

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

THÈSE

Présentée à l'Institut d'Optique et de Mécanique de Précision
Pour l'obtention du diplôme de

DOCTORAT EN SCIENCES

Option : Optique et Mécanique de Précision

Par

MAROUANI ABDELHAK

Thème

*Etude des caractéristiques physiques de couches minces à base
d'oxydes métalliques déposés par voie sol-gel*

Soutenue le 04 / 11 / 2018, devant le jury composé de :

Président	Chaabane BOUSBAA	Professeur	Université Sétif -1
Rapporteur	Nourredine BOUAOUADJA	Professeur	Université Sétif -1
Examineurs	Omar ALLAOUI	Professeur	Université Laghouat
	Sami ZIDELMAL	Professeur	Université Laghouat

Remerciements

Je tiens à exprimer ici ma reconnaissance à toutes les personnes qui ont apporté, de près ou de loin, leur contribution à ce travail.

Je remercie chaleureusement le Professeur Nourredine Bouaouadja, directeur de l'Institut d'Optique et Mécanique de Précision, qui a dirigé mes travaux de thèse durant ces années. Ses compétences scientifiques et sa clairvoyance ont été pour moi un grand appui tout au long de la période de préparation de cette thèse. Je garderai en mémoire et en exemple sa capacité à combiner passion, rigueur et relations humaines dans le travail.

Monsieur Chaabane Bousbaa, Professeur à l'Université de Sétif, m'a fait l'honneur de présider mon jury de thèse. Je lui adresse mes plus vifs remerciements.

Mes chaleureux remerciements vont également à Monsieur Omar Allaoui et Monsieur Sami Zidelmal, Professeurs à l'Université de Laghouat, qui ont accepté de participer à mon jury de thèse.

Je remercie également Ingénieurs et Techniciens du laboratoire des matériaux non-métalliques et du laboratoire optique appliquée, qui m'ont apporté aide et soutien dans mes travaux de recherche.

L'élaboration des couches de silice par voie sol-gel a été essentiellement réalisée à l'Institut de Céramique et Verre (ICV, Madrid, Espagne). Mes remerciements les plus profonds vont à Madame Pr. Alicia Duran, chef du département Sol-gel de l'ICV, et également à Madame Dr. Yolanda Castro pour m'avoir accueilli dans les meilleures conditions au sein de leur laboratoire et pour leurs conseils éclairés. Leur aide dans le domaine des sol-gels fut très précieuse et je leur en suis très reconnaissant.

SOMMAIRE

INTRODUCTION GÉNÉRALE	1
Chapitre I : ÉROSION PAR IMPACT DE PARTICULES SOLIDES	
1.1. INTRODUCTION	4
1.2. ÉROSION PAR IMPACT DES PARTICULES SOLIDES	5
1.2.1. Définition	5
1.2.2. Principe de l'érosion	6
1.3. THÉORIE ET MÉCANISMES D'ÉROSION	7
1.3.1. Comportement des matériaux vis-à-vis de l'érosion	7
1.3.2. Modèles et mécanismes ductiles	8
1.3.3. Modèles et mécanismes fragiles	10
1.4. PARAMÈTRES D'ÉROSION	14
1.4.1. Angle d'impact	15
1.4.2. Vitesse d'impact des particules érosives	18
1.4.3. Forme des particules érosives	19
1.4.4. Taille des particules érosives	21
1.4.5. Dureté de la cible et des particules	22
1.5. APPAREILS SOUFFLEURS DE SABLE	24
Références bibliographiques	27
Chapitre II : SABLAGE DES ÉCHANTILLONS	
2.1. INTRODUCTION	32
2.2. PROCÉDURE DE SABLAGE	33
2.2.1. Dispositif souffleur de sable	33
2.2.2. Sable utilisé	33
2.2.3. Verre utilisé	35
2.2.4. Conditions de sablage	35
2.3. RÉSULTATS ET INTERPRÉTATIONS	36
2.3.1. Observations Microscopiques	36
2.3.2. Taux d'endommagement	39
2.3.3. Rugosité	45
2.3.3.1. Effet de la masse de sable projetée et de la vitesse du flux d'air....	46
2.3.3.2. Effet de la taille des grains du sable utilisé	51
2.3.4. Transmission Optique	56
2.3.4.1. Effet de la masse de sable projetée	56
2.3.4.2. Effet de la taille des grains du sable utilisé	57
2.3.4.3. Effet de la vitesse du flux d'air	58
Conclusion	62
Références bibliographiques	63
Chapitre III : PROCÉDÉS DE REVÊTEMENTS	
3.1. INTRODUCTION	66
3.2. REVÊTEMENTS PAR MÉTHODES CONVENTIONNELLES	67
3.2.1. Dépôt Chimique en Phase Vapeur	67
3.2.2. Dépôt Physique en Phase Vapeur	68
3.2.2.1. Les Procédés d'Évaporation sous Vide	68
3.2.2.2. La Pulvérisation Cathodique	69

3.2.3. Spray Pyrolyse	69
3.3. REVÊTEMENTS PAR VOIE SOL-GEL	70
3.3.1. PRÉSENTATION DU PROCÉDÉ SOL-GEL	70
3.3.2. CHIMIE DU PROCÉDÉ SOL-GEL	72
3.3.2.1. Mécanismes réactionnels de la synthèse Sol-gel	72
3.3.2.2. Principaux états du système lors de la transition sol-gel	74
3.3.2.2.1. Vieillissement du gel	75
3.3.2.2.2. Structures formées	75
3.3.3. PROCÉDÉS DE MISE EN ŒUVRE	76
3.3.3.1. Spray-coating	77
3.3.3.2. Roll-coating	78
3.3.3.3. Spin-coating	78
3.3.3.4. Dip-coating	81
3.3.4. TRAITEMENTS THERMIQUES ET RECUITS	84
3.3.5. Avantages et Inconvénients de la Méthode Sol-Gel	85
3.3.6. APPLICATIONS DU PROCÉDÉ SOL-GEL	87
Références bibliographiques	89
Chapitre IV : RÉPARATION DE L'ÉTAT DE SURFACE DES ÉCHANTILLONS SABLÉS	
4.1. INTRODUCTION	93
4.2. PRATIQUE DE DÉPOSITION D'UNE COUCHE MINCE	93
4.2.1. Verre utilisé	93
4.2.2. Nettoyage	94
4.2.3. Déposition	95
4.2.4. Séchage et Recuit	96
4.3. PROTOCOLES D'ÉLABORATION	97
4.3.1. Premier Protocole	97
4.3.2. Deuxième Protocole	99
4.3.3 Troisième Protocole	101
4.4. PROCÉDURE DE REVÊTEMENT	102
4.5. RÉSULTATS ET INTERPRÉTATIONS	103
4.5.1. Observations Microscopiques	103
4.5.2. Taux d'Endommagement	104
4.5.3. Rugosité	107
4.5.4. Transmission Optique	112
4.5.5. Autres Résultats	116
Conclusion	118
Références bibliographiques	119
CONCLUSION GÉNÉRALE	121
ANNEXES	124

Introduction générale

INTRODUCTION GÉNÉRALE

L'usure des matériaux est généralement regroupée en quatre grandes catégories : l'usure par abrasion, l'usure par fatigue de surface, usure par adhésion (frottement) et l'usure par érosion.

L'usure par érosion est un processus de surface complexe qui se caractérise par la détérioration progressive des matériaux. C'est le résultat de l'impact de particules ou de chocs contre une surface cible. La durée pendant laquelle la particule incidente et la surface cible sont en contact est très courte (c'est-à-dire que cette usure par érosion n'est pas un procédé continu) ce qui en fait un processus tout à fait différent de ceux des autres types d'usure.

Parmi les types les plus connus d'usure érosive, on cite l'érosion par impact de particules solides (Solid Particle Erosion - SPE) qui est connue comme étant des impacts successifs contre une surface cible. Il s'ensuit un enlèvement de matière par des particules se déplaçant rapidement.

Vu son caractère destructif, l'érosion des surfaces de matériaux par impact de particules solides est un problème qui existe dans la nature, et de nombreux appareils et équipements industriels en souffrent sérieusement. Comme conséquence, il se produit au niveau de la surface érodée une perte de masse qui se traduit par une augmentation de la rugosité et une chute de la résistance mécanique. Pour les matériaux transparents tels que le verre, l'augmentation de la rugosité induite est la cause principale de la chute de la transmission optique.

L'état de surface du verre joue un rôle important et clé dans différentes applications, comme les pare-brises des véhicules, les feuilles de verre de protection de panneaux solaires, les miroirs solaires, ou tout autre type de vitrage. Dans de nombreux cas, la surface du verre est exposée à une variété de conditions agressives extérieures telles que la corrosion, les réactions chimiques, le rayage et l'érosion. Dans ces cas, les propriétés mécaniques et optiques peuvent être considérablement réduites à cause des défauts altérant l'état de surface.

Cependant, on peut corriger d'une façon partielle ou totale certains défauts de surface du verre et lui donner ainsi de nouvelles propriétés par la restauration de son état de surface.

- Les procédés classiques utilisés sont : le polissage; qu'il soit mécanique, chimique ou au feu; est l'une des méthodes employées pour l'élimination des défauts ou la réduction de leurs tailles. Le principe consiste à réduire les différences de niveaux entre les creux et les crêtes des surfaces endommagées, et de rétablir un bon état de surface.
- Une autre alternative utilisée durant ces dernières décennies est la déposition de couches relativement minces, transparentes et durables. Une grande variété de couches minces a fait l'objet de déposition sur des substrats (entre autre du verre) par différentes méthodes, dans le but de leur conférer certaines propriétés souhaitées pour des applications visées.

Vue la composition chimique de la quasi-totalité des verres, la silice SiO_2 est l'oxyde formateur principal du réseau. Par conséquent la déposition des couches minces de silice sur du verre se trouve bien justifiée. Contrairement aux couches de polymères qui manifestent des propriétés mécaniques très mauvaises (dégradation rapide) comparées à celles des oxydes métalliques, les couches minces à base de silice (SiO_2) possèdent des propriétés chimiques et mécaniques spécifiques qui les rendent mieux adaptées à la correction des défauts causés par l'érosion.

Notons le coût onéreux de l'élaboration des couches minces par les méthodes spécifiques de déposition (PVD, CVD,...) qui reste un handicap pour leurs utilisations à l'échelle industrielle.

Cependant, l'avancée et le développement d'autres techniques a permis de contourner les conditions très contraignantes (vide poussé, températures élevées) pour l'élaboration de telles couches. Le procédé sol-gel par exemple, est l'une de ces techniques qui permet l'élaboration de telles couches à des températures et pressions ambiantes. Il a l'avantage de produire des matériaux de plus grandes homogénéité et pureté.

L'objectif visé de cette thèse est donc la restauration de l'état de surface d'un verre sablé sous différentes conditions en déposant des couches de silice par voie sol-gel; et de voir si cette restauration conduit à l'amélioration souhaitée des propriétés mécaniques et optiques.

L'agencement de cette thèse est organisé comme suit :

- ❖ Une première partie intitulée "*Phénomène d'Érosion*" contenant deux chapitres (I et II):
 - ✓ Chapitre I : *Érosion par Impact de Particules Solides*. Ce premier chapitre est une synthèse bibliographique qui contient une description détaillée du phénomène de l'usure érosive des matériaux. L'étude est focalisée sur l'érosion par impacts de particules solides sur les matériaux fragiles. Le cas particulier des verres sodocalciques érodés par des particules de sable entraînées par les vents dans les régions sahariennes a été largement évoqué. Des discussions et des comparaisons des différents résultats sont rapportées.
 - ✓ Chapitre II : *Sablage des Échantillons*. Dans ce second chapitre, on expose la première partie de notre expérimentation consacrée au sablage d'échantillons de verre sous différentes conditions (vitesse du jet des particules de sable, masses projetées, tailles des grains,...). Pour chaque cas de dégradation, des mesures des caractéristiques de l'état de surface sont effectuées (notamment le taux d'endommagement, la rugosité et la transmission optique).
- ❖ Une deuxième partie intitulée "*Revêtements et Procédé Sol-Gel*" contient aussi deux chapitres (III et IV) :
 - ✓ Chapitre III : *Procédés de Revêtements*. Dans ce chapitre, on expose, d'une manière générale, les différentes méthodes employées pour l'élaboration et la déposition des revêtements. Une importance particulière a été donnée aux procédés d'élaborations des films minces par voie sol-gel et leur déposition.
 - ✓ Chapitre IV : *Réparation de l'État de Surface des Échantillons Sablés*. Dans cette deuxième partie de notre expérimentation, on y trouve la description des étapes de la correction des défauts d'érosion en utilisant des dépôts de couches minces d'oxyde de silicium. On présente les conditions d'élaboration (température, pH, humidité) et de déposition (vitesse de trempe, temps de séchage, température et durées de recuit) ainsi que le contrôle de la qualité des couches déposées. Des comparaisons des caractéristiques de l'état de surface restauré avec celles de l'état dégradé renseignent sur l'efficacité de ce procédé comme moyen de guérison contre l'érosion.

Une conclusion générale résumant l'ensemble des résultats commentés et des perspectives se trouvent en fin de cette thèse.

PARTIE I : PHÉNOMÈNE D'ÉROSION

Chapitre I : Érosion par Impact de Particules Solides.

Chapitre II : Sablage des Échantillons.

Chapitre I : Érosion par Impact de Particules Solides.

1.1. INTRODUCTION	4
1.2. ÉROSION PAR IMPACT DES PARTICULES SOLIDES	5
1.2.1. Définition	5
1.2.2. Principe de l'érosion	6
1.3. THÉORIE ET MÉCANISMES D'ÉROSION	7
1.3.1. Comportement des matériaux vis-à-vis de l'érosion	7
1.3.2. Modèles et mécanismes ductiles	8
1.3.3. Modèles et mécanismes fragiles	10
1.4. PARAMÈTRES D'ÉROSION	14
1.4.1. Angle d'impact	15
1.4.2. Vitesse d'impact des particules érosives	18
1.4.3. Forme des particules érosives	19
1.4.4. Taille des particules érosives	21
1.4.5. Dureté de la cible et des particules	22
1.5. APPAREILS SOUFFLEURS DE SABLE	24
Références bibliographiques	27

Chapitre I : ÉROSION PAR IMPACT DE PARTICULES SOLIDES

1.1. INTRODUCTION :

L'usure est l'endommagement d'une surface solide impliquant généralement une perte progressive de matière, en raison du mouvement relatif entre la surface et une ou plusieurs substances en contact [1]. C'est une réponse du matériau à une sollicitation externe qui peut être de nature mécanique ou chimique. L'usure est un phénomène indésirable et son effet sur la fiabilité des composants industriels est largement reconnu, ainsi que le coût. Des efforts systématiques dans la recherche d'usure ont été lancés dans les années soixante dans les pays industrialisés en vue de réduire son effet. Les coûts directs de défaillances d'usure (remplacements des pièces défaillantes à cause de l'usure) ont augmenté et en conséquence ils ont induit une chute sensible de productivité. Dans des défaillances catastrophiques, il y a aussi la possibilité de pertes humaines. Bien que l'usure ait été largement étudiée scientifiquement, ses problèmes persistent dans les applications industrielles. Cela révèle en fait de la complexité de ce phénomène [2].

Les facteurs qui influent sur l'usure sont [3]:

- ❖ les facteurs liés aux propriétés des matériaux, par exemple la dureté, la ténacité, la microstructure et la composition chimique.
- ❖ les facteurs liés aux conditions d'exploitation, par exemple les surfaces de contact, la pression de contact, la vitesse relative et l'état de surface.
- ❖ les conditions environnementales (température, humidité,...).

Il y a plusieurs termes pour décrire les différents modes d'usure. Cependant dans la littérature, ces modes peuvent être regroupés en quatre catégories principales [4], à savoir : l'abrasion, l'adhésion, la fatigue de surface et l'érosion.

❖ **Usure par abrasion:** Lorsque deux surfaces en contact se déplacent l'une contre l'autre, les particules plus dures dans l'une coupent à travers l'autre. Le mécanisme d'enlèvement de matière peut être la déformation plastique ou encore la rupture de la matière. Ceci se passe en fonction des propriétés du matériau et la finesse de l'abrasif. Comme autre variante, l'abrasion peut être provoquée par une troisième particule piégée

entre deux surfaces en frottement. L'usure par abrasion entre en jeu quand un mouvement tangentiel produit l'enlèvement de la matière par le micro-labourage et la micro-coupe simultanés [1]. Par conséquent, la taille et le volume de phases dures dans un matériau contrôlent la résistance à l'abrasion de la matière [5].

❖ **Usure adhésive:** Cette forme d'usure entre en jeu lorsque deux corps macroscopiquement lisses frottent l'un contre l'autre. Les aspérités de surface au point de contact se déforment, et les jonctions de soudure à froid se forment. En raison d'une continuité de frottement, les jonctions âgées se séparent par cisaillement et de nouvelles jonctions se forment [3].

❖ **Fatigue de surface:** Le processus dans lequel de minuscules particules d'usure sont délogées de la surface par rupture sous l'effet de roulement ou de glissement répété sur la surface est connu sous le nom de *fatigue de surface*. Grâce à une action de chargement répété, les fissures sous-cutanées se développent à partir de défauts préexistants. Ces fissures se développent et coalescent avec d'autres fissures, puis elles convergent vers la surface en enlevant de petits morceaux de matière [4].

❖ **L'usure par érosion:** Dans ce mode d'usure, une perte progressive de la matière se produit à partir d'une surface solide en raison d'une interaction mécanique entre la surface et un courant de fluide la heurtant [6]. Le courant de fluide peut entraîner des particules solides aidant le processus d'usure érosive.

Erosion par impact de particules solides, érosion par impact de particules solides en suspension, érosion de particules liquides, ou érosion par des gouttes de liquide (pluie par exemple) ou de solide (grêle par exemple) sont des types bien connus d'usure érosive. Lorsque de petites particules solides impactent une surface donnée, le premier ou le deuxième type d'usure par érosion survient [7,8].

1.2. ÉROSION PAR IMPACT DES PARTICULES SOLIDES

1.2.1. DÉFINITION :

L'érosion par impacts de particules solides « EIPS » (Solid Particle Erosion), est un mode d'usure typique de l'usure érosive. C'est une perte de matière qui résulte de chocs répétés de petites particules solides contre une surface cible.

Avec les mécanismes complexes de l'érosion, il est difficile de prédire la résistance d'un matériau à l'érosion en se basant sur une seule de ses propriétés usuelles [7]. Par exemple, la dureté affecte clairement la résistance d'un matériau à l'érosion, mais la

ductilité peut également être un paramètre important qui régit le comportement du matériau envers l'érosion [9].

Comme mentionné précédemment dans l'introduction générale, le temps de contact entre les particules dures et la surface de la cible est de très courte durée. Ainsi, l'impact de chaque particule sur la surface cible est considéré comme indépendant des autres particulièrement en début d'érosion [7]. En additionnant l'effet de chaque impact, la dégradation globale de la cible peut être estimée [10]. C'est la raison pour laquelle une autre définition de l'EIPS a été proposée : c'est la *détérioration* due aux impacts des particules transportées par l'intermédiaire d'un fluide (liquide ou gaz) [8].

Dans certaines applications, l'EIPS est un phénomène utile, comme dans le cas du sablage du verre pour la décoration et la découpe à haute vitesse par jet d'eau abrasif, ou dans le cas du grenailage des métaux pour enlever la calamine. En revanche, l'érosion est un problème assez nuisible dans de nombreux systèmes d'ingénierie (palettes de turbines, pipelines, vannes et conduites,...), dans l'aéronautique (hélices d'avions, vitrage des cabines de pilotage,...), dans le domaine du transport (pare-brises et les optiques), dans la production de l'énergie électrique par les panneaux solaires,...

1.2.2. PRINCIPE DE L'ÉROSION :

Le principe de l'EIPS consiste à projeter des particules solides contre une surface cible sous des conditions d'essais bien définies. Il est schématisé sur la figure 1.1.

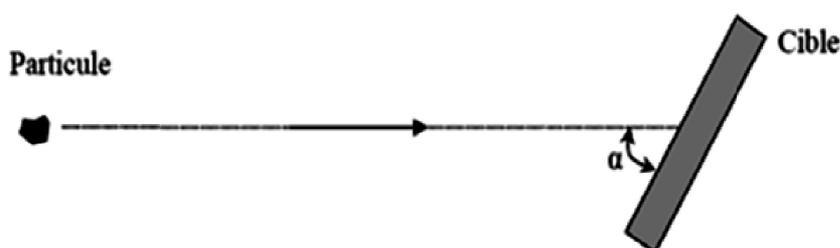


Figure 1.1 : Principe de l'érosion par impacts de particules solides projetées sur une cible.

L'effet de l'érosion (l'ampleur de la dégradation globale du matériau) peut être concrétisé par le taux d'érosion (Er) qui est représenté par le rapport entre la perte de masse (Δm) subie par la cible et la masse (M_p) des particules projetées :

$$Er = \Delta m / M_p \quad (1.1)$$

Plusieurs travaux ont été effectués pour étudier le taux d'érosion. Il a été montré, en particulier, que la perte de masse est évaluée en supposant que le taux d'érosion est proportionnel à la somme de matière enlevée par chaque impact.

1.3. THÉORIE ET MÉCANISMES D'ÉROSION

1.3.1. Comportement des matériaux vis-à-vis de l'érosion :

Typiquement, le comportement d'un matériau dans l'EIPS peut être classé selon deux types : ductile ou fragile (figure 1.2). Le premier est caractérisé par un enlèvement de matière à travers un écoulement plastique (de labourage ou de coupe). Il présente généralement un maximum d'érosion à un angle d'incidence faible (15 à 30°). C'est un comportement typique de la plupart de matériaux métalliques et plastiques. D'autre part, l'érosion des matériaux fragiles se caractérise par un taux d'érosion situé vers la normale (90°). Dans ce cas, le maximum de l'énergie cinétique des particules est transféré à la cible et dissipé sous forme d'initiation et de propagation de microfissures superficielles. C'est un comportement typique de verres, céramiques et quelques matériaux composites fragiles [11-13].

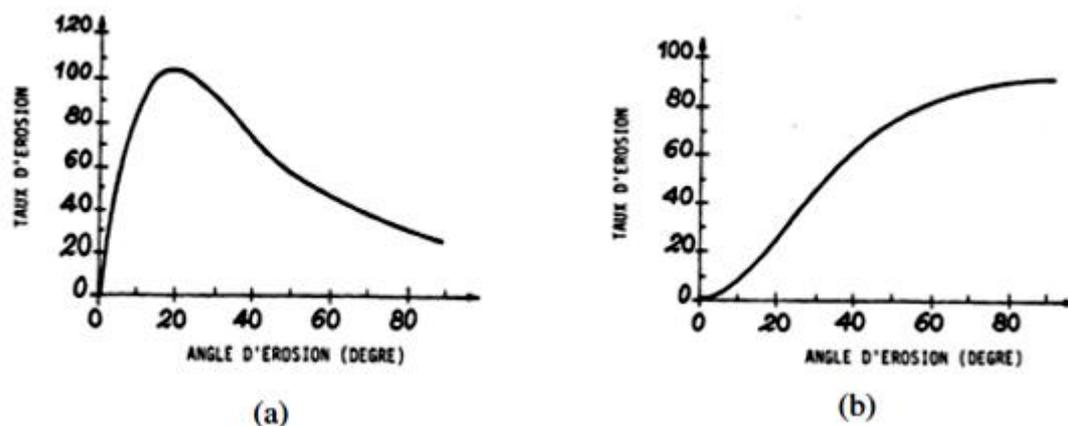


Figure 1.2 : Comportement typique des matériaux vis-à-vis de l'érosion : (a) ductile et (b) fragile [14].

En outre dans des conditions d'érosion idéalement fragiles, l'ampleur de la dégradation globale de la matière ne dépend que de la composante normale de la vitesse d'impact. De plus, la taille de la particule érosive influence fortement le taux d'érosion [11-13].

Cependant, Il est à noter que la classification ci-dessus n'est pas toujours significative du comportement ductile ou fragile vis-à-vis de l'érosion. Par exemple on rapporte dans la bibliographie [15-18] que si des particules sphériques sont utilisées au lieu des particules angulaires, le taux d'érosion présente un maximum à 90°, même dans le cas de matériaux

ductiles (métaux) tels que le cuivre et l'acier doux. De même, un matériau fragile tel qu'un verre minéral présente un comportement ductile lors d'impacts avec des particules très fines [19].

1.3.2. Modèles et mécanismes ductiles :

Déjà dans les années 1950, le comportement ductile des matériaux durant l'érosion par des impacts solides a été étudié par plusieurs groupes de chercheurs. Dans les travaux de K. Drensky [20], on rapporte que I. Finnie a été le premier à proposer un mécanisme basé purement sur la découpe de la surface par impact des particules. Dans son modèle, le volume enlevé par la particule incidente est une fonction de la trajectoire de particules qui peut être calculée à partir des forces agissant sur la pointe des particules lors de la pénétration dans la cible. Le volume enlevé (V_e) par l'impact est exprimé par :

$$V_e = \frac{m_p V_p^2}{\sigma_y \chi K} \left(\sin 2\theta - \frac{6}{K} \sin^2 \theta \right) \quad \text{Si } \tan \theta \leq \frac{K}{6} \quad (1.2)$$

$$V_e = \frac{m_p V_p^2}{\sigma_y \chi K} \left(\frac{K}{6} \cos^2 \theta \right) \quad \text{Si } \tan \theta \geq \frac{K}{6}$$

Où θ est l'angle d'incidence.

m_p est la masse des particules.

V_p est la vitesse de la particule.

K est le rapport des forces verticales et horizontales appliquées à la pointe de la particule.

χ est le rapport entre la longueur et la largeur de la coupe.

Le modèle de Finnie [21] est présenté en figure 1.3 où les courbes 1 et 2 représentent le comportement modélisé, et la courbe 3 représente les valeurs expérimentales typiques. Ce modèle de coupe prédit assez bien le comportement de la perte de masse (taux d'érosion E_R) en fonction de l'angle d'impact. Le maximum correspond à la transition entre la coupe sans immobilisation de particules (1) et le labourage avec immobilisation à des angles d'incidence plus élevés (2). En fait, il a été vérifié que les résultats expérimentaux sont prédits avec précision pour des angles faibles ou modérés, mais pas pour des angles plus élevés ($\theta > 40^\circ$) où le modèle sous-évalue nettement la perte de matière [21].

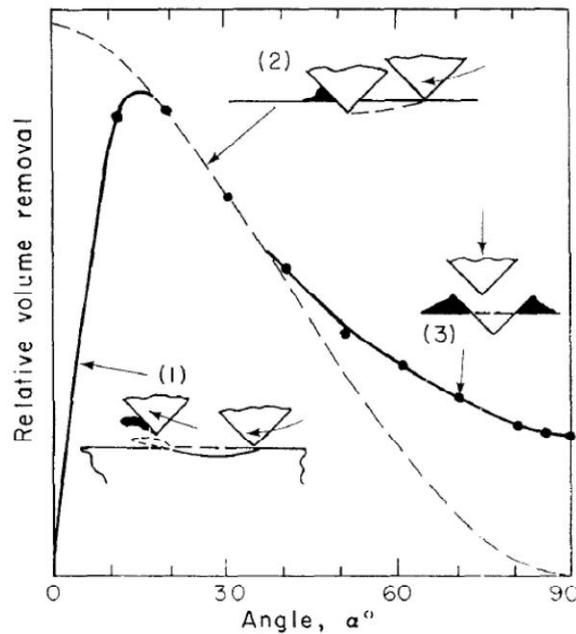


Figure 1.3 : Variation prédite du volume enlevé relatif en fonction de l'angle d'impact (représentée par les courbes 1 et 2) et les valeurs expérimentales correspondantes (courbe 3 et points expérimentaux) [21].

