

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE  
UNIVERSITE FERHAT ABBAS – SETIF -1-

# THESE

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

Pour l'obtention du diplôme de

**DOCTORAT EN SCIENCES**

**En Optique et Mécanique de Précision**

Par

**LAOUAMRI HIND**

*Thème*

*Caractérisation des couches déposées par pulvérisation sur un verre  
sablé*

Soutenue le 28 Janvier 2016 devant le jury composé de

<b>Président</b>	<b>Dj. BOUZID</b>	<b>Professeur</b>	<b>Univ. Ferhat Abbas Sétif -1</b>
<b>Rapporteur</b>	<b>N. BOUAOUADJA</b>	<b>Professeur</b>	<b>Univ. Ferhat Abbas Sétif -1</b>
<b>Co-rapporteur</b>	<b>M. KOLLI</b>	<b>MCA</b>	<b>Univ. Ferhat Abbas Sétif -1</b>
<b>Examineurs</b>	<b>Z. BOUMERZOUG</b>	<b>Professeur</b>	<b>Univ. M<sup>ed</sup> Khider de Biskra</b>
	<b>M<sup>ed</sup> T. SOLTANI</b>	<b>Professeur</b>	<b>Univ. M<sup>ed</sup> Khider de Biskra</b>
	<b>Dj. BRADAI</b>	<b>Professeur</b>	<b>Université STHB</b>

**C**e travail a été effectué au Laboratoire des Matériaux Non Métalliques de l'Institut d'Optique et Mécanique de Précision, à l'université de Sétif 1 Algérie. Les années de thèse passées dans le laboratoire LMNM étaient formatrices et extrêmement enrichissantes. Ce que j'ai appris, est que tout travail peut et doit être valorisé.

**T**out d'abord, je tiens à signaler que j'ai eu la chance et l'honneur de pouvoir travailler avec deux personnes ayant des grandes qualités scientifiques et humaines. Pour cela je remercie chaleureusement mes directeurs de thèse le professeur N. Bouaouadja, et le docteur M. Kolli, pour leur encadrement de haut niveau. Leurs : exigence, rigueur, critiques et idées sont pour beaucoup dans ce travail.

**J'**adresse mes remerciements les plus vifs aux professeurs les membres du jury : Dj. Bouzid, Dj. Bradai, Z. Boumerzoug et M<sup>ed</sup>. T. Soltani, de s'être intéressé à ce travail et d'avoir accepté de le juger.

**J**e remercie également professeur M.H.Tuilier pour m'avoir accueilli dans son équipe Propriétés Physique et Mécanique des Revêtements (PPMR), à l'université de Haute-Alsace (UHA), Mulhouse France, et pour ses judicieux conseils. Mes remerciements s'adressent également aux Docteurs S. Giljean et G. Arnold pour m'avoir assisté au cours des expériences, ainsi que tout le personnel du laboratoire qui m'a soutenu.

**M**es vifs remerciements vont au personnel de notre laboratoire LMNM, que se soit professeurs, doctorants, ingénieur, techniciens et surtout notre secrétaire bien aimée.

**J'**exprime toute ma gratitude envers ma très chère famille : frère, sœurs, beaux frères, neveux et nièces....

**S**ans oublier toute personne ayant contribué à la réalisation de ce travail de proche ou de loin.

### *A la mémoire de ma Mère....*

*On dit que se sont souvent les meilleurs qui partent en premier, je ne peux que m'acquiescer*

*Tu as laissé un immense vide dans ma tête qui raisonne chaque jour et me rappelle ta douloureuse absence, une plaie ouverte dans mon cœur qui ne cicatrisera à jamais*

*رحمك الله وأسكنك فسيح جناته*

### *A mon Père*

*J'ai la chance et le privilège de posséder un père exceptionnel*

*ربي يحفظك*

*Les mots me manquent pour exprimer l'amour immense et profond que j'ai pour Vous  
Deux*

*J'espère que Vous êtes **F**iers de moi.*

---

INTRODUCTION GÉNÉRALE.....	1
----------------------------	---

***Chapitre I***  
**EROSION DU VERRE**

I.1. Introduction.....	4
I.2. Généralités sur le verre.....	5
I.2.1. Transparence du verre.....	5
I.2.2. Propriétés mécaniques du verre.....	6
➤ Le module d'élasticité .....	6
➤ La contrainte de rupture.....	6
➤ La corrosion sous contrainte.....	7
➤ La fatigue du verre.....	7
➤ La dureté.....	7
I.2.3. Défauts du verre.....	7
➤ Défauts surfaciques .....	7
➤ Défauts volumiques.....	7
➤ Particules adhérentes à la surface .....	8
I.3. Comportement des verres vis-à-vis de l'érosion.....	8
I.3.1. Influence des paramètres d'érosion.....	9
I.3.1.a. Forme, taille et dureté des particules.....	9
➤ Forme.....	9
➤ Taille.....	11
➤ Dureté.....	12
I.3.1.b Vitesse d'impact des particules.....	13
I.3.1.c Énergie d'impact.....	15
I.4. Quelques travaux réalisés au niveau du LMNM.....	16

## Chapitre II

### CORRECTION DES DEFAUTS D'EROSION

<b>II.1. Introduction.....</b>	<b>20</b>
<b>II.2. Trempe.....</b>	<b>21</b>
<b>II.2.1. Trempe thermique.....</b>	<b>21</b>
<b>II.2.2. Échange ionique.....</b>	<b>24</b>
<b>II.3. Traitement par l'acide fluorhydrique HF.....</b>	<b>26</b>
<b>II.4. Dépôt des couches transparentes .....</b>	<b>28</b>
<b>II.4.1. Techniques de dépôt des couches .....</b>	<b>28</b>
<b>II.4.1.a. Elaboration des dépôts par voie physique.....</b>	<b>29</b>
<b>II.4.1.b. Elaboration par voie chimique.....</b>	<b>29</b>
<b>II.4.2. Cicatrisation de fissures de surface d'un verre.....</b>	<b>31</b>
<b>II.4.3. Exemples des revêtements déposés sur un verre endommagé par sablage.....</b>	<b>36</b>

## Chapitre III

### PROCEDURE EXPERIMENTALE

<b>III.1. Objectif du travail.....</b>	<b>40</b>
<b>III.2. Matériaux et méthodes expérimentales.....</b>	<b>41</b>
<b>III.2.1. Matériaux utilisés.....</b>	<b>41</b>
<b>A. Verre.....</b>	<b>41</b>
<b>B. Sable.....</b>	<b>42</b>
<b>C. Acide fluorhydrique HF.....</b>	<b>43</b>
<b>D. Vernis.....</b>	<b>43</b>
<b>III.2.2. Méthodes expérimentales.....</b>	<b>44</b>
<b>A. Sablage.....</b>	<b>44</b>
<b>B. Traitement chimique par HF.....</b>	<b>46</b>
<b>C. Revêtement.....</b>	<b>46</b>
<b>III.3. Caractérisations optiques et mécaniques.....</b>	<b>47</b>
<b>III.3.1 Examens microscopiques.....</b>	<b>47</b>
<b>A. Microscope optique.....</b>	<b>47</b>
<b>B. Microscope électronique à balayage.....</b>	<b>47</b>

III.3.2. Spectrométrie UV- Visible.....	48
III.3.3. Diffusion de la lumière.....	49
III.3.4. Rendement photovoltaïque.....	50
III.3.5. Profilométrie tactile.....	51
III.3.6. Résistance mécanique.....	52
III.3.7. Essai de fatigue par choc à bille.....	53
III.3.8. Essai d'indentation .....	54
III.3.9. Essai de rayage. ....	56

## *Chapitre IV* RESULTATS ET DISCUSSION

IV.1. Observations microscopiques.....	58
IV.1.1. Sablage.....	58
IV.1.2. Attaque chimique.....	59
IV.1.3. Revêtement.....	61
IV.2. Rugosité.....	63
IV.3. Transmission optique et visibilité.....	65
IV.4. diffusion de la lumière.....	68
IV.5. Rendement photovoltaïque.....	69
IV.6. propriétés mécaniques.....	71
IV.6.1. Résistance mécanique.....	71
IV.6.2. Choc cyclique (fatigue).....	72
IV.6.3. Essai d'indentation.....	74
IV.6.4. Essai de rayage.....	76
CONCLUSION ET PERSPECTIVES.....	83
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES .....	86

## INTRODUCTION GENERALE

Le verre a été toujours apprécié pour ses qualités esthétiques et ses propriétés physiques. Les propriétés de transmission des verres oxydes dans le visible et dans le proche infrarouge en font un matériau incontournable pour des applications industrielles, telles que le secteur du bâtiment, l'industrie de l'emballage, ou encore les secteurs de la lunetterie, des ampoules d'éclairage, etc...

La surface du verre influe sur ses propriétés de base, en particulier sa résistance mécanique, ses propriétés optiques et son interaction physico-chimique avec l'environnement. Ces trois classes de propriétés sont au cœur de la plupart des cahiers des charges des applications du verre. Ceci explique pourquoi la maîtrise de la surface du verre est devenue depuis quelques années un enjeu de grande importance pour les industriels. En particulier, utiliser au mieux la surface du verre constitue un moyen de maintenir la compétitivité du verre vis-à-vis des autres matériaux.

Dans les régions sahariennes, les vents de sable génèrent une dégradation superficielle d'un grand nombre d'objets en matériaux fragiles, en particulier les verres (divers vitrages d'habitations et de locaux, pare-brises des voitures, plaques de protection des panneaux solaires...). Les impacts des particules de sable sur la surface provoquent un endommagement plus ou moins sévère selon les conditions environnementales. Les défauts de surface créés affectent notablement la transmission optique et la résistance mécanique.

Pour limiter les effets indésirables causés par l'érosion du verre, différentes solutions ont été proposées. La majorité d'entre-elles mettent en évidence l'intérêt des traitements de surface. Les méthodes proposées peuvent être groupées en trois familles :

- Méthodes préventives par renforcement mécanique de la surface à travers des traitements thermiques ou thermo-chimiques. Le principe consiste à créer des contraintes résiduelles de compression au niveau des couches superficielles du verre qui s'opposent à toute agression externe.

- Méthodes régénératrices de la surface du verre : il s'agit de supprimer graduellement les couches endommagées, par polissage mécanique, au feu ou chimique. En conséquence, les différences de niveaux entre les creux et les crêtes des surfaces endommagées seront réduites et un bon état de surface sera rétabli.

- Méthodes correctives, basées sur la déposition de revêtements transparents en vue de cicatiser les défauts de surface du verre. C'est dans cette dernière optique que s'inscrit ce projet de thèse.

L'objectif de ce travail de thèse est de remédier au phénomène d'érosion par la déposition de couches organiques transparentes sur le verre dégradé. Le travail consiste à sabler un verre sodocalcique ordinaire dans différentes conditions dans le but d'obtenir différents états de surface et de déposer, par la suite, des revêtements de résine acrylique par pulvérisation. Les surfaces sablées présentent un profil rugueux pointu et il est intéressant de le comparer à un profil émoussé. C'est pourquoi une série des verres sablés est soumise préalablement à une attaque chimique par l'acide HF ; pour étudier son influence sur l'adhérence des couches déposées.

Cette thèse se compose de quatre chapitres :

- Les deux premiers chapitres font l'objet d'un rappel bibliographique. Dans le premier chapitre nous présentons les différents aspects du phénomène d'érosion du verre en faisant une synthèse des principales études réalisées sur ce phénomène. Le deuxième chapitre concerne les différentes solutions proposées dans la littérature pour remédier au phénomène d'érosion. Un intérêt particulier a été porté à la correction des défauts par revêtement.

- Dans le troisième chapitre, nous avons présenté les différentes techniques expérimentales suivies dans chaque étape de ce travail. Nous avons commencé par la présentation des matériaux et des matières utilisés (verre, résine...). Ensuite, nous avons décrit les moyens utilisés et la procédure expérimentale suivie dans les essais de sablage, de revêtement et de caractérisation.



- Le quatrième chapitre est consacré à la présentation des résultats expérimentaux obtenus et leur discussion.

Enfin, cette thèse s'achève par une conclusion générale et quelques perspectives.

Chapitre I  
EROSION DU VERRE

<b>I.1. Introduction</b> .....	<b>4</b>
<b>I.2. Généralités sur le verre</b> .....	<b>5</b>
<b>I.2.1. Transparence du verre</b> .....	<b>5</b>
<b>I.2.2. Propriétés mécaniques du verre</b> .....	<b>6</b>
➤ Le module d'élasticité .....	<b>6</b>
➤ La contrainte de rupture.....	<b>6</b>
➤ La corrosion sous contrainte.....	<b>7</b>
➤ La fatigue du verre.....	<b>7</b>
➤ La dureté.....	<b>7</b>
<b>I.2.3. Défauts du verre</b> .....	<b>7</b>
➤ Défauts surfaciques .....	<b>7</b>
➤ Défauts volumiques.....	<b>7</b>
➤ Particules adhérentes à la surface .....	<b>8</b>
<b>I.3. Comportement des verres vis-à-vis de l'érosion</b> .....	<b>8</b>
<b>I.3.1. Influence des paramètres d'érosion</b> .....	<b>9</b>
<b>I.3.1.a. Forme, taille et dureté des particules</b> .....	<b>9</b>
➤ Forme.....	<b>9</b>
➤ Taille.....	<b>11</b>
➤ Dureté.....	<b>12</b>
<b>I.3.1.b Vitesse d'impact des particules</b> .....	<b>13</b>
<b>I.3.1.c Énergie d'impact</b> .....	<b>15</b>
<b>I.4. Quelques travaux réalisés au niveau du LMNM</b> .....	<b>16</b>

## Chapitre I : EROSION DU VERRE

### I.1. INTRODUCTION

D'une manière générale, le phénomène d'érosion désigne l'ensemble des résultats de tous les processus qui ramassent et transportent des matières sur une surface [PREE 77]. La norme ASTM (American Society for Testing and Materials) définit le processus d'érosion comme étant un phénomène surfacique associé à un enlèvement de matière causé par les impacts répétés des particules solides sur le matériau [HUTC 83].

La complexité du phénomène d'érosion vient en partie du grand nombre de paramètres qui entrent en jeu (nature, forme et taille des particules, vitesse et angle d'impact, nature de la cible,...). L'étude de la réponse d'un matériau face à l'érosion, se base essentiellement sur l'évolution du taux d'érosion, qui est le rapport entre la perte de masse du matériau érodé et la masse utilisée des particules érodantes [PAWL 06].

Malgré des approches différentes, la plupart des auteurs ayant travaillé sur le sujet de l'érosion s'accordent pour distinguer deux comportements principaux, correspondant à deux types de matériaux :

- à savoir un comportement ductile typique de la plupart des cibles métalliques et organiques,
- et un comportement fragile typique des verres, céramiques et matériaux durs [HUTC 92].

Nous nous attacherons, dans ce chapitre, à rappeler des généralités sur le verre et sur le comportement des matériaux fragiles vis-à-vis de l'érosion. Il sera question de montrer l'influence des différents paramètres les plus pertinents sur les mécanismes d'enlèvement de matière.

## **I.2. GENERALITES SUR LE VERRE**

Bien qu'il existe plusieurs définitions du verre, on peut retenir la définition proposée par Zarzycki [ZARZ 82] : Le verre est un solide non cristallisé qui présente le phénomène de la transition vitreuse. Il est caractérisé par une structure désordonnée [HAMZ 13], une fenêtre de transparence dans le spectre électromagnétique et une température de transition vitreuse. La grande majorité des verres industriels sont élaborés à partir de la silice  $\text{SiO}_2$  contenue dans le sable. Le plus souvent le verre est obtenu par fusion qui, sous-refroidi sans qu'il se produise de cristallisation, prend un état figé [BOUA 98].

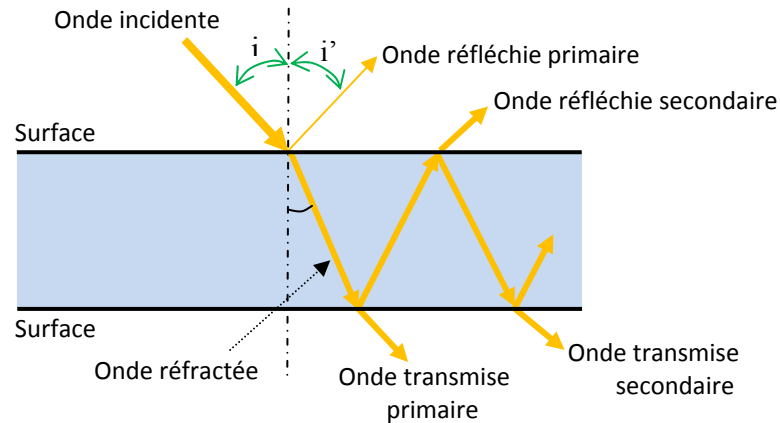
Plusieurs propriétés caractérisent le verre et déterminent son utilisation. Dans le cadre de cette thèse, on rappelle brièvement sa transparence et quelques propriétés mécaniques.

### **I.2.1. TRANSPARENCE DU VERRE**

Il est bien connu que le verre est un matériau transparent. Cette propriété est souvent désignée comme la qualité la plus importante possédée par un verre. Un verre est capable de transmettre les radiations dans le domaine du visible à condition :

- qu'il soit homogène ;
- qu'il ait un coefficient d'absorption très faible ;
- que ses surfaces soient bien parallèles et très lisses afin de minimiser les phénomènes de réflexion et diffusion de la lumière.

Lorsqu'un rayon de lumière traverse un verre, il subit une série de réfractions à chaque interface entre le verre et l'air. La valeur de la réfraction dépend de l'angle d'incidence, de l'indice de réfraction (environ 1,5 pour la majorité des verres) et surtout de l'état de surfaces d'un verre [LOMB 02]. Ainsi, la présence de particules adhérentes et de défauts en surface induit des phénomènes de diffusion et d'absorption de la lumière qui diminuent la transparence du verre [RAO 86, LOMB 02]. Dans le cas idéal de surfaces propres et parfaitement lisses et pour une incidence normale, la perte par réflexion à travers une lame de verre est de l'ordre de 8% [SHOL 91].



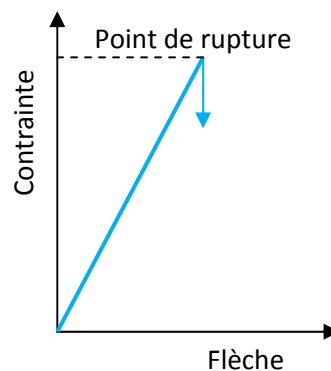
**Figure I.1** : Interaction d'une onde lumineuse incidente avec une lame de verre.

### I.2.2. PROPRIETES MECANQUES DU VERRE

Sur le plan des propriétés mécaniques, le verre est considéré comme étant un matériau fragile. C'est d'ailleurs cette fragilité qui limite son utilisation dans certaines applications. Afin de décrire les qualités et les défauts du verre en situations de mises sous contrainte, les paramètres suivants doivent être analysés :

- **Le module d'élasticité** : traduit la rigidité du verre avant d'atteindre sa rupture. Dans le cas des verres sodocalciques courants, sa valeur est généralement comprise entre 70 et 75 GPa.

- **La contrainte de rupture** : représente la force appliquée au verre par unité de surface afin de le rompre. Généralement, la sollicitation se fait en mode de flexion et la résistance moyenne est comprise entre 70 et 100 MPa; La figure I.2 montre un exemple de variation contrainte-flèche qui est parfaitement linéaire jusqu'à la rupture.



**Figure I.2** : Courbe schématique de flexion d'un échantillon de verre.

- **La corrosion sous contrainte** : c'est la vitesse de propagation d'une fissure causée par l'altération du verre due à la présence de l'eau.

- **La fatigue du verre** : c'est l'usure du verre fragilisé par modification et augmentation des défauts suite à des sollicitations mécaniques ou thermiques répétées.

- **La dureté** : c'est l'aptitude d'un verre à rayer ou à être rayé par un autre matériau. Sur l'échelle des minéralogistes (échelle de Mohs), le verre a une dureté de 6 en comparaison avec le talc qui a une dureté de 1 et le diamant qui a une dureté de 10. Ainsi, le verre est facilement rayé par un diamant. La dureté du verre est généralement déterminée par indentation Vickers et sa valeur moyenne est de l'ordre de 5 à 6 GPa [BOUA 98].

Le comportement mécanique du verre est caractérisé par une résistance en compression très élevée. Pourtant, sa résistance à la traction est très faible et aléatoire. Sa résistance à la rupture, obtenue expérimentalement, présente une grande dispersion et reste très inférieure à la valeur théorique appelée : résistance cohésive interatomique. Cette dernière représente la contrainte maximale nécessaire pour rompre les liaisons entre atomes. En 1920, *Griffith* a expliqué la divergence entre les valeurs théoriques et mesurées, par la présence des défauts surfaciques et l'effet volumique dans le verre [JEON 03].

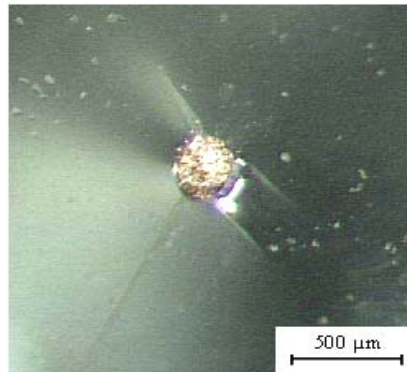
### **I.2.3. DEFAUTS DU VERRE**

- **Défauts surfaciques** : Les défauts de surface sont prépondérants pour l'étude de la résistance mécanique et la qualité optique du verre. Ils peuvent être classés en :

- Grandes fissures : fissures de plusieurs centièmes de millimètres de profondeur, visibles au microscope optique ou à l'œil nu.

- fissures microscopiques : ces défauts apparaissent lors de la fabrication du verre ou lors de son contact avec d'autres objets. On en compte plusieurs milliers au centimètre carré.

- **Défauts volumiques** : Le verre peut présenter des inclusions qui mènent de manière précoce à sa rupture (inclusions de sulfure de Nickel). Ils peuvent conduire à la rupture spontanée d'éléments en verre trempé. En effet, lors d'un chauffage, par le soleil par exemple, le sulfure de Nickel change de phase, se dilate et génère une microfissuration locale qui peut entraîner une rupture brutale du verre (figure I.3).



**Figure I.3** : Micrographie montrant une particule de NiS dans un verre et l'initiation de fissures [GLAS 10].

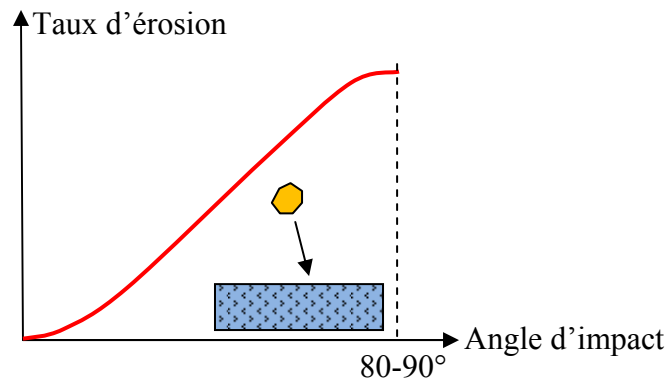
- **Particules adhérentes à la surface** : Ces défauts constituent des points faibles du verre. Ils peuvent s'incorporer en surface dans un environnement poussiéreux lors de la fabrication [CARRE 96]. Plus ces défauts sont profonds, plus l'état de surface du verre se dégrade, ce qui affecte l'aspect visuel et la résistance mécanique.

### I.3. COMPORTEMENT DES VERRES VIS-A-VIS DE L'EROSION

Il est bien établi que l'érosion des matériaux fragiles (verres, céramiques...) est caractérisée par la fissuration, la formation de cratères et l'écaillage de la surface. Le processus d'érosion dans les verres est considéré comme étant de type élasto-plastique. La déformation plastique localisée au niveau des points d'impacts est accompagnée d'une fracture en surface causée par la force appliquée. Il en résulte une perte de masse. Le taux d'érosion de ce type de matériau dépend fortement de l'angle d'incidence sous lequel les particules impactent la surface. Il augmente avec l'angle et atteint son maximum à  $90^\circ$ , angle auquel la force appliquée devient normale par rapport à la surface et l'énergie apportée par la particule érodant est maximale [FINN 95, OKA 97].

La variation du taux d'érosion en fonction de l'angle d'incidence est indiquée par la figure I.4. La courbe se présente grossièrement sous une forme sinusoïdale; ce qui explique

que l'érosion est gouvernée essentiellement par la composante normale de la force d'impact, soit  $F \cdot \sin \alpha$  [MASS 88].



**Figure I.4 :** Taux d'érosion en fonction de l'angle d'incidence des particules.

### I.3.1. INFLUENCE DES PARAMETRES D'EROSION

Comprendre, mesurer, prévoir et réduire le taux d'érosion a fait l'objet dans toutes les études sur l'érosion. Il est généralement admis que le taux d'érosion est gouverné par :

- les propriétés des particules érodantes (taille, forme, densité, dureté).
- les propriétés du matériau cible (dureté, ténacité et qualité de surface).
- les conditions expérimentales (vitesse d'impact, angle d'impact, masse des particules projetées, température) [SHIP 96, BELL 00, OKA 05].

À partir de nombreuses études trouvées dans la littérature, nous allons tenter d'exposer l'influence de chacun de ces paramètres sur les mécanismes d'endommagement du verre.

**I.3.1.a. Forme, taille, et dureté des particules:** Les particules érodantes constituent le premier élément de l'interaction particules-substrat. Selon leur forme, leur taille, et leur dureté, elles déterminent le mécanisme d'érosion d'un matériau fragile. Nous allons détailler l'influence des principales caractéristiques de ces particules.

#### ➤ Forme des particules :

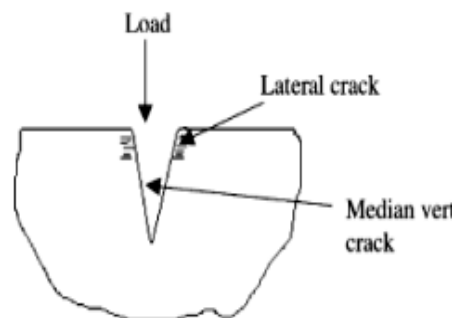
La forme des particules érodantes est importante dans le mécanisme de l'érosion. Lorsqu'on observe soigneusement la surface d'un verre érodé par des particules de sable, on s'aperçoit que les dommages générés aux points d'impact ressemblent aux défauts typiques



générés par indentation. En effet, il a été montré par *LAWN* [*LAWN 93*] que les particules sphériques créent des défauts identiques à ceux créés par indentation Hertzienne (contact élastique) et que les particules anguleuses génèrent des défauts similaires aux défauts d'indentation Vickers, de type élasto-plastique [*GORH 99*].

*HUTCHINGS* et *SLIKKERVEER* [*HUTCH 92, SLIK 98*], dans leurs études sur le taux d'érosion du verre en fonction de la forme des particules, ont montré qu'à énergie cinétique identique, les particules anguleuses présentent un taux d'érosion plus élevé que les particules sphériques. Ceci montre que les particules anguleuses sont plus efficaces pour éroder le verre et mène à l'idée que l'impact sur le substrat diffère selon la forme des particules projectiles. Les particules anguleuses provoquent la fissuration et la déformation plastique localisée à des vitesses d'impact bien plus faibles que les particules sphériques.

La séquence des dommages produits par impact d'une particule anguleuse suffisamment énergétique, frappant la surface d'un verre peut être résumée comme suit : la particule en frappant le substrat crée sous l'impact une zone de déformation plastique (irréversible) accompagnée d'une fissure médiane qui se propage en profondeur sous cette zone déformée (figure I.5). Après rebondissement, la fissure médiane se referme sous la surface mais des fissures radiales s'ouvrent sous l'impact, et s'étendent longitudinalement en surface de l'échantillon. Si l'énergie d'impact est suffisante, des fissures latérales se développent presque parallèlement à la surface et peuvent déboucher vers celle-ci causant, ainsi, un écaillage qui induit une perte de masse.



**Figure I.5** : Illustration schématique de la propagation des fissures sous l'impact d'une particule anguleuse [*OSTO 87*].

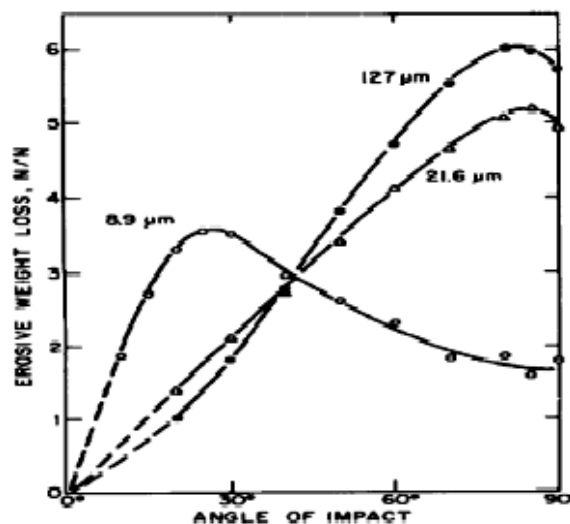
Chaque type de fissures a un rôle spécifique dans l'érosion :

-**les fissures médianes** : *WIEDERHORN et al.* [WIED 79] ont rapporté que dans le cas de l'impact d'un verre par des particules solides pointues, il y a initiation et propagation des fissures médianes au niveau de la zone de contact. Ces fissures augmentent en fonction de la charge impulsive délivrée par la particule et sont responsables de la dégradation de la contrainte à la rupture.

-**les fissures latérales** enlèvent de la matière (responsables de la perte en masse), lorsqu'elles débouchent à la surface. Elles assurent le développement de l'érosion [RITT 84].

