ...).

02/ Ondulation (échelle macroscopique)

Ces défauts sont générés par le procédé d'usinage ou par la machine et/ou l'outil de coupe (vibrations basse fréquence). Ces défauts se manifestent sous forme d'ondulations où le pas est situé entre 0,5 et 2,5 mm.

03/ Stries et sillons

Ces défauts sont périodiques ou pseudopériodiques à échelle microscopique, ils correspondent à l'avance des outils de coupe et/ou aux vibrations haute fréquence de la machine et de l'outil.

04/ Défauts localisés (échelle microscopique)

Ce sont des défauts dus à l'hétérogénéité de la matière, à des accidents divers et à des défauts de coupe ; ils se manifestent par des arrachements, des fentes, des piqures et des marques divers non périodiques.

05/ Structure cristalline (échelle mésoscopique)

06/ Réseau cristallin (échelle nanoscopique)

La rugosité concerne les défauts d'ordre 3 et 4 [défaut d'une largeur inférieur à 0.5mm, périodiques (stries, sillons) ou localisés].

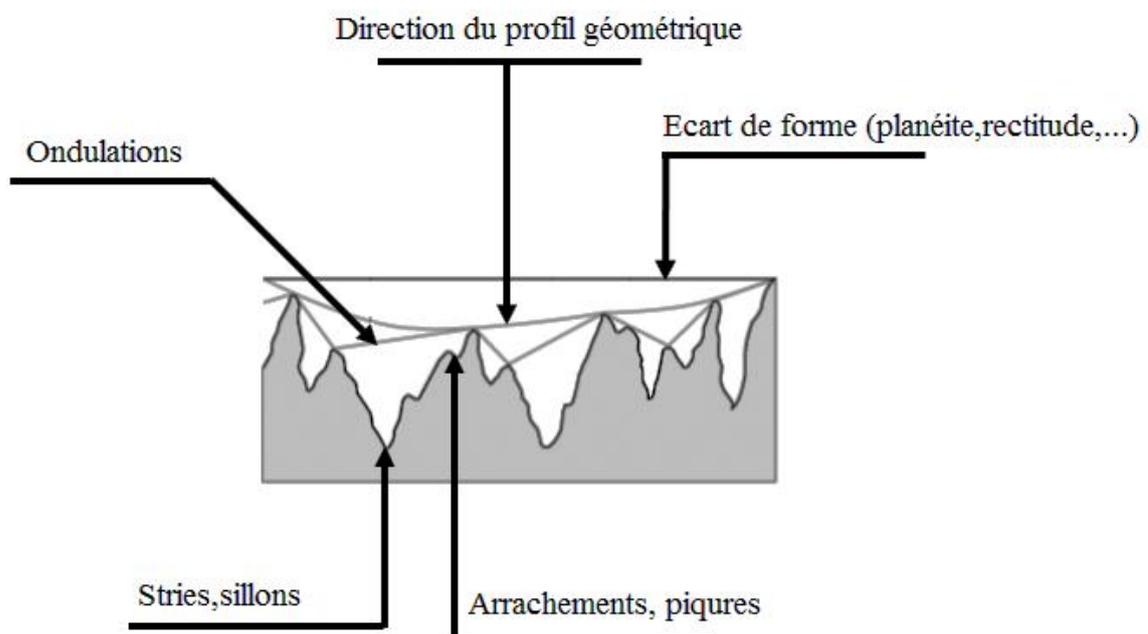


Figure 2.19: Quatre premiers ordres de défauts superficiels [49].

2.5.5 Moyens de caractérisations

2.5.5.1 Topographie de la surface

Pour caractériser les endommagements de la surface, on utilise l'approche tribologiques, où on caractérise le profil de la surface.

La forme ou la topographie d'une surface joue un rôle très important pour le fonctionnement de différents types des pièces. Elle dépend du processus utilisé pour le formage, soit le moulage, la coupe et l'abrasion. Comme le montre la figure 2.20, cela est souvent observé microscopiquement comme une série d'aspérités plutôt qu'une surface plate vue macroscopiquement [50].

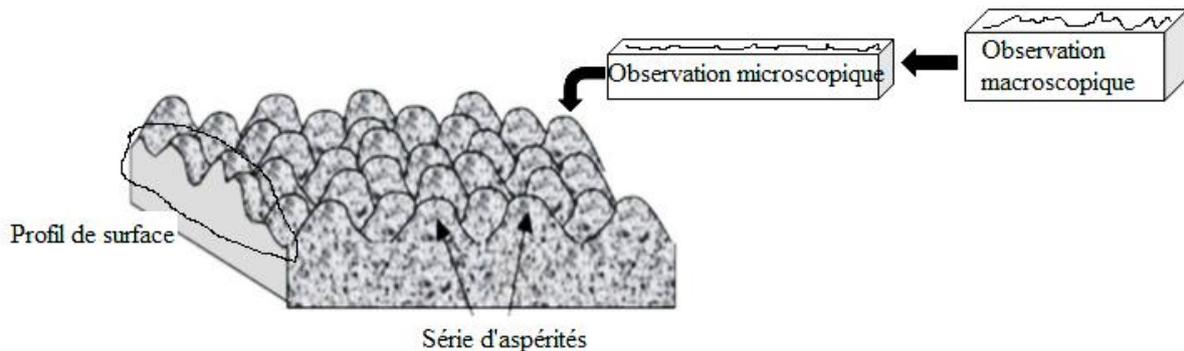


Figure 2.20 : Observation microscopique d'une surface relevant une surface irrégulière (surface polie) [50].

2.5.5.2 Mesure de forme et des états de surface

a) Mesures de forme

Elles sont réalisables sur des grandes surfaces et couvrent la plus grande zone possible. Ce sont des mesures globales qui permettent de connaître les défauts de forme de la surface mesurée par rapport à la surface de référence.

Il existe un nombre important de paramètres pour caractériser ces mesures.

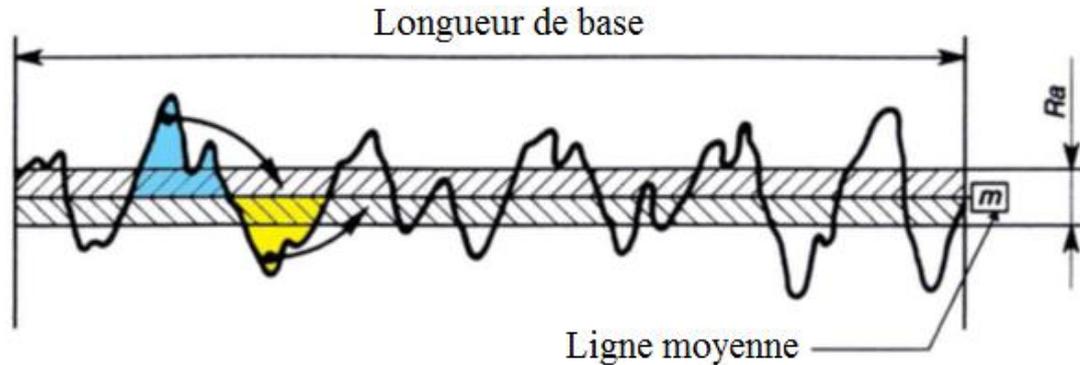
On cite :

L'écart de forme : dans le cadre des surfaces sphériques, le rayon réel du dioptré doit être compris dans un intervalle qui encadre le rayon théorique.

- **Rt** ou **PV** (pour Peak-to-Valley) : c'est l'écart entre le point le plus haut et le point le plus bas de la surface (ou de la longueur) mesurée par rapport à la surface (ou à la longueur) de référence.
- **Ra** : la moyenne arithmétique.

Pour visualiser Ra, on répartit d'une manière uniforme les aires supérieures et inférieures autour de la ligne moyenne m. La relation équivalente est :

$$\sum \text{aires des creux} = \sum \text{aires des saillies} = 1/2 R_a \quad (2.2)$$



Lors d'une mesure en deux dimensions ce paramètre est calculé de la manière suivante :

$$Ra = \frac{1}{L} \cdot \int_0^L |Z(x)| dx \quad (2.3)$$

C'est l'écart arithmétique moyen.

Lorsqu'on passe à des mesures en trois dimensions, l'équation (2.3) devient alors :

$$Ra = \frac{1}{S} \cdot \iint |Z(x,y)| dx dy \quad (2.4)$$

Rms ou **Rq** : c'est l'écart quadratique moyen. La notation Rq s'applique pour les mesures en deux dimensions. Dans le cas de mesures linéiques, il est évalué de la manière suivante :

$$Rq = \left[\frac{1}{L} \cdot \int_0^L Z^2(x) dx \right]^{1/2} \quad (2.5)$$

Pour une mesure surfacique, le Rms est calculé ainsi :

$$Rms = \left[\frac{1}{S} \cdot \iint Z^2(x,y) dx dy \right]^{1/2} \quad (2.6)$$

b) Mesures d'état de surface

Les mesures d'état de surface (rugosité) servent à appréhender les défauts locaux de la surface. Comme les mesures de forme peuvent être surfaciques ou linéiques; sont généralement réalisées sur des petites surfaces. Ce type d'analyse donne les mêmes résultats que les mesures de forme : une courbe ou une surface représentant les écarts normaux de la surface mesurée par rapport à la surface de référence.

Dans le cas des mesures d'état de surface, la surface de référence n'est plus la surface théorique simple, mais la surface théorique à laquelle les défauts de forme de la surface ont été ajoutés. En effet, les défauts de basse fréquence (défauts de forme) ne doivent pas intervenir dans ce genre de mesures.

Les défauts révélés par les mesures d'état de surface sont essentiellement dus au processus d'enlèvement de la matière : celui-ci dépend de la matière usinée, de l'outil employé et des conditions d'usinage.

Encore plus que pour les mesures de forme, il existe un grand nombre de paramètres pour caractériser la rugosité d'une surface. Cependant, seulement les trois principales sont décrites ici :

- Rt ou PV
- Ra
- Rms ou Rq

En effet, la mesure des états de surface consiste généralement à caractériser la micro-géométrie d'une surface soit au moyen des appareils de mesure sans contact (Microscope optique, Rugosimètre-optique, Diffraction des rayons X) ou par mesure avec contact tels que : Profilomètre optique ou mécanique et par le microscope à force atomique AFM.

En outre, un profil d'état de surface sera décomposé en écarts géométriques de 4 ordres (fig.2.21), auxquels correspondent différents profils [51]:

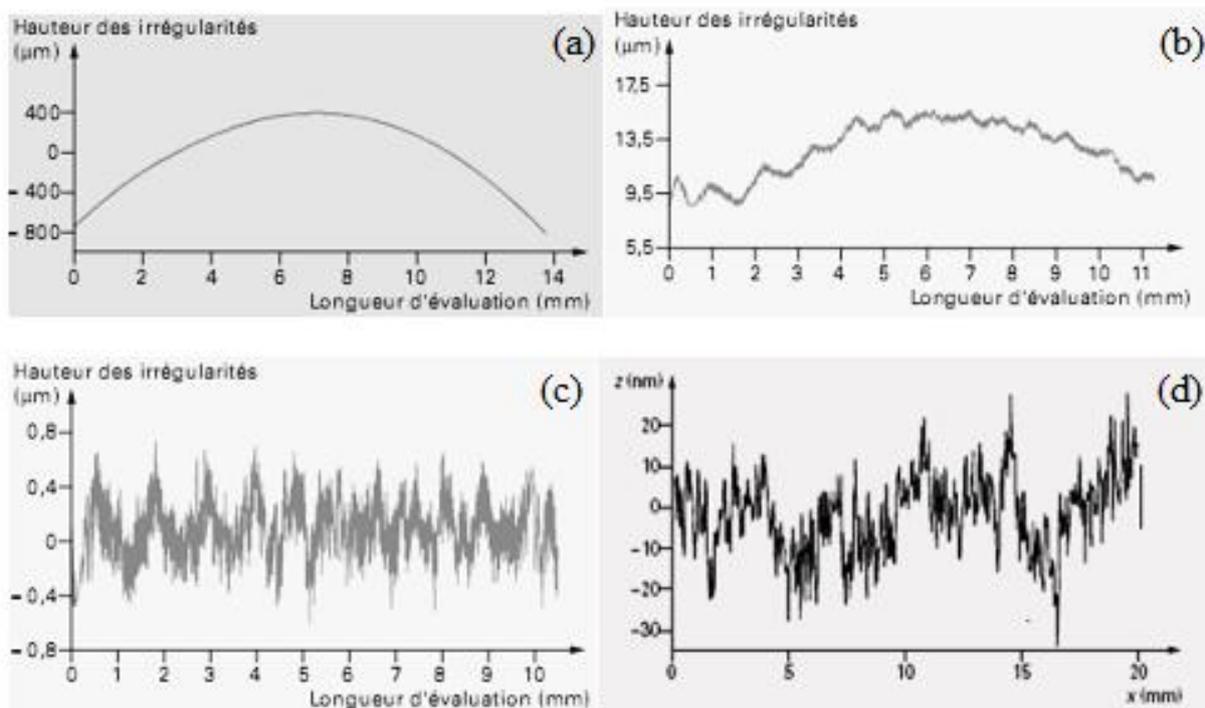


Figure 2.21: Ecarts géométriques d'un profil [51].

(a) : Ecart de forme (Ordre 1)

(b) : Ecart d'ondulation (Ordre 2)

(c) : Ecart de rugosité (Stries, sillons, arrachements : Ordre 3 et 4)

(d) : Profil de surface

2.5.5.3 Rugosité

La figure 2.22 montre la rugosité du verre Flint observée par le microscope à force atomique AFM.

La caractérisation géométrique de ce paramètre est délicate parce qu'il s'agit d'un paramètre statistique qui ne peut être défini par une seule mesure, et parce qu'il s'agit d'une variable dépendant de deux dimensions, en général analysée suivant une seule dimension [52].

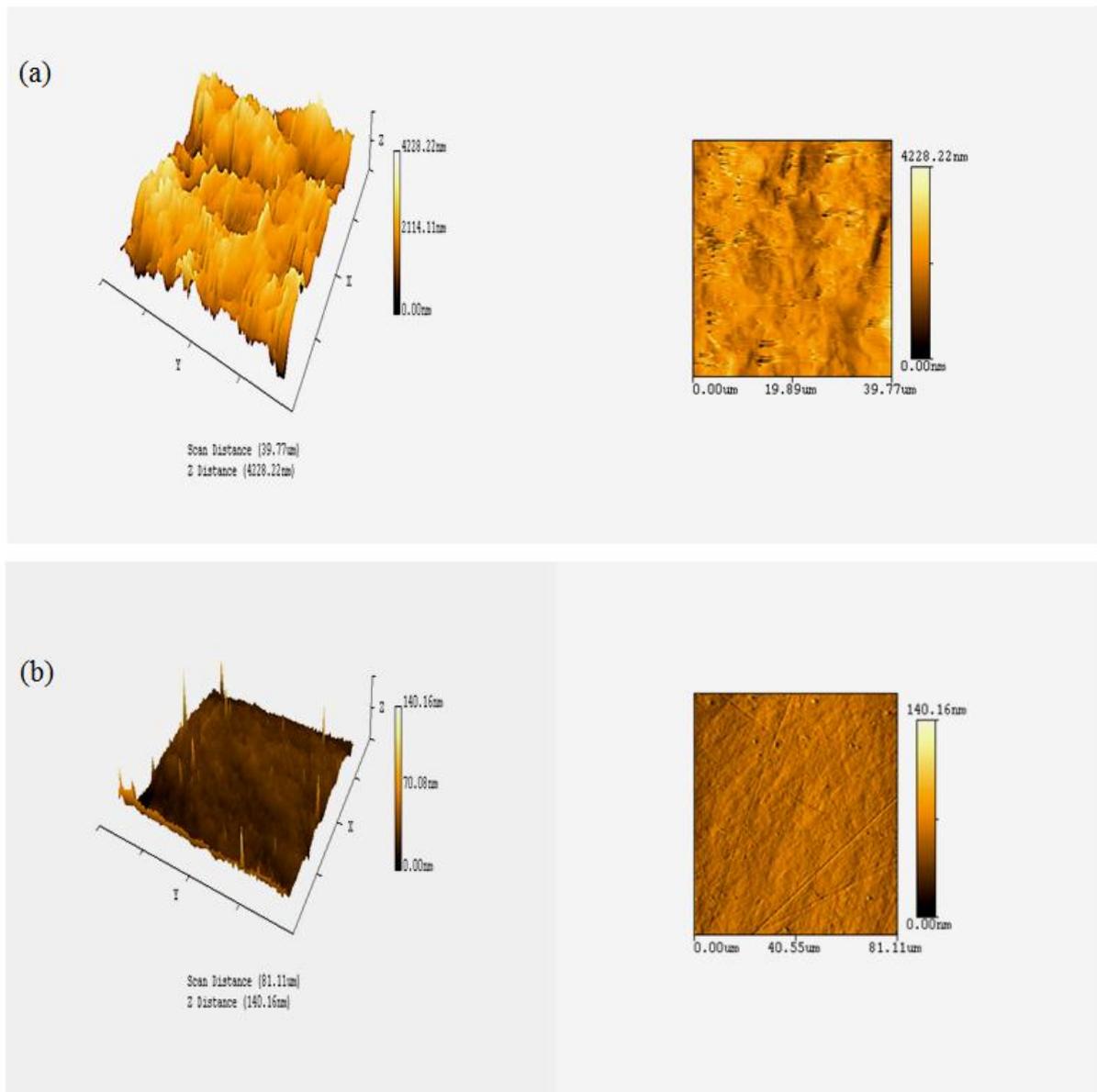


Figure 2.22 : Rugosité en 2D et 3D visualisée par le microscope à force atomique du verre Flint poli :

- (a) par des grains abrasifs libres
- (b) par des grains abrasifs liés (pastilles)

La rugosité comporte les défauts locaux et les défauts de type micro-mamelonnage.

01) Défauts locaux

Les principaux défauts locaux sont :

- Rayures et frayures : sillons continus ou discontinus dont la largeur et la profondeur peuvent être irrégulières, la frayure étant une petite rayure ;
- Filandres : défauts superficiels continus, linéaires, visibles sous certaines incidences seulement ;
- Piqûres: défauts ponctuels de surface ;
- Gris localisé:
Concentration de piqûres de faibles dimensions ne couvre qu'une seule partie de la surface. Le gris est dû à un polissage insuffisant qui laisse en surface les fonds des cavités et des craquelures plus profondes créées lors des opérations d'ébauchage ;
- Coups, marques et traces laissées par une mauvaise manipulation [53].

02) Défauts micro-mamelonnage

A l'échelle d'une amplitude de quelques Angströms, une surface optique se présente comme un réseau de petits défauts plus ou moins périodiques : c'est le micro-mamelonnage qui recouvre la totalité de la surface (fig.2.23).

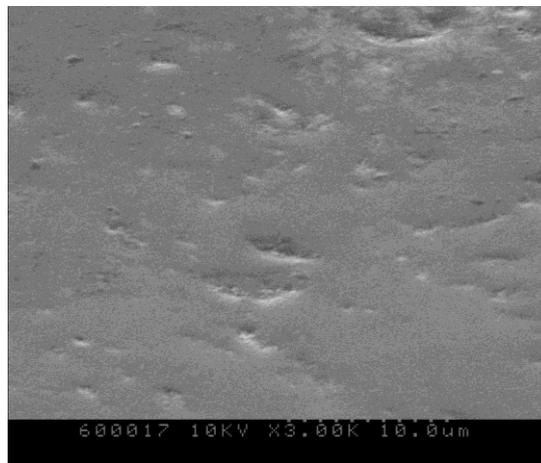


Figure 2.23: Micro-mamelonnage de plusieurs nm sur un miroir de 600 mm [39].

Pour diminuer la rugosité, on utilise des polissoirs de hautes performances et on augmente le temps de polissage jusqu'à un temps optimum.

Aliouane [39] a étudié l'influence du temps de polissage et du type de polissoir sur la rugosité de surface du verre BK7 lors du polissage par abrasifs libres en oxyde de cérium et l'état de surface s'améliore au fur et à mesure que les grains abrasifs diminuent. La rugosité quadratique R_q décroît d'une façon exponentielle en fonction du temps de polissage (Fig.2.24).

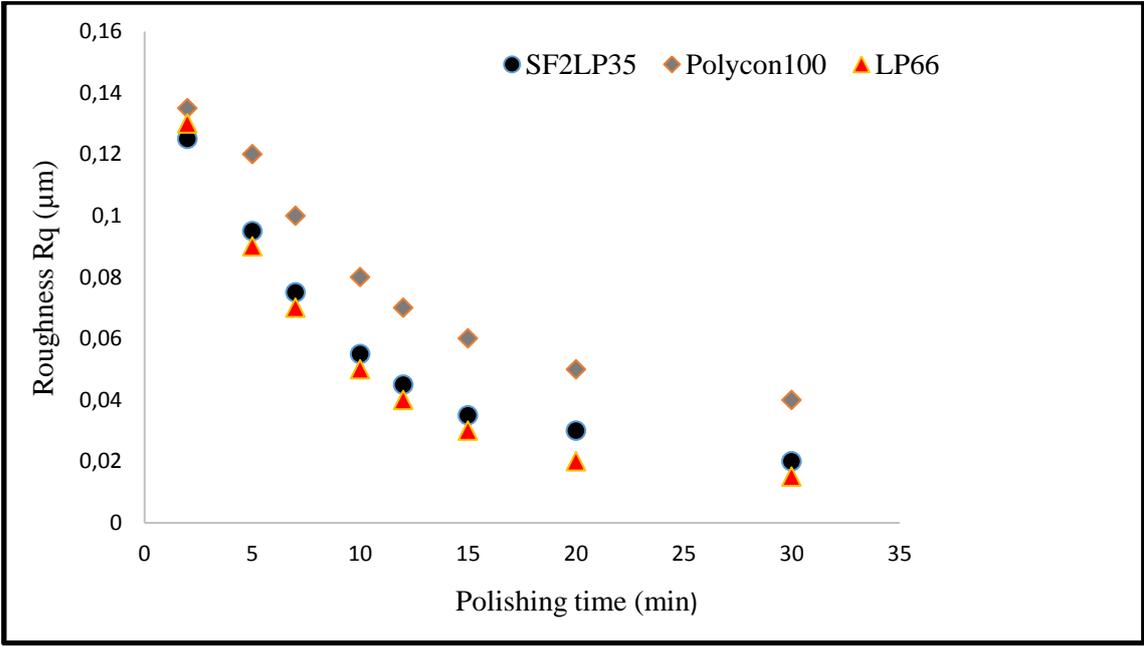


Figure.2.24 : Variation de la rugosité quadratique en fonction du temps de polissage [39].

2.6. Conclusion

Les procédés de finition classique restent de nos jours les plus fiables pour la réalisation de surface de très haute qualité, mais ils dépendent d'un nombre important de paramètres technologiques (les agents de rodage et de polissage, vitesse de rotation de la pièce et de rodoir, etc....) qui ont une influence sur l'état de surface (rugosité et écrouissage).

La caractérisation des composants optiques dépend de l'état de surface donc de la méthode de préparation (rodage et polissage) et des défauts produits par cette dernière.

En effet, l'opération du polissage par des grains abrasifs liés (pastilles), s'effectue identiquement comme le principe du rodage sauf qu'on emploie un polissoir plus doux et des grains abrasifs plus fins. Le polissage par abrasifs est utilisé pour éliminer les défauts micro géométriques, par contre le rodage élimine les défauts macro géométriques des verres optiques. Le polissage par pastille montre une grande efficacité et une qualité de surface (rugosité) meilleure par rapport au polissage par des grains abrasifs libres.

En conséquence, L'état de surface est caractérisée au moyen des appareils de mesure avec ou sans contact, l'une des appareils de mesure le plus précis est le Profilomètre optique.

2.7. Références bibliographiques

- [1] J.P. Marioge, "Surface optique : Méthodes de fabrication et de contrôle, recherches," EDP Sciences, France, pp.26-33, 2000.
- [2] T. Izumitani, "Optical Glass," American Institute of Physics New York, Chap. 4, p.91, 1986.
- [3] H.H. Karow, "Fabrication methods for precision optics," Methods for Wiley , New York, Chap.5, p.334, 1993.
- [4] H. H. Karow, "Fabrication methods for precision optics," Wiley inter-science ISBN0-471-70379-6 USA, 2004.
- [5] C.J. Evans, E. Paul, D. Dornfeld, D.A. Lucca, "Material removal mechanisms in lapping and polishing," CIRP Annals, Vol.52, N°2, pp.611–633, 2003.
- [6] M. Buijs , K. van Houten, "A model for lapping of glass," J. Mat. Sc, Vol.28, pp.3014–3020, 2003.
- [7] P. Hed, D.F. Edwards, J.B. Davis, "Subsurface damage in optical materials: origin, measurements and removal," In Collected papers from ASPE Spring Conference on subsurface damage in glass, Tucson, AZ, 1989.
- [8] T. Suratwala, P. Davis, L. Wong, P. Miller, M. Feit, J. Menapace, R. Steele, "Sub-surface mechanical damage distributions during grinding of fused silica," J. N-Crys. Sol, Vol.352, Issue 52-54, pp.5601–5617, 2006.
- [9] I. Iordanoff, A. Battentier, J. Néauport, J.L. Charles, "A discrete element model to investigate sub-surface damage due to surface polishing," Tribology International, Vol.41, pp.957–964, 2008.
- [10] J. Néauport, C. Ambard, P. Cormont, N. Darbois, J. Destribats, C. Luitot, "Subsurface damage measurement of ground fused silica parts by HF etching techniques," Ops.Exp, Vol.17, N°22, pp.20448–20456, 2009.
- [11] J. Wang, Y. Li, J. Han, Q. Xu, Y. Guo, "Evaluating subsurface damage in optical glasses," J. Eur. Opt. Soc., Vol. 6, pp.1–16, 2011.
- [12] D.S. Glancy, M.J. Damgaard, "A study in the dynamics and wear of rigid disc systems", 24th Annuals convention of the international metallographic Society in Monterey, California USA, p.3, 1991.
- [13] K. Phillips, G. M. Crimes, T. R. Wilshaw, "On the mechanism of material removal by free abrasive grinding of glass and fused silica," Wear, Vol. 41, pp.327–350, 1977.
- [14] S.D. Jacobs, S.R. Arrasmith, I.A. Kozhinova, L.L. Gregg, A.B. Shorey, H.J. Romanofsky, D. Golini, W.I. Kordonski, P. Dumas, S. Hogan, "MRF: Computer-Controlled Optics Manufacturing," Am. Cer. Soc. Bull., pp.42-48, 1999.
- [15] W. I. Rupp, "Loose abrasive grinding of optical surface," Appl. Opt, Vol.11, N°12, pp. 2797-810, 1972. .
- [16] G.F.Vander Voort, "Metallography Principles and Practice," Mc Graw Hill Inc., p.100, 1982.
- [17] A. A. Tesar, B. A. Fuchs, "Removal rates of fused silica with cerium oxide and pitch polishing," Advanced Optical Manufacturing and Testing II, V.J.Doherty, Ed. Proc.Soc.Photo-Optics. Instr.Eng, Vol. 1531, pp.80-90, 1991.

- [18] D. Golini, J.C.Lamropoulos, P.D.Funenbush, "Surface micro roughness of optical glasses under deterministic micro grinding," *App.Optics*, Vol.35, N°22, pp.4448–4462, 1996.
- [19] H. H. Pollicov, "Computer aided optics manufacturing," *Opt. Ph.N*, Vol. 6, pp.15–190, 1994.
- [20] J. Lienes, "Optic SM update in Current Developments in Optical Design and Optical Engineering II," *J.Opt.Soc*, Vol. 1, pp.1917-1983, 1996.
- [21] J.C. Lambropoulos, S.Xu, T. Fang, "Loose abrasive lapping hardness of Optical glasses and its interpretation," *Applied.Optics*, Vol.36, N°7, pp.1501-15, 1997.
- [22] S.Khan, "Characterization of surface roughness and shape deviations of aspheric surfaces," Doctorate Thesis, Institute of Optics Information and Photonic, University of Erlangen-Nürnberg, Indian, pp.30-31, 2008.
- [23] D. Bouzid, "Contribution à l'élaboration et à la caractérisation des outils à abrasifs agglomérés utilisés pour le polissage du verre optique," Thèse de doctorat, I.O.M.P, Sétif, Algérie, 2001.
- [24] J. W. S Rayleigh, "Scientific papers" University Press, Cambridge, Vol. 4, pp. 540-542, 1903.
- [25] G. E.Wiese, R. E.Wagner, "Physical model for predicting grinding rates," *Appl. Opt.*, Vol.13, p.2719, 1974.
- [26] F.W. Preston, "The Structure of abraded glass surfaces," *Trans. Opt. Soc.*, Vol.22, p.141, 1921.
- [27] H.C.Meng, K.C.Ludema, "Wear models and predictive equation: their form and their content," *Wear*, Vol. 181-183, N°2, pp.443-457, 1995.
- [28] M.T. Siniawski, "A universal wear law for abrasion," *Wear*, Vol. 262, pp.883-888, 2007.
- [29] Y. Thore, "Etude théorique et expérimentale du frottement et de l'usure par abrasion des matrices en forgeage à chaud des aciers," Influence d'une nitruration. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1984.
- [30] J.M. Georges, "Frottement, usure et lubrification," Paris : Eyrolles et CNRS Édition, Sciences et techniques de l'ingénieur, p.424, 2000.
- [31] A. Misra, I. Finnie: Some observations on two-body abrasive wear. *Wear*, Vol.68, Issue 1, pp41-56, 1981.
- [32] T. A. Rodil, "Edge effect on abrasive wear mechanisms and wear resistance in WC-6 wt% Co hard metals," Doctorate thesis, Karlstad Universit, pp.9-12, 2006.
- [33] W.,Wu.,Dai, S.,Li, "Subsurface damage distribution in the lapping process," *Applied Optics*, Vol.47, No. 10, 2008.
- [34] E. Brinksmeier, O. Riemer, A. Gessenharter, " Finishing of Structured Surfaces by Abrasive Polishing," Laboratory for Precision Machining LFM, University of Bremen, Badgasteiner Straße 2, D-28359 Bremen, Germany, Elsevier Inc, 2006.
- [35] P. P.Hed, D.F. Edwards, "Optical glass fabrication technology. 2 : relationship between surface roughness and subsurface damage," *Applied Optics*, Vol.26, Issue 21, p. 4677, 1987.

- [36] F. K. Aleinikov, "The Effect of certain physical and mechanical properties on the grinding of brittle materials," *Sov. Phys. Tech. Phys.*, Vol. 27, p.2529, 1957.
- [37] Y.P. Chang, M. Hashimura, D. A. Dornfeld, "An investigation of material removal mechanisms in lapping with grain size transition," *J. Man. Sci. Eng.*, Vol.122, N°8, pp. 413-419, 2000.
- [38] R.I.Trezona, D. N. Allsopp, I. M. Hutchings, "Transition between two-body and three-body abrasive wear: influence of test conditions in the micro scale abrasive wear test," *Wear*, Vol. 225–229 part.1, pp. 205-214, 1999.
- [39] T. Aliouane, "Étude du comportement des polissoirs en polyuréthane durant le polissage du verre optique," Thèse de doctorat, DOMP, UFAS, 2006.
- [40] N. Belkhir, "Contribution à l'Amélioration des Propriétés Optiques et Mécaniques des Surfaces Doucies et Polies," Thèse de doctorat, DOMP, UFAS, 2008.
- [41] H. H. Pollicove, D. T. Moore, "Optics manufacturing technology moves toward automation," *Laser Focus World* 27, pp.145– 149, 1991.
- [42] D. Golini, W. Czajkowski, "Micro grinding makes ultra-smooth optics fast," *Laser Focus World* 28, pp. 146–152, 1992.
- [43] D. Golini, "Influence of process parameters in deterministic micro-grinding," *OSA*, Vol. 13, pp. 28–31, 1994.
- [44] R.L.Aghan, L.E. Samuels, "Mechanisms of abrasive polishing," *Wear*, Vol.16, N°4, pp.293-301, 1970.
- [45] Y.Xie , B.Bushan, "Effects of particle size, polishing pad and contact pressure in free abrasive polishing," *Wear*, Vol.200, N°1-2, pp. 281–295, 1996.
- [46] D. Bouzid, U. Jungstang, V. Herold, "Investigation of cerium oxide pellets for optical glass polishing," *Glass Technol.*, Vol.42, N°.2 pp.60-62, 2001.
- [47] D. Whitehouse, " Surfaces and Their Measurement," Taylor Hobson Ltd, ISBN 1 9039 9601 5, London, British, 2002.
- [48] H. Dagnall M. A., "Exploring surface Texture," Rank Taylor Hobson Ltd, Leicester, England, ((800) 872-7265), 1986.
- [49] A. Cornet ; J.P. Deville, "Physique et Ingénierie des Surfaces," EDP Sciences, ISBN : 2-86883-352-7, les Ulis Cedex, France, p.45.108.129.144, 1998.
- [50] V. V. G.Sayeed Khan, "Characterization of Surface Roughness and Shape Deviations of Aspheric Surfaces," Doctorate Thesis, Institut of Optic, Information and Photonic, University of Erlangen-Nürnberg, Indien, p.30-31, 2008.
- [51] P. Bouchareine, "Metrologie des surfaces," *Technique de l'ingénieur, traité, mesure et contrôle*, R1390, pp.11-14, 2000.
- [52] J. P. Marioge, "Surfaces optiques : méthodes de fabrication et de contrôle, recherche," Edition EDP Sciences, France, 2000.
- [53] J.P. Marioge, "Surfaces optiques : modélisation des défauts et contrôle," *Technique de l'ingénieur*, E 4 050V2, pp. 1.2.3.13, 2005.

CHAPITRE III

Technique d'indentation

3.1. Introduction

En 1880, l'indentation fit son apparition. Elle conduit à l'essor des techniques de caractérisation mécanique des surfaces, où de nombreux conférences et numéros spéciaux de revue sont consacrés à ce sujet [1]. Aujourd'hui, l'indentation instrumentée devient un outil de base qui est amplement répandu du fait de sa simplicité de mise en œuvre et de son coût relativement faible. Elle permet aussi d'analyser et de caractériser les propriétés mécaniques des surfaces de divers matériaux telles que : la dureté H , le module d'Young E et/ou encore la résistance à la fissuration.

Particulièrement, la technique d'indentation est utilisée pour estimer la ténacité, K_{Ic} , par différentes méthodes basées sur la mesure de la longueur des fissures en fonction des contraintes appliquées sur le matériau, mais avec des incertitudes qui atteignent 50% [2]. Elle peut être appliquée à l'étude du comportement et des systèmes de fissurations sur les matériaux fragiles et métalliques durant l'indentation cyclique [3,4]. Palmqvist [5] a, dans son étude sur le carbure de tungstène, tenté une corrélation empirique entre l'énergie nécessaire à créer les fissures et la ténacité. Lawn *et al.* [6,7] mettent en évidence une corrélation entre la taille des fissures formées par indentation et la ténacité mesurée par les techniques classiques de la mécanique. Evans *et al.* [8] montrent l'influence des contraintes résiduelles qui peuvent être estimées par l'essai d'indentation [9,10]. Les essais d'indentations instrumentés mettent en évidence des instabilités, appelés pop-in sur les courbes de chargement, instabilités qui correspondent à la formation des fissures et qui peuvent être reliés à la ténacité du matériau [11-19].

3.2. Test d'indentation

3.2.1 Principe

Le principe consiste à enfoncer sous l'action d'une charge donnée un pénétrateur (indenteur) plus dur que le matériau à tester. La dureté est alors définie comme la résistance mécanique qu'oppose le matériau à la pénétration de cet indenteur. Le nombre de dureté que l'on déduit de l'essai est obtenu par le rapport de la charge d'indentation appliquée P à une aire représentative A de l'empreinte obtenue après le retrait de l'indenteur.

La dureté est définie par la relation suivante :

$$H = P/A \quad (3.1)$$

Où

H : La dureté exprimée en MPa

P : La charge exprimée en Newton (N)

A : L'aire de l'empreinte exprimée en mm²

Pour mesurer la dureté, il existe deux techniques expérimentales qui se distinguent par la manière dont est déterminée l'aire de l'empreinte, soit par l'indentation conventionnelle (analyse de l'empreinte après le retrait de l'indenteur), soit par l'indentation instrumentée (à partir de l'analyse de la courbe charge-pénétration après le test d'indentation).

3.2.2 Indentation conventionnelle

La surface de l'empreinte est mesurée quand l'indenteur (poinçon) est éloigné du matériau. A partir de la connaissance géométrique de l'indenteur, la mesure d'une dimension dans le plan de la surface du matériau (diagonale ou diamètre selon la forme de l'indenteur) est généralement suffisante pour accéder à la surface, qu'elle soit de contact ou projetée

Nous allons donner le principe de dureté conventionnelle les plus reconnus, où la plupart du temps sont utilisées dans les laboratoires industriels.

3.2.2.1 Dureté Brinell

L'essai de Brinell a été découvert en 1901[20], cette échelle permet de mesurer la dureté des matériaux, par la compression d'une bille en acier sur le matériau que l'on désire tester.