Au fil des années, les chercheurs ont développé différents types de théories de l'érosion des matériaux ductiles à travers des travaux analytiques et expérimentaux. Bien que le mécanisme de coupe plastique soit largement accepté pour les faibles angles d'incidence, de nombreux mécanismes ont été proposés pour le comportement ductile pour des angles d'incidence élevés : fragilisation par écrouissage [22], érosion secondaire par fragmentation des particules [23], augmentation de la température localisée lors de l'impact [24], et la fatigue par déformation plastique [25,26].

Un autre avantage important du modèle de coupe, c'est qu'il prévoit que le volume enlevé s'intensifiera avec la vitesse des particules V_p avec un exposant n :

$$V_e = a \cdot V_p^n \quad (1.3)$$

Cependant, l'exposant expérimental de la vitesse (n) se situe généralement entre 2,3 et 3,0. Finnie et Mac Fadden [27] ont trouvé que des valeurs plus élevées de n sont le résultat de la rotation des particules lors de l'impact. De leur côté, Sheldon et Kanhere [26] et plus tard Hutchings [22] ont montré que si les particules sont de forme sphérique, l'exposant modélisé serait d'une valeur de 3.

Par ailleurs, d'autres études effectuées par Hutchings et al. [28] ont permis de cerner un certain nombre de mécanismes et de décrire le comportement des matériaux ductiles lors de l'érosion quand une particule incidente entre en contact avec la surface. En général, elle crée des cratères en raison de la grande déformation plastique que présentent ces matériaux.

Deux types de cratères sont mentionnés en fonction de l'angle d'incidence des particules :

a) Cratères d'indentation caractérisés par un enfoncement de la surface et la formation d'un bourrelet plastiquement déformé du côté de la sortie de la particule. En général, ce genre de cratère se rencontre surtout pour des angles d'incidence proches de 90° [11].

b) Cratères de coupe qui apparaissent lorsqu'un coin ou une arête tranchante de la particule s'enfonce profondément dans le métal et le « laboure » sur une certaine distance, créant ainsi de part et d'autre du cratère des lèvres de matière ainsi qu'un bourrelet en forme de sillons. Ces cratères se forment typiquement à des angles d'incidence moyens, autour de 45° (figure 1.4).

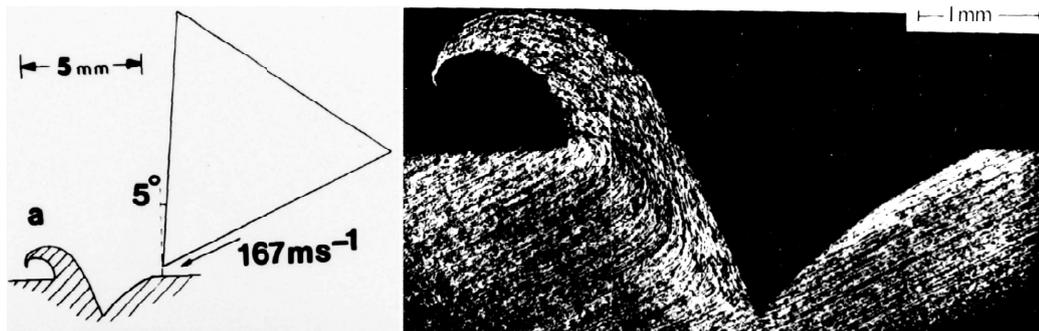


Figure 1.4 : Cratère formé par impact d'un grain solide projeté à 167 m/s [11].

1.3.3. Modèles et mécanismes fragiles :

Une valeur maximale du taux d'érosion observée sous incidence normale (figure 1.2.b) est généralement indicative d'un mode fragile d'érosion par impact de particules solides. Au cours de ce processus, l'énergie cinétique de la particule lors de l'impact est dissipée en partie par initiation et propagation de microfissures. Plusieurs types de fissurations ont été observés; elles sont analogues à celles observées durant l'indentation de la surface.

Dans le cas de grandes particules de forme arrondie se déplaçant à faible vitesse, il est probable qu'il ne se produise qu'une déformation élastique localisée de la surface. Néanmoins, sous une contrainte de tension critique (à vitesse significative), des fissures circulaires peuvent se propager à partir des défauts de surface et il en résulte des

fissurations en forme conique qui se propagent dans le matériau en profondeur (figure 1.5.A). Une perte de volume par fragmentation assez importante alors se produira lorsque plusieurs fissures se croisent ou s'interconnectent. Cependant, les fissurations Hertiennes de l'EIPS (figure 1.5.A) ne sont pas fréquemment rencontrées puisque les grosses particules, responsables de ce type de dommages, sont relativement rares pour les moyennes et hautes altitudes.

Les dommages d'impacts de petites particules ressembleront au type de fissurations observées pendant l'indentation des matériaux fragiles avec une pointe pyramidale comme celle illustré à la figure 1.5 (de B à E).

Au moment de l'impact, l'importante pression de contact crée une zone de déformation plastique locale qui augmente en taille jusqu'à ce que la particule atteigne une profondeur maximale de pénétration. Lorsque la pression atteint un niveau critique, des fissures médiane et radiale se forment (figure 1.5-B et C) et peuvent coalescer en fissures dites *half-penny* (figure 1.5-D).

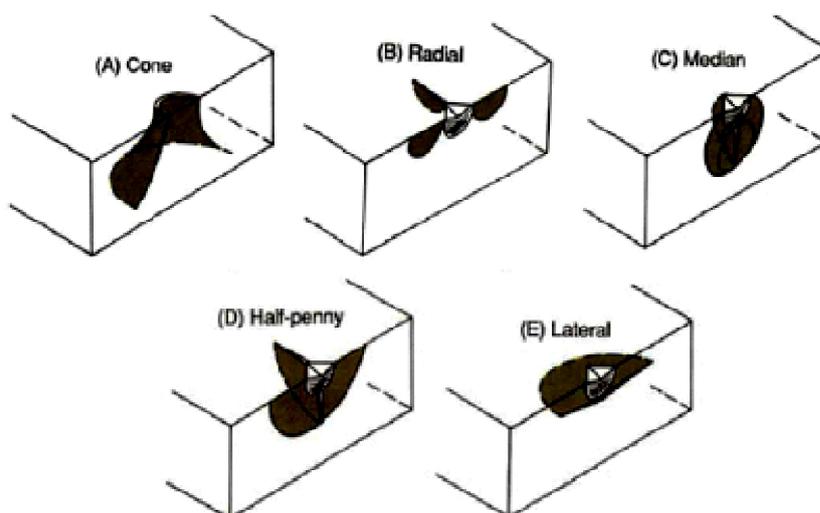


Figure 1.5 : Morphologies des systèmes de fissures d'indentation idéalisées observées pour les surfaces fragiles [29].

Lors du déchargement, les fissures latérales peuvent se propager en dessous de la zone déformée plastiquement pour détendre la tension inadéquate entre les zones plastiquement et élastiquement déformées. L'érosion sévère de la cible se produira lorsque des fissures latérales se propagent et convergent vers la surface (figure 1.6). On a un arrachement de matière par écaillage [11].

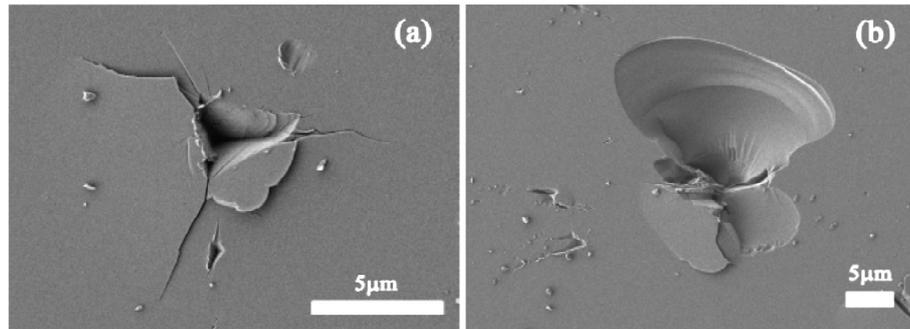


Figure 1.6 : Empreintes résiduelles laissées sur le verre de quartz par l'impact de particules d'alumine (70 μm) à une vitesse de 45 m/s.

La figure 1.7 montre les séquences de fissurations résultant d'un endommagement lors d'un impact d'une particule sphérique avec une surface en verre [11].

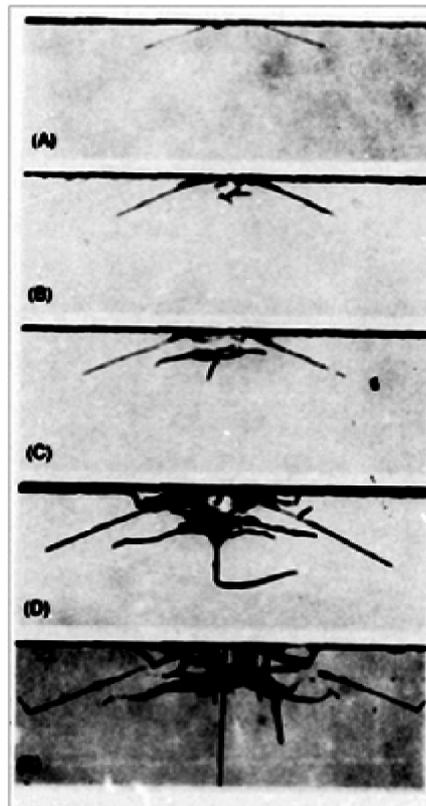


Figure 1.7 : Séquences de fissuration lors d'un impact d'une particule sphérique avec une surface en verre (réf. [11]).

L'évolution du système des fissures médiane/radiale a été décrite par Lawn et Fuller [30] qui ont montré que, lors du déchargement, la longueur C_r de la fissure half-penny peut être exprimée par :

$$P_m/c_r^{3/2} = \beta K_{IC} \quad (1.4)$$

Où : P_m est la charge maximale pendant l'indentation,

K_{IC} est la ténacité du matériau à la rupture,

β est un facteur dépendant de la géométrie de l'indenteur.

Evans et al. [31] ont trouvé que les longueurs des fissures radiale et latérale sont proportionnelles les unes aux autres. Par conséquent, Evans [31] lui-même, puis Wiederhorn et al. [32], ont utilisé l'équation (1.4) pour calculer la longueur des fissures latérale C_l et évaluer la perte de volume supposé cylindrique lors d'un choc suffisamment fort de monoparticules à l'aide de l'expression suivante (figure 1.8) :

$$V_e = \pi c_l^2 d_c \quad (1.5)$$

Où d_c est la profondeur de la fissure sous la surface qui a été estimée comme étant directement proportionnelle à la profondeur de pénétration maximum (z_m).

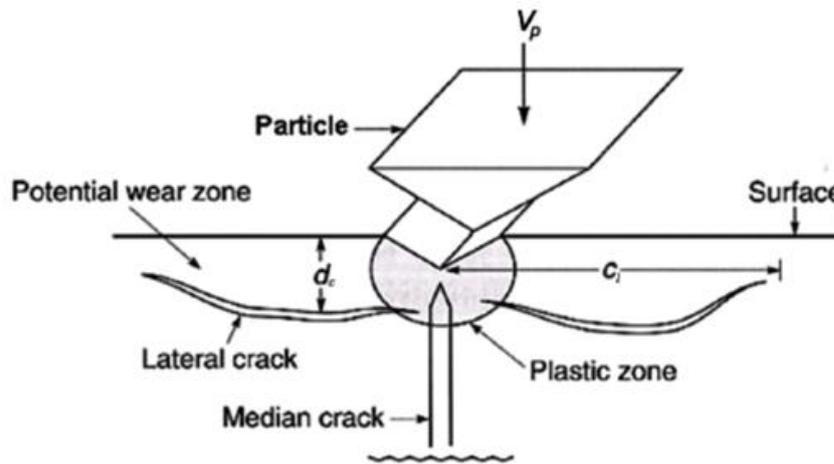


Figure 1.8 : Représentation schématique de fissure latérale après l'impact de particule solide [22].

La perte totale du volume par impact a été formulée par :

$$V_e \propto V_p^{19/6} D^{11/3} \rho_p^{19/12} H^{-1/4} K_{IC}^{-4/3} \quad (1.6)$$

Où D et ρ_p sont, respectivement, le rayon de la particule et la densité, et H est la dureté de la cible.

D'autre part, Wiederhorn et al. [32] ont modélisé l'impact comme une indentation quasi-statique où l'énergie cinétique des particules est complètement dissipée par la déformation plastique localisée de la cible qui, à son tour, provoque une fissuration latérale.

Le volume enlevé par une seule particule est modélisé par indentation élasto-plastique. Il est donc exprimé par :

$$V_e \propto V_p^{22/9} D^{11/3} \rho_p^{11/9} H^{1/9} K_{IC}^{-4/3} \quad (1.7)$$

Ces deux modèles sont les mieux adaptés à prédire le comportement de l'érosion des matériaux avec un mécanisme d'enlèvement de matière par rupture latérale et restent à ce jour largement acceptés. Cependant, comme mentionné précédemment, l'équation utilisée pour prédire la fissure latérale C_l a été développée pour un système de fissure half-penny et non pas pour la fissuration latérale. De plus, la profondeur à partir de laquelle les fissures latérales peuvent se propager se situe en dessous de la zone plastique, et non pas à la profondeur maximale de pénétration.

Afin de corriger ces deux lacunes, Buijs [33] a affiné le modèle quasi-statique en utilisant le système d'analyse des fissures latérales proposé par Marshall et al. [34]. L'approche a ensuite été étendue par Slikkerveer et al. [35] en utilisant une représentation plus complexe du système de fissure latérale. Cette approche plus complexe n'a pas trouvé une meilleure corrélation avec les données expérimentales par rapport aux modèles déjà proposés.

En utilisant une large gamme de tailles et de vitesses des particules, Slikkerveer et al. [35] ont montré que l'EIPS dépendait des paramètres des particules (V_p , D et ρ_p) uniquement à travers l'énergie cinétique (E_c) des particules.

1.4. PARAMÈTRES D'ÉROSION :

Il y a plusieurs paramètres qui influencent le taux d'érosion de tout matériau. La détermination de ces paramètres dépend des conditions environnementales en même temps que du type de matériau étudié [36,37].

Les principaux paramètres d'impact (figure 1.9) sont : l'angle d'impact, la vitesse, la forme et la taille des particules, et les propriétés à la fois des particules érosives et du matériau de la cible [10,38].

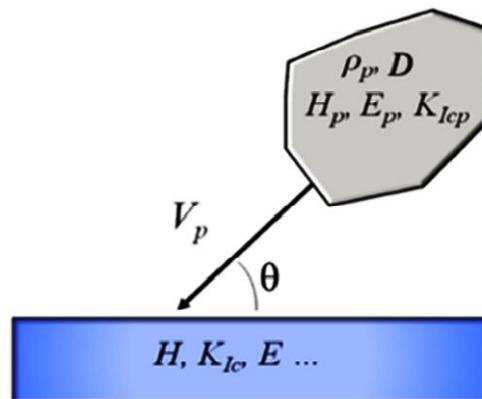


Figure 1.9 : Illustration de la particule, de la cible et des paramètres opérationnels affectant l'EIPS.

1.4.1. Angle d'impact :

L'angle entre la trajectoire suivie par les particules érosives et la surface du matériau cible est connu comme étant l'angle d'impact [9]. Cela est illustré dans la figure 1.10.

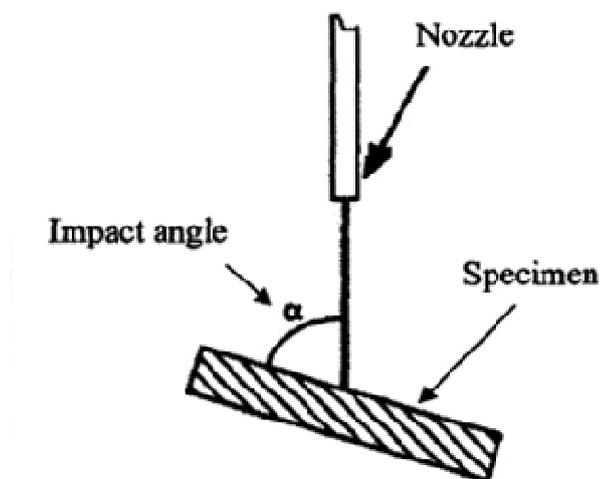


Figure 1.10 : Schéma montrant l'angle d'impact [9].

Pour chaque matériau, il existe un *angle d'impact critique*, pour lequel le taux d'érosion est maximal. Nous avons déjà signalé que d'une manière générale, pour les métaux et alliages (matériaux ductiles), cet angle se situe entre 15° et 30°, tandis que pour les céramiques et le verre (matériaux fragiles), cet angle se situe vers 90°, comme illustré dans la figure 1.11 [10,39].

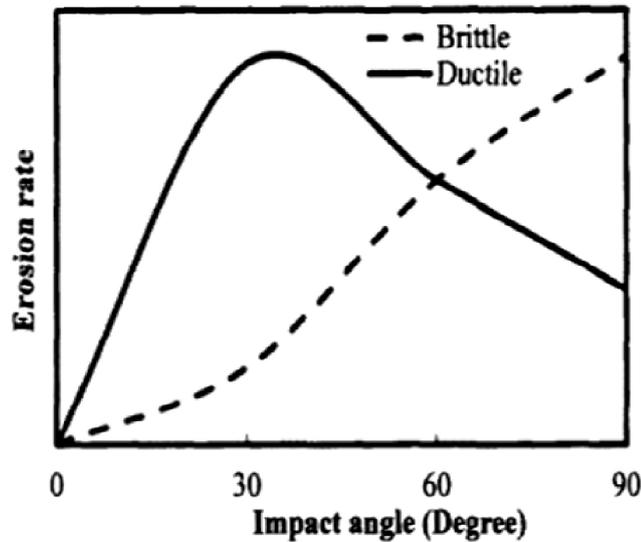


Figure 1.11 : Schéma montrant l'influence de l'angle d'impact sur le taux de l'érosion dans le cas des matériaux ductiles et fragiles [10].

La nature du matériau cible influence l'effet de l'angle d'impact sur le taux d'érosion d'une façon remarquable [7]. Cependant on rapporte que le comportement de l'angle d'impact-taux d'érosion est nettement contrôlé par la forme des particules érosives [17]. Dans leurs travaux, Reddy et al. [18] ont rapportés que lorsque des particules sphériques sont utilisées pour éroder l'acier doux et le cuivre (matériaux ductiles), un maximum du taux d'érosion se manifeste à 90° au lieu d'un angle intermédiaire proche de 30° [17,18]. En plus, l'angle critique change avec la vitesse d'impact ou la taille des particules pour certains matériaux [9].

Le changement de mécanisme d'érosion du mode fragile vers le mode ductile du verre a été observé dans les travaux de Hutchings [40]. Le verre s'érode par déformation plastique localisée de façon similaire aux matériaux ductiles quand il est érodé par des particules très fines ou à des vitesses très faibles. Ceci a été justifié expérimentalement par les travaux de Sheldon et al. [19] qui ont montré que le verre sodo-calcique impacté par des particules de carbure de silicium de taille moyenne (9 μm) à une vitesse de 136 m/s présente un maximum d'érosion à 30°.

Y. I. Oka et al. [41], en travaillant sur la zone érodée, ont montré que la longueur de cette zone dans la direction transversale est indépendante de l'angle d'impact, et qu'elle croît dans la direction longitudinale avec la décroissance de ce dernier. La zone érodée obtenue a la forme d'une ellipse (figure 1.12).

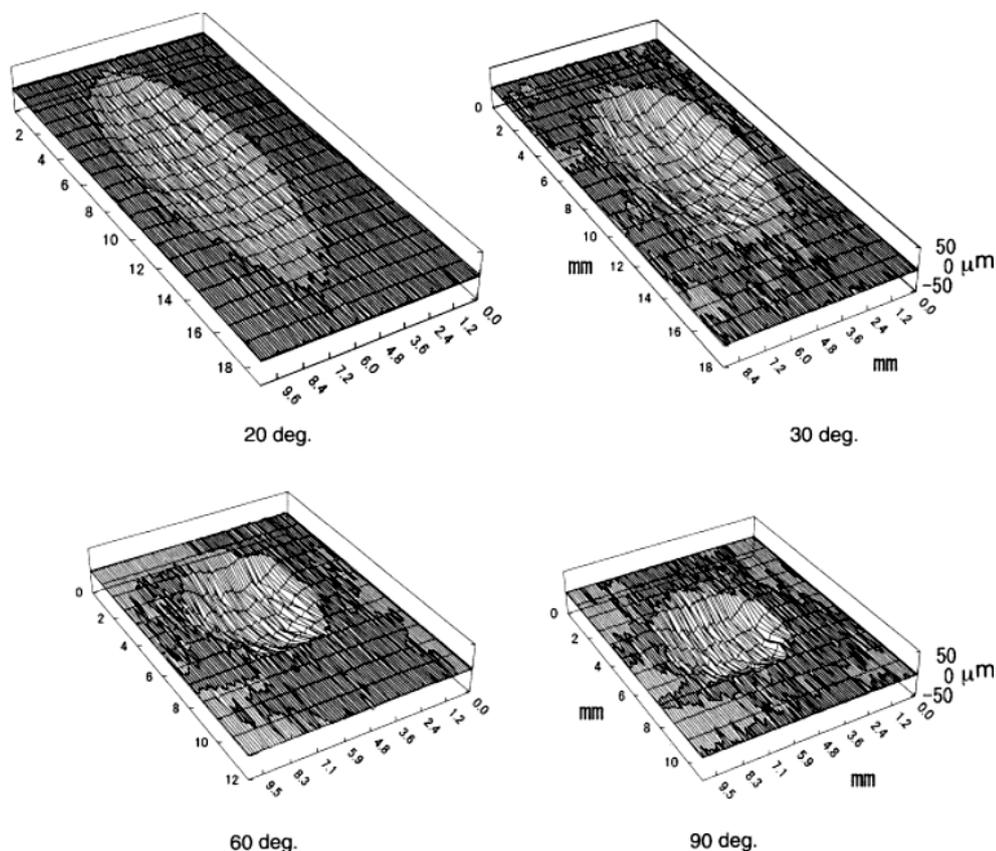


Figure 1.12 : Configurations de surfaces érodées par des particules de silice (49 µm) à une vitesse de 110 m/s, sous différentes incidences [41].

De leur côté, Slikkerveer et al. [35] ont montré que la tâche d'érosion se présente sous forme d'un cercle pour un angle d'impact de 90°. Elle devient elliptique pour les angles d'impact inférieurs à 90° (figure 1.12). Lathabai et al. [42] ont signalé que même pour les matériaux métalliques et les polymères, la perte de masse par érosion augmente avec l'augmentation de l'angle d'impact avec un maximum à environ 30°; mais la forme de la zone d'endommagement est la même que celle obtenue pour le verre.

1.4.2. Vitesse d'impact des particules érosives :

En général, le taux d'érosion est principalement affecté par la vitesse d'impact des particules puisqu'elle est considérée comme l'un des paramètres prédominant du processus d'érosion [9]. Certains chercheurs ont suggéré que le taux d'érosion, Er , peut être exprimé en fonction de la vitesse d'impact des particules (V). Sheldon et al. [26] ont proposé que :

$$Er = E_0 * V^p \quad (1.8)$$

Où E_0 est une constante et p est un exposant de la vitesse.

Dans les travaux de Sundararajan et al. [43], un grand nombre de données expérimentales sur la vitesse d'impact des particules a été rapporté pour les matériaux dans des conditions d'impact obliques. Les auteurs sont arrivés à une valeur moyenne de l'exposant de vitesse qui était comprise entre 2,40 et 2,55 et que cet exposant de vitesse pourrait aller jusqu'à 5 pour les composites à matrice polymère [39].

D'autres paramètres tels que l'angle d'impact, la taille, la forme et la dureté des particules, etc., peuvent également affecter l'exposant de la vitesse. Goodwin et al. [37] ont étudié la diminution de l'exposant de la vitesse avec la diminution de la taille des particules et ont conclu qu'en général, plus la vitesse des particules est grande, plus le taux d'enlèvement de matière est grand, conformément à la figure 1.13.

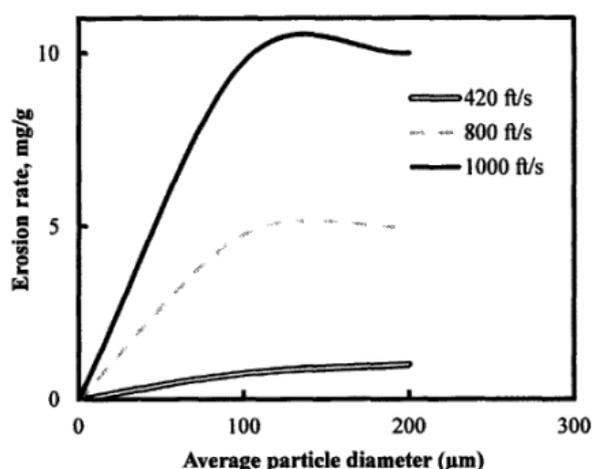


Figure 1.13 : Variation des taux d'érosion de l'acier avec la taille des particules à des vitesses d'impact différentes [37].

De leur côté, B. A. Lindsley et A. R. Marder [44] rapportent que l'exposant p (éq. 1.8) changeait de valeur à chaque essai, même refait dans les mêmes conditions, indiquant que cet exposant est très sensible aux moindres changements touchant les particules érosives et/ou le système simulateur du processus d'érosion. Ils affirment que l'exposant de la vitesse est indépendant du matériau de la cible et du mécanisme de l'érosion, mais il est fortement dépendant des conditions d'essais.

Il est à mentionner qu'il existe une limite distinctive entre les valeurs de la vitesse d'impact, appelées « vitesse d'impact critique » qui sépare deux domaines d'actions érosives :

- Le premier domaine est celui associé aux faibles valeurs de la vitesse d'impact qui conduisent à une faible énergie, incapable d'induire des dommages apparents sur la surface de la cible. Dans ce cas; pour les matériaux à caractère ductile, l'érosion est le résultat d'endommagements suite à la déformation plastique répétée. Pour les matériaux fragiles, l'érosion est la conséquence d'un endommagement par fatigue (sites d'impacts superposés).
- Le second domaine est celui lié aux fortes valeurs de la vitesse d'impact qui produisent une énergie érosive assez élevée. Dans ces circonstances, l'érosion se fera généralement par coupe pour les matériaux ductiles, et par microfissuration et écaillage pour les matériaux fragiles [45].

Yabuki et al. [45] ont établi une méthodologie pour la détermination de la vitesse critique à travers la mesure du coefficient de frottement lors des tests d'érosion. Ces derniers ont été effectués sur quatre métaux impactés avec différents types de particules. Les auteurs ont ainsi pu séparer le mode de coupe et le mode de déformations plastiques répétées. En conclusion, les auteurs affirment que la vitesse critique est dépendante des propriétés mécaniques de la cible et des particules érosives (surtout la dureté) ainsi que de la forme de ces dernières.

1.4.3. Forme des particules érosives :

Un autre paramètre influençant le comportement de l'érosion des matériaux, c'est la forme des particules [17,39]. Durant les essais d'érosion réalisés sur de nombreux matériaux métalliques, des particules de formes angulaires conduisaient à des taux d'érosion plus élevés que celui des particules sphériques [18,46].

Durant leurs essais sur des matériaux ductiles avec des particules non-friables, Reddy et Sundararajan [18] notent que, quand des particules d'acier sphériques ont été utilisées

pour éroder le cuivre et certains alliages à base de cuivre, un maximum du taux d'érosion se produit à l'angle d'impact 90° . Donc on remarque un shift de l'angle d'impact critique de 30° vers 90° . Mais un comportement inverse a été observé sur ces mêmes alliages cuivreux lorsqu'ils étaient érodés par des particules de carbure de silicium anguleux, où une réponse ductile à l'égard des dommages d'érosion a été révélée. Ceci peut être remarqué dans la figure 1.14, où ont été étudiés les effets des particules sphériques et angulaires sur les alliages de cuivre.