➤ **Taille des particules :**

La taille des particules érodantes peut agir aussi sur la nature du comportement (fragile ou ductile) du matériau, et causer des changements sur le mécanisme de l'usure érosive. La figure I.6 montre la perte en masse en fonction de l'angle d'impact d'un verre érodé par des particules de SiC (carbure de silicium), de différentes tailles, avec une vitesse de 152,4 m/s. *SHELDON et FINNIE* [SHEL 66] furent les premiers à démontrer qu'il pouvait exister une transition ductile-fragile dans les matériaux céramiques. Ils ont montré qu'à vitesse constante, le comportement du matériau du type verre, oxyde magnésium, graphite vis à vis de l'érosion dépendait de la taille des particules. La figure I.6 indique un comportement fragile pour une taille de particules en SiC de l'ordre de 127 microns (maximum d'érosion à 90°), alors qu'un comportement ductile est observé avec des particules de 9 microns.



**Figure I.6 :** Perte en masse fonction de l'angle d'impact pour différentes tailles de particules [SHEL 66].

➤ **Dureté des particules :**

Il est connu que les particules dures provoquent un taux d'érosion plus élevé, par rapport à celui causé par les particules moins dures.

La littérature rapporte que les particules les plus utilisées dans les essais d'érosion sont des particules d'alumine, de silice et de carbure de silicium, car elles sont plus dures que le verre. *GOODWIN* [GOOD 69] a donné des expressions empiriques décrivant le taux d'érosion en fonction de la dureté des particules érodantes.

$$E = k * H_V^{2.3} \quad \text{I.1}$$

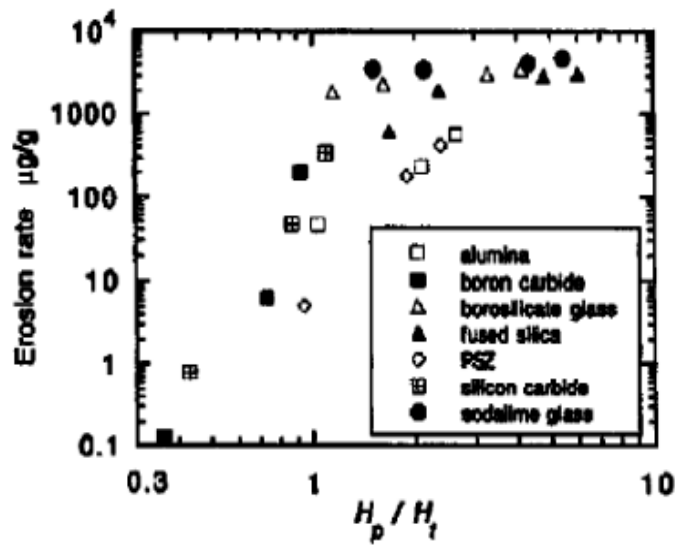
Avec E : taux de l'érosion

k : constante

H<sub>V</sub> : dureté Vickers des particules

L'effet de la dureté des particules sur l'érosion dépend du mode particulier de l'érosion produite, ductile ou fragile. Pour le mode fragile, l'effet de la dureté est beaucoup plus prononcé.

*SHIPWAY* et *HUTCHINGS* [SHIP 96] ont projeté sur une série de matériaux fragiles (verre sodocalcique, verre borosilicate, silice fondue, carbure de bore, zircone partiellement stabilisée, alumine et carbure de silicium) plusieurs sortes de particules érosives (silicium, silice, alumine et carbure de silicium). Les mécanismes d'érosion dépendent du rapport entre la dureté des particules abrasives H<sub>P</sub> et celle de la cible H<sub>T</sub> (matériau impacté) (H<sub>P</sub>/H<sub>T</sub>). La figure I.7 montre la variation du taux d'érosion à une vitesse de 60 m/s, en fonction du rapport H<sub>P</sub>/H<sub>T</sub>. On voit que le taux d'érosion augmente proportionnellement avec le rapport H<sub>P</sub>/H<sub>T</sub>. Lorsque l'énergie d'impact nécessaire est atteinte, dans le cas où les particules sont moins dures que le matériau cible (H<sub>P</sub>/H<sub>T</sub> < 1), des taux d'érosion très bas sont observés. Le mécanisme d'érosion est de type Hertzien, alors qu'il est de type élasto-plastique avec des particules érosives dures (H<sub>P</sub> / H<sub>T</sub> > 1). Le taux d'érosion change avec le changement dans les mécanismes d'érosion.



**Figure I.7 :** Taux d'érosion en fonction du rapport  $H_p/H_T$  [SHIP 96].

**I.3.1.b. Vitesse d'impact des particules :** La vitesse des particules incidentes à une très forte influence sur le taux d'érosion :

-Si la vitesse est très petite, les forces d'impact sont insuffisantes pour produire un endommagement de la surface. La seule érosion qui peut avoir lieu se fait par fatigue (impacts répétés au même endroit).

-Pour une grande vitesse des particules, les forces d'impact sont assez importantes et il se produit des cratères accompagnés d'écaillage en surface [LIND 99].

La relation entre le taux d'érosion (exprimé, ici, en perte de masse par unité de temps) et la vitesse de l'impact est décrite par plusieurs modèles. A titre d'indication, *GWIDON* [GWID 66] propose la relation suivante :

$$\frac{dm}{dt} = k \cdot V^n \quad \text{I.2}$$

Avec: m: masse la cible [Kg].

t: temps d'exposition au sablage [s].

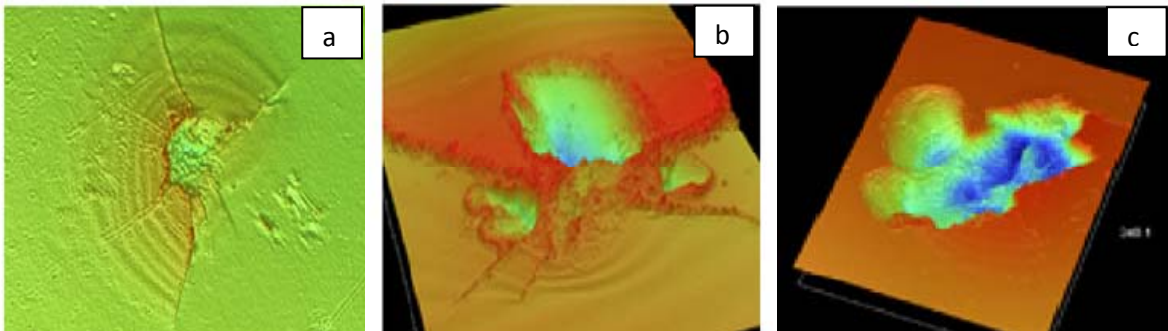
k: constante empirique.

V: vitesse des particules [m/s].

n: exposant de la vitesse.

La valeur de l'exposant  $n$  varie habituellement de 2 à 3 pour les particules solides. C'est l'une des premières équations utilisées pour démontrer l'effet de la vitesse sur le taux d'érosion. À titre d'exemple, si la vitesse des particules augmente 10 fois, le taux d'érosion peut augmenter entre 100 et 1000 fois [GWID 66, BOUS 04].

*J. ISMAIL et al.* [ISMA 11] ont projeté sur une cible en verre sodocalcique des particules en Alumine, avec différentes vitesses d'impact variant de 8 à 20 m/s. Les mécanismes d'endommagement ont été suivis par un scan profilométrique. La figure I.8 montre les degrés d'endommagement obtenus. Les observations révèlent que pour les faibles vitesses 8 m/s (figure I.8.a) : il n'y a pas d'écaillage. Avec l'augmentation de la vitesse (fig. I.8.b) il y'a formation partielle de fragments et pour des vitesses plus grandes encore (fig. I.8.c), il se produit un écaillage avec formation de cratères. Les écailles augmentent de taille, ce qui laisse penser que la perte de masse augmente aussi.



**Figure I.8:** Scan optique d'un verre érodé montrant trois degrés d'endommagement à vitesses variables : (a)  $V = 8$  m/s, (b)  $20 > V > 8$ , (c)  $V = 20$  m/s [ISMA 11].

Le verre peut changer de comportement vis à vis de l'érosion selon la vitesse des particules érodantes. Ceci a été confirmé dans les travaux de *BUIJS* et *PASMANS* [BUIJ 95]. Les auteurs ont observé que le taux d'érosion du verre sodocalcique par des particules d'alumine présente une transition en fonction de la vitesse d'impact. Cette transition est intermédiaire entre le comportement ductile et fragile et se manifeste aux environs de 100 m/s. Un phénomène de fragmentation des particules érodantes a été, également, observé avec

l'augmentation de la vitesse. Les observations faites par ces auteurs révèlent que pour une vitesse de 200 m/s, la taille moyenne des particules est réduite de 10%.

**I.3.1.c. Energie d'impact :** L'énergie des particules est un autre élément important, car l'étude faite par *HUTCHINGS* et *SLIKERVEER* [HUTC 92, SLIK 98] du taux d'érosion du verre en fonction de l'angle d'impact pour des particules de même nature et de même forme, mais d'énergies différentes, montre que le taux d'érosion est maximal à 90° pour les particules les plus énergétiques, alors qu'il est maximal à 30° pour les moins énergétiques. Ce changement de comportement du taux d'érosion en fonction de l'énergie des particules, témoigne d'un changement dans le mode d'érosion. En effet, lorsque le maximum est atteint pour un angle d'incidence de 30°, on peut rapprocher ce mode érosif de celui des matériaux ductiles pour lequel l'érosion est due aux déformations plastiques (empreintes) subies par le matériau, que ce soit avec des particules anguleuses ou sphériques. Alors que lorsque le maximum d'érosion est atteint à 90°. Ce mode érosif est dit mode « fragile » et il est caractéristique des matériaux fragiles, à savoir que l'érosion est due à la fissuration provoquée par les impacts des particules [KLEI 97]. De ce changement brutal du comportement, on peut en déduire qu'il existe une énergie minimale nécessaire pour que l'érosion en « mode fragile » ait lieu.

Dans le cas de l'érosion du verre, cette énergie minimale a été déterminée par *WENSINK* [WENS 82]. Cela implique que l'ensemble des particules doit posséder une énergie égale ou supérieure à cette énergie seuil, car certaines particules peuvent perdre de l'énergie par collisions au sein du jet avant d'atteindre le substrat. Dans les dispositifs de simulation de l'érosion, l'énergie des particules est essentiellement cinétique et provient de la vitesse qu'elles acquièrent grâce au flux d'air comprimé qui les expulse de la buse vers la cible. *SLIKERVEER* [SLIK 99] a montré que la vitesse des particules augmente avec la pression appliquée, mais elle est également influencée par la distance buse-substrat.

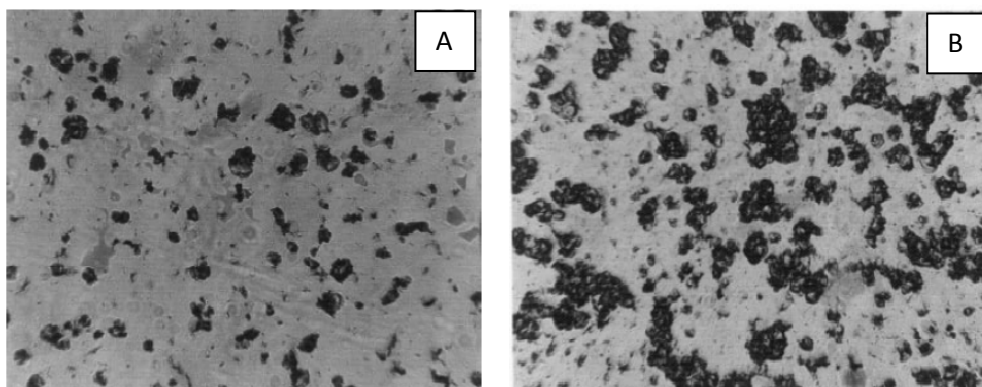
*SLIKERVEER et al.* [SLIK 98] ont estimé le taux d'érosion et la rugosité d'un verre borosilicate en considérant que l'impact de chaque particule enlève une calotte sphérique d'un matériau avec un rayon égal à celui de la longueur de fissure latérale prédite, et une profondeur égale à celle du rayon de la zone plastique de la matière. Il a été conclu que le seul paramètre important qui affecte la rugosité est l'énergie cinétique des particules incidentes associée à la vitesse. *VERSPUI et al.* [VERS 99] ont montré théoriquement et

expérimentalement que la rugosité des verres érodés par impact des particules solides dépend fortement de l'énergie cinétique des particules érosives, en plus de la taille et la vitesse.

#### I.4. QUELQUES TRAVAUX REALISES AU NIVEAU DU LMNM

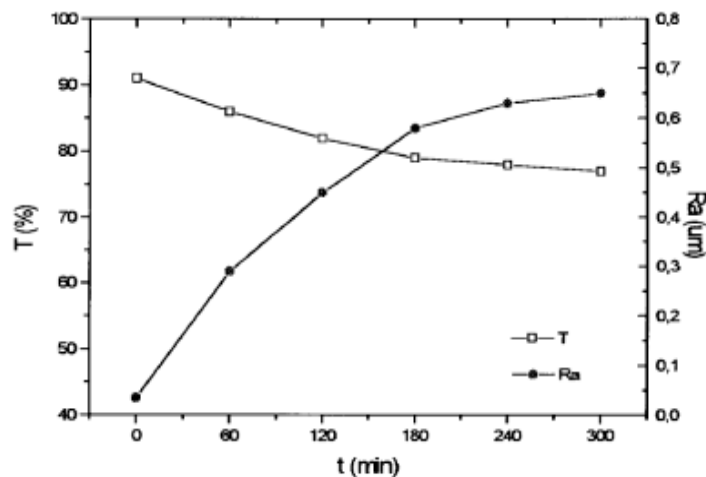
Des tentatives de compréhension de l'endommagement de la couche superficielle du verre lors de l'érosion par des particules de sable et son effet sur les caractéristiques du verre, ont fait l'objet de plusieurs études au sein du Laboratoire des Matériaux Non Métalliques, «*LMNM*» de l'université Ferhat Abbas, Sétif 1.

L'effet de sablage sur la résistance mécanique du verre a été simulé par *MADJOUBI et al.* [MADJ 99]. Les auteurs ont utilisé le modèle de Weibull pour caractériser statistiquement la variation de la résistance mécanique d'un verre sodocalcique soumis à un sablage pendant différentes durées d'exposition sous incidence normale avec une vitesse de 16,60 m/s. À partir des distributions de probabilités de défaillance obtenues, il a été constaté que la résistance mécanique chute de la valeur initiale (76 MPa) jusqu'à une valeur d'environ (66 MPa) après 30 min de sablage, et tend à se stabiliser à 64 MPa avec une dispersion très réduite après 60 min. Les observations microscopiques des surfaces érodées montrent qu'au début de sablage, les défauts sont isolés et répartis de manière aléatoire. A mesure que le temps augmente, le nombre de défauts et leurs dimensions augmentent. Il y a formation de petites zones endommagées qui se développent en cours de sablage par un mécanisme d'effritement pour atteindre presque toute la surface exposée, ce qui explique l'uniformité des valeurs de résistance obtenues après 1 h de sablage [MADJ 99].



**Figure I.9 :** Micrographies montrant l'endommagement de la surface d'un verre impacté avec des grains de sable pendant (A) 30 min et (B) 60 min [MADJ 99].

*BOUAOUADJ et al.* [BOUA 00] ont effectué une étude sur la variation de la rugosité (Ra) et de la transmission optique en fonction du temps de sablage (figure I.10). Ils ont constaté que la transmission et la rugosité évoluent en sens inverse. La rugosité (Ra) augmente presque linéairement avec le temps et tend, par la suite, vers un niveau presque constant après deux heures de sablage. Le maximum de rugosité a été observé sous un angle d'impact de  $90^\circ$  en raison du comportement érosif du verre qui est de type fragile. Dans l'intervalle de temps (0 - 300) min, la transmission optique chute de 92% à 76%. Selon ces auteurs, cette diminution est essentiellement liée à la diffusion de la lumière qui est due aux dommages de la surface par les impacts répétés.

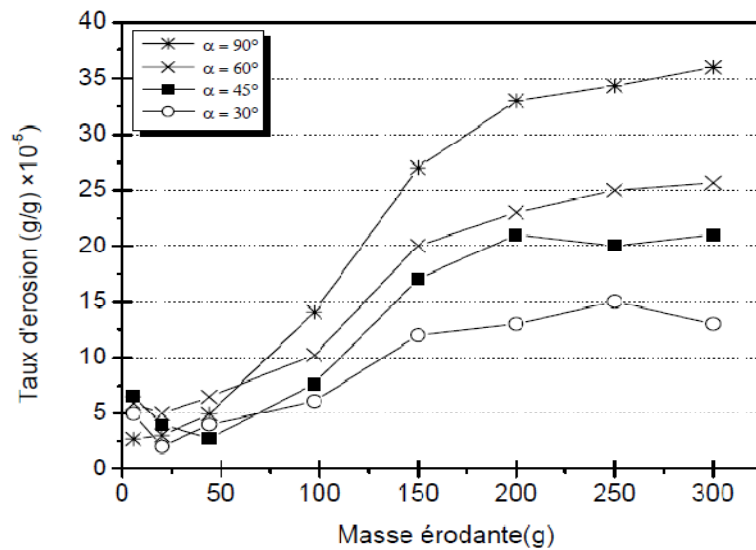


**Figure I.10 :** Variation de la transmission optique et de la rugosité en fonction du temps de sablage [BOUA 00].

*MAHDAOUI et al.* [MAHD 07] ont également examiné l'effet de sablage sur les propriétés d'un verre sodocalcique. Le taux d'érosion a été évalué en fonction de la masse de sable (10 à 300 g) et de l'angle d'impact (30, 45, 60 et  $90^\circ$ ). Le taux d'érosion le plus faible a été enregistré pour le verre sablé sous un angle de  $30^\circ$  (figure I.11). Sous l'angle  $90^\circ$ , l'endommagement devient plus important et la matière enlevée atteint son maximum. Concernant l'effet de la masse de sable projetée, le taux d'érosion reste pratiquement très faible pour les quantités de sable inférieures à 100 g. Au delà de cette masse (100 g), le taux d'érosion augmente de façon remarquable et les courbes tendent à se stabiliser. Cette étude a



mis en évidence l'effet majeur de la masse de sable projetée et de l'angle d'impact dans le phénomène de sablage du verre.

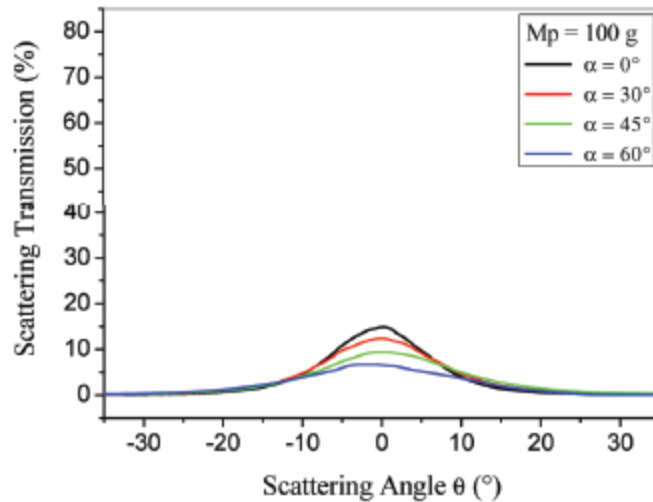


**Figure I.11** : Variation du taux d'érosion en fonction de la masse érodante pour différents angles d'impact [MAHD 07 b].

La corrélation entre la transmission optique, la rugosité, la diffusion de la lumière et les dommages de surface du verre, a fait l'objet de certains autres travaux de recherche. *ADJOUADI et al.* [ADJO 07] ont étudié l'influence de l'état de surface du verre sur la diffusion d'une lumière blanche. Les paramètres considérés sont la masse de sable projeté, l'ouverture du faisceau lumineux et la distance échantillon-détecteur. La variation de la transmission en fonction de la rugosité a présenté un point d'inflexion à  $T = 73\%$  et  $R_a = 1,5 \mu\text{m}$ . Les auteurs ont trouvé que ce point semble séparer deux domaines: un domaine de vision nette ( $R_a < 1,5 \mu\text{m}$ ) et un autre de vision floue ( $R_a > 1,5 \mu\text{m}$ ). Ces résultats de la limite de la visibilité ont été trouvés en bon accord avec les normes internationales dont la valeur limite est d'environ 73%.

Dans le même contexte, *BENTERKI et al.* [BENT 12] ont examiné l'influence de l'angle d'illumination sur la diffusion de la lumière d'un verre sablé. Les auteurs ont constaté une atténuation de la transmission spéculaire et un étalement progressif des courbes de diffusion au fur et à mesure que l'angle d'illumination augmente (figure I.12). Pour délimiter le domaine de transparence et celui du flou, les auteurs ont établi une relation semi-empirique

qui relie la rugosité Ra et l'indice de diffusion SLI. Il a été trouvé que la limite supérieure du domaine de transparence est définie pour une rugosité  $Ra = 0,67 \mu\text{m}$  et une valeur de  $SLI = 1,44 \text{ cd m}^{-2} \text{ lux}^{-1}$ . La valeur de rugosité limite mentionnée par *BENTERKI et al.* [BENT 12] est différente de celle trouvée par *ADJOUADI et al.* [ADJO 07] vu que les conditions de sablage et de mesure de diffusion sont différentes.



**Figure I.12 :** Répartition angulaire de la transmission diffuse en fonction de l'angle d'illumination pour un verre sablé avec 100 g de sable [BENT 12].

Il ressort nettement de ces études que les particules de sable frappant la surface du verre, provoquent un phénomène d'érosion plus ou moins sévère, produisant des microfissures et des cratères. Ceci affecte essentiellement la transmission optique et la résistance mécanique des verres. Les étendues de ces dommages dépendent de la nature, la vitesse et de l'angle d'impact des particules érodantes, ainsi que de la quantité du sable projeté.

*Chapitre II*

**CORRECTION DES DEFAUTS D'EROSION**

<b>II.1. Introduction.....</b>	<b>20</b>
<b>II.2. Trempe.....</b>	<b>21</b>
<b>II.2.1. Trempe thermique.....</b>	<b>21</b>
<b>II.2.2. Echange ionique.....</b>	<b>24</b>
<b>II.3. Traitement par l'acide fluorhydrique HF.....</b>	<b>26</b>
<b>II.4. Déposition des couches transparentes .....</b>	<b>28</b>
<b>II.4.1. Techniques de dépôt des couches .....</b>	<b>28</b>
<b>II.4.1.a. Elaboration des dépôts par voie physique .....</b>	<b>29</b>
<b>II.4.1.b. Elaboration par voie chimique.....</b>	<b>29</b>
<b>II.4.2. Cicatrisation de fissures de surface d'un verre.....</b>	<b>31</b>
<b>II.4.3. Exemples des revêtements déposés sur un verre endommagé par sablage.....</b>	<b>36</b>

## Chapitre II : CORRECTION DES DÉFAUTS D'ÉROSION

### II.1. INTRODUCTION

Si les propriétés d'usage des verres les plus remarquables sont la transparence, la durabilité chimique et la dureté, en revanche leur fragilité en limite souvent l'emploi. Cette fragilité trouve son origine dans les défauts de surface. Les essais réalisés sur les matériaux fragiles indiquent que leur contrainte de rupture dépend essentiellement de l'existence des défauts surfaciques qui agissent en tant que concentrateurs de contraintes. La rupture se produit quand la contrainte au niveau défaut est suffisante pour causer la propagation instable de fissures [ZARZ 82, LAWN 93, NOUR 05].

Par ailleurs, de nombreuses techniques ont été mises en œuvre dans l'industrie verrière pour limiter les risques de rupture. Ces procédés consistent à protéger, à guérir ou à renforcer la surface du verre contre la rupture précoce [BART 05]. Ils peuvent être divisés en trois catégories générales:

- ✓ procédés qui empêchent la formation de défauts de surface : on utilise souvent un film polymère pour protéger la surface du verre.
- ✓ procédés éliminant préalablement des défauts de surface déjà formés, par régénération de la surface du verre.
- ✓ procédés qui améliorent la résistance du verre, soit par mise en compression de la surface du verre, ou par la cicatrisation des défauts de surface du verre par revêtements [WANG 95, CHEN 95, BART 05, HAJJ 00, KARL 10].

Dans ce chapitre, nous allons décrire les différentes techniques permettant d'accroître la résistance mécanique des objets en verre; un intérêt particulier est réservé à la correction des défauts de surface par déposition des couches transparentes.

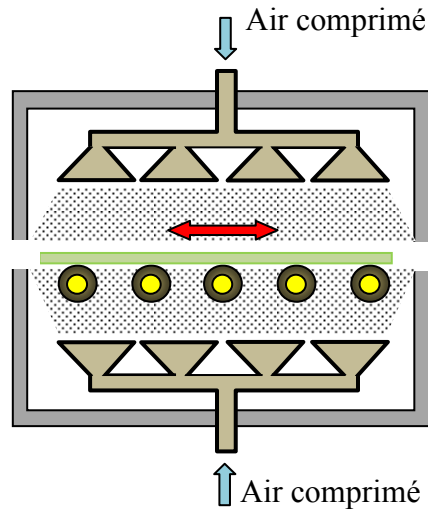
### II.2. TREMPE

Selon *GRIFITH*, l'initiation de la fracture du verre est très souvent liée à l'activation d'une faille superficielle par une contrainte d'extension. Pour neutraliser l'effet des failles existantes sur la surface du verre, il convient de mettre les couches superficielles dans un état de précontrainte de compression [WANG 95, HAJJ 00]. La technique la plus courante consiste à effectuer un chauffage au dessus de  $T_g$ , suivi d'un refroidissement brutal à l'aide de jets d'air comprimés. Une autre méthode, qui est la trempe chimique, consiste à remplacer par diffusion, une partie des ions sodium de surface du verre par des ions potassium plus gros, issus de bains de sels fondus.

#### II.2.1. TREMPE THERMIQUE

Les propriétés du renforcement mécanique d'un verre par trempe furent mises en évidence au 17<sup>ème</sup> siècle par le prince *Rupert* avec les larmes bataviques. Il s'agit de gouttes de verre en fusion et que l'on plonge dans de l'eau. Le verre subit alors un refroidissement brutal qui entraîne une mise en compression de la surface, ce qui le protège contre les sollicitations mécaniques tout en diminuant les risques de rupture. En effet, il faut de grands efforts pour surmonter la compression et pour amorcer la tension en surface conduisant à la casse.

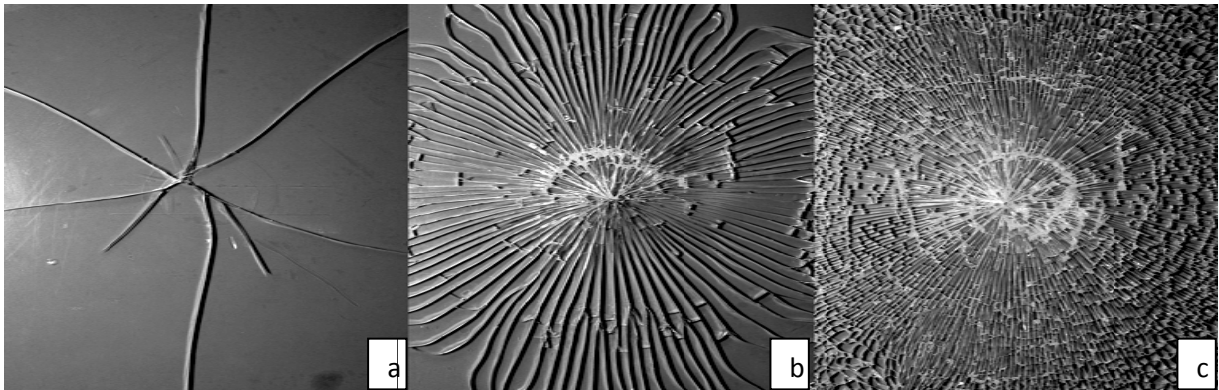
Le principe de cette technique consiste à chauffer le verre légèrement au-dessus de sa température de transition vitreuse, pour laquelle il ne se déforme pas encore. Quand toutes les parties du verre atteignent cette température, la surface est refroidie brutalement par des jets d'air comprimé (figure II.1). Dans ces conditions, les couches internes du verre (le cœur) sont encore visqueuses alors que les couches externes (peau) se figent. Lorsque le verre est finalement refroidi à la température ambiante, le cœur qui est plus chaud doit se contracter plus que la peau. Cette différence de contraction conduit à l'apparition des contraintes de compression dans les couches voisines de la surface, équilibrées par les contraintes d'extension des couches internes. Il se produit alors un système de contraintes équilibrées. On avance également l'hypothèse que le verre, dilaté au chauffage, se fige plus rapidement en surface donnant une couche moins dense que le cœur, ce qui engendre des forces de compression superficielles [ZARZ 77].