L'essai Brinell est rapide et facile à mettre en œuvre, Le principe consiste à appliquer sur la surface du matériau une bille en matériau dur d'un certain diamètre avec une charge donnée. Après le retrait de l'indenteur, on mesure la taille de l'empreinte qui est équivalente à une calotte sphérique. La dureté Brinell est notée par les deux lettres HB ou BH, le sigle complet est BHN pour Brinell Hardness Number [21,22].

L'expression simplifiée de la dureté Brinell est définie par :

$$HB = \frac{2F}{g \cdot \pi \cdot D \cdot (D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad (3.2)$$

Avec

F : Charge appliquée exprimée en N

D : Diamètre de la bille en mm

d : Diamètre de l'empreinte résiduelle exprimée également en mm

g : Accélération terrestre exprimée en m·s⁻², elle est de l'ordre de 9,80665

La figure 3.1 montre le principe de la dureté Brinell.

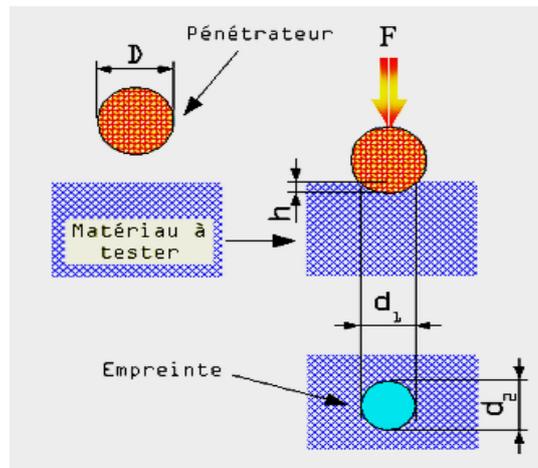


Figure 3.1 : Schéma du principe de la dureté Brinell

3.2.2.2 Dureté Vickers

La figure 3.2 présente le principe de l'essai de dureté Vickers. Il est identique à celui de l'essai Brinell. Seulement l'essai Vickers se fait avec une pointe pyramidale normalisée en diamant de base carrée et d'angle au sommet entre faces égal à 136° . L'empreinte a la forme d'un carré. Après l'indentation, on mesure la moyenne des diagonales d_1 et d_2 de l'empreinte en microscopie optique [23].

L'avantage d'un pénétrateur pyramidal réside durant la variation de la charge par l'obtention des empreintes géométriquement semblables entre elles, donc des valeurs identiques pour la dureté. Comme inconvénient, l'essai est long à mettre en œuvre : polissage miroir d'une face (les rayures résiduelles ne doivent pas gêner la mesure des dimensions), temps de lecture (mesure des dimensions à la loupe graduée et vis micrométrique).

L'expression de la dureté VICKERS HV est définie par [24]:

$$HV = \frac{2F \cdot \sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right)}{g \cdot d^2} \quad (3.3)$$

Par simplification, la relation (3.3) devient alors :

$$HV = 0,189 \cdot \frac{F}{d^2} \quad (3.4)$$

Où :

HV : Dureté Vickers

F : Force appliquée exprimée en N

d : La moyenne des diagonales de l'empreinte exprimée en mm

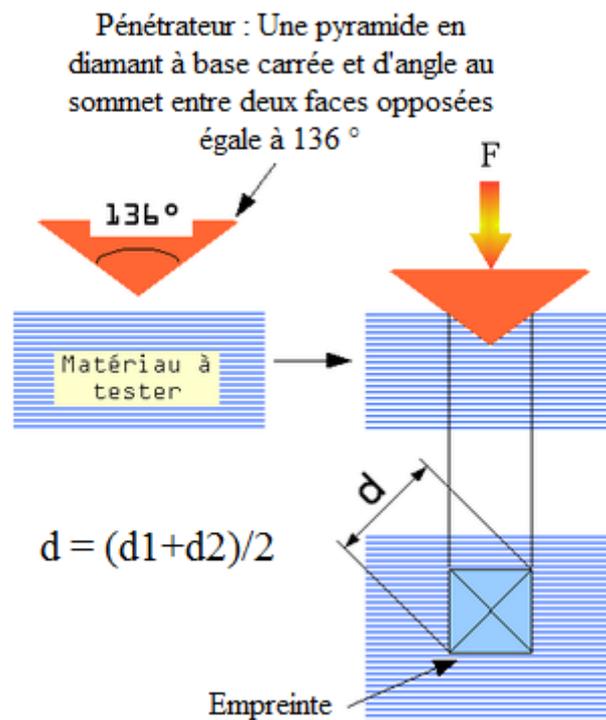


Figure 3.2 : Schéma du principe de la dureté Vickers [24]

3.2.2.3 Dureté Rockwell

L'essai de dureté **Rockwell** consiste à imprimer en deux temps dans la couche superficielle de la pièce à essayer, un pénétrateur qui peut être **un cône ou une bille** et mesurer l'accroissement rémanent de la profondeur de pénétration. Cet essai permet une lecture directe mais ne convient pas aux pièces moulées ou à gros grains. Il existe plusieurs **essais de dureté Rockwell**, les principaux étant les essais **Rockwell HRC** et les **essais Rockwell HRB**.

d) Dureté Rockwell HRC

La figure 3.3 montre le principe de dureté Rockwell. Il consiste à mesurer la profondeur de pénétration. Le pénétrateur a une forme conique diamanté de 120° et arrondi de 0,2 mm, La charge appliquée est de 1370N [25].

Plus précisément l'essai de dureté Rockwell HRC se réalise comme suit :

- On effectue un pré-chargement avec une force F_0 ;
- On applique une force supplémentaire F_1 puis on la relâche ;
- On regarde la profondeur que l'on a gagnée.

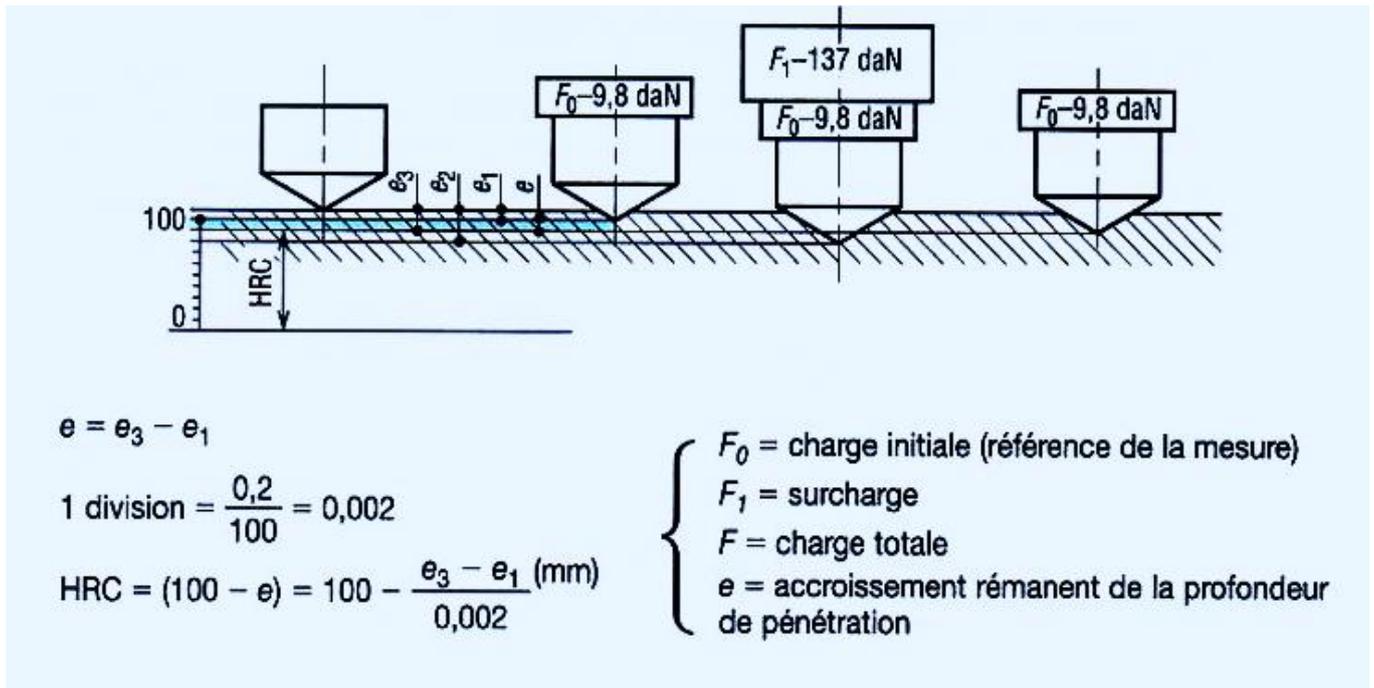


Figure 3.3 : Schéma du principe de la dureté Rockwell HRC [25].

b) Dureté Rockwell HRB

La figure 3.4 montre le principe d'un essai de dureté Rockwell HRB. Il consiste à mesurer une profondeur de pénétration, le pénétrateur étant une bille en acier trempé de 1,5875 mm de diamètre. La charge appliquée est de 883 N. Seulement cette dureté HRB est égale à : (130 - e) mm.

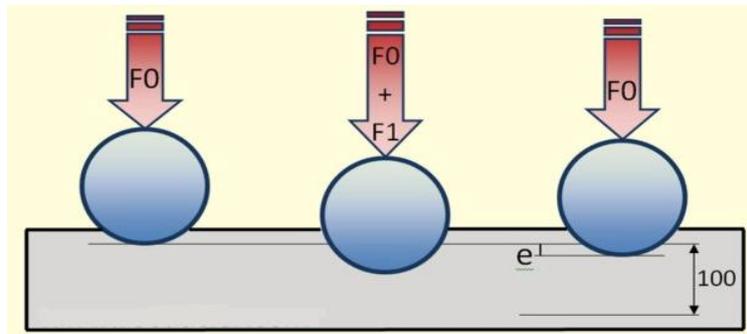


Figure 3.4 : Schéma du principe de la dureté Rockwell HRB [25]

3.2.2.4 Dureté Knoop

La figure 3.5 montre le principe de dureté Knoop. Le pénétrateur est en diamant de forme géométrique pyramidal à base losange. L'angle au sommet dans le sens de la grande diagonale est de 172°.30' et l'angle transversal est de 130°.

L'avantage du pénétrateur Knoop permet de donner une empreinte suffisamment grande pour une très faible charge, en sollicitant donc un volume très réduit de matière [26]. La dureté Knoop HK s'exprime par le rapport de la charge appliquée F à la surface projetée A de l'empreinte :

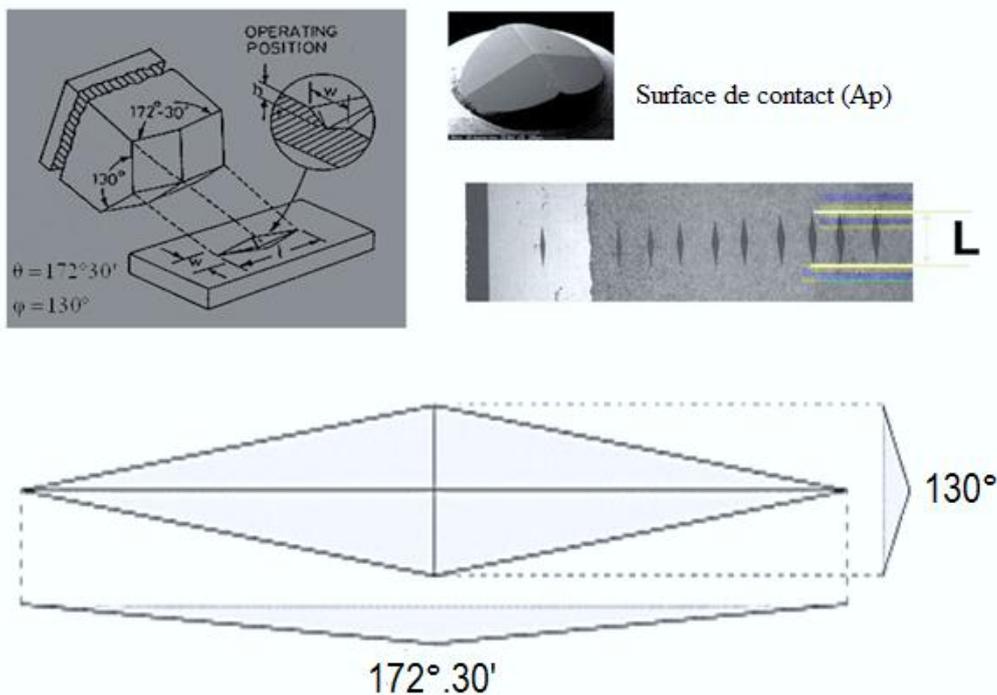


Figure 3.5 : Schéma du principe de la dureté Knoop HK [26].

Si on mesure la longueur et la largeur de l'empreinte à l'aide d'un microscope, la dureté Knoop HK est donnée par la formule suivante :

$$HK = \frac{F}{A_p} \tag{3.5}$$

$$HK = \frac{F}{L^2 \cdot \text{tg}\left(\frac{\phi}{2}\right) / 2 \cdot \text{tg}\left(\frac{\theta}{2}\right)} \tag{3.6}$$

La relation (3.6) devient donc :

$$HK = \frac{14,229 F}{L^2} \tag{3.7}$$

Avec :

F : la charge exprimée en kgf

L² : l'aire de l'empreinte exprimée en mm².

3.2.2.5 Dureté Berkovich

La dureté Berkovich est utilisée couramment dans les essais de nano-indentation, où la profondeur de l'empreinte peut se limiter à quelques dizaines de nanomètres.

Le principe consiste à pénétrer dans le matériau à tester un pénétrateur en diamant de forme géométrique pyramidal à base triangulaire.

Les angles qui caractérisent la géométrie de l'indenteur Berkovich sont :

- Angle entre la hauteur de la pyramide et une de ses faces, cet angle est égal à 65.27°, soit environ 65.3°.

- Angle entre la hauteur et une arête de la pyramide, cet angle est égal à 76.9°.

La figure 3.6 montre la dureté Berkovich avec ses angles caractéristiques et les différentes empreintes obtenues après l'essai de nano-indentation.

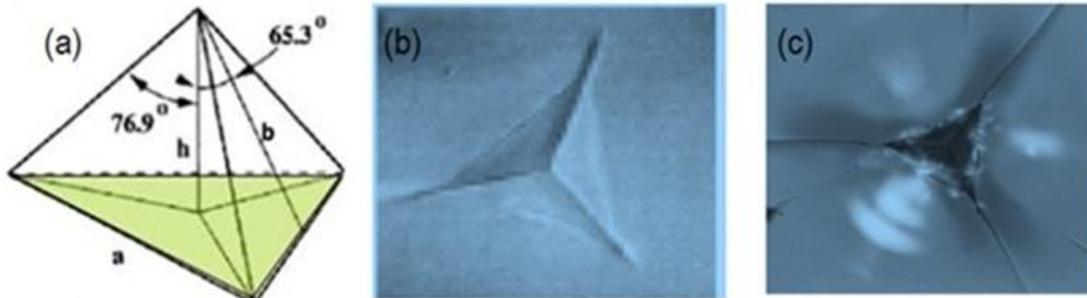


Figure 3.6 : Schéma représentatif la géométrie de l'indenteur Berkovich avec ses angles caractéristiques et des empreintes pyramidales à base triangulaire [27].

Le nombre de dureté Berkovitch HBch s'obtient par le rapport de la charge à la profondeur d'empreinte par la relation [25] :

$$HBch = \frac{P}{(4,95 d)^2} \tag{3.8}$$

3.2.2.6 Synthèse

Le tableau 3.1 regroupe les définitions et le nombre de dureté des principaux essais de dureté par pénétration.

Type d'indenteur	Vickers	Brinell	Knoop	Berkovitch	Rockwell C
Matériau	Diamant	Tungstène	Diamant	Diamant	Diamant
Géométrie de l'indenteur	Pyramide à base carrée d'angle entre faces de 136°	Bille de diamètre D	Pyramide à base losange d'angle 172,30 et 130	Pyramide à base triangulaire d'angle entre faces 65,3°	Cône d'angle 120°
Paramètre géométrique mesuré	d : diagonale de l'empreinte	d : diagonale de l'empreinte	L : longueur de la plus grande diagonale de l'empreinte	d : profondeur de l'empreinte	e : déplacement du cône lors de l'indentation
Nombre de dureté	$HV = \frac{1854,5 \cdot P}{d^2}$	$HB = \frac{2P}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})}$	$HK = \frac{14,228 \cdot P}{L^2}$	$H = \frac{P}{(4,95 \cdot d)^2}$	$HRC = 100 - e$
Unités	P en gf, d en µm HV en Kgf/mm²	P en Kgf, d et D en mm, HB en Kgf/mm²	L en mm, P en Kgf, HK en Kgf/mm²	P en mN, d en nm, H en GPa.	e = 0,002mm
Echelle de charge	Microdureté macrodureté	Macrodureté	Microdureté macrodureté	Nanodureté	Macrodureté

Tableau 3.1 : Principe et nombres de dureté des principaux essais de dureté par pénétration [28].

3.3. Indentation instrumentée

3.3.1 Définition

L'indentation instrumentée est une technique utilisée pour déterminer la dureté et le module d'élasticité des matériaux en fonction de certains paramètres comme la charge, la température et le temps. Elle est employée pour étudier le comportement mécanique de différents matériaux tels que : les verres céramiques et les verres, (céramiques ou métalliques) et les composés intermétalliques [29].

En plus, dans cette technique, de nombreux travaux ont été publiés sur l'étude du comportement de rupture dans la céramique [30,31], du comportement mécanique des couches minces [32-34] , des os [35], les efforts résiduels [36] et le comportement dans les polymères [37-40].

3.3.2 Technique et analyse

La technique d'indentation instrumentée permet de construire la courbe charge-pénétration de l'essai d'indentation. La phase de charge correspond la pénétration de l'indenteur et la phase de décharge correspond au retrait de l'indenteur (Fig.3.7). D'après cette figure, la courbe d'indentation permet d'obtenir des informations sur les propriétés élastiques et plastiques de matériaux [41]. Lors de la décharge, deux phénomènes peuvent être observés. Au début, tout le solide subit un retour élastique. En fonction des propriétés élasto-plastiques des matériaux, il est possible qu'une partie du solide indenté plastifie une nouvelle fois en décharge. Toutefois, la courbe de décharge donne surtout des informations sur l'élasticité du matériau [42].

3.3.3 Phases durant l'essai d'indentation

La figure 3.7 illustre un essai d'indentation Vickers qui, se décompose en trois phases :

- **Première phase (Chargement) :**
Une fois le contact établi, la charge augmente progressivement, l'indenteur s'enfonce jusqu'à atteindre un seuil correspondant à un effort maximum ou un déplacement maximum.
- **Deuxième phase (Maintien) :**
La charge maximale est maintenue pendant la durée voulue.
- **Troisième phase (Déchargement) :**
La charge est progressivement diminuée jusqu'à l'annulation de celle-ci, c'est-à-dire la fin du contact entre l'indenteur et l'échantillon. Suivant le type d'essai, le chargement et le déchargement peuvent être contrôlés en effort ou en déplacement, de même que le seuil imposé en fin de chargement et lors du maintien peut être un effort ou un déplacement [43].

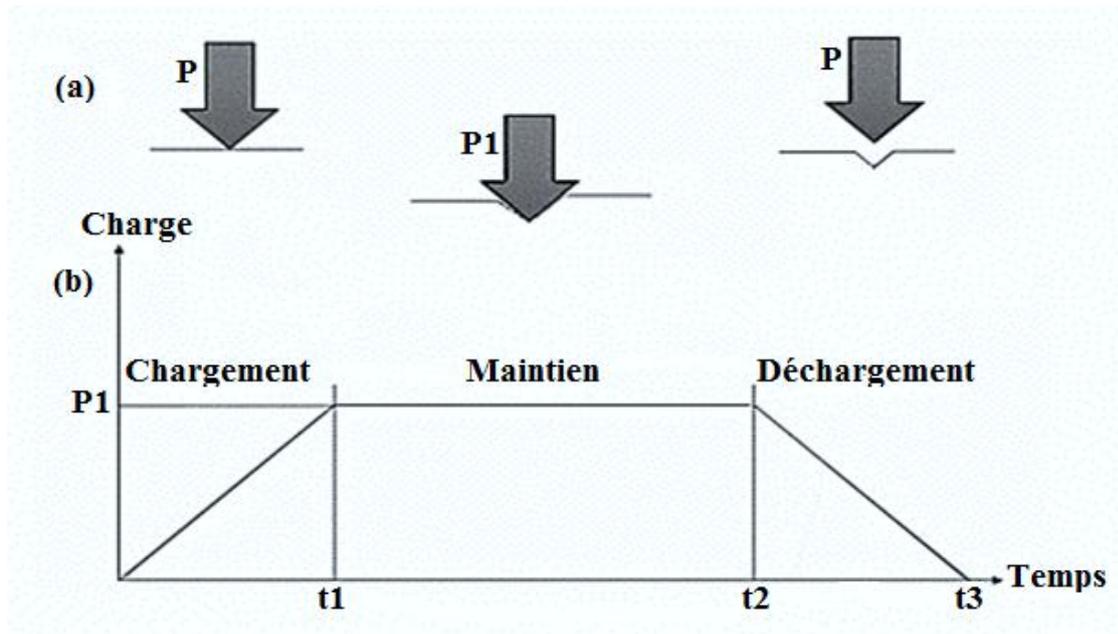


Figure 3.7 : Description d'un essai d'indentation à une vitesse de chargement et déchargement constante.

- (a) Mouvement de l'indenteur et interaction avec la matière
 (b) Charge en fonction du temps [43]

3.3.4 Séquences de l'indentation Vickers

La figure 3.8 présente les tests effectués sur un verre, les cycles de chargement et de déchargement d'un indenteur pointu peuvent être décrits comme suit:

(a) Début de chargement : L'indenteur pointu induit une zone de plasticité irréversible.

(b) Chargement critique : Pour une certaine charge critique, un ou plusieurs défauts à l'intérieur de la zone de déformation plastique deviennent instables initiant les fissures médianes. Celles-ci de forme circulaire évoluent sous l'indenteur suivant les plans contenant les diagonales de l'empreinte et l'axe de chargement.

(c) Croissance stable : Les fissures médianes se propagent de façon stable en fonction de la charge.

(d) Début de déchargement : les fissures médianes se ferment avec la diminution du champ élastique. Cependant, elles s'ouvrent simultanément, au niveau de la surface, sous l'effet des contraintes résiduelles.

(e) Effet des contraintes résiduelles : Les contraintes résiduelles devenant prédominants pendant le déchargement continuent à propager les fissures radiales et avant le déchargement complet elles initient des fissures latérales à la base de la zone de déformation. Celles-ci évoluent de façon circulaire parallèlement à la surface.

(f) Déchargement complet : Les deux systèmes continuent à se propager jusqu'à la fin du déchargement tendant vers une forme semi-circulaire [44,45].

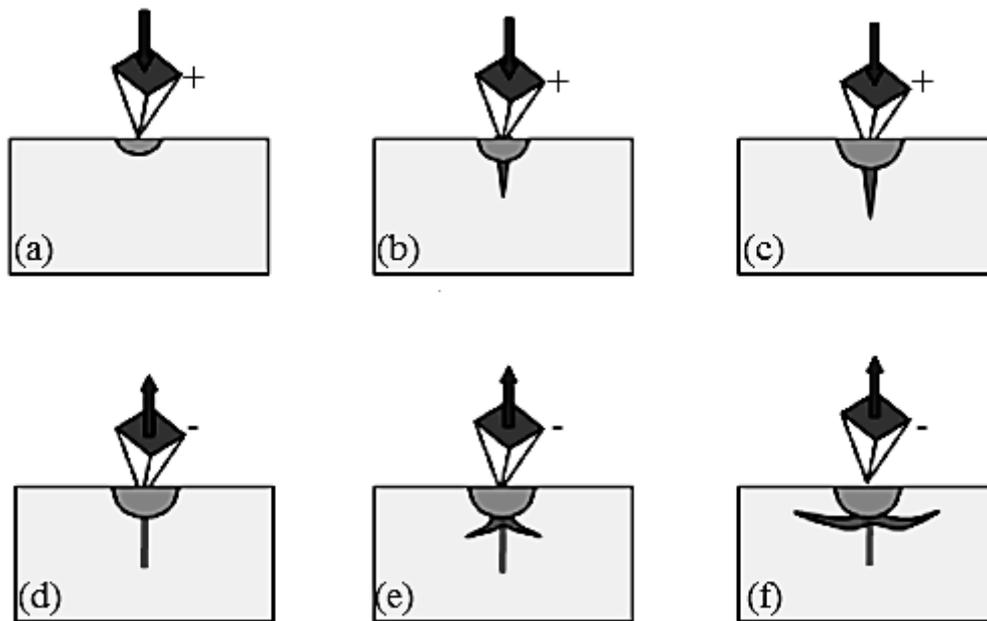


Figure 3.8: Représentation schématique des séquences et des systèmes de fissures d'un verre induits par indentation Vickers [44,45].

3.4. Caractérisation de la ténacité K_{Ic} par indentation

3.4.1 Introduction

La caractérisation des propriétés mécaniques par indentation fait l'objet d'un intérêt scientifique important pour les matériaux fragiles tels que les céramiques et les verres. La technique d'indentation est souvent un instrument de base largement répandu dans les laboratoires industriels et de recherches. Les différentes méthodes utilisées pour estimer la ténacité par indentation ont fait l'objet de nombreux travaux publiés. Les équations pour les matériaux fragiles utilisent la mesure des fissures formées par l'indenteur ou les décrochements, pop-in, observés sur la courbe charge-déplacement quand l'essai est instrumenté. Les différentes équations sont établies en comparant ces résultats à la ténacité obtenue par les essais d'indentation classique.

Les méthodes utilisées en indentation permettent généralement de déterminer la ténacité K_{Ic} par indentation avec une incertitude pouvant aller jusqu'à $\pm 50\%$ [46]. La caractérisation des matériaux dépend de l'état de surface donc de la méthode de préparation (rodage et polissage) et des défauts produits par cette dernière.

La détermination de la ténacité par indentation nécessite un matériau avec une surface plane, polie et un équipement expérimental adéquat pour mesurer la taille des fissures formées.

De nombreuses relations ont été développées pour exprimer la ténacité en fonction du type de fissure. Ponton *et al.* [47-48] ont recensé les différents modèles existant à l'époque en fonction du type de fissures: Palmqvist (P), half-penny ou Médiane (M) (fig. 3.9).

Souvent les fissures sont de type P pour les faibles charges appliquées (charges relatives en fonction de la ténacité du matériau) et deviennent du type M quand les charges augmentent.

La limite entre les deux types de fissure correspond à une valeur critique du rapport c/a . En règle générale, si $c/a \geq 2$, le modèle de fissuration est considéré être de type Médian (half-penny),

et si $c/a < 2$, le modèle de fissuration est considéré comme étant de Palmqvist. Cependant pour d'autres auteurs la limite est $c/a = 3$ ou 2,5 [49-50].

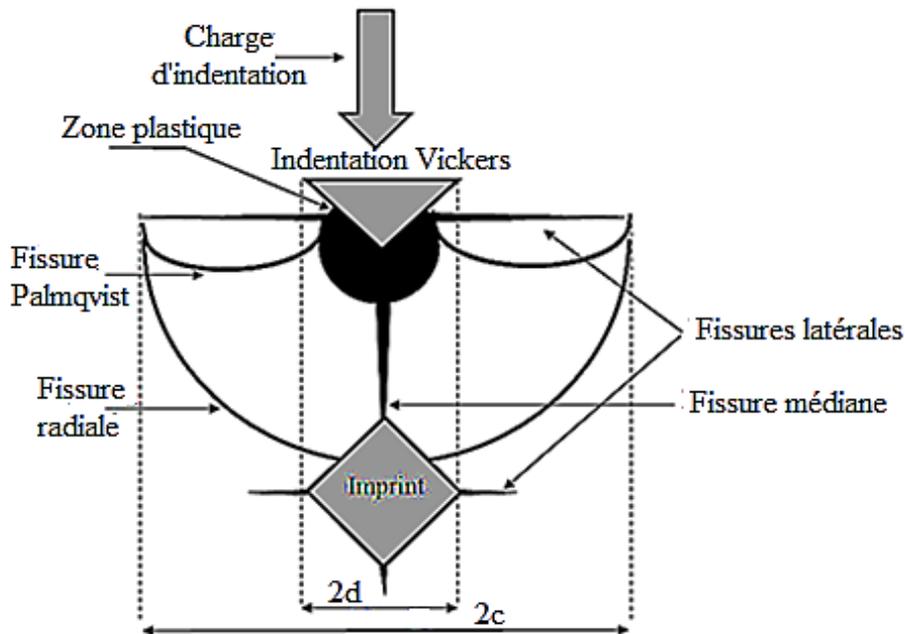


Figure 3.9 : Représentation schématique des systèmes de fissures induits par indentation Vickers

3.4.2 Différentes formes de fissures dans les verres d'oxydes

Les verres d'oxydes ou les verres à base de silice sont souvent présentés comme des matériaux à rupture fragile, par contraste avec le comportement (et la rupture) généralement ductile des métaux. Dans les verres d'oxydes, la micro indentation génère des fissures, et les systèmes particuliers de fissures qui se développent sont fonction de la nature des verres [51] (Fig. 3.10).

Au-delà de ce simple aspect descriptif, la génération de fissures par indentation a été exploitée pour estimer la ténacité du matériau (K_{Ic}).

En particulier, lorsque les fissures rayonnent autour de l'indent et normales à la surface (le système des fissures dites médianes/radiales) sont suffisamment développées ($c/a > 2$), il est possible de calculer un paramètre K_{Ic} s'approchant de la ténacité de mode I du matériau [52]. Cependant, l'essai d'indentation ne constitue pas une méthode de mesure de ténacité normalisée [53]. En effet, une limitation forte de l'essai d'indentation est qu'il ne découple pas assez la nucléation du ou des défauts initiaux, les processus de déformation non-élastiques du matériau et la propagation de

la fissure à proprement parler. Or si on considère exclusivement ce phénomène, la ténacité mesure uniquement la résistance qu'offre le matériau à la propagation d'une fissure. Notons enfin que les verres d'oxydes sont sensibles à l'effet d'environnement : la fissure peut se propager de manière sous-critique pour $K < K_c$ ce qui se traduit bien par une surévaluation de la longueur mesurée des fissures. Néanmoins la limitation majeure de cette technique est que tous les verres ne forment pas de fissures radiales.

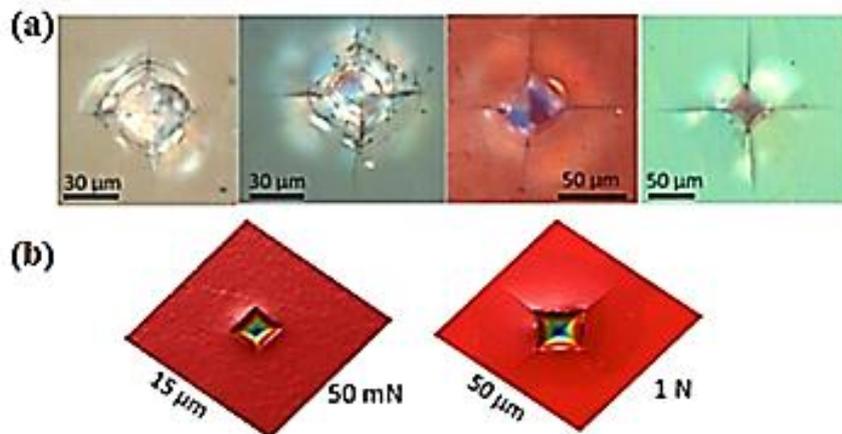


Figure 3.10: Indentation Vickers sur différents verres d'oxydes

(a) Charge 10 N, temps de maintien 15 s,

De gauche à droite : silice vitreuse, borosilicate, verre naturel, verre à vitre

(b) Images AFM d'indentations sur le verre à vitre présentant les fissures médianes/radiales pour une charge 50 mN et de 1 N [51].

Les techniques d'indentation font appel à l'utilisation de différents types d'indenteurs de grande dureté pour produire, par contact des systèmes de fissuration spécifiques sur des matériaux fragiles.

Généralement, il existe des techniques d'indentation utilisées de manière simple et précise pour déterminer les propriétés mécaniques telles que la dureté H , le module de Young E et la ténacité K_{Ic} . Ces techniques sont utilisées aussi pour quantifier la fragilité [54].

- Pour un indenteur sphérique de grand rayon, les verres développent des fissures coniques en profondeur et circulaire en surface, appelées cône de Hertz.
- Pour un indenteur pointu mais encore assez plat comme les Vickers, les verres usuels développent le système latéral-radial, alors que la silice présente encore le cône de Hertz.
- Pour un indenteur encore plus pointu comme le coin de cube, même la silice commence à subir une fissuration radiale.

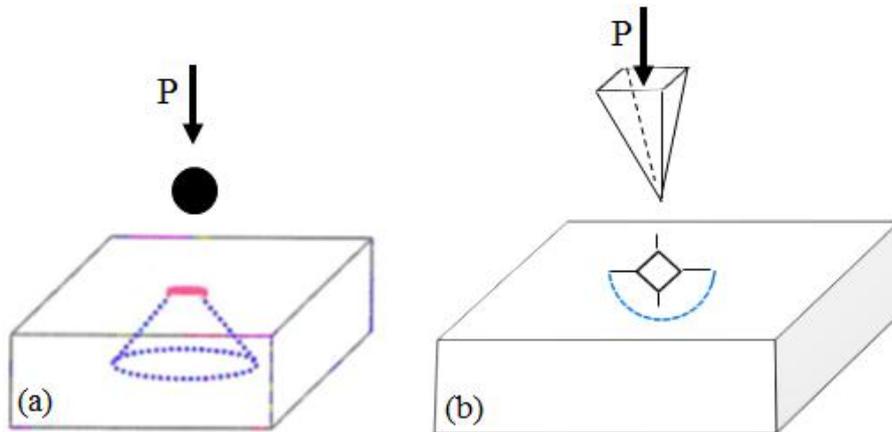


Figure 3.11: Schéma représentant les fissurations spécifiques sur des matériaux fragiles :

(a) Fissuration de type Hertzienne

(b) Fissuration de type Vickers

3.5. Technique nano-indentation

3.5.1 Définition

La nanoindentation a connu une grande évolution technologique depuis plus d'un siècle, depuis les premiers essais réalisés par Brinell permettant de définir la notion de dureté jusqu'à aujourd'hui. Cette technique d'indentation instrumentée, permet de déterminer des propriétés mécaniques locales des matériaux à l'échelle nanométrique. Elle peut appliquer une force normale comprise entre 0,3mN et 500mN aux matériaux massifs, aux revêtements et aux couches minces.

3.5.2 Principe

Le principe consiste à mesurer la profondeur d'enfoncement d'un indenteur de géométrie pyramidale à base triangulaire dans le but d'obtenir ses propriétés élasto-plastiques d'un matériau (Fig.3.12).

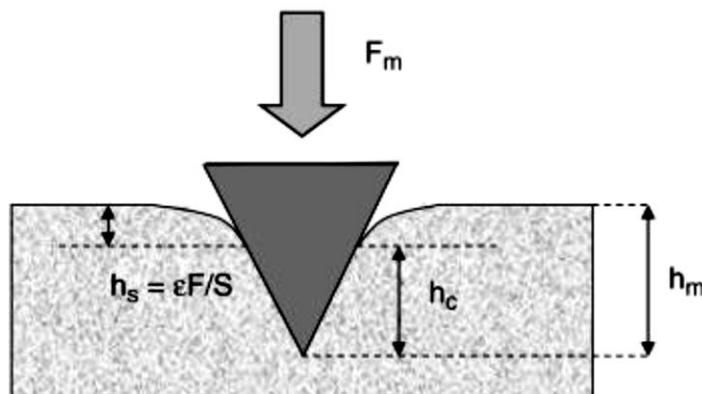


Figure 3.12 : Schéma représentatif le contact entre un indenteur et un échantillon [1].

3.5.3 Caractérisation mécanique par nano-indentation

3.5.3.1 Propriétés mesurées

Le module élastique E et la dureté H sont les deux principales propriétés mesurées durant la nanoindentation. Le modèle utilisé dans cet essai pour calculer ces deux grandeurs est celui développé par Oliver et Pharr [55].

La figure 3.13 présente le cycle charge-décharge d'un indenteur. Elle permet de calculer les paramètres nécessaires tels que : la charge maximale (Fmax), la profondeur à la charge maximale (hmax) et la rigidité de contact au déchargement initial(Smax) [56].