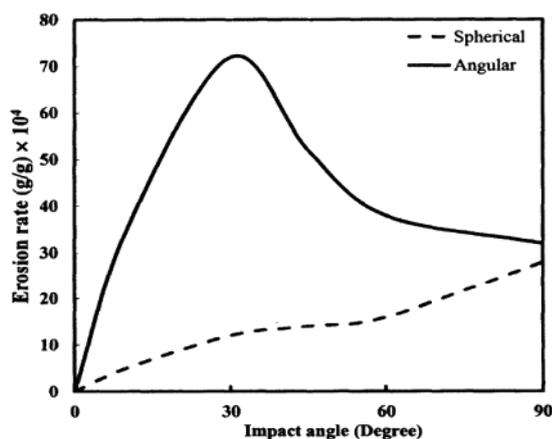


Figure 1.14 : Effets de la forme des particules sur le taux de l'érosion des matériaux ductiles [18].

En fait, l'angularité des particules affecte significativement l'enlèvement de matière de toutes sortes, du découpage ductile à la rupture fragile. En termes de transition de mécanisme dans les matériaux fragiles, les particules angulaires seront presque toujours la cause des dommages élasto-plastiques lors de l'impact en raison des contraintes de contact élevées.

Dans son ouvrage, Hutchings [22] mentionne que les particules anguleuses présentent un taux d'érosion du verre plus élevé que les particules sphériques. En cohérence et pour une même masse de particules érosives, il a été montré qu'un grain anguleux est plus destructif qu'une particule sphérique [47]. Le taux d'endommagement du verre dépend fortement de la forme des particules érosives. La fissuration se forme à de faibles vitesses critiques pour des particules angulaires, contrairement à celle observée pour des particules sphériques.

1.4.4. Taille des particules érosives :

On a cité au point (1.4.1. Angle d'impact) que la taille des grains pouvait créer un changement dans le mode érosif de la cible. Dans leurs travaux, Sheldon et Finnie [19] ont trouvé que lorsque la taille des particules diminue, alors l'érosion du verre se trouve graduellement déplacée du mode fragile vers le mode ductile. Cette transition dans les caractéristiques de l'érosion a été observée aussi par Hutchings [40,48]. Généralement, la taille des particules contrôle la taille de la région la plus tendue en dessous de l'impact : plus la particule est de taille grande, plus l'étendue de la région tendue (sous contrainte) est grande.

Donc, pour des particules relativement grandes, il y a plus de défauts qui peuvent devenir des fissures d'ordre important dans la région la plus tendue en accord avec sa grande taille. Par conséquent, la formation de fissures (mode fragile) domine la déformation plastique (mode ductile) [49].

Dans la figure 1.15 est présenté l'effet de la taille des particules érosives sur le comportement de l'érosion d'un verre impacté par des particules de carbure de silicium de deux tailles (9 et 21 μm).

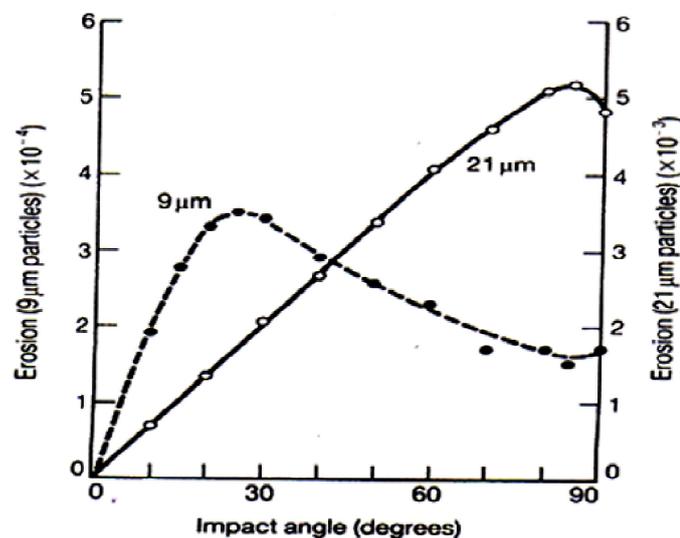


Figure 1.15 : Effets de la taille des particules sur le taux de l'érosion en fonction de l'angle d'incidence [18].

On voit clairement le changement du comportement du verre du mode fragile (un maximum d'érosion est observé vers 85°, quand la taille des grains érosifs est de 21 μm)

vers un comportement ductile (le maximum d'érosion observé à 25° quand la taille des particules érosives est de 9 µm).

1.4.5. Dureté de la cible et des particules :

Le comportement à l'érosion d'un matériau peut être fortement influencé par ses propriétés mécaniques. En général, la dureté du matériau cible est considérée comme l'une des propriétés mécaniques les plus pertinentes qui affectent les mécanismes d'érosion [8,39,18].

Y. I. Oka et al. [9] rapportent que, dans les équations de prédiction de l'érosion (types $g(\alpha)$ de la figure 1.16), la dureté du matériau est l'un des paramètres clés et nécessaires ayant un rôle important pour prédire la dépendance de l'angle d'impact avec le taux d'érosion sous n'importe quelle incidence.

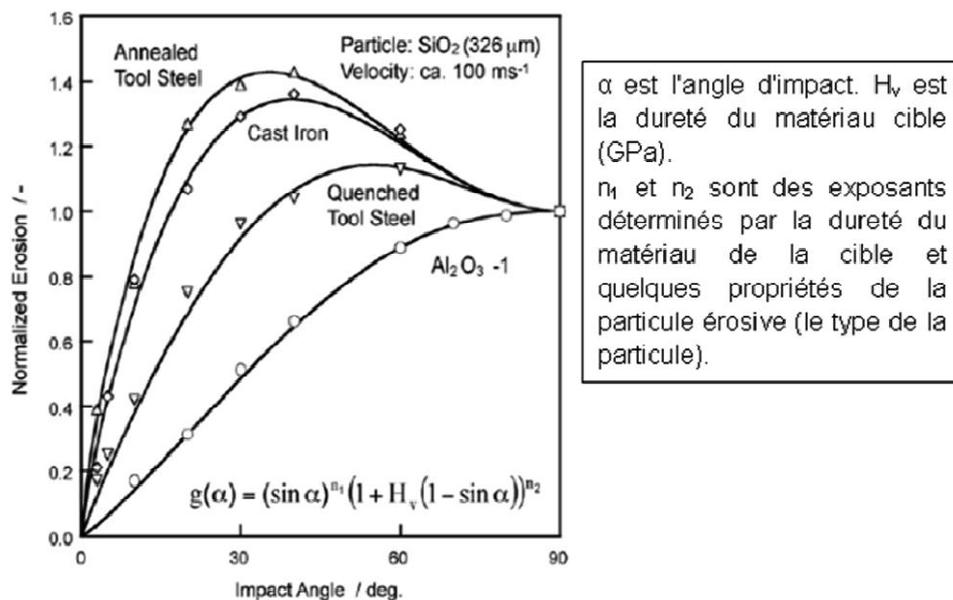


Figure 1.16 : Dépendance de l'érosion avec l'angle d'impact et la fonction de prédiction pour quelques matériaux (métalliques et céramiques) [9].

Tous les modèles présentés auparavant considèrent que l'énergie cinétique de la particule est entièrement transférée vers la surface cible (fragile ou ductile). En réalité, une grande partie de l'énergie est :

- soit retournée à la particule par la récupération élastique de la surface de la cible,

- soit elle est dissipée par d'autres moyens tels que les transformations de phase, les effets thermiques, les mécanismes de rupture, la déformation et la rupture des particules.

Bien que les transformations de phase (à l'exception du verre) et les effets thermiques soient généralement négligeables pour les matériaux fragiles, la plus importante source supplémentaire de dissipation de l'énergie cinétique pendant l'érosion de matériaux durs est la fracture de particules.

Plusieurs auteurs ont présenté des preuves de la fragmentation des particules en recueillant après les tests d'érosion la poudre résiduelle ou en mesurant la distribution de taille des particules avant et après le test [50,51]. A l'aide de prises de séquences vidéo ultra-rapides, Celotta et al. [52] ont photographié les particules pendant le choc, comme illustré à la figure 1.17 où on peut voir l'éclatement des particules de sable arrondi (300 μm) lors de l'impact sur une surface de carbure de tungstène. Ils mentionnent que l'évidence de la grande fragmentation des particules érosives contribue à la compréhension de la résistance à l'érosion des céramiques dures.

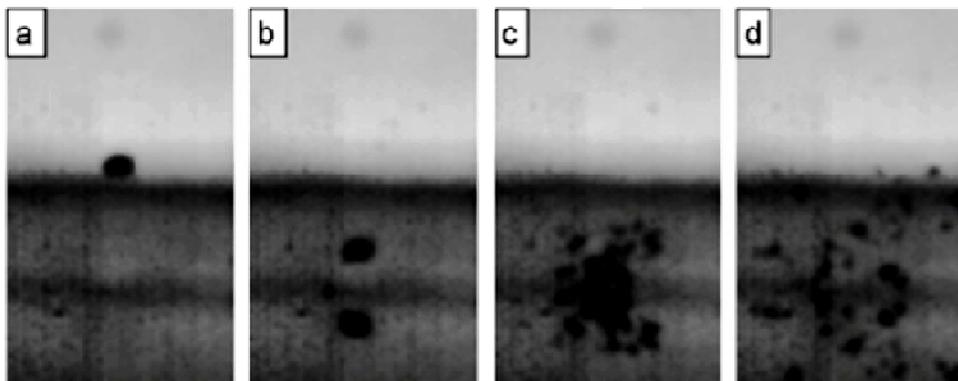


Figure 1.17 : Série de séquences vidéo ultra-rapides des particules de sable de 300 μm :
(a, b) Approche d'une surface de carbure de tungstène à une vitesse de 63 m/s
(c) et (d) impact avec fragmentation des particules [52].

De leur côté, E. Akbarzadeh et al. [53] notent que l'augmentation du taux de fragmentation des particules est liée à l'augmentation de leurs tailles. Alors que S. Srinivasan et R. O. Scattergood [54] ont montré que les particules sont généralement fragmentées lorsque le rapport de la dureté des particules (H_p) sur la dureté de la cible (H_c) devient inférieur à l'unité et que la fragmentation des particules augmente avec la vitesse d'impact.

Dans la littérature, on rapporte que plusieurs auteurs ont observé une augmentation des taux d'érosion quand il y a une augmentation du rapport (H_p/H_c) [55,53]. Donc l'érosion dépend fortement du rapport de dureté de la particule et de la cible.

Dans leurs travaux sur des matériaux fragiles, P. H. Shipway et al. [55] rapportent en conclusion que le mécanisme d'érosion dépend des propriétés à la fois de la cible et des particules. En général, si les particules sont plus dures que la cible, l'érosion se fera par un mécanisme de fissuration (mode élasto-plastique) conduisant à un arrachement de matière par écaillage. Mais si les particules sont moins dures que la cible, on assistera à un mécanisme de fragmentation réduisant ainsi la taille des grains. L'arrachement de matière se fera par effritement et la quantité de matière enlevée sera très réduite. On en déduit donc qu'on obtient de faibles valeurs du taux d'érosion. Un rebondissement par choc élastique pourra éventuellement se produire.

1.5. APPAREILS SOUFFLEURS DE SABLE :

Pour pouvoir étudier l'érosion et les paramètres qui l'influencent, on fait recours à des dispositifs qui consistent à projeter des particules solides sur des matériaux cibles.

Plusieurs types de dispositifs ont été conçus pour simuler le processus d'érosion des matériaux par impact de particules solides. On rapporte dans la littérature que le premier simulateur a été conçu en 1955. HUTCHING [22], par exemple, a présenté quatre dispositifs d'essais pour simuler les phénomènes érosifs par les techniques suivantes :

- Impact par des jets de particules
- Boucle de recirculation
- Accélérateur par centrifugation
- Bras tourbillon.

Dans la littérature, on trouve des bancs d'érosion verticaux et horizontaux avec buse à air ou à gaz, respectant les normes DIN 50 332 et ASTM G76-89. Le réglage et l'ajustage des paramètres des tests (distance buse-échantillon, angle et vitesse d'impact, réglage du débit des particules et positionnement des échantillons) se font avec une grande simplicité. Pour atteindre un écoulement stable du flux et éviter les turbulences entre les particules, il faut respecter le rapport entre la longueur de la buse et son diamètre (entre 25 et 80 selon la norme ASTM G76-89).

Différents capteurs peuvent être utilisés pour le contrôle de la masse de sable à projeter, ainsi que la concentration des particules transportées par le flux d'air [56]. Dans certaines études, le sable est recyclé [57]. L'angle d'impact peut être aussi fixé à 45° [58] comme il peut varier de 0° à 90° [59] (cas du Laboratoire des Matériaux Non Métalliques). Certains simulateurs avec recirculation d'air en circuit fermé sont équipés de capteurs pour la mesure et le contrôle de la température et de l'humidité [60] comme on peut le constater dans le tableau 1.1 qui résume les principaux paramètres ajustables pour quelques types de simulateurs d'érosion rencontrés dans la littérature.

Type de simulateur	Vitesse d'impact	Angle d'impact	Contrôle de la masse de sable	Contrôle de la concentration de sable	Recirculation du sable	Contrôle de la température	Contrôle de l'humidité
Souffleur à recirculation d'air en circuit fermé [58]	Variable en réglant la pression de l'air	Variable de 0° à 90°	Non	Oui	Oui	Oui	Oui
Dispositif à écoulement de sable [59]	Variable en réglant la distance entre la buse et le porte-échantillon	Fixé à 45°	Oui	Non	Non	Non	Non
Dispositif à tunnel pour sable [61]	-	-	Oui	Non	Non	Oui	Oui
Souffleur de sable à circuit ouvert [60]	Variable en réglant la pression de l'air et en réglant la distance entre la buse et le porte-échantillon	-	Oui	Non	Non	Non	Non
Souffleur de sable à circuit ouvert (Lab.Mat. non-métal)	Variable en réglant la distance entre la buse et le porte-échantillon	Variable de 0° à 90°	Oui	Non	Non	Non	Non

Tableau 1.1 : Quelques simulateurs du processus d'érosion utilisés dans les laboratoires.

Cependant et malgré l'avancée technologique importante, on note d'une part la difficulté de mesurer la vitesse des particules de façon individuelle et précise. Ceci est un inconvénient majeur de ces simulateurs. D'autre part, la rencontre des particules incidentes avec celles rebondissantes conduit à la formation d'un effet d'écran qui rend difficile la reproductibilité des essais surtout à incidence normale.

En plus de la variation de la vitesse d'impact (à cause de la chute de pression au niveau des compresseurs d'air ou le vieillissement du moteur du ventilateur), on mentionne l'usure (relativement rapide) de la buse (figure 1.18) qui doit canaliser d'une façon uniforme le flux des grains érosifs sur l'échantillon. Donc la reproductibilité des essais s'avère altérée ou parfois impossible [61]. A la complexité du phénomène d'érosion, s'ajoutent ces inconvénients qui rendent son étude assez difficile, ainsi que la modélisation des résultats obtenus.

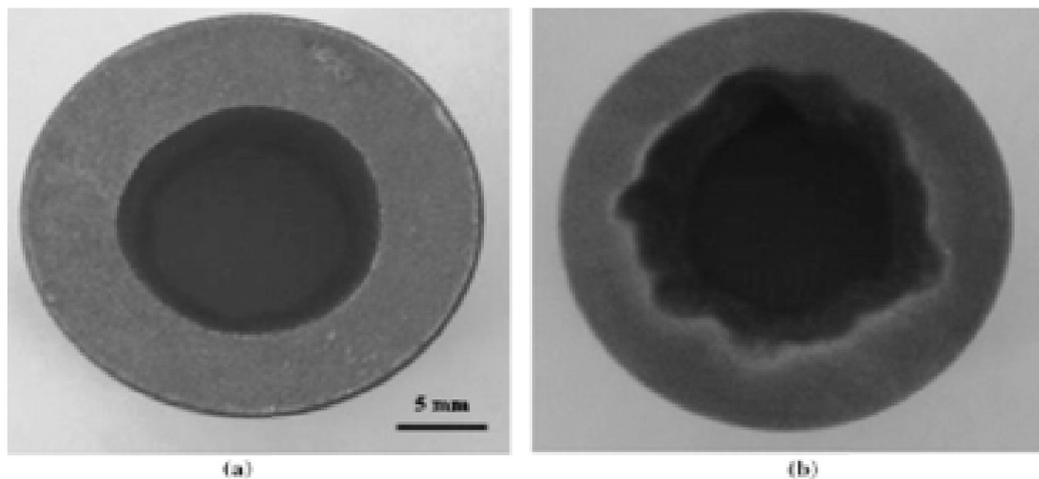


Figure 1.18 : Forme interne d'une buse avant et après usage de 10 heures [61].

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] T.A. Stolarski, «*Tribology in Machine Design*», Heiman Newnes, (1990) UK.
- [2] P.K. Reponen, «*Correlation of Material Characteristics and Wear of Powder Metallurgical Metal Matrix Composites*», Doctoral Theses in Materials and Earth Sciences, Helsinki University of Technology, Espoo, 1-2. (2006).
- [3] Halling, «*Principles of Tribology*», The McMillan Press Ltd, (1975) New York, USA.
- [4] K.G. Budinski, «*Surface Engg. for Wear Resistance*», (1998) N.J, USA.
- [5] C. Opris, R. Liu, M. Yao, X. Wu, «*Development of Stellite Alloy Composites With Sintering/Hiping Technique for Wear-Resistant Applications*», *Materials and Design*, 28 (2007) 581-591.
- [6] E. Robinowicz, «*Friction and Wear of Materials*», Willey, (1965) New York, USA.
- [7] J.R. Davis, «*Nickel, Cobalt, and Their Alloys*», ASM International, Materials Park, (2000) 362-406.
- [8] W.A. Glaeser, R.C. Erickson, K.F. Dufrane, J.W. Kannel, «*Tribology: the Science of Combatting Wear*», Battelle, Columbus, Ohio, (1994).
- [9] Y.I. Oka, S. Mihara, T. Yoshida, «*Impact-Angle Dependence and Estimation of Erosion Damage to Ceramic Materials Caused by Solid Particle Impact*», *Wear*, 267 (2009) 129-135.
- [10] S. Kamran, K. Chen, P. Patnaik, S. Yun, Y. Han, «*Current Status of Modeling Erosion and Erosion-Corrosion for Alloys and Protective Coatings*», NRC Protected A, 2 (2011) LTR-SMPL-2010-0223.
- [11] A.W. Ruff, S.M. Wiederhorn, «*Erosion by Solid Particle Impact*», In: Preece Center for Materials, editor. *Treatise on materials science and technology*, NBSIR 78-1575. New York, Academic Press (January 1979).
- [12] Preece C.M. and MacMillan N.H., «*Erosion*», *Annual Review of Materials Science*, 7 (1977) 95-121.
- [13] G. Sundararajan, «*The Solid Particle Erosion of Metals and Alloys*», *Trans. Indian Inst. Met*, 36(6) (1983) 474-495.
- [14] N. Adjouadi, «*Influence de l'Etat de Surface des Pare-Brises sur la Visibilité des Conducteurs*», Doctorat en science, (2015) IOMP, UFASétif.

- [15] I. Sevim, «*Effect of Abrasive Particle Size on Abrasive Wear Resistance in Automotive Steels*», Tribology in Engineering, chapter3, p29-46, (2013) Sevim licensee InTech. (<http://dx.doi.org/10.5772/55914>).
- [16] G.R. Abrahamson, «*Permanent Periodic Surface Deformations Due to a Travelling Jet*», J. Appl. Mech. E, 83 (1961) 519-528.
- [17] A.K. Cousen, I.M. Hutchings, «*Influence of Erodent Particle Shape on the Erosion of Mild Steel*», Eds J. E. Field, N. S. Comey, Proc. 6th Int. CM on Erosion by Liquid and Solid Impact, Paper 41, Cavendish Laboratory, Cambridge University, (September 1983), Cambridge,.
- [18] A.V. Reddy, G. Sundararajan, «*Erosion Behaviour of Ductile Materials with a Spherical Non-Friable Erodent*», Wear, 111(3) (1986) 313-323.
- [19] G.L. Sheldon, I. Finnie, «*On the Ductile Behavior of Nominally Brittle Materials during Erosive Cutting*», Jour. of Engine. for Industry, 88 (1966) 387-392.
- [20] G.K. Drensky, «*Experimental Investigation of Composite Material Erosion Characteristics under Conditions Encountered in Turbofan Engines*», Doctor of Philosophy (Ph.D),University of Cincinnati, 2007.
- [21] I. Finnie, «*Some Reflections on The Past and Future of Erosion*», Wear, 186-187 (1995) 1-10.
- [22] I.M. Hutchings, «*Tribology : Friction and Wear of Engineering Materials*», London: CRC Press, 1992.
- [23] G.P. Tilly, «*A Two Stage Mechanism of Ductile Erosion*», Wear, 23 (1973) 87-96.
- [24] R.Jr. Bellman, A. Levy, «*Erosion Mechanism in Ductile Metals*», Wear, 70 (1981) 1-27.
- [25] A.V. Levy, «*The Solid Particle Erosion Behavior of Steel as a Function of Microstructure*», Wear, 68 (1981) 269-87.
- [26] G.L. Sheldon, A. Kanhere, «*An Investigation of Impingement Erosion Using Single Particles*», Wear, 21 (1972) 195-209.
- [27] I. Finnie, D.H. McFadden, «*On the Velocity Dependence of the Erosion of Ductile Metals by Solid Particles at Low Angles of Incidence*», Wear, 48 (1978) 181-90.
- [28] I.M. Hutchings, «*Introduction to the Microscopy of Erosion*», Journal of microscopy, 130 (1983) 331-338.
- [29] R.F. Cook, G.M. Pharr, «*Direct Observation and Analysis of Indentation Cracking in Glasses and Ceramics*», Jour. of the Amer. Ceram. Soc., 73 (1990) 787-817.

- [30] B.R. Lawn, E.R. Fuller, «*Equilibrium Penny-Like Cracks in Indentation Fracture*», *Journal of Materials Science*, 10 (1975) 2016-2024.
- [31] A.G. Evans, «*Impact Damage in Brittle Materials in the Elastic-Plastic Response Regime*», *Proceedings of the Royal Society of London, Series A (Mathematical and Physical Sciences)*, 361 (1978) 343-65.
- [32] S.M. Wiederhorn, B.R. Lawn, «*Strength Degradation of Glass Impacted with Sharp Particles. I. Annealed Surfaces*», *Jour. of Amer. Ceram. Soc.*, 62 (1979) 66-70.
- [33] M. Buijs, «*Erosion of Glass as Modeled by Indentation Theory*», *Journal of the American Ceramic Society*, 77 (1994) 1676-1678.
- [34] D.B. Marshall, «*Elastic/Plastic Indentation Damage in Ceramics: The Lateral Crack System*», *Journal of the American Ceramic Society*, 65 (1982) 561-566.
- [35] P.J. Slikkerveer, P.C.P. Bouten, F.H. in't Veld, H. Scholten, «*Erosion and Damage by Sharp Particles*», *Wear*, 217 (1998) 237-50.
- [36] I.M. Hutchings, «*Mechanical and Metallurgical Aspects of the Erosion of Metals*», Proc. Conf. on Corrosion/Erosion of Coal Conversion System Materials (Ed. Levy A.V.) NACE, Houston, (1979) 393.
- [37] J.E. Goodwin, W. Sage, G.P. Tilly, «*Study of Erosion by Solid Particles*», Proc. Inst. of Mech. Engg. (London), 184 (1969) 279-292.
- [38] M. Roy, Y. Tirupataiah, G. Sundararajan, «*The Effect of Particle Shape on the Erosion of Cu and its Alloys*», *Material Science and Engineering*, 165A (1993) 51-63.
- [39] G. Sundararajan, M. Roy, «*Review of Solid Particle Erosion Behaviour of Metallic Materials at Room and Elevated Temperatures*», *Tribology International*, 30-5 (1997) 339-359.
- [40] I.M. Hutchings, «*Ductile-Brittle Transitions and Wear Maps for the Erosion and Abrasion of Brittle Materials*», *Jour. of Physics D: Applied Physics*, 25 (1992) 212-221.
- [41] Y.I. Oka, M. Nishimira, K. Nagahashi, M. Matsumura, «*Control and Evaluation of Particle Impact Conditions in a Sand Erosion Test Facility*», *Wear*, 250,2001, p736-743.
- [42] S. Lathabai, M. Ottmüller, I. Fernandez, «*Solid Particle Erosion Behaviour of Thermal Sprayed Ceramic, Metallic and Polymer Coating*», *Wear*, 221 (1998) 93-108.
- [43] G. Sundararajan, P.G. Shewmon, «*A New Model for the Erosion of Metals at Normal Incidence*», *Wear*, 84 (1983) 257-258.

- [44] B.A. Lindsley, A.R. Marder, «*The Effect of Velocity on the Solid Particle Erosion Rate of Alloys*», *Wear*, 225-229(1999) 510-516.
- [45] A. Yabuki, K. Matsuwaki, M. Matsumura, «*Critical Impact Velocity in The Solid Particles Impact Erosion of Metallic Materials*», *Wear*, 233-235 (1999) 468-475.
- [46] M. Liebhard, A.V. Levy, «*The Effects of Erodent Particle Characteristics on the Erosion of Metals*», *Proc. Int. Conf. on Wear of Materials*, (Eds. Ludema K.C. and Bayer R.G.) ASME, (1991) 245.
- [47] A.Soualem, «*Effet de la Vitesse de Projection de Sable et de la Taille des Grains sur l'érosion du Verre Sodo-Calcique*», Mémoire de Magister, IOMP Sétif 1997.
- [48] I.M. Hutchings, «*Transitions, Threshold Effects and Erosion Maps*», *Key Engineering Materials*, 71 (1992) 75-92.
- [49] J. Ismail, F. Zaïri, M. Naït-Abdelaziz, S. Bouzid, Z. Azari, «*Experimental and Numerical Investigations on Erosion Damage in Glass by Impact of Small-Sized Particles*», *Wear*, 271 (2011) 817–826
- [50] P.H. Shipway, I.M. Hutchings, «*The Influence of Particle Properties on the Erosive Wear of Sintered Boron Carbide*», *Wear*, 149 (1991) 85-98.
- [51] P.J. Slikkerveer, «*Alumina Particle Degradation during Solid Particle Impact on Glass*», *Journal of the American Ceramic Society*, 83 (2000) 2263-2266.
- [52] D.W. Celotta , U.A. Qureshi, E.V. Stepanov, D.P. Goulet, J. Hunter, C.H. Buckberry, R. Hill, S.V. Sherikar, M. Moshrefi-Torbati, R.J.K. Wood, «*Sand Erosion Testing of Novel Compositions of Hard Ceramics*», *Wear*, 263 (2007) 278-83.
- [53] E. Akbarzadeh, E. Elsaadawy, A.M. Sherik, J.K. Spelt, M. Papini, «*The Solid Particle Erosion of 12 Metals Using Magnetite Erodent*», *Wear*, 282-283(2012) 40-51.
- [54] S. Srinivasan, R.O. Scattergood, «*Effect of Erodent Hardness on Erosion of Brittle Materials*», *Wear*, 128 (1988) 139-152.
- [55] P.H. Shipway, I.M. Hutchings, «*Role of Particle Properties in the Erosion of Brittle Materials*», *Wear*, 193 (1996) 105-113.
- [56] M. Karim, S. Naamane , C. Delord A. Bennouna, «*Laboratory Simulation of The Surface Erosion of Solar Glass Mirrors*», *Solar Energy*, 118 (2015) 520-532.
- [57] S. Caron, «*Accelerated Aging of Thick Glass Second Surface Silvered Reflectors under Sandstorm Conditions*», Master level thesis from European Solar Engineering School, No. 146. (2011).