**Figure II.1** : Quelques détails de la chambre de refroidissement lors de la trempe thermique du verre.

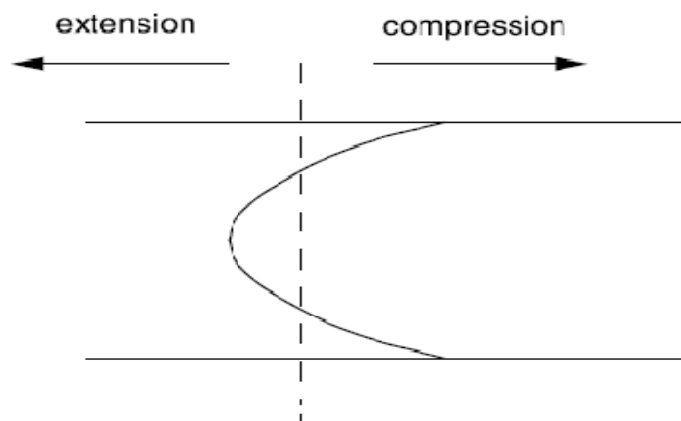
Après trempe thermique, on obtient alors une mise en compression de la surface du matériau (de 100 à 300 MPa couramment). La résistance se trouve donc accrue puisque pour casser le verre il faudra d'abord vaincre cet état de pré-compression de surface. On obtient une certaine immunité vis-à-vis de la fissuration sous-critique tant que les défauts de surface ne sont pas ouverts, c'est-à-dire tant que les contraintes appliquées n'excèdent pas en valeur absolue la pré-compression surfacique. Un verre ainsi trempé peut être cinq fois plus résistant qu'un verre ordinaire. L'intensité des contraintes développées dépendent du coefficient de dilatation thermique du verre, et de sa vitesse de refroidissement [CARR 96, BART 05].

D'autre part, la rupture d'un verre trempé thermiquement conduit à la formation de petits morceaux de verre aux arrêtes émoussées non coupantes contrairement à la rupture d'un verre recuit qui se fracture en de larges morceaux aux arrêtes acérées (figure II.2). Ce traitement permet donc de sécuriser l'emploi d'objets en verre [CARR 96, DEBO 12].



**Figure II.2 :** Types de fractures pour les différents états d'un verre : a) recuit, b) trempe douce, c) trempe sévère [HALD 06].

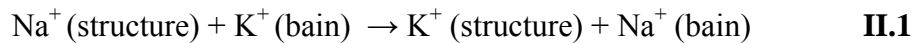
La figure II.3 montre le profil de contraintes développé par la trempe thermique. La forme est parabolique dans l'épaisseur avec une zone de tension à cœur et une zone de compression en surface. D'autre part l'amplitude de la tension à cœur est environ la moitié de l'amplitude de la compression en surface [BART 05].



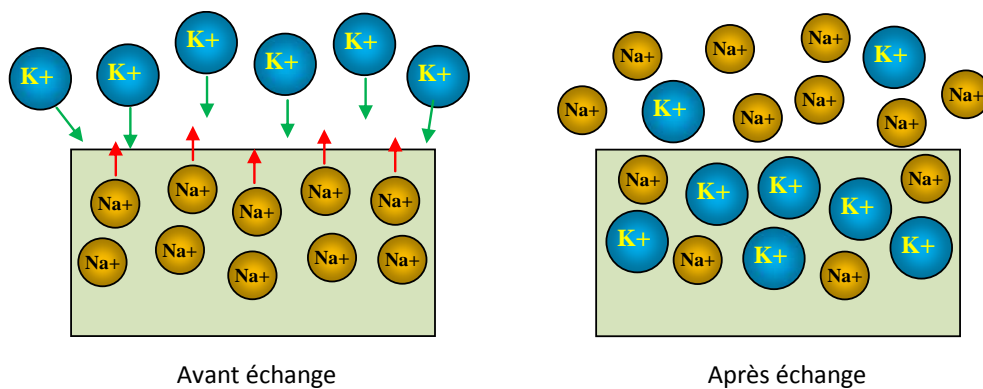
**Figure II.3 :** Profil des contraintes obtenues par la trempe thermique [BART 05].

## II.2.2. ECHANGE IONIQUE

Le renforcement du verre par échange ionique, appelé aussi trempe chimique, consiste à modifier la composition chimique des couches superficielles du verre en réalisant des échanges ioniques avec un milieu d'échange. Par exemple, le verre est immergé dans du nitrate de potassium  $\text{KNO}_3$  fondu. Un échange entre les ions sodium  $\text{Na}^+$  (moins volumineux) du verre et les ions potassium du sel  $\text{K}^+$  (plus gros), se produit conformément à la réaction suivante :



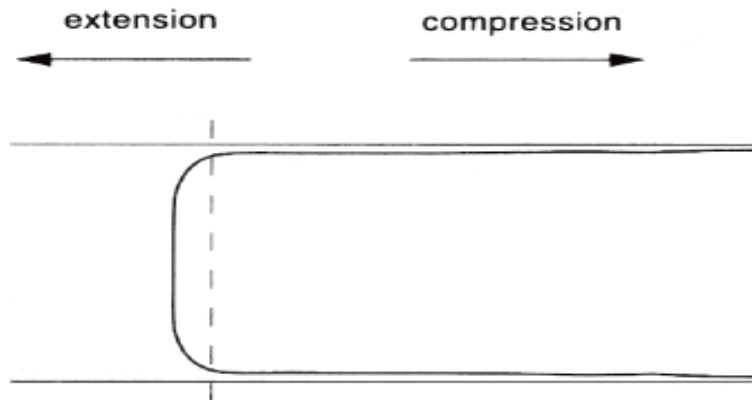
Le mécanisme est schématisé sur la figure ci-dessous



**Figure II.4 :** Schéma du processus de l'échange ionique.

Comme les couches superficielles sont liées au cœur de l'objet non atteint par la diffusion ionique, la relaxation ne peut se produire et il en résulte une compression des couches superficielles. Pour que le traitement soit efficace, la compression doit intéresser toute la profondeur concernée par les fissures superficielles (au minimum  $100 \mu\text{m}$ ) ; il doit être effectué à une température plus basse que la température de transition  $T_g$  du verre afin que le relâchement des contraintes ne soit pas important. Pratiquement, le traitement s'exerce à une température voisine de  $450^\circ\text{C}$ , et dure plusieurs dizaines d'heures. On obtient un profil de contraintes presque rectangulaires appelé également profil en U (figure II.5) [DEBO 12].

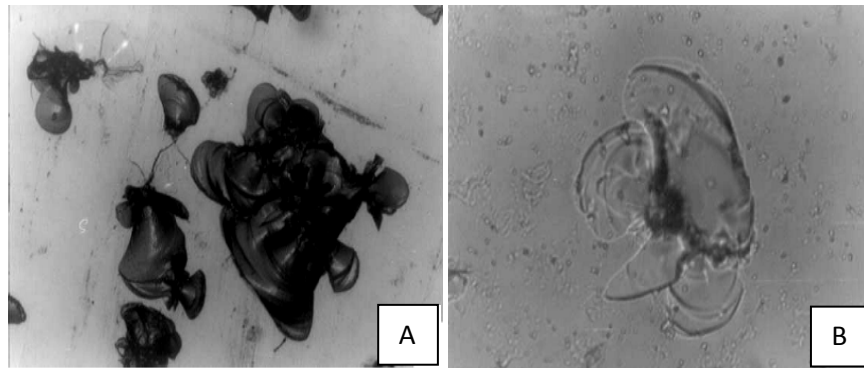




**Figure II.5 :** Profil de contraintes obtenu par l'échange ionique [BART 05].

La contrainte superficielle est trois à cinq fois plus forte que celle qu'on obtient par trempe thermique. En effet, un verre à vitre trempé thermiquement se rompt sous une contrainte de 150 à 250 MPa alors que la résistance d'un verre à vitre trempé chimiquement par échange ionique peut atteindre 450 à 750 MPa [GICQ 09]. Donc, le principal avantage de la trempe chimique est le niveau élevé du renforcement apporté. Par contre, et vu les produits utilisés et le temps nécessaire pour le traitement, le prix de revient est plus élevé que celui de la trempe thermique [BART 05].

Dans le cadre d'une étude sur le renforcement mécanique du verre, *BOUSBAA et al.* [BOUS 03] ont soumis des verres à une trempe chimique par échange ionique dans un bain de  $\text{KNO}_3$ , en vue de rendre le verre plus résistant à l'érosion induite par les particules de sable. La figure II. 6, présente une micrographie d'un verre sablé et une micrographie d'un verre trempé et sablé. On voit clairement que les écailles d'impacts singuliers pour le verre renforcé ne sont pas détachées malgré l'ampleur du défaut, alors que pour le verre brut toutes les écailles sont pratiquement détachées, ce qui laisse penser que la perte en masse est nettement plus grande. Ceci est expliqué par l'amélioration de la ténacité qui est  $K_{IC} = 1,85 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  pour le verre renforcé, alors qu'elle est de  $K_{IC} = 0,84 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  pour le verre brut.

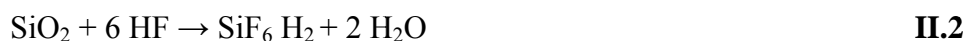


**Figure II.6 :** Micrographies d'un verre brut sablé (A) et d'un verre trempé et sablé (B) [BOUS 03].

### II.3. TRAITEMENT PAR L'ACIDE FLUORHYDRIQUE (HF)

Nous avons déjà signalé que la résistance mécanique du verre est sensiblement affectée par les défauts de surface. Le traitement superficiel à l'acide fluorhydrique en solution est une technique efficace pour le renforcement mécanique des verres endommagés superficiellement. Selon *PROCTOR* [PROT 62], l'attaque par l'acide HF permet de réduire les longueurs de fissures, et d'émousser leurs fonds. Ces fissures peuvent être éliminées complètement pour un temps d'attaque suffisant [DABB 82, SGLA 93, RUGG 03]. Avec un traitement par HF, des échantillons en verre ont montré des résistances mécaniques très élevées [DABB 82].

Durant le traitement, l'acide HF réagit avec la silice contenu dans le matériau [RUGG 03]. Les réactions mises en jeu mènent à la formation de l'acide hexafluorosilicique conformément à la réaction suivante :



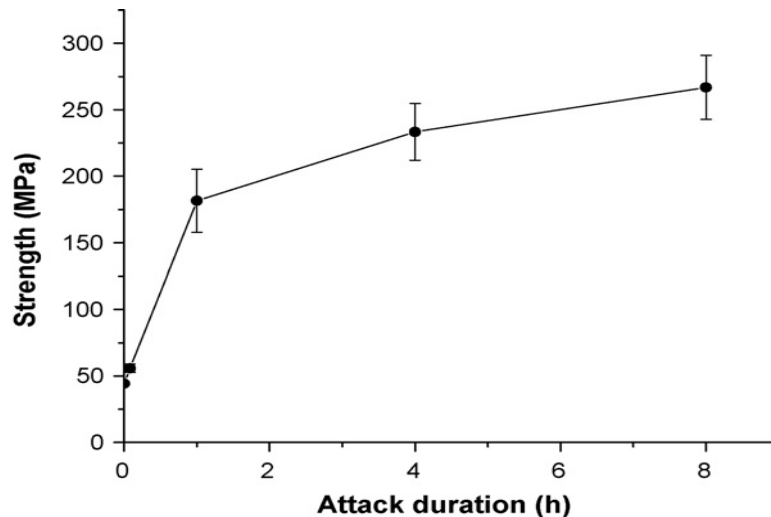
L'autre produit possible de la réaction silice-HF, surtout à des températures légèrement élevées (60°C), est le gaz tétrafluorosilicaté :



La dissolution ne s'arrête que lorsque l'acide HF soit totalement converti en acide hexafluorosilicique, ou gaz tétrafluorosilicaté [STEP 82].

Des études menées sur du verre de silice [KERN 86, MONK 93] et sur des verres silicatés [SPIE 93], ont montré que la composition chimique du verre a une influence sur le mécanisme de l'attaque chimique du verre par l'acide HF.

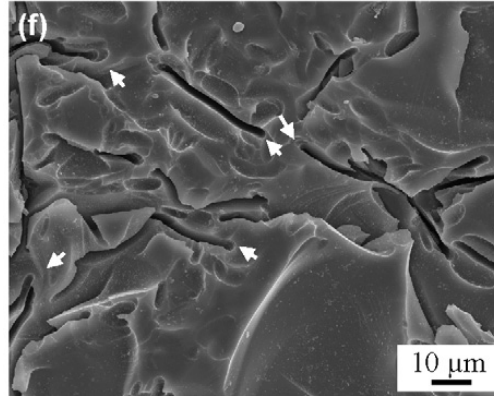
Les travaux de *KOLLI et al.* [KOLLI 09, 10] réalisés sur des verres endommagés par sablage ont montré que le traitement par HF a une bonne efficacité pour le renforcement mécanique et la restitution des caractéristiques des verres traités. Dans les premiers instants de l'attaque par HF (figure II.7), la résistance passe de sa valeur initiale (celle du verre sablé)  $44,23 \pm 0,91 \text{ MPa}$ , à  $57,73 \pm 1,76 \text{ MPa}$ . La résistance mécanique continue à s'améliorer au cours de l'attaque et dépasse les valeurs correspondantes aux verres non sablés ( $117,5 \pm 10,48 \text{ MPa}$ ) ; Elle peut être presque triplée.



**Figure II.7 :** Variation de la résistance mécanique en fonction de la durée de l'attaque [KOLLI 09].

Cette forte augmentation de la résistance mécanique a été attribuée à l'émoussement des fissures qui conduit à une diminution de la concentration des contraintes au front de fissures et par voie de conséquence à un renforcement mécanique (figure II.8). La rugosité subit à son tour une augmentation au début de l'attaque suite aux phénomènes de rainurage observés sur les fissures médianes et à l'écaillage dû à la propagation des fissures latérales. Elle atteint un maximum à environ 2 minutes et chute par la suite. La transmission optique

chute sensiblement dans la période qui correspond à la forte augmentation de la rugosité puis subit une certaine restitution en conséquence de l'amélioration de l'état de surface.



**Figure II.8 :** Micrographie de l'état de surface d'un verre sablé et attaqué par HF montrant l'émoussement des bouts de fissures [KOLL 09].

Les méthodes décrites ci-dessus sont souvent difficiles à appliquer à des objets de formes complexes, couteuses (trempe chimique) et dangereuses (attaque chimique). C'est ainsi qu'une autre voie de renforcement mécanique est apparue et consiste à renforcer le verre par cicatrisation des défauts de surface, à l'aide d'un revêtement pouvant assurer de surcroît un rôle protecteur [KIRT 06].

### II.4. DEPOSITION DES COUCHES TRANSPARENTES

De nombreuses études académiques et industrielles ont montré que le dépôt d'un revêtement permettait de concilier la transparence et la résistance du verre. Les couches déposées remplissent les défauts de surface et assurent une amélioration de la transmission optique et une protection contre les futures agressions [CHEN 95, HAND 03]. De nombreuses techniques permettent de réaliser des revêtements plus ou moins épais.

#### II.4.1. TECHNIQUES DE DEPOT DES COUCHES

Les procédés actuels, permettant d'apporter de la matière sur une surface, sont classés en deux grandes catégories : voie physique et voie chimique.

**II.4.1.a. Elaboration des dépôts par voie physique :** L'élément ou le matériau à déposer est généré par un processus physique, à basse pression. La couche peut être réalisée à partir d'une phase vapeur. Le matériau est extrait d'une source de matière par chauffage ou par bombardement (faisceau d'électrons, pyrolyse laser). Le matériau est collecté le plus rapidement possible sur le substrat froid de façon à éviter la croissance ou la coalescence des amas [HAMD 09, KRIS 02].

**II.4.1.b. Elaboration par voie chimique :** Les techniques qui dépendent des réactions en phase vapeur et des réactions en milieu liquide sont couramment utilisées. Dans les réactions en phase vapeur, les matériaux précurseurs vaporisés sont introduits dans un réacteur CVD (Chemical Vapor Deposition) dans lequel les molécules de précurseurs sont adsorbées à la surface d'un substrat maintenu à une température adaptée. Les molécules adsorbées sont soit décomposées thermiquement, soit elles réagissent avec d'autres gaz ou vapeurs pour former un film solide sur le substrat. Dans les réactions en milieu liquide, la synthèse est le plus souvent effectuée à partir d'une solution aqueuse ou organique contenant les réactants. Les couches sont obtenues par une modification des conditions de l'équilibre physico-chimique. Les dépôts préparés en phase liquide sont souvent moins coûteux. Parmi les techniques utilisées, on peut citer la synthèse hydrothermale, la précipitation et la pulvérisation par pyrolyse [HAMD 09, KRIS 02].

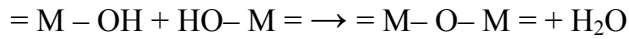
Le dépôt par la voie sol-gel fait partie de ces techniques générales de synthèse de chimie douce. Ce procédé qui s'est développé d'une façon importante au cours des trois dernières décennies, consiste à créer un réseau d'oxydes par polymérisation de précurseurs moléculaires en solution. Il est ainsi possible d'obtenir des espèces plus ou moins condensées qui forment des "gels", à partir des "sols", d'où le nom du procédé. La chimie du procédé sol-gel est basée sur l'hydrolyse et la condensation de précurseurs moléculaires [HAMD 09].

L'étape d'hydrolyse se schématise par la réaction [BRIN 90] :



L'étape de condensation se représente comme suit [BRIN 90] :





II.6

Où : M représente un cation métallique tel que le silicium, le titane, le zirconium, ...

R, un groupe organique alkyl

Après condensation, la solution évolue vers la formation d'un système de plus grande complexité moléculaire emprisonnant le solvant, c'est à dire le "gel". Ce gel sera transformé en verre ou en céramique cristalline selon la séquence de vieillissement, de séchage, et de traitement thermique choisie.

Bien que l'élaboration des matériaux oxydes soit possible par plusieurs méthodes de synthèse, la méthode sol-gel est un choix intéressant pour plusieurs raisons. Ce procédé permet de réaliser aussi bien des monolithes, des films, des fibres que des poudres de taille uniforme (voir Figure II.9).

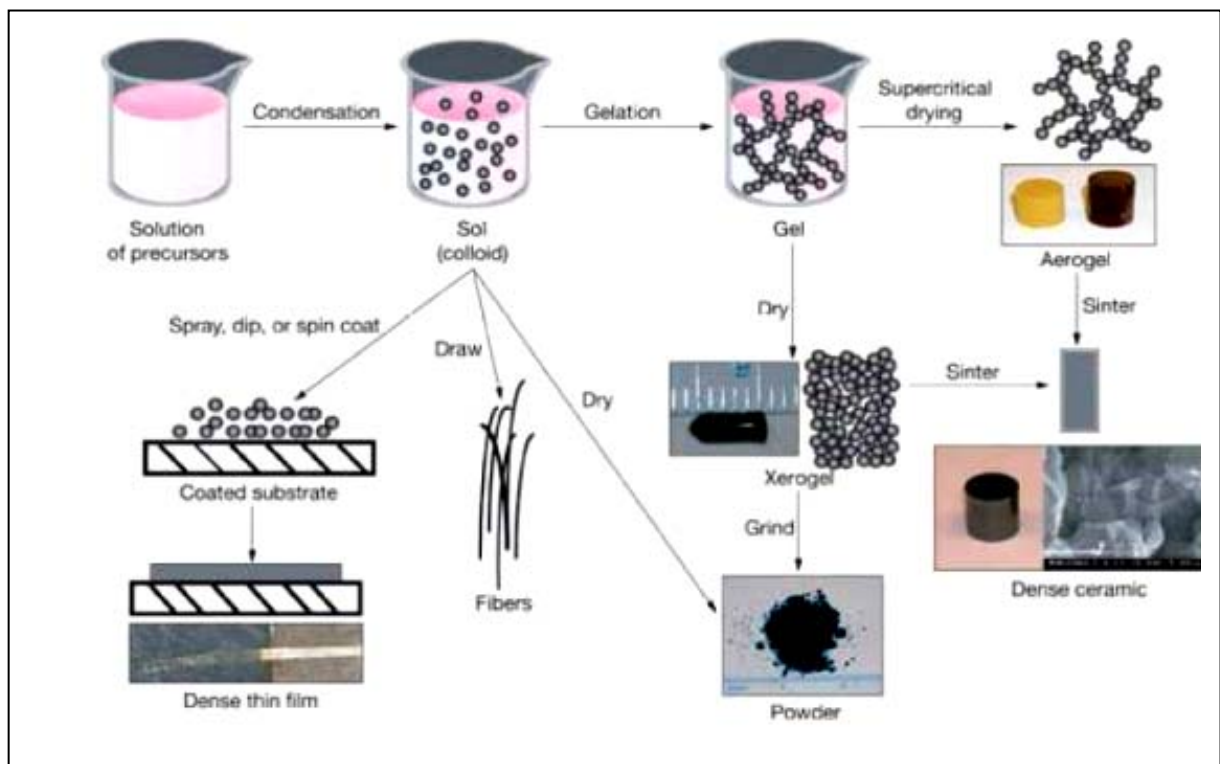


Figure II.9 : Diverses possibilités offertes par le procédé sol-gel [HAMD 09].

En outre, il est généralement admis que les propriétés des couches dépendent fortement de la méthode de préparation, et les avantages que portent le procédé sol-gel à ce niveau sont nombreux : une excellente homogénéité due à la dispersion des précurseurs en solution, un

contrôle facile de l'épaisseur et une capacité à produire des revêtements de formes complexes. Cette méthode permet également d'introduire des dopants à partir de précurseurs organométalliques ou de sels inorganiques.

### II.4.2. CICATRISATION DE FISSURES DE SURFACE D'UN VERRE

Les effets cicatrisants apportés par les revêtements déposés sur les verres qui contiennent des défauts de surface, s'expliquent essentiellement par une diminution de la sévérité des défauts, par diminution de leur profondeur, et augmentation de leur rayon de courbure en fond de fissure. *INGLIS* [INGL 13] en 1913, en assimilant la fissure à un défaut elliptique, a démontré que la contrainte maximale de traction d'un objet en verre est au sommet du défaut elliptique. Alors, pour une structure présentant un défaut, la rupture intervient quand la contrainte maximale en fond de fissure atteint la contrainte théorique [CARR 96, KIEU 11]. Lorsqu'une fissure a une forme elliptique et que son orientation est perpendiculaire à la contrainte appliquée, la valeur de la contrainte maximale à l'extrémité de la fissure s'obtient à l'aide de la relation suivante (théorie d'*INGLIS*):

$$\sigma_m = 2 \cdot \sigma_a \cdot \sqrt{a/\rho} \quad \text{II.1}$$

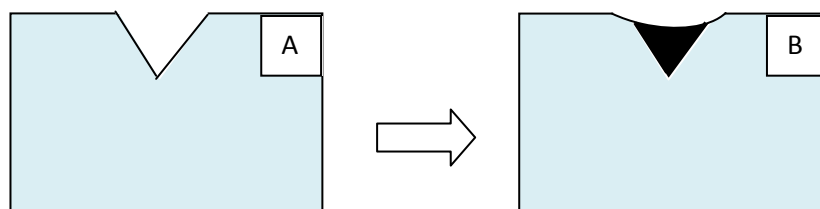
Avec :  $\sigma_m$ , contrainte en fond de fissure

$\sigma_a$ , contrainte appliquée

$a$ , profondeur de fissure

$\rho$ , rayon de courbure en fond de fissure.

La figure II.10 schématise un défaut de verre avant (A) et après revêtement (B).



**Figure II.10 :** Schématisation de la cicatrisation d'une fissure de la surface du verre par comblement [HAJJ 00].

Lorsque la profondeur de fissure diminue et le rayon en fond de fissure augmente, le rapport  $a/\rho$  diminue, la contrainte en fond de fissure  $\sigma_m$  diminue et donc la contrainte à la rupture augmente.

Plusieurs propositions ont été avancées pour expliquer le renforcement observé sur les verres endommagés et revêtus (contrainte résiduelle, protection contre la corrosion, ...). *CHEN et al.* [CHEN 95] supposent que l'augmentation de la résistance dépend des réactions chimiques interfaciales entre le revêtement et la surface du verre. *WANG et al.* [WANG 95] suggèrent que le module d'Young du revêtement augmente à cause du confinement de la couche polymérique dans la fracture.

Cependant, il est difficile d'établir un classement des différents revêtements en termes d'efficacité de renforcement. En effet, les résultats présentés dans la littérature, sont généralement exprimés sous forme d'augmentation de la contrainte à la rupture du substrat revêtu, par rapport au substrat brut. La plupart des travaux partent d'un substrat brut sur lequel a été réalisé un défaut critique contrôlé, généré par indentation Vickers. Dans ce cas, la charge appliquée sous l'indenteur, qui conditionne directement la taille du défaut (fissures radiales issues des sommets de l'empreinte d'indentation) varie selon les auteurs. Le tableau ci-dessous regroupe quelques résultats de la littérature. Il apparaît que selon la qualité des substrats utilisés et la taille des défauts de surface présents, la contrainte à la rupture peut varier dans une large gamme.



**Tableau II.1** : Synthèse des études du renforcement mécanique de verres indentés et revêtus.

Auteur	Dimension substrat [mm <sup>3</sup> ]	Charge Vickers [kg]	Nature du revêtement	Traitement thermique	Epaisseur du revêtement [μm]	Augmentation de $\sigma_R$ (%)
Fabes B.D. et al. 1990 [FABE 90]	25x25x1	2	Inorganique : base Méthode sol-gel	10 min à 1000°C	0.04 - 1	130
Bessede J.L. et al. 1990 [BESS 90]	40x40x2	1	Inorganique : Base TEOS Méthode sol-gel	525°C	1	60
Cornu J.F. et al. 1993 [CORN 93]	40x40x2	1	Hybride : PMMA /silice sol-gel	100h à 50°C	15	96
Wang F.H. 1995 [WANG95]	38x26x1,3	10	Organique : époxy-amine	24h à 23°C + 1h à 150°C	5-40	300 (flexion 4 pts)
Chen X.M. et al. 1995 [CHEN95]			Ormosile epoxy		3-10	100
With G.D. et al. 1998 [WITH98]			Hybride organique-inorganique		2-8	6-90
Brzesowsky R.H. et al. 1998 [BRZE 98]			Hybride organique-inorganique			55
Hand R.G. et al. 1998 [HAND 98]	40x29x2	10	Ormosile polymérique d'une résine époxy	24h à T ambiante+1h à 100°C		150-180
Endres K. et	-60x25x38	-flexion 3	Inorganique	30 min à	- TEOS (100	67

## Chapitre II : Correction des défauts d'érosion

al. 1999 [ENDR 99]	- 100x100x3 ,5	pts - flexion anneau/ anneau	Base TEOS, MTKS  Méthode sol- gel	100°C + 1h à 500°C	nm) - MTKS (1 µm)	133
Hajji P. et al. 2000 [HAJJ 00]	40x40x1	1	Hybride : Monomère organique méthacrylate/silice sol-gel	18h à 90°C + 5h à 150°C	0.5-1	150
Verganalakis V. et al. 2000 [VERG 00]	76x76x1	1-15	Silane epoxy	1h à 50°C + 1h à (60- 350°C)	1-4.2	50-230
Menning M. et al. 2001 [MENN 01]			Amino-epoxy silane		20	200
Kirtay S. et al. 2006 [KIRT06]	50x50x2	0,3 et 0,5	inorganique : SiO <sub>2</sub> / TiO <sub>2</sub>  Glycidoxypropyltri methoxylane source de silice  Tetrapropylorthotit ane source de titane	30 min à 40°C + 1h à 200°C	2	170

Le tableau II.1 montre bien l'existence d'effets cicatrisant, mais témoigne également de cette difficulté à comparer des renforcements déterminés dans des conditions expérimentales différentes. D'autre part, certains de ces travaux ont montré que l'épaisseur du revêtement ou encore sa fissuration, n'avaient aucune influence sur l'intensité de l'effet renforçant. Le mécanisme de renforcement est attribué au comblement des failles du verre par le revêtement.

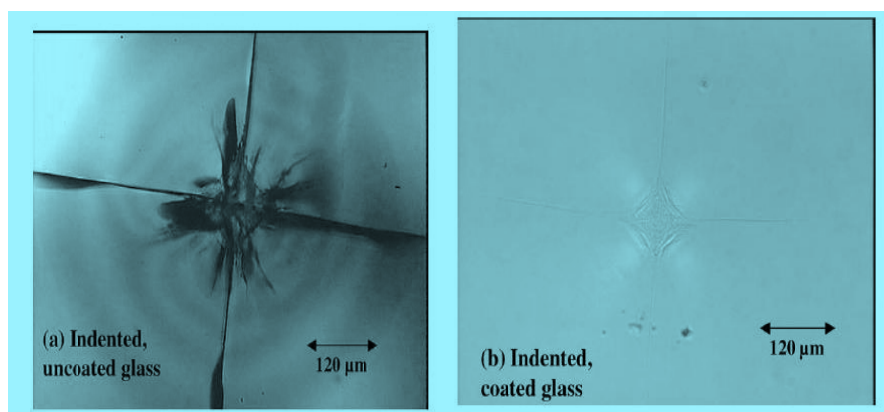
*RITTER* [RITT 74] a étudié l'efficacité des revêtements polymériques (acryliques, époxy, et silicones) déposés sur des verres sablés avec des particules de SiC (carbure de

silicium) et attaqués par HF. Les revêtements ont amélioré de façon significative la résistance à l'abrasion mécanique du verre poli et attaqué.

De leur côté, *LANGROUDI et al.* [LANG 97] ont synthétisé des revêtements hybrides sous la base de 3-triméthoxysilyl propyl méthacrylate (TMSM), tétraméthylorthosilicate (TMOS), et le méthyl méthacrylate (MMA) avec l'ajout de précurseurs fluorés. Ils ont caractérisé les films d'épaisseur (15  $\mu\text{m}$ ) déposés sur du verre par dip-coating. Le renforcement mécanique apporté aux substrats revêtus a été évalué par un test de flexion biaxiale. Les verres revêtus présentaient une résistance plus élevée (plus de 50%) que les verres non revêtus. Le renforcement a été interprété en termes d'un mécanisme de guérison des fissures.