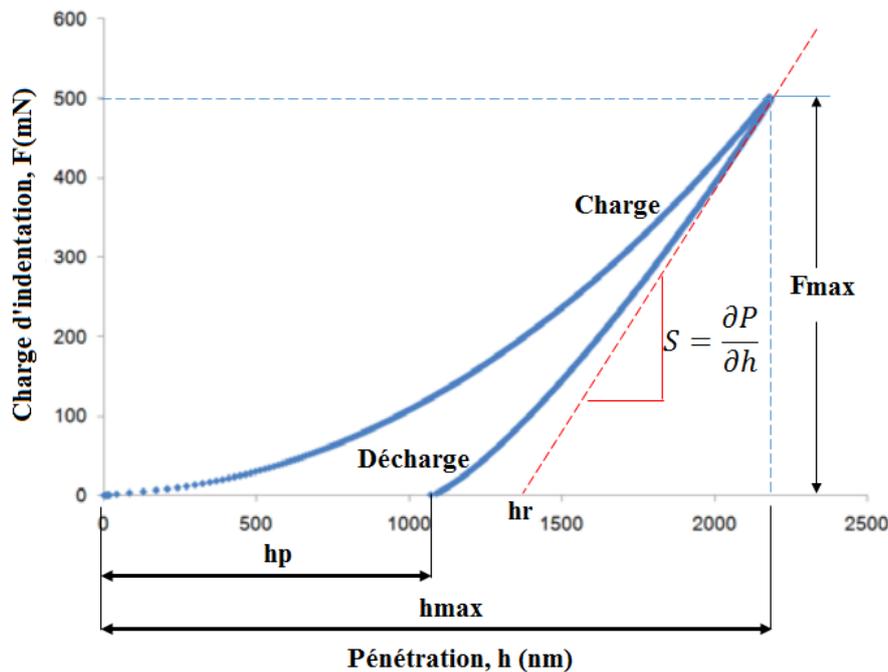


Figure 3.13 : Courbe charge-décharge d'un essai d'indentation instrumentée sur un matériau [24]

A partir de cette courbe, la dureté peut être obtenue pour la charge d'indentation maximale par la relation suivante:

$$H_{it} = \frac{F_{max}}{A_p} \tag{3.9}$$

Où

Fmax : La charge maximale d'indentation

Ap : La surface de contact projetée durant l'indentation avec la charge maximale. Cette surface est définie comme une fonction de la profondeur de contact hc [57,58].

$$A_p = f(h_c) \tag{3.10}$$

Pour un indenteur Vickers

$$A_p = 4 \tan^2(\theta).h_c^2 = 24,504.h_c^2 \quad (3.11)$$

Pour un indenteur Berkovich

$$A_p = 3\sqrt{3} \tan^2(\theta).h_c^2 = 23,96.h_c^2 \quad (3.12)$$

Où

h_c : La profondeur de contact de l'indenteur avec l'échantillon.

3.5.3.2 Méthodes de détermination des propriétés mécaniques à partir d'une courbe charge-décharge

a) Méthode linéaire d'extrapolation

La méthode linéaire d'extrapolation est une méthode tangentielle [59]. Elle suppose la linéarité de la première partie de la courbe de déchargement. Cette méthode est applicable aux matériaux qui montrent un degré élevé de rigidité et de grande déformation de sorte que le début de la courbe de déchargement suit une bonne approximation linéaire. Un ajustement linéaire simple pour la partie supérieure de la courbe de déchargement coupe l'axe des abscisses à h_r . La rigidité S est donnée par la pente de cette ligne, et la profondeur de contact h_c est alors donnée par l'équation :

$$h_c = h_{max} - \varepsilon. (h_{max} - h_r) \quad (3.13)$$

Où

ε : une constante qui dépend de la forme de l'indenteur. Il est égal à 0,75 pour un indenteur parabolique, 0,72 pour un indenteur conique et 1 pour un indenteur plat.

b) Méthode de la loi de puissance (Oliver et Pharr)

Cette méthode considère que la première partie de la courbe de déchargement n'est pas linéaire et peut-être décrite par une relation puissante [55].

$$F = k (h - h_p)^m \quad (3.14)$$

Où

k : Constante,

m : Exposant qui dépend de la géométrie de l'indenteur

h_p : La profondeur résiduelle après déchargement.

La fonction de la loi de puissance est employée pour décrire la partie supérieure de la courbe de déchargement.

$$F = F_{\max} \cdot \left(\frac{h-h_p}{h_{\max}-h_p} \right)^m \quad (3.15)$$

Les constantes m et h_p sont déterminés par la méthode des moindres carrés. La rigidité de contact, S , est donnée par la dérivée à la charge maximale.

$$S = \frac{dF}{dh} = m \cdot F_{\max} \cdot \left[\frac{(h_{\max}-h_p)^{m-1}}{(h_{\max}-h_p)^m} \right] \quad (3.16)$$

Où,

$$h_r = h_{\max} - \frac{F_{\max}}{S} \quad (3.17)$$

À partir de ceci, la profondeur de contact, h_c , peut être estimée par la relation suivante:

$$h_c = h_{\max} - \epsilon \cdot \frac{F_{\max}}{S} \quad (3.18)$$

S : la rigidité de contact ($S = dF/dh$) correspondent à la pente du déchargement initial. En tenant compte de la non rigidité de l'indenteur, le module élastique réduit E_r est liée à la complaisance de contact $C = dh/dF$ (L'inverse de la rigidité de contact) et l'aire de contact projeté par la relation suivante :

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta \cdot a \sqrt{A_p}} \quad (3.19)$$

Où,

β : Le coefficient correcteur de l'ordre de 1 que compense la nano-axisymétrie de l'indenteur.

Le module d'indentation E_{it} d'un échantillon est lié au module élastique réduit E_r et le module de l'indenteur E_i par la relation suivante :

$$E_{it} = \frac{1 - \nu_s^2}{\frac{1}{E_r} - \frac{1 - \nu_i^2}{E_i}} \quad (3.20)$$

Avec,

ν_i : Le coefficient de Poisson de l'indenteur

ν_s : Le coefficient de Poisson de l'échantillon.

3.5.3.3 Phénomène de Pop-in

Durant les essais de nano-indentation, certains matériaux montrent des «sauts de déplacements » pendant la charge et parfois pendant la décharge. Ce phénomène brutal, correspondant à l'enfoncement de l'indenteur dans l'échantillon sans augmentation de la charge, est couramment appelé pop-in [60]. Il se traduit par un

plateau horizontal sur la courbe de force-déplacement (fig.3.14). Au cours d'un essai en déplacement contrôlé, le pop-in correspond à une chute brutale de la force.

Le phénomène inverse, appelé pop-out, est parfois observé : il s'agit d'une diminution brutale de la pénétration, apparaissant généralement à la décharge. Ce phénomène est observé dans un nombre beaucoup plus restreint de matériaux et est de moindre amplitude que le pop-in. Le pop-out a été relié aux mouvements de dislocations [61] ou à une transformation de phase [62].

Le phénomène de pop-in a été rapporté sur de nombreux matériaux, comme sur les métaux [63], les céramiques [16], les alliages [64], les intermétalliques [65] ou encore les semi-conducteurs [66]. Le Pop-in marque donc le début de la déformation irréversible (fig.3.14).

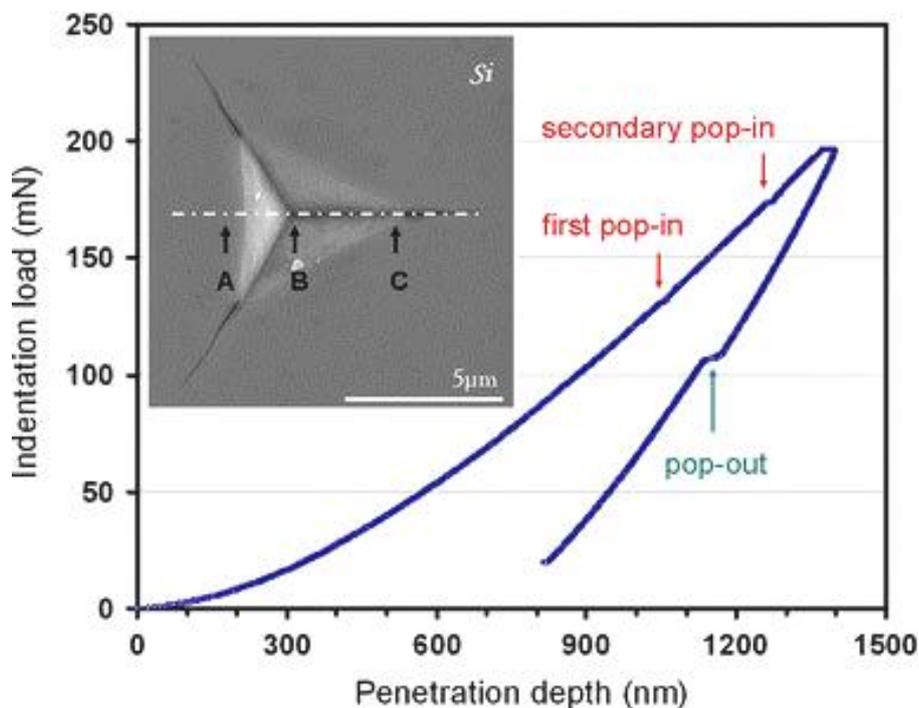


Figure 3.14 : Empreinte et courbe d'indentation Berkovich d'un monocristallin (Si), avec deux pop-in à la charge maximale de 200mN et un pop-out à la décharge [67]

3.5.4 Les méthodes d'estimation de la ténacité

3.5.4.1 Introduction

L'allégement des dispositifs optiques ainsi que la synthèse et mise en forme de nouveaux matériaux nécessitent des techniques de caractérisation performantes, capables d'estimer les propriétés mécaniques telles que la ténacité. D'autre part, l'amincissement de verres optiques se fait essentiellement par des procédés de fabrication, mécanismes faisant intervenir la dureté et la formation de copeau par rayage, si bien que la connaissance de la ténacité et de la dureté des matériaux est nécessaire à la détermination de la perte de matière par abrasion [68].

La ténacité d'un matériau, K_{IC} est définie par sa résistance à la propagation brutale de fissures [69]. Les premières études portant sur l'effet des imperfections de la structure sur la réponse mécanique des matériaux datent du XIX^{ème} siècle. En 1892, Larmor [69] évalue l'influence des défauts et de la porosité sur la résistance mécanique des matériaux. Plus tard, Griffith [70] tient compte de l'existence des défauts et de leur géométrie sur la résistance à rupture des matériaux fragiles et développe la théorie de la mécanique de la rupture, théorie adaptée ensuite par Irwin pour les matériaux ductiles [71]. A partir de ce moment la connaissance de la ténacité des matériaux, exprimée par le facteur d'intensité de contraintes critiques K_C , est considéré comme un paramètre clé permettant de prévoir la rupture des matériaux.

La ténacité est souvent obtenue au travers d'essais de traction ou de flexion normalisés en utilisant des éprouvettes standards [72]. Quand les contraintes dues à la géométrie des échantillons ou des pièces sont sévères, l'essai d'indentation représente une des seules alternatives capable d'obtenir K_{IC} . Par la suite, on détaille les méthodes les plus représentatives décrites par Iost [2], capables de mesurer K_{IC} pour des matériaux fragiles à l'aide d'indenteurs pointus.

3.5.4.2 Méthodes nécessitant la mesure de la longueur des fissures

Palmqvist fut le premier à utiliser l'essai d'indentation (Vickers) pour déterminer un paramètre de ténacité des matériaux [5,73]. Il établit un rapport entre la ténacité d'un matériau et le travail nécessaire pour produire sa fissuration. A partir d'une charge critique, la longueur des fissures (c) est directement reliée à la charge appliquée (F) [5]. Par la suite, de nombreuses études ont été développées des relations entre F et c [74,75]. La ...

5.a) représente une indentation de demi-diagonale a et demi-longueur des fissures c . La morphologie des fissures varie en fonction de la géométrie de l'indenteur et de la nature du matériau, elles peuvent être de type cône, Palmqvist, Médian, Latéral, ou Half Penny (5.b) [76].

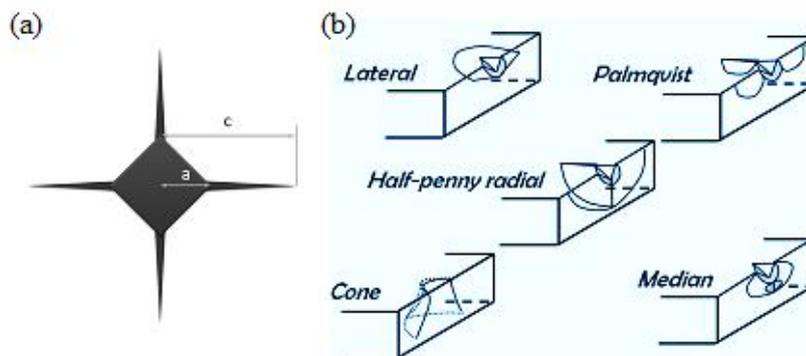


Figure 3.15 : Représentation d'une indentation sur un matériau fragile
 (a) avec une demi-diagonale d'empreinte a et une demi-longueur des fissures c
 (b) différents types de fissures d'après [76].

a) Méthode classique

Actuellement, l'équation la plus utilisée pour le calcul de K_C est celle proposée par Anstis *et al.* [77,78]. Cette formule a été établie par comparaison entre les résultats de l'indentation et des méthodes classiques de mécanique de la rupture. Anstis *et al* ont établis cette équation pour 16 matériaux différents avec des valeurs de ténacité comprises entre 0,74 et 12 MPa.m^{1/2}.

$$K_C = \chi \left(\frac{E}{HV} \right)^{\frac{1}{2}} \frac{P}{c^{\frac{3}{2}}} \quad (3.21)$$

Où,

χ : une constante adimensionnelle qui dépend de la géométrie de la fissure et de la forme de l'indenteur [79,80],

HV la dureté Vickers et E le module d'élasticité exprimés en MPa .

Pour un indenteur Vickers et une fissure de type Half Penny, la constante χ est égale à 0,016±0,004, ce qui suppose une incertitude de ± 25% dans le calcul de la ténacité par indentation.

Pour que la méthode soit correctement utilisée les fissures doivent être suffisamment développées, ($c \geq 2a$) [81].

Gong [82], attribue en partie cette incertitude au fait que la dureté varie avec charge appliquée.

Il montre au contraire que le rapport $a^2/c^{-3/2}$ ne dépend pas de la charge, et il substitue la force (P) par la demi-diagonale de l'empreinte et l'équation **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** devient :

$$K_C = 0,046 \left(\frac{E}{HV} \right)^{\frac{1}{2}} \frac{a^2}{c^{\frac{3}{2}}} \quad (3.22)$$

e) Méthode utilisant le rapport W_t/W_e

De nombreuses études montrent l'existence d'un rapport entre les énergies de déformation totales (W_t) et élastiques (W_e), le module d'élasticité réduit ($E_r = E/(1-\nu^2)$) et la dureté du matériau (H) [83,84]. Pour cette méthode, la relation équivalente est donnée par :

$$\frac{W_e}{W_t} = k^{-1} \frac{H}{E_r} \quad (3.23)$$

Avec,

W_t : l'aire totale sous la courbe force-déplacement d'un essai d'indentation instrumenté

W_e : l'aire sous la courbe de décharge qui correspond à l'énergie de déformation élastique.

L'aire W_t est la somme de l'énergie de déformation élastique (W_e) et de l'énergie de déformation plastique (W_p) (fig.3.16).

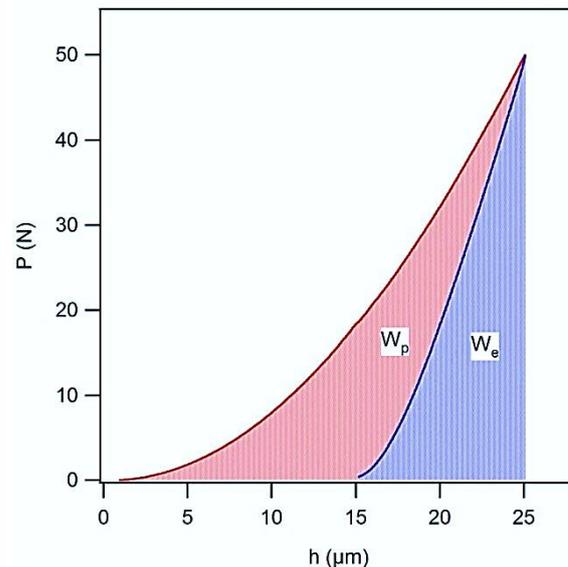


Figure 3.16 : Définition des énergies de déformation élastique (W_e) et plastique (W_p) en indentation instrumentée pour un matériau [83,84].

Cette méthode représente l'avantage de ne pas utiliser la dureté qui dépend de la charge comme l'a fait remarquer Gong, mais aussi d'utiliser des paramètres expérimentaux plus robustes et faciles à mesurer si l'expérimentateur possède une machine d'indentation instrumentée.

Ainsi, en utilisant ces énergies, la formule d'Antis *et al.* devient alors :

$$K_c = \lambda \left(\frac{W_t}{W_e} \right)^{\frac{1}{2}} \frac{P}{c^{\frac{3}{2}}} \quad (3.24)$$

Avec

λ : une constante égale à $(1-\nu^2) \cdot \chi \cdot k^{-1/2}$ et voisine de 0,0690 pour une pointe coin de cube [85] et de 0,0498 pour une pointe Vickers [86].

3.5.4.3 Méthodes ne nécessitant pas la mesure de la longueur des fissures

Dans les équations précédentes, la détermination de la taille des fissures représente de forts inconvénients. Ces mesures sont fastidieuses et présentent des fortes incertitudes sur la détermination de la longueur réelle des fissures [87] en raison de divers facteurs tels que l'état de surface ou de l'évolution de la dimension des fissures avec le temps, en particulier pour les verres à cause de l'humidité [88]. Pour ces raisons, des méthodes qui permettent d'estimer la ténacité sans besoin de mesurer les fissures ont été développées.

a) Méthode de la charge critique

On appelle force critique (P_c) la force nécessaire pour amorcer la fissuration. Cette force est directement liée à la ténacité [89]. Lawn *et al.* [27] proposent de calculer cette dernière par l'équation ci-dessous :

$$K_c = \left(\frac{1}{\beta} \frac{P_c}{H^3} \right)^{1/4} \quad (3.25)$$

Où

β : une constante qui vaut $2,2 \times 10^4$, quand P_c est exprimé en N, H, la dureté en GPa et la ténacité K_c en (MPa. m^{-1/2}).

La détermination de la force critique peut être effectuée par des mesures en émission acoustique ou par la présence de sauts sur la courbe d'indentation.

b) Méthode de l'écaillage

La méthode de l'écaillage consiste à réaliser une indentation à une distance proche du bord (h_{ch}) et à mesurer la force critique capable de créer l'écaille (P_{ch}) (Fig.3.17).

De nombreuses études montrent une évolution linéaire entre la charge critique d'écaillage et la distance au bord. Ce rapport est vérifié pour de nombreuses géométries d'indenteur [90-92]. Finalement en 2007, Chai *et al.* [93] comparent cette méthode avec la méthode classique (relation 3.9) et obtiennent l'équation **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**

$$K_c = \frac{1}{\gamma} \frac{P_{ch}}{h_{ch}^{3/2}} \quad (3.26)$$

Où la constante γ calculée en comparant les résultats avec ceux de la mécanique de la rupture classique, est égale à $9,3 \pm 1,3$ pour un indenteur Vickers.

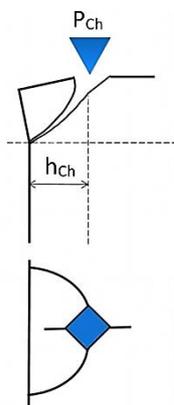


Figure 3.17 : Représentation schématique de l'écaillage produit par indentation [93].

Où,

HM : est la dureté Meyer (exprimée en GPa)

Q : une constante estimée à $Q = 4,7 \pm 0,2$ pour Field *et al.* (à partir d'essais effectués sur de la silice fondue et du carbone vitreux)

et $Q = 3,52 \pm 0,4$ pour Scholz *et al.* [98] (à partir d'essais effectués sur de la silice fondue et du saphir). Puisque cette équation dépend de la géométrie de l'indenteur elle doit être recalculée pour un indenteur Vickers. En reprenant la méthodologie de Field *et al.*

La figure 3.18.b montre la représentation d'une indentation avec un indenteur de ce type, la longueur de fissures équivalente devient donc :

$$c_{\text{Pop in}} = 3,5h_m + \left(Q' \frac{E_r}{H} - 3,5 \right) h_x \quad (3.29)$$

Nous supposons comme Field *et al.*[96] que la constante Q' est indépendante du matériau. Sa valeur pour un diamant Vickers sera obtenue en dérivant l'équation Erreur ! Source du renvoi introuvable. par rapport à la pénétration créée par le Pop-in (h_x) (Equation 3.30) :

$$\frac{\partial c}{\partial h_x} = Q' \frac{E_r}{H} - 3,5 \quad (3.30)$$

La représentation graphique de la longueur de fissures (calculé au travers des mesures expérimentales pour la force de Pop-in) en fonction du déplacement de l'indenteur dû au Pop-in permet d'obtenir cette constante.

d) Méthodes énergétiques

Les formules basées sur l'énergie nécessaire pour créer la fissuration sont communément utilisées pour déterminer la ténacité des films minces et des revêtements [83,100] (équation 3.31). Dans la thèse de Chen [76], il valide cette équation en l'appliquant aux matériaux massifs.

$$K_c = \sqrt{\frac{E_r \cdot U_{\text{rupt}}}{A_{\text{rupt}}}} \quad (3.31)$$

Où

U_{rup} : est l'énergie nécessaire pour produire la fissuration

Et A_{rupt} l'aire de rupture. Pour une fissure de type Half Penny l'aire de rupture vaut πc^2 . Ainsi l'équation Erreur ! Source du renvoi introuvable. devient :

$$K_c = \sqrt{\frac{E_r U_{\text{rupt}}}{\pi c^2}} \quad (3.32)$$

3.5. Conclusion

L'indentation est devenue un outil attractif pour la caractérisation et analyse des propriétés mécaniques des différents matériaux, où la ténacité K_{IC} , la dureté et le module d'Young sont obtenus aux moyens d'essais instrumentés en nano et macro indentation en utilisant des indenteurs Vickers, Berkovich ou coin de cube.

Généralement, la technique d'indentation est utilisée pour estimer la ténacité, par différentes méthodes basées sur la mesure de la longueur des fissures en fonction des contraintes appliquées sur le matériau. Cette dernière peut être modifiée en remplaçant le rapport du module d'Young sur la dureté par celui de l'énergie de déformation élastique sur l'énergie totale. Les formules ne nécessitant pas la longueur des fissures incluent les méthodes de la charge critique, de l'écaillage et celle basée sur l'enfoncement brutale de l'indenteur (Pop-in).

Finalement, toutes les méthodes utilisées, sont comparées en fonction de différents paramètres, et permettent aussi d'obtenir la ténacité par indentation avec moins d'incertitude.

3.6. Références bibliographiques

- [1] E. Barthel, D. Chicot, J.P. Guin, E. Le Bourhis, G. Mauvoisin, "L'indentation : un outil de caractérisation multi-échelle des matériaux," Commission thématique Indentation France, SF2M, 2014.
- [2] A.Iost, "Détermination de la ténacité de matériaux fragiles ou ductiles à partir de l'essai d'indentation," *Revue. Métal*, Vol.110, pp.215-233, 2013.
- [3] GD. Quinn, RC. Bradt, "On the Vickers indentation fracture toughness test," *J. A. Cer.Soc*, Vol. 90, pp.673-680, 2007.
- [4] R.Morrell, "Fracture toughness testing for advanced technical ceramics: internationally agreed good practice," *A. Ap. Cer*, Vol.105, pp.88-89, 2006.
- [5] S.Palmqvist, "A method to determine the toughness of brittle materials, especially hard materials," *Jernkontorets. Ann*. Vol.141, p.303, 1957.
- [6] B.R.Lawn, M.V. Swain, "Micro fracture beneath point indentations in brittle solids," *J. Mat.Sci*, Vol.10: pp.113, 1975.
- [7] BR.Lawn, DB.Marshall, "Hardness, toughness and brittleness indentation analysis," *J. A .Cer .Soc*, Vol.62, pp.347-50, 1979.
- [8] A.G. Evans, T.R. Wilshaw, "Quasi-static solid particle damage in brittle solids," *Acta Metall*, Vol.24, pp.939, 1976.
- [9] M. V. Swain, J.T.Hagan, J.E.Field, "Determination of the surface residual stresses in tempered glasses by indentation fracture mechanics indentation," *J. Mater. Sci*, Vol. 12, pp. 1914-1917, 1977.
- [10] F. Petit, A. C.Sartieaux, M. Gonon, F. Cambier, "Fracture toughness and residual stress measurements in tempered glass by indentation," *Acta. Materialia*, Vol.55, pp.2765-2774, 2007.
- [11] M.J.Reece, F. Guiu, "Repeated indentation method for studying cyclic fatigue in ceramics," *J. A .Cer .Soc*, Vol 73, N°4, pp.1004-1013, 1990.
- [12] S.R.Vaughan, F.Guiu, "Indentation fatigue of alumina," *J.Mater.Sci.Let*, Vol .6, pp.689-691, 1987.
- [13] S. R. Choi, J. A. Salem, "Cyclic fatigue of brittle materials with an indentation-induced flaw system," *Materials.Science and Engineering.Letters*, Vol. 208, Issue 1, pp.126-130, 1996.
- [14] A.Duszová, P. Hvizdoš, F. Lofaj, L. Major, J.Dusza, J. Morgiel. "Indentation fatigue of WC-Co cemented carbides," *Inter. Journal of refractory metals and hard. Materials*, Vol. 41, pp.229-235, 2013.
- [15] T. A. Michalske, J. E. Houston, "Dislocation nucleation at nano-scale mechanical contacts," *Acta Materialia*, Vol. 46, N°. 2, p. 391, 1998.
- [16] C.Tomas, J. C. Girard, V. Audurier, J. Woirgard, "Study of the low stress plasticity in single-crystal MgO by nanoindentation and atomic force microscopy," *Journal of Materials Science*, Vol. 34, N°. 21, p. 5337, 1999.
- [17] D. F. Bahr, D. E. Kramer, W. W. Gerberich, "Non-linear deformation mechanisms during nanoindentation," *Acta Materialia*, Vol. 46, N°. 10, p. 3605, 1998.

- [18] Y. L. Chiu , A. H. W. Ngan, "Time-dependent characteristics of incipient plasticity in nanoindentation of a Ni3Al single crystal," *Acta Materialia*, vol.50, N°.6, p.1599, 2002.
- [19] W. W. Gerberich, S. Venkataraman, H. Huang, S. E. Harvey, D. L. Kohlstedt, "The injection of plasticity by millinewton contacts," *Acta Metallurgica Et Materialia*, Vol. 43, N°. 4, p. 1569, 1995.
- [20] J. Brinell, "Mémoire sur les épreuves à bille en acier," Presented at the Congrès International des Méthodes d'Essai des Matériaux de Construction, Paris, p. 83-94, 1901.
- [21] D. Tabor, "The Hardness of Metals," Clarendon Press Oxford, 1951.
- [22] D. François, "Essais mécaniques des métaux : Essais de dureté," *Technique de l'ingénieur*.
- [23] P. Kempe, "Nanoindentation et microrayage en environnement contrôlé Colloque, SF2M Section-Ouest," *Surfaces et Interfaces, indentation, rayage et abrasion*, Angers, 16 et 17 mars 2005.
- [24] Y. T. Cheng, C.M. Cheng, "Relationships between hardness, elastic modulus, and the work of indentation," *Ap.phy. Let*, Vol.73, N°.5, p.614, 1998.
- [25] P.L.Larsson, A.E.Giannakopoulos, E.Söderlund, D.J.Rowcliffe., R. Vestergaard, "Analysis of Berkovich Indentation," *Int. Jour. Solids Structures*, Vol. 33, N°.2, pp. 221- 248, 1996.
- [26] JR. Tuck, AM. Korsunsky, SJ. Bull, R. Davidson, "On the application of the work-of-indentation approach to depth-sensing indentation," *Surface and coatings technology*, Vol.137, N°.2, pp.217-224, 2001.
- [27] D. Chicot, A. Pertuz, "Indentation Vickers et Knoop, conversion des duretés," B.P. 179-59653 France-Nice, pp. 1-5, 2003.
- [28] A.Pertuz, "Indentation Vickers et Knoop des matériaux massifs ou revêtus : dureté ; ténacités et adhérence," Thèse de Doctorat, Université de Lille 1 (France), 2003.
- [29] M.R. Vankandingham, "Review of instrumented indentation," *Jour .Res . Nat.Ins.Stand.Tech.*, Vol.108, N°.4, pp.249-265, 2003.
- [30] D.R. Clarke, R. Tandon, "Factors affecting the fracture resistance of silicon nitride ceramics," *Mater. Sci. Eng., A* 195, p.207, 1995.
- [31] G.M. Pharr, "Measurement of mechanical properties by ultra-load indentation," *Mater. Sci. Eng., A* 253 (1-2), p.151, 1998.
- [32] T.Y. Tsui, G.M. Pharr, "Substrate effects on nano-indentation mechanical property measurement of soft films on hard substrates," *J. Mater. Res*, Vol.14, N°.1, p.292, 1999.
- [33] N.Huber, W.D.Nix and H.Gao, "Identification of elastic-plastic material parameters from pyramidal indentation of thin films," *Proc. Roy. Soc. London.*, Vol.458, Issue.2023, p.1593, 2002.
- [34] R. Saha , W. D. Nix, "Effects of the substrate o the determination of thin film mechanical properties by nano-indentation," *Acta Mater*, Vol.50, N°.1, p.23, 2002.

- [35] Z. Fan, J. G. Swadener, J. Y. Rho, M. E. Roy, and G. M. Pharr., "Anisotropic properties of human tibial cortical bone as measured by nano-indentation," *J. Orthopaed. Res*, Vol.20, N°4, p.806, 2002.
- [36] J.G. Swadener, B. Taljat, G.M. Pharr., "Measurement of residual stress by load and depth sensing indentation with spherical indenters," *J. Mater. Res.*, Vol.16, N°7, p.2091, 2001.
- [37] S.A.S Asif , J.B. Pethica, "Nano-scale indentation creep testing at no ambient temperature," *J. Adhesion.*, Vol.67, N°4, p.153, 1998.
- [38] S.A.S Asif , J.B. Pethica, "Nano-indentation creep of single crystal tungsten and gallium arsenide," *Phil. Mag*, A 76, N°6, p.1105, 1997.
- [39] B.N. Lucas, W.C. Oliver, "Indentation power-Law creep of high-purity indium," *Metall. Mater. Trans.*, A 30, N°3, p.601, 1999.
- [40] B. J. Briscoe, L. Fiori, and E. Pelillo., "Nano-indentation of polymeric surfaces," *J. Appl. Phys.*, Vol.31, N°19, p.2395, 1998.
- [41] J.L. Loubet, J.M. Georges, G. Meille., "Vickers indentation curves of elastoplastic materials. 'Microindentation techniques in Material Science and Engineering,'" ASTM STP889, P.J. Blan and B.R. Lawn, Eds, Amer.Soc, Test and Mater, Philadelphia, p.72, 1986.
- [42] K.L. Johnson., "Contact Mechanics," Cambridge University Press., p.452, 1987.
- [43] B.Cédric, "Indentation et rhéologie de verres inorganique de 20 à 700°C," Thèse de Doctorat, Université de Rennes I, 2006.
- [44] V.LE Houerou, "Rayabilité des verres silico-sodo-calciques," Thèse de doctorat, Université de Rennes1, 2005.
- [45] K.Vincent, "Contribution à l'étude des mécanismes de déformation et de fissuration des verres," Mémoire pour l'obtention de l'Habilitation à diriger des recherches, Volume1 : Présentation de l'activité scientifique, Laboratoire de Recherche en Mécanique Appliquée de l'Université de Rennes I, 2008.
- [46] G.A.Gogotsi, "Criteria of fracture (edge chipping and fracture toughness tests)," *Ceram. Int*, Vol.39, pp.3293-3300, 2012.
- [47] C.B.Ponton, R.D.Rawlings, "Vickers indentation fracture toughness test Part 1: Review of literature and formulation of standardized indentation toughness equations," *Mater. Sci. Tech.*, 5: pp.865-872, 1989.
- [48] C.B.Ponton, R.D.Rawlings, "Vickers indentation fracture toughness test Part 2: Application and critical evaluation of standardized indentation toughness equations," *Mater. Sci. Tech.*, Vol.5, pp.961-976, 1989.
- [49] K.K.Bamzai, P.N.Kotru, "Fracture mechanics, cracks propagation and micro hardness studies on flux grown ErAlO_3 , single crystals," *Mater. Sci. Tech.*, Vol.16, pp.405-410, 2000.
- [50] D.G. Bhat, "Comment on elastic/plastic indentation damage in ceramics: The median/radial crack system," *J. A, Cer, Soc*, Vol.64, C165-C-166, 1981.
- [51] R.F.Cook R. F., G.M. Pharr, *J. Amer. Cer. Soc*, Vol.73, N°4, pp.787-817, 1990.

- [52] G.R. Anstis, P. Chantikul, B.R. Lawn, D.B. Marshall, J. Amer. Cer. Soc, Vol.64, Issue .9, pp.533-538, 1981.
- [53] G. Quinn, R. Bradt, J. Am. Ceram. Soc., Vol.90, N°3, p. 673, 2007.
- [54] B. R. Lawn, "Fracture of brittle solids," 2^{ème} Edition, Cambridge University, pp. 302-304, 1993.
- [55] G. Pharr, W. Oliver, "An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load displacement sensing indentation experiments," J. Mater. Res. Vol.7, N°4, pp.1564-1583, 1992.
- [56] R. Roop, A. Kumar, M. Wang, "Modulus and hardness evaluations of sintered bio ceramic powders and functionally graded bioactive composites by Nano-indentation technique," Mater. Sci. and Engin, A00, pp.1-7, 2002.
- [57] Overview of mechanical testing standards. Advanced mechanical surface testing. CSM instruments, 2002.
- [58] E DIN 50359; Testing of metallic materials-Universal hardness test, 1997.
- [59] M.F. Doerner, and W.D. Nix., "An method for interpreting the data from depth sensing indentation instruments," J. Mat. Res, 1: p.601, 1986.
- [60] M. Göken et M. Kempf, "Pop-ins in nano-indentation - the initial yield point," Zeitschrift für Metallkunde, Vol. 92, N°9, pp.1061-1067, 2001.
- [61] G. L. W. Cross, A. Schirmeisen, P. Grütter, et U. T. Dürig, "Plasticity, healing and shakedown in sharp-asperity nanoindentation," Nature Materials, vol.5, N°5, pp. 370-376, 2006.
- [62] T. Juliano, V. Domnich, et Y. Gogotsi, "Examining pressure-induced phase transformations in silicon by spherical indentation and Raman spectroscopy: A statistical study," Journal of Materials Research, Vol.19, N°10, pp. 3099-3108, 2004.
- [63] T. A. Michalske et J. E. Houston, "Dislocation nucleation at nano-scale mechanical contacts," Acta Materialia, Vol. 46, N° 2, p. 391, 1998.
- [64] D. F. Bahr, D. E. Kramer, W. W. Gerberich, "Non-linear deformation mechanisms during nanoindentation," Acta Materialia, Vol.46, N°10, p. 3605, 1998.
- [65] A. Arora, D. Marshall, B. Lawn, M. Swain, "Indentation deformation/fracture of normal and anomalous glasses," Journal of Non-Crystalline Solids, Vol.31, N°3, p.415-428, 1979.
- [66] W.W. Gerberich, S. Venkataraman, H. Huang, S. E. Harvey, et D. L. Kohlstedt, "The injection of plasticity by millinewton contacts," Acta Metallurgica Et Materialia, Vol.43, N°4, p. 1569, 1995.
- [67] Sheng Rui Jian, "Mechanical deformation induced in Si and GaN under Berkovich nanoindentation," Nanoscale. Res. Lett, Vol.3, N°1, pp.6-13, 2008.
- [68] J. Larmor, "The influence of flaws and air-cavities on the strength of materials," Philos. Mag. Ser. 5, Vol. 33, N° 200, pp. 70-78, 1892.
- [69] M. Buijs and K. K. Houten, "A model for lapping of glass," J. Mater. Sci., Vol. 28, N°11, pp. 3014-3020, 1993.