- [58] M. Magdich, «*Durability in Desert Environments*», Eco Guardian, Global CSP & PV Guardian. (2011).
- [59] Y. Gachon, , A. Vannes, , G. Farges, , M.Sainte Catherine, I. Caron, G. Inglebert, «*Study of Sand Particle Erosion of Magnetron Sputtered Multilayer Coatings*», Wear, 63-274 (1999) 233-235,
- [60] E.G. Collier, «*Development and Use of a Duststorm Simulation Chamber to Evaluate Solar Concentrator Degradation as Characterized by Loss in Reflectivity*», Texas Tech University, (1980).
- [61] D. Jianxin, L. Lili, L. Jianfeng, D. Mingwei, Y. Xuefeng, «*Development of Sic/(W,Ti)C Gradient Ceramic Nozzle Materials for Sand Blasting Surface Treatments*», Intern. Jour. of Refractory Metals & Hard Materials, 25 (2007) 130-137.

Chapitre II : Sablage des Échantillons.

2.1. INTRODUCTION	32
2.2. PROCÉDURE DE SABLAGE	33
2.2.1. Dispositif souffleur de sable	33
2.2.2. Sable utilisé	33
2.2.3. Verre utilisé	35
2.2.4. Conditions de sablage	35
2.3. RÉSULTATS ET INTERPRÉTATIONS	36
2.3.1. Observations Microscopiques	36
2.3.2. Taux d'endommagement	39
2.3.3. Rugosité	45
2.3.3.1. Effet de la masse de sable projetée et de la vitesse du flux d'air	46
2.3.3.2. Effet de la taille des grains du sable utilisé	51
2.3.4. Transmission Optique	56
2.3.4.1. Effet de la masse de sable projetée	56
2.3.4.2. Effet de la taille des grains du sable utilisé	57
2.3.4.3. Effet de la vitesse du flux d'air	58
Conclusion	62
Références bibliographiques	63

Chapitre II : SABLAGE DES ÉCHANTILLONS

2.1. INTRODUCTION :

Dans le Sahara, les tempêtes de sable sont responsables de la dégradation de la surface d'un grand nombre d'objets, en particulier des matériaux fragiles tels que les céramiques et les verres. Dans le cas du verre par exemple, les impacts provoqués par les particules de sable sur la surface mènent des endommagements plus ou moins graves. En général, il y a formation de microfissures, similaires à celles induites par indentation Vickers. Lorsque la durée des vents de sable augmente, il se produit une érosion qui entraîne la formation de zones endommagées. Ces zones endommagées tendent à se généraliser sur toute la surface exposée au flux de sable. Elles sont la cause d'une forte réduction des propriétés de surface telles que la résistance mécanique à la rupture et la transmission optique par diffusion de la lumière incidente.

Des travaux antérieurs [1,2] ont montré que l'état de surface de verre joue un rôle important dans les différentes utilisations des feuilles de verre (pare-brise et optiques des véhicules, pare-brise d'avions, panneaux solaires, différents vitrages,...). Dans la plupart des applications, la surface du verre est exposée à une variété de conditions externes agressives telles que la corrosion, les réactions chimiques et les dommages mécaniques. Ruff et Wiederhorn [3], Hutchings [4] et d'autres auteurs ont rapporté que l'érosion des matériaux fragiles, tels que les vitrages, est affectée par de nombreux facteurs : les propriétés des particules incidentes (c'est à dire la taille, la forme, la densité, la dureté et la ténacité), les propriétés des matériaux cibles (c'est à dire la dureté, la ténacité et l'état de surface), et les conditions d'essai (vitesse d'impact, angle d'impact, température, environnement humide ou sec). Pendant les tempêtes de sable, tous ces différents paramètres sont impliqués en même temps et d'une manière très aléatoire (taille des grains, leurs formes très variables, vitesses variables au cours de la même tempête, des angles d'impact variables,...). Ceci rend l'étude de l'érosion par vents de sable très compliquée.

Ces paramètres sont régis par la turbulence des vents enregistrés au niveau du sol. En effet, la présence des dunes avec des tailles variables ou parfois des habitations conduit à des mouvements aléatoires du vent. L'impact des grains de sable sur la surface du verre, crée des défauts qui altèrent l'état de surface.

2.2. PROCÉDURE DE SABLAGE :

Afin de simuler les conditions réelles du processus de sablage dans les déserts Sahariens, on a entrepris des essais en utilisant :

2.2.1. Dispositif souffleur de sable type « Simulateur horizontal » :

Le simulateur de type horizontal (figure 2.1) utilisé dans ce travail est composé d'un ventilateur, d'une buse, d'une trémie, et d'un système porte-échantillon orientable entre 0° et 90° . A l'aide du ventilateur à vitesse variable, le flux d'air résultant projette les particules de sable dans une buse sur un échantillon en position fixe sous un angle d'incidence donné. L'alimentation en particules se fait à travers une trémie à débit variable. L'angle d'impact est obtenu par l'orientation de l'échantillon dans son plan normal à la direction de la buse.

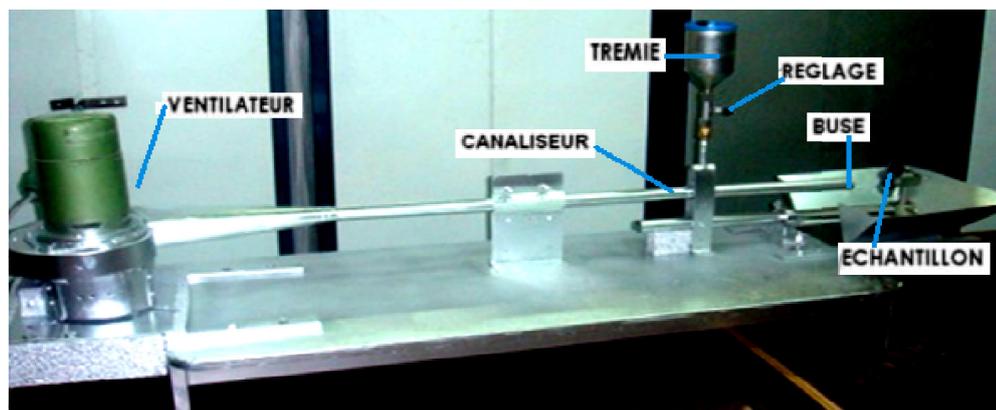


Figure 2.1 : Dispositif souffleur de sable utilisé.

Le sablage de type sec réalisé avec ce simulateur permet de faire une simulation expérimentale proche des conditions climatiques réelles qui sévissent au Sahara. Il s'agit essentiellement de la vitesse des particules de sable érodantes. Selon les services de la station météorologique d'Ouargla, la vitesse moyenne enregistrée dans la région est de l'ordre (55-65 Km/h) [5], ce qui correspond environ à 16,5 m/s. Alors que la plus grande vitesse enregistrée est de l'ordre de 110 Km/h. En effet le dispositif utilisé, respectant les normes DIN 50 332 et ASTM G76-89, couvre largement ces valeurs.

Sable utilisé:

Le sable utilisé dans les tests d'érosion provient de la région Saharienne d'Ouargla (Sud de l'Algérie). Les particules se présentent souvent sous forme arrondie avec parfois des formes angulaires. La granulométrie moyenne varie entre 250 et 400 μm , bien qu'on

puisse rencontrer des grains de taille nettement plus grande (figure 2.2). La micro-dureté Vickers des grains de sable a été déterminée sous une charge de 0,8 N en noyant les grains de sable dans une résine thermodurcissable, bien polie. Dix essais de microdureté Vickers ont été effectués sur des grains de sable de taille moyenne, de manière à obtenir des empreintes assez claires. La valeur moyenne de la micro-dureté Vickers obtenue est $12,43 \pm 2,27$ GPa. L'écart est probablement dû à la nature chimique des grains de sable qui contiennent des quantités d'oxydes métalliques et d'impuretés différentes. Les masses de sable ont été mesurées à l'aide d'une balance Sartorius avec une précision de 0,1 mg. L'analyse granulométrique réalisée auparavant a montré que 90% des tailles de grains sont situées dans l'intervalle (250-400) μm . Ce sable sera appelé dans la suite de cette étude **sable classe1**.

Par tamisage du sable brut, une sélection des grains de plus grandes tailles comprises dans l'intervalle (450-890) μm a été effectuée pour avoir un sable dont la taille en moyenne des grains est plus grande que celle du sable classe1. Ce sable sera désigné par **sable classe2** dans la suite de ce travail.

Il est à noter que pour obtenir une quantité de 4 Kg de sable classe2, il faut environ 120 Kg de sable brut à tamiser. Toutes les quantités (de masse identique) de sable brut ont été tamisées de la même manière (même vitesse et même durée de tamisage).

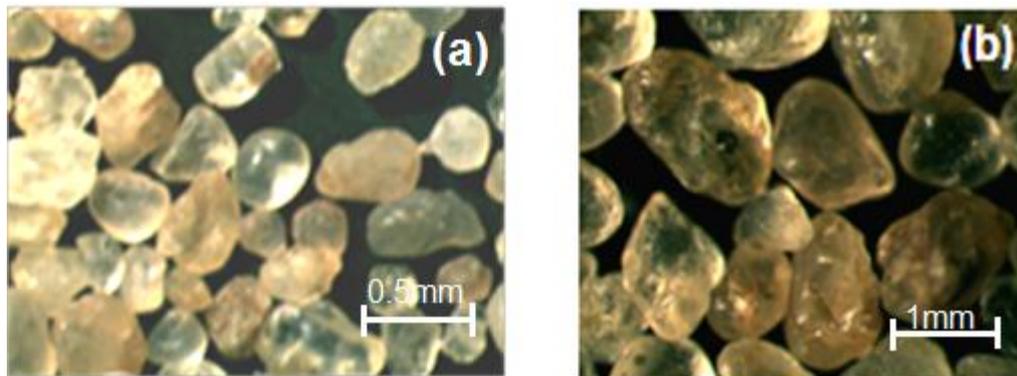


Figure 2.2 : Micrographies d'échantillons de grains utilisés dans les essais d'érosion.

(a) Sable classe1 (250 μm - 400 μm) (b) Sable classe2 (450 μm - 890 μm).

Le sable en question est composé de plusieurs oxydes dont les compositions (chimique et minéralogique) sont données dans les tableaux 1 et 2 [6]. La composition chimique contient essentiellement l'oxyde de Silicium (SiO_2) en présence du Na_2O , et d'autres oxydes en faible pourcentage [7].

Tableau 2.1. Composition chimique du sable utilisé.

Oxydes	SiO ₂	Na ₂ O	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃
Masse (%)	72,88	24,00	0,80	0,43	1,84	0,05

Tableau 2.2. Composition minéralogique du sable utilisé [8].

Constituants Minéraux	Quartz	Tourmaline	Liménite	Limonite	gypse
Dureté à l'échelle de Mohs	7	7-7,5	5-6	2-5	2

2.2.2. Verre utilisé:

Dans le but d'éliminer les défauts survenant lors du découpage d'échantillons à partir d'une feuille de verre float, on a opté pour des lames de verre microscopique de bonne finition, de marque ISOLAB (*Laborgeräte GmbH- GERMANY*) de dimensions (76x26x1,1) mm³, qui seront utilisées comme substrats dans nos essais.

2.2.3. Conditions de sablage:

Deux groupes d'échantillons ont été sablés sous les conditions regroupées dans le tableau suivant :

Tableau 2.3. Conditions de sablage

Conditions	1 ^{er} groupe	2 ^{ème} groupe
Type de sable utilisé	Classe1, Classe2	Classe1
Masses de sable projeté Mp (g)	(50–200)g avec un pas de 50g	(20–160)g
Vitesse du flux d'air V (m/s)	20, 25 et 30 m/s	20
Angle de projection des particules (°)	90°	30°, 60° et 90°
Distance buse-échantillon (mm)	100	100
Débit moyen (g/s)	2,03	1,60
Essais réalisés à température et humidité ambiantes : (23 ± 2)°C et (36 ± 2)%.		

Après avoir effectué les tests de sablage, tous les échantillons sont soumis à un nettoyage à l'éthanol pour éliminer la poussière résultante du processus de sablage et dégraisser les échantillons de toutes les impuretés lors de la manipulation.

2.3. RÉSULTATS ET INTERPRÉTATIONS

Vu leur nombre élevé de résultats, un certain nombre de micrographies des surfaces, de spectres de transmission et de profils de rugosité des échantillons est placé dans la partie des Annexes. Excepté ceux révélant l'effet de la variation d'angle, les résultats mentionnés ci-dessous concernent le 1^{er} groupe des échantillons sablés vus qu'ils intègrent ceux des échantillons du 2^{ème} groupe.

2.3.1. Observations Microscopiques:

Dans la figure 2.3, des micrographies des surfaces sablées sont présentées. On observe que lorsque les masses de sable projeté augmentent, le nombre et la taille des défauts augmentent progressivement. Au début du sablage, il y a une formation d'impacts individuels répartis de façon aléatoire sur la surface. Dans la plupart des cas, le site d'impact est entouré de quelques écailles. Lorsqu'on augmente les masses de sable ou la vitesse du flux, la densité des défauts augmente et il se forme des interactions entre les défauts voisins, menant à une extension des défauts initiaux. Ce phénomène conduit finalement à la formation de zones endommagées (zones sombres dans les micrographies de la figure 2.3). Lorsque la masse de sable projeté augmente encore (et/ou la vitesse de projection), l'endommagement tend à couvrir toute la surface du verre pour atteindre l'état de saturation.

D'après les micrographies des surfaces sablées qui sont présentées dans la figure 2.3, on remarque que les dommages surfaciques causés par les impacts des grains de sable sur les cibles en verre ne sont pas identiques pour tous les cas (masse projetée, taille des grains, vitesse du flux). Par exemple, on distingue clairement que les dégradations de l'état de surface causées par la projection d'une masse de 200 g de sable classe1 à une vitesse de 30 m/s ne sont pas similaires à celles causées par une masse de 100 g à la même vitesse.

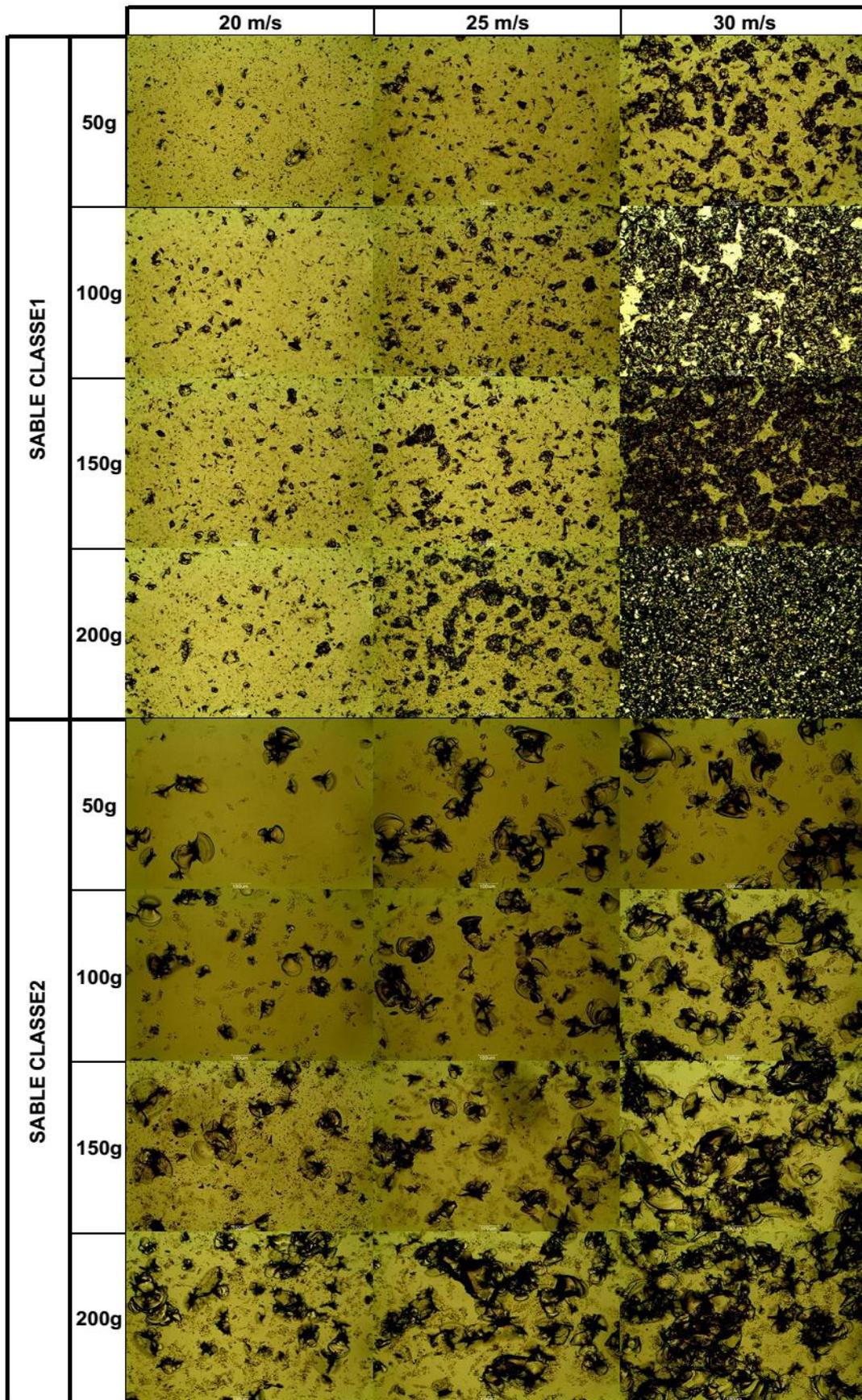


Figure 2.3 : Micrographies des échantillons sablés sous différentes masses projetées, différents vitesses d'impact et différentes tailles de grains.

La figure suivante montre quelques détails de défauts typiques générés sur la surface de verre par projection de 150 g de grains de sable. En augmentant le grossissement, il apparaît que les sites d'impact sont fortement endommagés. De nombreuses microfissures confirment le caractère fragile du verre sablé. En outre, certains fragments de verre ou de particules désintégrées peuvent se loger dans les sites d'impact, comme c'est indiqué par des flèches sur les deux dernières micrographies. Tout cela favorise l'augmentation de la rugosité et la perte de la transmission optique.

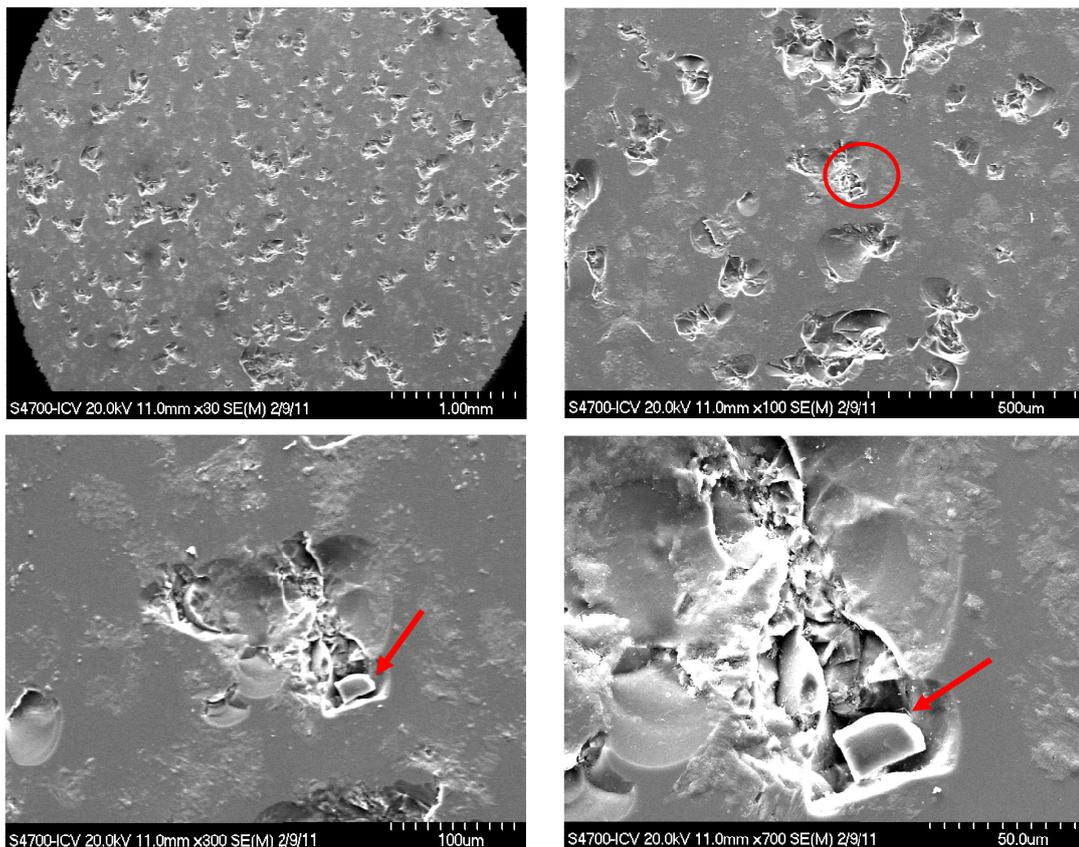


Figure 2.4 : Micrographies MEB montrant une vue générale d'une surface sablée avec 150 g et certains détails de défauts typiques induits au cours de l'érosion du verre.

Les flèches montrent un fragment de verre logé dans un cratère.

L'ampleur des défauts est observée pour les conditions les plus sévères (zones sombres dans la figure 2.3). L'endommagement s'intensifie par l'augmentation de la vitesse. La taille moyenne des défauts augmente de 50 à 400 μm .

La figure 2.5 présente d'autres micrographies MEB où on montre l'agrandissement d'un cratère avec deux surfaces concaves laissées par des écailles détachées. Au niveau du cratère, on voit clairement un endommagement de la matière. De même, les

micrographies confirment l'absence totale de plasticité, même localisée. De ce fait, on déduit que le mécanisme d'érosion, dans notre cas, est typique des matériaux fragiles. La collision de particules de sable sur la surface du verre induit la nucléation d'un réseau très complexe de microfissures menant à un enlèvement de matière dont le mécanisme est difficile à décrire. La forme concave et lisse des écailles favorise la diffusion de la lumière.

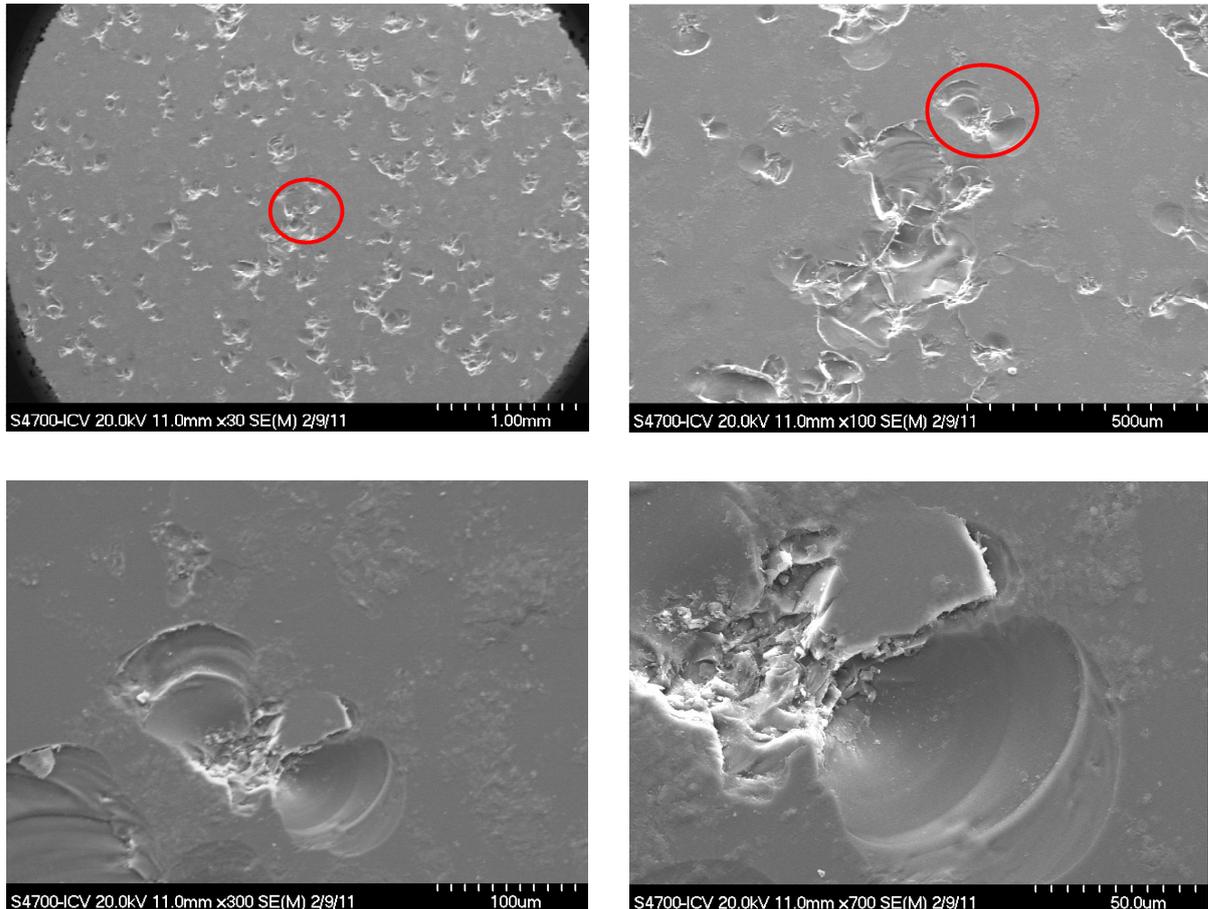


Figure 2.5 : Micrographies d'échantillons sablés montrant des défauts de sablage sous différents grossissements.

Hockey et al. [9] et Evans et al. [10] ont essayé d'éclaircir les types d'endommagements induits par impacts de petites particules dures sur la surface du verre. Ils ont rapporté que les défauts causés présentent une grande similarité à ceux générés au cours de l'indentation statique. Les particules arrondies induisent des défauts similaires à ceux obtenus lors de l'indentation hertzienne, mais nécessitant une énergie cinétique élevée.

2.3.2. Taux d'endommagement :

En considérant que le processus d'érosion par sablage est un phénomène d'endommagement de la surface, associé à un enlèvement de matière causé par des

impacts successifs et répétés. Une évaluation de l'ampleur de ces dégâts peut renseigner qualitativement sur l'augmentation de la rugosité et la perte de transmission optique.

Pour cela, nous avons déterminé le taux d'endommagement de la surface par l'utilisation d'un logiciel de traitement d'image (Motic IMAGES Plus Version 2.0). Rappelons que le taux d'endommagement « E » est calculé par :

$$E (\%) = [\text{Surface endommagée} / \text{Surface observée}] * 100\% \quad (2.1)$$

Pour déterminer ce paramètre, nous avons classé une surface localisée au centre de la tache érodée. D'après Chevalier et al. [11], l'érosion est importante au centre de la surface érodée en raison du flux important de particules qui la touche. De plus, c'est le point où l'énergie des particules est importante et le nombre des impacts de particules est le plus élevé. Un exemple est illustré sur la figure 2.6 où on représente une micrographie prise pour une masse de sable classe1 de 150 g projetée à une vitesse de 25 m/s et son image homologue qui a été traitée numériquement pour déterminer la densité des défauts.

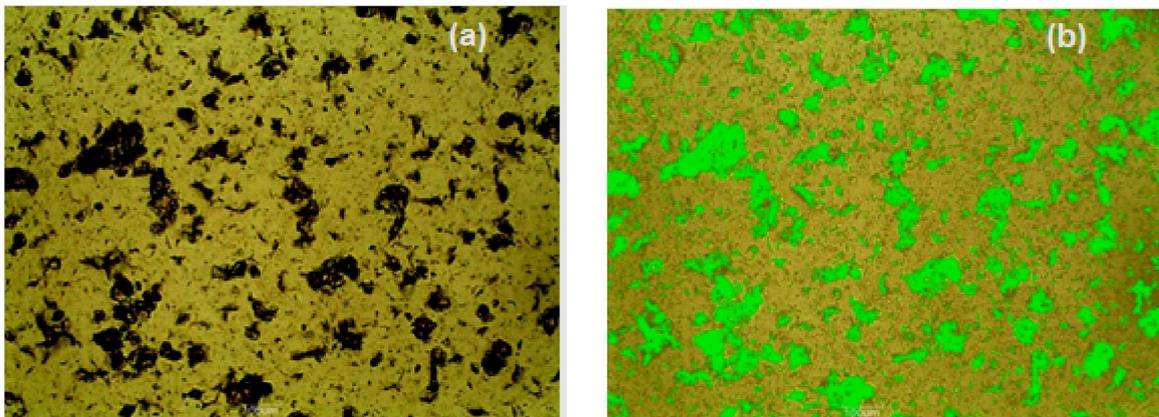


Figure 2.6 : Micrographies d'un échantillon sablé (150g, 25 m/s, sable classe1).