*BRIARD et al.* [BRIA 04] ont étudié le renforcement du verre par le dépôt d'un film mince à partir d'un mélange d'organosilanes réactifs. Un film hybride organique/inorganique a été formé. Le renforcement mécanique apporté aux substrats revêtus a été évalué par un test de flexion sur des échantillons préalablement indentés de façon contrôlée. Le revêtement étudié a permis d'obtenir un renforcement de 75%.

Dans le travail de *WEN et al.* [WEN 08], il a été montré que le revêtement acrylique déposé sur les bords du verre était efficace pour son renforcement. La figure II.11 montre bien l'effet cicatrisant apporté par le revêtement dont l'épaisseur est de l'ordre de 30  $\mu\text{m}$ , sur l'empreinte Vickers générée avec une charge de 50 N.



**Figure II.11 :** Images montrant un verre indenté avant et après revêtement [WEN 08].

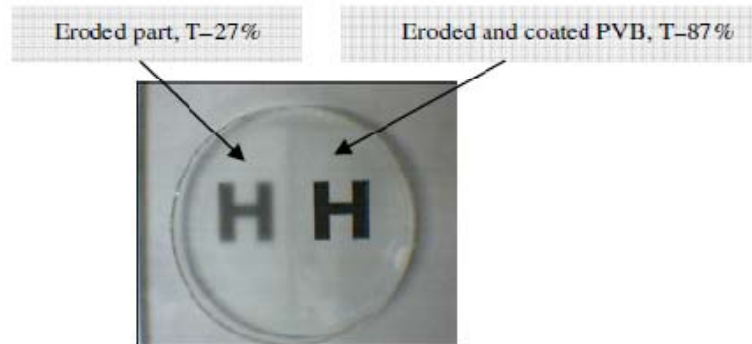
Dans le cadre d'une étude sur le renforcement du verre par un revêtement polymérique, *TEISSEIRE et al.* [TEIS 11] ont réalisé des tests de flexion biaxiale à température contrôlée sur des plaques de verre indentées avec une charge de 50 N, revêtus d'une résine époxy mélangée avec un réticulant ( $T_g$  de 52°C). Une goutte du mélange est déposée sur la plaque de verre au niveau du défaut généré par indentation. La plaque est ensuite laissée une heure à 50°C pour permettre au mélange d'imprégner le défaut. Elle est ensuite mise successivement à 80°C (2 heures) et 125°C (3 heures) pour réticuler le mélange dans le défaut. Ils ont ainsi étudié les différents comportements mécaniques du polymère ; et mesuré leur impact sur le renforcement. Il est apparu que le module élastique du matériau joue un rôle essentiel sur le renforcement et qu'il est dépendant du confinement du matériau dans la fissure. Les auteurs ont ensuite cherché à observer la propagation de la fracture afin d'identifier l'origine de la rupture. Ils ont mis en évidence l'origine de l'affaiblissement du renforcement : il s'agissait d'une fracture interfaciale entre le polymère et le verre.

*MESZAROS et al.* [MESZ 11] ont vérifié l'effet des revêtements PVD sur la résistance du verre sodo calcique. Une augmentation de 70% (à partir de  $280 \pm 8$  à  $478 \pm 10$  MPa) a été observée après déposition des multicouches de 100 nm d'épaisseur. Un effet similaire, mais moins prononcé, a pu être obtenu avec une couche de  $TiO_2$  unique de 50 nm d'épaisseur. Les auteurs ont interprété leur résultat sur la base de deux hypothèses: le revêtement recouvre les défauts initiaux sur la surface du verre, et empêche leur croissance par sa fonction de protection.

### II.4.3. EXEMPLES DES REVETEMENTS DEPOSES SUR UN VERRE ENDOMMAGE PAR SABLAGE

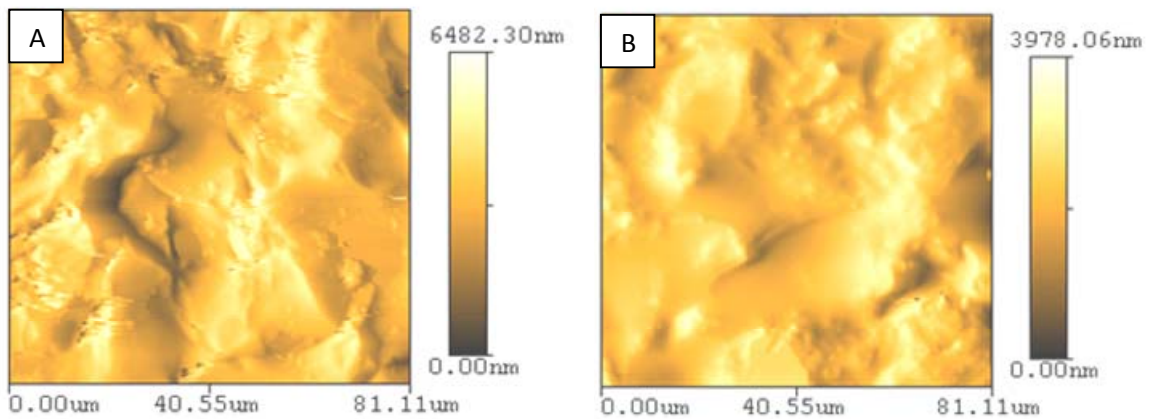
Ces dernières années des efforts considérables ont été déployés pour réparer les dégradations du verre endommagé par sablage. *BOUAOUADJA et al.* [BOUA 09] ont utilisé le polyvinyle de butyral (PVB) et une résine polyester (PES) pour corriger les défauts causés par les impacts de sable sur la surface du verre. Ces matériaux ont été utilisés en raison de leur transparence, leur faible densité et leur prix de revient modéré. La rugosité totale des verres sablés est de l'ordre de 16  $\mu m$ . L'épaisseur de la couche déposée comprise entre 40 et 50  $\mu m$  a été jugée suffisante pour corriger les défauts de sablage et garder une surépaisseur

qui permet selon les auteurs d'amortir le choc des particules incidentes de sable. Il a été constaté que les couches déposées permettent d'améliorer la transmission optique et la visibilité à travers les verres revêtus (figure II.12).



**Figure II.12 :** Photo d'un échantillon érodé avec une masse de 100 g de sable, la partie à droite est revêtue d'une couche de PVB [BOUA 09].

*LAOUAMRI et al.* [LAOU 13] ont déposé une couche de silice par voie sol-gel, dans le but de corriger les défauts de surface causés par les impacts de particules de sable sur la surface d'un verre. Ils ont synthétisé une solution sol-gel à base de précurseurs de  $\text{SiO}_2$  (TEOS). Après séchage dans une étuve à  $50^\circ\text{C}$  durant 30 min, les échantillons ont subi un recuit à  $550^\circ\text{C}$  pendant 1 heure. Il a été constaté qu'après revêtement avec les couches de  $\text{SiO}_2$ , la transmission optique passe de 12,96 % (état sablé) à 42,98% (état sablé et revêtu). La faible amélioration de la transmission optique a été expliquée par le fait que la couche  $\text{SiO}_2$  a permis de remplir partiellement les creux des défauts générés par les impacts des particules de sable. Cela se voit clairement sur les micrographies de la figure II.13 où le faciès formé de creux et de crêtes devient émoussé après revêtement. On constate également qu'il subsiste parfois des zones non remplies par le revêtement déposé (creux en sombre), ce qui a empêché la restitution totale de la transmission optique. L'amélioration de la transmission optique, enregistrée, a été jugée très insuffisante. Pour cette raison, une autre couche a été déposée sur cette première couche. Elle consiste d'un polymère (PVB) dissous dans le solvant (DMF). La couche déposée qui est d'une épaisseur de l'ordre de  $20\ \mu\text{m}$  a permis une augmentation notable de la transmission optique, jusqu'à 88 % pour le cas de sablage le plus défavorable ( $M_p = 200\ \text{g}$ ).

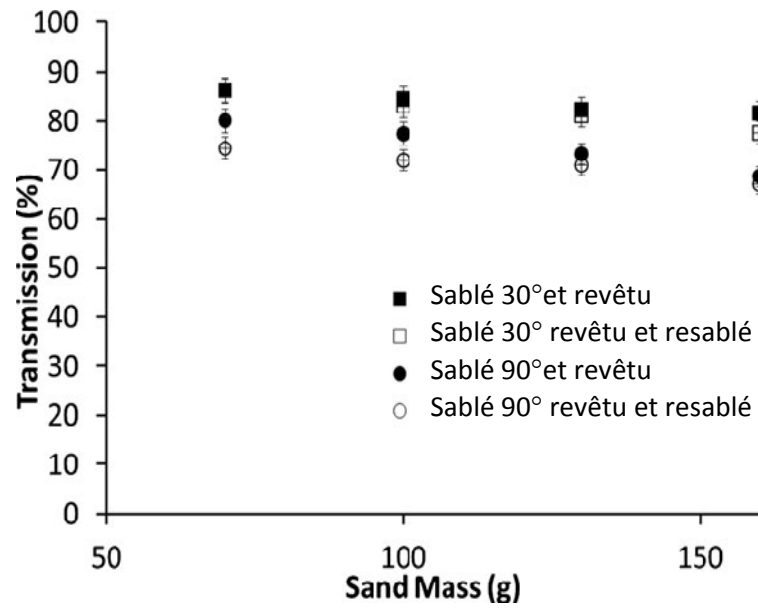


**Figure II.13 :** Images AFM montrant un faciès de verre sablé avec une masse de 200 g (A) et un faciès de verre sablé et revêtu d'une couche de SiO<sub>2</sub> (B) [LAOU 13].

Récemment, *MAROUANI et al.* [MARO 15] ont synthétisé des revêtements inorganiques sous la base de TMOS, TEOS et des nanoparticules colloïdales de silice. La solution a été déposée sur des lames de verre érodées par la projection des grains de sable. L'épaisseur de la couche obtenue est de 2,23 μm. Il a été constaté que les films ont un effet réparateur sur les défauts de sablage et ont permis de restituer les propriétés initiales du verre. Pour un verre endommagé avec la masse de 160 g de sable, la rugosité Ra a diminué, après revêtement, de 120 nm à 20 nm ; alors que la transmission optique a passé de 68.6 % à 91.4%.

Pour étudier la résistance des revêtements contre l'érosion, les auteurs ont soumis les verres endommagés et réparés à un nouveau sablage. La figure II.14 présente l'évolution de la transmission optique en fonction de la masse de sable projeté pour les différents états du verre (sablé sous deux différents angles d'impact, sablé et revêtu, sablé revêtu et resablé).

Pour les faibles angles d'impact (30°), la transmission optique est pratiquement la même, mais il ya une différence pour les grandes angles d'impact (90°). Les auteurs ont trouvé que la résistance à l'érosion des couches protectrices de silice est similaire à celle du verre brut.



**Figure II.14 :** Comparaison de la transmission optique entre celle des verres sablés et revêtus, et celle des verres sablés revêtus et re-sablés [MARO 15].

Chapitre III

**PROCEDURE EXPERIMENTALE**

<b>III.1. Objectif du travail.....</b>	<b>40</b>
<b>III.2. Matériaux et méthodes expérimentales.....</b>	<b>41</b>
<b>III.2.1. Matériaux utilisés.....</b>	<b>41</b>
A. Verre.....	41
B. Sable.....	42
C. Acide fluorhydrique HF.....	43
D. Vernis.....	43
<b>III.2.2. Méthodes expérimentales.....</b>	<b>44</b>
A. Sablage.....	44
B. Traitement chimique par HF.....	46
C. Revêtement.....	46
<b>III.3. Caractérisations optiques et mécaniques.....</b>	<b>47</b>
<b>III.3.1 Examens microscopiques.....</b>	<b>47</b>
A. Microscope optique.....	47
B. Microscope électronique à balayage.....	47
<b>III.3.2. Spectrométrie UV- Visible.....</b>	<b>48</b>
<b>III.3.3. Diffusion de la lumière.....</b>	<b>49</b>
<b>III.3.4. Rendement photovoltaïque.....</b>	<b>50</b>
<b>III.3.5. Profilométrie tactile.....</b>	<b>51</b>
<b>III.3.6. Résistance mécanique.....</b>	<b>52</b>
<b>III.3.7. Essai de fatigue par choc à bille.....</b>	<b>53</b>
<b>III.3.8. Essai d'indentation .....</b>	<b>54</b>
<b>III.3.9. Essai de rayage.....</b>	<b>56</b>



## **Chapitre III : PROCEDURE EXPERIMENTALE**

### **III.1. OBJECTIF DU TRAVAIL**

Le verre subit plusieurs agressions au cours de son utilisation. Certaines applications mènent à une dégradation de son état de surface. Cette dégradation est à l'origine de la chute de la transmission optique et la résistance mécanique.

L'objectif de ce travail de thèse est de corriger les défauts de sablage du verre par des revêtements acryliques organiques transparents en vue de restituer les propriétés liées à la surface, essentiellement la transmission optique et la résistance mécanique et caractériser ces revêtements afin de déterminer leur tenue finale.

La procédure expérimentale passe globalement par deux étapes :

-La première consiste à sabler des échantillons de verre sodocalcique avec différentes masses, en vue d'obtenir différents états de surface (défauts de type pointus). Une partie des verres sablés est ensuite soumise à une attaque chimique à l'acide HF afin d'obtenir un profil émoussé. Ces différents types de profils permettent d'étudier l'adhérence du revêtement sur les différents états de surface.

-La deuxième étape consiste à déposer des revêtements acryliques par pulvérisation pour corriger les endommagements dus au sablage et améliorer ainsi, les propriétés du verre. Pour cette raison, une caractérisation optique et mécanique des échantillons a été effectuée avant et après sablage afin de quantifier l'endommagement ayant lieu. Après revêtement, les échantillons subissent la même caractérisation pour déceler toute amélioration apportée. Pour cela, différentes techniques de caractérisation ont été utilisées : microscopie optique et électronique à balayage MEB, spectroscopie UV-Visible, profilométrie tactile, essai de flexion, choc à bille, indentation et test de rayure instrumenté...

## III.2. MATÉRIAUX ET MÉTHODES EXPÉRIMENTALES

### III.2.1. MATÉRIAUX UTILISÉS

Les matériaux utilisés dans le cadre de ce travail sont : le verre comme cible (pour le sablage) et substrat (pour le revêtement), le sable comme projectiles solides, l'acide fluorhydrique HF comme agent d'attaque chimique et le vernis acrylique utilisé comme dépôt.

#### A. Verre :

Le verre utilisé dans notre travail est un verre silico-sodo-calcique d'usage courant, d'épaisseur 3 mm. Sa composition chimique a été déterminée par fluorescence des rayons X au sein du centre de recherche « CETIM » de BOUMERDES. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau III.1. Quelques propriétés physiques et mécaniques de ce verre sont présentées dans le tableau III.2.

**Tableau III.1 :** Composition chimique moyenne du verre utilisé.

Composant	SiO <sub>2</sub>	Na <sub>2</sub> O	CaO	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	SO <sub>3</sub>	Autres
% en masse	69,14	13,20	8,33	3,97	1,77	0,20	0,83	0,69	1,97

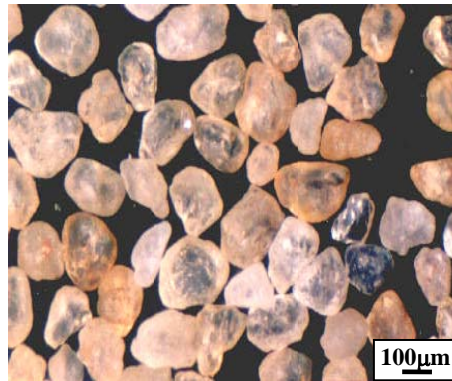
**Tableau III.2 :** Quelques propriétés du verre utilisé.

Caractéristiques	Valeur	Unité
Densité	2,45	g/cm <sup>3</sup>
Dureté Vickers	5,45	GPa
Module de Young	72	GPa
Coefficient de Poisson	0,22	-
Résistance à la flexion par anneaux concentriques	80	MPa
Résistance en compression	1500	MPa
Indice de réfraction	1,52	-
Température de transition T <sub>g</sub>	510	°C

Dans le cadre de ce travail, nous avons découpé de la même plaque de verre, une série d'échantillons carrés de dimensions  $50 \times 50 \times 3 \text{ mm}^3$  et une autre série de dimensions  $60 \times 60 \times 3 \text{ mm}^3$ . Cette deuxième série a été réservée aux essais de choc à bille.

### **B. Sable :**

Pour les essais de sablage, nous avons utilisé un sable naturel provenant de la région de Ouargla (dunes de Sidi Khouiled) au sud de l'Algérie. Ce sable a été choisi sur la base de certains travaux antérieurs [Bous 04] montrant son fort effet d'endommagement. Les grains de ce sable se présentent sous diverses formes (ronde en grande partie, elliptique, pointue,...) et différentes colorations (orange, marron, limpide, translucide,...) comme le montre la figure III.1. Ceci laisse penser qu'ils sont composés de différents oxydes métalliques. La taille moyenne des particules de sable est comprise entre 450 et 550  $\mu\text{m}$ .



**Figure III.1.** Echantillon de sable brut utilisé dans les essais d'érosion du verre.

BOUSBAA et al. [Bous 04], ont déterminé la densité et la micro-dureté des grains de ce sable par essai d'indentation Vickers (1 N), voir tableau III.3. Il est évident que ce sable possède une dureté très forte ce qui justifie son usage comme un bon projectile abrasif.

**Tableau III.3** : Quelques caractéristiques du sable utilisé [Bous 04].

Caractéristiques	Valeurs	unité
Dureté Vickers $H_V$	$14,49 \pm 3,28$	GPa
Densité	2,639	$g/cm^3$

### C. Acide fluorhydrique HF :

Sans aucun doute, l'agent chimique qui présente une agressivité forte vis-à-vis de la structure vitreuse du verre est l'acide fluorhydrique. L'acide HF utilisé dans cette étude est commercialisé dans des bouteilles spéciales en plastique, de contenance 1 litre et d'une concentration 42,5%. Dans nos expériences, nous avons utilisé une concentration de 5% en HF en diluant la solution concentrée de départ (42,5%) dans de l'eau distillée.

### D. Vernis :

Le terme « vernis » désigne une préparation généralement liquide qui conduit, à la suite d'une réaction chimique, à la formation d'un film mince et dur. Les vernis sont des polymères thermodurcissables, contenant des copolymères acryliques reliés entre eux par des agents de réticulation qui sont la plupart du temps transparents. Les vernis assurent deux fonctions principales : une fonction esthétique et une fonction de protection vis-à-vis des agressions extérieures. Par exemple, pour l'automobile, ils constituent la couche la plus externe de la peinture recouvrant les carrosseries avec une épaisseur généralement comprise entre 40 et 50  $\mu m$  [LAMB 01].

Dans le cadre de notre étude, nous avons utilisé un vernis acrylique commercial de marque 2K acrylic clear (Max Meyer Clear 0500 : 1.360.050). Ce vernis est utilisé pour les retouches, les mises en peintures partielles ou totales des carrosseries automobiles. Il est transparent avec un indice de réfraction de 1,49, très proche de celui du verre utilisé. Comme agent de réticulation, nous avons utilisé un durcisseur rapide (Max Meyer MS Hardener 9000: 1.954.9000). Il est ajouté pour former un réseau polymérique en reliant entre

eux les différents copolymères de la matrice. Pour ajuster la viscosité convenable à la pulvérisation, un diluant spécifique pour les produits 2K fourni par le même fabricant est également utilisé (figure III.2).



**Figure III.2 :** Vernis, diluant et durcisseur utilisés dans notre étude.

### III.2.2. MÉTHODES EXPÉRIMENTALES

#### A. Sablage :

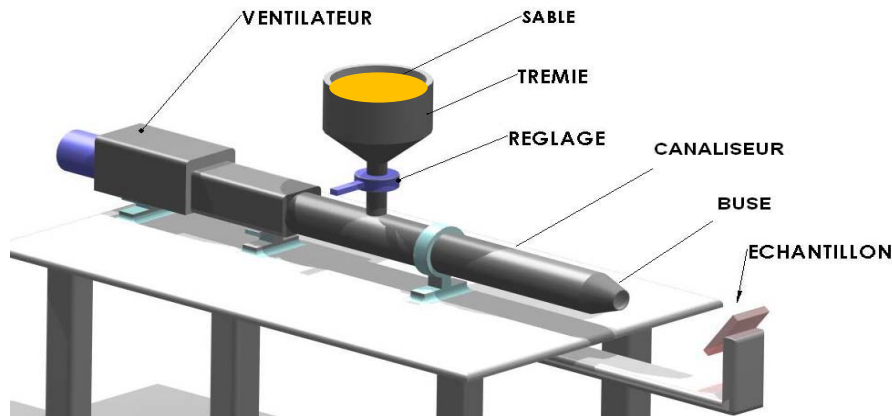
L'opération de sablage consiste à soumettre des échantillons de verre à un flux de sable. Pour avoir une simulation proche des conditions climatiques réelles qui sévissent au Sahara, nous avons utilisé un sablage sec, avec un dispositif souffleur de sable de type horizontal qui a été réalisé au niveau du laboratoire des Matériaux Non Métalliques (Institut d'Optique et Mécanique de Précision), en respectant les recommandations des normes DIN 50 332 et ASTM G76 [DIN 84, ASTM 89].

Le dispositif se compose des éléments suivants :

- Un moteur de ventilation à vitesse variable.
- Une trémie de sable à débit réglable.
- Une buse.
- Un canaliseur.

- Un porte échantillon pivotable entre 0 et 90°.

La figure III.3 montre le schéma de principe du dispositif de sablage utilisé :



**Figure III.3 :** Schéma de principe du dispositif de sablage.

Les opérations de sablage sont réalisées dans une chambre isolée pour limiter le dégagement de poussière. On place les échantillons de verre dans le porte-échantillon à une distance donnée de la buse du canaliseur. La masse de sable est mise dans la trémie ayant un débit préalablement réglé. Le sable est porté tout au long du canaliseur par l'intermédiaire du flux d'air créé par le ventilateur et enfin projeté sur la surface du verre sous un angle préréglé.

Pour notre étude, les échantillons sont sablés sur une seule face en utilisant quatre (04) masses de sable : 50, 100, 150 et 200 g. Nous avons utilisé une position normale des échantillons par rapport au flux de sable (90°) et une vitesse de projection de 25 m/s mesurée à l'aide d'un anémomètre. Cette vitesse correspond à une valeur moyenne des vents de sable en conditions sahariennes réelles.

Lors des opérations de sablage, nous avons maintenu constants les paramètres suivants :

- Distance buse-échantillon égale à 80 mm.
- Débit du sable est de 1,25 g/s.

Après sablage, les surfaces des échantillons sablés sont nettoyées avec l'éthanol pour éliminer les poussières et les débris de verre qui peuvent se coller à la surface.

### **B. Traitement chimique par HF:**

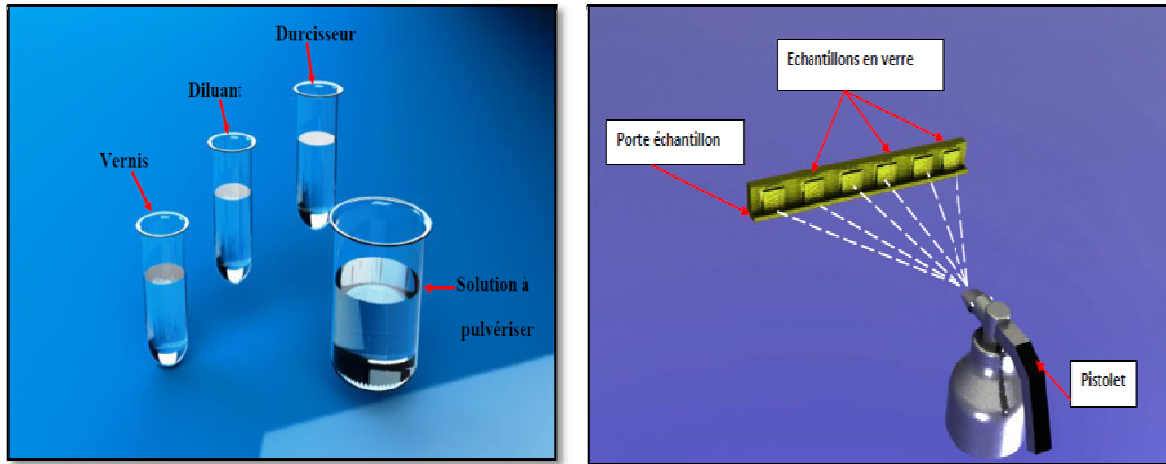
Comme décrit dans l'introduction, une attaque acide avec une solution contenant de l'acide fluorhydrique (5%) a été utilisée pour obtenir un relief émoussé. La moitié des échantillons sablés, a subi une attaque acide pendant 2 minutes afin de pouvoir observer l'effet du traitement chimique pour chaque masse de sable. Une autre série d'échantillons sablés avec une masse de 200 g de sable a été soumise à une attaque chimique par l'acide HF pendant différentes durées (30 et 60 minutes). Cette série des verres a servi aux essais de résistance mécanique. Dans le but de limiter l'attaque uniquement sur la face endommagée, on a couvert l'autre face (non sablée) par un ruban fortement adhésif. La réaction a été menée à température ambiante sous agitation magnétique. Après traitement, les échantillons ont été soigneusement rincés pour arrêter l'action de l'acide sur le verre.

### **C. Revêtement :**

La déposition des revêtements a été effectuée par pulvérisation de la solution du vernis préparée, par l'intermédiaire d'un pistolet sous air comprimée délivrée par un compresseur d'air de type NFBX (200L,  $P_{max} = 11$  bars). Le pistolet, facile à manipuler, est très léger (Aluminium) et très pratique car le réglage du débit et de l'orientation du flux sont très aisés. La formulation du revêtement acrylique a été obtenue en diluant 100 ml du vernis avec 50 ml de diluant et 30 ml de durcisseur rapide (figure III.4.a). La solution a été soigneusement mélangée pendant 2 minutes avant d'être pulvérisée sur les échantillons. Ces derniers ont subi un nettoyage préalable avec de l'éthanol.

Des essais préliminaires ont permis de fixer les conditions de pulvérisation (figure III.4.b): les éprouvettes sont placées dans un porte échantillon vertical et la solution est pulvérisée avec une vitesse de déplacement transversale du pistolet constante sous une pression égale à  $P = 3$  bars. La distance entre le pistolet et l'éprouvette a été maintenue constante et égale à 40 cm.

Après pulvérisation et séchage dans une étuve à 50 °C pendant 30 minutes, les échantillons ont été recuits à 150 °C pendant une heure.



**Figure III.4 :** Schéma montrant a) la préparation de la solution, b) Pulvérisation de la solution par pistolet.

### III.3. CARACÉRISATIONS OPTIQUES ET MÉCANIQUES

#### III.3.1 EXAMENS MICROSCOPIQUES

##### A. Microscope optique :

Nous avons utilisé un microscope trinoculaire de type Motic BA410 muni d'un jeu de cinq objectifs de grandissement de plus en plus grand (X4, X10, X20, X40, X100). Il permet de faire des observations en transmission et de réaliser des prises photographiques ou des séquences vidéo par l'intermédiaire d'une caméra CCD montée sur le troisième oculaire. Il a été essentiellement utilisé pour l'examen des défauts de sablage, des défauts d'indentation, des rayures, avant et après revêtement, .....

##### B. Microscope électronique à balayage :

Le microscope électronique à balayage permet de réaliser des observations topographiques des surfaces à fort grossissement et grande résolution. Afin de mieux



comprendre les changements morphologiques du verre après attaque chimique, les échantillons ont été examinés par M.E.B. L'appareil utilisé est de type Thermal Field Emission Scanning Electron Microscope JEOL JSM-7001F (Figure III.4); optimisé pour la haute résolution (1,2 nm), et des grossissements supérieurs à 100.000 X. Puisque les échantillons sont diélectriques, alors ils ont été préalablement métallisés, afin d'éviter l'accumulation de charges sur la surface durant l'observation. La métallisation a été réalisée par dépôt d'une fine couche d'or.



**Figure III.4 :** MEB utilisé.

### **III.3.2. SPECTROMETRIE UV-VISIBLE**

Les spectromètres UV-visible comportent une source de lumière suivie d'un monochromateur, d'un compartiment pour placer les échantillons, puis d'un système de réception associé à un dispositif de traitement des données permettant d'obtenir le tracé d'un spectre. Ce dernier donne la transmittance ou l'absorbance de l'échantillon analysé en fonction de la longueur d'onde du rayonnement ou parfois du nombre d'onde.

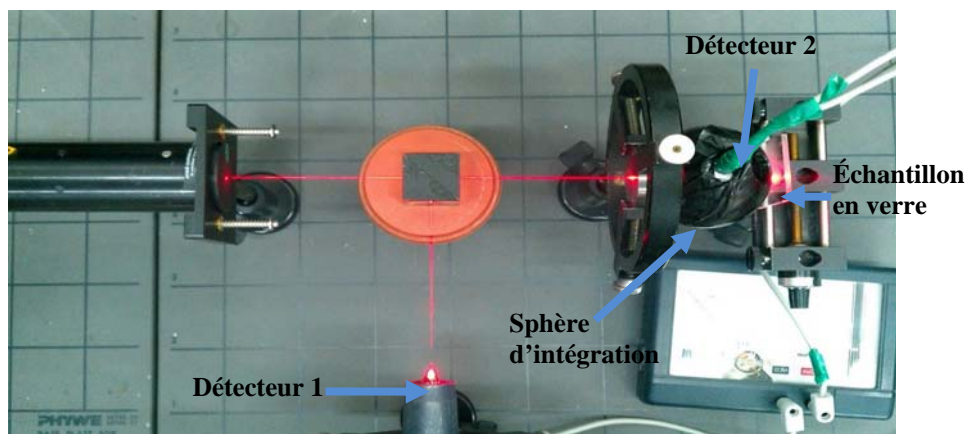
Pour caractériser optiquement la transmittance ( $T$ ) des échantillons de verre dans leurs différents états (sablés, sablés attaqués, sablés revêtus, sablés attaqués revêtus), nous avons utilisé un spectrophotomètre de type « Lambda 950 » fabriqué par Perkin Elmer. Le domaine d'analyse en termes de longueurs d'onde  $\lambda$  s'étend de 200 à 1200 nm.