- [70] A. A. Griffith, "The Phenomena of Rupture and Flow in Solids," *Philos. Trans. R. Soc. Lond. Math. Phys. Eng. Sci.*, Vol.221, N°.582–593, pp. 163–198, 1921.
- [71] G. R. Irwin, "Plastic zone near a crack and fracture toughness," Presented at the Seventh Sagamore conference, Syracuse University Research Institute, Vol. 4, pp. 63–76, 1960.
- [72] J. E. Srawley, "Wide range stress intensity factor expressions for ASTM E 399 standard fracture toughness specimens," *Int. J. Fract.*, Vol. 12, N°.3, pp. 475–476, 1976.
- [73] S. Palmqvist, "The work for the formation of a crack during Vickers indentation as a measure of the toughness of hard metals," *Arch Eisenhuettenwes*, Vol. 33, pp. 629–663, 1962.
- [74] B. R. Lawn and D. B. Marshall, "Indentation Fracture and Strength Degradation in Ceramics," in *Flaws and Testing*, R. C. Bradt, D. P. H. Hasselman, and F. F. Lange, Eds. Springer US, pp. 205–229, 1978.
- [75] R.C. Lueth, "Determination of Fracture Toughness Parameters for Tungsten Carbide-Cobalt Alloys," *Fract. Mech. Ceram.*, Vol. 2, pp. 791–806, 1974.
- [76] J. Chen, "Energy based models to determine fracture toughness of thin coated systems by nano-indentation," PHD thesis, Newcastle University, Newcastle, 2006.
- [77] G. R. Anstis, P. Chantikul, B. R. Lawn, and D. B. Marshall, "A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: I, Direct Crack Measurements," *J. A. Cer. Soc.*, Vol. 64, N°.9, pp. 533–538, 1981.
- [78] P. Chantikul, G. R. Anstis, B. R. Lawn, and D. B. Marshall, "A Critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: II, Strength Method," *J.A. Cer. Soc.*, Vol. 64, N°.9, pp. 539–543, 1981.
- [79] N. Cuadrado, D. Casellas, M. Anglada, and E. Jiménez-Piqué, "Evaluation of fracture toughness of small volumes by means of cube-corner nanoindentation," *Scr. Mater.*, vol. 66, N°.9, pp. 670–673, 2012.
- [80] D. S. Harding, W. C. Oliver, and G. M. Pharr, "Cracking During Nano-indentation and its Use in the Measurement of Fracture Toughness," in *Symposium B2 – Thin Films: Stresses and Mechanical Properties*, Vol. 356, pp. 663–683, 1994.
- [81] M. T. Laugier, "New formula for indentation toughness in ceramics," *J. Mater. Sci. Lett.*, Vol. 6, N°.3, pp. 355–356, 1987.
- [82] J. Gong, "Determining indentation toughness by incorporating true hardness into fracture mechanics equations," *J. Eur. Ceram. Soc.*, Vol. 19, N°.8, pp. 1585–1592, 1999.
- [83] J. Malzbender, "Comment on the determination of mechanical properties from the energy dissipated during indentation," *J. Mater. Res.*, Vol. 20, N°.5, pp. 1090–1092, 2005.
- [84] J. Chen, S. J. Bull, "Relation between the ratio of elastic work to the total work of indentation and the ratio of hardness to Young's modulus for a perfect conical tip," *J. Mater. Res.*, Vol. 24, N°.3, pp.590–598, 2009.

- [85] T. Zhang, Y. Feng, R. Yang, P. Jiang, "A method to determine fracture toughness using cube-corner indentation," *Sc. Mater.*, Vol. 62, N°4, pp.199–201, 2010.
- [86] Y. Feng, T. Zhang, R. Yang, "A Work Approach to Determine Vickers Indentation Fracture Toughness," *J. A. Cer. Soc.*, Vol. 94, N°2, pp.332–335, 2011.
- [87] H. Miyazaki, Y. Yoshizawa, "Novel measurement technique of crack length for indentation fracture (IF) method using high contrast image of crack tips through thin film coating," *J. Eur. Ceram. Soc.*, Vol.35, N°10, pp-2943-2948, 2015.
- [88] F. C. Frank , B. R. Lawn, "On the Theory of Hertzian Fracture," *Proc. R. Soc. Lond. Math. Phys. Eng. Sci.*, Vol. 299, N°1458, pp. 291–306, 1967.
- [89] B. R. Lawn, A. G. Evans, "A model for crack initiation in elastic/plastic indentation fields," *J. Mater. Sci.*, Vol. 12, N°11, pp. 2195–2199, 1977.
- [90] G. A. Gogotsi, S. P. Mudrik, "Glasses: New approach to fracture behavior analysis," *J. Non-Cryst. Solids*, Vol. 356, N°20–22, pp.1021–1026, 2010.
- [91] G. A. Gogotsi, "Fracture toughness testing of materials by the EF method," *Inorg. Mater.*, Vol. 42, N°5, pp. 567–572, 2006.
- [92] R. Morrell, A. J. Gant, "Edge chipping of hard materials," *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, Vol. 19, N°(4–6), pp. 293–301, 2001.
- [93] H. Chai and B. R. Lawn, "A universal relation for edge chipping from sharp contacts in brittle materials: A simple means of toughness evaluation," *Acta Mater.*, Vol. 55, N°7, pp. 2555–2561, 2007.
- [94] I. Hervas , A. Montagne, A. Van Gorp, M. Bentoumi, A. Thuault, A. Iost, "Fracture toughness of glasses and hydroxyapatite: A comparative study of 7 methods by using Vickers indenter," *Ceramics. International*, Vol.42, Issue.11 pp.12740-12750, 2016.
- [95] H. Tada, P. C. Paris, G. R. Irwin, "The stress analysis of cracks handbook 2nd ed. by, 3rd ed., Vol. 1, 1 vols. ST. Louis: MO: Del Research Corporation, 1977.
- [96] J. S. Field, M. V. Swain, R. D. Dukino, "Determination of fracture toughness from the extra penetration produced by indentation-induced pop-in," *J. Mater. Res.*, Vol. 18, N°6, pp. 1412–1419, 2003.
- [97] J.Gubicza, A.Juhász, J.Lendvai, "A new method for hardness determination from depth sensing indentation tests," *J. Mater. Res.*, Vol. 11, N°12, pp. 2964–2967, 1996.
- [98] T. Scholz, G. A. Schneider, J. Muñoz-Saldaña, M. V. Swain, "Fracture toughness from submicron derived indentation cracks," *Appl. Phys. Lett.*, Vol. 84, N°16, pp. 3055–3057, 2004.
- [99] J. D. Toonder, J. Malzbender, G. D. With, R. Balkenende, "Fracture toughness and adhesion energy of sol-gel coatings on glass," *J. Mater. Res.*, Vol. 17, N°1, pp. 224–233, 2002.
- [100] J. Malzbender, G. de With, "Energy dissipation, fracture toughness and the indentation load–displacement curve of coated materials," *Surf. Coat. Technol*, Vol. 135, N°1, pp. 60–68, 2000.

CHAPITRE IV

Résultats expérimentaux et discussions

4.1 Introduction

Ce chapitre est divisé en deux parties, la première consiste à étudier expérimentalement les procédés de fabrication des matériaux utilisés (verre Crown, verre Flint et verre céramique Zerodur®). Nous présentons des résultats obtenus par le rodage et le polissage en abrasifs libres et liés (pastilles). L'état de surface (rugosité) est caractérisé au moyen d'un profilomètre optique.

Dans la deuxième partie, et en utilisant la technique d'indentation classique, nous estimons la ténacité K_{Ic} à partir de la longueur de fissures formées à l'aide de différentes relations en fonction des hypothèses faites sur la géométrie des fissures. Les résultats obtenus sur ces différents verres, ainsi que leurs dispersions, sont comparés.

Par la suite, nous visualisons le comportement de chaque verre permettant de déterminer les propriétés et suivre l'effet de la fatigue mécanique en fonction du nombre de cycles, de la charge d'indentation et du temps de maintien à la charge maximale au cours de l'indentation cyclique.

4.2 Matériaux et méthodes

4.2.1 Matériaux utilisés

Les matériaux utilisés sont des verres minéraux fragiles à base de silice. Les verres Sodo-calciques sont des verres les plus répandus, ils sont utilisés dans l'industrie pour la fabrication industrielles à usage alimentaire : bouteilles, flacons et des verres à boire mais aussi des verres plats (flotté) pour le vitrage industriel : double vitrage (bâtiments) et vitrage feuilleté ou trempé (pare-brise de véhicule) de protection solaire. La technologie du verre « Float glass » a été découverte par Pilkington Brothers dans les années 1950 [1]. Le verre flotté est teinté dans la masse grâce à des colorants (oxydes métalliques) ajoutés à la composition du Float. Il a une qualité de surface excellente, transparente et lisse, il résiste aux chocs thermiques et possède un taux d'absorption énergétique très élevé.

Les Crowns K5 sont les verres les plus utilisés en conception optique. Une lentille convexe en crown et une lentille concave en flint réalisent les premiers doublets optiques pour corriger l'aberration chromatique ou sphérique ; leurs compositions restent proches de celle du verre flotté avec une forte teneur en silice, en soude et en calcium. Les verres crown ont un faible indice de réfraction et un nombre d'Abbe élevé, supérieur à 50.

Les verres Flints KzSFN5, très riches en plomb, ont un fort indice de réfraction et sont très dispersifs par rapport aux verres précédents. Ils sont utilisés généralement dans la verrerie d'art pour leur brillance, dans le domaine des verres optiques et dans la protection des écrans.

Les verres Silico-boro-calciques ou vitrocéramiques de type Zerodur®, sont constitués de microcristaux dispersés dans une phase vitreuse. Le Zerodur® de Schott reste relativement transparent à l'œil car les indices de réfractifs de la matrice vitreuse et de la phase cristallisée sont proches ; cependant la dispersion créée par la

présence de nano cristaux empêche son utilisation dans des optiques passives, c'est-à-dire pour transmettre la lumière [2-4]. Les vitrocéramiques résistent à des chocs thermiques exceptionnellement élevés, supérieurs à 300 Kelvin, et possèdent un faible coefficient de dilatation. Ses utilisations les plus connues sont les plaques de cuisson et la réalisation de grands miroirs astronomiques.

Les verres utilisés sont de dimension rectangulaire 32x23x5 mm³ pour le crown et 32x23x6 mm³ pour le flint, de dimension carrée 44x44x8mm³ pour le verre Flotté et sous forme de cylindre 25x12mm² pour le Zerodur®.

Les compositions chimiques et physiques des quatre nuances déterminées par diffraction des rayons X et par mesure de l'indice de réfraction (Réfractomètre Abbe de Carl Zeiss) sont présentées dans le tableau 4.1 :

Verres	Propriétés physiques				Composition %											
	P	n	V	v	SiO ₂	Na ₂ O	CaO	K ₂ O	MgO	Al ₂ O ₃	P ₂ O ₅	Li ₂ O	TiO ₂	ZrO ₂	A ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃
Flotté	2,47	1,44	61,3	0,20	70,3	13,8	10	0,6	4,1	1,1	-	-	-	-	-	0,1
Crown K5	2,5	1,52	58,6	0,22	71,7	13,5	10,2	0,73	2,77	1,1	-	-	-	-	-	-
Flint lourd	3,67	1,65	39,6	0,28	38,9	-	-	5,24	-	-	55,86	-	-	-	-	-
Zerodur®	2,53	1,52	56,2	0,24	55,8	0,5	-	-	1	26,3	7,9	3,7	2,3	1,9	0,5	0,1

Tableau 4.1: Composition chimiques et physiques des verres utilisés (ρ: densité (gr/cm³), n: Indice de réfraction, V: Nombre d'Abbe et v: Coefficient de poisson).

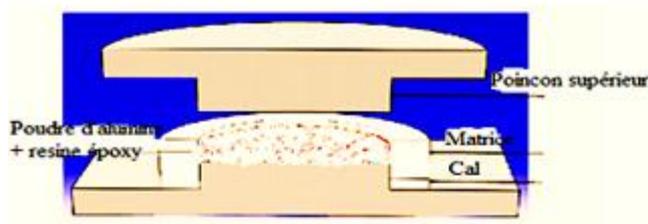
4.2.2 Elaboration des grains abrasifs liés (pastilles en oxyde d'alumine et en oxyde de cérium)

Les pastilles élaborées pour le rodage sont à base d'alumine Al₂O₃ de type corindon blanche à 98 % de pureté, d'une dureté 9 sur l'échelle de Mohs et une densité de 3,89 g/cm³. La préparation consiste à mélanger 70 % d'alumine en masse avec 30 % de résine époxy pendant 10 minutes pour rendre le mélange homogène.

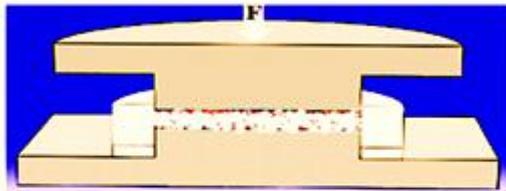
Des pastilles de différentes tailles de grains (40, 30, 15, 7 et 3 μm) ont été élaborées. Les paramètres d'élaboration : l'effort de compactage, la température de cuisson, le temps de maintien et la proportion abrasive-liant, sont constants pour toutes les pastilles. La mise en forme réalisée en mode uni-axial consiste à soumettre une quantité de mélange déposée dans une matrice fermée avec un effort de compactage de 10 KN. Les pastilles sont ensuite cuites à une température de 150°C.

Les pastilles élaborées pour le polissage de précision sont à base d'oxyde de cérium CeO₂ de type CERI 100VO blanche de la société Piplow et Brandt, elles ont 10 mm de diamètre et une taille de grain moyenne de 0,5 μm.

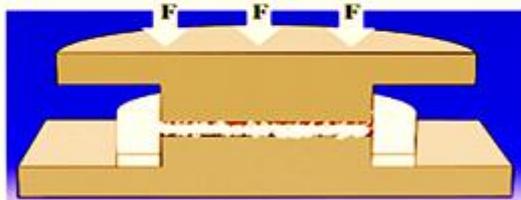
Les figures 4.1 et 4.2 montrent respectivement le principe d'élaboration et les différents matériels utilisés pour la compression des pastilles.



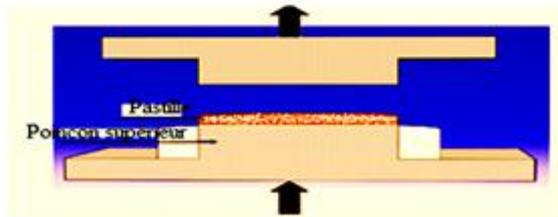
1. Remplissage de la poudre en Alumine/ Cérium



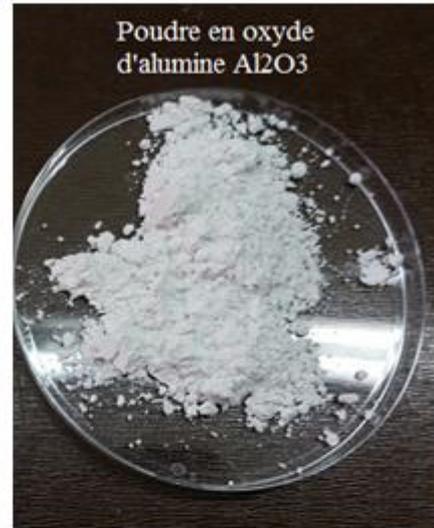
2. Pré-compaction



3. Compactage



4. Ejection de la pastille



Poudre en oxyde d'alumine Al_2O_3



Poudre en oxyde de cérium CeO_2

Figure 4.1: Principe d'élaboration des pastilles

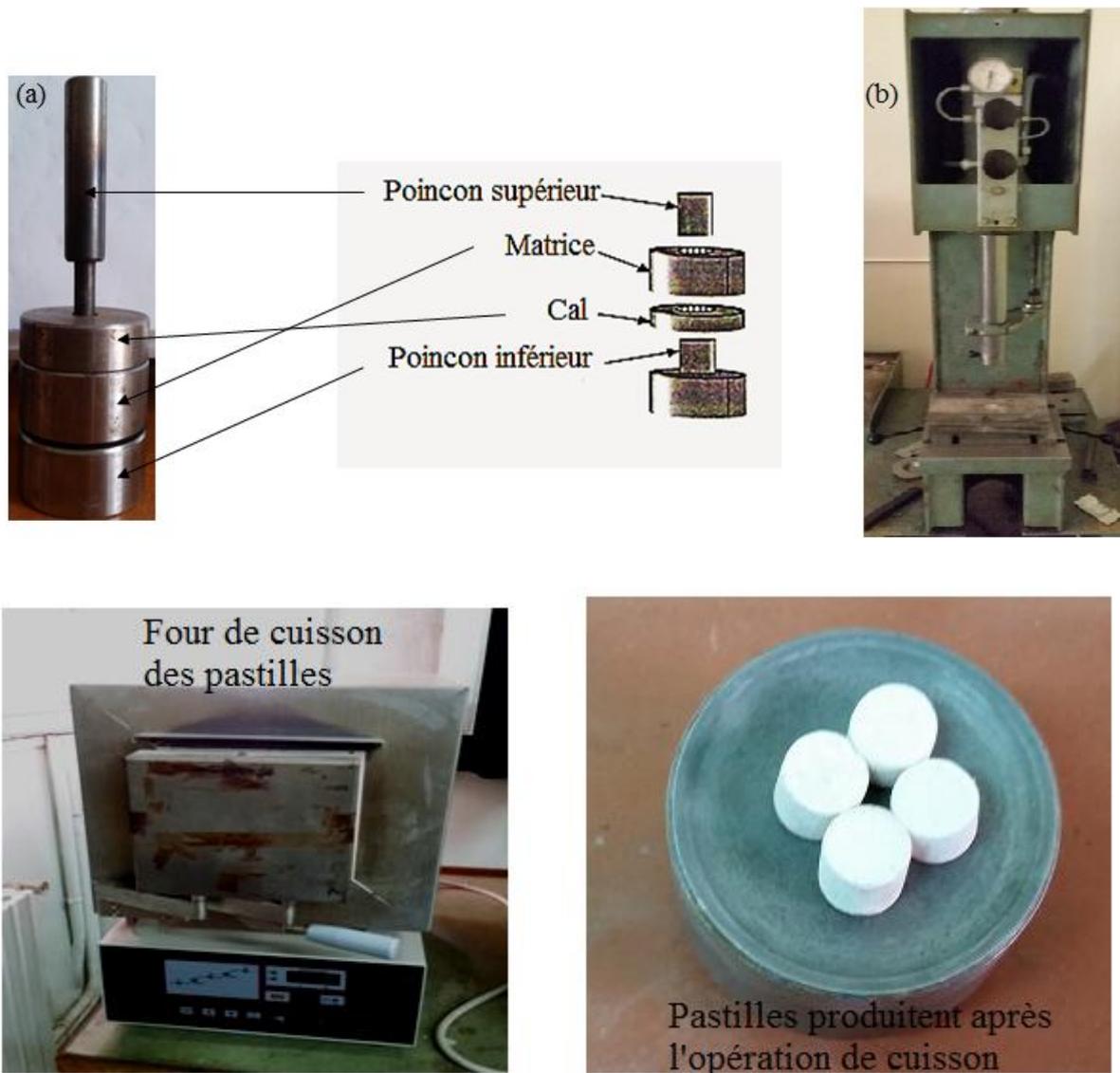


Figure 4.2 : Matériels utilisés pour la compression et la cuite des pastilles

4.2.3 Rodage et polissage par pastilles

Le rodage et le polissage par pastille sont effectués sur la même machine classique constituée d'un porte pièce qui tourne à une vitesse de rotation moyenne de 60 tr/min. Les pastilles sont collées sur le porte outil qui tourne en sens inverse de l'échantillon fixé sur le porte pièce par la résine (Fig.4.3). Ce dernier tourne à une vitesse constante et oscille à des amplitudes réglables selon le diamètre du rodoir. Les paramètres de l'opération de rodage/polissage sont les mêmes que ceux de rodage/polissage par abrasifs libres. Durant l'opération l'eau alimente la zone de travail (Fig. 4.4).

Au cours des essais de rodage et de polissage, des précautions ont été mise en place afin d'assurer un bon déroulement de nos expériences : les pastilles et les verres doivent bien adhérer, les pastilles produites doivent être rapidement opérationnelles, afin d'éviter toute sorte de contaminations et de mettre de grandes masses sur le porte pièce qui risquent la destruction du montage.

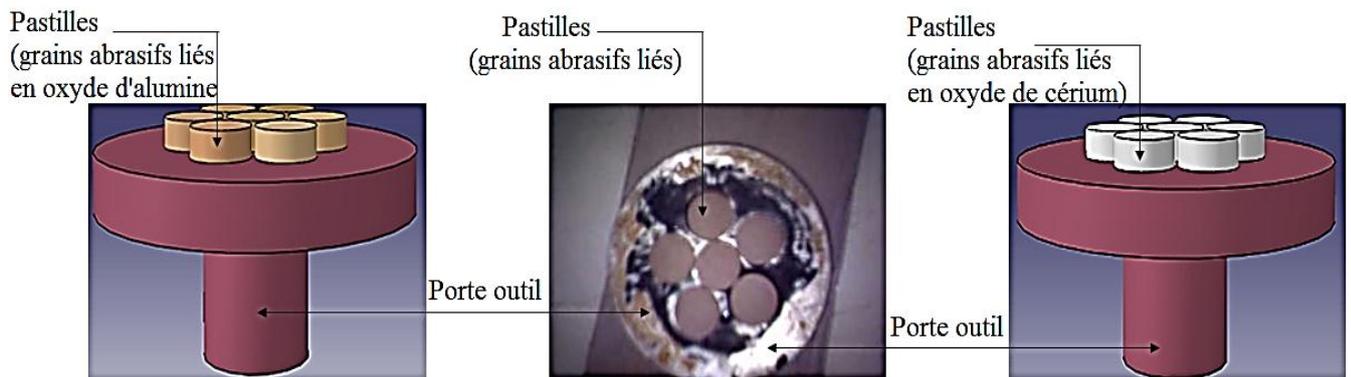


Figure 4.3 : Fixation des pastilles en rodage et en polissage

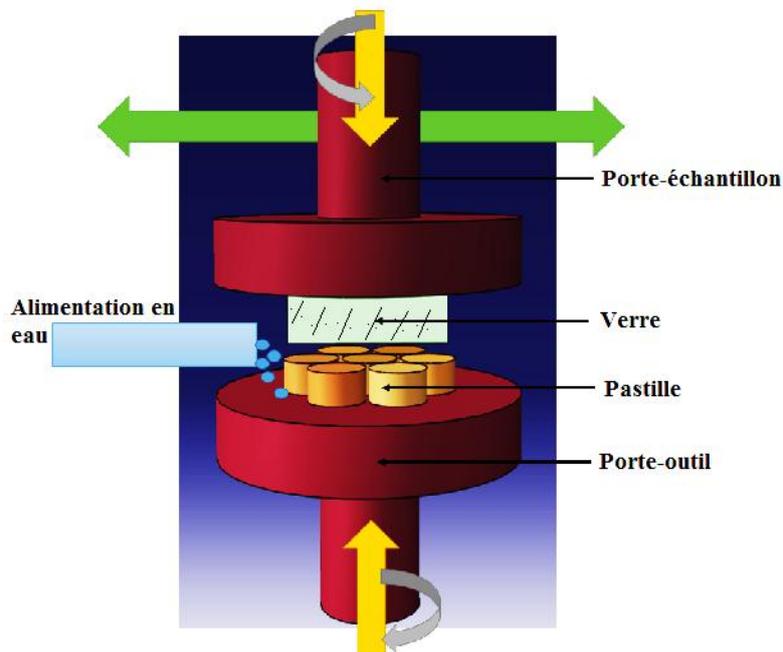


Figure 4.4 : Principe de rodage par des grains abrasifs liés (pastilles)

4.2.4 Choix du liant (Polissoir)

Une étude préalable a permis d'établir les paramètres optimaux d'élaboration : à savoir l'effort de compactage de 10 KN, la durée de maintien au compactage de 30 secondes et la durée de maintien à la cuisson de 60 minutes. La comparaison des pastilles en fonction de leurs qualités et efficacités a été faite pour les tailles de grains abrasif 40 μm et 30 μm , liés par les trois types de liant :

le polyuréthane, les chutes du verre en silice, et la résine.

Des essais préliminaires ont été effectués à l'aide du verre Flint pour visualiser et choisir le type de liant à utiliser pour les deux procédés. La quantité de matière enlevée est caractérisée par une perte de masse Δm ($\Delta m = (m_0) \text{ avant} - (m_1) \text{ après}$) mesurée par une balance digitale Sartorius de sensibilité 0,1 mg.

Les figures (4.5 – 4.8) mettent respectivement en évidence la variation de la perte en masse et de la rugosité en fonction du temps de rodage du verre flint lourd pour les

deux tailles de grains abrasifs utilisés et les trois types de liants. On remarque une différence de comportement pour la perte en masse et la rugosité : la perte en masse varie linéairement avec le temps de rodage ; par contre la rugosité diminue rapidement pour les 3 premières minutes et atteint le minimum dès 7 minutes.

Nous remarquons aussi que les courbes de la perte en masse, ainsi de la rugosité pour les deux tailles abrasives (40 μm et 30 μm) et les trois liants utilisés ont presque les mêmes allures, exceptées pour le liant polyuréthane qui a un comportement différent par rapport aux deux autres. En effet, les meilleurs résultats pour la perte en masse et la rugosité sont obtenus par les pastilles liées par résine indépendamment de la taille de grains abrasifs, ce qui peut être associé à la nature du liant et la qualité de sa liaison avec les grains abrasifs; liaison attribuée 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.

La liaison par résine est plus forte que celle par polyuréthane à cause de la faible mouillabilité de cette dernière avec les grains abrasifs d'alumine. En même temps, elle est moins solide que la liaison par le verre et fritté à une température permettant 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. Par conséquent la perte en masse est moins importante que celle réalisée par les pastilles liées par résine. Il a été remarqué que les pastilles liées par polyuréthane sont de piètre qualité à cause de leur effritement très rapide lors du rodage avec des tailles de grain 40 et 30 μm , d'où une très courte durée de vie qui est égale à une seule phase de rodage, et une dispersion des résultats pour la perte en masse en fonction du temps de rodage (Figs. 4.5 et 4.6).

Le liant verre est plus solide, d'où une usure relativement faible en comparaison avec les autres liants. Cependant cette durée de vie très élevée n'est pas toujours accompagnée d'une bonne efficacité. Après les essais préliminaires et les résultats trouvés pour le verre Flint, les pastilles en résine époxy sont choisies comme correspondant à un liant efficace, procurant une rugosité réduite comparée à celle obtenue avec les autres liants, et une usure plus faible procurant une plus grande durée de vie.

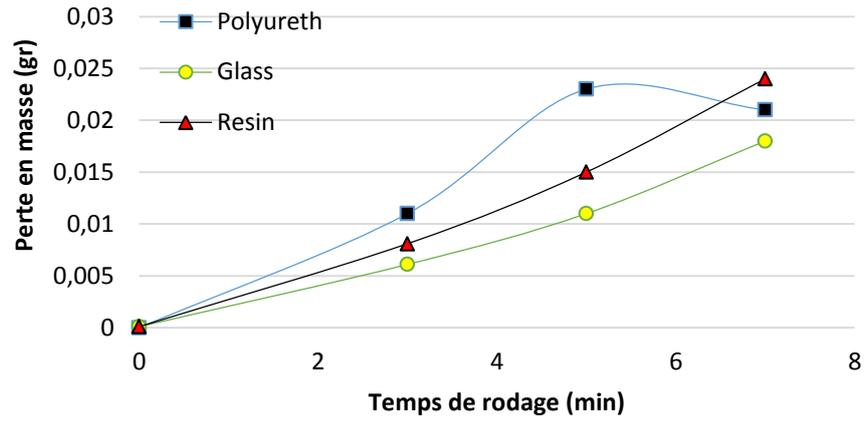


Figure 4.5: Evolution de la perte en masse en fonction du temps de rodage du verre Flint lourd pour une taille de grain 40 µm et pour les trois types de liant

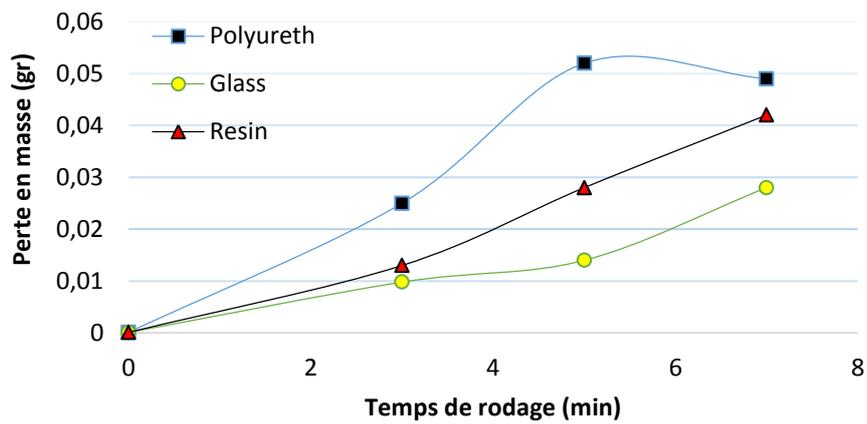


Figure 4.6 : Evolution de la perte en masse en fonction du temps de rodage du verre Flint lourd pour une taille de grain 30 µm et pour les trois types de liant

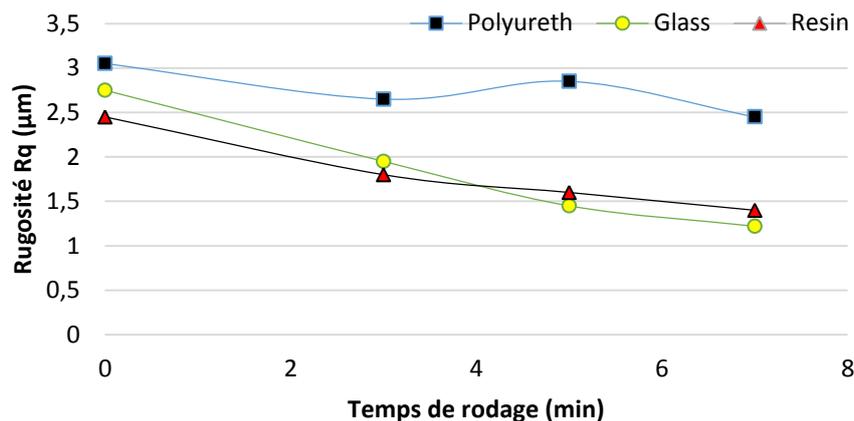


Figure 4.7 : Evolution de la rugosité Rq en fonction du temps de rodage du verre Flint lourd pour une taille de grain 40 µm et pour les trois types de liant

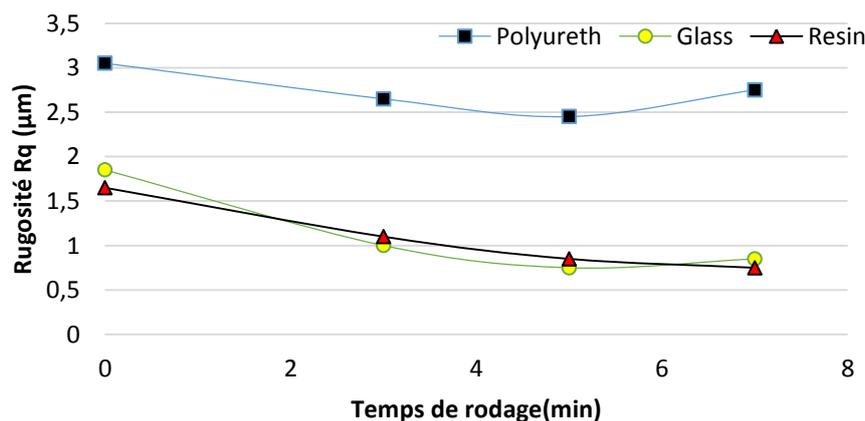


Figure 4.8 : Evolution de la rugosité Rq en fonction du temps de rodage du verre Flint lourd pour une taille de grain 30 µm et pour les trois types de liant

4.2.5 Opération de rodage et polissage

La figure 4.9 montre le principe du rodage et polissage du verre par des grains abrasifs libres et liés (pastilles). En effet, l'opération de rodage a été effectuée sur une machine classique, constituée d'un porte outil qui tourne à une vitesse de rotation de 124 tr/min. Les grains abrasifs liés sont collés sur le porte outil, qui tourne en sens inverse de l'échantillon de verre, fixé sur le porte pièce par des résines. Ce dernier tourne à une vitesse constante et oscille à des amplitudes réglables selon le diamètre du rodoir. Les grains abrasifs utilisés sont du type α -alumine (Al_2O_3) (Abralox, qualité E, de la société Pieplow et Brandt GmbH). Les trois types de verre : verre céramique (Zerodur®), Crown K5 et Flint lourd de Schott sont polis successivement

par différentes tailles de grains : 40, 30, 15, 7 et 3 μm , pendant une durée de 60 minutes, puis à l'aide d'un polissoir plus doux et des grains abrasifs d'oxyde de cérium (CEROX 1660-1663). Le polissage permet d'obtenir une surface transparente, la diminution de la rugosité et la mise en forme à la précision nécessaire. Le temps de polissage des verres Crown et Flints varie de 0 à 15 min, par contre le Zerodur®, difficile à polir, nécessite un temps de polissage important pouvant aller jusqu'à 45 minutes.

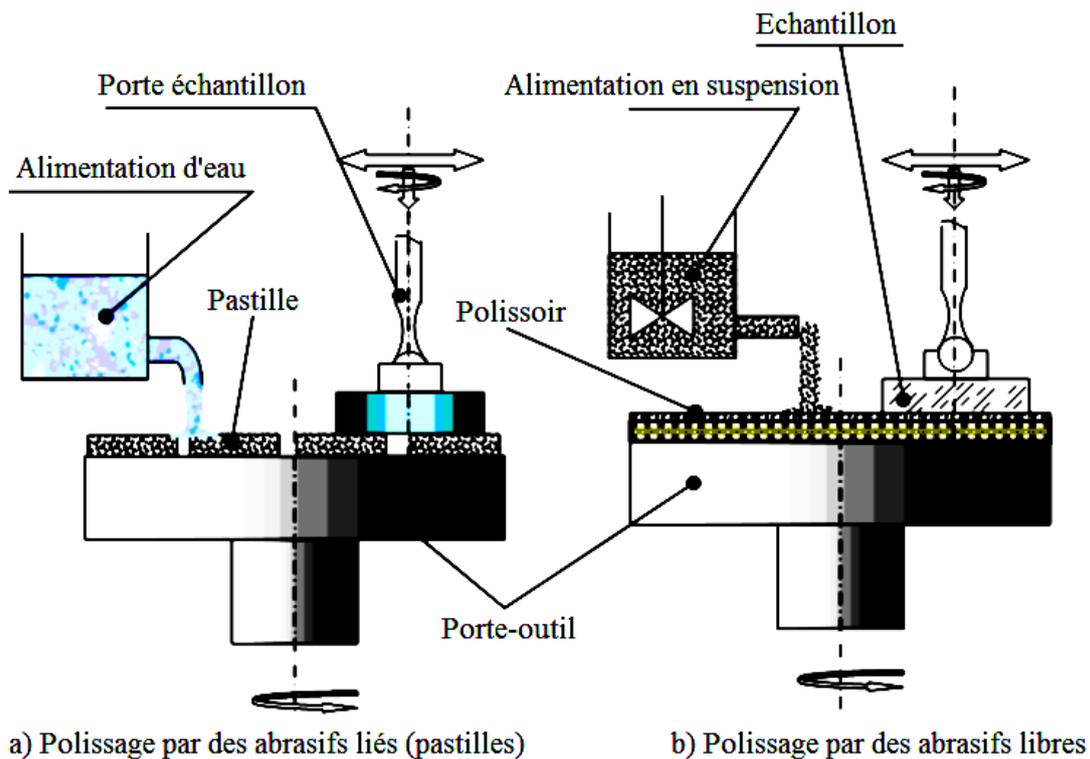


Figure 4.9 : Principe du rodage et polissage du verre par des grains abrasifs libres et liés (Pastilles).

La figure 4.10 présente trois types de verres (Crown K5, Flint lourd et Zerodur®), qui sont rodés et polis par des grains abrasifs liés (pastilles).

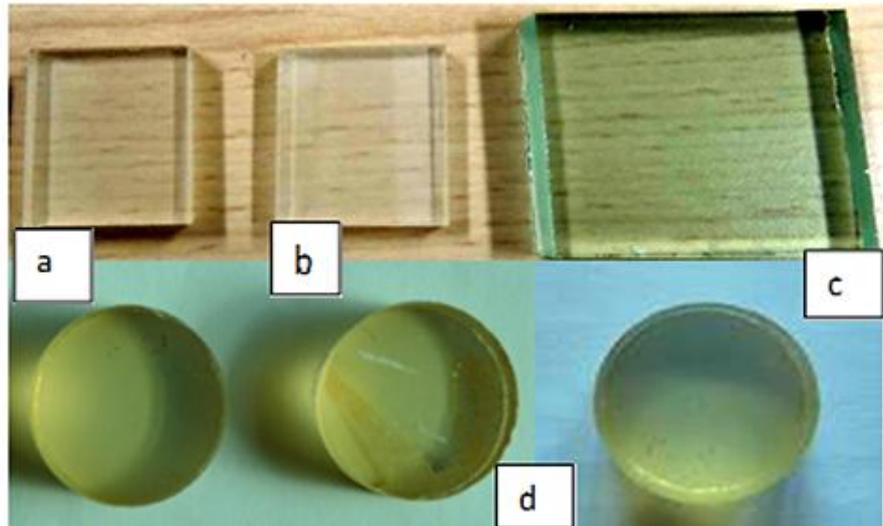


Figure 4.10 : Rodage et polissage des verres par des grains abrasifs liés:
(a) Flint lourd, (b) Crown K5, (c) verre Flotté
(non rodé et non poli) et (d) verre céramique Zerodur®.