(a) image originale. (b) image homologue traitée.

Il est très important de faire une distinction entre le taux d'endommagement E et le taux d'érosion E_r qui sont deux grandeurs différentes décrivant le même état.

On mentionne que, dans des conditions d'érosion idéalement fragiles (céramiques/verres), le paramètre E_r ne dépend que de:

- la composante normale de la vitesse d'impact, ce qui revient à la valeur de l'énergie cinétique déployée.
- la taille moyenne des particules d'érosion [3,12,13,14].

La figure 2.7 représente la variation du taux d'endommagement en fonction de la masse projetée des deux types de sable.

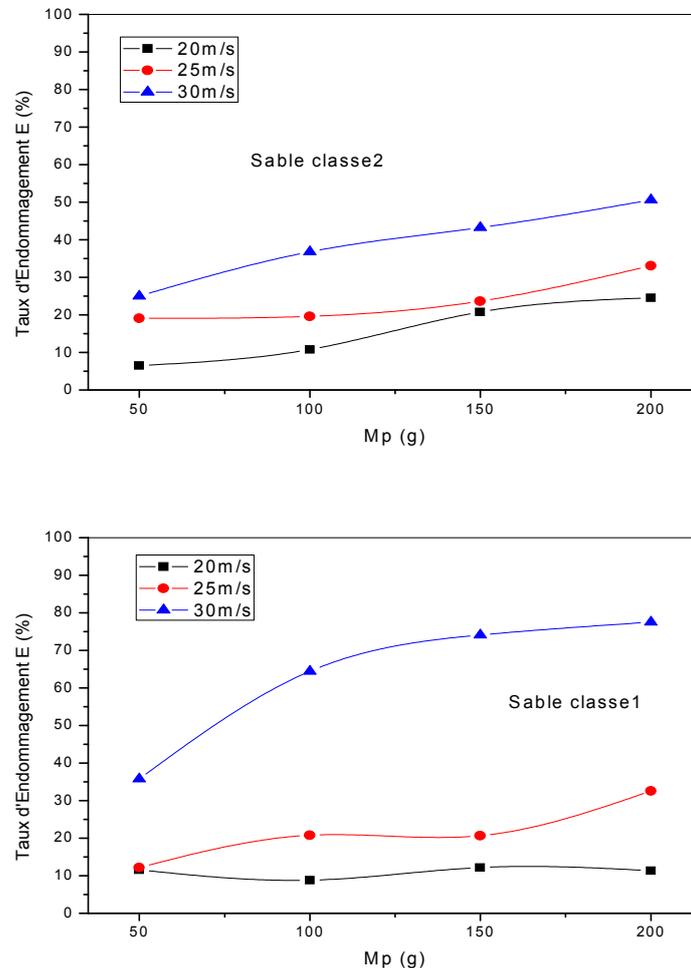


Figure 2.7 : Taux d'endommagement en fonction de M_p pour différentes vitesses.

(a) Sable classe 2. (b) Sable classe 1.

Dans la figure 2.7.a, on remarque que les courbes présentent un comportement presque linéaire et faiblement croissant pour toutes les vitesses. La variation à 30 m/s est clairement décalée par rapport aux deux autres cas. Notons que pour une vitesse donnée, plus la masse de sable projeté est grande, plus l'endommagement prend de l'ampleur. Donc on peut admettre qu'un nombre croissant de microfissures superficielles et de cratères se développent. Les possibilités d'interactions entre défauts voisins augmentent également et peuvent mener à des zones endommagées.

Selon les modèles établis dans la littérature, il est clair que l'arrachement de la matière est essentiellement activé par la vitesse des particules érosives [15]. Notons que dans nos

conditions de sablage et malgré l'interaction visiblement nette entre les défauts générés sur la surface (figure 2.3), la saturation n'est pas atteinte ($E_d = 50,64\%$ pour le cas le plus défavorable : $M_p = 200$ g et $V = 30$ m/s).

Pour le sable classe1 (figure 2.7.b), bien que l'augmentation de la masse projetée conduit à une croissance du taux d'endommagement similaire au cas précédent, l'augmentation de la vitesse conduit à des variations relativement importantes du taux d'endommagement lors du passage de la vitesse 25 à 30 m/s. Dans les micrographies de la figure 2.3, la pré-saturation est nettement visible pour la masse de 200 g projetée à 30 m/s.

Ceci marque l'accroissement de l'endommagement des surfaces durant le processus du sablage, mais de façon différente pour des tailles de grains différentes. Dans la littérature [10,16], il est bien établi que l'érosion des matériaux fragiles avec des particules solides anguleuses conduit à des états élasto-plastiques. Le mécanisme d'arrachement de matière repose sur le phénomène d'initiation et de propagation des microfissures latérales en sub-surface [12,18]. Sous une autre formulation, l'endommagement peut être décrit comme étant une détérioration progressive du matériau en fonction des paramètres régissant ce processus, entre autre *la vitesse d'impact* et *la taille des grains* [5].

La figure 2.8 présente la variation des taux d'endommagement causés par des grains de sables de tailles différentes pour différentes vitesses de flux.

D'une manière générale, on observe un accroissement de E_d en fonction de M_p . Les courbes obtenues à 25 m/s se chevauchent (b), alors que pour la vitesse 30 m/s (c), une grande différence est observée entre l'effet des grains du sable classe1 et celui des grains du sable classe2. Il apparaît que le sable classe1 est plus destructeur, en superficie, que le sable classe2. Ce qui est à l'inverse dans le cas de la vitesse 20 m/s (a).

Dans le processus d'érosion, chacun des grains possède au moment de l'impact, une énergie cinétique qui est fonction de sa vitesse et de sa masse. Cette énergie est responsable du dommage causé. Une variation de l'un de ces deux paramètres, et en particulier la vitesse, peut modifier sensiblement l'intensité de l'impact. Ce qui explique la croissance des valeurs du taux d'endommagement lors de l'augmentation de la vitesse et/ou de la masse.

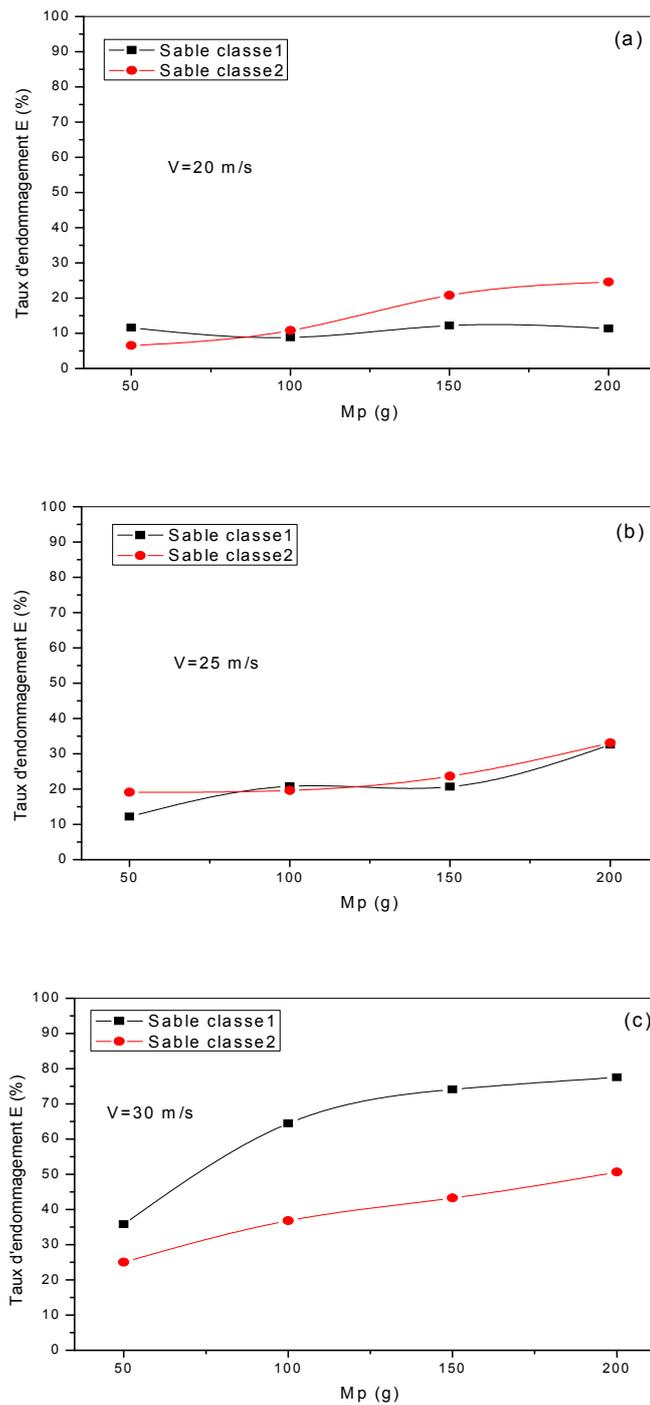


Figure 2.8 : Comparaison des taux d'endommagement obtenus sous différentes conditions.

Du côté granulométrie, on peut citer 04 paramètres qui influencent l'endommagement :

- on a la forme des grains projectiles : dans notre cas, nous avons vu que la forme des grains est grossièrement arrondie avec quelques grains anguleux. Du moment

qu'il s'agit du même sable (de Ouargla), on peut conclure que la forme des grains joue le même rôle dans les mécanismes d'érosion pour les deux types de sable.

- On a la taille des grains qui conditionne essentiellement leurs poids. Il est évident que l'accroissement de la taille favorise nettement l'activité érosive et contribue aussi à la formation de cratères si la vitesse d'impact est élevée.
- On a aussi la vitesse des particules qui joue un rôle dans l'érosion plus important que celui de la masse, conformément à la définition de l'énergie cinétique des grains projectiles. Un accroissement de la vitesse des particules projectiles entraîne un accroissement de l'endommagement de la surface.
- On a enfin le nombre de grains, par unité de masse, qui impactent la surface exposée. Pour une masse de sable constante, ce nombre augmente de façon très significative quand la taille diminue. Comme exemple, pour une masse de 100 g de sable classe1 érodant une surface de verre à une vitesse de 25 m/s, on enregistre environ 4199 défauts/mm². Alors que pour la même masse et la même vitesse avec une taille de grains plus grande (sable classe2), la densité chute à 1495 défauts/mm².

Cela veut dire que dans des conditions d'érosion identiques (même vitesse du flux, même masse de sable projeté), un sable fin "érode" (*en étendue plus qu'en profondeur*) d'une manière plus importante qu'un sable gros en raison du nombre d'impacts nettement plus grand par unité de masse. Cela explique le fait pour la même masse et la même vitesse, le taux d'endommagement est plus élevé dans le cas du sable classe1 qui est mono-dispersé par rapport au cas du sable classe2. Bien sûr, ceci est valable pour un niveau d'énergie d'impact supérieur à l'énergie minimale capable de provoquer un arrachement de matière, donc à une vitesse relativement grande [19] : c'est le cas de la vitesse 30 m/s (figure 2.8.c). Sinon (c'est-à-dire à des vitesses relativement faibles), le rôle s'inverse du fait que le gros grain possède, à l'impact de la surface cible, une énergie cinétique plus forte que celle d'un grain fin (à cause de la masse) causant ainsi un endommagement plus important que celui d'un grain fin (ce dernier ne laisse parfois même pas d'empreintes significatives à moins que se soient des empreintes suite à un cumul d'impacts répétés - érosion par fatigue) : c'est le cas de la vitesse 20 m/s (a) où les forces d'impacts des grains du sable classe1 ne sont pas assez puissantes pour impressionner la surface aussi bien que celles des grains du sable classe2 [19].

La figure b montre un chevauchement entre les courbes du taux d'endommagement à une vitesse de 25 m/s. Ceci indique une concurrence grossièrement égale entre le travail effectué par le *nombre* de grains du sable classe1 et celui développé par les grains du sable classe2.

Nous représentons, dans la figure 2.9, les variations du taux d'endommagement en fonction de la masse projetée pour les deux types de sable utilisés, dans le but d'éclaircir par la suite, son effet sur les variations de la rugosité et de la transmission optique.

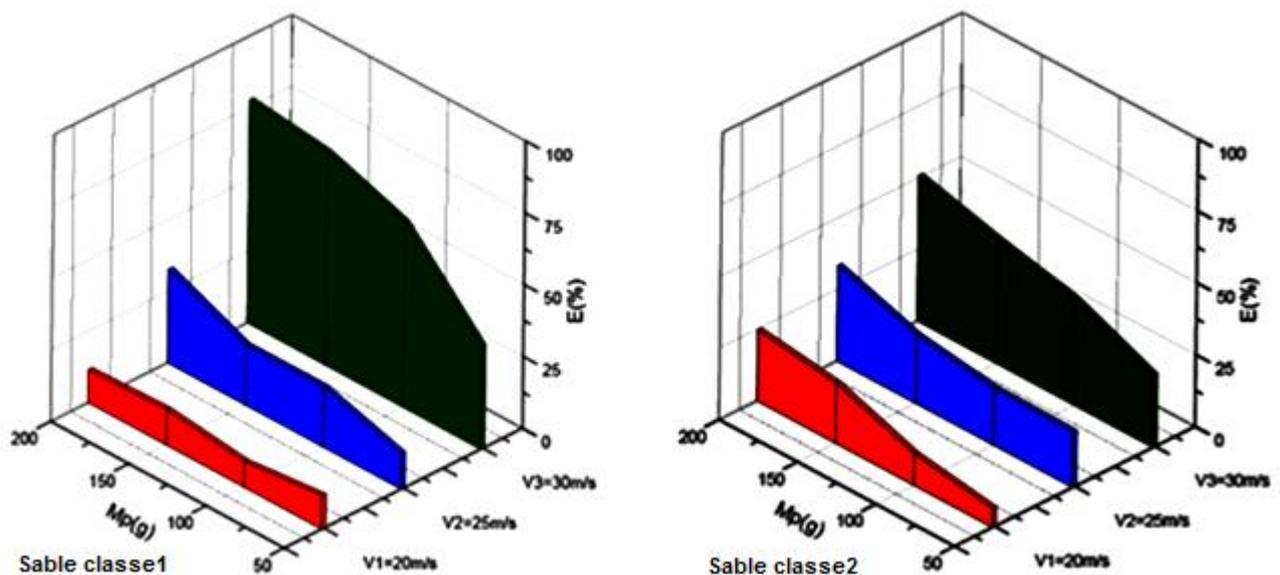


Figure 2.9 : Variation du taux d'endommagement pour les deux types de sable.

2.3.3. Rugosité :

La rugosité est le résultat de la modification microgéométrique d'une surface, provoquée par l'attaque intensive des grains projectiles. Il y a apparition d'irrégularités de surface formées par des "crêtes" et des "creux".

La rugosité est directement liée aux paramètres de l'érosion et surtout à la forme des grains érosifs. Suivant qu'ils soient sphériques ou angulaires ou bien fins ou gros, le profil de la rugosité obtenu sera différent, donnant des aspects variés à la surface attaquée. Elle est considérée comme étant le paramètre le plus important qui caractérise l'enlèvement de matière.

En général, le paramètre statistique de surface le plus utilisé pour caractériser la rugosité est la rugosité quadratique moyenne (root-mean-square roughness), notée Rq . Elle est donnée par la relation suivante :

$$R_q = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (Z_i - \bar{Z})^2}{N}} \quad (2.2)$$

avec :

Z_i : hauteur de la surface des points du profil à partir du niveau moyen de la surface.

\bar{Z} : hauteur moyenne.

N : nombre de points discrets et équidistants, mesurés le long de la ligne moyenne du profil.

Parfois, on exprime la rugosité par un autre paramètre connu par la rugosité arithmétique moyenne R_a donnée par :

$$R_a = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N |Z_i - \bar{Z}| \quad (2.3)$$

Quand le profil ne contient pas de grandes déviations par rapport au niveau moyen de la surface, les valeurs de R_a et R_q pour un profil de surface donné seront proches. Cependant, s'il y a un nombre important de grandes crêtes et de grands creux, les valeurs élevées de Z_i dominent les paramètres statistiques de la surface, et R_q sera plus grande que R_a [20]. Donc la rugosité est un outil adéquat pour la quantification des dommages causés.

A l'aide d'un profilomètre (*Form Talysurf Series 120i* fourni par Taylor Hobson), la rugosité de la zone centrale érodée a été mesurée suivant une ligne, donnant ainsi le profil de surface et l'évaluation des paramètres : rugosité quadratique moyenne R_q et rugosité totale R_t .

Dans l'annexe 1, nous avons regroupé tous les profils typiques de rugosité des échantillons élaborés sous les différentes conditions de sablage. De ces profils sont extraits les paramètres essentiels de la rugosité (R_q et R_t) pour établir les courbes comparatives dans ce qui suit.

2.3.3.1. Effet de la masse de sable projetée et de la vitesse du flux d'air :

- a. La figure 2.10 représente la variation de la rugosité quadratique moyenne R_q et la rugosité totale R_t en fonction de la masse projetée M_p avec différentes vitesses de flux d'air V pour le sable classe 2.

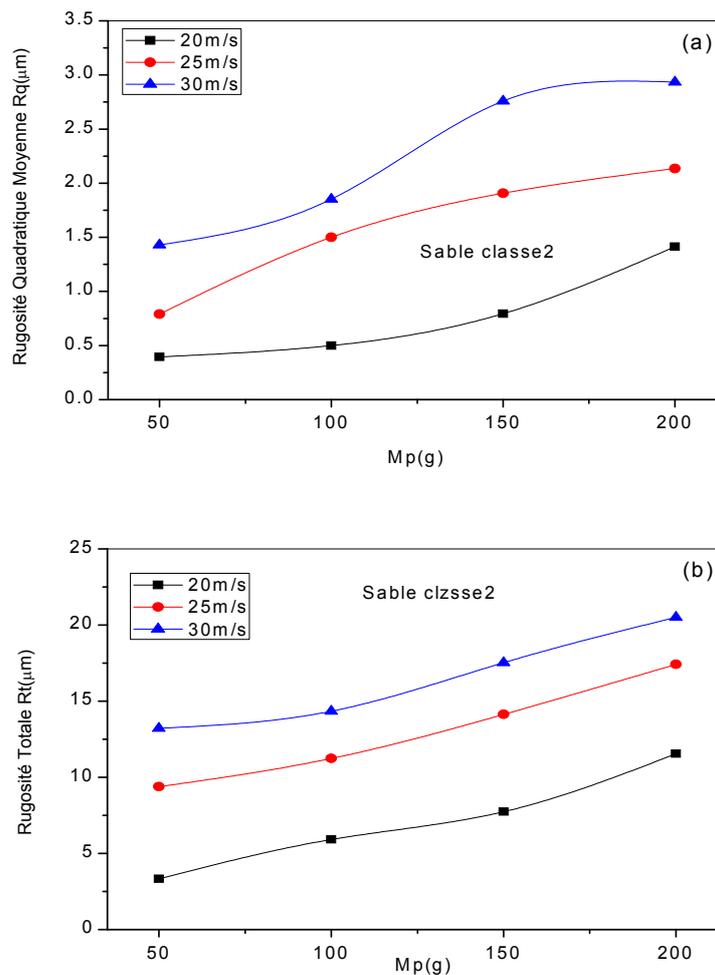


Figure 2.10 : Variation de Rq et Rt en fonction Mp à différentes vitesses.
(Sable classe2).

Dans la figure 2.10, on constate que les courbes présentent une allure croissante assez nette pour les trois vitesses. Quelque soit la vitesse, plus Mp est grande, plus la rugosité (Rq et Rt) croît. Pour une vitesse de 30 m/s et lorsque Mp passe de 50 à 200 g, on enregistre pour Rq une augmentation de 1,44 vers 2,93 µm. De même pour Rt qui effectue un grand pas de 13,28 à 20,54 µm.

Ce comportement est la conséquence de l'augmentation du taux d'endommagement de la surface liée à son tour à l'augmentation de l'énergie cinétique.

b. La figure 2.11 représente la variation de la rugosité quadratique moyenne Rq et la rugosité totale Rt en fonction de la masse projetée Mp avec différentes vitesses de flux d'air V pour le sable classe1.

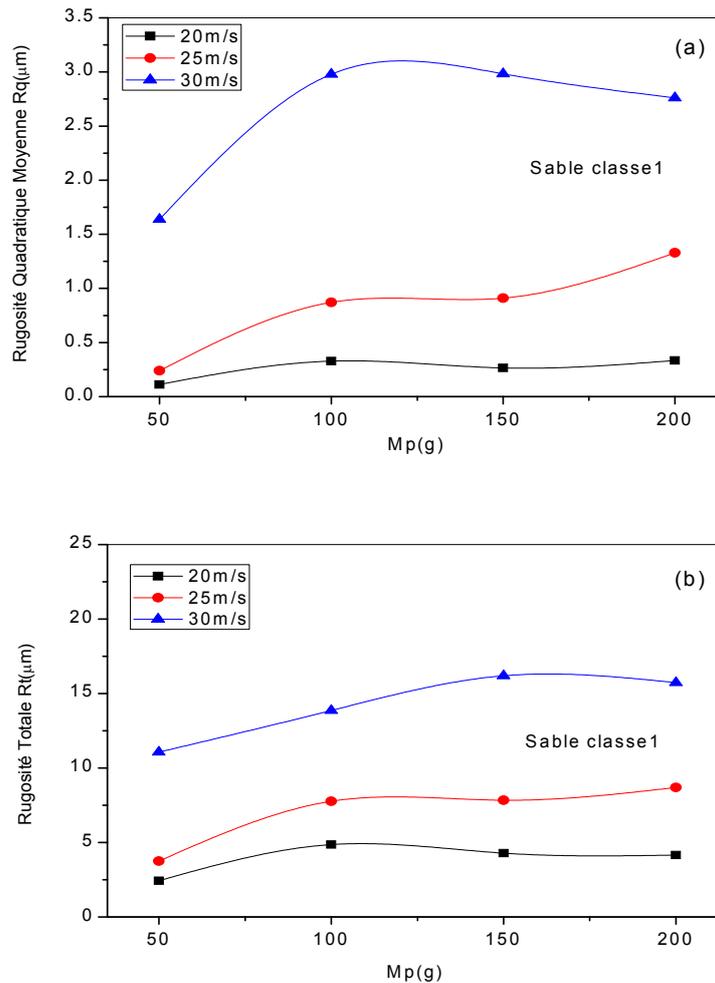


Figure 2.11 : Variation de Rq et Rt en fonction de Mp à différentes vitesses.
(Sable classe1).

Dans le cas du sable classe1, à mesure que la vitesse augmente, il y a augmentation de la rugosité comme dans le cas du sable classe2. Mais le passage de la vitesse 25 à 30 m/s est marqué par des variations importantes de Rq et notamment Rt. Cependant pour les trois vitesses, si l'augmentation de la rugosité en fonction de Mp est linéaire dans l'intervalle de masse de 50 à 100 g, elle est marquée par une quasi-stagnation entre 100 et 200 g. A titre d'exemple on cite:

- Rq fluctue entre 0,26 et 0,32 µm pour $V = 20$ m/s, alors qu'elle est située entre 2,76 et 2,98 µm pour $V = 30$ m/s.
- Rt change entre 4,16 et 4,81 µm pour $V = 20$ m/s, alors qu'elle est rangée entre 15,80 et 16,19 µm pour $V = 30$ m/s.

Pour les deux types de sable; ceci peut être expliqué par le fait qu'à la vitesse de 20 m/s, la saturation est loin d'être atteinte. Donc le processus d'enlèvement de matière continue avec la même faible ampleur (faible énergie cinétique). C'est le début d'érosion qui se produit essentiellement par effritement [7,20]. Pour un accroissement de vitesse (25 m/s), il y a augmentation de l'énergie cinétique produisant un travail d'arrachement (érosif) de la matière plus actif conduisant ainsi à l'obtention de défauts plus profonds. En passant à la vitesse de 30 m/s, l'érosion devient plus sévère et l'arrachement de la matière se fait d'une façon de plus en plus rapide de sorte que l'état de saturation soit vite atteint avec le minimum de masse de sable projeté [20] (comme dans le cas du sable classe1). La figure 2.12 montre l'effet de la vitesse sur le changement du profil de rugosité (sur Rq et Rt).

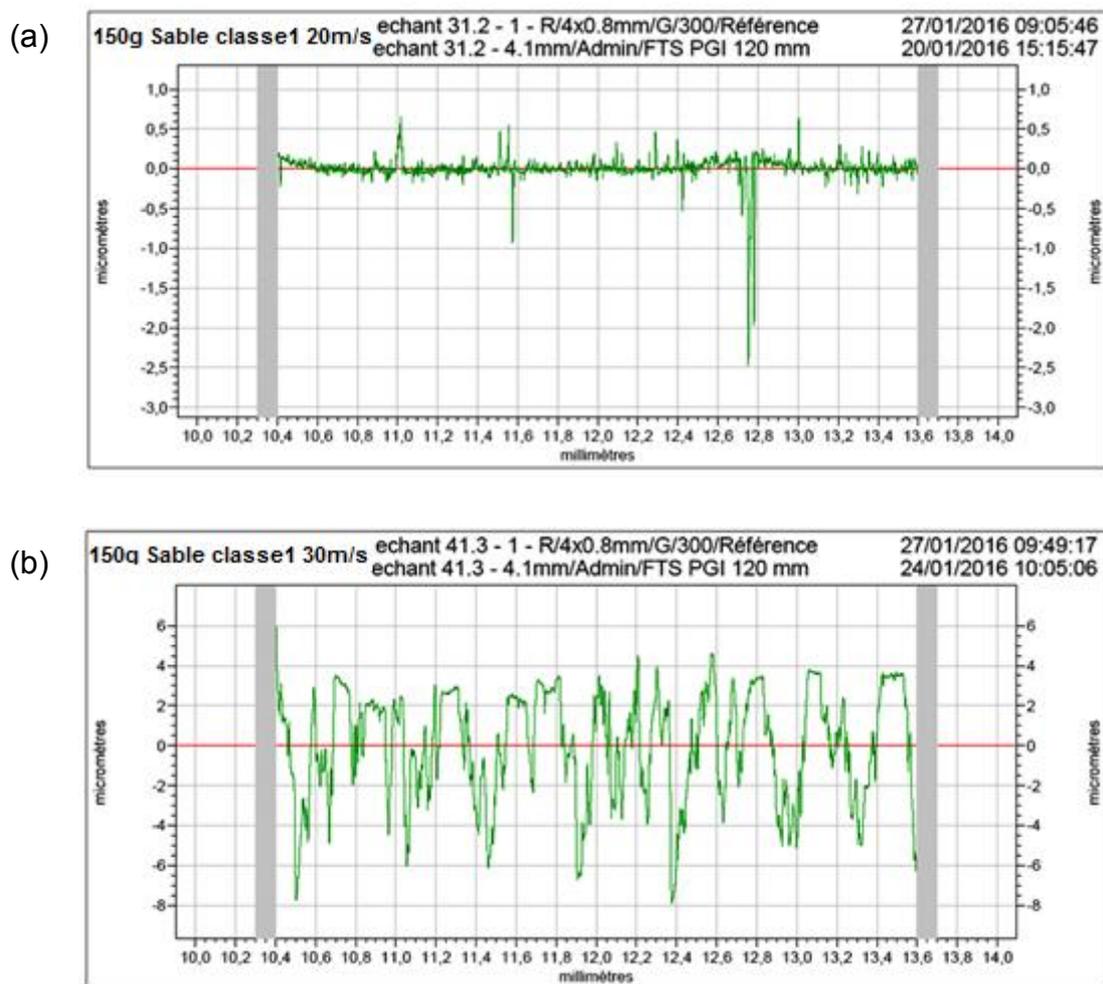


Figure 2.12 : Profils de rugosité pour $M_p = 150g$ et sable classe1.