### III.3.3 DIFFUSION DE LA LUMIERE

Dans le cadre de ce travail, nous avons suivis les effets du sablage, du traitement par HF et du revêtement acrylique sur la diffusion de la lumière afin d'expliquer la variation de la transmission optique observée. Le montage optique utilisé pour la mesure de l'intensité de la lumière diffusée (Figure III.5) est basé sur la méthode de mesure de diffusion totale intégrée TIS (Totale Integrated Scattering). Ce montage comporte les éléments suivants :

- Un laser He-Ne de longueur d'onde  $\lambda = 632,8$  nm.
- Une sphère d'intégration.
- Un micro-ampèremètre.
- 02 Photo-détecteurs de mêmes caractéristiques.
- Un générateur électrique.
- Un cube séparateur.

Le principe de fonctionnement est comme suit : le faisceau laser éclaire l'échantillon sous incidence normale. La lumière réfléchie spéculairement est captée par le détecteur 1, et l'autre partie du faisceau, qui est diffusée, est collectée par la sphère d'intégration et captée par le détecteur 2. Pour chaque échantillon, nous avons fait dix translations avec un pas de 1 mm, pour avoir l'intensité diffusée sur toute la surface du verre.



**Figure III.5** : Montage optique pour la mesure de la diffusion de la lumière.

### III.3.4. RENDEMENT PHOTOVOLTAÏQUE

L'effet du sablage et du revêtement sur le rendement photovoltaïque d'une cellule solaire, à travers le verre sodocalcique a été étudié.

Nous avons utilisé un circuit électrique qui contient la cellule solaire (générateur) branché en parallèle avec deux consommateurs électriques : ventilateur (hélice) que nous considérons comme témoin du courant créé et une résistance variable qui permet de consommer le courant fourni par la cellule. A l'aide de multimètres, nous mesurons la tension (u) et le courant (i), voir figure III.6.



**Figure III.6 :** Présentation de l'installation utilisée pour mesurer le rendement photovoltaïque.

Le rendement photovoltaïque de la cellule solaire a été mesuré en plaçant l'échantillon du verre entre la cellule photovoltaïque et la source de lumière. Les mesures ont été effectuées sur un verre sablé et un verre sablé et revêtu. Le verre brut est considéré comme référence. Le rendement photovoltaïque  $\eta_r$  de la cellule a été calculé en utilisant la formule suivante :

$$\eta_r = P_x/P_i$$

**III.1**

Où :  $P_i$  est la puissance de sortie de la cellule mesurée pour le verre brut

$P_x$  est la puissance de sortie de la cellule mesurée pour l'état sablé ou l'état sablé et revêtu.

### III.3.5. PROFILOMÉTRIE TACTILE

Afin d'interpréter les variations ayant lieu pour les propriétés optiques et mécaniques, nous avons mené des essais de profilométrie. L'appareillage utilisé est de type « Form Talysurf Series 120i » fourni par Taylor Hobson (figure III.7). C'est un appareil à palpeur ayant une pointe de diamant qui se déplace sur la surface de l'échantillon et relève le profil de la surface. On mesure le déplacement vertical de la pointe (dans notre cas, de rayon  $2\mu\text{m}$ ) en fonction de sa position [DEBO 12]. Cet appareil est d'une résolution de 16 nm suivant l'axe Z. La longueur et la vitesse de palpation ont été fixées, respectivement, à 15 mm et 0,5 mm/s.

Dans cette étude, nous nous sommes limités à l'utilisation des valeurs de rugosité les plus utilisés en bibliographie dans le cas des verres sablés : rugosité arithmétique moyenne ( $R_a$ ) et rugosité totale ( $R_t$ ). Cela permettra d'analyser l'état de surface du verre obtenu dans les différentes conditions (sablage, traitement chimique, revêtement).

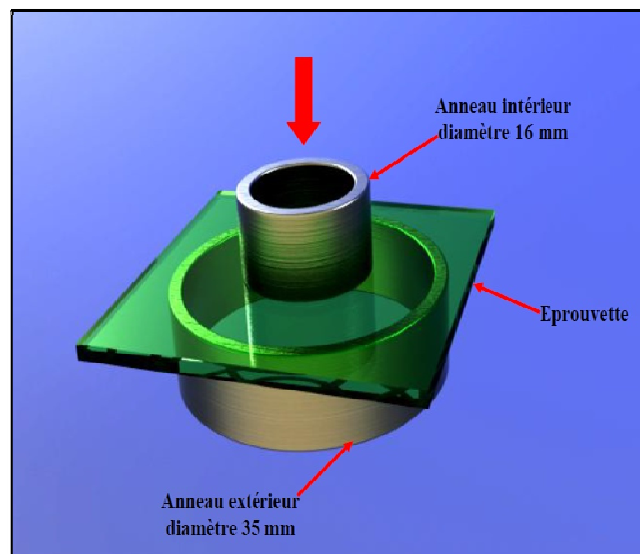


Figure III.7 : Profilomètre utilisé dans nos essais.

### III.3.6. RESISTANCE MECANIQUE

Pour évaluer la résistance mécanique à la rupture, nous avons utilisé une machine d'essai de type Zwick Roller Z050. Cette machine est dotée d'une cellule de charge qui autorise des essais en mode de traction ou de compression (de flexion).

Dans le cadre de notre travail, nous avons effectué des essais de flexion par anneaux concentriques sur nos éprouvettes carrées dans leurs différents états. Cet essai a l'avantage d'éliminer l'effet des bords et donc de mesurer la résistance mécanique intrinsèque à la surface. Le dispositif est constitué de deux anneaux concentriques ayant les diamètres 16 mm et 35 mm. La surface endommagée est chargée en tension c'est-à-dire mise de côté de l'anneau le plus grand. La vitesse de chargement a été maintenue constante pour tous les essais et égale à 1 mm/min. Pour chaque lot d'échantillons, l'essai a été répété, trois fois.



**Figure III.8 :** Principe de l'essai de flexion par anneaux concentriques.

La résistance mécanique est calculée selon la formule suivante :

$$\sigma = \frac{3F_R}{2\pi h^2} \left[ (1 + \nu) \ln \frac{r_1}{r_0} + (1 - \nu) \frac{r_1^2 - r_0^2}{2r_2^2} \right] \quad \text{III.2}$$

$F_R$  : Force de rupture

$\nu$  : Coefficient de poisson du verre

$h$  : Epaisseur de l'échantillon

$r_0, r_1$  : Rayons des anneaux respectivement intérieur et extérieur (8 et 17,5 mm)

$r_2 \approx 1,21L$

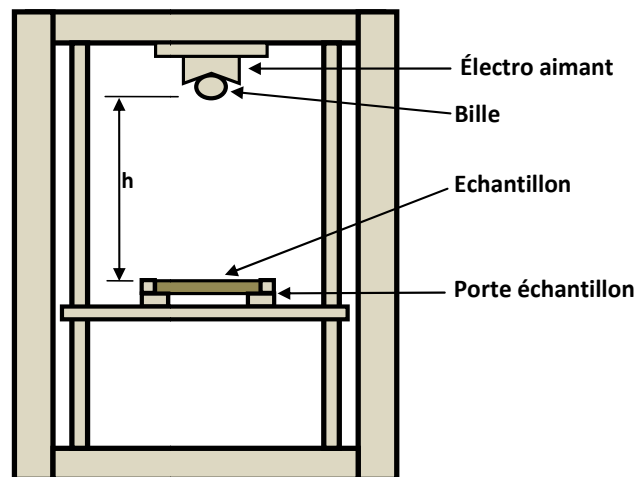
$2L$ : Coté de l'échantillon carré (50 mm)

### III.3.7. ESSAI DE FATIGUE PAR CHOC A BILLE

Des essais de fatigue par choc mécanique ont été effectués à l'aide d'un dispositif de choc à bille conçu et réalisé au niveau du laboratoire des matériaux non métalliques (Figure III.9). Le principe de fonctionnement du dispositif est simple : La bille ( $m = 25$  g) fixée en haut du dispositif par l'intermédiaire d'un électro aimant, est lâchée sans vitesse initiale par rupture du courant alimentant la bobine. Elle tombe sous une hauteur donnée sur l'échantillon carré ( $60 \times 60$  mm<sup>2</sup>), placé sur le porte-échantillon. La hauteur de chute est réglée par déplacement linéaire motorisé de la traverse mobile contenant le porte échantillon et contrôlée visuellement par la règle. Durant cet essai, la hauteur  $h$  a été maintenue constante et égale à 350 mm. Nous avons répété l'essai de choc sur l'échantillon et nous avons compté le nombre de cycles jusqu'à la rupture. Pour chaque état du verre testé, l'essai est répété au moins cinq fois.

Les essais de fatigue par choc ont été effectués sur les états du verre suivants :

- brut,
- sablé,
- sablé puis attaqué par HF pendant 60 minutes,
- sablé et attaqué 60 minutes par HF, puis revêtu par une seule couche de vernis,
- sablé attaqué 60 minutes par HF, puis revêtu par deux couches de vernis.

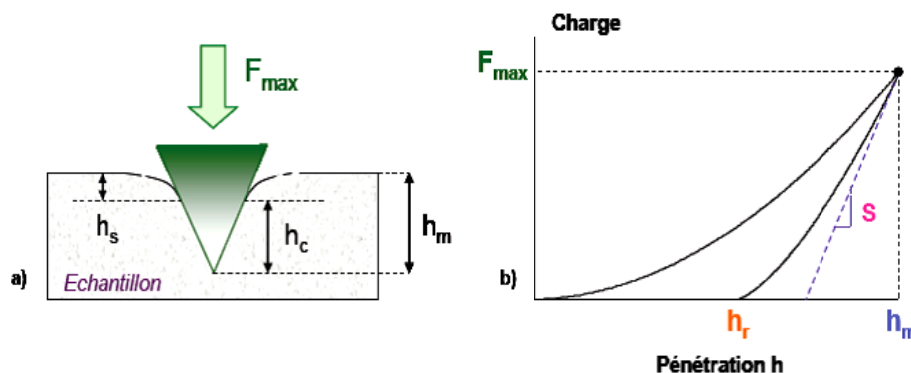


**Figure III.9:** Schéma du dispositif de choc à bille utilisé.

### III.3.8. ESSAI D'INDENTATION

L'essai d'indentation peut être utilisé pour la caractérisation mécanique des films minces. Le principe de la technique consiste à enfoncer une pointe rigide perpendiculairement à la surface d'un échantillon [DEMI 04, FERC 07].

Durant l'essai d'indentation, la force normale ( $F_n$ ) appliquée est enregistrée en fonction de la profondeur de pénétration de la pointe. Ces deux paramètres sont continuellement mesurés lors d'une première phase de chargement suivie d'une phase de déchargement. Le résultat est une courbe charge – déplacement (figure III.10).



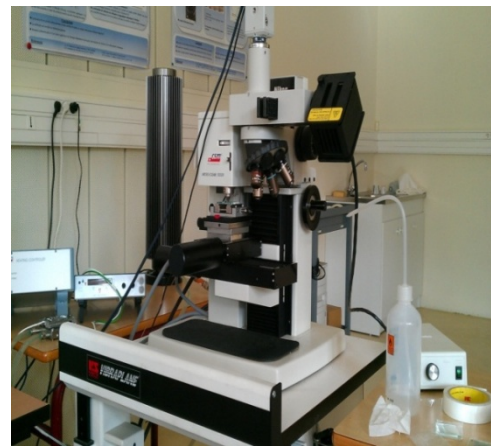
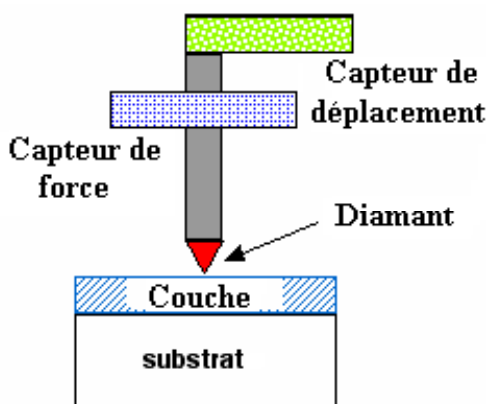
**Figure III.10 :** a) Schéma en coupe de l'empreinte d'indentation, b) allure de la courbe charge – déplacement obtenue [MAMM 03].

La phase de chargement s'accompagne d'une déformation élastoplastique du matériau alors que la phase de déchargement rend uniquement compte de sa déformation élastique.

Les grandeurs qui peuvent être directement mesurables sur la courbe sont:

- la profondeur de l'empreinte résiduelle  $h_r$  (dans le cas où une déformation plastique apparaît),
- la profondeur de pénétration totale du poinçon  $h_m$
- le module d'élasticité de l'échantillon désigné par le paramètre  $S$  sur la courbe de la figure III.11.b [MAMM 03].

Nos essais d'indentation ont été réalisés à l'aide de l'instrument Scratch/indentation: Marque CSM ; modèle : micro-combi tester. Cet appareil permet de faire du micro-scratch, de la micro-indentation et du micro-frottement, avec des efforts normaux compris entre 30 mN et 30 N. La figure III.11 illustre l'instrument Scratch/indentation utilisé pendant nos essais.



**Figure III.11:** Schéma et micrographie de l'instrument Scratch/indentation utilisé.

Pour chaque échantillon revêtu, 8 mesures à une charge maximale de 60 mN ont été réalisées avec un indenteur Rockwell de rayon de pointe de 200  $\mu\text{m}$ . La charge est appliquée progressivement à une vitesse de 360 mN/min (vitesse de charge). La charge maximale est maintenue constante pendant 90 s puis retirée progressivement à une vitesse de 360 mN/min (vitesse de décharge). La pause de 90 s permet d'étudier le comportement au micro fluage du



revêtement. Toutes les courbes de résultats effort-pénétration (F-h) ont été exportées et traitées à l'aide du logiciel Matlab afin de calculer les propriétés mécaniques du revêtement.

### III.3.9. TEST DE RAYURE

L'adhésion entre le revêtement et le substrat, est souvent quantifiée par une technique de "scratch test", consistant à appliquer une force constante, progressive ou incrémentale à la surface d'un revêtement à l'aide d'une pointe rigide (sphérique, conique, pyramide...), et de la déplacer de telle manière à simuler une rayure. L'indenteur pénètre dans le revêtement en induisant des déformations locales élastiques et plastiques en fonction, entre autre, de la rigidité du matériau. Une fois que la rayure est générée (figure III.12), les dommages sont observés par microscopie optique. La charge qui induit le premier endommagement du vernis (fissuration ou écaillage) désigne une charge critique [RICH 97, BULL06, HOUE 08, FRIE 11].

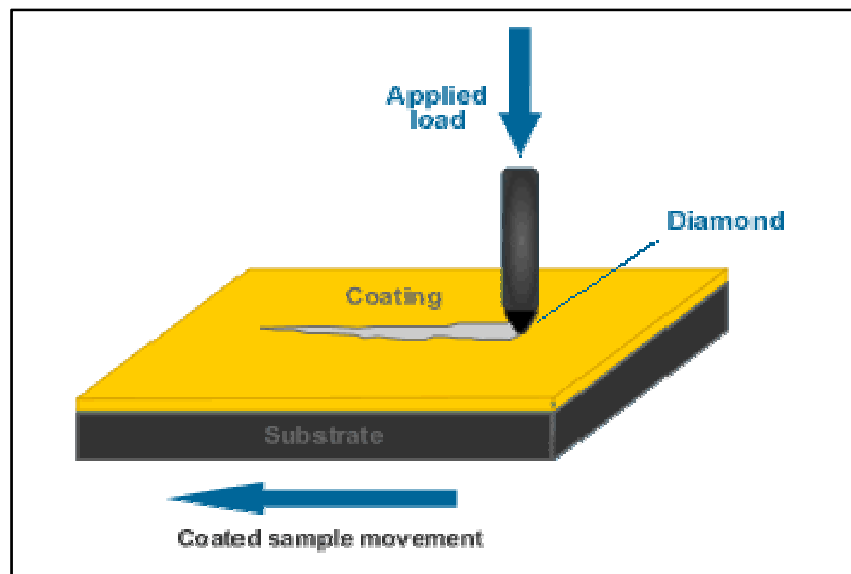


Figure III.12 : Schéma du principe d'un essai de rayure.

Dans ce travail, des essais de rayure ont été réalisés à l'aide de l'instrument Scratch/indentation décrit auparavant (section III.3.8). Cinq rayures identiques de longueur 10 mm, réalisées sous une charge croissante, ont été effectuées sur chaque revêtement sous atmosphère ambiante avec une vitesse de déplacement de 2,5 mm/mn. Cette vitesse a été

utilisée pour optimiser la sensibilité aux différentes contributions : élastique, plastique et la rupture.

Les différentes courbes obtenues permettent de déterminer pour chaque rayure, différentes charges critiques d'apparition des endommagements (1<sup>ère</sup> fissure, 1<sup>er</sup> groupe de fissures du revêtement, délamination au niveau du bourrelet et arrachement sous la pointe). De plus, une caractérisation de l'aspect physique des rayures a été réalisée par microscopie optique.

Chapitre IV

**RESULTATS ET DISCUSSION**

<b>IV.1. Observations microscopiques.....</b>	<b>58</b>
<b>IV.1.1. Sablage.....</b>	<b>58</b>
<b>IV.1.2. Attaque chimique.....</b>	<b>59</b>
<b>IV.1.3. Revêtement.....</b>	<b>61</b>
<b>IV.2. Rugosité.....</b>	<b>63</b>
<b>IV.3. Transmission optique et visibilité.....</b>	<b>65</b>
<b>IV.4. diffusion de la lumière.....</b>	<b>68</b>
<b>IV.5. Rendement photovoltaïque.....</b>	<b>69</b>
<b>IV.6. propriétés mécaniques.....</b>	<b>71</b>
<b>IV.6.1. Résistance mécanique.....</b>	<b>71</b>
<b>IV.6.2. Choc cyclique (fatigue).....</b>	<b>72</b>
<b>IV.6.3. Essai d'indentation.....</b>	<b>74</b>
<b>IV.6.4. Essai de rayage.....</b>	<b>76</b>

## Chapitre IV : RESULTATS ET DISCUSSION

Avant de présenter les résultats expérimentaux obtenus, il convient d'indiquer sur le tableau IV.1, la signification de l'ensemble des dénominations (Abréviations) des échantillons testés qui seront utilisées dans la suite de ce chapitre.

**Tableau IV.1** Dénominations des échantillons utilisés.

Etat du Verre	Brut	Sablé 50 g	Sablé 100 g	Sablé 150 g	Sablé 200 g
	B	S50	S100	S150	S200
Attaqué 2 min par HF (5%)	BA	SA50	SA100	SA150	SA200
Revêtu	BR	SR50	SR100	SR150	SR200
Attaqué par HF puis revêtu	BAR	SAR50	SAR100	SAR150	SA200

### IV.1. OBSERVATIONS MICROSCOPIQUES

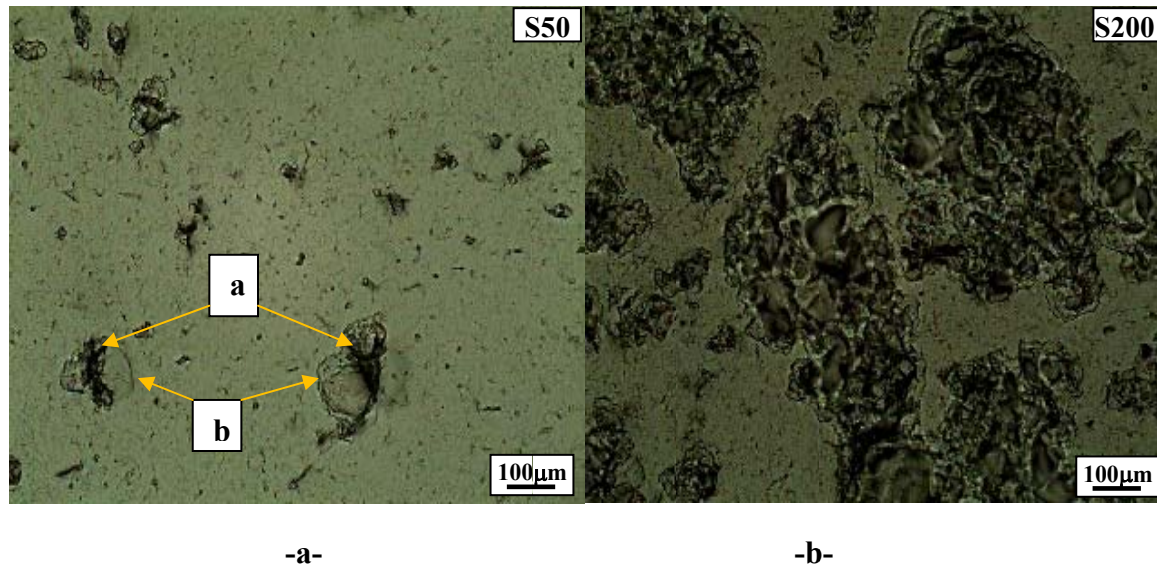
#### IV.1.1. SABLAGE

Les observations microscopiques de la figure IV.1 montrent une surface érodée avec deux masses différentes de sable (50 g et 200 g). Pour la faible masse de sable (50g), les défauts de sablage créés sont isolés et répartis de manière aléatoire sur la surface observée. Ils sont formés de cratères (**a**) associés à des écaillages (**b**) causés tout les deux par l'arrachement de matière.

A mesure que la masse de sable projeté augmente, le nombre de défauts et leurs tailles augmentent comme le montre clairement la figure IV.1-b.

En fait, en augmentant la masse de sable projeté, les phénomènes d'interaction entre les défauts voisins et l'effet de fatigue causé par les impacts répétés dans le même endroit seront plus prononcés ce qui mène à un endommagement qui tend à couvrir toute la surface exposée.

Les défauts observés en surface sont à l'origine de la dégradation des propriétés liées à la surface des verres sablés constatée par certains auteurs [BOUS 03, 09, KOLL 09], en particulier la résistance mécanique et la transmission optique.



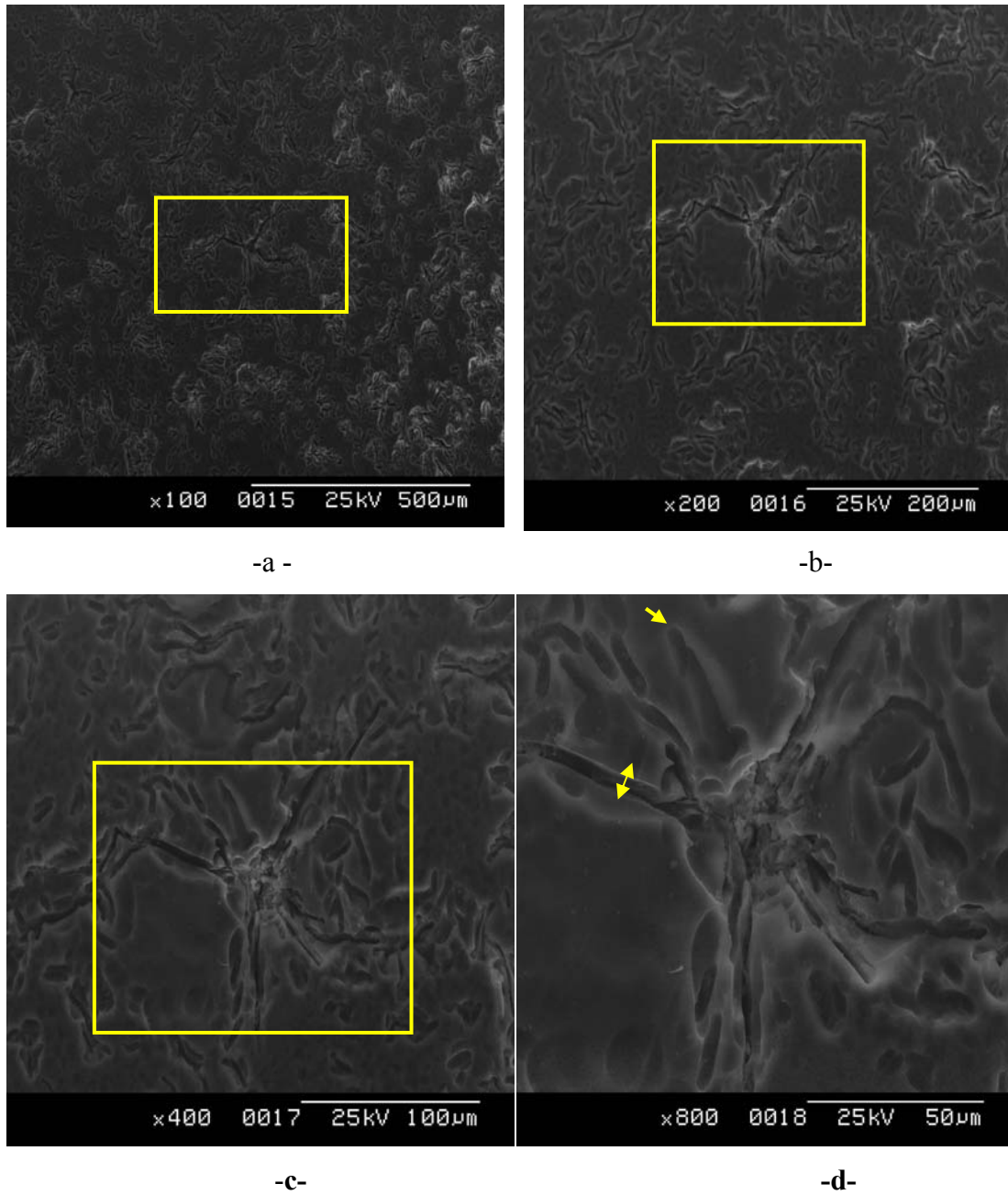
**Figure IV.1 :** Micrographies montrant l'état de surface des verres avec deux masses de sable différentes : a) 50 g, b) 200g

#### IV.1.2. ATTAQUE CHIMIQUE:

En vue de changer l'état de surface des verres sablés, une attaque chimique par HF (5%) a été effectuée. Les changements morphologiques des défauts de surface ont été observés par microscope électronique à balayage (MEB). La micrographie présentée sur la figure IV.2.a montre une vue générale de l'état de surface d'un verre sablé avec une masse de 100g de sable, et attaqué par l'acide HF pendant deux minutes. On remarque qu'après l'attaque chimique, les défauts de surface subissent des changements morphologiques importants. Les microfissures autour des points d'impact des particules se propagent, s'ouvrent et leurs fronts deviennent émoussés. Cela se voit clairement sur le défaut observé sur la figure IV.2.b et qui est montré avec différents grossissements, sur les figures IV.2.c et IV.2.d.

Le phénomène de rainurage ou ouverture des fissures résultant de l'attaque chimique rend possible l'observation de la fissuration. Pour cette raison, l'attaque par HF a été utilisée depuis, longtemps, pour rendre visibles les fissures initialement indétectables [DABB 82].

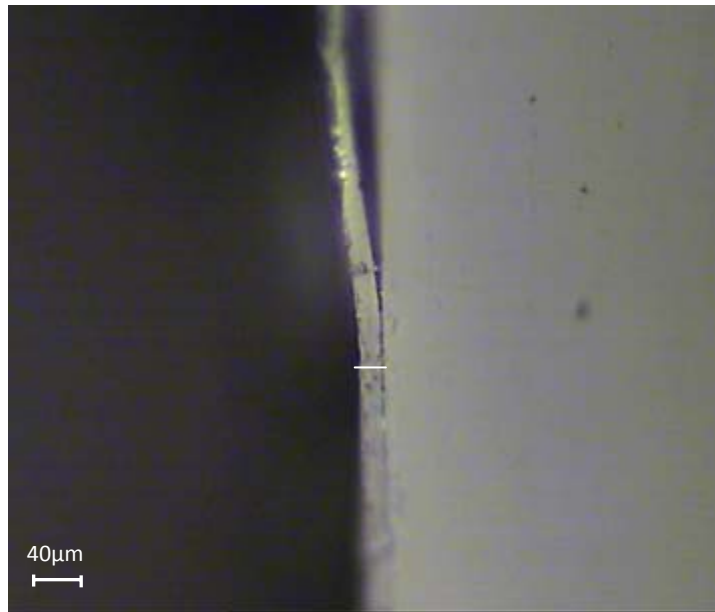
Comme les fissures initiales de sablage sont orientées aléatoirement alors les rainures produites par leur attaque le sont aussi (voir figure IV.2).



**Figure IV.2** : Observations microscopiques par MEB montrant l'état de surface d'un verre sablé et attaqué par l'acide HF.