4.3 Caractérisation de la surface des matériaux fragiles (rugosité)

Pour évaluer la surface après les essais de grande durée, une Profilométrie a été réalisée [5]. Ce type d'expérience peut être effectuée avec différents matériaux et diverses rugosités : métalliques, composites, plastiques, verres [6].

Le profilomètre optique Veeco Wyko NT 9300 est utilisé pour visualiser les critères de rugosité (Fig. 4.11). Les caractéristiques techniques de cette machine sont comme suit :

- 01) Volume utile : 200mm x 200mm x 100mm
- 02) Mesure élémentaire de 640 x 480 pixels
- 03) Etendue supérieure par technique de stitching
- 04) Résolution verticale maximale : 3 Angström
- 05) Masse maximale : 10Kg.

Le profilomètre optique est associé d'un logiciel Visual 4.0 qui utilise la méthode VSI, c'est un système optique de non-contact permettant de mesurer des surfaces rugueuses avec une dénivellation de plusieurs millimètres. Cette méthode d'interférométrie à balayage vertical se base sur une lumière réfléchi par un miroir de référence combinée avec la lumière réfléchi par l'échantillon pour produire des franges d'interférence. La frange présente un meilleur contraste à la distance focale. La dénivellation maximale de mesure est de 2 mm et la résolution est de 3 nm.



Figure 4.11 : Profilomètre optique de type Veeco (Wyko NT9300).

4.3.1 Principe du profilomètre

Le Profilomètre optique présente une lumière monochromatique centrée sur une longueur d'onde de $\lambda=550$ nm. Cette machine est utilisée pour caractériser la surface des matériaux (rugosité) et ainsi pour déterminer la longueur des fissures des échantillons après l'essai d'indentation.

Il existe différents objectifs qui sont montés sur une tourelle avec des systèmes optiques de Michelson et Mirau. La figure 4.12 montre le système optique de l'objectif de Michelson.

Ce système peut fonctionner avec deux modes différents: PSI (interférométrie à décalage de phase) et VSI (balayage vertical interférométrie). Pour le premier mode, "un transducteur piézoélectrique se déplace linéairement sur la surface de référence d'une petite quantité connue, pour provoquer un déphasage entre le test et les faisceaux de référence. Le système enregistre l'intensité, puis convertit l'intensité de front d'onde des données en intégrant les données d'intensité". (Citation extraite de la documentation technique Veeco). Cette technique est utilisée lorsque la différence entre les points de mesure adjacents est supérieure à $\lambda / 4$ sinon une erreur plus élevée pourrait être faite. En conséquence, cette technique est utilisée seulement pour des échantillons qui ont des surfaces plates, continues et assez lisses.

Concernant le second mode, "l'objectif interférométrique se déplace verticalement pour balayer la surface à différentes hauteurs". Comme le système balaye vers le bas, un signal d'interférence pour chaque point de la surface est enregistré. Enfin, la

position verticale correspondant à la crête du signal d'interférence est extraite pour chaque point sur la surface.

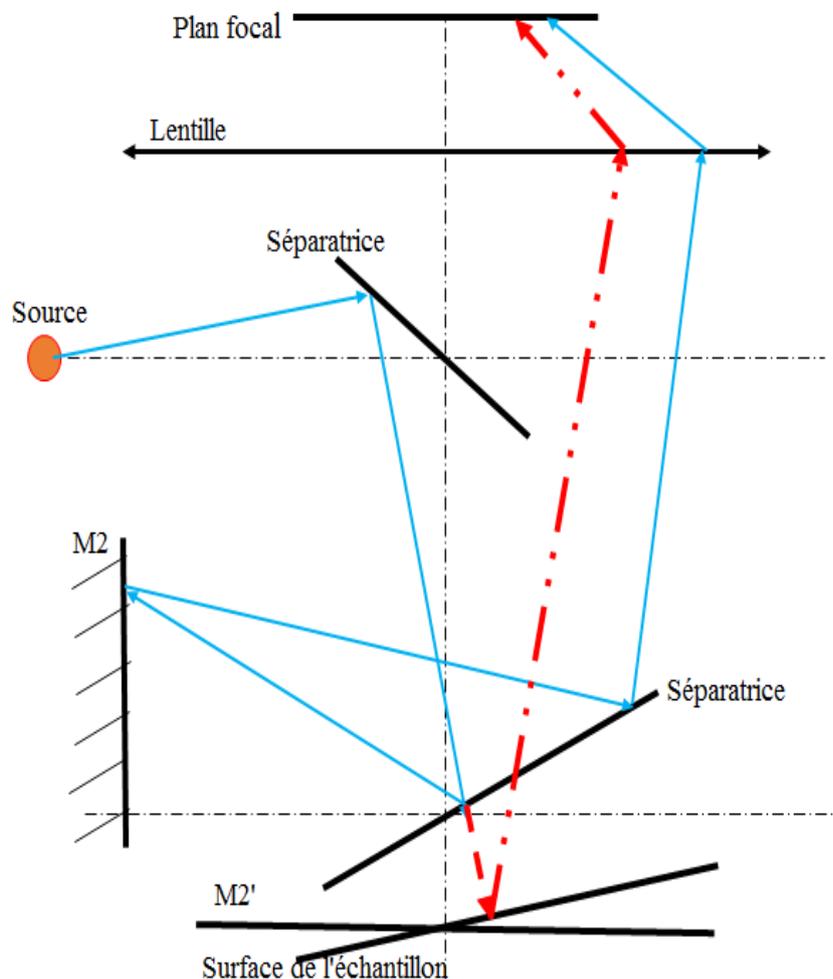


Figure 4.12 : Principe optique de l'objectif Michelson

4.3.2 Etat de surface

La rugosité est étudiée par le Profilomètre optique VeecoWyko NT9300. Le verre crown K5 permet d'obtenir une rugosité satisfaisante comparée à celle du verre Flint lourd et Zerodur®.

La technique du polissage par pastilles présente une qualité de surface meilleure pour les trois verres étudiés. En effet, les valeurs de rugosité R_a présentées dans les figures (4.13 – 4.15) semblent presque identiques pour les deux verres traités: ($R_a = 10$ nm) pour Flint lourd et Zerodur® et elle est minimale ($R_a = 8$ nm) pour le verre K5. Concernant les valeurs de rugosité R_q , elles sont de 10 nm et 20 nm pour les deux verres (K5 et Zerodur®) et Flint lourd respectivement. Ceci peut être expliqué par les différentes dimensions de grains utilisés, les conditions de travail, la nature du verre et ainsi qu'à la difficulté de polissage des verres céramiques par pastilles.

Les figures 4.16 et 4.17 représentent respectivement la variation des rugosités R_a

et R_q en fonction du temps de polissage. La rugosité des deux verres (K5 et Flint lourd) diminue rapidement pendant les 5 premières minutes, puis atteint le minimum vers 10 ou 12 minutes. Par contre la rugosité du Zerodur®, diminue lentement pour les 10 premières minutes, elle atteint un minimum vers les 15 minutes, puis elle commence à se stabiliser à partir de 20 minutes. On a remarqué que les deux verres étudiés K5 et Flint lourd sont faciles à polir puisque le temps de polissage est réduit, par contre le verre Zerodur® difficile à polir, demande un temps de polissage important.

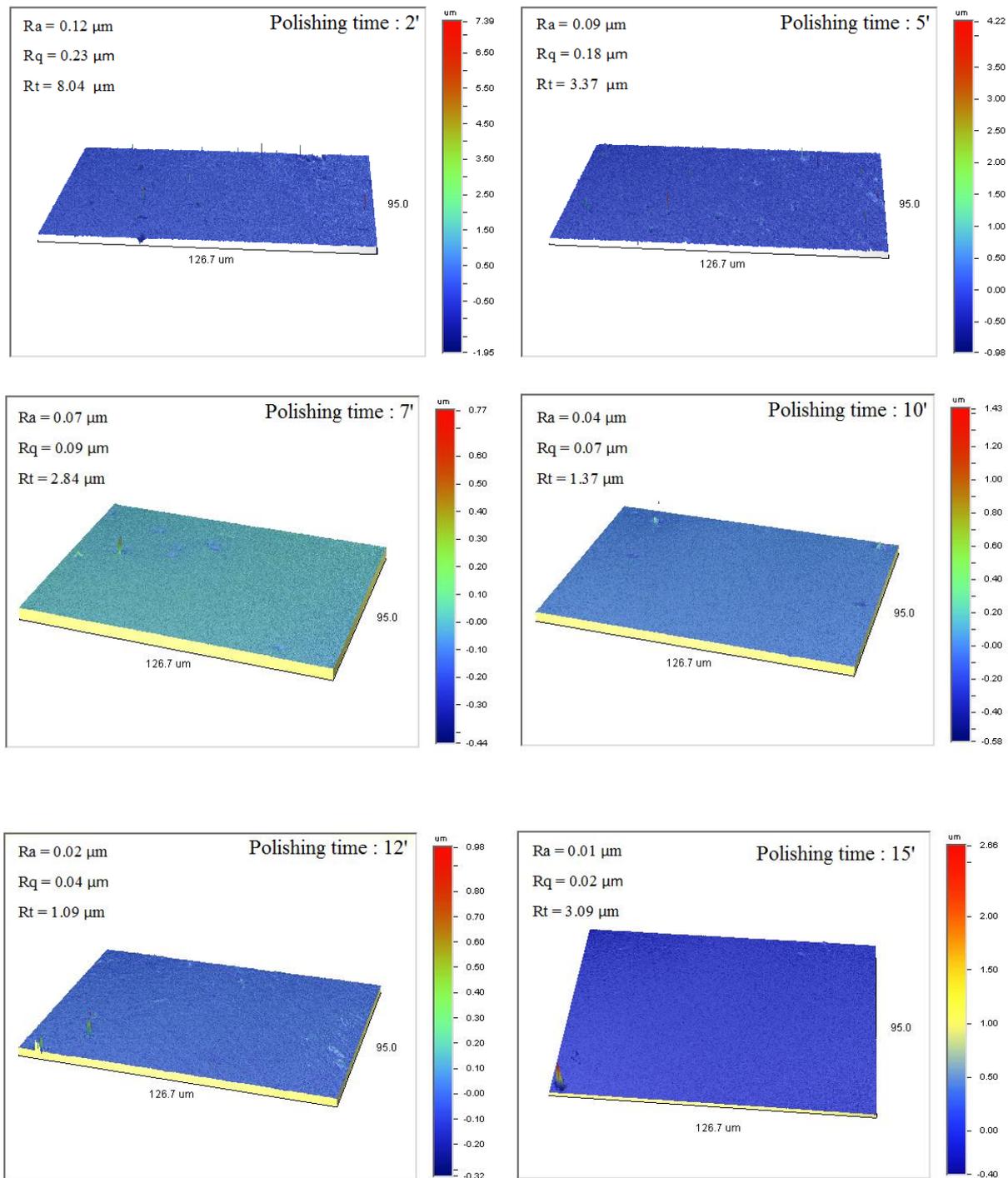


Figure 4.13: Rugosité en 3D obtenue pour le verre Flint lourd

poli par pastille.

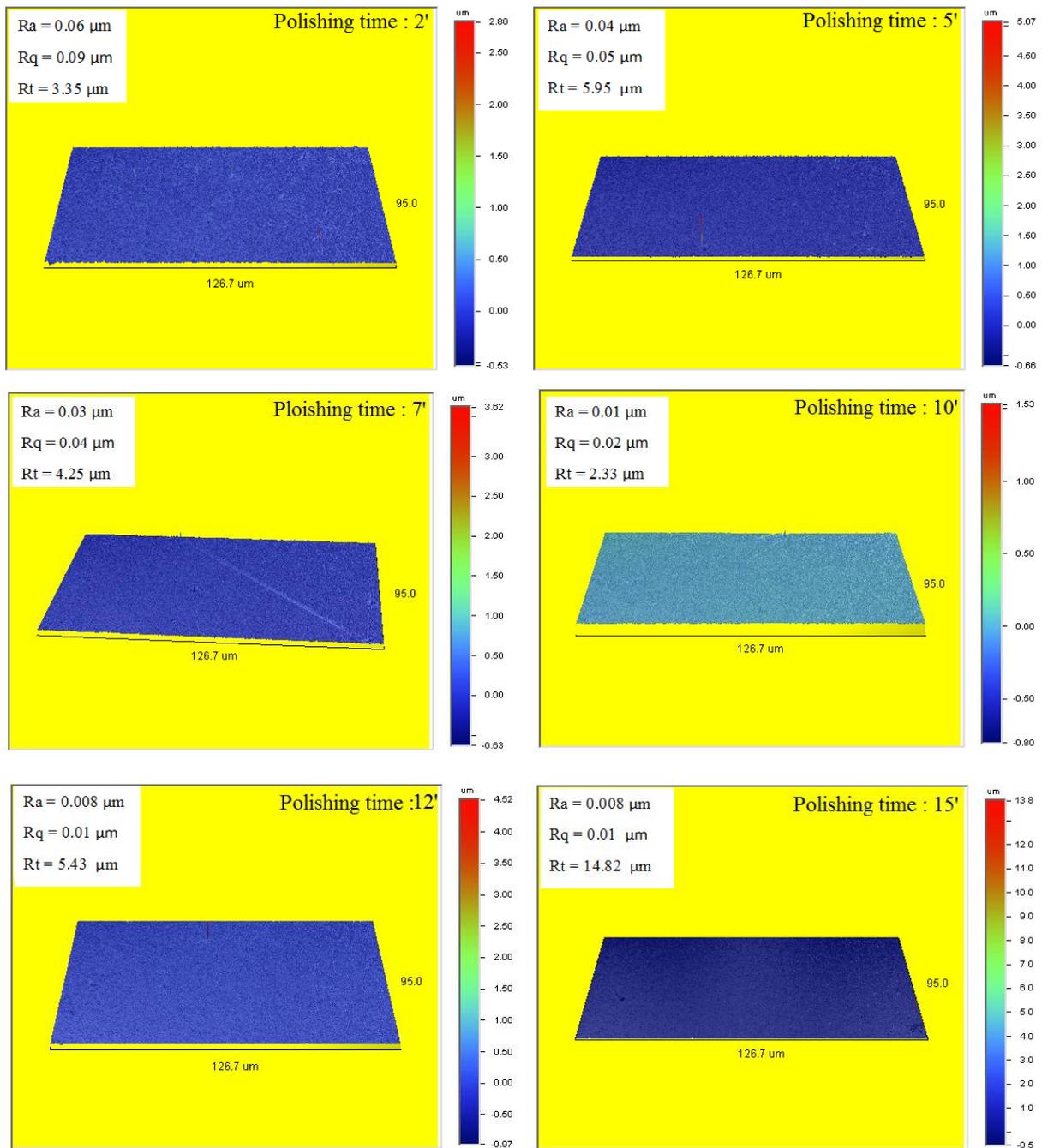


Figure 4.14: Rugosité en 3D obtenue pour le verre Crown K5 poli par pastille.

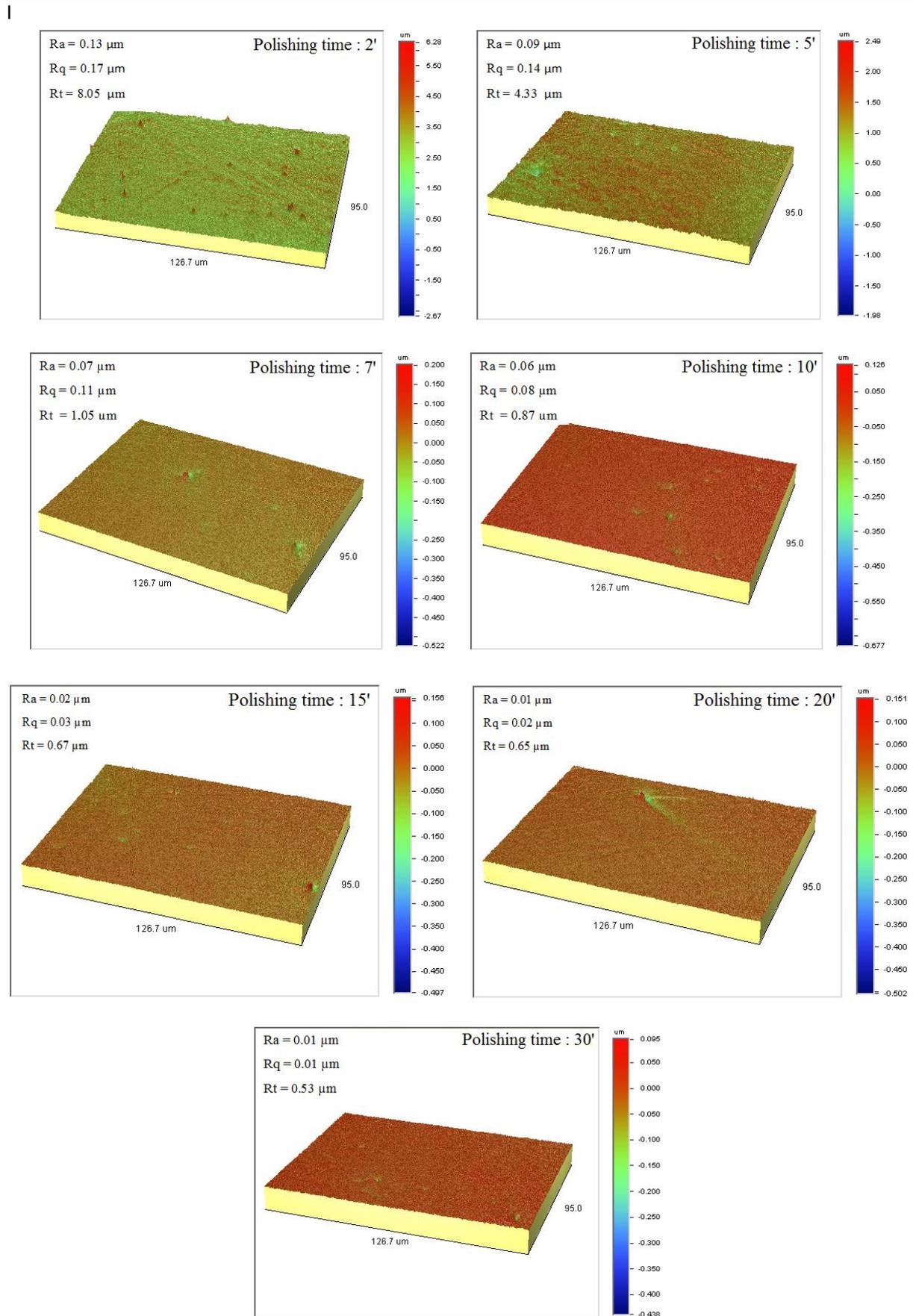


Figure 4.15: Rugosité en 3D obtenue pour le verre Zerodur® poli par pastille

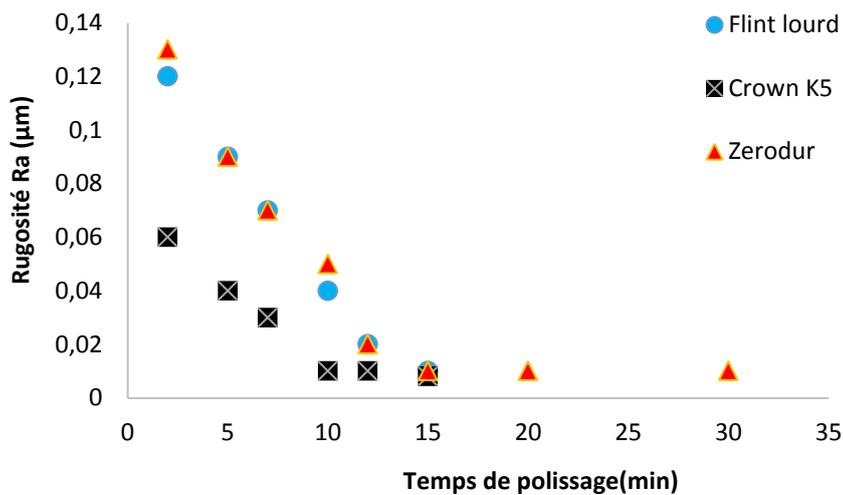


Figure 4.16: Evolution de la rugosité Ra en fonction du temps de polissage

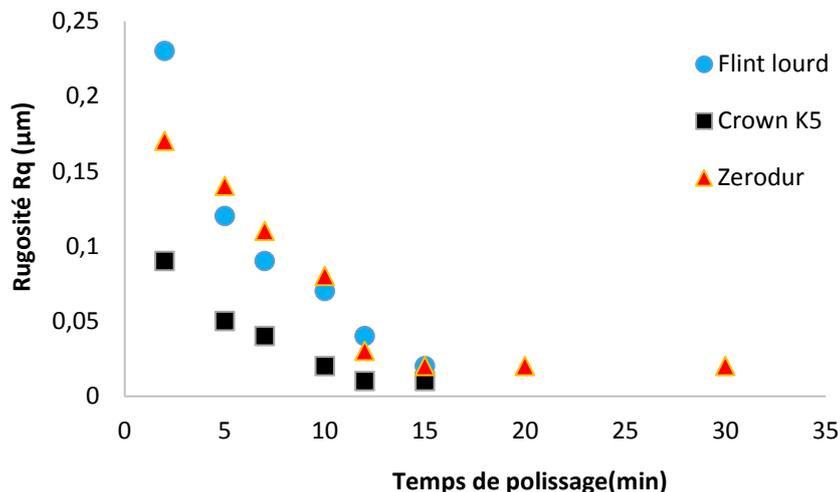


Figure 4.17: Evolution de la rugosité Rq en fonction du temps de polissage

4.3.3 Micrographie des verres obtenus par le microscope électronique à balayage

Pour obtenir des images avec une plus grande précision, nous observons également la surface des verres utilisés au moyen d'un microscope électronique à balayage MEB (Fig. 4.18). Cet instrument qui travaille avec un faisceau d'électrons offre des performances suivantes :

a) Grossissement :

Mode de Zoom (MAG) : de 10 à 300x (à une distance de travail de 39 mm)

b) Résolution d'image à 35 KV:

- A 8 mm de distance : 3,5 nm garantie
- A 39 mm de distance : 10 nm garantie

c) Courant de sonde :

de 10^{-12} à 10^{-5} Ampère

Pour avoir une image de l'échantillon il faut que celui-ci soit conducteur. En effet une surface conductrice laissera passer le faisceau d'électrons jusqu'au capteur, alors qu'une surface isolante ne le fera pas. Or, le verre et le verre céramique sont de très bons isolants. Pour ce faire, nous allons métalliser nos échantillons.



Figure 4.18 : Microscope électronique à balayage conventionnel Hitachi S-520

4.3.3.1 Equipements périphériques pour la métallisation des échantillons

Pour métalliser les échantillons non métalliques (verre, verre céramique), nous disposons des équipements suivant (Fig.4.19):

- Une bouteille de gaz (argon),
- Pulvérisateur cathodique de type SC500 Emescop)
- Une enceinte

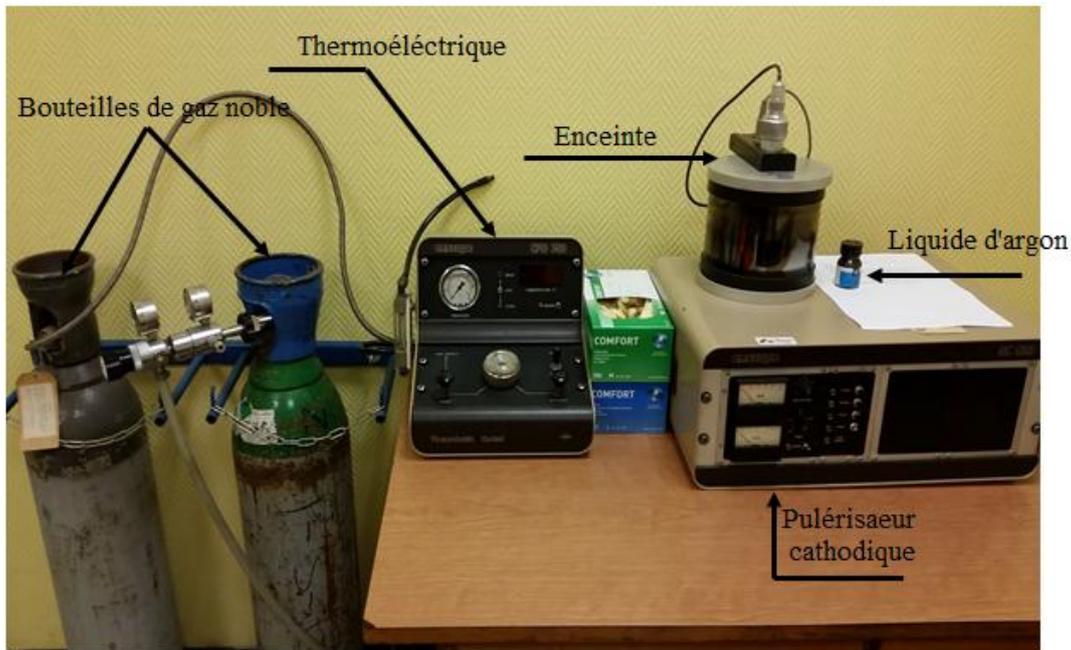


Figure 4.19 : Matériels utilisés pour la métallisation

4.3.3.2 Métallisation de la surface de l'échantillon

Le phénomène mis en jeu pour la métallisation est la pulvérisation cathodique. Pour être réalisé il faut que l'enceinte soit sous vide. On ajoute alors un gaz noble (Argon), On purge c'est-à-dire le vide doit se trouver entre 4 et 5 torr. Eteindre la lumière pour observer un plasma de couleur rose qui se forme au niveau de la surface grâce à un courant d'environ 30 et 40 mA. Des atomes d'or-palladium se déposent sur l'échantillon. Attendre un instant jusqu'à l'opération se termine, faire diminuer la pression et ensuite nous récupérons nos échantillons (Figs. 4.20 et 4.21).



Figure 4.20 : Principe de la métallisation sur les échantillons utilisés

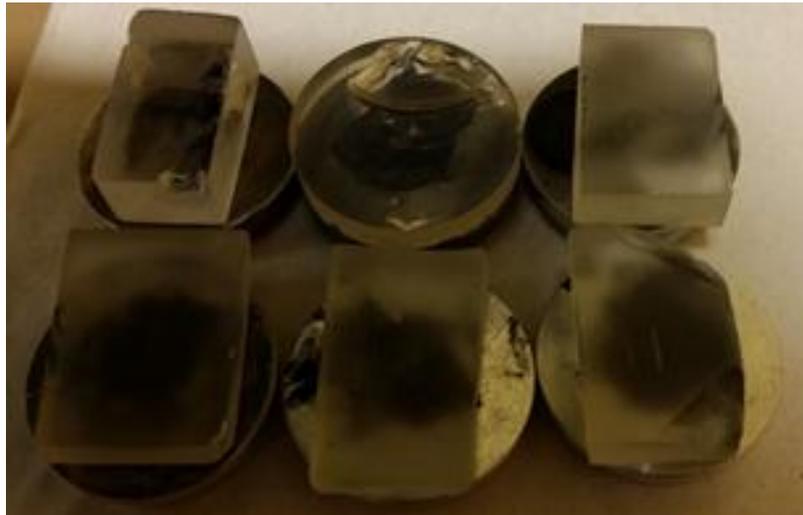


Figure 4.21 : Verres métallisés

4.4 Les micrographies obtenues par MEB

Les micrographies obtenues par microscopie électronique à balayage sont montrées dans les figures (4.22 - 4.24). On constate que le polissage des surfaces des trois verres par des grains abrasifs liés (pastilles) est efficace et meilleur par rapport au polissage par les grains abrasifs libres, seulement la différence réside dans le polissage du verre Crown K5 par pastilles qui donne des résultats meilleurs que celui du verre Flint et Zerodur® sur la qualité et l'état de surface.

En effet, le verre Crown K5 est mieux poli que le Flint et Zerodur® soit par des grains abrasifs libres ou par des grains abrasifs liés (pastilles).

Les micrographies visualisées par le microscope électronique à balayage du verre Flint et du verre Zerodur® montrent des images qui comportent des défauts de surface en creux (Figs. 4.23 (c) et 4.24 (e)).

Ces derniers sont dus à nombre de facteurs, à savoir les caractéristiques des grains abrasifs : (nature, forme, dureté,..), et sur un grand nombre de paramètres technologiques qui entrent en jeu et en particulier le temps d'opération durant les procédés de fabrication. En effet, la surface s'améliore au fur et à mesure que la taille de grain diminue. Ceci est peut-être dû à l'effet de la surface de contact entre grain et la surface du verre. Quand le temps de polissage est optimal, les défauts de surfaces se réduisent permettant ainsi d'obtenir une rugosité minimale avec une qualité de surface meilleure (Figures : 4.22 (b), 4.23 (d), et 4.24 (f)).

En plus, si nous observons les images du verre Crown K5, la rugosité minimale comporte des défauts de surface de faible dimension, et pour un temps optimal, la qualité de surface efficace et acceptable, montre une différence comparée à celle du verre Flint et du verre Zerodur®.

On peut donc conclure que la diminution de la rugosité est proportionnelle à la diminution de la taille des grains.

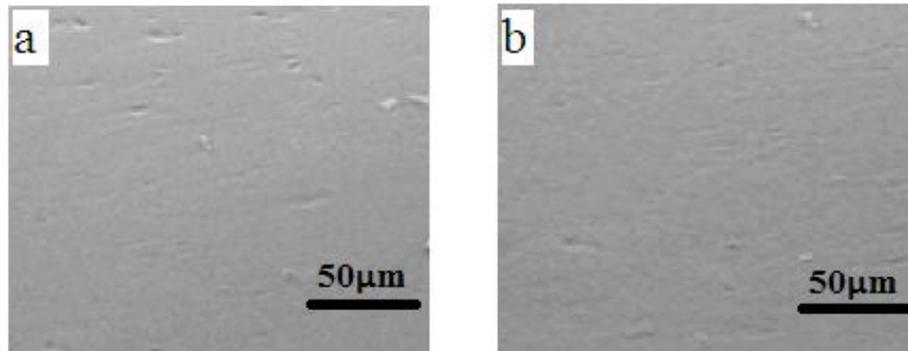


Figure 4.22: Micrographies de la surface du verre Crown K5 poli par des grains abrasifs libre (a) et par pastilles (b)

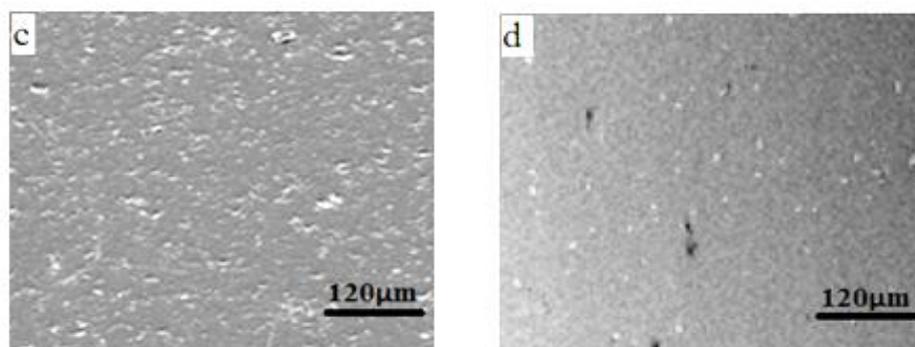


Figure 4.23: Micrographies de la surface du verre Flint lourd poli par des grains abrasifs libre (c) et par pastilles (d)

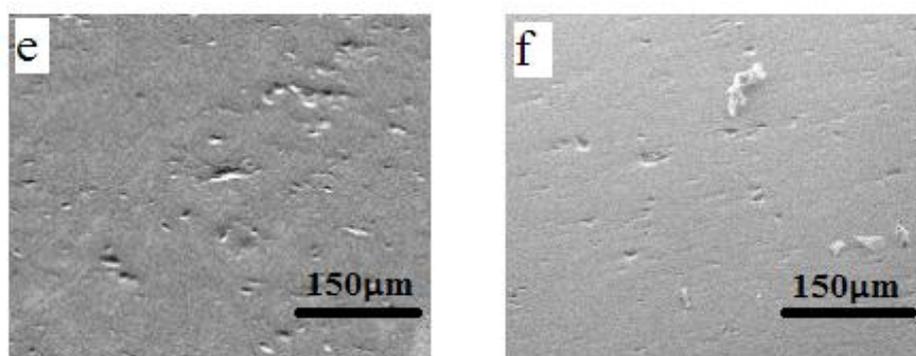


Figure 4.24: Micrographies de la surface du verre Zerodur® poli par des grains abrasifs libre (e) et par pastilles (f)

I

4.5 Technique d'indentation

4.5.1 Moyens utilisés

A/ Machine macro indentation

* L'indentation utilisée durant nos expériences à laboratoire de L'ENSAM (Lille-France) est une machine d'indentation type Zwick ZHU 2.5 (Figure 4.25).

* Le test d'indentation est guidé par la norme ISO [7,9].

* L'étalonnage de la machine a été effectué avec la norme ISO 1477-3 [8,10].

* Les caractéristiques techniques de la machine sont les suivantes:

01/ Force (2 à 2500N): plage de résolution du capteur comprise entre 0,25 et 1%.

02/ Déplacement (5 μ m-1000 μ m): résolution du capteur de 0,05 μ m

03/ Dureté (1N / mm² - 2.10⁴N / mm²):

a - dureté Martens: résolution du capteur de 2%

b- dureté d'indentation: résolution du capteur de 2%.

* Module (10N / mm² 5.10⁵N / mm²): incertitude de 2%

* La machine d'indentation est pilotée par un logiciel Xpert® qui permet d'obtenir des valeurs, des graphiques, des analyses numériques et des images de l'impression grâce à un microscope reposant sur le logiciel.



Figure 4.25: Machine d'indentation Zwick ZHU 2.5

B/ Composition et principe de l'indenteur

La tête (poinçon) de la machine d'indentation est composée d'une coquille, de plusieurs capteurs pour mesurer la force et la profondeur, et un pénétrateur comme le montre la figure 4.26:

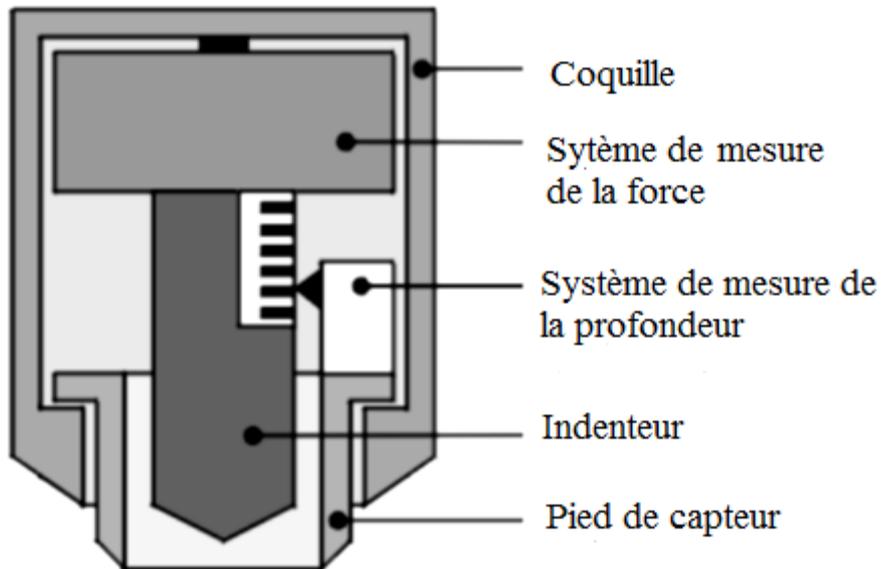


Figure 4.26: Les éléments constructifs de la tête (poinçon) mesurant la dureté Zwick ZHU 2.5KN

La figure 4.27 montre des séquences d'indentation durant un test de dureté de Martens sur une surface d'un échantillon, le principe se fait comme suit :

- Au début le pied du capteur descend jusqu'à la surface à tester (étapes 1 à 2) ;
- La tête (poinçon) est abaissée jusqu'au pied du capteur et plus tard, le pénétrateur entre en contact avec la surface de l'échantillon (étape 3) ;
- Puis le chargement (étape 4) ;
- Et le déchargement (étape 5) est effectué et la tête est décalée vers la position de départ (étape 6).