(a) $V = 20$ m/s. (b) $V = 30$ m/s.

Pour la même taille des grains (*dans l'exemple, on a pris le sable classe1*), il est clair que l'augmentation de la vitesse (de 20 à 30 m/s) engendre une croissance importante des

valeurs de R_t (dans l'exemple : de 4,29 μm à 16,18 μm) et de R_q (dans l'exemple : de 0,27 μm à 2,98 μm).

Au fur et à mesure qu'on bombarde la surface, les valeurs de la rugosité R_q tendent à se stabiliser autour de 2,98 μm . Ceci s'explique par l'élimination des crêtes et la création de nouvelles différences entre les creux et les crêtes. La couche superficielle dégradée tend à s'homogénéiser : c'est l'homogénéisation du relief de rugosité [7,21].

Ces résultats sont presque similaires à ceux trouvés par Adjouadi et al. [22,17] dans des conditions d'essais proches du présent travail. La rugosité R_a , après érosion par une masse de 200g, a atteint une valeur de l'ordre de 2,3 μm alors que le niveau de la rugosité totale était compris entre 10 et 12 μm . Utilisant un sable de taille plus grande (1000 μm), Faci et al. [23] ont remarqué une augmentation de la rugosité totale entre 1,85 et 11,98 μm pour des vitesses variant de 15 à 35 m/s et cela pour une masse projetée de 30g. Tandis que Bousbaa et al. [24] ont trouvé que, pour 200 g de sable projeté à 20 m/s, la rugosité augmente régulièrement puis se stabilise autour d'une valeur de 5,3 μm . Selon Reza et al. [25], ceci est cohérent avec les observations de Buijs et Pasmans [26] qui ont mentionné que la rugosité des canaux usinés dans du verre sodocalcique croît avec l'augmentation de la vitesse des particules d'alumine (taille 30 μm) projetées sous incidence normale. De même, Wensink et al. [27] ont observé que dans le cas du verre Pyrex et du verre de silice, la rugosité des canaux sablés à 90° augmente également avec l'énergie cinétique des particules d'alumine de tailles différentes (9 et 29 μm) [25].

Concernant le 2^{ème} groupe d'échantillons, et similairement à un travail antérieur [28], nous avons étudié l'effet du changement de l'angle d'incidence (de 30° à 90°) et de la masse de sable projeté (de 20 à 160 g) sur la rugosité. Les résultats obtenus présentent la même tendance que ceux trouvés auparavant dans la littérature [5,22]. La figure 2.13 montre l'effet de l'angle d'incidence sur la rugosité de la surface.

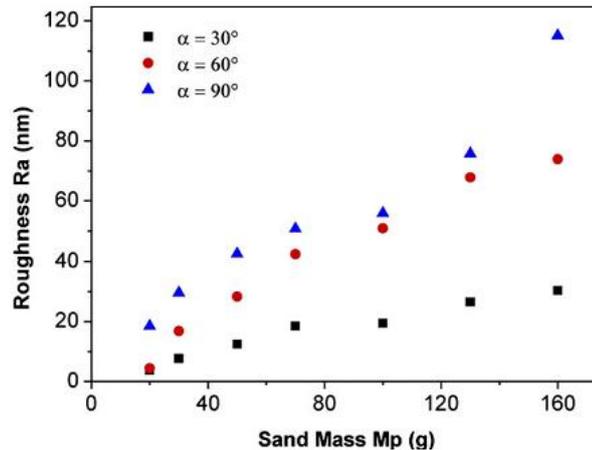


Figure 2.13 : Variation de la rugosité arithmétique (Ra) en fonction de Mp pour différents angles d'attaque [28].

On observe que la rugosité augmente en fonction de la masse, et ceci d'autant plus que l'angle tend vers 90° . Ceci peut être expliqué par l'augmentation de la composante normale de la force d'impact lors de l'accroissement des valeurs de l'angle d'incidence. Ce résultat est confirmé par le travail de Park et al. [29] qui a utilisé des particules érosives d'alumine pour étudier l'effet de l'angle d'impact sur la rugosité d'un verre. Ils ont observé que l'augmentation de l'angle (jusqu'à 90°) conduisait à celle de la rugosité de la surface érodée [25]. Bouzid et al. [5] ont observé que l'augmentation de la durée de sablage conduisait au maximum d'usure de la surface et par suite à une rugosité plus élevée. Ils conclurent qu'à l'inverse, la réduction de l'angle d'impact provoque une diminution des valeurs de la rugosité.

2.3.3.2. Effet de la taille des grains du sable utilisé :

La figure 2.14 montre un exemple du profil de rugosité pour une même masse (200 g) projetée à une même vitesse (30 m/s) mais avec un type de sable différent (classe1 puis classe2).

Si on nomme par la discontinuité de surface le nombre de défauts générés et qui sont représentés sur le profil de rugosité par les pics et les creux; on peut dire que, dans le cas du sable classe1, la discontinuité de surface obtenue est très importante comparée à celle du sable classe2. Ceci est dû au nombre d'impacts de grains contenus par unité de masse dans chaque type de sable. De même, on peut constater que, pour le sable classe2, la largeur des creux obtenus est relativement importante devant celle du sable classe1. Ceci affectera obligatoirement la manière de la variation de la transmission optique.

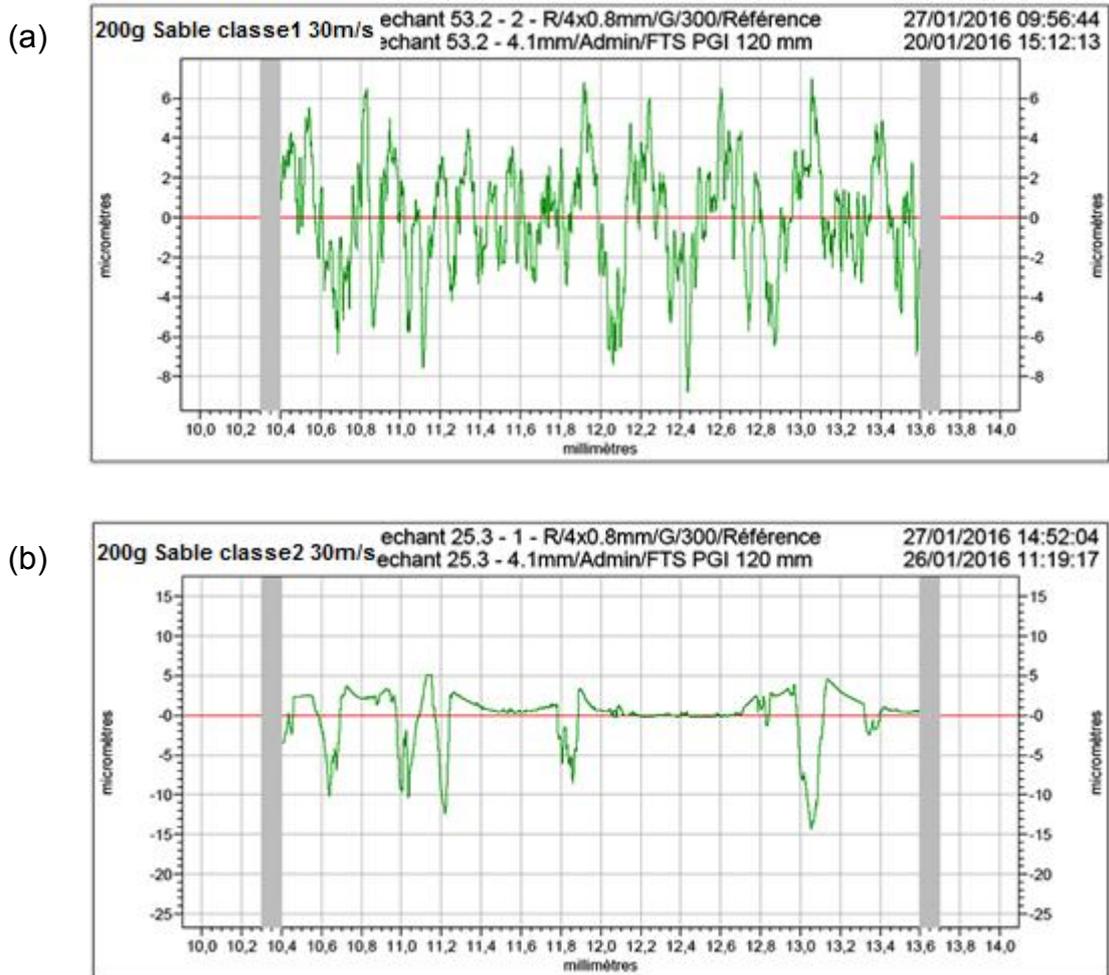
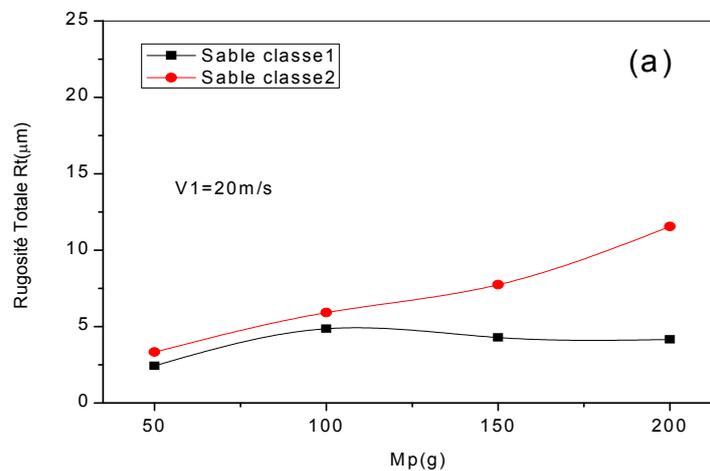


Figure 2.14 : Profils de rugosité obtenus pour $M_p = 200g$ et $V = 30 m/s$.
 (a) Sable classe1. (b) Sable classe2.

Dans la figure 2.15, on présente pour chaque vitesse une comparaison entre la rugosité totale de la surface en fonction de la masse projetée M_p , pour les deux sortes de tailles des grains (sable classe1, sable classe2).



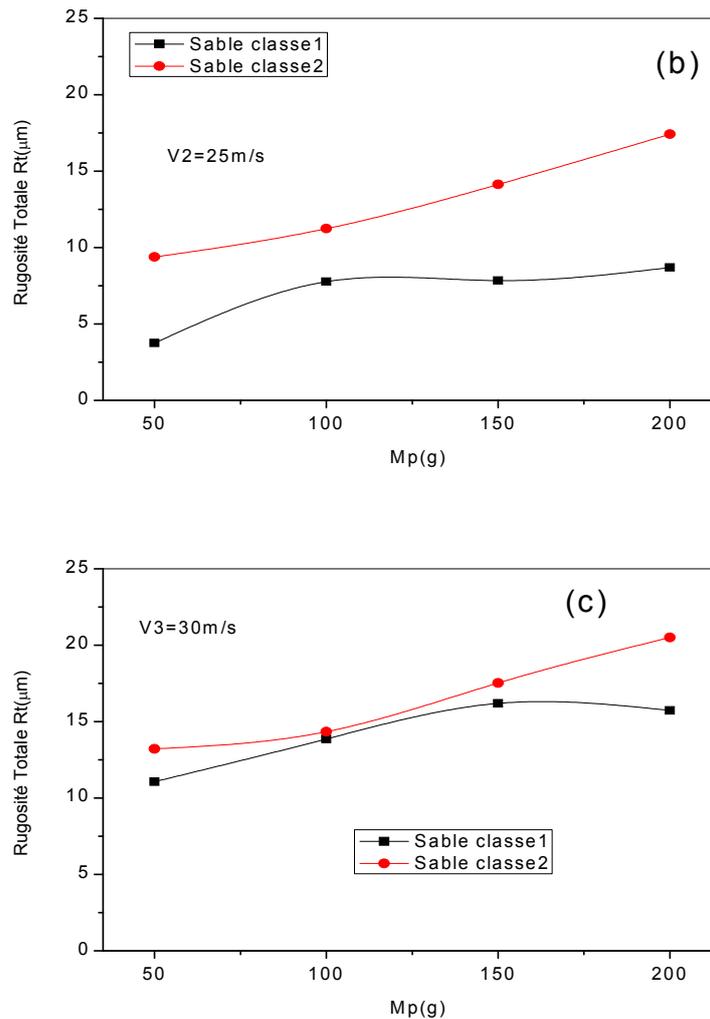


Figure 2.15 : Comparaison de R_t en fonction de M_p pour les deux tailles de grains à différentes vitesses d'impact.

Pour toutes les vitesses, la rugosité totale R_t induite par les grains du sable classe 2 est plus grande que celle du sable classe 1. A mesure que V croît, R_t croît aussi. Ceci peut s'expliquer par le fait qu'à vitesse identique, un grain de grande taille (sable classe 2) creuse plus profondément qu'un grain de faible taille (sable classe 1). Ceci est montré sur les profils de R_t représentés dans la figure 2.16.

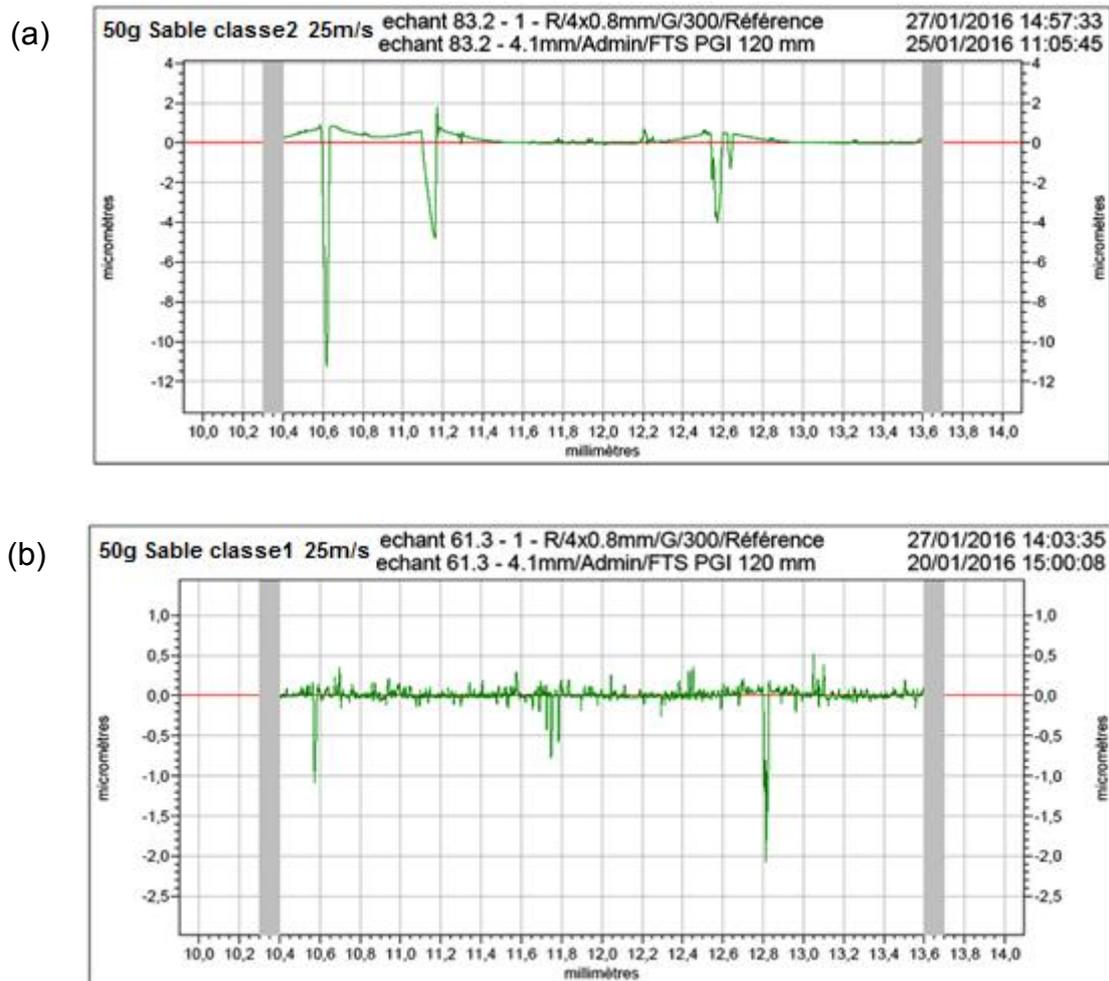


Figure 2.16 : Profils de rugosité pour $M_p = 50g$ et $V = 25 m/s$.

(a) Sable classe2. (b) Sable classe1.

Ces deux profils montrent clairement la différence entre le travail en profondeur (R_t) des grains du sable classe2 et celui des grains du sable classe1 à la même vitesse. La masse $M_p = 50g$ est prise à titre d'exemple. On mentionne pour le sable classe2 une valeur de $R_t = 9,47\mu m$ alors que pour le sable classe1 $R_t = 3,72 \mu m$.

Dans la figure 2.17, on présente pour chaque vitesse une comparaison entre la rugosité quadratique moyenne R_q de la surface en fonction de la masse projetée M_p , pour les deux sortes de tailles des grains (sable classe1, sable classe2).

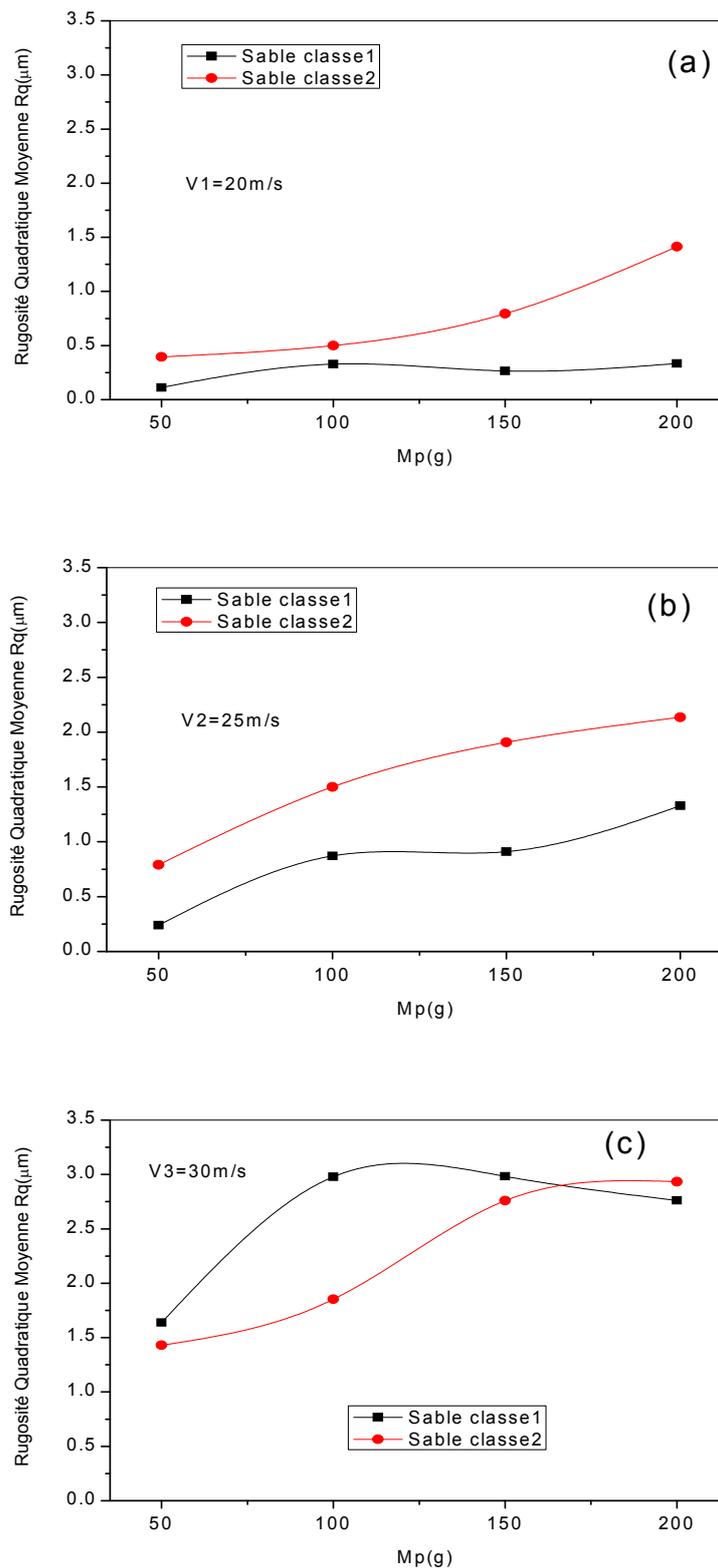


Figure 2.17 : Comparaison de R_q en fonction de M_p pour les deux tailles de grains à différentes vitesses d'impact.

Pour les vitesses de 20 et 25 m/s, la rugosité R_q évaluée pour le sable classe2 se trouve plus importante que celle provoquée par les grains du sable classe1; tandis que pour la vitesse de 30 m/s on a l'inverse. Il est à rappeler que le paramètre de rugosité R_q est très sensible à la profondeur des impacts et à leur nombre [31].

En regard du nombre de grains par unité de poids, le nombre d'impacts des grains du sable classe1 est aussi grand devant celui des grains du sable classe2. Néanmoins à faible vitesse de flux et malgré leur grand nombre, les impacts des grains du sable classe1 ne sont pas assez profonds que ceux générés par les grains du sable classe2, vue l'énergie cinétique mise en jeu par ces derniers. De ce fait, le paramètre de rugosité R_q calculé sera en faveur des grains du sable classe2.

A des vitesses élevées, l'endommagement causé par les grains du sable classe1 n'est plus seulement en étendue surfacique mais il est en profondeur. Le paramètre de rugosité R_q calculé cette fois-ci sera en faveur des grains nombreux du sable classe1.

2.3.4. Transmission Optique :

La principale caractéristique du verre est sa transparence dans le domaine du visible. Cette caractéristique lui est conférée par son état de surface idéalement exempt de tout défaut. Cependant, dans la plupart des applications, cette surface se trouve exposée à une variété d'agressions externes. Cette altération de la couche superficielle affecte essentiellement la transmission optique.

Durant le processus de sablage, la perte de transmission se fait par réflexion pour les faibles masses de sable projeté, car la surface érodée n'est pas suffisamment endommagée. Alors que pour les plus grandes masses, cette perte se fait essentiellement par diffusion suite à la dégradation importante de l'état de surface [20, 22, 32].

La mesure de la transmission optique a été effectuée à l'aide d'un spectrophotomètre à double faisceau (UV 1800 SHIMADZU Spectrophotometer).

2.3.4.1. Effet de la masse de sable projetée :

L'annexe 2 présente les spectres de transmittance et l'effet de l'augmentation de la masse de sable lors du sablage des échantillons pour différentes vitesses du flux d'air.

En général, tous les spectres présentent la même allure. Pour la même vitesse et la même taille de grain, on remarque que les spectres sont parallèles entre eux présentant, pour une augmentation de la masse projetée (M_p), une décroissance de la transmission

optique. A titre d'exemple, si on considère le cas du sable classe1 avec la vitesse de projection 30 m/s, on remarque pour une longueur d'onde de 550 nm, que la transmission enregistrée prend les valeurs de 62,55%, 33,36%, 25,05% et 18,09% respectivement pour les masses projetées de 50g, 100g, 150g et 200g. Cette décroissance est directement associée à l'augmentation du taux d'endommagement matérialisant la dégradation de l'état de surface et par suite une chute notable dans les valeurs de la transmission.

Plusieurs auteurs, cités dans la référence [32], comme Derkum [33], Helmers [34] et Owens [35], ont indiqué que la dégradation de l'état de surface des verres provoque une perte très importante de la transmission optique.

L'ordre de grandeur de la chute de transmission trouvée dans nos conditions expérimentales est proche de celui trouvé dans des travaux précédemment effectués [15,5]. Dans le travail de Bouaouadja et al. [36] on rapporte qu'avec une masse projetée de 200g ($V = 18$ m/s), la transmission optique accuse une chute qui atteint 27%. Alors que dans le travail de Marouani et al. [15], on note une chute de 38,21% pour une masse de 150g. De leur côté, Adjouadi et al. [22] ont mentionné, pour une masse projetée de 200 g, une chute de la transmission optique jusqu'à 13%. Les divergences dans les valeurs trouvées sont attribuées aux choix des conditions des essais parmi lesquelles on cite les caractéristiques du verre utilisé et la distance échantillon-buse [5,37,30].

On mentionne aussi que, dans certains travaux, comme ceux cités dans les références [5,36], la quantification de la masse projetée se faisait par la durée d'exposition de l'échantillon au jet des grains de sable, et non pas par pesée. Ce qui induirait une remarquable différence entre les résultats de transmission obtenus.

D'après ces spectres, il est clair que cette décroissance est très importante pour le cas du sable classe1 alors qu'elle est moins ardue dans le cas où on emploie le sable classe2. Ceci mène à faire une comparaison des spectres de transmission obtenus en considérant l'effet du type de sable.

2.3.4.2. Effet de la taille des grains du sable utilisé :

Dans l'annexe 3, on présente les spectres de transmission et l'effet de la taille des grains du sable sur la chute de la transmittance lors du sablage des substrats avec différentes masses projetées pour différentes valeurs de la vitesse du flux d'air. Pour la même vitesse et la même masse projetée, on remarque que les spectres sont parallèles entre eux et présentent une décroissance en amplitude de la transmission en passant de l'emploi du

sable classe2 vers le sable classe1. A titre d'exemple, si on considère le cas de la masse projetée 200 g à 30 m/s; on remarque, pour une longueur d'onde $\lambda = 550$ nm, que la transmission enregistrée prend les valeurs de 56,45% et 18,09% respectivement pour les sables classe2 et classe1. Ceci est attribué au fait que l'endommagement de l'état de surface est plus intensifié dans le cas du sable classe1 que celui causé par le sable classe2, conduisant ainsi à une chute de transmission plus accentuée.

2.3.4.3. Effet de la vitesse du flux d'air :

La figure 2.18 montre l'effet de la vitesse du flux d'air sur la chute de la transmittance lors du sablage des échantillons avec du sable classe2 et classe1.

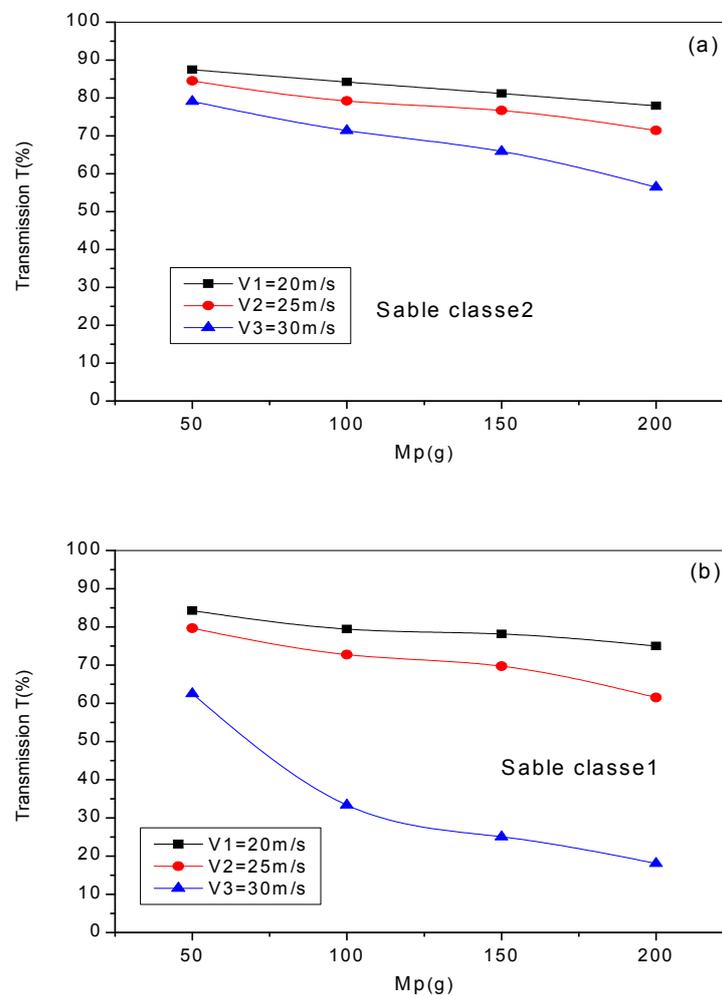


Figure 2.18 : Variation de la transmission pour les différentes masses de sable projeté avec différentes vitesses du flux d'air. (a) Sable classe2. (b) Sable classe1.