### IV.1.3. REVETEMENT

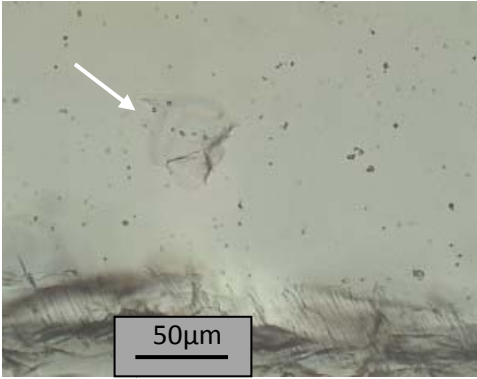
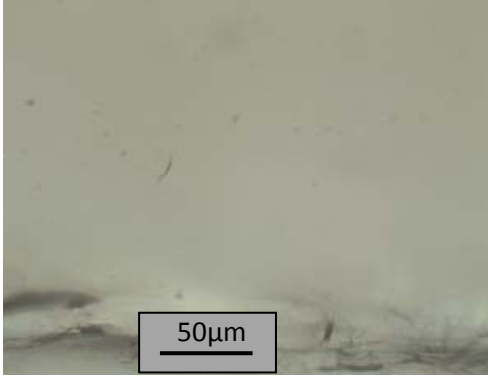
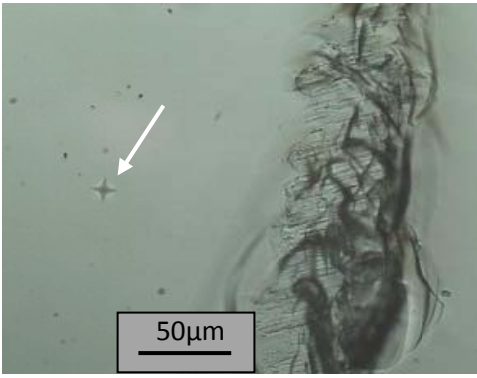
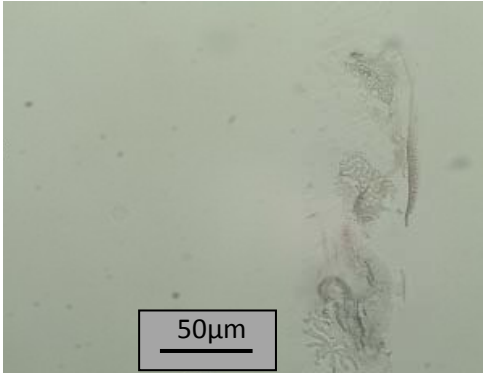
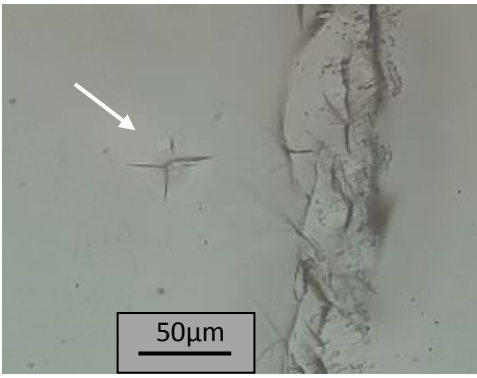
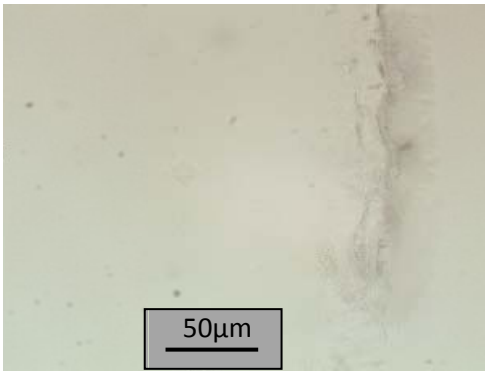
Après revêtement des verres, nous avons réalisé des observations microscopiques sur le faciès de rupture d'un échantillon revêtu et rompu en flexion 3 points. L'observation du côté transversal du faciès (exemple de la figure IV.3) nous a permis d'estimer l'épaisseur de la couche déposée. Celle-ci varie d'un endroit à un autre vu la difficulté de contrôler de façon rigoureuse l'opération de dépôt par pulvérisation, mais dépasse en général les 30  $\mu\text{m}$ . Cette épaisseur est jugée suffisante pour corriger les défauts de sablage de profondeur bien inférieure (rugosité totale « Rt » des verres sablés de l'ordre de 20  $\mu\text{m}$ ).



**Figure IV.3 :** Faciès de rupture d'un verre revêtu montrant la couche déposée et le substrat.

Pour mieux comprendre ce qui se passe au niveau des défauts après revêtement, on a essayé d'observer les changements subis par un défaut singulier de sablage et des défauts typiques d'indentation Vickers obtenus avec différentes faibles charges (1N et 2N). Dans le tableau IV.2 nous avons rassemblé, les défauts introduits (que se soit de sablage ou d'indentation) avant et après revêtement. Nous avons mis auprès de chaque défaut une macro-rayure pour pouvoir le repérer après le revêtement.

**Tableau IV.2 :** Micrographies de défauts de sablage et d'indentation Vickers avant et après revêtement.

Défaut	Avant revêtement	Après revêtement
Défaut singulier de sablage		
Défaut d'indentation Vickers 1N		
Défaut d'indentation Vickers 2N		

Il est évident que la déposition de la résine acrylique cause un changement notable de l'aspect des défauts de surface. Cela est très clair pour le défaut isolé de sablage et les défauts



d'indentation obtenus sous différentes charges. Pour les défauts d'indentation, les fissures ont totalement disparu et l'empreinte devient presque invisible. Cela est dû à la pénétration du vernis acrylique dans les fissures et le remplissage des empreintes.

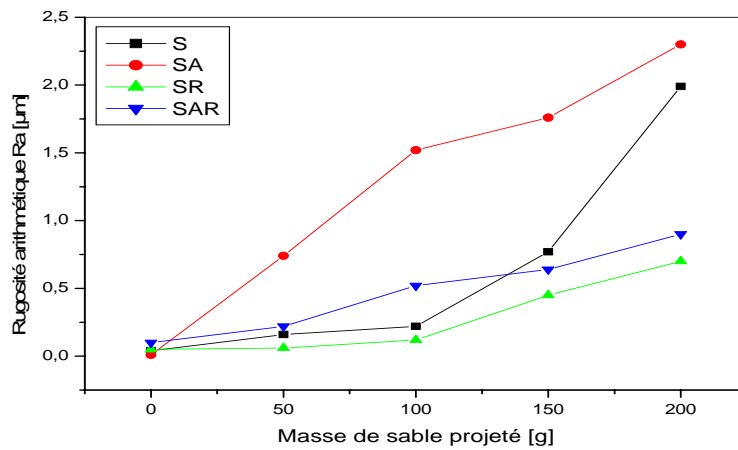
On remarque aussi que la couche déposée n'était pas capable de remplir les macro-rayures créées à côté des défauts étudiés ce qui a laissé certaines traces apparentes de ces rayures. Ces rayures sont, en effet, des défauts relativement plus grands que les défauts étudiés en étendue et en profondeur ce qui rend difficile leur remplissage.

## IV.2. RUGOSITE

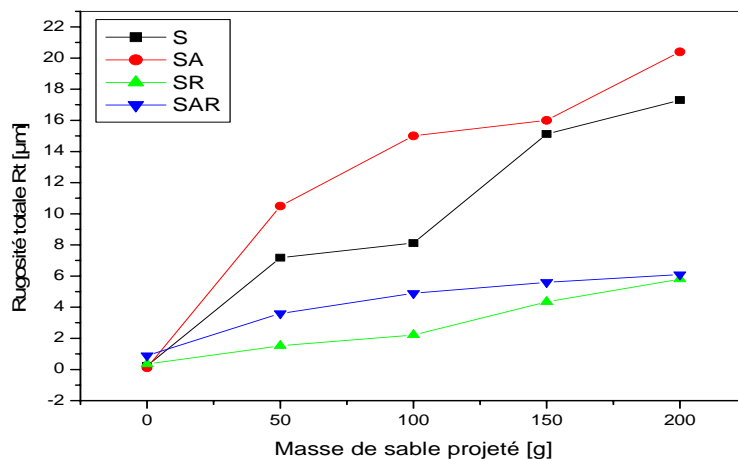
Les résultats des mesures de rugosité pour tous les états du verre sont présentés sur la figure IV.4. Les paramètres de rugosité arithmétique  $R_a$  et totale  $R_t$  sont tracés en fonction de la masse de sable projeté. Les valeurs des rugosités  $R_a$  et  $R_t$  pour l'état brut sont respectivement égales à  $0,04 \mu\text{m}$  et  $0,23 \mu\text{m}$ . Ces paramètres de rugosité augmentent de façon monotone avec la masse de sable projeté. Elles atteignent respectivement  $1,99 \mu\text{m}$  et  $17,3 \mu\text{m}$  pour l'échantillon S200 (le cas le plus défavorable). Pour une masse supérieure à 200 g de sable, les interactions entre les défauts augmentent en dimension à cause des impacts répétés des particules et les contraintes résiduelles induites en surface.

L'état de surface est en relation étroite avec les défauts générés par les impacts de sable ce qui explique l'augmentation de la rugosité après sablage. L'augmentation de la rugosité avec l'augmentation de la masse de sable projeté a été confirmée par les travaux trouvés dans la littérature [MAHD 07, BENT 15]. MAHDAOUI et al. [MAHD 07 a] ont trouvé un maximum de rugosité  $R_a = 3,57 \mu\text{m}$  après la projection de 100 g de sable sous les conditions ( $V_i = 24 \text{ m/s}$ ,  $\alpha = 90^\circ$ ). Alors que BENTERKI et al. [BENT 15] ont marqué un maximum de rugosité  $R_a = 2,5 \mu\text{m}$  après la projection de 50 g de sable sous les conditions ( $V_i = 16 \text{ m/s}$ ,  $\alpha = 90^\circ$ ). La différence obtenue dans la valeur du maximum de rugosité peut être attribuée aux choix des conditions de travail dont les plus pertinents sont : la nature du sable, la vitesse des particules du sablage et l'angle d'impact.

Après attaque par HF (5%) pendant 2 min, les fissures dues au sablage se propagent et s'ouvrent avec un détachement des écailles par propagation de la fissuration sous-surface tel constaté par *KOLLI* et al. [KOLL 10]. Cela génère des irrégularités plus importantes à la surface qui se traduisent par une hausse des valeurs de rugosité des échantillons attaqués chimiquement (SA) par rapport aux échantillons sablés (S). Les valeurs de rugosité enregistrées pour l'échantillon SA200 sont les plus importantes:  $R_a = 2,3 \mu\text{m}$  et  $R_t = 20,4 \mu\text{m}$ . Cela peut être expliqué par le fait que l'état (S200) est l'état sablé le plus endommagé ce qui conduit après son attaque à l'état attaqué chimiquement le plus endommagé (S200).



-a-



-b-

**Figure IV.4** : Rugosités en fonction de la masse de sable projeté pour les différents états du verre : a)  $R_a$ , b)  $R_t$ .

Après déposition du vernis acrylique, on note une diminution remarquable de la rugosité. Le revêtement acrylique rend la surface des verres endommagés plus lisse, en comblant les irrégularités de surface représentées par les cratères et les fissures tel constaté sur les figures présentées dans le tableau IV.2 (section IV.1.3). Nous remarquons aussi que l'état sablé, attaqué chimiquement puis revêtu (SAR) présente des rugosités plus importantes que l'état sablé revêtu (SR). Cela s'explique par le fait que l'état de surface d'un revêtement déposé sur un substrat est étroitement lié à l'état de surface du substrat lui-même surtout lorsque la couche n'est pas suffisamment épaisse.

### IV.3. TRANSMISSION OPTIQUE ET VISIBILITE

La figure IV.5 montre les spectres de transmission optique pour les différents états du verre : brut (B), sablé (S), sablé et attaqué par l'acide HF (SA), sablé et revêtu (SR), sablé, attaqué puis revêtu (SAR). Une masse de sable projeté de 200 g est considérée pour ces résultats.

Les spectres de transmission obtenus présentent une absorption dans le domaine des UV et une transmission qui diffère selon l'état du verre dans le reste du spectre. L'état sablé et l'état sablé et attaqué chimiquement présentent la transmission la plus faible en raison du grand nombre de défauts qui gênent le passage de la lumière incidente. L'état sablé puis revêtu présente une forte transmission optique très proche de celle de l'état brut (non sablé).

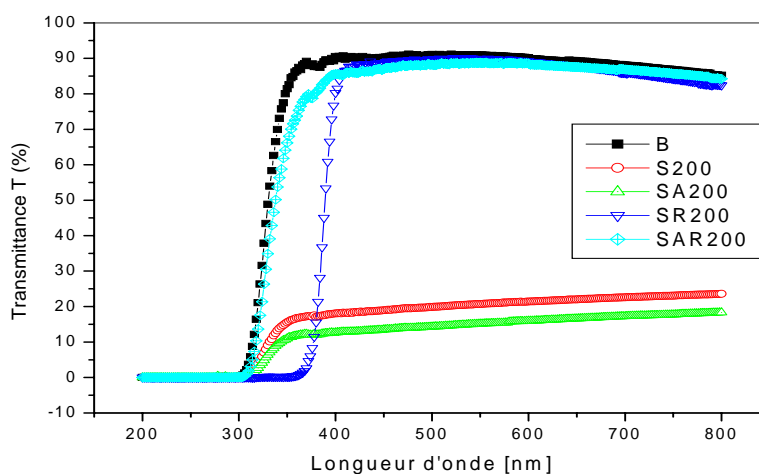
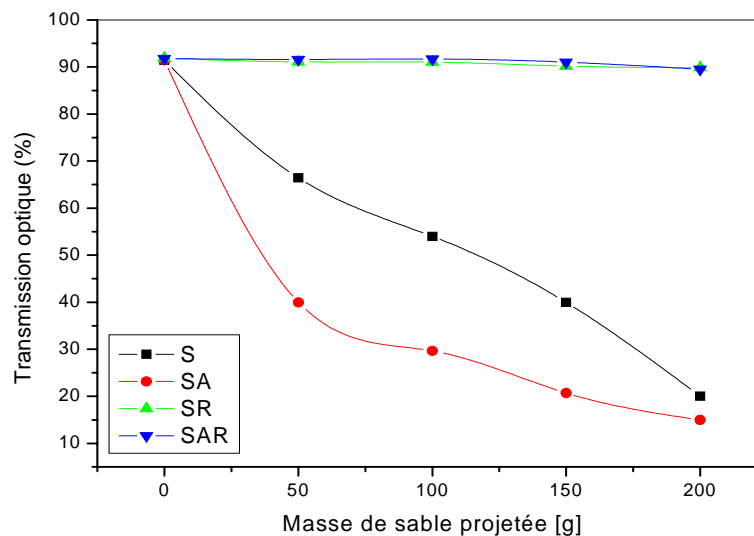


Figure IV.5 : Spectres de transmittance déterminés pour différents états du verre.

La figure IV.6 montre les résultats de la transmission optique à  $\lambda=550$  nm, en fonction de la masse de sable projeté pour les différents états du verre (sablé ou non, attaqué par l'acide HF ou non, revêtu ou non). La transmission optique du verre dans son état initial est de 91,4%. En général, et sous incidence normale, la transmission optique à travers une lame à faces parallèles parfaitement polies ne peut excéder 92% car chacune des deux faces, d'entrée et de sortie du faisceau, réfléchit 4% du faisceau incident. A cette perte s'ajoute une faible perte par absorption dans le verre qui dépend de sa nature et de son épaisseur.

Après sablage, la transmission optique décroît continuellement avec l'augmentation de la masse de sable projeté et atteint environ 20% pour une masse égale à 200g (échantillon S200). Cette chute peut être attribuée à la diffusion de la lumière, seul phénomène qui s'ajoute aux deux autres phénomènes sus-cités (réflexion et absorption) lorsque le verre est sablé. Comme l'endommagement de la surface augmente avec la masse de sable projeté, les pertes par diffusion au niveau des surfaces augmentent et, par voie de conséquence, la transmission diminue [RAO 86].

Après attaque, on enregistre une autre chute supplémentaire de la transmission optique suite à la dégradation supplémentaire de l'état de surface constatée dans la section IV.1.2 et confirmé par les résultats de la rugosité (section IV.2). Pour l'échantillon sablé avec 200g, la transmission chute au dessous de 15% après attaque alors qu'elle était avant cela proche de 20%.





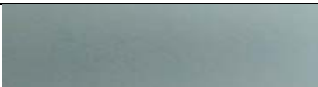


**Figure IV.6 :** Evolution de la transmission optique ( $\lambda = 550$  nm) en fonction de la masse projetée pour les différents états du verre.

La déposition d'un revêtement acrylique permet de récupérer une bonne partie de la transmission optique et l'amener vers des valeurs très proches de celle de l'état initial (91,4%). Par exemple, pour l'état sablé avec 200g, la transmission peut atteindre 89,5% après revêtement ce qui prouve de manière très claire l'efficacité du revêtement acrylique à restaurer les propriétés optiques des verres sablés. Ce résultat se traduit par une augmentation meilleure de la transmission optique par rapport à d'autres revêtements déposés sur des verres sablés dans des conditions expérimentales similaires. Par exemple, *BOUAOUADJA* et al. [BOUA 11] ont corrigé les défauts de sablage d'un verre de pare-brise ; par déposition de deux couches transparentes (le butyrale de polyvinyle PVB et le polyester PES). Les deux couches déposées ont permis d'améliorer la transmission optique des verres érodés vers 87 % pour la couche de PVB et 81 % pour le PES.

Nos mesures de la transmission optique ont été complétées par une étude de la visibilité des lettres **LMNM** à travers les verres sous leurs différents états (sablés ou non, attaqués par HF ou non et revêtus ou non). Le tableau IV.3 rassemble les différentes observations réalisées et qui permettent d'évaluer les changements de la visibilité en fonction de l'état du verre.

Il est évident que la visibilité à travers un verre devient extrêmement mauvaise après le sablage. Cela concorde avec les résultats de la transmission optique présentés dans le point précédent et qui montrent une chute de celle-ci. On remarque aussi que le traitement par HF pendant deux minutes n'a pas d'effet remarquable sur la visibilité. A travers le dépôt du revêtement acrylique, les lettres LMNM deviennent presque nettement observées. Cela est en bon accord avec les résultats de la transmission optique qui ont montré l'efficacité incertaine des revêtements déposés.

**Tableau IV.3:** Visibilité des lettres LMNM à travers les différents états du verre.

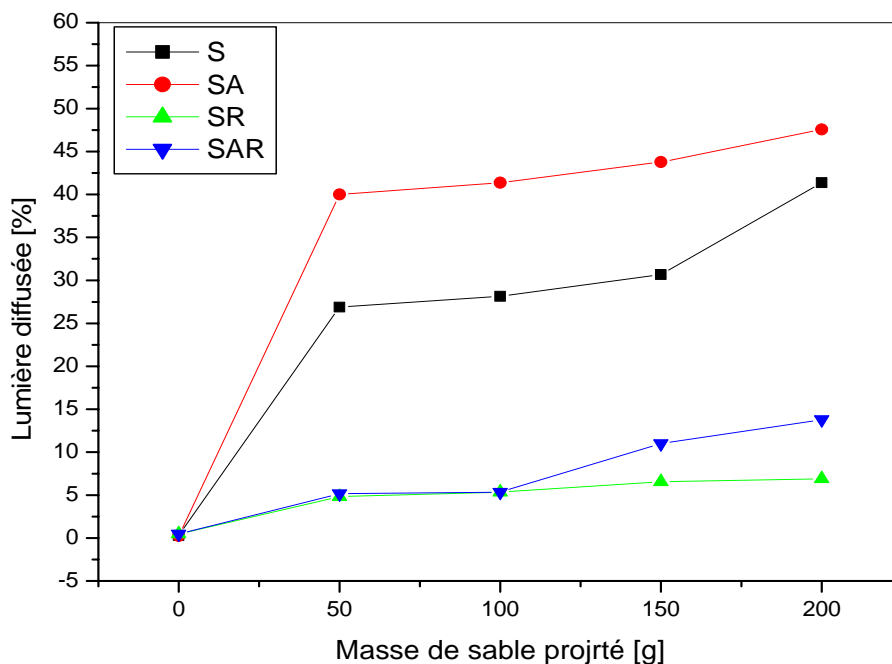
Etat de l'échantillon	Visibilité
Brut	
Sablé	
Sablé et attaqué / HF pendant 2 minutes	
Sablé et revêtu d'une couche de vernis acrylique	
Sablé et attaqué / HF pendant 2 mn et revêtu d'1 couche de vernis acrylique	

#### IV.4. DIFFUSION DE LA LUMIERE

En vu d'élucider l'effet de la diffusion sur la transmission optique enregistrée pour les verres dans leurs différents états, nous avons mené des essais de mesure de la diffusion. On montre sur la figure IV.7 les résultats du taux de la lumière diffusée en fonction de la masse de sable projeté, pour les différents états du verre : sablé, attaqué et revêtu. Nous avons trouvé que la diffusion de la lumière à travers le verre brut (non sablé) est de l'ordre de 0,3 %. Après sablage, les défauts surfaciques générés engendrent une importante diffusion du faisceau incident qui est proportionnelle à la masse de sable projetée. Elle peut atteindre une valeur de 42% pour l'échantillon S200. L'augmentation de la diffusion justifie bien la baisse dans les valeurs de la transmission optique constatée dans la section précédente (IV.3). Nos résultats concordent bien avec les résultats de *BENTERKI* et al. [BENT 15] qui ont montré la diminution de la transmission optique avec l'augmentation de la rugosité causée par des masses de sable de plus en plus importants. Ces auteurs, ont corrélé cette diminution de la transmission avec la hausse du taux de diffusion.

Après attaque par l'acide HF, on enregistre une augmentation supplémentaire de la diffusion qui atteint 50 % pour l'échantillon SA200. Cette augmentation est justifiée par l'endommagement additionnel engendré par l'attaque chimique appliquée, tel observé dans la section IV.2.

Après déposition du vernis acrylique, une diminution remarquable de la diffusion de la lumière a été notée (6 % pour l'échantillon S200). Le revêtement qui remplit les aspérités de la surface des verres sablés permet d'obtenir des surfaces externes plus lisses, donc, moins affectant le faisceau lumineux. Cela conduit à un recouvrement presque total de la transmission optique accompagné d'une amélioration remarquable de la visibilité, tel signalée auparavant.



**Figure IV.7 :** Evolution de la lumière diffusée en fonction de la masse de sable projeté pour les différents états du verre.

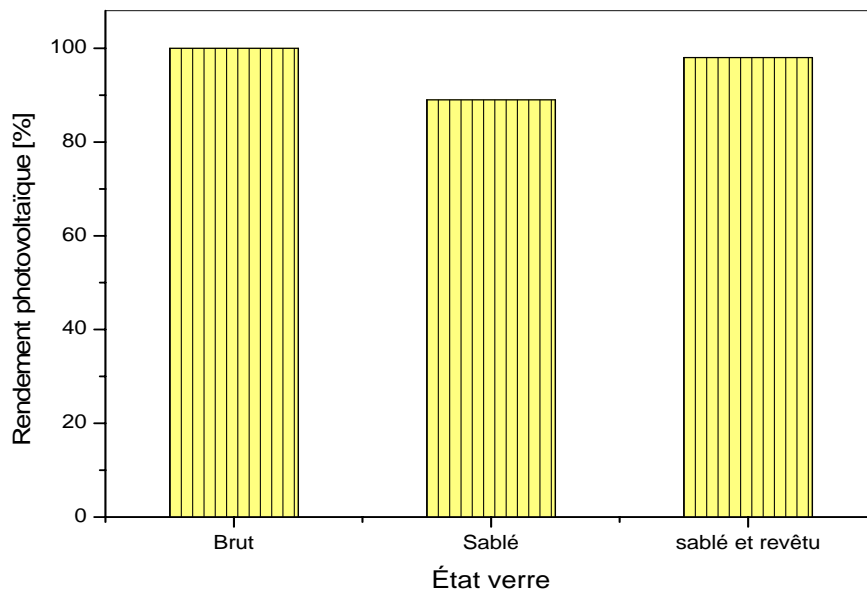
## IV.5. RENDEMENT PHOTOVOLTAÏQUE

La figure IV.8 montre l'effet de sablage et du revêtement acrylique sur le rendement photovoltaïque d'une cellule solaire. Nous remarquons que le rendement de la cellule

photovoltaïque décroît de sa valeur initiale celle de l'état non sablé (100 %) à moins de 90% après le sablage. Ce résultat est proche de celui trouvé par *BOUAOUADJ* et al. [BOUA 00] qui ont sablé un verre sodocalcique dans des conditions similaires aux nôtres.

Il est admis que le rendement des cellules solaires est affecté par des facteurs optiques et électriques [SOLA 09]. Dans notre cas les principaux facteurs de la chute du rendement sont optiques c'est à dire dues à la réflexion et à la diffusion de la lumière traversant la surface du verre endommagé. Comme le sablage du verre induit des défauts de surface provoquant une augmentation de la diffusion de la lumière, alors le rendement photovoltaïque sera affecté. Pour l'augmenter, *SOLANKI* [SOLA 09] a proposé l'utilisation optimale de la lumière incidente sur la cellule, par exemple, par lissage de la surface [MOOR 13].

Dans ce travail, les changements dans l'état de surface après le dépôt du revêtement acrylique, ont autorisé une diminution notable dans la diffusion de la lumière, et par conséquent l'énergie lumineuse transmise à travers le verre est améliorée. Cela a conduit à une amélioration significative du rendement photovoltaïque (98%).



**Figure IV.8 :** Effet du sablage et du revêtement acrylique sur le rendement photovoltaïque.



## IV.6. PROPRIETES MECANIQUES

Il est bien établi que les méthodes de caractérisation mécanique sont des méthodes destructives, nécessitant un nombre plus ou moins important d'échantillons. Compte tenu du nombre important des paramètres à varier, les essais mécaniques n'ont été pas menés pour tous les cas. Nous nous sommes limités à tester les échantillons ou un intérêt paraît nécessaire pour élucider l'influence d'un paramètre ou un autre.

### IV.6.1. RESISTANCE MECANIQUE

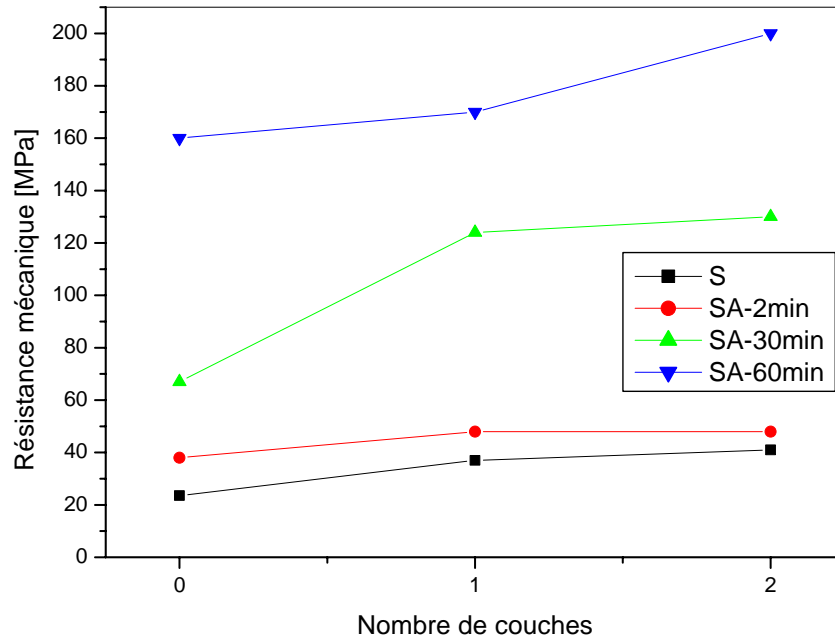
La figure IV.9 illustre la variation de la résistance mécanique en fonction du nombre de couches déposées pour les différents états du verre (brut, sablé, sablé attaqué par HF pendant 2, 30 ou 60 min).

La résistance mécanique du verre brut (non sablé) est égale à 80MPa et chute après sablage pour atteindre environ 23,63 MPa. Cette chute est expliquée par le fait que le sablage induit des défauts en surface du verre. Ces défauts agissent comme concentrateurs de contraintes et affaiblissent le verre [ZARZ 77, MADJ 99].

Dès les premiers instants du traitement par HF, la résistance mécanique reçoit une amélioration notable. Elle atteint 38 MPa après seulement 2 minutes d'attaque. Après cela, elle ne cesse de s'accroître et atteint environ 160 MPa après 60 minutes de traitement. Cette valeur de résistance est presque le double de celle d'un verre non sablé (80 MPa). Le renforcement enregistré dans notre cas est attribué à l'arrondissement des bouts de fissures [Kolli 09,10] tel observé sur les micrographies MEB présentées auparavant. D'autres effets secondaires, tels que la réduction de la profondeur des fissures et la relaxation des contraintes résiduelles peuvent avoir lieu. Nos résultats montrent l'efficacité du traitement par HF dans la restitution et, encore plus, le renforcement de la résistance mécanique des verres sablés.

Après revêtement, nous constatons et de façon générale, que la première couche déposée contribue à une faible amélioration de la résistance mécanique et que l'effet de la deuxième semble être mineur. Différentes théories ont été proposées dans la littérature [WEN 08] pour interpréter le faible renforcement enregistré. La liaison des lèvres de fissures ayant

lieu après le remplissage des défauts de surface a été considéré comme étant le mécanisme le plus prépondérant.