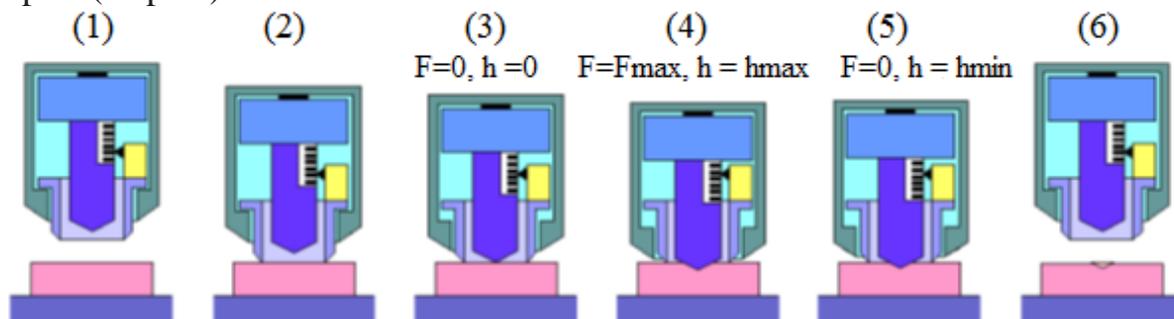


Figure 4.27 : Illustration de la séquence d'indentation pour le test de dureté Martens

Après le test d'indentation, les résultats ont été analysés par testXpert®. Il a été possible de sélectionner différents résultats utiles pour l'étude: HV, Eit, hmax, F, etc.

Un microscope optique avec un grossissement global de x50 est utilisé pour observer l'empreinte sur l'échantillon.

4.5.2 Essai d'indentation

Les essais d'indentation sont effectués à l'aide du macroduromètre instrumenté Zwick ZHU 2.5.

Les charges appliquées permettant de mesurer la ténacité sont de 5 à 40 N.

Des essais d'indentation sous des charges appliquées pouvant atteindre 300 N ont été menés afin de mettre en évidence des pop-in. L'évolution de la charge en fonction de la pénétration pour les quatre échantillons, avec des charges allant de 5 à 90 N est présentée sur la figure 4.28.

Le tableau ci-dessous présente les grandeurs de module d'élasticité E et de la dureté Vickers HV obtenus directement par la machine de macroindentation. Un curseur permet de mesurer la taille de l'empreinte (a) et la longueur de fissure (c) après chaque charge d'indentation sélectionnée.

Charges P(N)	Matériaux utilisés							
	Verre Flotté				Verre Zerodur®			
	<i>c(μm)</i>	<i>E(GPa)</i>	<i>HV(GPa)</i>	<i>a(μm)</i>	<i>c(μm)</i>	<i>E(GPa)</i>	<i>HV(GPa)</i>	<i>a(μm)</i>
5	33,7±1,01	61,4±1,9	6,5±0,42	17,46±0,65	25,5±1,37	60,7±1,39	8,36±0,29	16,3±1,01
10	57,4±2,43	61,6±8,42	6,2±0,5	27,59±0,74	48,8±1,98	64,2±3,35	8,01±0,017	21,95±1,01
15	82,1±1,5	63,2±1,26	5,96±0,58	34,35±0,81	73,6±2,01	63,1±5,51	7,92±0,62	28,17±1,06
20	101,86±2,3	64,8±0,106	5,73±0,4	40,78±1,09	95,7±359	57,9±1,39	7,27±0,78	37,5±1,13
30	129,40±3,6	65,5±3,9	5,7±0,29	48,82±1,11	124,9±6,5	55,8±3,58	6,99±0,81	42,6±1,2
40	150,9±4,02	65,4±3,59	5,75±0,3	59,1±1,18	150,6±1,37	53,2±4,01	6,51±0,42	48,75±1,6

Tableau 4.2 : Les grandeurs de E, HV, a et c obtenues pour chaque essai d'indentation

P(N)	Verre Crown K5				Verre Flint Lourd			
	$c(\mu\text{m})$	$E(\text{GPa})$	$HV(\text{GPa})$	$a(\mu\text{m})$	$c(\mu\text{m})$	$E(\text{GPa})$	$HV(\text{GPa})$	$a(\mu\text{m})$
5	34,9±0,7	45,6±1,02	6,20±0,30	18,6±0,81	45,83±1,38	73,00±1,96	7,01±0,41	17,95±0,02
10	56,6±4,04	44,8±1,03	6,03±0,58	25,4±1,49	83,79±2,60	73,12±3,25	6,74±0,67	27,09±0,04
15	80,8±3,37	44,3±1,38	6,00±0,66	33,3±1,2	130,46±4,30	71,8±3,7	6,4±0,19	34,85±0,08
20	103,3±3,48	44,5±3,21	5,97±0,82	41,1±1,29	156,97±0,60	67,3±2,8	6,08±0,12	38,27±0,18
30	131,4±1,95	41,1±3,6	4,54±0,83	56,2±4,82	201,68±4,06	64,5±1,26	5,77±0,43	47,35±1,46
40	152,08±2,36	38,66±1,38	4,36±0,32	61,3±0,106	243,6±6,6	59,27±1,2	5,31±0,51	50,47±4,5

La ténacité K_{Ic} est calculée en utilisant les quatre relations du tableau 4.3 : deux pour les fissures de type M et deux pour les fissures de type P.

N°	Equations	Références
1	$K_{Ic}=0,016(E/H)^{1/2} \cdot P.C^{-3/2}$	Anstis [11]
2	$K_{Ic}=0,022(E/H)^{2/5} \cdot P.C^{-3/2}$	Tanaka [12]
3	$K_{Ic}=0,089(E/H)^{2/5} \cdot (P/a).C^{-1/2}$	Niihara [13]
4	$K_{Ic}=0,089(E/H)^{2/3} \cdot (a/l) \cdot P.C^{-3/2}$	Laugier [14]

Tableau 4.3 : Equations utilisées pour le calcul de la ténacité K_{Ic} pour différents hypothèses de géométrie de fissure

4.5.3 Résultats et discussions

Les valeurs moyennes obtenues de K_{Ic} , E et HV sont regroupés dans le tableau 4.4 :

Verres	Module d'Young	Dureté Vickers	Ténacité K_{Ic} (MPa.m ^{1/2})			
	$E(\text{GPa})$	$HV(\text{GPa})$	Anstis	Laugier	Tanaka	Niihara
Flotté	68,80 ±1,04	6,2±0,2	1,02±0,02	0,73±0,04	1,09±0,04	1,05±0,03
Crown K5	57,43 ±1,16	6,15±0,3	0,83 ±0,04	0,54±0,02	0,85±0,03	0,87±0,04
Flint Lourd	73,64±0,91	5,63±0,18	0,47±0,02	0,24±0,02	0,51±0,02	0,72±0,02
Zerodur®	88,07 ±0,98	6,79±0,21	0,93±0,01	0,32±0,04	0,98±0,02	1,08±0,04

Tableau 4.4: Valeurs moyennes de la ténacité, du Module d' Young et de la dureté Vickers des quatre échantillons utilisés

La figure 4.28 présente les courbes d'indentation pour les quatre nuances obtenues avec des charges progressives de 5, 10, 15, 20, 30 et 40 N. Les essais montrent une assez bonne reproductibilité, bien que les zones indentées soient différentes. En augmentant la charge de 50 à 90 N, le comportement devient plus homogène, et on observe pour le Zerodur® des discontinuités sur la courbe force-déplacement pendant la mise en charge. Ces phénomènes, appelés pop-in, correspondent à une propagation instable de la fissure. L'allure des courbes force déplacement met en évidence le comportement élasto-plastiques des matériaux [15]. Nous remarquons que la déformation plastique du verre flotté est supérieure aux autres verres. Pour une charge de 90 N par exemple, la pénétration résiduelle du verre flotté est de l'ordre 19 μm alors qu'elle n'est que de 16,5 et 12,5 μm pour les verres (Flint lourd et Crown K5) et le Zerodur® respectivement.

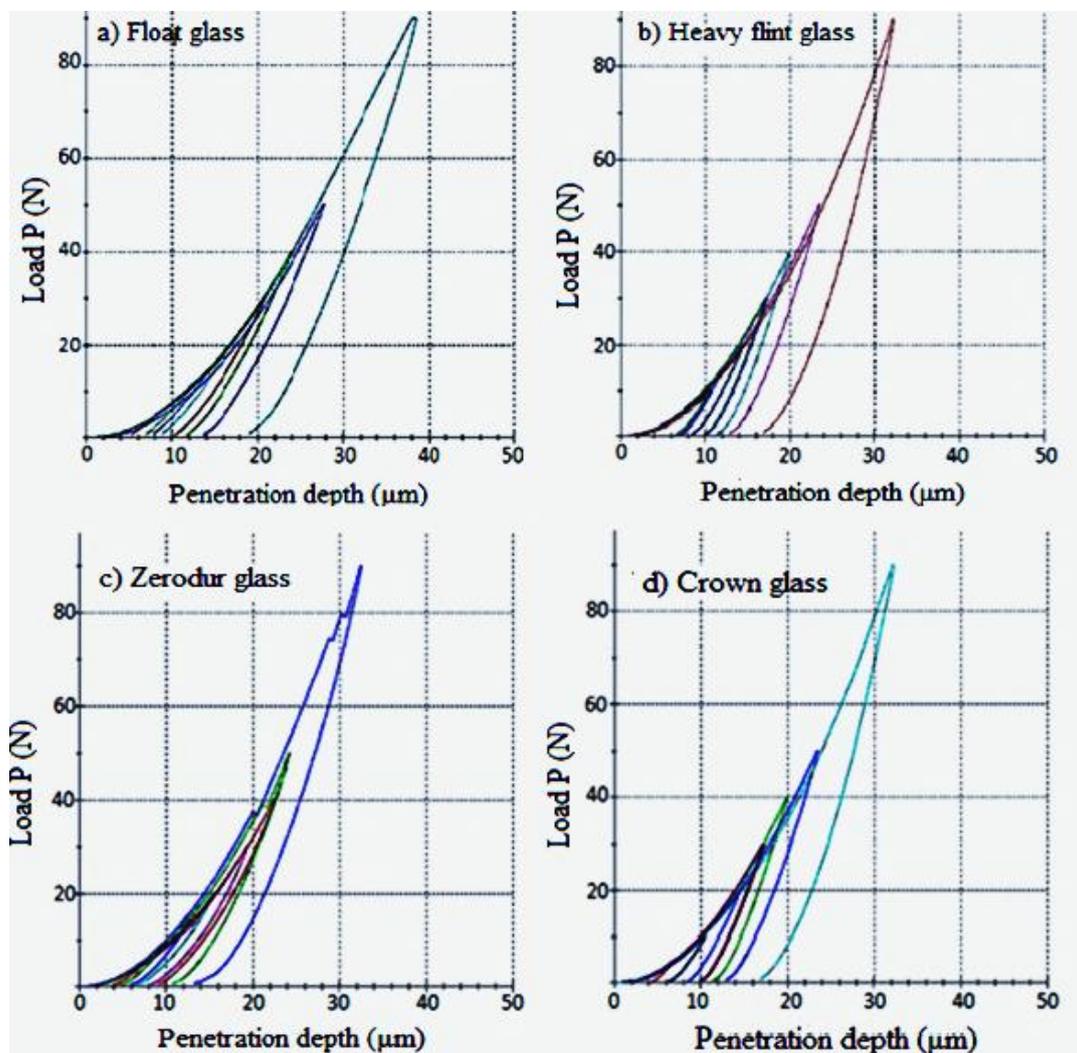
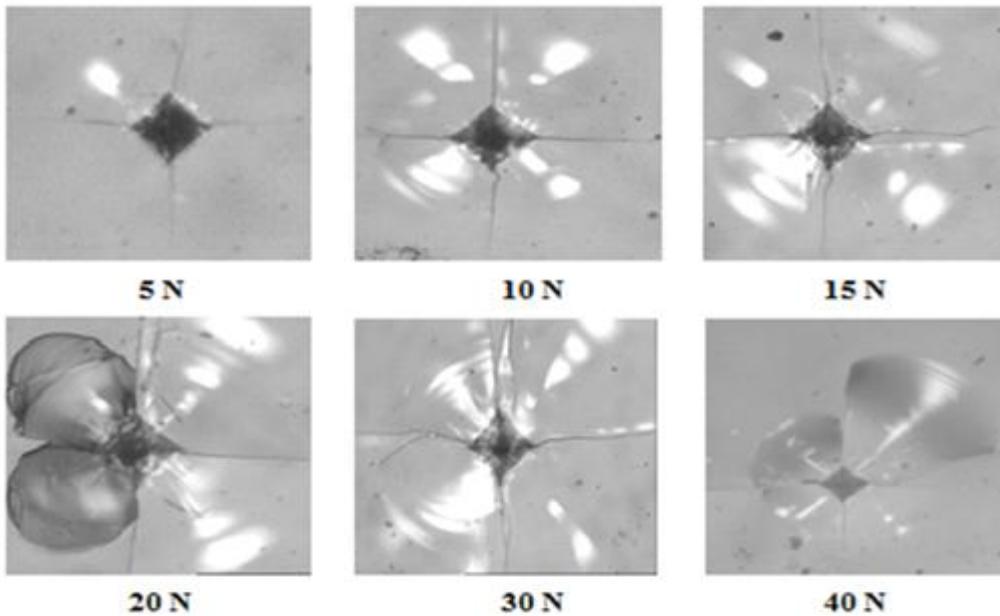
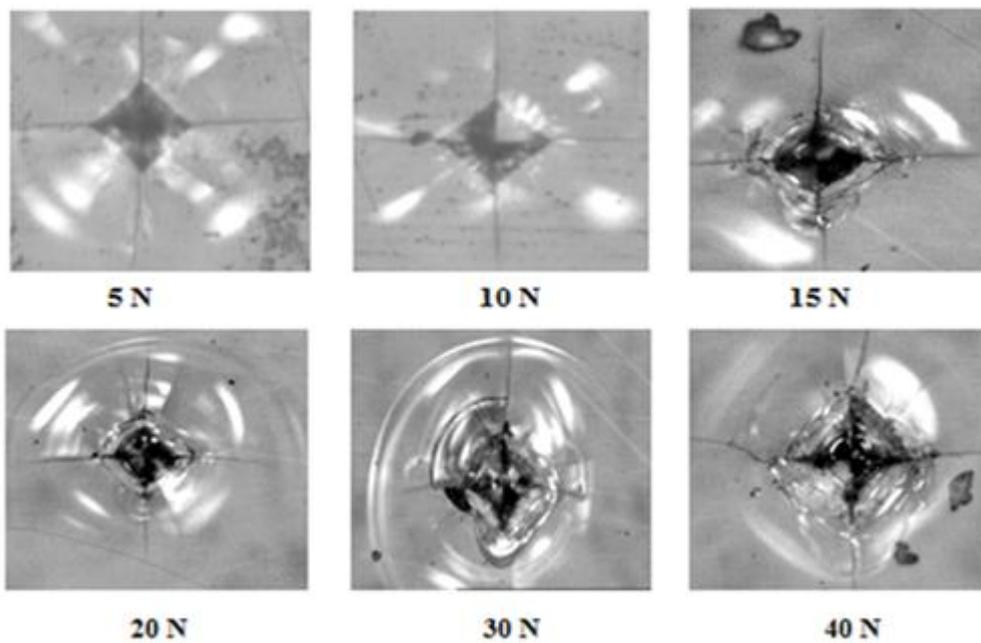


Figure 4.28 : Courbes charge-profondeur d'indentation pour les quatre échantillons de 5 à 90 N

I
 Nous remarquons également que, durant l'application de ces charges de 5 à 90 N, la nature des fissures, l'empreinte d'indentation et le comportement des quatre matériaux sont différents (Fig.4.29).



Verre Flint lourd : Echelle 120 μm



Verre Crown K5 : Echelle 100 μm

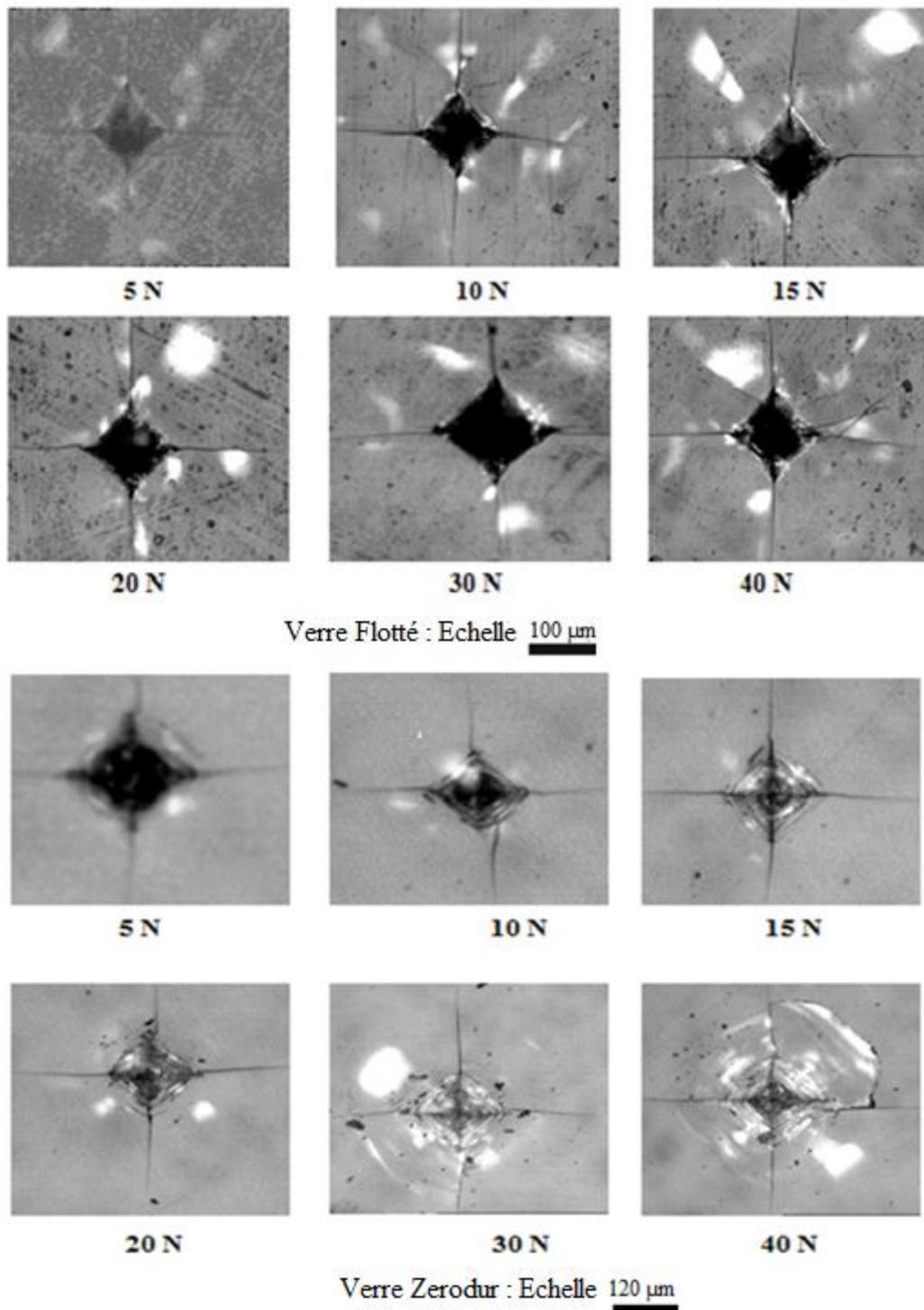


Figure 4.29: Empreintes d'indentations sur les quatre verres étudiés

Des charges supérieures à 90 N sont appliquées sur ces quatre échantillons afin de visualiser la forme, la nature des fissures et le comportement des matériaux. La figure 4.30 présente les courbes d'indentation pour les quatre nuances obtenues avec des charges maximales allant de 100 à 300 N. Les essais montrent une assez bonne reproductibilité, bien que les zones indentées soient différentes.

Nous remarquons que le premier pop-in apparaît pour le verre Zerodur® pour une charge de 50 N et plusieurs pop-in successifs sont observés sur la courbe force-pénétration pour des charges supérieures à 200 N. Aucun pop-in n'est repéré sur la courbe charge-décharge pour le verre Crown K5 alors qu'ils apparaissent sur le verre Flotté et le verre Flint lourd vers 300 N. En plus, nous remarquons que durant l'application de ces charges importantes, le mode de fissuration change (Fig.4.31).

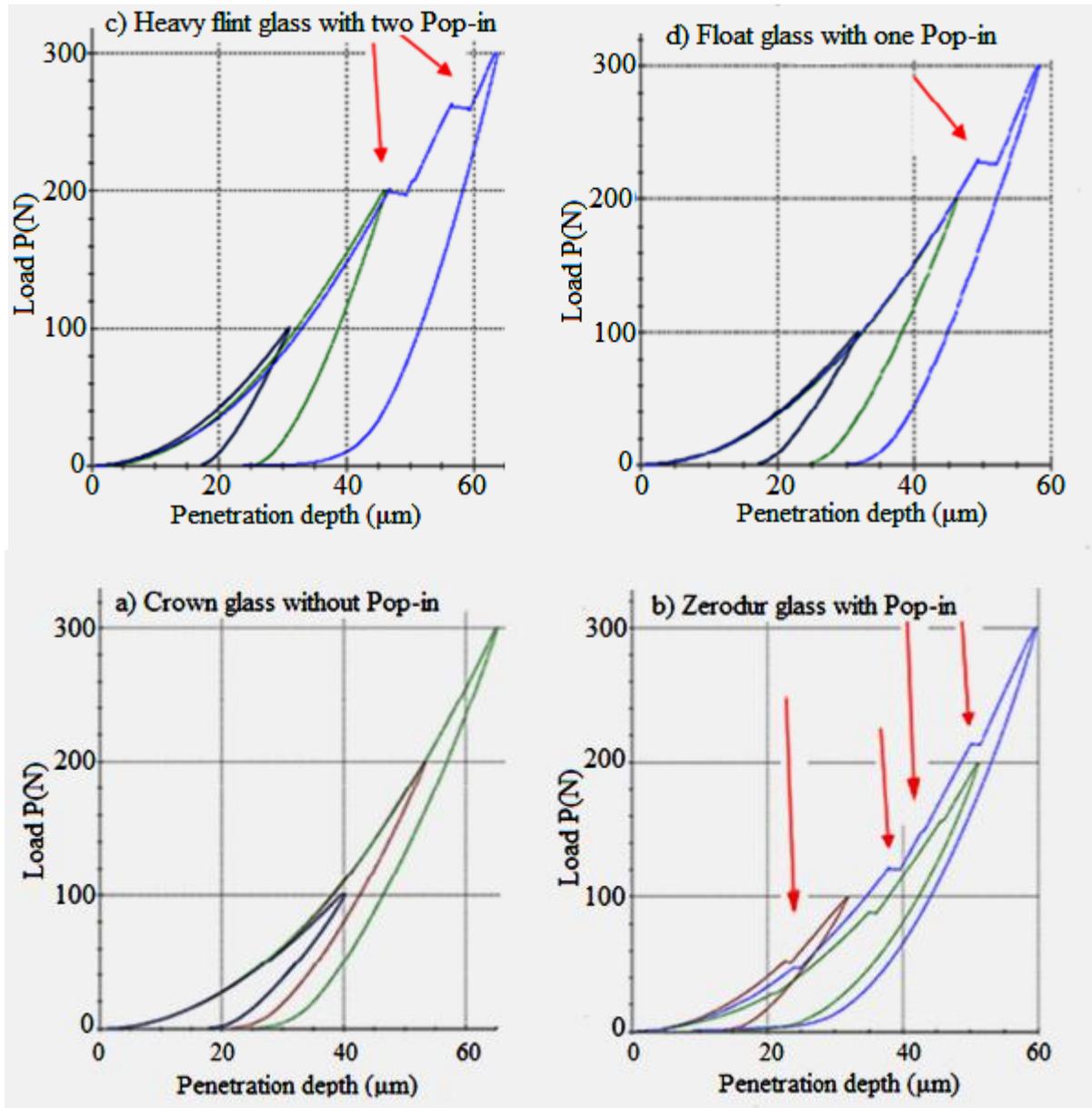


Figure 4.30: Courbes charge-profondeur d'indentation pour les quatre échantillons et des charges maximales entre 100 et 300 N

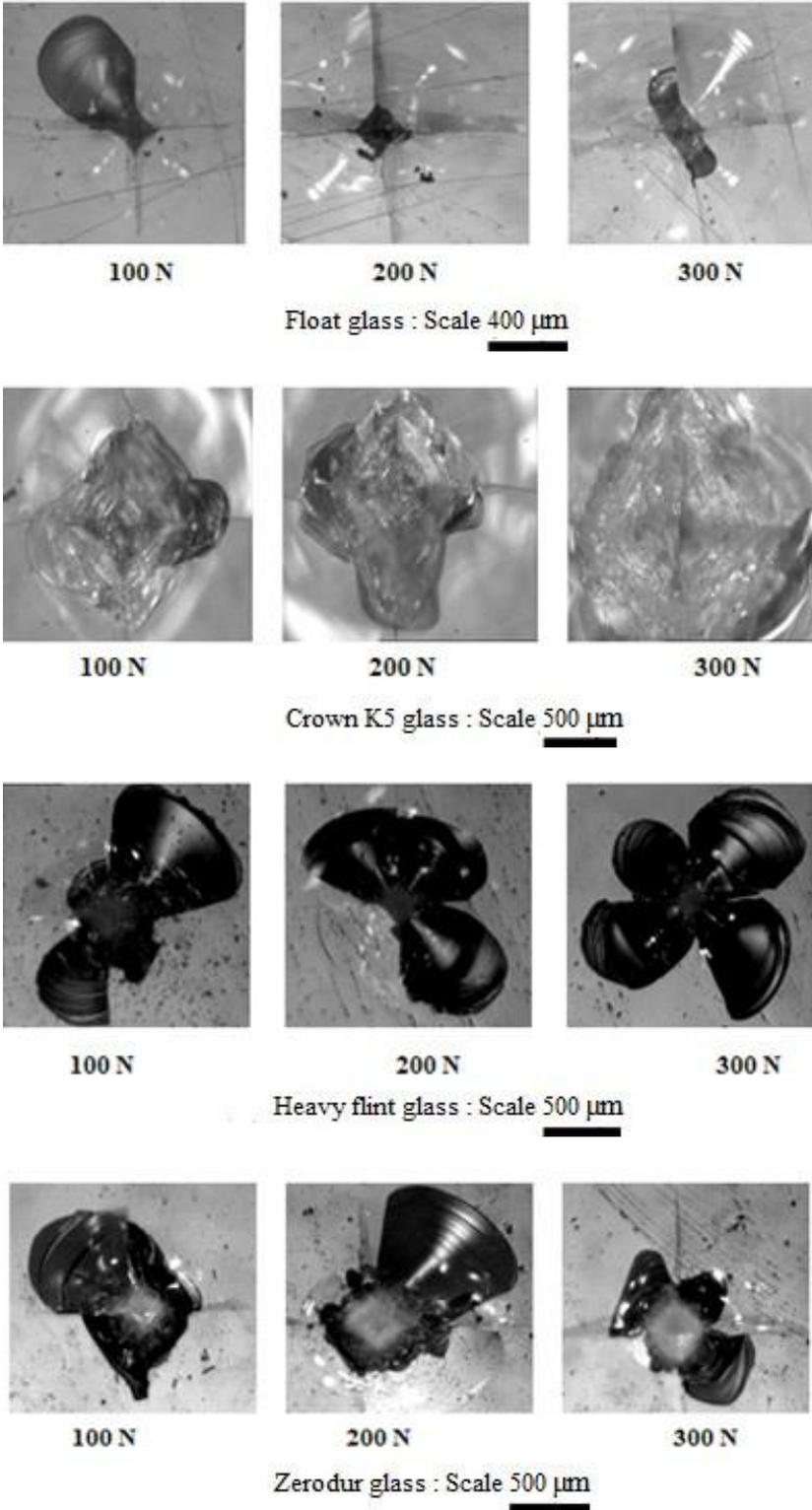
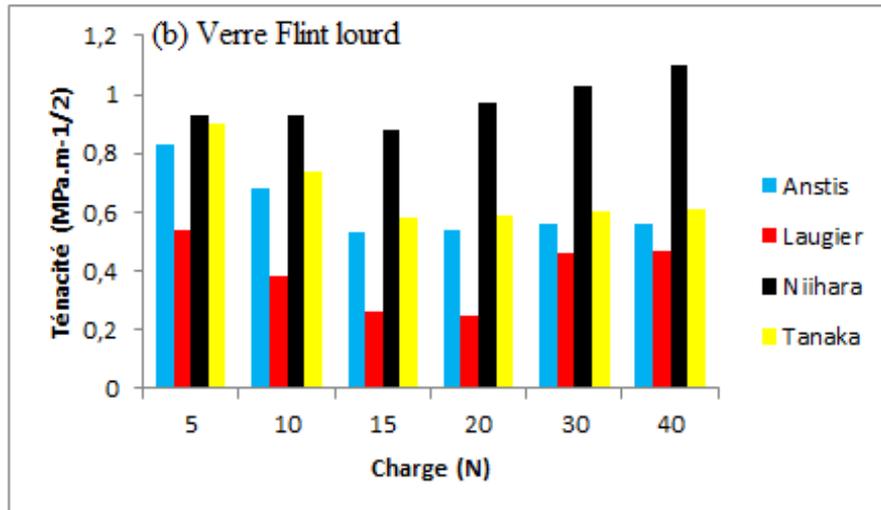
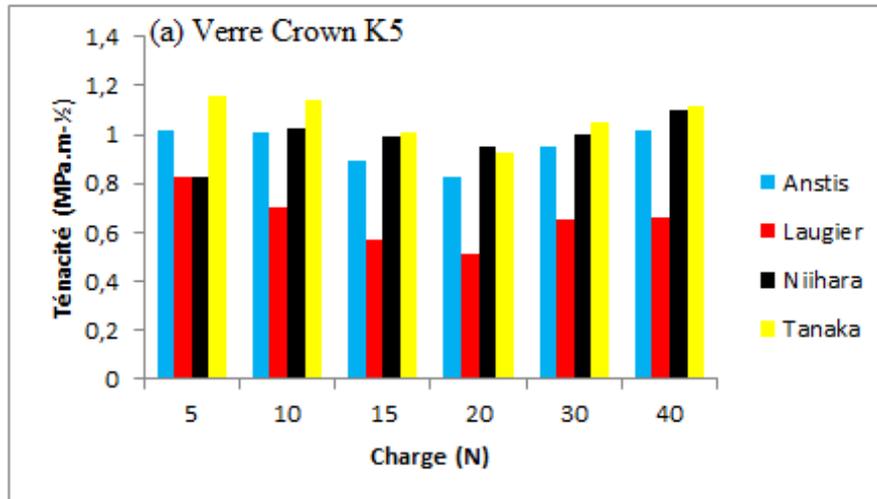


Figure 4.31: Empreintes d'indentation sur les quatre verres étudiés

La figure 4.32 représente la variation de la ténacité K_{IC} en fonction de la charge F respectivement pour le verre Crown K5, Flint lourd KzSFN5, Flotté et verre céramique Zerodur®. La ténacité pour ce dernier est légèrement supérieure à celle des autres verres, ce qui est constaté clairement sur les micrographies illustrées dans la figure 4.29.

Globalement, pour les échantillons utilisés, et à travers l'écart type, nous remarquons que le taux de dispersion des résultats calculés avec les quatre relations ne dépasse guère 4%.



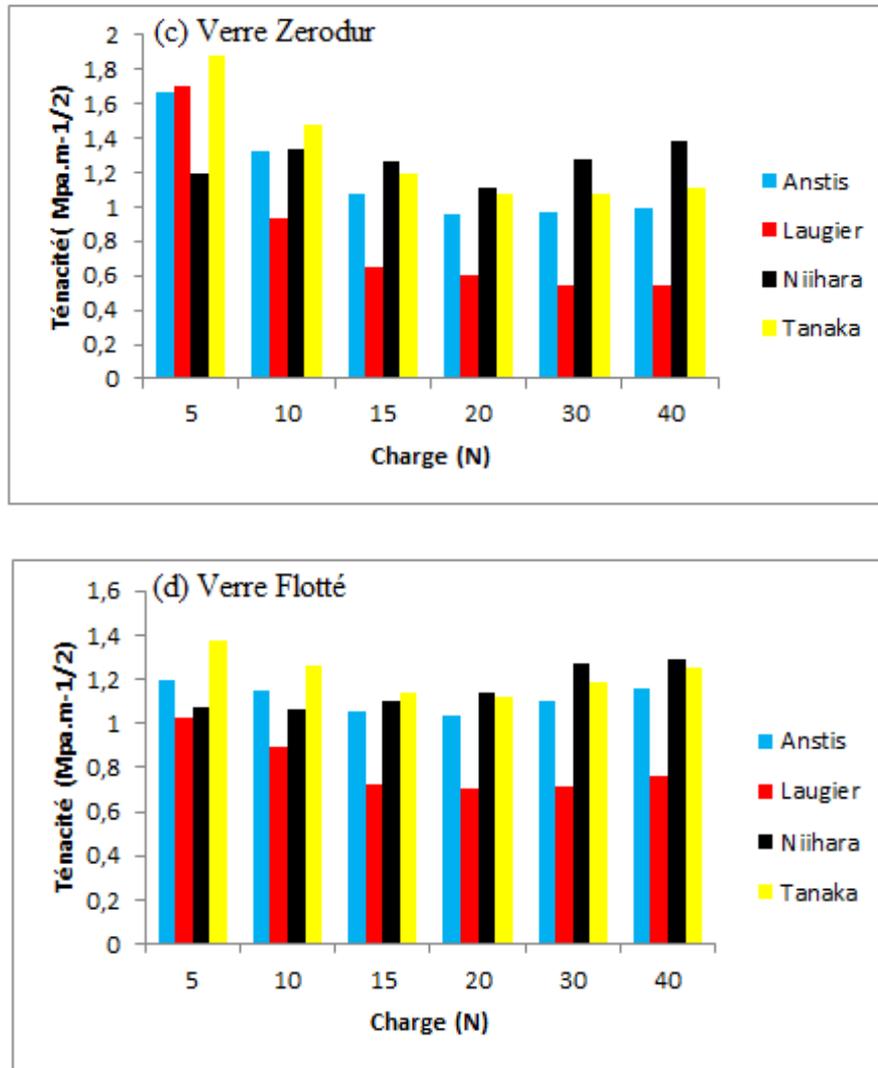


Figure 4.32 : Variation de la ténacité K_{Ic} des quatre types de verre en fonction de la charge appliquée P

La figure 4.33 montre l'évolution de la charge P en fonction de la longueur de la fissure pour les quatre verres. La charge appliquée est proportionnelle à $c^{-3/2}$, indépendamment de l'évolution de forme des fissures, ce qui correspond à une ténacité constante, signe que le polissage n'a pas introduit de contraintes résiduelles notables.

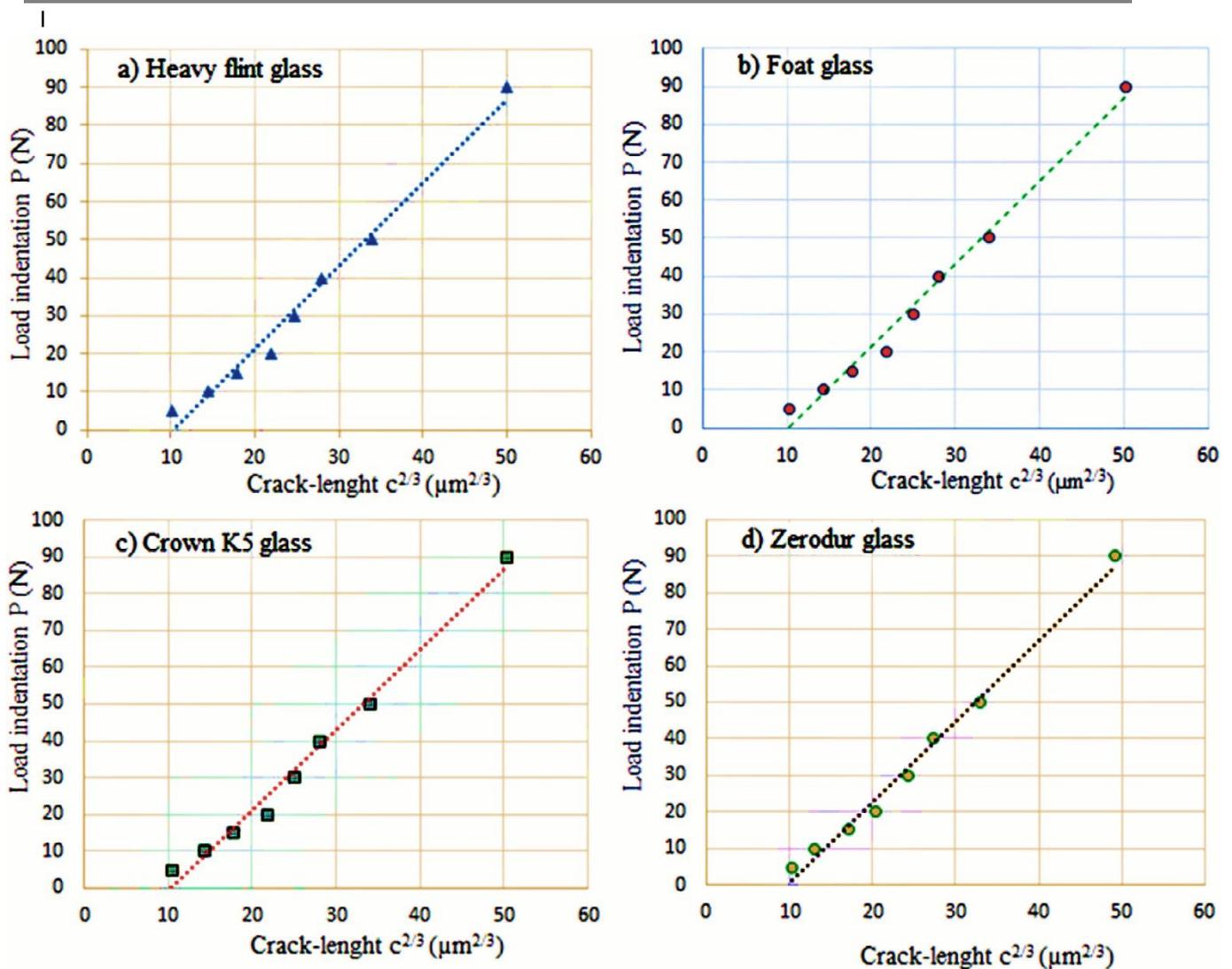


Figure 4.33 : Evolution de la charge P en fonction de longueur des fissures pour les quatre échantillons étudiés

4.6 Effet de la fatigue mécanique des verres utilisés durant l'indentation cyclique

4.6.1 Indentation cyclique en mode constant

a) Paramètres de mesure:

Nous allons effectuer des essais d'indentation cyclique avec une charge maximale constante sur les quatre échantillons. Les deux charges d'indentations sélectionnées sont 5 et 50 N avec un temps de maintien de 5 secondes à la charge maximale et un nombre de cycle constants de 5. Les vitesses de chargement et de déchargement sont fixées à 10 N/min.