Pour le sable classe2 (figure 2.18.a), les courbes sont quasiment parallèles et présentent une allure linéaire et régulièrement décroissante avec l'accroissement de la masse

projetée. Quand la vitesse passe de la plus faible valeur (20 m/s) à la plus forte (30 m/s), la différence entre les valeurs de transmission enregistre une importante hausse pour les grandes masses par rapport aux petites masses. Par exemple (*):

- Pour $M_p = 50\text{g}$ on a :
Pour $V=20\text{m/s}$, $T=87,46\%$
Pour $V=30\text{m/s}$, $T=79,13\%$
Ce qui donne une différence de : 8,33%
- Pour $M_p= 200\text{g}$ on a :
Pour $V=20\text{m/s}$, $T=77,90\%$
Pour $V=30\text{m/s}$, $T=56,45\%$
Ce qui donne une différence de : 21,45%

Cette augmentation de différence (de 8,33 à 21,45%) est bien liée à l'augmentation de la rugosité déjà expliquée dans le point 2.3.3. de ce chapitre.

Tandis que pour le sable classe1 (figure 2.18.b), toutes les courbes présentent une allure décroissante : linéaire pour les deux premières vitesses (20 et 25 m/s) et non-linéaire pour $V=30\text{ m/s}$. L'augmentation de la vitesse de la plus faible valeur (20 m/s) à la plus forte valeur (30 m/s) induit des écarts de plus en plus importants en passant de la petite masse (50 g) vers la plus grande masse (200 g).

Considérons les mêmes masses que dans le cas du sable classe2 (**):

- Pour $M_p= 50\text{g}$ on a :
Pour $V=20\text{m/s}$, $T=84,29\%$
Pour $V=30\text{m/s}$, $T=62,55\%$
Ce qui donne une différence de : 21,74% (valeur supérieure à 8,33%)
- Pour $M_p= 200\text{g}$ on a :
Pour $V=20\text{m/s}$, $T=74,99\%$
Pour $V=30\text{m/s}$, $T=18,09\%$
Ce qui donne une différence de : 56,90% (valeur très supérieure à 21,45%).

On remarque que les différences calculées dans le cas du sable classe1 sont plus éminentes par rapport à celles du sable classe2.

Donc, la manière de la chute de transmission optique est conditionnée par la taille des grains. Nous présentons dans la figure 2.19 la variation de la chute de transmission, pour les deux types de sable, en fonction de la masse projetée à différentes vitesses.

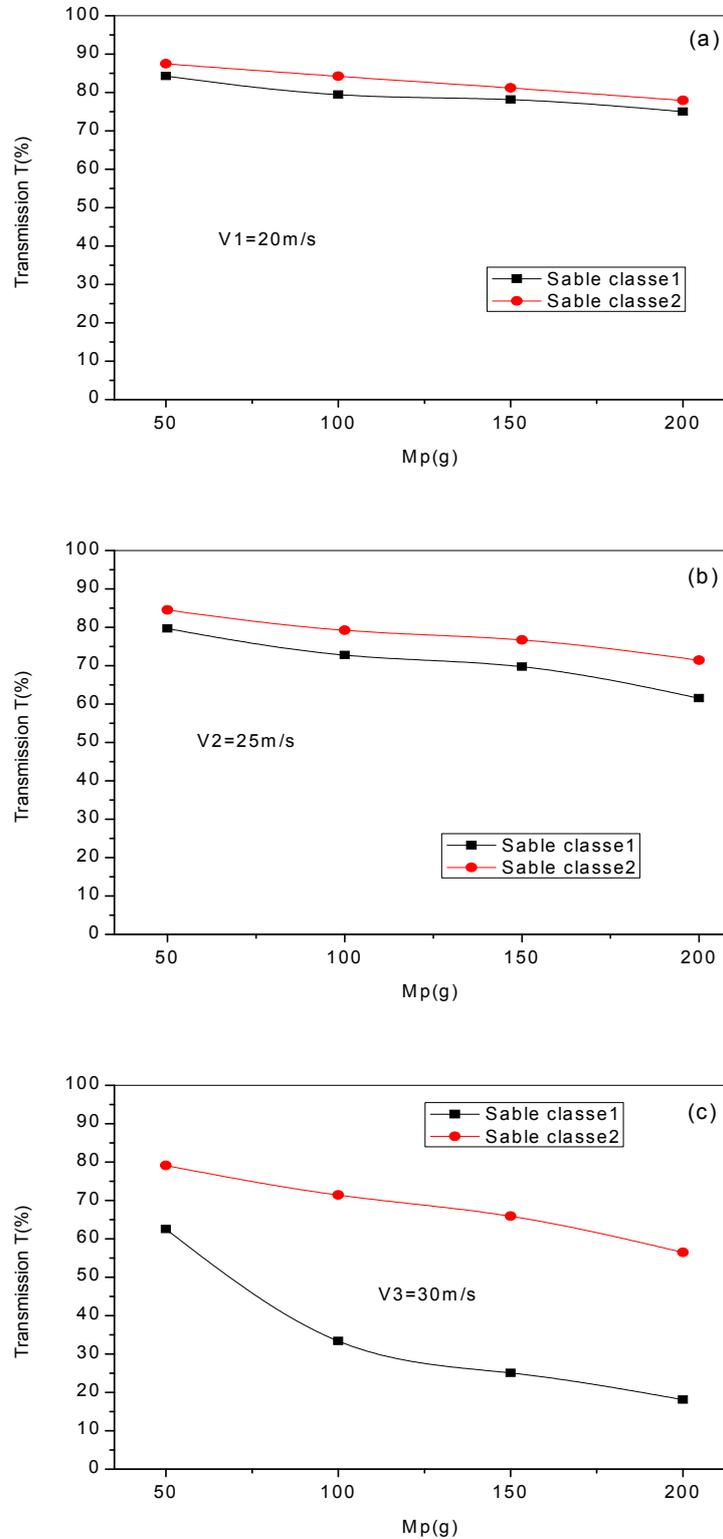


Figure 2.19 : Variation de la transmission en fonction de Mp pour les deux types de sable.

A la lumière des valeurs mentionnées ci-dessus (*, **) et de la figure 2.19, on peut dire que lors de l'érosion, le sable classe1 se présente plus approprié à la chute de la transmission optique que le sable classe2.

En analysant de près les profils de rugosités de l'annexe 1 (un exemple est porté sur la figure 2.20) pour une même masse et une même vitesse; on remarque que, pour le sable classe2, l'aire exempte de défauts (a) est relativement assez grande par rapport à celle du cas du sable classe1 (b). Autrement dit, la superficie endommagée par le sable classe1 est beaucoup plus grande que celle endommagée par le sable classe2. Cette surface endommagée forme ainsi un obstacle devant le passage de la lumière. Son effet sur la chute de la transmission optique lui est proportionnel.

Dans le travail de Bouzid et al. [5], les auteurs ont établi une fonction de l'état d'endommagement, puis ils ont proposé un modèle mathématique pour pouvoir exprimer l'évolution de la transmission optique dans le cas du verre endommagé en fonction de la durée d'exposition de l'échantillon au jet du sable, donc en fonction du degré d'endommagement. L'endommagement augmente lorsque la durée d'exposition augmente, alors que la transmission chute ; ce qui est cohérent avec nos résultats.

Sur la figure a, on observe clairement les défauts qui sont assez espacés (SD) permettant ainsi le passage de la lumière. Alors que dans la figure b, il est apparent que cet espacement est pratiquement absent; ce qui se traduit ainsi par une dissemblance dans la chute de transmission pour les mêmes conditions d'essais (même M_p et même V). Cette différence de chute prend de l'ampleur en passant de la faible vitesse de 20 m/s (figure 2.19.a) à la grande vitesse de 30 m/s (figure 2.19.c).

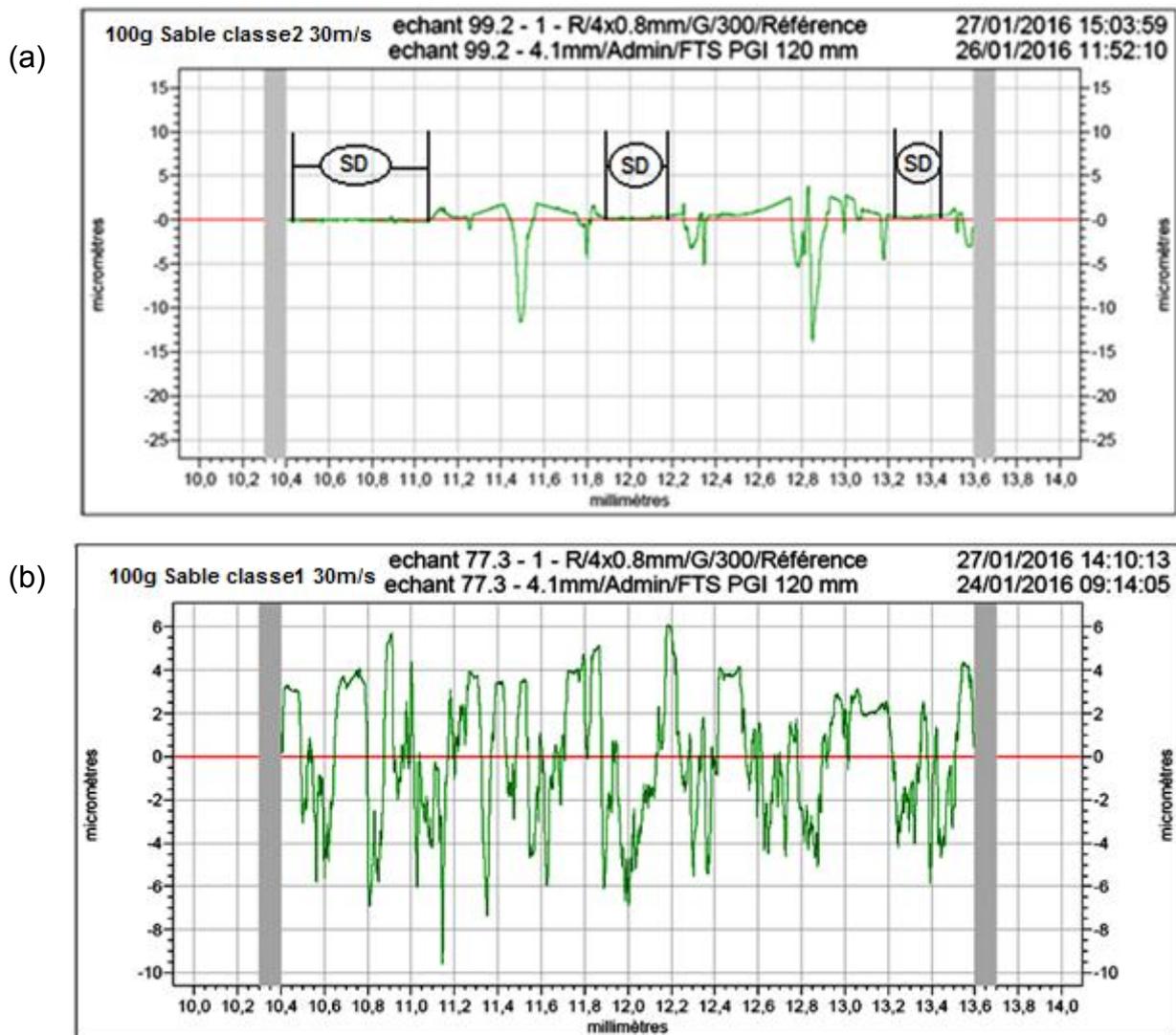


Figure 2.20 : Profils de rugosité obtenus pour $M_p=100g$ et $V=30m/s$.

(a) Sable classe2. (b) Sable classe1.

SD (**S**ans **D**éfauts) représente la distance où il y a absence de défauts.

En conclusion; durant l'érosion du verre, l'augmentation de la masse projetée ou de la vitesse du flux d'air ou de l'angle d'incidence conduit à une croissance du taux d'endommagement de la surface érodée et par conséquent vers une chute de la transmission optique. Cependant, la taille des grains érosifs gère l'ampleur de cette chute de transmission.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] D.G. Holloway, «*The physical properties of glass*», London, Winchester: Wykeham publications, 1973
- [2] C. Bousbaa, N. Iferroudjene, S. Bouzid, M. Madjoubi, N. Bouaouadja, «*Effects of durations of sand blasting on the properties of window glass*», *Glass Technology*, 39[1] (1998) 24-26.
- [3] A.W. Ruff, S.M. Wiederhorn, «*Erosion by Solid Particle Impact*», In: Preece Center for Materials, editor. *Treatise on materials science and technology*, NBSIR 78-1575. New York, Academic Press (January 1979).
- [4] I.M. Hutchings, «*Tribology: Friction and Wear of Engineering Materials*», London: CRC Press, 1992.
- [5] S. Bouzid, N. Bouaouadja, «*Effect of Impact Angle on Glass Surfaces Eroded by Sand Blasting*», *Journal of the European Ceramic Society* 20 (2000) 481-488.
- [6] A. Bouaziz, «*Etude des Propriétés d'un Verre Sodo-Calcique Erodé avec du Sable de Ouargla*», Mémoire de Magister, IOMP, UFA Sétif, 2004.
- [7] T. Mahdaoui, «*Etude des Défauts Générés par Impacts de Sable et leurs Influences sur la Lumière Parasite : Application aux Pare-Brises*», Thèse de Doctorat d'Etat, DOMP - UFA Sétif, 2007.
- [8] C. Bousbaa, M.A. Madjoubi, Z. Hamidouche, N. Bouaouadja, «*Effects of Annealing and Chemical Strengthening on Soda Lime Glass Erosion Wear by Sand Blasting*». *J. Eur. Ceram. Soc.* 23 (2003) 331-43.
- [9] B. Hockey, S.M. Wiederhorn, H. Johnson, «*Fracture and Strain Energy Release in Prestressed Glass and Glass-Ceramics*», *Fracture Mechanics of Ceramics*, eds R.C. Bradt, D.P.H. Hasselman and F.F. Lange. New York, Vol 2 (1978) 814-827.
- [10] A.G. Evans, M.E. Gulden, M. Rosenblatt, «*Impact Damage in Brittle Materials in the Elastic-Plastic Response Regime*», *Proceedings of the Royal Society of London, Series A (Mathematical and Physical Sciences)*, 361 (1978) 343-65.
- [11] P. Chevalier, A.B. Vannes, «*Effect on a Sheet Surface of an Erosive Particle Jet upon Impact*», *Wear*, 184 (1995) 87-91.
- [12] C.M. Preece and N.H. MacMillan, «*Erosion*», *Annual Review of Materials Science*, 7 (1977) 95-121.
- [13] G. Sundararajan, «*The Solid Particle Erosion of Metals and Alloys*», *Trans. Indian Inst. Met*, 36[6] (1983) 474-495.
- [14] A.G. Evans, T.R. Wilshaw, «*Quasi-Static Solid Particle Damage in Brittle Solids, I. Observations, Analysis and Implications*», *Acta Metal.*, 24 (1976) 939-956.

- [15] A. Marouani, N. Bouaouadja, Y. Castro, A. Duran, «*Amélioration de l'Etat de Surface d'un Verre Sable par Déposition d'une Couche Mince de SiO₂ par Voie Sol-Gel*», Verres Céramiques & Composites, 2(2) (2013) 13-18.
- [16] S.M. Wiederhorn, B.J. Hockey, «*Effect of Material Parameters on The Erosion Resistance of Brittle Materials*», J. Mat. Sci., 18 (1983) 766-780.
- [17] N. Adjouadi, «*Influence de l'Etat de Surface des Pare-Brises sur la Visibilité des Conducteurs*», Doctorat en Science, (2015) IOMP, UFASétif.
- [18] P.A Engel, «*Impact Wear of Materials*», Elsevier, (1976) Amsterdam.
- [19] H. Wensink, C. Miko Elwenspoek, «*A Closer Look at the Ductile-Brittle Transition in Solid Particle Erosion*», Wear, 253 (2002) 1035-1043.
- [20] S. Benterki, «*Etude de la Diffusion par Réflexion de la Lumière par un Pare Brise d'Automobile Erodé par Sablage*», Doctorat en Science, (2015) IOMP, UFASétif.
- [21] C. Bousbaa, «*Effet des Traitements sur l'Erosion du Verre Erodé par Impact de Sable*». Thèse de doctorat d'état, (2004) IOMP, UFASétif.
- [22] N. Adjouadi, N. Laouar, C. Bousbaa, N. Bouaouadja, G. Fantozzi, «*Study of Light Scattering on a Soda Lime Glass Eroded by Sandblasting*», Journal of the European Ceramic Society 27 (2007) 3221-3229.
- [23] A. Faci, A. Marouani, N. Bouaouadja, «*Influence of Sandblasting Defects on the Mechanical Strength of a Soda-Lime Glass*», Wulfenia Journal(Austria), 22[11] Nov 2015.
- [24] C. Bousbaa, M.A. Madjoubi, Z. Hamidouche, N. Bouaouadja, «*Effect of Sand Blasting on Soda Lime Glass Properties*», Engineering Journal of the University of Qatar, 16 (2003) 125-138.
- [25] R.H.M. Jafar, «*Erosion and Roughness Modeling in Abrasive Jet MicroMachining of Brittle Materials*», PhD, (2013) University of Toronto.
- [26] M. Buijs, J.M.M. Pasmans, «*Erosion of Glass by Alumina Particles: Transitions and Exponents*», Wear, 184 (1995) 61-65.
- [27] H. Wensink, S. Schlautmann, M.H. Goedbloed, M.C. Elwenspoek, «*Fine Tuning the Roughness of Powder Blasted Surfaces*», J. Micromech. Microeng, 12 (2002) 616-620.
- [28] A. Marouani, N. Bouaouadja, Y. Castro, A. Duran, «*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.

- [29] D.S. Park, M.W. Cho, H. Lee, «*Effects of The Impact Angle Variations on the Erosion Rate of Glass in Powder Blasting Process*», *Int.J. Adv. Manuf. Technol.*, 23 (2004) 444-450.
- [30] M.A. Ludwig, B. Stoner, «*Quantitative Abrasion Resistance of Optical Coatings and Surfaces*», *J. Appl. Phys.*, 60 (1986) 4277-4280.
- [31] L. Lallemand, V. Garnier, G. Bonnefont, A. Marouani, G. Fantozzi, N. Bouaouadja, «*Effect of Solid Particle Impact on Light Transmission of Transparent Ceramics: Role of the Microstructure*», *Optical Materials*, 37 (2014) 352-357.
- [32] S. Benterki, N. Laouar, C. Bousbaa, N. Bouras, N. Bouaouadja, «*Influence of the Angle of Illumination on Light Scattering by Sandblasted Soda–Lime–Silica Glass*», *Glass Technol.: Eur. J. Glass Sci. Technol. A*, 53 (2012) 53-59.
- [33] H. Derkum, «*Stray light in windshields- Measurement and Effect*», Paper Presented at the Vision in Vehicles, (1991).
- [34] G. Helmers, S. Lundkvist, «*Detection Distances to Obstacles on the Road Seen Through Windscreens in Different States of Wear*», Rapport 339A, Linköping : Swedish Road and Traffic Research Institute, (1988).
- [35] D. Owens, M. Sivak, G. Helmers, T. Sato, D. Battle, E. Traube «*Effects of Light Transmittance and Scatter by Windshields on Visual Performance*». Rapport N37, UMTRI, (1992).
- [36] N. Bouaouadja, M. Madjoubi, M. Kolli, C. Bousbaa, M. Hamidouche, «*Etude des Possibilités d'Amélioration de la Transmission Optique d'un Verre Sodocalcique Erode par Sablage*», *Verres Céramiques & Composites*, 1[1] (2011) 43-51.
- [37] J.E. Ritter, P. Strzepa, K.R. Jakus, K.J. Buckman, «*Erosion Damage in Glass and Alumina*». *J. Am. Ceram. Soc.*, 67 (1984) 769-774.

PARTIE II : REVÊTEMENTS ET PROCÉDÉ SOL-GEL

Chapitre III : Procédés de Revêtements.

***Chapitre IV : Réparation de l'État de Surface des
Échantillons Sablés.***

Chapitre III : Procédés de Revêtements.

3.1. INTRODUCTION	66
3.2. REVÊTEMENTS PAR MÉTHODES CONVENTIONNELLES	67
3.2.1. Dépôt Chimique en Phase Vapeur	67
3.2.2. Dépôt Physique en Phase Vapeur	68
3.2.2.1. Les Procédés d'Évaporation sous Vide	68
3.2.2.2. La Pulvérisation Cathodique	69
3.2.3. Spray Pyrolyse	69
3.3. REVÊTEMENTS PAR VOIE SOL-GEL	70
3.3.1. PRÉSENTATION DU PROCÉDÉ SOL-GEL	70
3.3.2. CHIMIE DU PROCÉDÉ SOL-GEL	72
3.3.2.1. Mécanismes réactionnels de la synthèse Sol-gel	72
3.3.2.2. Principaux états du système lors de la transition sol-gel	74
3.3.2.2.1. Vieillessement du gel	75
3.3.2.2.2. Structures formées	75
3.3.3. PROCÉDÉS DE MISE EN ŒUVRE	76
3.3.3.1. Spray-coating	77
3.3.3.2. Roll-coating	78
3.3.3.3. Spin-coating	78
3.3.3.4. Dip-coating	81
3.3.4. TRAITEMENTS THERMIQUES ET RECUITS	84
3.3.5. AVANTAGES ET INCONVÉNIENTS DE LA MÉTHODE SOL-GEL	85
3.3.6. APPLICATIONS DU PROCÉDÉ SOL-GEL	87
Références bibliographiques	89

CHAPITRE III : PROCÉDÉS DE REVÊTEMENTS

3.1. INTRODUCTION :

Les agressions dues à l'usure en générale (mécaniques telle l'abrasion ou chimiques telle la corrosion) constituent un problème récurrent en ingénierie. Il en découle une modification du matériau et en particulier de ses propriétés fonctionnelles: mécaniques, électriques, optiques, esthétiques ou autres. En général, l'endommagement causé peut être atténué voire évité par l'emploi de matériaux plus résistants. Cependant, une telle démarche s'accompagne le plus souvent d'un surcoût rédhibitoire. Il peut alors être envisagé le recours à un traitement ou un revêtement de surface [1].

Par les techniques de modification de la surface, il est possible de modifier la structure et/ou la composition du substrat ou de générer une nouvelle matière sur ce dernier afin d'obtenir des revêtements. Ceux-ci peuvent être déposés sur un substrat en vue d'améliorer, garder ou restituer une ou plusieurs de ses caractéristiques fonctionnelles intéressantes que possède d'origine ce substrat, telles qu'accroître la résistance à l'usure, aux rayures, aux chocs et impacts, à la corrosion, etc. [2].

Le choix d'un revêtement (élaboration et déposition) demeure toutefois complexe au regard des nouvelles contraintes environnementales [1].

Le développement de nouvelles techniques de dépôt et d'analyse, la mise au point et la synthèse des revêtements ont connu une véritable avancée au cours des dernières années, ce qui a permis d'obtenir une grande variété de revêtements avec des propriétés et des compositions très différentes.

Toutes ces méthodes et techniques conduisent aussi à une grande variété de compositions, de sorte que les revêtements peuvent être classés grossièrement en: métal, polymère et céramique ou verre [2].

Les céramiques oxydes ont des propriétés inhabituelles, comme une haute résistance à l'usure, une faible activité chimique, des résistances électrique et thermique élevées, une bonne résistance aux rayures... qui les rendent idéales pour agir comme de bons revêtements, offrant une excellente protection contre l'usure et même une véritable résistance à la corrosion et à l'oxydation [3]. Mais leurs élaborations à l'échelle industrielle

via les procédés conventionnels forment un handicap (nécessité du vide, température élevée, équipement coûteux,...).

Une alternative s'est imposée ces dernières décennies, il s'agit d'une méthode opérant à basse température ou proche de l'ambiante et qui utilise des précurseurs chimiques pouvant produire des céramiques et des verres avec une plus grande pureté et une meilleure homogénéité : c'est la voie sol-gel.

Dans ce chapitre, on exposera d'une façon brève, les principales méthodes conventionnelles pour l'élaboration et le dépôt de revêtements. Puis nous développons l'essentiel du procédé Sol-gel, méthode utilisée durant notre expérimentation.

3.2. REVÊTEMENTS PAR MÉTHODES CONVENTIONNELLES :

Les procédés de dépôts classiques ont montré leur potentialité à synthétiser de nombreux matériaux sous forme de films minces, concernant des domaines industriels aussi divers que la microélectronique, l'optique, les couches de protection anticorrosion et antifriction, la décoration, l'amélioration des emballages dans l'agroalimentaire...

Le nombre de procédés de dépôts de films minces est important, chacun pouvant de plus posséder des configurations particulières adaptées à la synthèse de matériaux spécifiques [4].

La méthode de dépôt joue donc un rôle très important et la réalisation de la fonction désirée du film est influencée par le procédé de revêtement utilisé. Les couches peuvent être produites par diverses techniques telles que la déposition en phase vapeur, l'électrolyse, la pulvérisation cathodique, l'évaporation sous vide...

La déposition chimique est souvent employée pour former des films avec différentes épaisseurs. L'anodisation est une forme d'électrolyse, qui est largement utilisée pour former les films avec un contrôle d'épaisseur précis. La pulvérisation cathodique est particulièrement utilisée pour le dépôt de quelques oxydes métalliques et des matériaux qui sont difficiles à évaporer. Enfin l'évaporation sous vide est maintenant assez fréquente dans les techniques récentes [5].

3.2.1. DÉPOSITION CHIMIQUE EN PHASE VAPEUR :

Lors de la synthèse de revêtements par dépôt chimique en phase vapeur (Chemical Vapour Deposition) dans un réacteur sous vide, les espèces nécessaires à la formation du revêtement sont fournies à partir de précurseurs chimiques gazeux. La réaction est thermiquement activée par le chauffage du substrat [6]. Une conséquence essentielle est

que le flux d'espèces actives n'est pas directif. Ceci permet de revêtir des pièces de géométrie complexe. Les procédés PECVD (*déposition chimique en phase vapeur assistée par plasma*) présentent l'avantage de ne pas nécessiter un chauffage du substrat à recouvrir pour dissocier le précurseur en espèces actives, ce qui permet de traiter une grande variété de matériaux et de travailler, s'il y a nécessité, à des températures proches de l'ambiante [7].

La nécessité de pouvoir effectuer des élaborations à basse température a conduit à l'utilisation de précurseurs chimiques organométalliques qui se décomposent à plus basse température que les halogénures par exemple. Ainsi de nombreux précurseurs de ce type sont disponibles pour l'élaboration de films minces de silice avec des molécules sous formes de chaînes (HMDSO, TEOS, TMS, TMOS...) ou des molécules cycliques (OMCTSO, HMCTSO,...) [4].

Le principal avantage de cette technique est la rapidité de mise en œuvre pour l'obtention des couches minces, et cela à des températures relativement basses.

Le principal inconvénient de cette technique est la lourdeur des équipements, ce qui rend la synthèse des couches minces assez coûteuse. De plus, on ne peut traiter que des petites surfaces de l'ordre du centimètre carré [8].