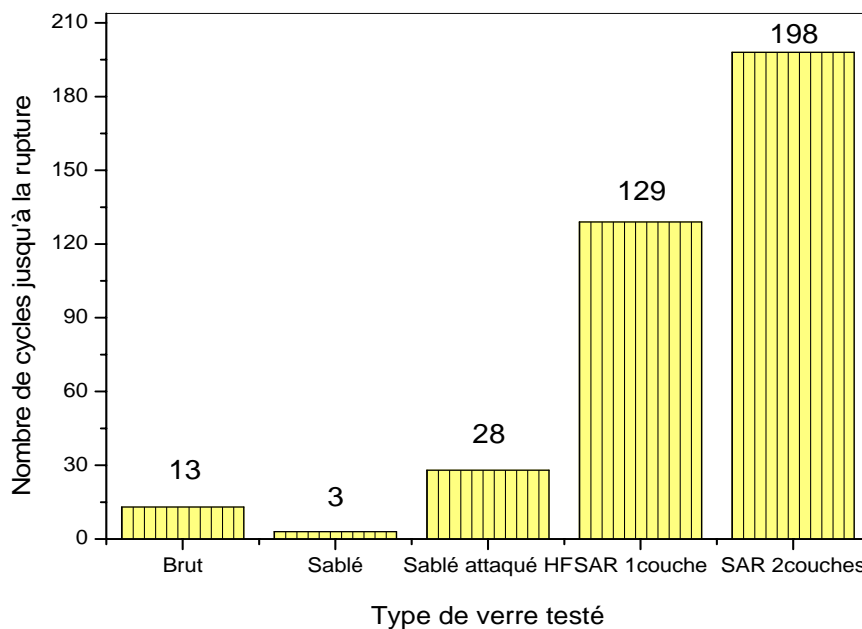
**Figure IV.9** : Variation de la résistance mécanique en fonction du nombre de couches déposées pour différents états du substrat.

#### IV.6.2. CHOC CYCLIQUE (FATIGUE)

La figure IV.10 représente la variation du nombre de cycles jusqu'à la rupture en fonction du type d'échantillon testé (verre brut, sablé, sablé attaqué 60 minutes par HF, et verre sablé attaqué 60 minutes par HF et revêtu d'une couche, et deux couches). La moyenne du nombre de chocs avant la rupture pour le verre brut a été trouvée presque égale à 13 cycles. Le sablage cause une diminution de la résistance à la fatigue par choc (~ 3 cycles) alors que le traitement par HF fait l'augmenter de plusieurs fois (~ 28 cycles). Après le revêtement par une couche, nous observons une nette amélioration de la résistance à la fatigue (~ 129 cycles). La déposition d'une deuxième couche apporte une amélioration supplémentaire de la résistance à la fatigue (~198 cycles).

Il est bien connu que la fracture du verre s'amorce à partir de défauts de surface. Le sablage génère des défauts de surface plus importants ce qui entraîne une diminution de la résistance à la fatigue par impact. En appliquant le traitement chimique par HF, l'effet néfaste de ces défauts est réduit (émoussement, réduction de la longueur ...) ce qui donne une amélioration de la résistance aux chocs. Après avoir déposé le revêtement acrylique, une amélioration supplémentaire et significative de la résistance à la fatigue est notée (~ 129 cycles). La déposition d'une deuxième couche apporte une amélioration additionnelle et très significative (~ 198 cycles).

Le renforcement contre la fatigue à l'impact, noté après revêtement, est expliquée par la différence de comportement du substrat et du revêtement acrylique. Le revêtement déposé, qui constitue une barrière entre le substrat en verre et la bille, possède un comportement ductile. Cela contribue à l'amortissement du choc ce qui engendre une meilleure résistance à l'impact. Un double revêtement signifie une couche plus épaisse, donc plus efficace à amortir les chocs et donc résistance à la fatigue encore plus importante.

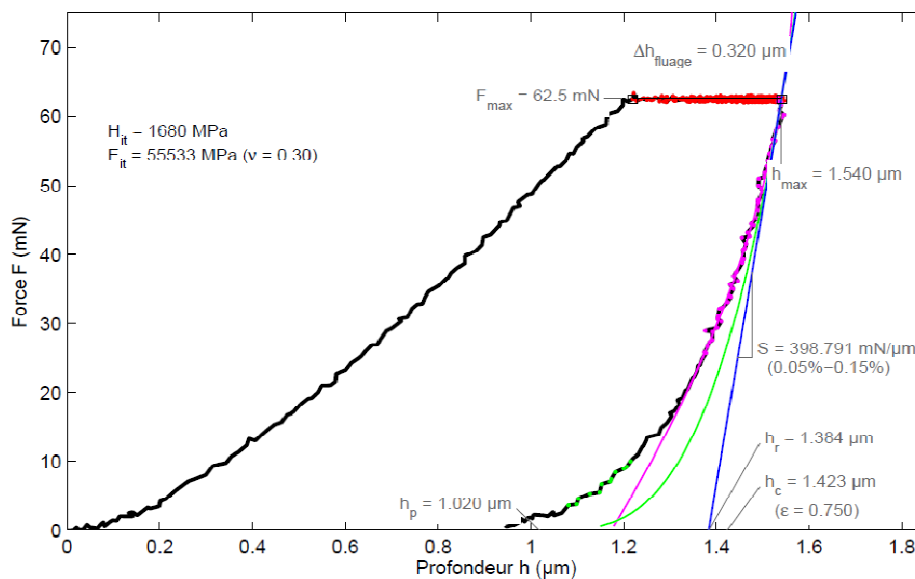


**Figure IV.10** : Variation du nombre de cycles jusqu'à la rupture pour différents états du verre.

### IV.6.3. ESSAI D'INDENTATION

La figure IV.11 présente les résultats expérimentaux de l'essai d'indentation instrumentée effectué sur l'échantillon revêtu. Ce résultat est attribué au revêtement acrylique et pas au substrat vu que la profondeur de pénétration ( $< 2 \mu\text{m}$ ) est très faible devant l'épaisseur de la couche qui est de l'ordre de  $30 \mu\text{m}$ .

On note que le matériau testé manifeste une hystérésis de chargement et de déchargement, indiquant un comportement élasto-plastique de la couche déposée.



**Figure IV.11** : Courbe représentative de l'essai d'indentation.

Les essais d'indentation effectués ont permis d'obtenir une valeur du module de Young du revêtement de l'ordre de  $55,53 \text{ GPa}$  et une valeur de dureté d'environ  $1,68 \text{ GPa}$  qui sont nettement inférieures à ceux du verre ( $E \sim 72 \text{ GPa}$ ,  $H_v \sim 5 \text{ GPa}$ ). La faible dureté et la faible rigidité de la couche sont à l'origine du bon comportement à la fatigue par choc des verres revêtus constaté dans la section IV.6.2.

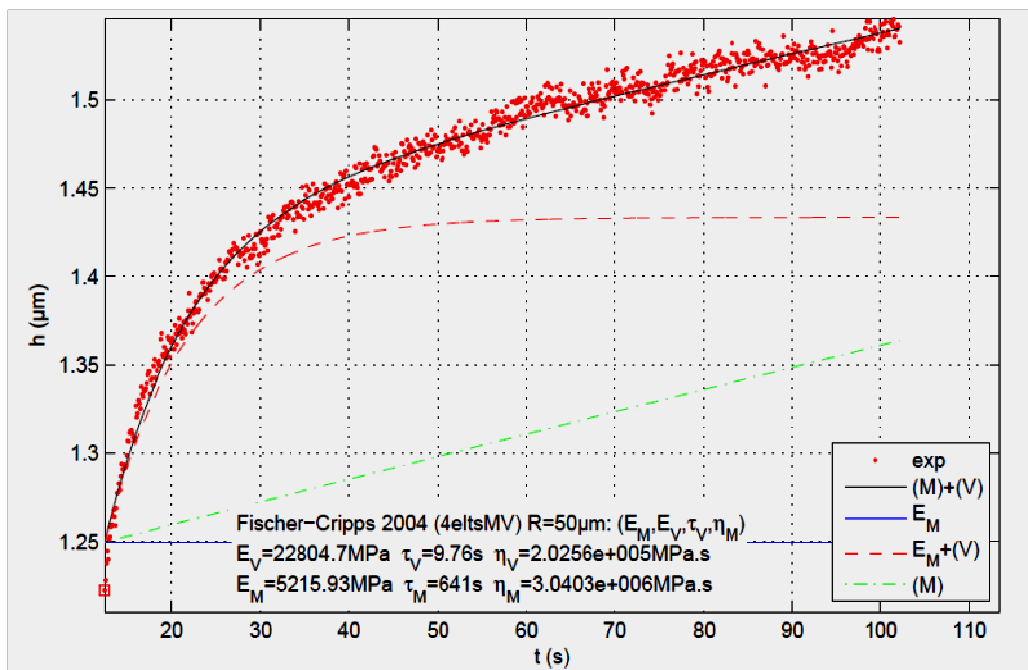
Les courbes d'indentation (Figure IV.11) ont servi à l'étude du comportement rhéologique de la couche acrylique déposée. Pour cette raison, un modèle viscoélastique de Maxwell-Voigt à quatre paramètres [CHAG 13] a été utilisé. Ce modèle nous a permis d'identifier les modules d'élasticité des ressorts  $E_1$  et  $E_2$  ; et les coefficients de viscosité

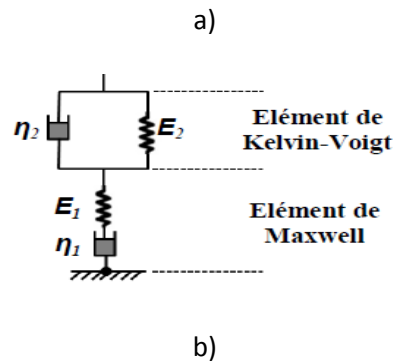
dynamique des amortisseurs  $\eta_1$  et  $\eta_2$ . Les valeurs des coefficients du modèle de Maxwell-Voigt sont reportées dans le tableau VI.4.

**Tableau IV.4:** Coefficients du modèle de Maxwell-Voigt identifiés.

<b>Ressort 1 <math>E_1</math>:</b>	<b>Amortisseur 1 <math>\eta_1</math>:</b>	<b>Ressort 2 <math>E_2</math>:</b>	<b>Amortisseur 2 <math>\eta_2</math>:</b>
représente la déformation élastique des angles et des longueurs de liaisons.	représente le glissement de translation des molécules. Il permet l'écoulement visqueux.	représente la force de rappel qui s'exerce suite à l'agitation thermique des segments de chaînes qui tendent à retourner dans des configurations désordonnées.	représente la résistance des chaînes polymères au bobinage et au débobinage provoquée par l'enchevêtrement des chaînes et au frottement moléculaire.
5,215 GPa	3,0403e+006MPa.s	22,804 GPa	2,0256e+005MPa.s

La figure IV.12 représente l'évolution de pénétration de l'indenteur en fonction du temps.





**Figure IV.12:** Evolution de pénétration de l'indenteur en fonction du temps. a) comparaison entre les résultats du Modèle viscoélastique utilisé et résultats obtenus. b) description du modèle.

Une bonne corrélation est obtenue entre la courbe expérimentale de micro-fluage, donnant le déplacement ( $h$ ) en fonction du temps ( $t$ ) et les prévisions du modèle. Il s'agit d'une fonction exponentielle croissante. La profondeur maximale de l'indenteur est d'environ  $1,55 \mu\text{m}$  pour un temps de 100 s. La rigidité  $E_1$  représente l'élasticité instantanée du matériau. La déformation instantanée étant suivie d'une déformation retardée. On peut dire que le polymère acrylique déposé présente un comportement viscoélastique à déformation continue. Il combine un comportement élastique traduisant la capacité à conserver et restituer de l'énergie après déformation, et visqueux traduisant la capacité à dissiper de l'énergie.

#### IV.6.4. ESSAI DE RAYAGE

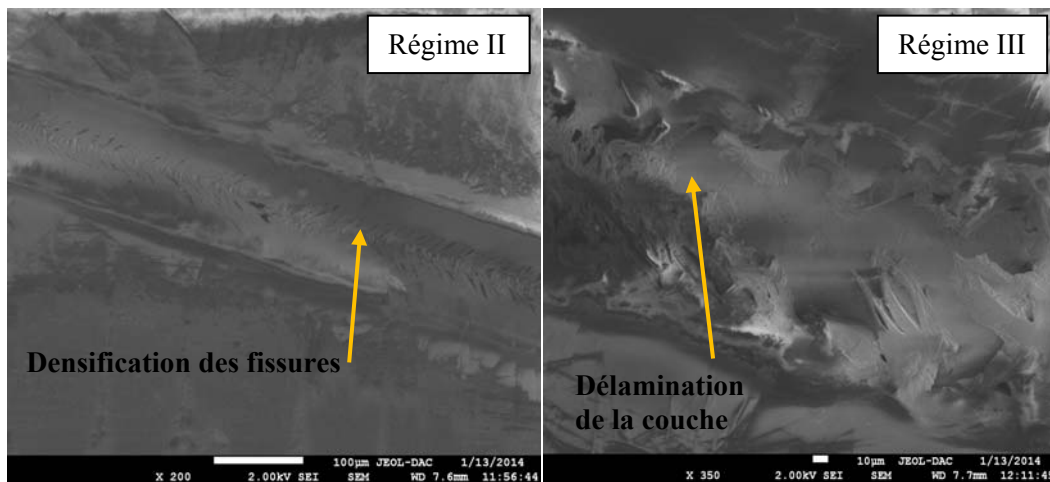
Il est bien établi que l'essai de rayage sur des matériaux revêtus dépend de plusieurs paramètres tels que les propriétés de surface du substrat, propriétés du matériau déposé et les conditions expérimentales de l'essai. S.J. Bull [BULL 06] a classé les modes d'endommagement des revêtements pendant l'essai de rayure en fonction de la dureté du substrat et du revêtement. Selon le même auteur, quand un revêtement mou est déposé sur un substrat dur, le revêtement tend à se déformer plastiquement.

Durant nos essais de rayage, effectués avec une charge croissante, trois régimes différents d'endommagement ont été considérés.

**Régime I** : Sous un bas niveau de charge, il y'a seulement une petite déformation observée (sillon permanent sans endommagement visible c- à -dire sans apparition de fissures ou délamination de la couche). Cela comprend la déformation élastique entièrement recouvrable [JIAN 09].

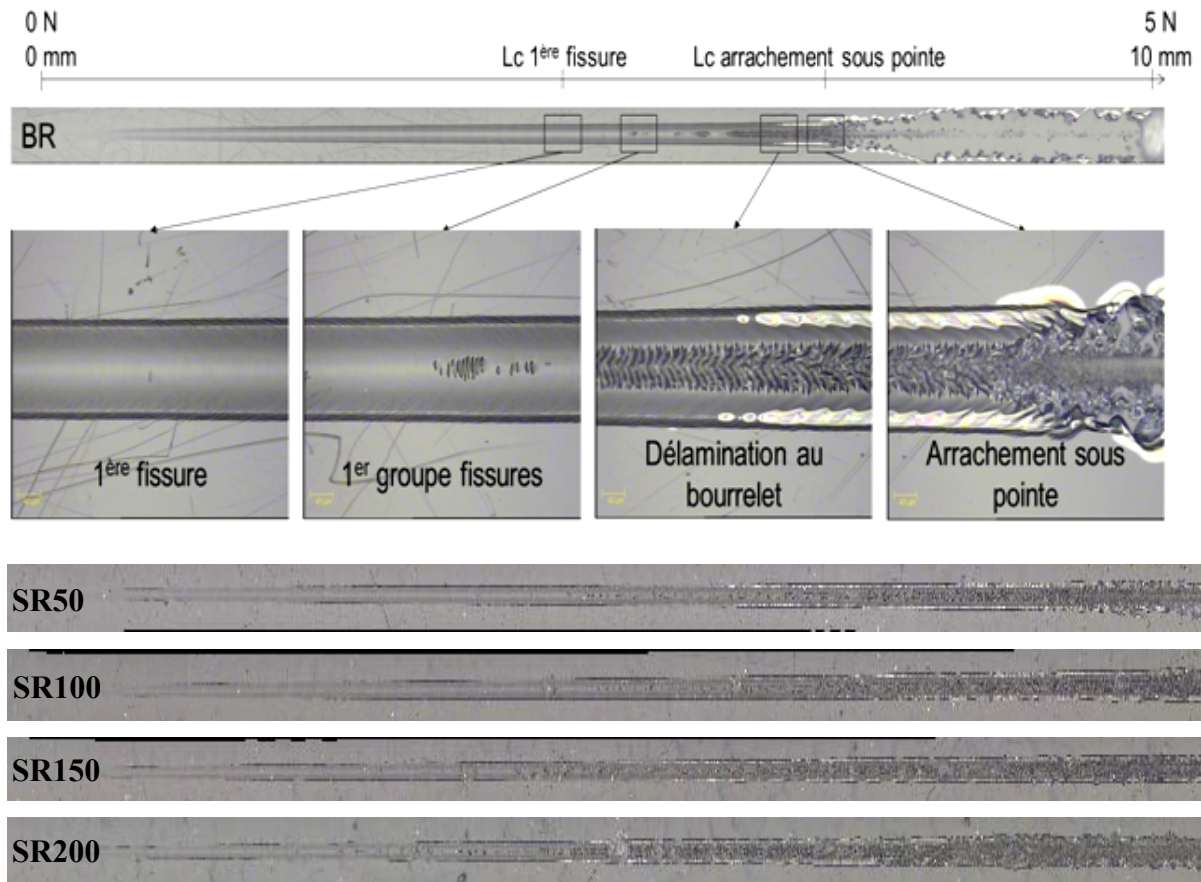
**Régime II** : Endommagement important sous forme de fissures (initiation d'une première fissure). Après cela, il y'a apparition de fissures radiales avants qui sont générées sur le bord arrière de contact. Le mot avant, signifie ici que la concavité de la fissure est dirigée vers l'avant [BARL 13].

**Régime III** : Lorsque le niveau de déformation augmente, les fissures commencent à devenir plus régulières et denses. Une fois celles ci sorties du sillon, il se produit un décollement latéral du vernis acrylique. Ce décollement allonge la taille des fissures jusqu'à ce qu'une délamination du revêtement est observée ; Voir micrographies de la figure IV.13.



**Figure IV.13** : Observations microscopiques par MEB d'une rayure effectuée sur un verre sablé et revêtu.

Une partie des observations des rayures effectuées sur les verres sablés et revêtus est présentée sur la figure IV.14. Plusieurs charges critiques d'apparition d'endommagement du revêtement ont pu être mesurées : apparition de la première fissure, apparition du premier groupe de fissures, apparition de l'arrachement du revêtement sous la pointe et pour certains cas apparition d'une délamination totale du revêtement au-delà du sillon de la rayure.



**Figure IV.14** : Observation de rayures faisant apparaître les modes d'endommagement du revêtement pour la série d'échantillons SR.

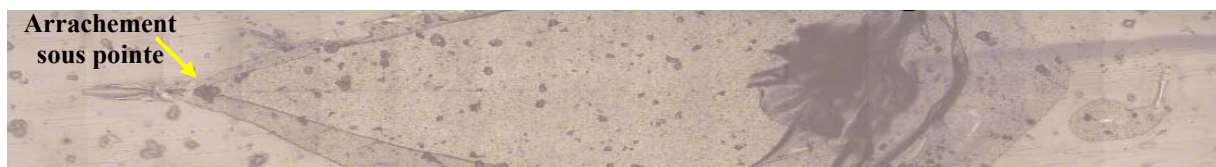
Pour les revêtements déposés sur le verre brut (BR), la couche s'éventre avec une délamination complète couche-substrat. En revanche, le revêtement déposé sur les verres sablés a présenté une meilleure réponse globale à la rayure. La délamination est confinée dans la fin de rayure, ce qui confirme la meilleure résistance à la rayure du revêtement par rapport au verre lisse. Ce comportement peut être attribué au bon accrochage mécanique entre le vernis acrylique et les aspérités de surface dans le cas des verres sablés [BALD 12] ; ce qui concorde bien avec les résultats trouvés par Barletta et al. [BARL13] lors de leur étude sur des revêtements hybrides organiques-inorganiques (silicone-époxy) déposés sur le verre. Avant la déposition des revêtements, les auteurs ont sablé les éprouvettes du verre en utilisant des fines



billes de verre. Les essais de rayage ont montré l'efficacité du sablage sur l'amélioration de l'adhésion entre la couche et le substrat.

En effet, les échantillons de la série SR présentent tous une délamination au niveau du bourrelet qui se manifeste par un liseré blanc apparaissant le long du sillon au cours de la rayure (figure IV.14). Le verre lisse (brut) revêtu délamine à l'interface couche/substrat pour des charges critiques plus faibles que pour les verres sablés. Cette délamination se propage bien au-delà du sillon de la rayure et laisse le verre à nu (délamination à longue portée).

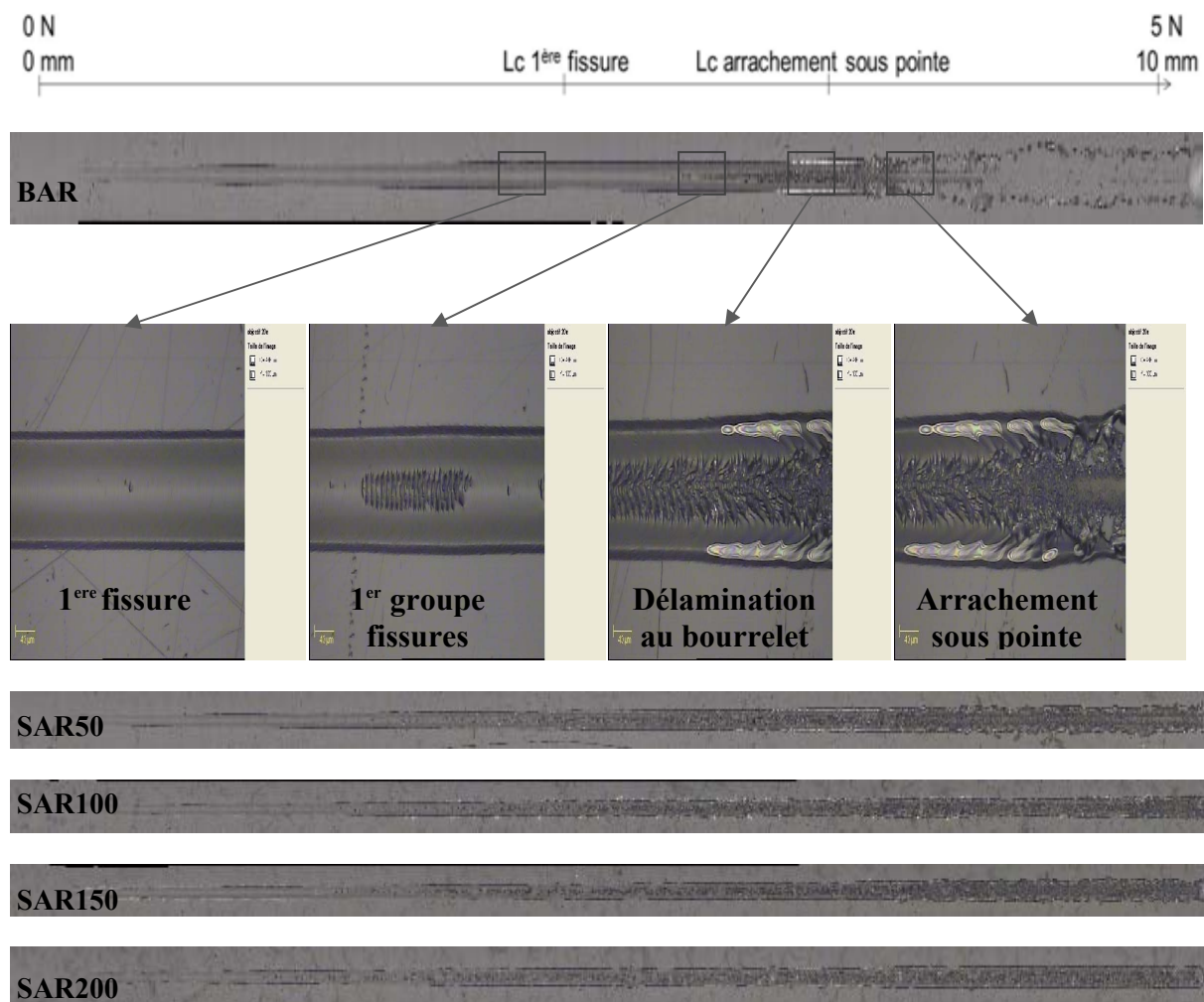
Si on compare le comportement au rayage de notre revêtement acrylique avec celui d'une couche de poly-Vinyle-Butyral (PVB) déposée sur un verre sablé dans les mêmes conditions expérimentales, on observe que la couche PVB s'éventre avec une délamination complète pour une force de rayage suffisamment réduite (0,6 N) (Figure IV.15) ce qui confirme la meilleure résistance au rayage du vernis acrylique. Cet aspect adhésif est renforcé par les propriétés viscoélastiques du polymère acrylique déduites dans la section IV.6.3 Les macromolécules sous contrainte se réorganisent pour relaxer la matière, par conséquent les tailles des jonctions interfaciales et l'imbrication moléculaire des matériaux en contact (le revêtement acrylique et le verre) augmentent [THIB 10].



**Figure IV.15 :** Observation d'une rayure du revêtement PVB déposé sur un verre sablé.

Sur la figure IV.16, nous avons présenté les observations des rayures effectuées sur la série des échantillons ayant subi une attaque chimique par l'acide HF pendant deux minutes, et revêtus par la suite d'une couche de vernis acrylique (SAR). Le même type de comportement vis-à-vis de la rayure est observé c'est-à-dire même séquence de dommage que pour la série SR. Il y'a apparition de différents phénomènes physiques : apparition de la

première fissure du revêtement, premier groupement de fissures, délamination au niveau du bourrelet et délamination au niveau de l'interface couche/substrat.

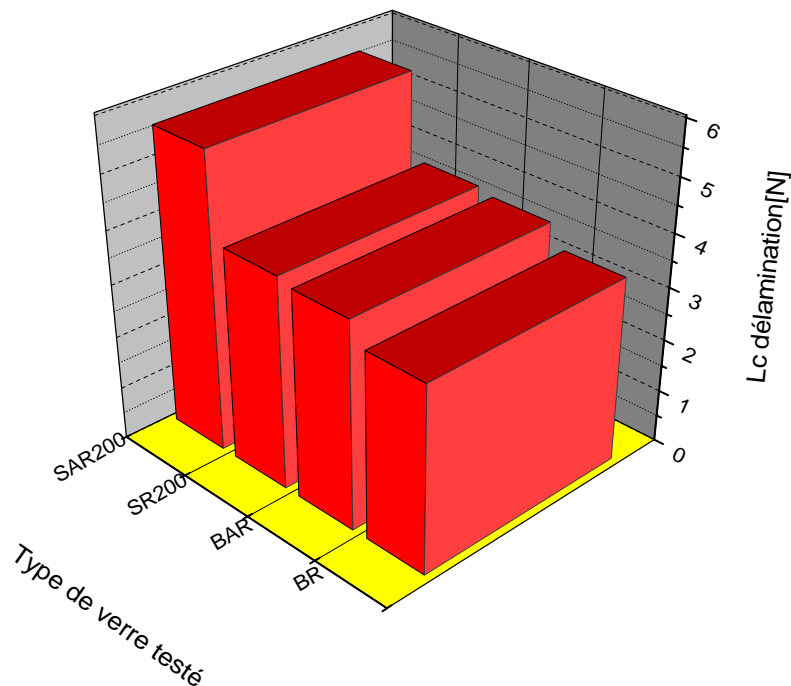


**Figure IV.16 :** Observation de rayures faisant apparaître les modes d'endommagement du revêtement pour la série SAR.

En comparant les rayures effectuées sur les échantillons SR200 et SAR200, il apparaît que l'attaque acide permet de diminuer la propagation de l'endommagement au-delà du sillon. L'exploitation des différentes courbes enregistrées pendant les essais de rayage, permet de déterminer pour chaque rayure, différentes charges critiques d'apparition des

endommagements (1<sup>ère</sup> fissure, 1<sup>er</sup> groupe de fissures du revêtement, délamination au niveau du bourrelet et arrachement sous la pointe).

Dans la figure ci-dessous les valeurs de charge critique d'arrachement sous la pointe (délamination de la couche) sont tracées en fonction du type d'échantillon testé (brut revêtu, brut attaqué et revêtu, sablé revêtu, sablé attaqué et revêtu).



**Figure IV.17 :** Valeurs de charge critique de délamination de la couche en fonction du type du verre testé.

La valeur de la charge critique de délamination de la couche déposée sur le verre brut est de  $3,5 \pm 0,09$  N alors qu'elle est de  $3,9 \pm 0,2$  N pour la couche déposée sur le verre brut et attaqué par HF. L'attaque chimique par l'acide fluorhydrique augmente l'énergie de surface du substrat et par la suite contribue à une bonne adhésion entre le verre et le revêtement [BALD 12]. Ceci est traduit par l'augmentation de la charge critique.

Le verre SR200 délamine à l'interface couche/substrat pour une charge critique de  $4 \pm 0,8$  N. Cette valeur est plus faible que pour le verre SAR200 dont la valeur est de  $5,6 \pm 0,2$  N. Ces résultats montrent que le traitement préalable par l'acide HF de la surface sablée favorise une bonne adhérence du vernis. En fait, l'attaque chimique par HF des verres sablés a été trouvée capable d'augmenter la rugosité surtout dans les premiers instants de l'attaque.

Cette augmentation a été attribuée au phénomène de rainurage ou ouverture des fissures en surface en plus de l'écaillage des fissures de type latérales. Ces changements morphologiques des défauts de surface vont augmenter les lieux d'adhérence et d'accrochage mécanique du revêtement ce qui engendre un effet bénéfique sur la liaison entre le revêtement et le substrat. De cela apparait l'intérêt d'appliquer un traitement de courte durée par HF sur les verres sablés avant d'être revêtu.

## CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Dans ce travail de thèse, les défauts causés par le sablage du verre sodocalcique ont été corrigés par l'utilisation d'un revêtement acrylique en vue d'améliorer à la fois la résistance mécanique et la transmission optique. Les propriétés optiques et l'adhésion du revêtement ont été étudiées en fonction de l'état de surface évoluant au cours du sablage et après attaque chimique par l'acide HF.