Le point de décharge est fixé à 1 N pour une charge appliquée de 5 N et de 1 à 5 N pour une charge sélectionnée de 50 N. Notre but consiste à visualiser le comportement des quatre verres vis-à-vis de l'indentation cyclique en mode constant, afin nous permettre de suivre l'effet d'hystérésis sur la déformation et la fatigue mécanique des quatre verres utilisés en fonction du nombre cycle et de la charge appliquée.

b) Résultats obtenus

Les figures 4.34 et 4.35 représentent respectivement les courbes charge-pénétration obtenues pour les cinq cycles de chargement avec des charges fixes de 5 N et de 50 N.

L'effet d'hystérésis est moins important pour les deux verres Crown K5 et Flotté que pour les deux autres verres. On constate que les courbes charge-décharge sont similaires pour les quatre verres étudiés. Les surfaces des boucles d'hystérésis résultantes, pendant le déchargement et le rechargement, sont des mesures de la dissipation d'énergie. La forme et la dimension de l'hystérésis montrent que cette dissipation est plus importante dans les verres Flint et les Zerodur. L'énergie dissipée due aux effets non élastiques durant le processus d'hystérésis peut être mesurée à partir de la surface de la boucle d'hystérésis. On remarque que cette énergie est plus importante pour les verres Crown et Flotté, et qu'elle diminue au fur et à mesure que le nombre de cycles augmente. La pénétration permanente (déformation plastique) trouvée après le cinquième cycle d'indentation pour les charges de 5 et 50 N est respectivement de 5 μm et 19 μm ; 4,5 μm et 17 μm ; 4 μm et 15,5 μm et 3,8 μm et 16 μm pour le verre Flotté, le verre Crown, le verre Flint lourd et le verre Zerodur®. Cela conduit à un rétablissement élastique moins important pour les verres Flints et Zerodur® comparé à celui du verre Crown et Flotté. Il a été observé un pop-in, dû à une propagation brutale de la fissure, qui apparaît en deuxième cycle sur le verre Zerodur® (fig. 5.30.b) lors de l'application d'une charge de 50 N.

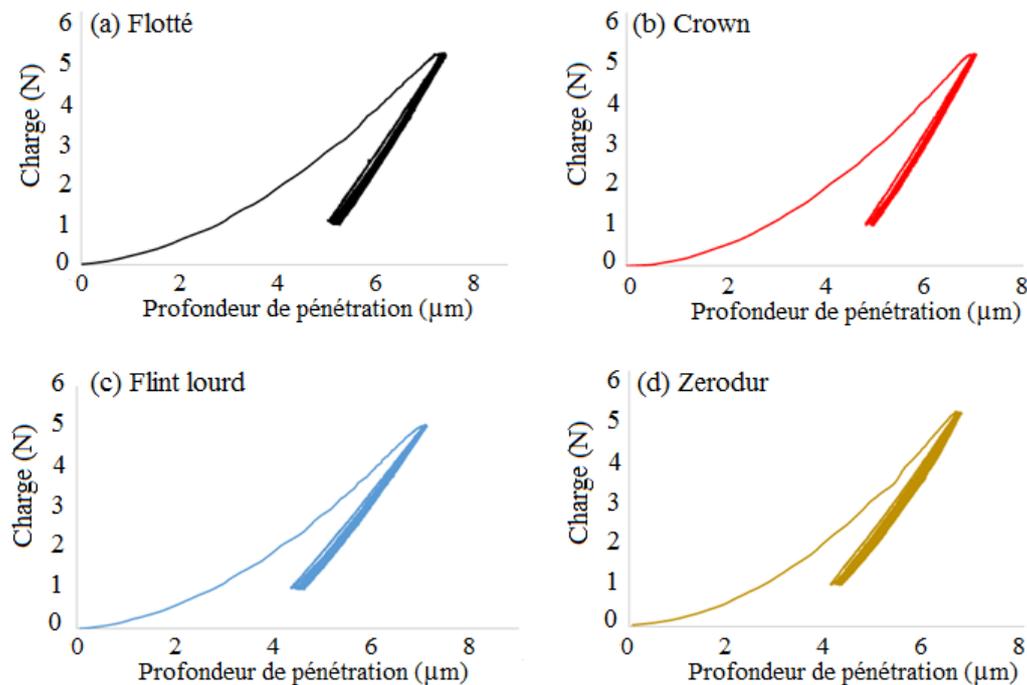


Figure 4.34 : Courbe d'indentation cyclique pour une charge constante de 5N à 5 cycles sur les quatre verres utilisés: (a) Verre Flotté, (b) Verre Crown, et (c) Verre Flint lourd et (d) Verre Zerodur®

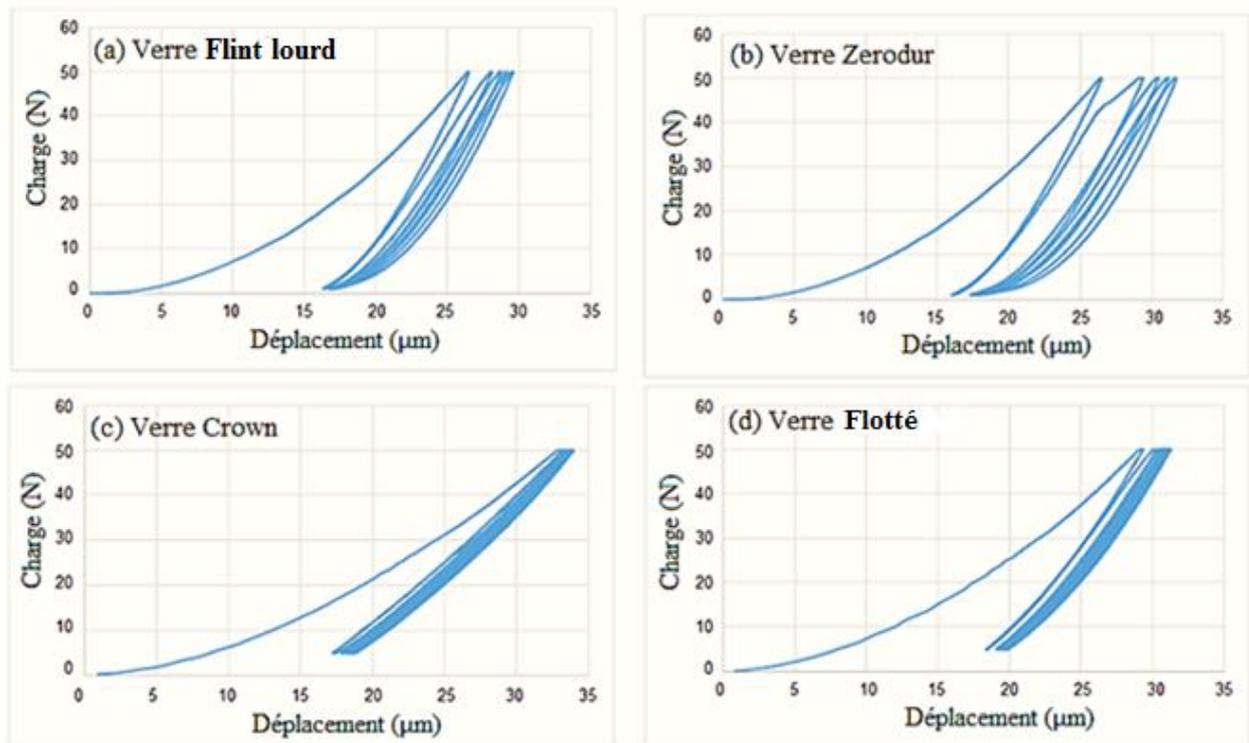


Figure 4.35: Courbe d'indentation cyclique pour une charge constante de 50 N à 5 cycles sur les quatre verres utilisés: (a) Verre Flint lourd, (b) Verre Zerodur®, (c) Verre Crown et (d) Verre Flotté

La figure 4.36 montre la variation de la longueur de fissuration obtenue par une charge de 5 N à un temps de maintien constant de 5 secondes sur les quatre verres utilisés. On remarque que la longueur de fissure augmente progressivement en fonction de nombre cycle pour une charge et un temps de maintien constant. Le verre Flint lourd présente une légère différence sur la taille des fissures comparée à celle du verre Flotté, par contre une grande différence comparée aux autres verres (Crown et Zerodur). Il a été remarqué l'impossibilité de mesurer la longueur des fissures formées au-delà de 40 cycles pour une charge maintenue de 5 N sur les quatre types de verres qui, associé à un changement de mode de propagation de fissure.

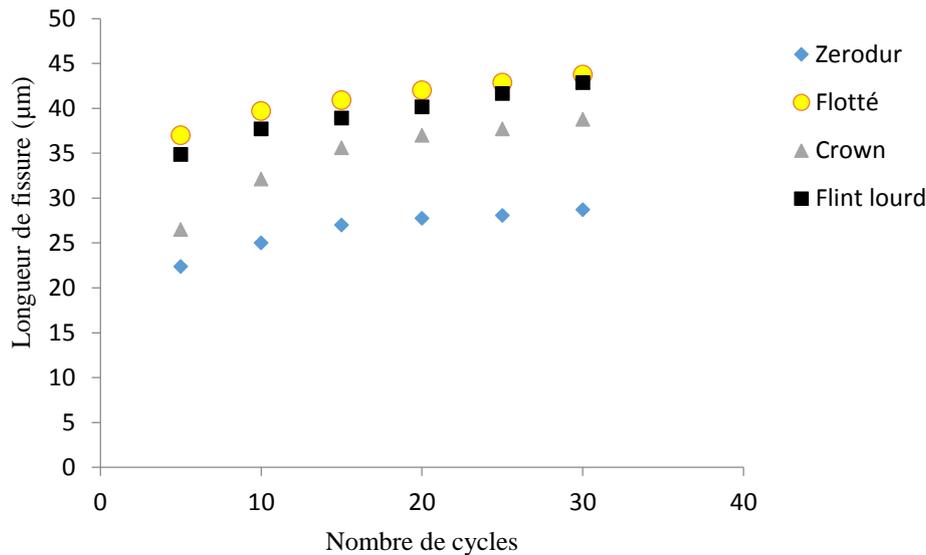


Figure 4.36: Variation de la longueur de fissure en fonction du nombre de cycle à une charge constante pour sur les quatre verres utilisés

Des charges supérieures à 30 N relatives aux nombres de cycles ont été appliquées sur les quatre verres afin de visualiser la forme, la nature des fissures et l'évolution de la longueur des fissures en fonction de nombre de cycle. On a remarqué qu'il y a un changement du mode de fissuration.

Par exemple pour une charge appliquée de 50 N, on remarque que l'empreinte se déforme, ce qui est due au retour élastique pour les quatre verres. Cette déformation prend la forme d'une déflexion des faces de l'empreinte résiduelle et ainsi l'apparition des fissures médianes et le système d'écaillages sur les quatre verres. En plus, les fissures radiales sont minoritaires, l'empreinte se déforme, et l'écaillage se propage et augmente graduellement pour les quatre verres utilisés (Fig.4.37).

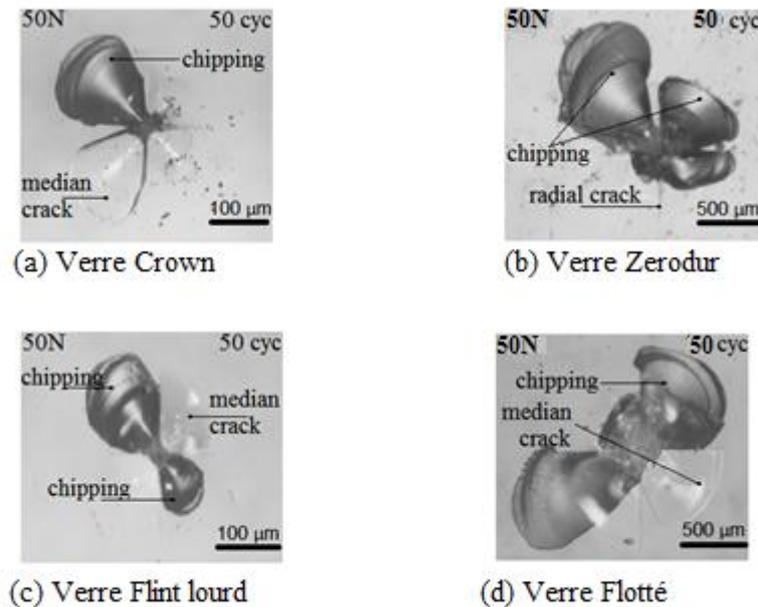


Figure 4.37: Empreintes d'indentation cyclique avec une charge appliquée de 50 N à 50 cycles sur les quatre verres utilisés: (a) Verre Crown ; (b) Verre Zerodur®, (c) Verre Flint lourd et (d) Verre Flotté

4.6.2 Indentation cyclique en mode variable

- a) L'étude des comportements des verres vis-à-vis de l'indentation cyclique a été faite en mode progressif, les paramètres de mesure sont différents au mode précédent, la vitesse de charge et décharge est de 10 N/min à un point de décharge de 0,5 à de 5 N. Pour éviter toute interaction entre les empreintes d'indentation voisines, celles-ci ont été espacées de 3 mm.

Nous allons faire varier un certain nombre de paramètres (nombre de cycles, charges, temps de maintien), montrant ainsi l'effet de la fatigue mécanique par indentation sur les quatre verres utilisés.

- b) Dans ce cas les expériences ont été menées comme suit:
- Des charges progressives moins importantes allant de 5 à 25 N et de 10 à 50 N ont été appliquées sur les quatre échantillons durant l'essai d'indentation cyclique progressif pour un temps de maintien respectivement de 15 et 30 secondes.
 - Des charges assez grandes et progressives allant de 50 à 250 N à cinq cycles et de 50 à 300 N à six cycles ont été aussi appliquées sur ces quatre échantillons pour un temps de maintien variable à la charge maximale.

L'évolution de la charge d'indentation cyclique en fonction de la profondeur de quatre échantillons en mode progressif à un temps de maintien variable est présentée dans la figure 4.38.

On remarque une similitude dans l'allure des courbes d'indentation cycliques pour des charges variables allant de 5 à 25 N à cinq cycles pour un temps de maintien de 15 secondes.

Plus la charge augmente progressivement de 5 à 25 N et plus le comportement devient homogène et on observe, pour le verre Zerodur®, des discontinuités sur la courbe charge-déplacement à partir de troisième cycle (fig. 4.38 c). Ces phénomènes, appelés pop-in, correspondent à une propagation instable de la fissure. L'allure des courbes force déplacement met en évidence le comportement élasto-plastiques des matériaux. Nous remarquons que la déformation plastique du verre Flotté est supérieure aux autres verres. Pour une charge maximale de 25 N correspond au dernier cycle (cinquième cycle) par exemple, la pénétration résiduelle du verre Flotté et Zerodur® est approximativement 14 μm alors qu'elle n'est que de 10 et 12 μm pour le verre Crown K5 et Flint lourd respectivement.

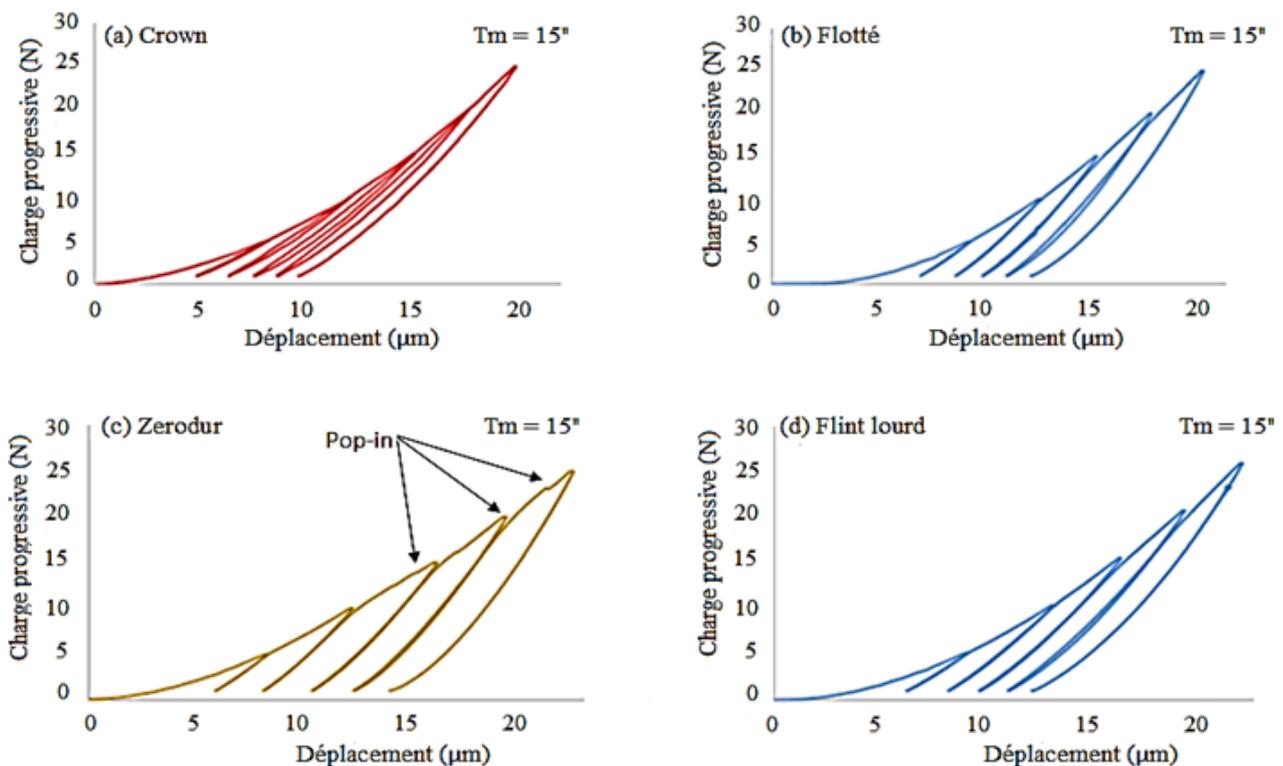


Figure 4.38 : L'évolution de la charge d'indentation progressive en fonction de la profondeur à 5 cycles pour un temps de maintien de 15 secondes sur les quatre échantillons utilisés

La figure 4.39 montre aussi une similitude dans l'allure des courbes d'indentation cycliques pour des charges progressives allant de 5 à 50 N à cinq cycles mais un temps de maintien différent au précédent qui est de 30 secondes.

Nous remarquons que la déformation plastique du verre Flotté et du verre Zerodur® Est presque idenique (18 μm), mais qu'elle est supérieure que pour les autres verres (Croxn et Flint). Nous remarquons dans ce cas, le premier pop-in qui apparait pour le

verre Flint à partir du troisième cycle, tandis que pour le verre Zerodur®, les pop-in apparaissent à partir du deuxième cycle. Aucun pop-in n'est repéré sur la courbe charge-décharge pour le verre Crown K5 et le verre Flotté.

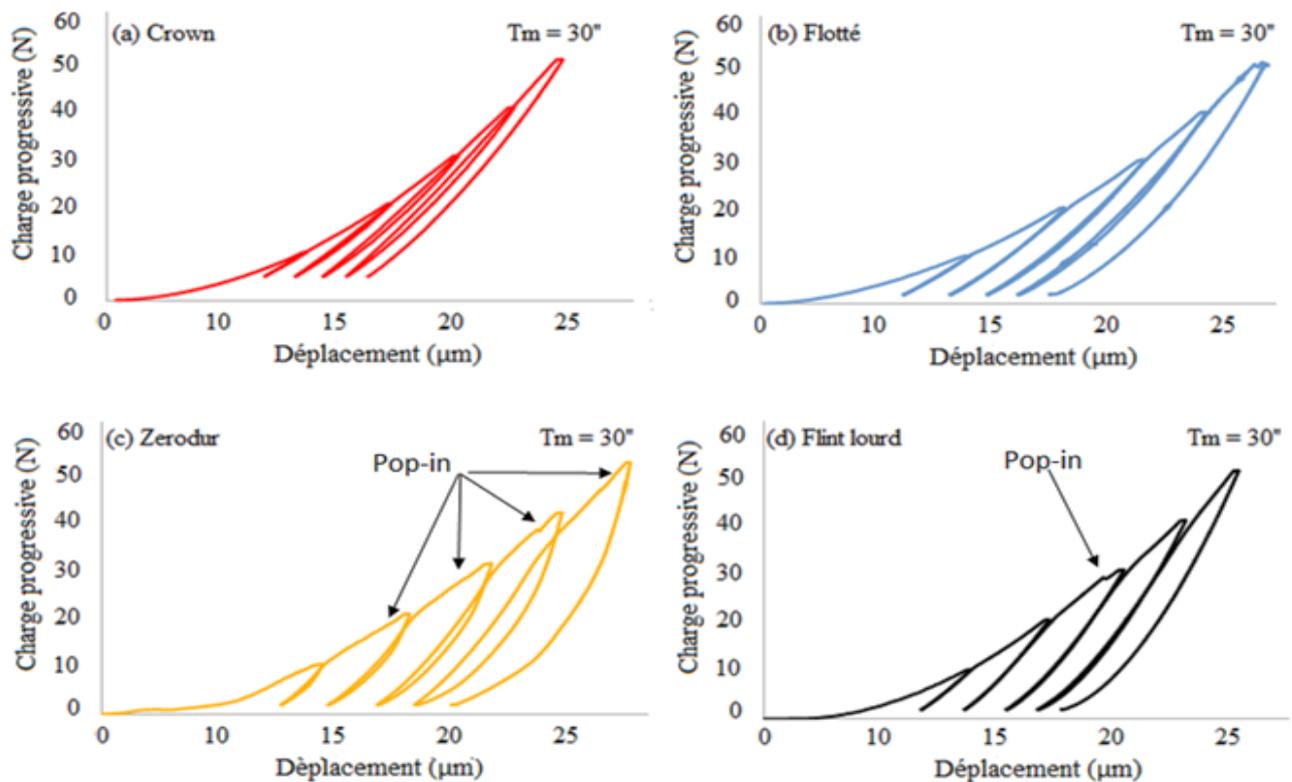


Figure 4.39 : L'évolution de la charge d'indentation progressive en fonction de la profondeur à 5 cycles pour un temps de maintien de 30 secondes sur les quatre échantillons utilisés

La variation de la dureté d'indentation Vickers en fonction de nombre de cycle a été étudiée (Fig.4.40). Nous observons clairement qu'au début de la charge choisie relative au nombre de cycle, la dureté décroît lorsque le nombre de cycle croît et elle commence à se stabiliser à partir du vingtième cycle. La dureté moyenne du verre Zerodur® dépasse celles des Flint lourd, Crown et Flotté.

En sélectionnant une charge moyenne de 15 N relative à 15 cycles, la dureté du verre Crown est de l'ordre de $5,35 \pm 0,1$ GPa, de l'ordre de $5,61 \pm 0,1$ GPa pour le verre Flotté, de l'ordre de $5,84 \pm 0,2$ GPa pour le verre Flint lourd et elle est de l'ordre de $6,82 \pm 0,2$ GPa pour le verre Zerodur®.

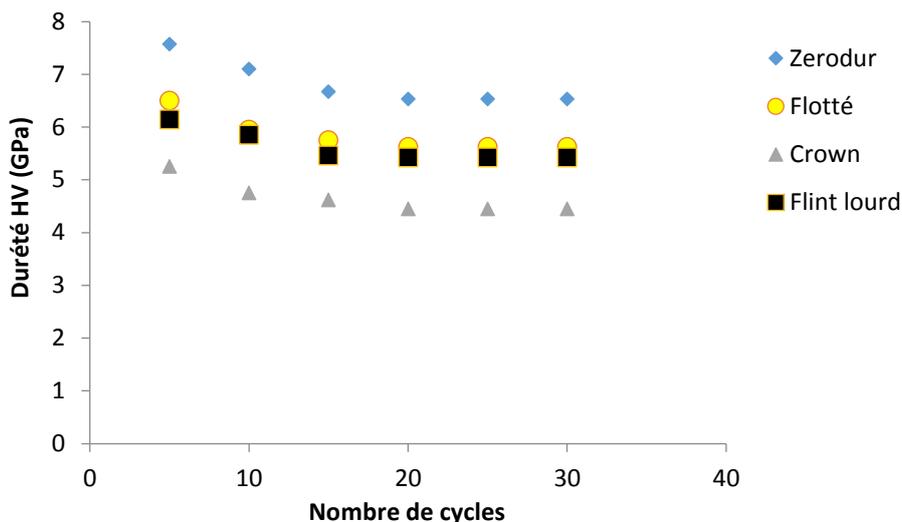


Figure 4.40: Evolution de la charge d'indentation en fonction du nombre de cycle à un temps de maintien constant sur les quatre verres

La figure 4.41 montre que le module d'Young E diminue progressivement en fonction de nombre de cycle. Cette diminution est remarquée pour les trois verres Zerodur®, Crown et Flint lourd qu'au verre Flotté. Le module d'Young E des trois verres se stabilise à partir du vingtième cycle, par contre le verre Flotté se stabilise à partir du trentième cycle. On remarque que ce comportement est une conséquence directe de l'effet d'hystérésis, qui fait que dans la zone d'indentation cyclique, le verre Flotté probablement perd sa rigidité.

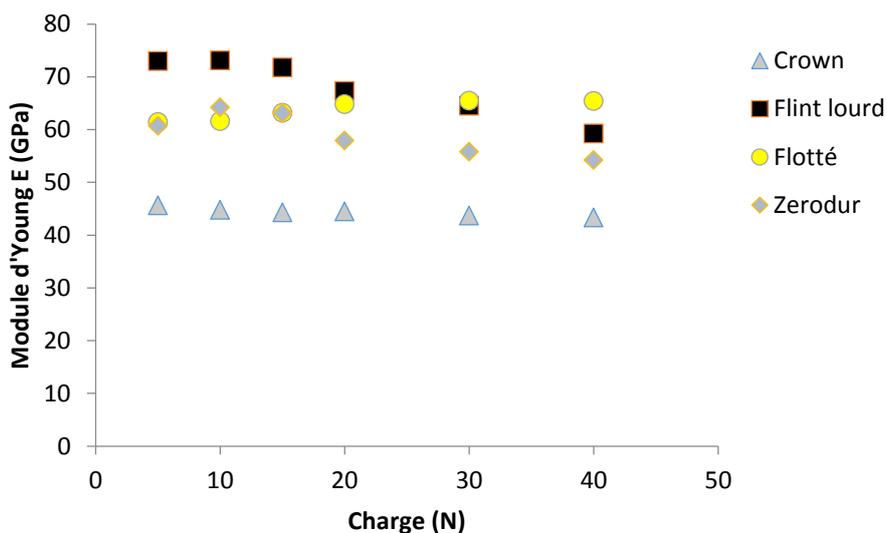


Figure 4.41: Evolution du module d'Young E en fonction du nombre de cycle sur les quatre verres utilisés

I

Les figures (4.42 – 4.43) représentent respectivement l'évolution de la charge d'indentation progressive en fonction de la profondeur à 5 cycles pour un temps de maintien de 15 secondes et à 6 cycles pour un temps de maintien de 30 secondes sur les quatre échantillons utilisés.

En effet, ces charges importantes ont été appliquées sur ces quatre échantillons pour un temps de maintien différent à la charge maximale, des charges allant de 50 à 250 N à cinq cycles pour un temps de maintien de 15 secondes et des charges allant de 50 à 300 N à six cycles pour un temps de maintien de 30 secondes.

On remarque une grande différence sur l'allure des courbes pour les temps de maintien de 15 et 30 secondes, une similitude dans l'allure des courbes d'indentation cycliques progressive pour le verre Crown qui, montre un comportement plus homogène lorsque la charge augmente progressivement (fig. 4.42 (a) et 4.43 (a)).

On observe des discontinuités sur la courbe charge-déplacement à partir du deuxième et troisième cycle jusqu'au dernier cycle. Ces pop-in, correspondent à une propagation instable de la fissure.

Dans le cas des charges d'indentation progressives allant de 50 à 250 N à cinq cycles pour un temps de maintien de 15 secondes, des pop-in apparaissent respectivement au deuxième cycle, troisième et au quatrième cycle pour le verre Flint lourd, Zerodur® et le verre Flotté.

Par contre dans le cas des charges d'indentation progressives allant de 50 à 300 N à six cycles pour un temps de maintien de 30 secondes, des pop-in apparaissent dans chaque cycle et à partir au troisième cycle pour le verre Flint lourd, Zerodur® et le verre Flotté.

Il a été observé qu'aucun pop-in n'est repéré sur la courbe charge-décharge pour le verre Crown.

Nous remarquons que les déformations plastiques du verre Flotté, du verre Zerodur® et du verre Flint lourd sont supérieures à celle au verre Crown. Dans les deux cas, soit pour des charges d'indentation progressives allant de 50 à 250 N à cinq cycles pour un temps de maintien de 15 secondes ou des charges d'indentation progressives allant de 50 à 300 N à six cycles pour un temps de maintien de 30 secondes, la pénétration résiduelle des trois verres (Flint lourd, Zerodur® et Flotté) est supérieure à celle du verre Crown.

Dans le premier cas, la pénétration résiduelle du verre Flint lourd et Zerodur® est égale à 90 μm alors qu'elle n'est que de 70 et 80 μm pour le verre Crown et verre Flotté respectivement. Tandis que dans le deuxième cas, la pénétration résiduelle du verre Flotté est de l'ordre de 90 μm , elle est de l'ordre de 80 μm , 75 μm et 50 μm respectivement pour le verre Flint lourd, le verre Zerodur® et le verre Crown.

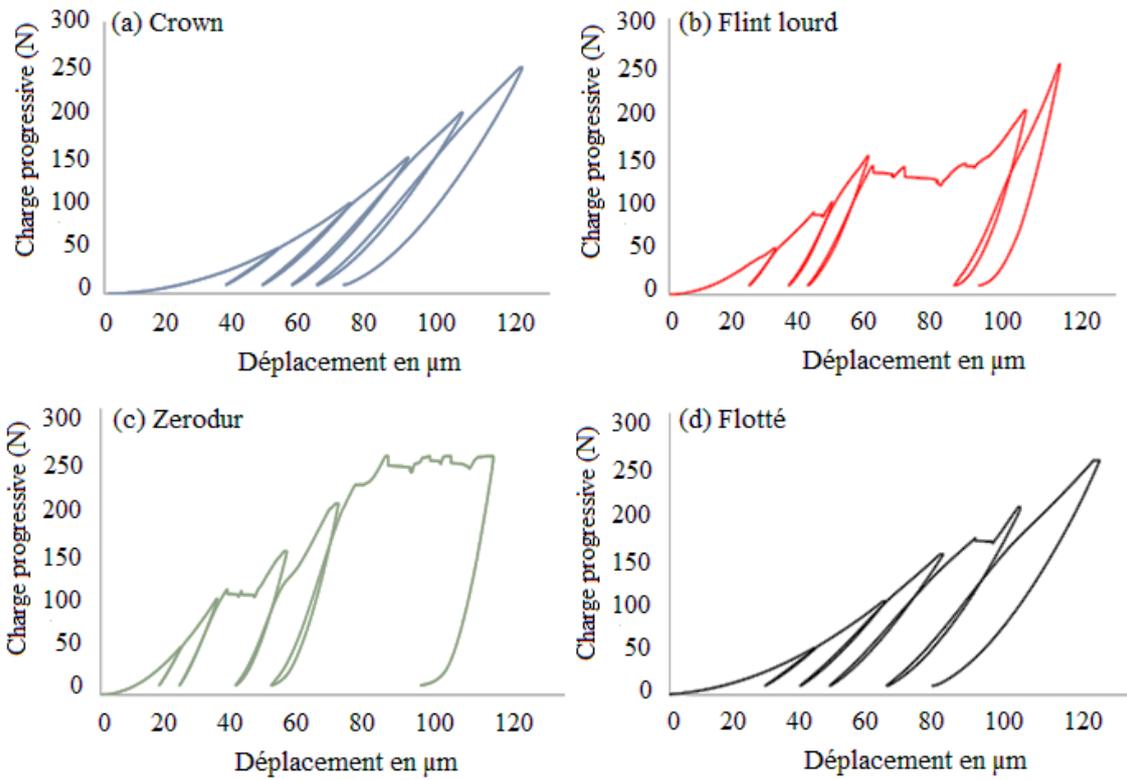


Figure 4.42 : L'évolution de la charge d'indentation progressive en fonction de la profondeur à 5 cycles pour un temps de maintien de 15 secondes sur les quatre échantillons utilisés

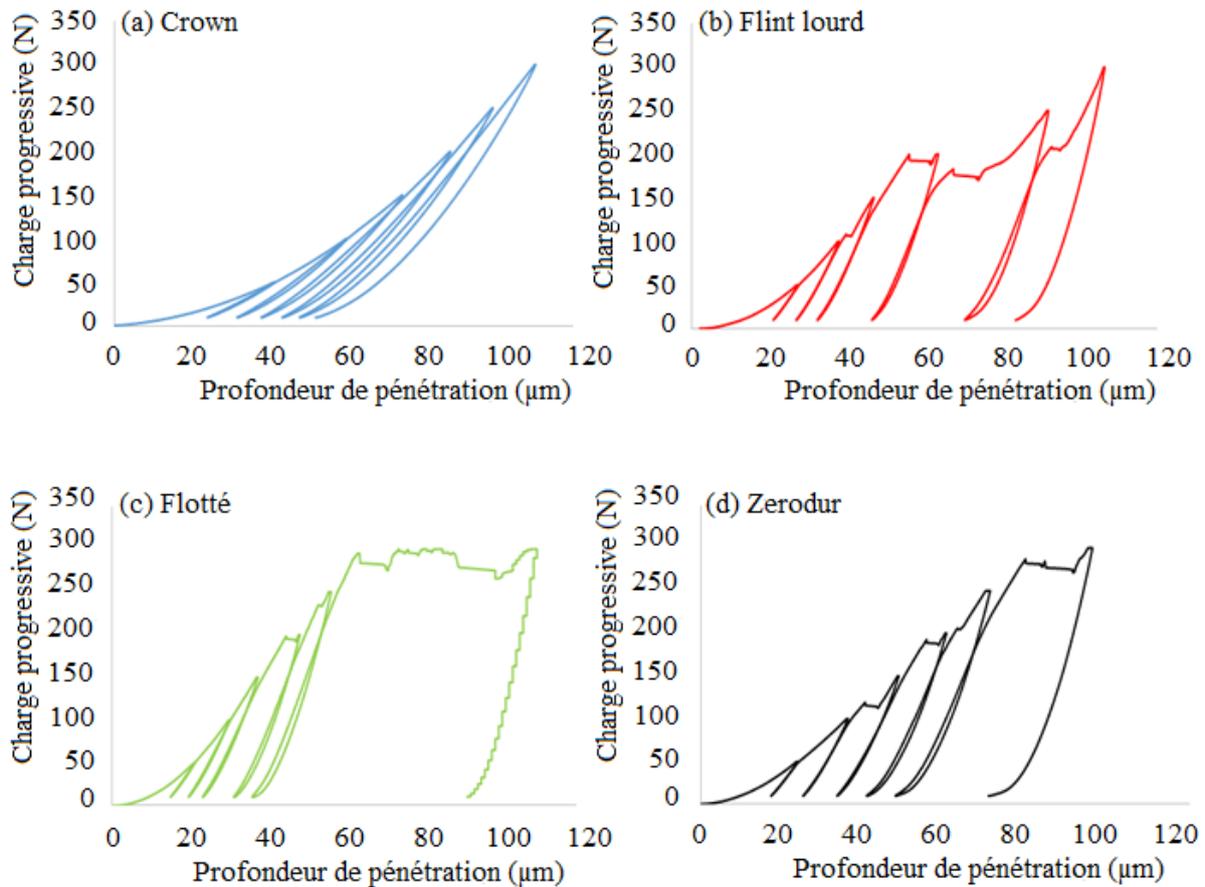


Figure 4.43 : L'évolution de la charge d'indentation progressive en fonction de la profondeur à 5 cycles pour un temps de maintien de 30 secondes sur les quatre échantillons utilisés

La figure 4.44 montre l'évolution des essais d'indentations cycliques progressives pour les quatre verres étudiés. La charge augmente progressivement de 50 N pour le premier cycle d'indentation à 250 N pour le cinquième cycle. Le temps de maintien à la charge maximale est de 15 secondes où le point de décharge dans ce cas est fixé à 5 N.