Nous avons commencé notre travail par le sablage des verres utilisés avec des masses croissantes de sable pour avoir différents états de surfaces. Une série des échantillons sablés a subi une attaque chimique par l'acide HF pendant différentes durées en vue de changer l'état de surface. Tous ces verres ont été revêtus par une ou deux couches de vernis acrylique. Les verres dans leurs différents états (brut, sablé, sablé attaqué chimiquement, sablé et attaqué puis revêtu par une ou deux couches) ont été soumis aux divers essais de caractérisation (transmission optique, visibilité, mesure de rugosité, résistance mécanique, essais de fatigue, micro-indentation, scratch test...).

Les résultats obtenus montrent que :

- Pour les échantillons faiblement exposés au jet du sable, les défauts sont isolés et répartis de manière aléatoire. A mesure que la masse de sable projeté augmente, le nombre, l'étendue et la profondeur des défauts augmentent. En conséquence, les rugosités augmentent aussi. Elles atteignent, respectivement : 1,99  $\mu\text{m}$  et 17,3  $\mu\text{m}$  pour le cas le plus défavorable sablé avec 200g alors qu'elles étaient pour l'état initial (non sablé) égales à 0,04  $\mu\text{m}$  et 0,23  $\mu\text{m}$ . La visibilité à travers le verre devient difficile et la transmission optique chute considérablement. Celle-ci passe de sa valeur initiale ( $T=91,4\%$ ), celle du verre brut, à moins de 20% après sablage avec 200g de sable. La résistance mécanique diminue considérablement à partir de sa valeur initiale ( $\sigma = 80 \text{ MPa}$ ) à des valeurs très faibles, moins de 24 MPa. Un faible rendement photovoltaïque (89%) a été enregistré, à travers les verres sablés.

- Après 2 minutes de traitement par l'acide HF, la résistance mécanique reçoit une nette amélioration ( $\sigma = 38 \text{ MPa}$ ) suite à l'émoussement des bouts des fissures observé sur les micrographies réalisées. Cet émoussement contribue à la diminution de la concentration des

contraintes lors du chargement mécanique ce qui a conduit à une amélioration de la résistance à la rupture. Dans cette même période (2 min), l'état de surface se dégrade suite aux phénomènes d'ouverture des fissures radiales et détachement des fissures latérales ce qui s'est traduit par une hausse de la rugosité. Les paramètres Ra et Rt pour l'état SA200 atteignent respectivement les valeurs suivantes : Ra = 2,3  $\mu\text{m}$  et Rt = 20,4  $\mu\text{m}$ . Cet état de surface fortement endommagé, engendré par le traitement chimique, a mené à une forte diffusion de la lumière qui s'ajoute à celle causée par le sablage ce qui a fait chuter la transmission vers des valeurs beaucoup moins inférieures (T= 15 %).

- La résistance mécanique s'améliore au cours de l'attaque par l'acide HF et atteint presque le double de la résistance du verre brut (non sablé) après 60 minutes. Cela montre l'efficacité du traitement par HF envers la résistance mécanique.

- La déposition du revêtement acrylique après ou même avant l'attaque du verre sablé restaure l'état de surface et cause une diminution de la rugosité. En conséquence, la diffusion de la lumière diminue et la visibilité à travers les verres est améliorée. La transmission optique est presque totalement restituée, car elle atteint 89%, valeur très proche de celle du verre brut (91,4%). Le rendement photovoltaïque reçoit, à son tour, une nette amélioration (98%).

D'après les résultats obtenus, il apparaît que le traitement par HF est très efficace pour le renforcement mécanique et que le revêtement acrylique autorise une restitution presque totale de la transmission optique. L'amélioration simultanée de la résistance mécanique et de la transmission optique exige l'application simultanée des deux traitements.

- Pour les résultats des essais de choc à bille, on peut dire que le sablage conduit à un affaiblissement de la résistance à la fatigue par choc et que le traitement par HF et le revêtement par le vernis acrylique engendrent son amélioration. Comparativement au substrat en verre, le revêtement acrylique possède un comportement ductile ce qui génère une meilleure résistance à la fatigue par choc des verres après revêtement. Le nombre de chocs jusqu'à la rupture atteint 198 chocs pour le verre revêtu avec deux couches, alors qu'il était 13 chocs pour le verre brut et seulement 3 chocs pour le verre sablé.

- Les essais de micro-indentation instrumentée, effectués sur les échantillons revêtus ont montré que la couche déposée possède un module d'Young égale à 55,53 GPa et une dureté Vickers de l'ordre de 1,68 GPa qui sont nettement inférieurs à ceux du verre ( $E \sim 72$  GPa,  $H_v \sim 5$  GPa). Cette différence de caractéristiques est à l'origine de la différence du comportement au choc mécanique signalée auparavant.

- Les résultats des essais de rayage montrent que l'attaque chimique par l'acide HF améliore l'adhésion de la couche au niveau du bourrelet et influence la valeur de la charge critique de délamination au niveau de l'interface couche/substrat ce qui montre l'intérêt particulier d'effectuer un traitement chimique par HF à courte durée avant l'application du revêtement acrylique.

En perspectives, nous recommandons de compléter ce travail par l'étude de:

- La stabilité du revêtement envers les agressions chimiques (eau, acides...) ou physiques (radiations UV).
- Le comportement au sablage subséquent des verres revêtus.

---

**REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

**[ADJO 07]:** Adjouadi N., Laouar N., Bousbaa C., Bouaouadja N., Fantozzi G., «Study of light scattering on a soda lime glass eroded by sandblasting», *Journal of the European Ceramic Society* 27(2007) 3221–3229.

**[ASTM 89]:** ASTM standard, G76-89, (1989) Standard practice for conducting erosion tests by solid particle impingement using gas jets, in annual book of ASTM standards, vol.03.02, ASTM, Philadelphia, PA(1993) 313-317.

**[BALD 04]:** Baldan A., «Review Adhesively-bonded joints and repairs in metallic alloys, polymers and composite materials: Adhesives, adhesion theories and surface pretreatment», *journal of materials science* 39 (2004) 1– 49.

**[BALD 12]:** Baldan A., «Adhesion phenomena in bonded joints », *International journal of adhesion and adhesives* 38 (2012) 95-116.

**[BARL 13]:** Barletta M., Puopolo M., Gisario A., Vesco S., «Application and drying at ambient temperature of thick organic-inorganic hybrid coatings on glass », *Surface and Coatings Technology* 236 (2013) 212-223.

**[BART 05]:** Barton J., Guillemet C., «Le verre science et technologie», EDP Sciences 2005.

**[BELL 00]:** Belloy E., Sayah A., Gjs M.A.M, «Powder blasting of three dimensional microstructuring of glass», *Sensors and Actuators* 86 (2000) 231-237.

**[BENT 12]:** Benterki S., Laouar N., Bousbaa C., Bouras N., Bouaouadja N., «Influence of illuminating angle on scattered light caused by a sandblasted soda lime glass», *Glass Technology European Journal Glass Science Technology A* 53:2 (2012) 53–59.

**[BENT 15] :** Benterki S., « Etude de la diffusion par réflexion de la lumière par un pare-brise d'automobile érodé par sablage», Thèse de doctorat en sciences, IOMP Université Sétif 1 2015.

**[BESS 90]:** Bessede J.L., Mai C., Perez J., «Renforcement des propriétés mécaniques des verres par dépôt sol-gel 1<sup>ère</sup> partie: analyse en terme de distribution de taille des défauts», *Rivista della Staz. Sper. Vetro* 6 (1990) 225-229.

**[BOUA 98]:** Bouaouadja N., «Verre», Cours de Magister, Université Sétif Algérie, 1998.



- [BOUA 00]:** Bouaouadja N., Bouzid S., Hamidouche M., Bousbaa C., «Effect of sandblasting on the efficiencies of solar panels», *Applied Energy* 65 (2000) 99-105.
- [BOUA 09]:** Bouaouadja N., Bousbaa C., Mahdaoui T., Laouamri H., Madjoubi M.A., « Improvement of the optical transmission of an eroded soda lime glass by PVB and PES coatings », *Physics Procedia* 2 (2009) 1351-1357.
- [BOUA 11] :** Bouaouadja N., Madjoubi M., Kolli M., Bousbaa C., Hamidouche M., «Etude des possibilités d'amélioration de la transmission optique d'un verre sodocalcique érodé par sablage», *Verres Céramiques et Composites*1 (2011) 43-51.
- [BOUS 03]:** Bousbaa C., Madjoubi A., Hamidouche M., Bouaouadja N., «Effect of annealing and chemical strengthening on soda lime glass erosion wear by sandblasting», *Journal of the European Ceramic Society* 32 (2003) 331-343.
- [BOUS 04]:** Bousbaa C., «Effet des traitements sur l'érosion du verre érodé par impacts de sable», Thèse de Doctorat d'état, Université Sétif Algérie, 2004.
- [BOUS 09] :** Bousbaa C., Kolli M., Madjoubi M.A., Malou Z., Mahdaoui T., Bouaouadja N., «Damage survey of a vehicle windshield exposed to sandblasting in Sahara », *Physics Procedia* 2(2009) 1141–1145.
- [BRIA 04]:** Briard R.; Jupille J., «Renforcement du verre par un revêtement hybride en formulation aqueuse», Thèse doctorat : Physique-Chimie : Rennes 1, 2004.
- [BRIN 90]:** Brinker C.J., Sherer G.W., «Sol-gel science: the physics and chemistry of sol gel processing», Academic Press. Inc 1990.
- [BRZE 98]:** Brzesowsky R.H., With G. D., Der Cruijsem S.V., Snijkers-Handrickx I.J.M., Wolter W.A.M., Lierop J.G.V., «Glass strengthening by silica particle reinforced organic–inorganic coatings», *Journal Non-Crystalline Solids* 241 (1998) 27-37.
- [BUIJ 95]:** Buijs M., Pasmans J.M.M., « erosion of glass by alumina particles: transition and exponents », *wear* 184 (1995) 61-65.
- [BULL06]:** Bull S.J., Berasetegui E.G., « An overview of the potential of quantitative coating adhesion measurement by scratch testing », *Tribology International* 39(2006) 99-114.
- [CARR 96] :** Carre H., «Etude du comportement a la rupture d'un matériau fragile précontraint : le verre trempé », Thèse de doctorat, Ecole nationale des Ponts et des Chaussées, 1996.

**[CHAG 13]:** Chagnon L., Arnold G., Giljean S., Brogly M., «Elastic recovery and creep properties of waterborne two-component polyurethanes investigated by micro-indentation», *Progress in Organic Coatings* 76 (2013) 1337–1345.

**[CHEN 95]:** Chen X.M., Ellis B., Wang F.H., Seddon A.B., «Strengthening of glass rods with Ormosil polymeric coatings », *Journal of Non-Crystalline Solids* 185: 1 (1995) 1-17.

**[CORN 93]:** Cornu J.F., «Synthèse et étude de la relation microstructure-propriétés de matériaux hybrids organiques-inorganiques à base de TMSM et application au renforcement des verres», thèse de l'INSA de Lyon 1993.

**[DABB 82]:** Dabbs T.P., Lawn B.R., «Acid- Enhanced crack initiation in glass», *Journal of American Ceramic Society* 65: 3 (1982).

**[DEBO 12]:** Deboucq J., «Caractérisation ultrasonore de structures à couches et à gradient de contraintes par ondes de surface haute fréquence générées par capteurs MEMS de type IDT-SAW», Thèse de Doctorat Université de Valenciennes et du Hainaut Cambresis 2012.

**[DIN 84]:** DIN 50332, Strahlverschleißprüfung. DIN, Berlin 1984.

**[ENDR 99]:** Endres K. Mennig.M, Amlung.M, Gier.A, Shmidt.H, «Enhancement of fracture strength of cutted plate glass by the application of SiO<sub>2</sub> sol-gel coatings», *Thin Solid Films* 351(1999) 132-136.

**[FABE 90]:** Fabes B.B., Uhlmann D.B., «Strengthening of glass by sol gel coatings», *Journal American Ceramic Society* 73: 4(1990) 978-988.

**[FERC 07]:** Ferchichi A., « Etude des propriétés mécaniques de couches hybrides organiques-inorganiques en fonction de leur structure», Thèse de doctorat, Université de Mont Pellier II 2007.

**[FINN 95]:** Finnie I., « Some reflections on the past and future of erosion», *Wear* 186-187 (1995) 1-10.

**[FRIE11]:** Friedrich K., Sue H.J., Liw P., Almajd A.A., « Scratch resistance of high performance polymers », *Tribology International* 44(2011) 1032-1046.

**[GICQ09]:** Gicquel S., «Contribution a la modélisation du comportement mécanique du verre : étude des relations entre densification et indentation», thèse de doctorat, Université de Rennes 1 2009.

**[GLAS 10]:** Glass Unlimited, «Risques dus à la présence de sulfure de Nickel dans le verre», Technical information 2010.

- [GOOD 69]:** Goodwin J.E., Sage W., Tilly G.P., «Study of erosion by solid particle», Institute of mechanical engineering, Combustion engines group Conference Proceedings 184(1969) part I.
- [GORH 99]:** Gorham D.A., Salman A.D., «Indentation fracture of glass and mechanisms of material removal», *Wear* 233-235 (1999) 151-156.
- [GWID 66]:** Gwidon W., Stachowiak A., Batchelor W., « Engineering Tribology», Edition Butter Worth Heinemann (1966) 509-513.
- [HAJJ 00]:** Hajji P., Vigier G., Pelletier J.M., Pascault J.P., «Amélioration de la résistance mécanique superficielle de verre par des revêtements à base de polymère», *Verre 6 : 2* (2000) 9-19.
- [HALD 06]:** Haldimann M., «Fracture strength of structural glass elements-analytical and numerical modeling, testing and design», Thèse de doctorat, Ecole polytechnique fédérale de Lausanne, 2006.
- [HAMD 09]:** Hamd W., «Elaboration par voie sol gel et étude microstructurale de gels et de couches minces de SnO<sub>2</sub>», thèse de doctorat université de Limoges 2009.
- [HAMZ 13]:** Hamzawi M., «Verres d'oxydes lourds a base de Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, exploitation, caractérisation physico-chimique et application à l'amplification optique», thèse de doctorat, Université Biskra 2013.
- [HAND 98]:** Hand R.J., Wang F.H., Ellis B., Seddon A.B., «Glass Strengthening Using Ormosil Polymeric Coatings», *Journal of Sol-Gel Science and Technology* 13 (1998) 695–699.
- [HAND 03]:** Hand R.J., B.Ellis, B.R.Whittle, F.H.Wang, « Epoxy based coating on glass: strengthening mechanisms», *Journal of Non-Crystalline Solids* 315 (2003) 276-287.
- [HOUE 08]:** Houerou V. L., Robert C., Gauthier C., Schirrer R., « Mechanisms of blistering and chipping of a scratch-resistant coating », *Wear* 265 (2008) 507-515.
- [HUTC 83]:** Hutchings I. M., « Introduction to the microscopy of erosion », *Journal of microscopy* 130:3(1983) 331-338.
- [HUTC 92]:** Hutchings I. M., *Tribology*. Edition Edward Arnold Cambridge (1992) p. 133.
- [INGL 13]:** cite par la référence [ZARZ 77].

- [ISMA11]:** Ismail J., Zaïri F., Naït-Abdelaziz M., Bouzid S., Azari Z., « Experimental and numerical investigations on erosion damage in glass by impact of small-sized particles », *Wear* 271 (2011) 817– 826.
- [JANG 09]:** Jiang H., Browning R., Hung-Jue S., «Understanding of scratch-induced damage mechanisms in polymers», *Polymer* 50 (2009) 4056–4065.
- [JEON 03]:** Jeong J., « Estimation de la fiabilité de la résistance mécanique du cristal soumis à un choc thermique», thèse de doctorat, Université de Metz, 2003.
- [KERN 86]:** Kern N., « Wet chemical etching of SiO<sub>2</sub> and PSG films, and an etching induced defect in glass passivated integrated circuits», *RCA review* 47(1986).
- [KIEU 11]:** Kieu L.H., «Compréhension de l'origine de l'évolution sous irradiation de la ténacité des verres nucléaires», Thèse de doctorat Ecole polytechnique Paris 2011.
- [KIRT 06]:** Kirtay S., Oktay E., Gunay V., «Glass strengthening by SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> organically modified silica coating», *Thin Solid Films* 515 (2006) 2145-2152.
- [KLEI 97]:** Kleis I., Pappel T., Khussainova I., Shcheglov I., «Investigation of impact erosion by solid particles», *Journal of friction and wear* 18: 6 (1997) 16-21.
- [KOLLI 09]:** Kolli M., Hamidouche M., Bouaouadja N., Fantozzi G., «HF etching effect on sandblasted soda-lime glass properties», *Journal of European Ceramic Society* 29(2009) 2697-2704.
- [KOLLI 10]:** Kolli M., Madjoubi M.A., Hamidouche M., Bouaouadja N., Fantozzi G., « Amélioration de la résistance mécanique et de la transmission optique d'un verre sablé par traitement chimique à l'acide fluorhydrique», *Ann. Chimie Sciences Matériaux* 35:2(2010) 129-136.
- [KRIS 02]:** Krishna S., «Hand book of thin film deposition processes and techniques: principles, methods, equipment and applications», Second Edition Noyes publications 2002.
- [LAMB 01]:** Lambotte - Rertrand P., « Sur les mécanismes de rayure de vernis de finition automobile», Thèse de doctorat, Ecole centrale de Lyon 2001.
- [LANG 97]:** Langroudi – Ershad A., Mai C., Vigier G., Vassoille R., «Hydrophobic hybrid inorganic-organic thin film pre-pared by sol-gel process for glass protection and strengthening applications», *Journal of Applied Polymer Science*, 65, 2387–2393 (1997).

- [LAOU 13]:** Laouamri H., Kolli M., Bouaouadja N., « Correction des défauts de sablage d'un verre par déposition de couches minces de silice et de PVB », *Annales des Sciences et Technologie* 5 : 2(2013)136-142.
- [LAWN 93]:** Lawn B.R., « Fracture of brittle solids », 2<sup>nd</sup> edition, Cambridge University Cambridge UK (1993) 302-304.
- [LIND 99]:** Lindsay B.A., Marder B.A., « The effect of velocity on the solid particle erosion rate of alloys », *Wear* 225-229 (1999) 510-516.
- [LOMB 02]:** Lombardo T., « Mécanismes d'altération du verre calco-sodique en atmosphère urbaine polluée », thèse de doctorat, Université Paris XII- Val de Marine, 2002.
- [MADJ 99]:** Madjoubi M.A., Bousbaa C., Hamidouche M. , Bouaouadja N., « Weibull statistical analysis of the mechanical strength of a glass eroded by sandblasting », *Journal of the European Ceramic Society* 19 (1999) 2957–2962.
- [MAHD 07 a]:** Mahdaoui T., Bouaouadja N., Madjoubi M.A., Bousbaa C., « Study of the effects of sand blasting on soda lime glass erosion », *International review of mechanical engineering* 1: 5( 2007)502-510.
- [MAHD07 b]:** Mahdaoui T., « Etude des défauts générés par impact de sable et leurs influence sur la lumière parasite : application aux pare-brise », Thèse de doctorat d'état, DOMP Université Sétif 2007.
- [MAMM 03]:** Mammeri F., « Relation entre la structure et les propriétés mécaniques de films minces hybrides organiques-inorganiques préparés par voie sol gel », Thèse de doctorat, Université Pierre et Marie Curie 2003.
- [MARO 15]:** Marouani A., Bouaouadja N., Castro Y., Duran A., « Repair and restoration of the optical properties of sandblasted glasses by silica based sol-gel coatings », *International Journal of Applied Glass Science* 6 :1 (2015) 94–102.
- [MASS 88]:** Massoud J.P., « Comportement à l'érosion par des particules solides d'un alliage de titane TA6V traité par laser », thèse Master université Lyon 1988.
- [MENN 01]:** Mennig M M., Gier A., Anschutz D., Schmidt H., « Development of organic-inorganic coatings for strength-preserving of glass bottles », *Glass Science Technology* 74 (2001) 217.
- [MESZ 11]:** Meszaros R., Wild M., Merle B., Wondraczek L., « Flexural strength of PVD coated float glass for architectural applications », *Glass Technology: European Journal Glass Science Technology A* 52:6 (2011)190–196.

**[MOOR 13]:** Moore D., Rahman M., Dowling D.P., Nally P.G., Brabazon D., « Laser machined macro and micro structures on glass for enhanced light trapping in solar cells », *Applied Physics A* 213 (2013) 661-665.

**[MONK 93]:** Monk D.J. , Soane D.S., Howe R.T., « A review of the chemical reaction mechanism and kinetics for hydrofluoric acid etching of silicon dioxide for surface micromachining applications», *Thin solid films* 232 (1993)1-12.

**[NOUR 05]:** Nourry E., «Comportement des vitrages feuilletés sous impact perforants», Thèse de Doctorat, Ecole Nationale supérieure d'arts et métiers Centre de Bordeaux, 2005.

**[OKA 97]:** Oka Y.I., Okamura K., Yoshida T., «The impact angle dependence of erosion damage caused by solid particle impact», *wear* 203-204 (1997) 573-579.

**[OKA05]:** Oka Y.I., Okamura K., Yoshida T., «Practical estimation of erosion damage caused by solid particle impact Part 1: effects of impact parameters on a predictive equation», *Wear* 259 (2005) 95-101.

**[OSTO87]:** Ostojic P., McPherson R. , « A review of indentation fracture theory: its development, principles and limitations », *Int. J. Fracture* 33 (1987) 297–312.

**[PAWL 06]:** Pawlowski A.G., « Développement et étude d'une technique de micro sablage à haute résolution », École polytechnique fédérale de Lausanne, thèse de doctorat en science 2006.

**[PREE 77]:** Preece C. M., Macmillan N. H., « Erosion», *Annual reviews Materials Science* 7 (1977) 95-121.

**[PROT 62]:** Protocor B.R., «The effect of flaw shape on strength of glasses», *Physics Chemistry Glasses* 3:1(1920) 7-27.

**[RAO 86]:** Rao P. V., «Characterization of optical and surface parameters during particle impact damage», *Journal of Engineering Materials and Technology*, 108 (1986) 296-301.

**[RICH 97]:** Richard P., Thomas J., Landolt D., Grenaud G., « Combination of scratch test and acoustic microscopy imaging for the study of coatings adhesion », *Surface and Coatings Technology* 991 (1997) 83-90.

**[RITT 74]:** Ritter J.E., « Effect of polymeric coatings on strength of soda lima glass», *fracture Mechanics of Ceramics* 1974.

**[RITT 84]:** Ritter J.E., Strzepa P., K. Jakus K., Rosenfeld L. , Buckman K.J. , « Erosion damage in glass and alumina», *Journal of American Ceramic Society* 67 :11 (1984) 769-774.

- [RUGG 03]:** Ruggero S. A., «Quantitative fracture analysis of etched soda lime silica glass: evaluation of the blunt crack hypothesis», thèse de Master en sciences Université de Florida 2003.
- [SGLA 93]:** Sglavo V.M., Maschio R.D., Sorari G.D., «Effect of etch depth on strength of soda lime glass rods by a statistical approach», Journal of The European Ceramic Society 11 (1993) 341-346.
- [SHEL 66]:** Sheldon G. L., Finnie I., « On the ductile behavior of nominally brittle materials during erosive cutting », Trans. ASME B (J. Eng. for Industry) 88B (1966) 387-392.
- [SHIP 96]:** Shipway P.H., Hutchings I.M., «The role of particle properties in the erosion of brittle materials», Wear 193 (1996) 105-113.
- [SHOL91]:** Sholze H., «Glass, nature, structure and properties», Spriger-Verlag Ed., New York (1991) 454.
- [SLIK 98]:** Slikkerveer P. J., Bouten P.C.P., Veld F.H., Scholten H., «Erosion and damage by sharp particles», Wear 217(1998) 237-250.
- [SLIK 99]:** Slikkerveer P. J., van Dongen M.H.A., Touwslager F.J., « Erosion of elastomeric protective coatings », Wear 236(1999)189-198.
- [SOLA 09]:** Solanki C.S., «Solar photovoltaics: Fundamentals, Technologies and Applications», PH learning, New Delhi (2009) 99-114.
- [SPIE 93]:** Spierings G.A.C.M, « Review Wet chemical etching of silicate glasses in hydrofluoric acid based solutions», Journal of Materials Science 28 (1993) 6262-6273.
- [STEP 82]:** Stephan T. T., A. Pask J., «Reaction of glasses with hydrofluoric acid solution», Journal of the American Ceramic Society, 65:7 (1982) 360-362.
- [TEIS 11]:** Teisseire J., Dalmas D., Lohou S., DaSilva C., Barthel E., « Renforcement du verre par un revêtement polymérique », 19<sup>ème</sup> Congrès Français de Mécanique Marseille, 24-28 août 2009.
- [THIB 10] :** Thibaud C., «Fluage et recouvrance d'empreintes et de sillons sur surface de polymère», thèse de doctorat Université de Strasbourg 16 novembre 2010.
- [VERG 00]:** Verganalakis V., Nikolaou P.D., Kardas G., «Processing and properties of glass strengthened by Ormosil coatings», Glass Technology 41 (2000) 22-29.

[VERS 99]: Verspui M.A., With G. de, Corbijn A., Slikkerveer P.J., « Simulation model for the erosion of brittle materials », *Wear* 233–235 (1999) 436–443.

[WANG 95]: Wang F.H., Hand R.J., Ellis B., Seddon A.B., «Glass strengthening using epoxy coatings», *physics Chemistry glasses* 36:5 (1995) 201-205.

[WEN 08]: Wen M., Chabagno J.M., Silverman G., Bourrel M., « Edge strengthening of flat glass with acrylate coatings», *journal non Crystalline Solids* 354 (2008) 5060-5067.

[WENS 82]: Wensink H., Elwenspoek M. C., «A closer look at the ductile–brittle transition in solid particle erosion», *Wear* 253 (2002) 1035–1043.

[WIED 79]: Wiederhorn S. M., Lawn B. R., « Strength degradation of glass impacted with sharp particles: I, Annealed surfaces », *Journal of American Ceramic Society* 62: 1-2 (1979) 66-70.

[WITH98]: With G.D., Brzesowsky R.H., Lierop J.G.V., Snijkers-Handrickx I.J.M. , Sweegers N.A.M., «Strengthening of glass by hybrid organic-inorganic coatings», *Journal Non-Crystalline Solids* 226(1998)105-113.

[ZARZ 77]: Zarzycki J., «Propriétés mécaniques des verres», *Revue de Physique Appliquée* Tome 12 Mai (1977) 789.

[ZARZ 82]: Zarzycki J., « Le verre et l'état vitreux », Edition Masson Paris (1982) p. 286.



## ملخص:

الهدف من هذا العمل هو دراسة تأثير طبقات أكريليك شفافة على الخصائص البصرية والميكانيكية للزجاج المرمل. النتائج المحصل عليها بينت أن الترميل يؤثر في حالة السطح و يؤدي إلى انخفاض كبير في الناقلية البصرية انطلاقاً من قيمتها الابتدائية 91.4% إلى قيم أقل بكثير (~15%) الأمر الذي يسبب ضعفاً في الرؤية و كذا مردودية الخلايا المنتجة للطاقة الشمسية. المقاومة الميكانيكية تأثرت بدورها بالترميل و انخفضت من قيمتها الابتدائية (80 ميغا باسكال) إلى ما يقارب 24 ميغا باسكال. من خلال التجارب التي تم إجراؤها تم إثبات فعالية الطبقات الأكريليك في ملء العيوب واستعادة حالة السطح. نتج عن ذلك تحسن جد ملحوظ للناقلية البصرية (89%) و كذا تحسن معتبر في الرؤية و مردودية الخلايا المنتجة للطاقة الشمسية. الطبقات الأكريليك سمحت كذلك بتحسين مقاومة الزجاج للكلل بالصدم حيث سجلنا ما يقارب من 13 صدمة سابقة للانكسار بالنسبة للزجاج المغلف في حين أنها كانت 3 صدمات بالنسبة للزجاج المرمل و 13 بالنسبة للزجاج في حالته الابتدائية. تجارب الخدش أظهرت أن معالجة السطح بواسطة حمض الهيدروفلوريك تعزز من إلتصاق الطبقات الموضوعة بسطح الزجاج المرمل.

كلمات مفتاحية: زجاج, ترميل, طبقات أكريليك, الناقلية البصرية, المقاومة الميكانيكية

## Abstract:

The aim of this work is to investigate the effect of acrylic coatings on the optical and mechanical properties of sandblasted soda–lime–silica glass.

The obtained results show that the sandblasting alters the surface state. Accordingly, the optical transmission drops from its initial value ( $T = 91.4\%$ ) to much less lower values ( $T \sim 15\%$ ) which leads to a bad visibility and a small photovoltaic efficiency (89%) through the sandblasted glasses. The mechanical strength which was 80 MPa for the as-received glass drops down to 24 MPa after sandblasting.

The acrylic coating deposited by spray has been found very effective in restoring the surface state by filling the sandblasting defects. It results in a near total recovery of the optical transmission ( $T \sim 89\%$ ) which is accompanied by a remarkable improvement in the visibility and the photovoltaic efficiency (98%) through these glasses.

The deposition of the acrylic coating leads to a significant improvement of the impact fatigue resistance. It could reach nearly 200 shocks after coating. This value is very important to that of sandblasted glass (3 shocks) and as-received glass (13 shocks).

Scratch tests carried out on the coated samples showed that the pre-treatment by HF acid improves the adhesion of the coating.

**Keywords:** glass, sandblasting, acrylic coating, optical transmission, mechanical strength.