On observe clairement l'empreinte suivie des fissurations radiales dès l'initiative de la charge jusqu'à 150 N pour chaque type de verre. Les verres possèdent des fissures radiales et latérales, seulement l'apparition d'un certain nombre d'écaillés pour le Flint lourd et le Zerodur®. A partir de la charge maximale de 250 N, et pour un temps de maintien de 15 secondes, il y a une légère déformation de l'empreinte due au retour élastique. La propagation des fissures et l'écaillage augmentent principalement pour les verres Flint et Zerodur® comparé aux verres Crown et verre Flotté.

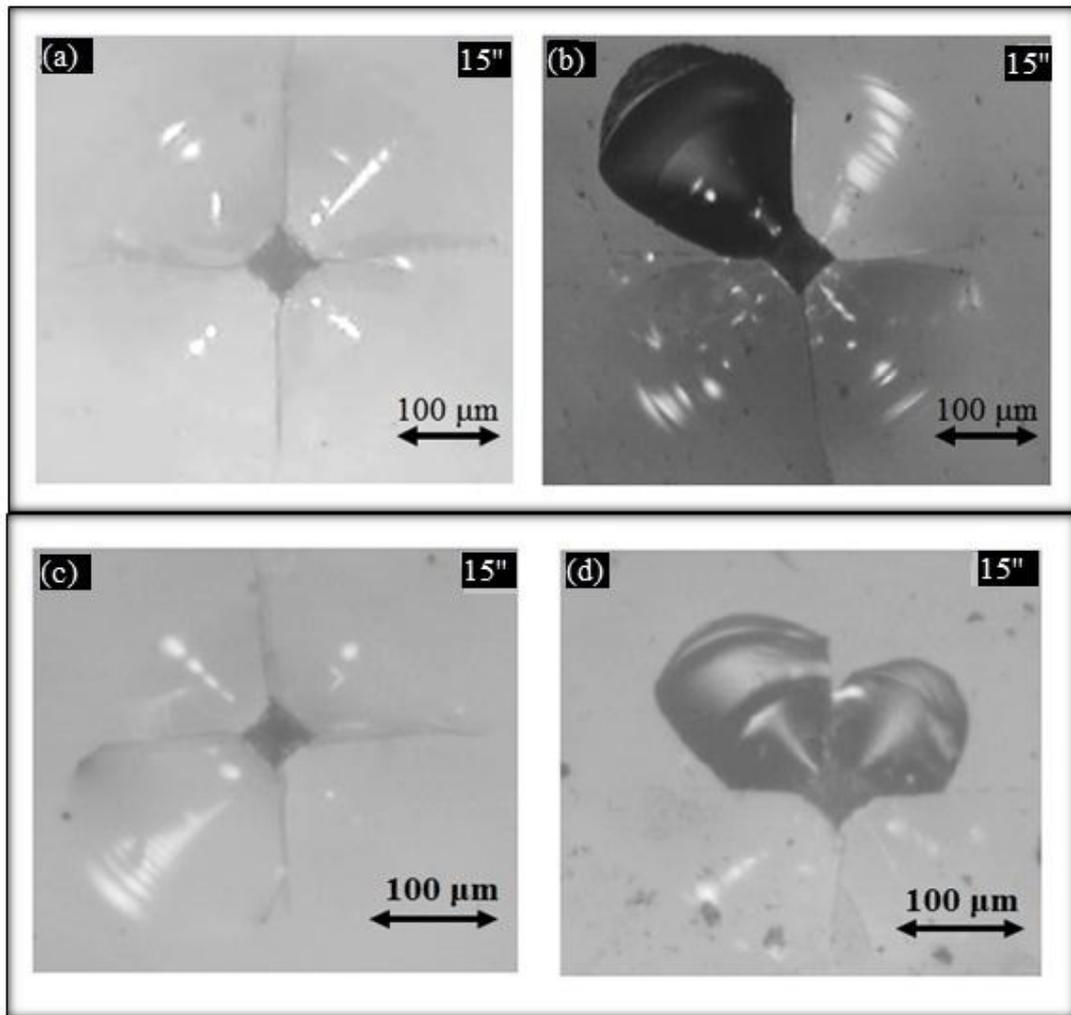


Figure 4.44: Empreinte d'indentation Vickers sur les quatre verres étudiés à la charge progressive pour 15 secondes:
(a) Crown , (b) Flint lourd
(c) Flotté , (d) Zerodur®

Dans le but de visualiser le comportement durant les tests d'indentation cyclique sur la fatigue mécanique des quatre verres utilisés, nous avons appliqué une charge importante progressive, de 50 à 300 N à 6 cycles pour un temps de maintien correspond à 30 secondes.

La figure 4.45 montre l'évolution des tests d'indentations cycliques progressives pour les quatre verres utilisés. La charge augmente progressivement de 50 N pour le premier cycle d'indentation à 300 N pour le sixième cycle. Le temps de maintien à la charge maximale est de 30 secondes où le point de décharge dans ce cas est fixé à 5 N.

On observe clairement un changement du mode durant la charge sélectionnée de 300 N, la fissure se progresse accompagnée des systèmes d'écaillage, et l'empreinte se déforme totalement pour un temps de maintien de 30 secondes sur les quatre échantillons utilisés.

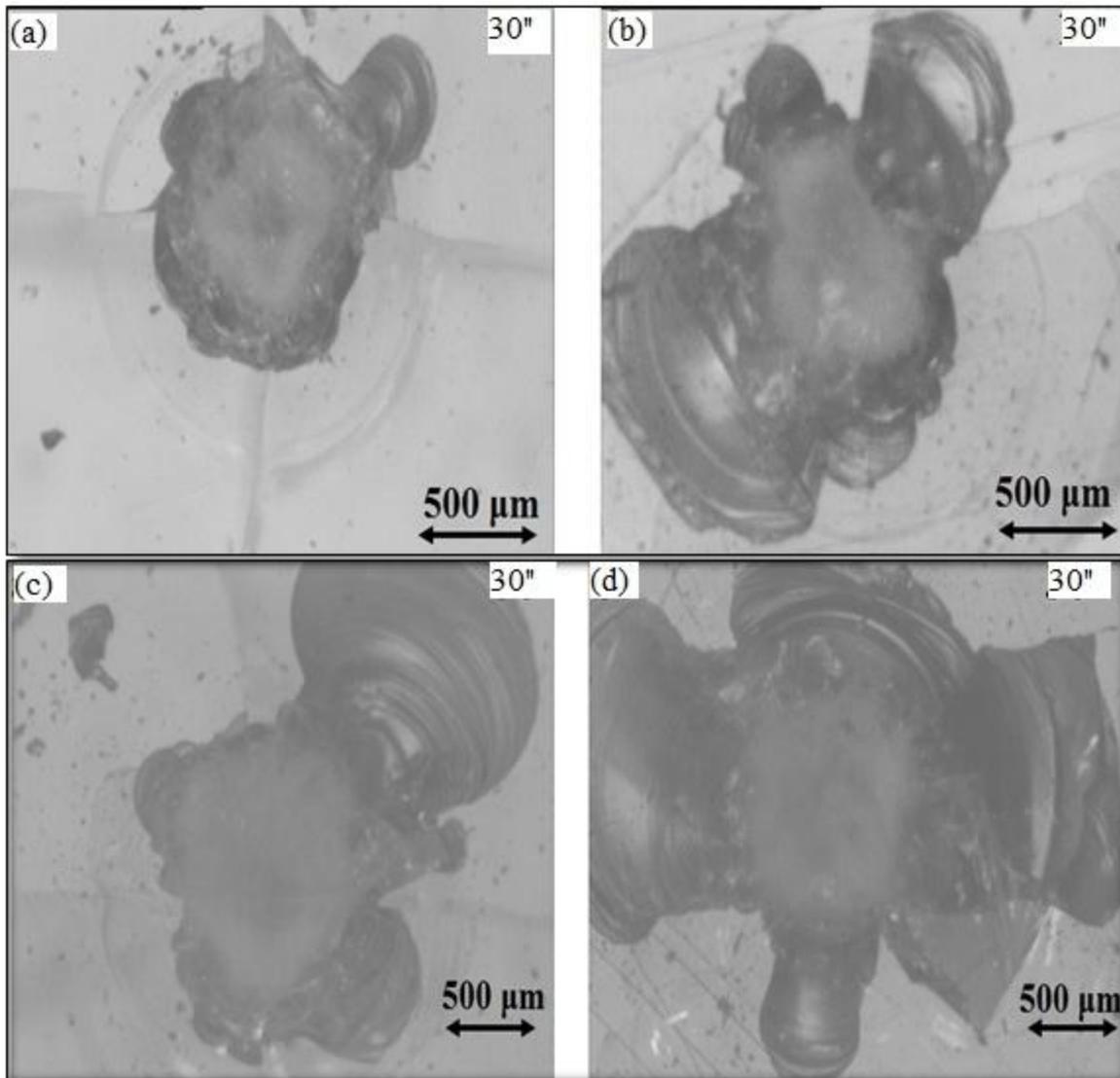


Figure 4.45 : Empreinte d'indentation Vickers sur les quatre verres étudiés à la charge progressive pour 30 secondes:

- | | | |
|------------|---|-----------------|
| (a) Crown | , | (b) Flint lourd |
| (c) Flotté | , | (d) Zerodur® |

4.7. Conclusion

Le polissage des verres optiques par des grains abrasifs liés (pastilles) montre une grande efficacité et une meilleure qualité de pour les verres étudiés. Les critères de rugosité visualisés au moyen d'un profilomètre optique, sont de l'ordre 8 à 10 nanomètre.

Les essais d'indentation classique montrent une assez bonne reproductibilité. Au-delà de 50 N, le comportement devient plus homogène, la courbe force-déplacement montre des pop-in pour le Zerodur® qui correspondent à une propagation instable de la fissure. Au-delà de 100 N, le mode de fissuration change. Concernant la variation de la ténacité en fonction de la charge, on constate que le K_{IC} du verre Flotté est légèrement supérieure à celui des autres verres, tandis que le taux de dispersion des résultats calculé par les quatre relations ne dépasse guère 3 à 4%.

Durant l'indentation cyclique en deux modes, les évolutions charge-décharge montrent une similitude dans l'allure des courbes d'indentation pour les quatre verres utilisés. En mode constant, la pénétration permanente du verre Flotté, après chaque cycle d'indentation, est supérieure comparée à celle pour les autres verres. Il a été observé un pop-in, dû à une propagation brutale de la fissure, qui apparait au deuxième cycle sur le verre Zerodur® lors de l'application d'une charge de 50 N.

En mode variable, lorsque la charge augmente progressivement de 5 à 25 N et de 5 à 50 N à un temps de maintien variable, nous remarquons que la déformation plastique du verre Flotté et Zerodur® est supérieure aux autres verres. Pour des charges d'indentation progressives allant de 50 à 250 N à cinq cycles avec un temps de maintien de 15 secondes, ou des charges d'indentation progressives allant de 50 à 300 N à six cycles avec un temps de maintien de 30 secondes, la pénétration résiduelle des trois verres (Flint lourd, Zerodur® et Flotté) est supérieure à celle pour le verre Crown.

Dans les deux cas, on observe clairement un changement du mode de fissuration durant la charge sélectionnée 250 ou 300 N sur les quatre échantillons utilisés.

4.8. Références bibliographiques

- [1] E. Le bourhis, “Glass mechanics and technology,” 2nd Edition, Wiley.VCH, 2014.
- [2] J. Petzoldt, “Transparent metastable glass ceramics containing quartz solid solutions”. J. Schott Genossen, Mainz, Fed. Rep. Ger. Glastechnische Berichte, Vol.43, N°.4, pp.127-34, 1970.
- [3] W. Pannhorst, “Recent Advances in LAS-Glass–Ceramics”, A. Cer. Soc. Bull., Vol.82, N°.9, pp.9301–6, 2003.
- [4] G. Mueller, “Glass-Ceramic Materials. Schott Information”, Vol.2, pp.1-7, 1972.
- [5] K.R. Gilmour, S.J. Paul, M.R. Boyd, M.T.J. Ashbridge, A.G. Leacock, “Modified 2D stylus profilometry and its application to frictional analyses in sheet metal forming operations,” Tribol.Inter.,(32), 553–558, 1999.
- [6] J. K. Knapp, T. A. Taylor. Waterjet roughened surface analysis and bond strength. Surface and Coatings Technology, Vol.(86-87), pp. 22-27, 1996.
- [7] NF ISO 14577-1 “Metallic materials instrumented indentation test for hardness and other materials parameters”, part 1, Test method, pdf, 2003.
- [8] NF ISO 14577-2 “Metallic materials instrumented indentation test for hardness and other materials parameters”, part 2, Verification and calibration of testing machine, pdf, 2003.
- [9] NF ISO 14577-4 “Metallic materials instrumented indentation test for hardness and other materials parameters”, part 1, Test method for metallic and non metallic coating, pdf, 2003.
- [10] NF ISO 14577-3 “Metallic materials instrumented indentation test for hardness and other materials parameters”, part 3, Calibration of reference test pieces, pdf, 2003.
- [11] GR. Anstis, P. Chantikul, BR. Lawn, “A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: I, Direct crack measurements”. J. Am. Ceram. Soc, Vol.64, pp.533–538, 1981.
- [12] K. Tanaka, “Elastic/plastic indentation hardness and indentation fracture toughness: the inclusion core model”, J. Mater. Sci. Letts., Vol.22, Issue 4, pp.1501-1508, 1987.
- [13] K. Niihara, R. Morena, DPH. Hasselman, “Evaluation of K_{IC} of brittle solids by the indentation method with low crack-To-indent ratios”, J. Mater. Sci. Letts., 1: pp.13–16, 1982.
- [14] M.T. Laugier, “New formula for indentation in ceramics”, J. Mater. Sci. Letts., 6, p.355, 1987.
- [15] A. Chorfa, M. Hamidouche, M.A. Madjoubi, F. Petit, “Determination of glass mechanical characteristics by instrumented indentation,” Int. Rev. Mech. Eng, Vol.1, N°.1 p.105, 2007.

Conclusion générale

Conclusion générale

Le verre existe depuis plusieurs centaines de milliers d'années, il ne cesse de s'améliorer et de prendre une place importante dans notre quotidien. De la fabrication de lames et d'outils tranchants à l'époque préhistorique jusqu'à l'usage de la fibre en verre optique utilisée dans les télécommunications.

Dans cette thèse, des études théoriques ont été faites sur les verres d'oxydes à base de silice. En premier lieu, l'étude a été faite sur les verres et les verres céramiques (vitrocéramiques). Ces verres diffèrent en fonction de leurs procédés d'élaboration de leurs propriétés et de leurs domaines d'application.

Le verre céramique présente de nombreux avantages, il est utilisé aussi bien comme support de grand miroir pour télescopes que comme composant mécanique. Son principal avantage par rapport aux autres verres optiques vient du fait que le matériau peut être produit en très grandes dimensions ; qu'il résiste à des chocs thermiques exceptionnellement élevés, et qu'il est connu aussi par son coefficient de dilatation thermique presque nul. En deuxième lieu, nous avons étudié la technique d'indentation classique, cette dernière est utilisée pour estimer la ténacité, K_{Ic} à partir de la longueur de fissures formées et différentes relations en fonction des hypothèses faites sur la géométrie des fissures. Les résultats obtenus sur ces différents verres sont comparés et discutés.

Par la suite, nous étudions le comportement en indentation cyclique de chaque verre pour suivre l'effet de la fatigue mécanique en fonction du nombre de cycles, de la charge d'indentation et du temps de maintien à la charge maximale au cours de l'essai.

Les résultats obtenus dans le processus de finition permettent de préciser le rôle primordial des grains abrasifs liés dans les processus de rodage et de polissage des surfaces des matériaux fragiles, Le polissage par des grains abrasifs liés montre une qualité de surface meilleure par rapport au polissage par des grains abrasifs libres et permet d'obtenir des valeurs de rugosité R_a et R_q de l'ordre de dix à vingt nanomètres pour les verres Flint et Zerodur®, permet de 8 nm pour le verre Crown . Le comportement en dureté des verres indentés a été comparé à l'aide des courbes force-déplacement obtenues lors de l'essai instrumenté, et une étude comparative de différentes équations a été faite pour le calcul de la ténacité des quatre verres utilisés. En effet, d'après les courbes charge-déplacement, nous remarquons que la pénétration résiduelle après déchargement dans le cas du verre Flotté est supérieure aux autres verres, elle correspond 19 μm et 32 μm respectivement pour les charges sélectionnées de 90 N et de 300 N, et elle n'est que de (16,5 μm et 26 μm), (16,5 μm et 28 μm) et (12,5 μm et 24 μm) pour les verres Crown, Flint et le Zerodur® respectivement.

Nous observons que les tailles des empreintes et les fissures radiales augmentent avec la charge. En appliquant des charges allant de 5 à 90 N, on remarque une bonne reproductibilité sur les courbes charge-déplacement. Les trois courbes correspondant aux verres Flottés, Crowns et Flints, montrent un comportement homogène, par contre le verre Zerodur® présente une discontinuité sur la courbe force-déplacement pendant la mise en charge correspondant au phénomène de pop-in, c'est à dire à une propagation instable de la fissure. Ce phénomène apparaît plusieurs fois successivement pour ce verre sur la courbe charge-décharge pour des grandes charges, alors que nous ne remarquons aucun pop-in sur la courbe du verre crown qui possède une composition riche en silice comparée aux autres verres. Le phénomène de pop-in apparaissent sur le verre Flotté et le verre Flint vers 300 N.

La ténacité K_{IC} calculée par la relation de Laugier et de Niihara, présente respectivement des dispersions comprises entre 23 et 61 % et entre 4 et 25 % ; tandis que les valeurs de la ténacité trouvée par la relation de Tanaka et celle d'Anstis sont inférieures à 10 %.

Les valeurs moyennes de la ténacité trouvées par la relation d'Anstis pour les verres Crown K5, Flotté et Zerodur® sont assez grandes comparées à celle du Flint ; respectivement 0,83, 1,02, 0,93 et 0,47.

En conséquence, la relation d'Anstis peut être choisie pour le calcul de la ténacité K_{IC} des matériaux fragiles étudiés (verres sodocalciques, verres optiques ou verres céramiques), puisque cette dernière présente moins de dispersion par rapport aux autres relations et est celle qui est la plus souvent utilisée dans la littérature, ce qui permet de comparer la ténacité de différents matériaux entre eux

Durant l'indentation cyclique en deux modes, les évolutions charge-décharge montrent une similitude dans l'allure des courbes d'indentation pour les quatre verres utilisés. En mode constant, la pénétration permanente du verre Flotté, après chaque cycle d'indentation, est supérieure comparée à celle des autres verres. Il a été observé un pop-in, dû à une propagation brutale de la fissure, qui apparaît au deuxième cycle sur le verre Zerodur® lors de l'application d'une charge de 50 N.

En mode variable, lorsque la charge augmente progressivement de 5 à 25 N et de 5 à 50 N à un temps de maintien variable, nous remarquons que la déformation plastique du verre Flotté et Zerodur® est supérieure à celles des autres verres. Pour des charges d'indentation progressives allant de 50 à 250 N à cinq cycles avec un temps de maintien de 15 secondes, ou des charges d'indentation progressives allant de 50 à 300 N à six cycles avec un temps de maintien de 30 secondes, la pénétration résiduelle des trois verres (Flint lourd, Zerodur® et Flotté) est supérieure à celle pour le verre Crown.

Dans les deux cas, on observe clairement un changement du mode de fissuration durant la charge sélectionnée 250 ou 300 N sur les quatre échantillons utilisés.

Résumés en

Français et Anglais

Résumé

Pour l'obtention de surfaces optiques de haute précision, la méthode conventionnelle utilisant les grains abrasifs reste le procédé le plus utilisé dans l'industrie optique à cause de ses nombreux avantages dont les plus importants sont la bonne qualité de la surface et le coût réduit. Dans cette thèse, nous présentons une technique utilisée pour polir différents types de verres (Crown, Zerodur et Flint lourd) ainsi que son influence sur l'état de surface obtenu et les propriétés mécaniques.

La technique d'indentation est un instrument de base largement répandu dans les laboratoires industriels et de recherches. Les différentes méthodes utilisées pour estimer la ténacité par indentation ont fait l'objet de nombreux travaux publiés. Les équations pour les matériaux fragiles utilisent la mesure des fissures formées par l'indenteur ou les décrochements, pop-in, observés sur la courbe charge-déplacement quand l'essai est instrumenté. Les différentes équations sont établies en comparant ces résultats à la ténacité obtenue par les essais d'indentation classique. Les méthodes utilisées en indentation permettent généralement de déterminer la ténacité K_{Ic} par indentation avec une incertitude pouvant aller jusqu'à 50 %.

La ténacité a été calculée à partir de la longueur de fissures formées par différentes relations en fonction des hypothèses faites sur la géométrie des fissures. Les résultats obtenus sur ces différents verres, ainsi que leurs dispersions, sont comparés.

Sur ces matériaux ainsi préparés nous effectuons des essais de fatigue d'indentation cyclique. Dans l'étude sur le comportement des deux échantillons vis-à-vis de l'indentation cyclique en deux modes constant et progressif, nous suivons l'effet de la fatigue mécanique par indentation en fonction du nombre de cycles d'indentation, des charges d'indentation et du temps de maintien.

I

Abstract

For obtaining high precision optical surfaces, the conventional method using abrasive grains remains the most widely used method in the optical industry because of its numerous advantages, the most important of which are the good quality of the surface and the reduced cost. In this thesis, we present a technique used to polish different types of glass (Crown, Zerodur and Flint Heavy) as well as its influence on the obtained surface condition and the mechanical properties.

The indentation technique is a widely used basic instrument in industrial and research laboratories. The various methods used to estimate toughness by indentation have been the subject of numerous published works. The equations for brittle materials use the measurement of the cracks formed by the indenter or the displacements, Pop-in, observed on the charge-displacement curve when the test is instrumented. The different equations are established by comparing these results with the toughness obtained by the conventional indentation tests. The methods used in indentation generally make it possible to determine the K_{Ic} toughness by indentation with an uncertainty of up to 50%.

The toughness was calculated from the length of cracks formed by different relationships as a function of the assumptions made on the geometry of the cracks. The results obtained on these different glasses, as well as their dispersions, are compared.

On these materials thus prepared we perform cyclic indentation fatigue tests. In the study of the behavior of the two samples with respect to the constant and progressive cyclic indentation in two modes, we follow the effect of mechanical fatigue by indentation as a function of the number of indentation cycles, indentation loads and holding time.

Listes des Tableaux et Figures

I

Tableaux

Tableau 1.1 : Quelques valeurs d'indices de réfractations pour des verres crowns et flints

Tableau 1.2 : Caractéristiques de quelques verres minéraux.

Tableau 1.3 : Comparaison entre les propriétés des monocristaux, des verres et des vitrocéramiques, (+) un avantage et (-) un inconvénient.

Tableau 3.1 : Principe et nombres de dureté des principaux essais de dureté par pénétration

Tableau 4.1 : Composition chimiques et physiques des verres utilisés (ρ : densité (gr/cm^3), n : Indice de réfraction, V : Nombre d'Abbe et ν : Coefficient de poisson).

Tableau 4.2 : Les grandeurs de E , HV , a et c obtenues pour chaque essai d'indentation

Tableau 4.3 : Equations utilisées pour le calcul de la ténacité K_{Ic} pour différents hypothèses de géométrie de fissure

Tableau 4.4: Valeurs moyennes de la ténacité, du Module d' Young et de la dureté Vickers des quatre échantillons utilisés

Figures

Figure 1.1 : Images représentatives du verre préhistorique
(a) fragment obsidienne, (b) objets tranchants et flèches pointues
(c) bracelet en perle obsidienne noire et (d) Collier en verre.

Figure 1.2 : Variation du volume spécifique (ou de l'enthalpie H) d'un verre en fonction de la température

Figure 1.3 : (a) Deux tétraèdres de silice reliés par un même atome d'oxygène.
(b) Structure de la silice amorphe : empilement désordonné de tétraèdres de silice

Figure 1.4 : Procédé de fabrication d'un verre flotté (Float glass)

Figure 1.5 : Schott Diagramme d'Abbe

Figure 1.6 : Illustration d'une dispersion chromatique effectuée par un prisme

Figure 1.7 : Spectre visible et désignation des longueurs d'onde de référence

Figure 1.8 : Indice de réfraction en fonction de la longueur d'onde pour les principaux verres optiques

Figure 1.9 : Transmission de différents types de verres pour une épaisseur de 25mm

Figure 1.10 : Module d'Young par rapport à T_g pour différents verres inorganiques à 293 K

Figure 1.11 : Principe d'indentation Vickers

Figure 1.12 : Illustration des applications des verres céramiques :
(a) plaques de cuisson, (b) prothèse dentaire, (c) moule de cuisson au four, (d) disque en Zérodur® de Schott de 175 mm de diamètre

Figure 1.13 : Schéma du procédé de synthèse d'une vitrocéramique

Figure 1.14 : Traitement thermique typique nécessaire à l'élaboration de vitrocéramiques (paliers de nucléation et de croissance)

Figure 1.15 : Morphologie d'une vitrocéramique issue d'une céramisation par nucléation et par croissance

I

Figure 1.16 : Schéma de procédure expérimentale donné par ATD : traitement thermique de nucléation à une température T_N pour un temps t_N suivi d'un traitement thermique de croissance à une température T_G pour un temps t_G

Figure 1.17 : La morphologie d'une vitrocéramique résultant d'un processus de nucléation/croissance (a) et d'une décomposition spinodale (b)

Figure 1.18 : Illustration de renforcement de la céramique par l'incorporation de particules cristallines dans une matrice vitreuse

Figure 2.1 : Création de fissures dans le verre par indentation durant l'ébauchage

Figure 2.2 : Principe de meulage du verre

Figure 2.3 : Schéma représentant le rodage du verre par des particules abrasives libres.

Figure 2.4 : Principe de rodage par des grains abrasifs libres et liés

Figure 2.5 : Les facteurs influençant le procédé de rodage

Figure 2.6 : Illustrations des phénomènes d'usure abrasifs
(a) Usure abrasive à deux corps et (b) Usure abrasive à trois corps

Figure 2.7 : Morphologies du cratère de la sub-surface
(a) fissures latérales et médianes et (b) fissure médiane

Figure 2.8 : Mécanisme d'enlèvement de matière en rodage

Figure 2.9 : Schéma représentatif la structure d'une surface du verre résultante de l'action abrasive

Figure 2.10 : Relation entre la sub-surface endommagée et la rugosité de surface

Figure 2.11 : Influence de la grosseur des grains sur l'endommagement de la surface et la rugosité

Figure 2.12 : Principe de polissage du verre optique par abrasifs libres et abrasifs liés (pastilles).

Figure 2.13 : Quelques types de grains abrasifs en diamant synthétique

Figure 2.14 : Micrographie MEB des grains abrasifs d'alumine

Figure 2.15 : Quelques formes des grains abrasifs en SiC de grosseurs différents

Figure 2.16 : Micrographie MEB des grains de diamant micrométriques

Figure 2.17 : Evolution de la rugosité et du taux d'enlèvement de matière en fonction du temps de polissage

Figure 2.18 : décomposition d'un profil à partir des trois types de défauts. de haut en bas : défauts de forme, ondulation et rugosité

Figure 2.19 : Quatre premiers ordres de défauts superficiels

Figure 2.20 : Observation microscopique d'une surface relevant une surface irrégulière (surface polie)

Figure 2.21 : Ecart géométriques d'un profil

(a) : Ecart de forme (Ordre 1)

(b) : Ecart d'ondulation (Ordre 2)

(c) : Ecart de rugosité (Stries, sillons, arrachements : Ordre 3 et 4)

(d) : Profil de surface

Figure 2.22 : Rugosité en 2D et 3D visualisée par le microscope à force atomique du verre Flint poli :

(a) par des grains abrasifs libres

(b) par des grains abrasifs liés (pastilles)

Figure 2.23 : Micro-mamelonnage de plusieurs nm sur un miroir de 600 mm

Figure.2.24 : Variation de la rugosité quadratique en fonction du temps de polissage

Figure 3.1 : Schéma du principe de la dureté Brinell

Figure 3.2 : Schéma du principe de la dureté Vickers

Figure 3.3 : Schéma du principe de la dureté Rockwell HRC

Figure 3.4 : Schéma du principe de la dureté Rockwell HRB

I

Figure 3.5 : Schéma du principe de la dureté Knoop HK

Figure 3.6 : Schéma représentatif la géométrie de l'indenteur Berkovich avec ses angles caractéristiques et des empreintes pyramidales à base triangulaire

Figure 3.7 : Description d'un essai d'indentation à une vitesse de chargement et déchargement constante.

(a) Mouvement de l'indenteur et interaction avec la matière

(b) Charge en fonction du temps

Figure 3.8 : Représentation schématique des séquences et des systèmes de fissures d'un verre induits par indentation Vickers

Figure 3.9 : Représentation schématique des systèmes de fissures induits par indentation Vickers

Figure 3.10 : Indentation Vickers sur différents verres d'oxydes

(a) Charge 10 N, temps de maintien 15 s, de gauche à droite : silice vitreuse, borosilicate, verre naturel, verre à vitre

(b) Images AFM d'indentations sur le verre à vitre présentant les fissures médianes/radiales pour une charge 50 mN et de 1 N

Figure 3.11: Schéma représentant les fissurations spécifiques sur des matériaux fragiles :

(a) Fissuration de type Hertzienne

(b) Fissuration de type Vickers

Figure 3.12 : Schéma représentatif le contact entre un indenteur et un échantillon

Figure 3.13 : Courbe charge-décharge d'un essai d'indentation instrumentée sur un matériau

Figure 3.14 : Empreinte et courbe d'indentation Berkovich d'un monocristallin (Si), avec deux pop-in à la charge maximale de 200mN et un pop-out à la décharge

Figure 3.15 : Représentation d'une indentation sur un matériau fragile

(a) avec une demi-diagonale d'empreinte a et une demi-longueur des fissures c

(b) différents types de fissures d'après référence

Figure 3.16 : Définition des énergies de déformation élastique (W_e) et plastique (W_p) en indentation instrumentée pour un matériau

Figure 3.17 : Représentation schématique de l'écaillage produit par indentation

I

Figure 3.18 : Schéma représentatif d'une courbe d'indentation force-déplacement

(c) à vitesse de chargement imposée montrant le déplacement brutal de l'indenteur (Pop-in)

(d) représentation schématique d'une indentation Vickers sur un matériau fragile.

Figure 4.1 : Principe d'élaboration des pastille

Figure 4.2 : Matériels utilisés pour la compression des pastilles

Figure 4.3 : Fixation des pastilles en rodage et en polissage

Figure 4.4 : Principe de rodage par des grains abrasifs liés (pastilles)

Figure 4.5 : Evolution de la perte en masse en fonction du temps de rodage du verre Flint lourd pour une taille de grain 40 μm et pour les trois types de liant

Figure 4.6 : Evolution de la perte en masse en fonction du temps de rodage du verre Flint lourd pour une taille de grain 30 μm et pour les trois types de liant

Figure 4.7 : Evolution de la rugosité R_q en fonction du temps de rodage du verre Flint lourd pour une taille de grain 40 μm et pour les trois types de liant

Figure 4.8 : Evolution de la rugosité R_q en fonction du temps de rodage du verre Flint lourd pour une taille de grain 30 μm et pour les trois types de liant

Figure 4.9 : Principe du rodage et polissage du verre par des grains abrasifs libres et liés (Pastilles)

Figure 4.10 : Rodage et polissage des verres par des grains abrasifs liés: (b) Flint lourd, (b) Crown K5, (c) verre Flotté (non rodé et non poli) et (d) verre céramique Zerodur®.

(c)

Figure 4.11 : Profilomètre optique de type Veeco (Wyko NT9300).

Figure 4.12 : Principe optique de l'objectif Michelson

Figure 4.13: Rugosité en 3D obtenue pour le verre Flint lourd poli par pastille.

Figure 4.14: Rugosité en 3D obtenue pour le verre Crown K5 poli par pastille.

I

Figure 4.15: Rugosité en 3D obtenue pour le verre Zerodur® poli par pastille

Figure 4.16: Evolution de la rugosité Ra en fonction du temps de polissage

Figure 4.17: Evolution de la rugosité Rq en fonction du temps de polissage

Figure 4.18 : Microscope électronique à balayage conventionnel Hitachi S-520

Figure 4.19 : Matériels utilisées pour la métallisation

Figure 4.20 : Principe de la métallisation sur les échantillons utilisés

Figure 4.21 : Verres métallisés

Figure 4.22 : Micrographies de la surface du verre Crown K5 poli par des grains abrasifs libre (a) et par pastilles (b)

Figure 4.23 : Micrographies de la surface du verre Flint lourd poli par des grains abrasifs libre (c) et par pastilles (d)

Figure 4.24 : Micrographies de la surface du verre Zerodur® poli par des grains abrasifs libre (e) et par pastilles (f)

Figure 4.25 : Machine d'indentation Zwick ZHU 2.5

Figure 4.26 : Les éléments constructifs de la tête (poinçon) mesurant la dureté Zwick ZHU 2.5KN

Figure 4.27 : Illustration de la séquence d'indentation pour le test de dureté Martens

Figure 4.28 : Courbes charge-profondeur d'indentation pour les quatre échantillons de 5 à 90 N

Figure 4.29 : Empreintes d'indentations sur les quatre verres étudiés

Figure 4.30 : Courbes charge-profondeur d'indentation pour les quatre échantillons et des charges maximales entre 100 et 300 N

Figure 4.31 : Empreintes d'indentation sur les quatre verres étudiés

Figure 4.32 : Variation de la ténacité K_{Ic} des quatre types de verre en fonction de la charge appliquée P

Figure 4.33 : Evolution de la charge P en fonction de longueur des fissures pour les quatre échantillons étudiés

Figure 4.34 : Courbe d'indentation cyclique pour une charge constante de 5N à 5 cycles sur les quatre verres utilisés: (a) Verre Flotté, (b) Verre Crown, et (c) Verre Flint lourd et (d) Verre Zerodur®

Figure 4.35 : Courbe d'indentation cyclique pour une charge constante de 50 N à 5 cycles sur les quatre verres utilisés: (a) Verre Flint lourd, (b) Verre Zerodur®, (c) Verre Crown et (d) Verre Flotté

Figure 4.36 : Variation de la longueur de fissure en fonction du nombre de cycle à une charge constante pour sur les quatre verres utilisés

Figure 4.37 : Empreintes d'indentation cyclique avec une charge appliquée de 50 N à 50 cycles sur les quatre verres utilisés: (a) Verre Crown ; (b) Verre Zerodur®, (c) Verre Flint lourd et (d) Verre Flotté

Figure 4.38 : L'évolution de la charge d'indentation progressive en fonction de la profondeur à 5 cycles pour un temps de maintien de 15 secondes sur les quatre échantillons utilisés

Figure 4.39 : L'évolution de la charge d'indentation progressive en fonction de la profondeur à 5 cycles pour un temps de maintien de 30 secondes sur les quatre échantillons utilisés

Figure 4.40 : Evolution de la charge d'indentation en fonction du nombre de cycle à un temps de maintien constant sur les quatre verres

Figure 4.41 : Evolution du module d'Young E en fonction du nombre de cycle sur les quatre verres utilisés

Figure 4.42 : L'évolution de la charge d'indentation progressive en fonction de la profondeur à 5 cycles pour un temps de maintien de 15 secondes sur les quatre échantillons utilisés

I

Figure 4.43 : L'évolution de la charge d'indentation progressive en fonction de la profondeur à 5 cycles pour un temps de maintien de 30 secondes sur les quatre échantillons utilisés

Figure 4.44 : Empreinte d'indentation Vickers sur les quatre verres étudiés à la charge progressive pour 15 secondes:

- | | | |
|------------|---|-----------------|
| (a) Crown | , | (b) Flint lourd |
| (c) Flotté | , | (d) Zerodur® |

Figure 4.45 : Empreinte d'indentation Vickers sur les quatre verres étudiés à la charge progressive pour 30 secondes:

- | | | |
|------------|---|-----------------|
| (a) Crown | , | (b) Flint lourd |
| (c) Flotté | , | (d) Zerodur® |