3.2.2. DÉPOSITION PHYSIQUE EN PHASE VAPEUR :

Dans les procédés PVD (Physical Vapour Deposition), une vapeur d'un matériau est produite à partir d'une source solide. La vapeur vient ensuite se condenser ou réagir sur un substrat pour former un film mince. Les diverses techniques utilisées pour créer la vapeur ainsi que les conditions opératoires qui les accompagnent, conduisent à des procédés de synthèses de films minces présentant chacun des atouts et des limitations.

3.2.2.1. Les procédés d'évaporation sous vide :

Le principe du procédé est de former une vapeur du matériau à déposer dans des conditions de pression telles que les atomes gazeux puissent diffuser jusqu'au substrat à recouvrir sans pratiquement subir de collisions. Le matériau à déposer est donc chauffé, pour obtenir une pression de vapeur suffisamment élevée et une vitesse d'évaporation permettant la formation d'un dépôt, et ce dans une enceinte à basse pression (en général 10^{-5} à 10^{-7} mbar). La possibilité de synthétiser une large gamme de matériaux passe par l'emploi de sources de chauffage (tungstène, molybdène, tantale,...) et/ou de creusets

réfractaires (Al_2O_3 , ZrO_2 , BN ,...). Il est possible de synthétiser des composés par évaporation, en utilisant plusieurs matériaux sources (coévaporation) ou en utilisant une atmosphère réactive, d'oxygène par exemple (évaporation réactive) [9].

Les procédés d'évaporation sous vide permettent d'atteindre des vitesses de dépôts élevées (supérieures à $1 \mu\text{m}/\text{min}$) et de traiter d'une manière homogène des surfaces importantes [9]. Cependant il est nécessaire de travailler dans une enceinte maintenue sous vide secondaire. De plus il est souvent nécessaire de chauffer le substrat pour assurer une bonne adhésion du revêtement.

3.2.2.2. La pulvérisation cathodique :

La pulvérisation cathodique est un procédé de dépôt assisté par plasma (gaz inerte, en général de l'argon) couramment employé pour la synthèse des films minces. Cette technique permet d'obtenir des couches minces stœchiométriques. Elle repose sur l'utilisation des ions issus d'un plasma pour la pulvérisation d'une cible constituée du matériau à déposer.

Donc, dans une enceinte où règne un vide secondaire; la cible est portée à un potentiel négatif, ce qui permet notamment son bombardement par des ions positifs d'un gaz choisi. Il s'agit de la pulvérisation directe. Si on introduit dans l'enceinte, en plus de l'argon, un gaz (généralement de l'oxygène) qui va réagir chimiquement avec les atomes pulvérisés du matériau à déposer, on dit qu'on est en présence d'une pulvérisation cathodique réactive [10-11].

3.2.3. Spray Pyrolyse :

Une solution de deux ou plusieurs composés réactifs est vaporisée puis projeté à l'aide d'un atomiseur sur un substrat chauffé. La température du substrat permet l'activation thermique de la réaction chimique entre les composés réactifs et le substrat. Le revêtement peut être réalisé soit à l'air soit sous une atmosphère contrôlée [10].

Signalons, parmi les principaux inconvénients de ces techniques, la lourdeur des équipements d'une part, et d'une autre part la synthèse de couches minces assez coûteuses.

3.3. REVÊTEMENTS PAR VOIE SOL-GEL :

Depuis plus d'un siècle, les matériaux de synthèse remplacent peu à peu les matériaux traditionnels. L'approfondissement des connaissances tant fondamentales que technologiques permet d'améliorer les propriétés de ces nouveaux matériaux et d'innover sans cesse dans ce domaine.

D'après P.S. Riviere [12], l'obtention de matériaux sol-gels est assez ancienne puisqu'elle a été décrite pour la première fois en 1845 par Ebelmen. Il s'agissait de la formation de gel de silice initié spontanément par l'humidité de l'air à partir de tétralcoxysilane $\text{Si}(\text{OEt})_4$.

Selon R. Ciriminna et al. [13], le terme sol-gel a été introduit par Graham durant ses travaux qui portaient sur des solutions de silicium en 1864.

Le réel début des matériaux sol-gels n'eut lieu qu'à partir des années 1930, où on a pu établir les bases fondamentales dans la compréhension des mécanismes d'hydrolyse et de condensation.

Ainsi que cité par S. Sallard [14], les travaux de Roy L. consacrés à l'obtention de poudres, de Beasley R. M. et al. pour l'élaboration de fibres, de Marisic M. et al. pour la mise en œuvre de matériaux catalytiques, de McLachlan Jr D. pour la préparation des céramiques et enfin de Dislich H. pour la réalisation des verres technologiques, ont permis au procédé Sol-gel de quitter le domaine de la chimie pour de véritables applications industrielles.

De nos jours, les procédés de synthèse par la voie Sol-gel désignent un nouveau type d'élaboration de matériaux en solution à partir de précurseurs moléculaires. Les progrès ont été rapides et le procédé Sol-gel s'est étendu à d'autres domaines comme les matériaux hybrides ou organominéraux et même les biomatériaux [15].

3.3.1. PRÉSENTATION DU PROCÉDÉ SOL-GEL :

Les procédés conventionnels, employés pour former de nouvelles liaisons d'oxydes métalliques et obtenir des matériaux ou des structures polymériques de natures inorganiques, consistent en des procédés verriers ou céramistes. Ils sont liés à la chimie de l'état solide et nécessitent généralement de hautes températures avec fusion ou interdiffusion des réactifs et nucléation d'intermédiaires cristallins [16].

Semblablement, la voie Sol-gel (de l'abréviation de *solution-gélification*) permet l'élaboration d'une grande variété de matériaux de grande pureté, sous différentes formes (monolithes, films minces, fibres, poudres). Cette grande diversité, tant de matériaux que de mise en forme, a rendu ce procédé très attractif dans différents domaines technologiques comme l'optique, l'électronique, les biomatériaux,... etc. Elle présente, en outre, l'avantage d'utiliser une chimie douce et de pouvoir conduire à des matériaux très purs et stœchiométriques [16].

La présence de certains désavantages (connaissances incomplètes de tous les mécanismes réactionnels présents, stockage de composés coûteux et réactifs) limite encore beaucoup d'applications. Néanmoins, l'amélioration des connaissances et de la maîtrise technologique devraient permettre de franchir ces obstacles dans de nombreux domaines industriels [14].

Dans le procédé Sol-gel l'idée de base est très simple: une solution de départ à base de précurseurs en phase liquide (sol) se transforme en un réseau qui est une phase solide (gel) englobée dans une phase fluide par le biais d'un ensemble de réactions chimiques. On parle de transition sol-gel lorsque ce réseau atteint des dimensions macroscopiques [17].

D'une manière générale, le processus Sol-gel s'opère en quatre grandes étapes :

1. Etape physico-chimique où prédominent les paramètres chimiques, c'est en fait l'étape de préparation de la solution du dépôt.
2. Etape de dépôt des couches minces, où les paramètres physico-chimiques jouent un rôle important. C'est à cette étape que se forme la couche mince de gel.
3. Etape de séchage, où la température joue un rôle fondamental. C'est à cette étape que se forme la couche mince.
4. Etape de densification où les paramètres physiques et mécaniques influent grandement sur les performances de la couche finale. C'est dans cette étape de traitements thermiques que se forme le matériau et acquiert ses propriétés finales.

Parmi les principaux facteurs qui contrôlent ce processus, nous citons : le taux d'humidité et la température du milieu de préparation, la nature du catalyseur et la concentration de la solution de dépôt ainsi que son pH [18].

Les travaux de L. Nikolic et al. [19] sont un exemple illustratif des effets de ces facteurs. Dans le but d'étudier la résistance d'un verre revêtu par une couche de silice déposée par voie sol-gel, les auteurs produisirent différentes microstructures de silice en variant les

quantités d'eau rajoutée et du solvant, le type et la concentration du catalyseur utilisé ainsi que le pH de la solution.

Les résultats montrent alors que le renforcement et l'amélioration de la résistance des substrats sont affectés par la microstructure de la silice élaborée. Cette dernière (microstructure) est liée aux paramètres du processus d'élaboration du sol sous les différentes conditions (spécialement la quantité d'eau rajoutée et le pH).

3.3.2. CHIMIE DU PROCÉDÉ SOL-GEL :

Le procédé Sol-gel fait intervenir des précurseurs moléculaires sous forme d'alcoxydes métalliques $M(OR)_n$. Comme déjà cité, leur utilisation se fait le plus souvent à température ambiante ou tout au moins bien inférieure à celle des procédés classiques (150°C). La voie Sol-gel appartient à la chimie moléculaire basée sur le contrôle cinétique du chemin réactionnel. Ce contrôle cinétique est possible par une bonne connaissance de chacun des mécanismes réactionnels et permet de comprendre la relation cause/effet entre les paramètres du procédé utilisé et les propriétés finales du matériau.

Malgré le très grand nombre de précurseurs possibles, la plupart des travaux portent sur les dérivés du silicium. En effet, le silicium est le constituant principal du verre. Dans leurs publications, M. A. Aegerter et al. [20] et J. Livage [21] mentionnent que les alcoxydes de silicium sont parmi les plus stables des alcoxydes métalliques, ce qui permet un contrôle de leur réactivité bien plus aisé. De ce fait, les matériaux sol-gels à base du silicium sont relativement les plus étudiés et les mieux connus jusqu'à l'heure actuelle.

3.3.2.1. Mécanismes réactionnels de la synthèse Sol-gel :

Comme présenté par J. Livage et D. Ganguli [22], le mécanisme chimique de transformation se décompose en deux étapes :

- ◆ L'*hydrolyse* qui correspond à la réaction d'activation.
- ◆ La *polymérisation* qui est l'étape de la croissance des chaînes.

3.3.2.1.1. L'hydrolyse : [23]

L'hydrolyse débute dès l'ajout d'eau ou d'un mélange eau/alcool dans la solution. Elle est définie par l'équation-bilan suivante :



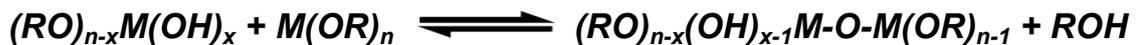
En général, la réaction d'hydrolyse est fortement accélérée par l'ajout d'un catalyseur, acide ou basique, et de nature organique ou inorganique.

3.3.2.1.2. La polymérisation :

La polymérisation commence souvent avant que l'hydrolyse ne soit complètement achevée. Le phénomène est complexe car quatre mécanismes (l'alcoxolation, l'oxolation, l'alcoolation, et l'olation) peuvent être en concurrence pour la polymérisation. Toutefois, dans le cas du silicium seules l'alcoxolation et l'oxolation existent. L'importance relative de chacun des mécanismes dépend des conditions expérimentales.

A. L'alcoxolation : [23]

Cette réaction se produit entre deux alcoxydes métalliques dont l'un seulement a été partiellement hydrolysé et elle peut être définie par l'équation-bilan suivante :



B. L'oxolation : [23]

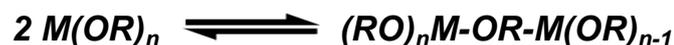
Ce mécanisme se produit entre deux alcoxydes partiellement hydrolysés :



Le mécanisme reste le même si ce n'est que le groupe partant est une molécule d'eau.

C. L'alcoolation : [24]

Elle ne nécessite pas d'hydrolyse pour se faire :



D. L'olation : [24]

L'olation est très proche de l'alcoolation mais elle nécessite une hydrolyse préalable d'un alcoxyde métallique :



Elle suit le même mécanisme que l'alcooolation sauf que le pont formé est un pont hydroxyle.

3.3.2.2. Principaux états du système lors de la transition sol-gel : [25]

La figure 3.1 présente les principales étapes d'une synthèse d'un matériau par voie sol-gel.

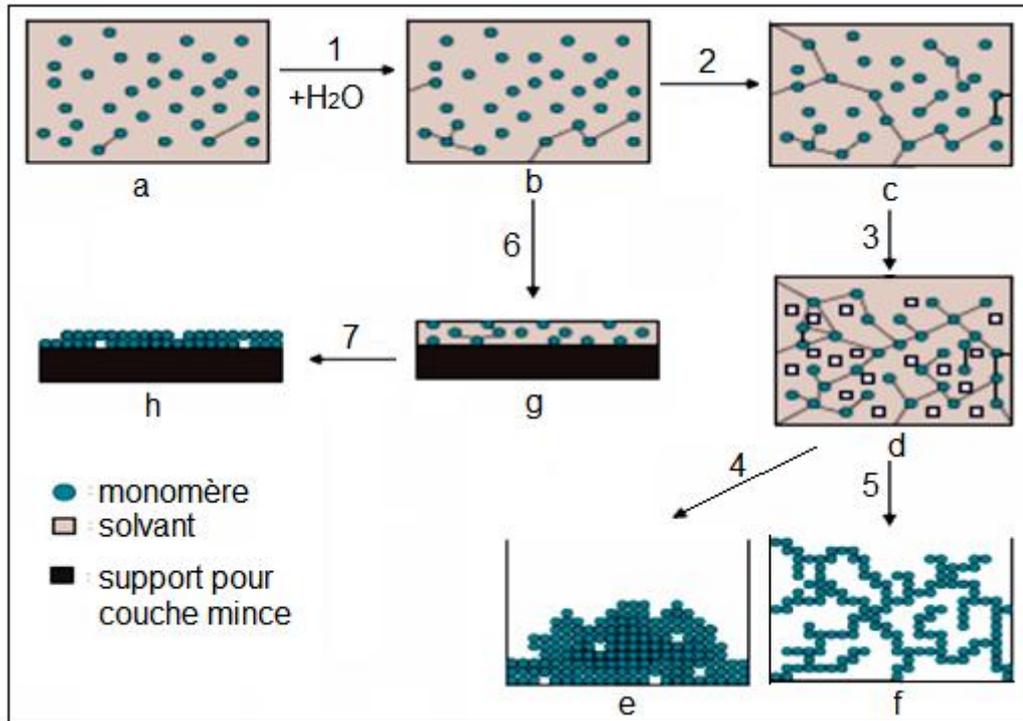


Figure 3.1 : Principales étapes d'une synthèse d'un matériau par voie sol-gel [26].

Le premier état est celui de sols hydrolysés et/ou condensés (*a*) : solution liquide d'alcoxydes métalliques et partiellement dissous dans un solvant.

L'adjonction d'eau (*1*) entraîne l'apparition de l'hydrolyse et des réactions de polymérisation. Il se forme des oligomères et des polymères en solution (*b*). La viscosité de la solution augmente jusqu'à l'obtention d'un gel au t_{gel} (temps nécessaire à l'obtention du gel après l'ajout d'eau aux conditions considérées) (*c*).

Le mot gel n'a de signification qu'au niveau macroscopique, ou il apparaît comme un solide, bien que contenant encore une grande quantité de liquide interstitiel. Au niveau moléculaire rien ne change, le maillage du gel est très desserré juste après le point de gel, et les espèces non liées au gel peuvent toujours diffuser et réagir (polymérisation, dépolymérisation et greffage au réseau).

Puis le gel vieillit (3). Par greffages successifs, son maillage devient plus dense. Les molécules et surtout les macromolécules diffusent beaucoup plus difficilement. Cette période peut durer plusieurs t_{gel} . On peut parfois observer une synérèse (c.à.d. une expulsion du solvant).

Le gel peut être séché dans des conditions douces. Il durcit en se compactant : c'est un xérogel (e) (application ultérieure pour former des verres et céramiques denses). Le solvant peut être évaporé dans des conditions supercritiques (5) (vitesse d'évaporation importante et constante) pour former un gel très peu compact : c'est un aérogel (f).

Lorsque l'on n'en est encore qu'à l'étape du sol, il est possible de répandre le sol sur une surface (6) pour former des films de xérogels en couches minces (par les techniques de spin-coating, dip-coating ou autres) (h).

3.3.2.2.1. Vieillissement du gel : (figure 3.1.d)

Une fois le gel formé, le système continue à évoluer par fixation progressive des espèces libres. A température ambiante ce phénomène peut durer pendant des mois selon le pH, la température et la composition des gels [26].

L'effet sur le réseau de ces processus est un renforcement et un retrait des gels. Le retrait est dû à la formation de nouvelles liaisons où auparavant seules des interactions faibles opéraient entre la surface hydroxylée et des groupes alcoxydes. Le retrait entraîne l'expulsion du solvant des pores du gel ce qui transforme progressivement un gel avec une phase liquide continue en un gel comprenant des phases séparées de liquide, pour aboutir à un monolithe solide et compact.

3.3.2.2.2. Structures formées : [14]

La structure finale du gel (à petite et grande échelles) dépend donc de l'ensemble des processus décrits ci-dessus. D'une manière générale, les gels de silice peuvent être obtenus par des catalyses basiques ou acides :

A. Gels de silice obtenus par catalyses basiques :

Dans le cadre des catalyses basiques, les hydrolyses successives sont de plus en plus rapides. On obtient des clusters de plus en plus ramifiés. Au bout d'une certaine taille, les clusters diffusent la lumière, un phénomène qui s'amplifie avec leur croissance. Ainsi les

sols deviennent de plus en plus opaques. On aboutit à la formation d'un gel mou qui se densifie pour former un système proche de la structure macroscopique du polystyrène expansé, où de larges pores séparent les particules interconnectées (figure 3.2).



Figure 3.2 : Gels obtenus à partir de tétralcoxydes de silicium par catalyse basique [27].

B. Gels de silice obtenus par catalyses acides :

Dans le cadre de gels catalysés par des acides, on forme un système isotrope pour le gel mou sous forme d'un réseau proche de fils emmêlés. Lors du vieillissement, le gel devient compact pour aboutir à une structure translucide et dense (figure 3.3) à la texture vieillissement semblable à celle du verre. Mais la résistance mécanique du gel est moindre que celle du verre car son réseau polymérique est beaucoup moins régulier (boucles et bouts pendants).

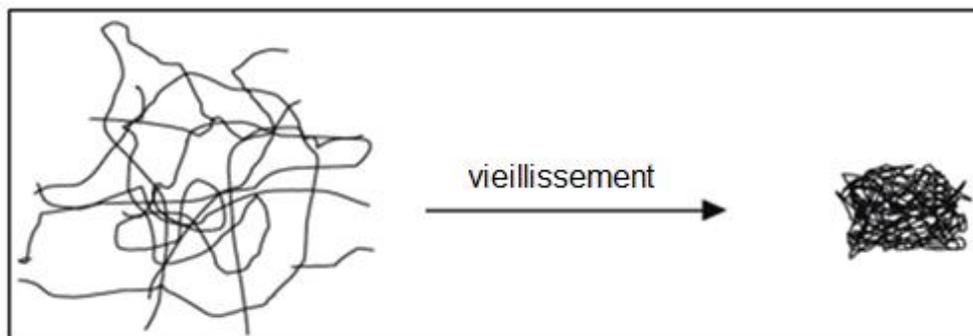


Figure 3.3 : Gels obtenus à partir de tétralcoxydes de silicium par catalyse acide [27].

3.3.3. PROCÉDÉS DE MISE EN ŒUVRE :

De nombreuses méthodes sont développées industriellement pour l'élaboration de couches minces par voie sol-gel (d'une épaisseur de quelques nanomètres à plusieurs dizaines de micromètres) et d'envisager diverses mises en forme pour le matériau final. Le

choix de la méthode utilisée dépend des caractéristiques du substrat à recouvrir telles que sa géométrie ou encore sa taille et autres considérations [28].

Parmi les procédés les plus communément utilisés on trouve principalement : le spray coating, le roll-coating, le spin coating et le dip-coating.

3.3.3.1. Spray-coating :

La figure 3.4 illustre le schéma de principe du spray-coating.

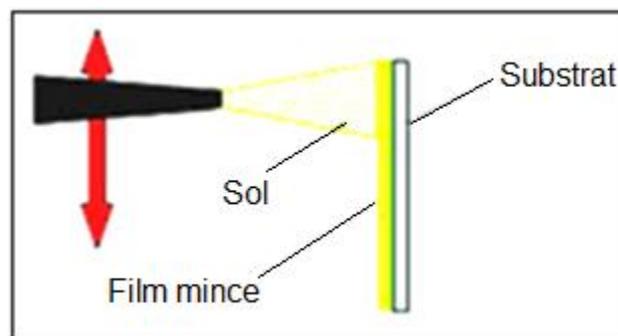


Figure 3.4 : Principe du spray-coating.

Le spray-coating (ou revêtement par pulvérisation) est une technique de mise en forme basée sur la pulvérisation d'un liquide directement sur un support. Un balayage est effectué afin de revêtir uniformément toute la surface à traiter.

Plusieurs paramètres sont à discerner pour obtenir des dépôts homogènes et des épaisseurs prouvées. Citons la viscosité du sol qui est un paramètre clef étant donné qu'elle est le responsable de la modification de la quantité de matière déposée. Viennent ensuite les paramètres liés au procédé de pulvérisation : la vitesse de balayage qui va définir la durée de pulvérisation sur une même surface; le débit de gaz (donc la pression) permettant l'entraînement du sol dans le pulvérisateur et déterminant par conséquent la quantité de sol pulvérisée. En dernier lieu, la géométrie de la buse de pulvérisation (angle solide d'ouverture) et la distance buse-support auront un impact sur la surface de la zone pulvérisée et donc sur la quantité de matière déposée.

Un exemple du contrôle de ces paramètres est celui tiré des travaux de Tim Olding et al. [29]. Dans le but de réaliser un isolateur électrique (à base de silicium-aluminium) sur des échantillons en acier de forme complexe, les auteurs utilisèrent la méthode du spray-coating (en contrôlant les paramètres de dépôt) et déposèrent des films homogènes, exemptes de crack, avec une bonne adhérence et d'une épaisseur variant de 100 μ m à

300 μ m. Ils arrivèrent à une isolation électrique comparable à celle de la porcelaine utilisée couramment dans l'isolation du haut voltage.

Cette méthode de dépôt a été décrite la première fois par F.A. Bailey et al. [30] puis utilisée par C.M. Browne et al. [31] qui exposèrent, dans leurs brevets, la méthode et l'appareil pour former un film mince sur une surface de verre (particulièrement un pare-brise)

3.3.3.2. Roll-coating :

La figure 3.5 illustre le schéma de principe du roll-coating.

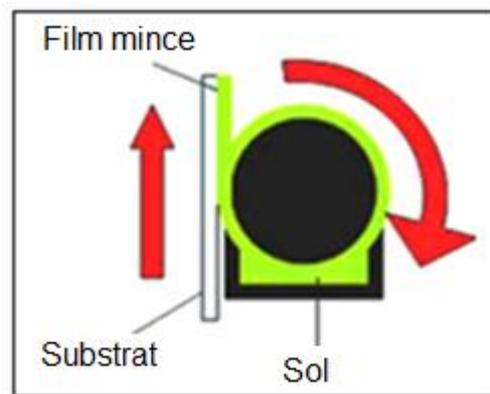


Figure 3.5 : Principe du roll-coating.

Le roll-coating (ou enduction lamellaire) est une méthode de dépôt particulièrement intéressante industriellement pour la réalisation de revêtements sur des enroulements car elle permet le traitement en continu. Un rouleau est partiellement immergé dans un bac contenant le sol et est en contact avec le support en déplacement. Avec la rotation du rouleau, une quantité de sol est entraînée puis déposée sur le support.

Cette technique permet de contrôler l'épaisseur du film humide déposé sur le substrat en modifiant la vitesse de rotation du rouleau, le sens de rotation et l'écart entre le rouleau et le substrat. L'épaisseur du revêtement dépendra alors de l'épaisseur du film humide déposé.

3.3.3.3. Spin-coating :

La figure 3.6 illustre le schéma de principe du spin-coating.

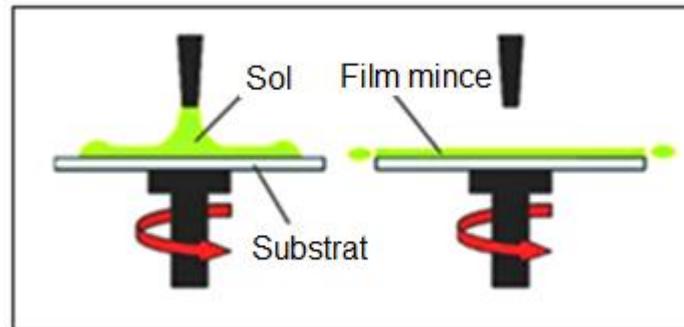


Figure 3.6 : Principe du spin-coating.

Le spin-coating (ou enduction centrifuge) est l'une des méthodes essentielles de dépôt de la voie sol-gel. Il est principalement utilisé pour des supports circulaires de petites tailles. Il consiste à déposer une certaine quantité de sol au centre d'un échantillon en rotation. L'excédent de sol est expulsé sous l'effet de la force centrifuge, un film continu est alors obtenu. Les paramètres responsables de l'épaisseur du film sont ici la quantité de sol déposée au centre du support et la vitesse angulaire [32].

Ce procédé est divisé en quatre étapes comme présenté dans la figure 3.7 [33].

- ◆ Dans la première étape (dépôt), un excès de liquide est déposé sur le substrat puis s'étale lentement.
- ◆ Dans la deuxième étape (accélération radiale), la force centrifuge générée par la rotation du substrat conduit le liquide à s'étaler radialement vers l'extérieur et à recouvrir la totalité du substrat.
- ◆ Dans la troisième étape (rotation constante), le film liquide s'homogénéise en épaisseur et l'excès de liquide est évacué du substrat par la force centrifuge.
- ◆ Dans la dernière étape (gélification), l'évaporation du solvant active les réactions d'hydrolyse et de condensation menant à la formation d'un film gélifié (l'évaporation peut déjà prendre place en partie lors des deux étapes précédentes).

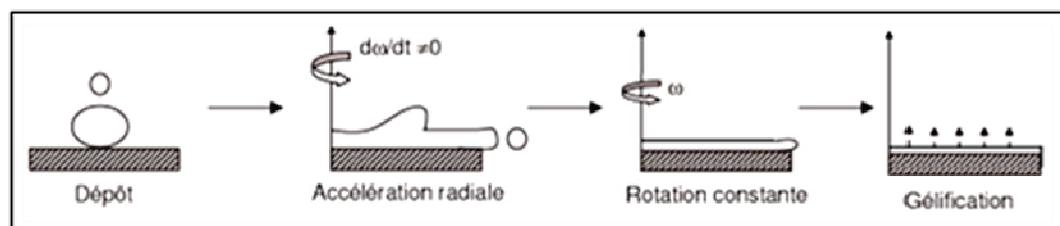


Figure 3.7 : Étapes du processus de dépôt par spin-coating.

D'après ces mécanismes, un film épais et uniforme a tendance à être formé pendant la rotation constante, dont l'épaisseur (h) est décrite suivant l'équation 3.1 :

$$h(t) = h_0 / (1 + 4\rho\omega^2 h_0^2 t / 3\eta)^{1/2} \quad (3.1)$$

Après l'évaporation, le film devient plus fin et son épaisseur finale h_f est donnée par la relation de Meyerhofer (3.2) : [34]

$$h_f = \left(1 - \rho_{A'}/\rho_A\right) \cdot (3\eta e / 2\rho_{A'}\omega^2)^{1/3} \quad (3.2)$$

Dans ces deux équations, on a :

h_0 : l'épaisseur initiale,

t : le temps,

ω : la vitesse angulaire,

ρ : la densité de la solution,

η : la viscosité de la solution,

ρ_A : la masse du solvant volatile par unité de volume,

$\rho_{A'}$: la valeur initiale de cette masse de solvant volatile,

e : le taux d'évaporation qui dépend du coefficient de transfert de matière.

Si les paramètres d'élaboration (telle la viscosité de la solution et la vitesse de rotation) sont maîtrisés, il est possible de contrôler l'épaisseur de la couche mince déposée. Si en plus, pour une solution élaborée la viscosité est fixée, il serait possible de maîtriser l'épaisseur du film à déposer en contrôlant la vitesse de rotation [8].

Dans les travaux de Seung-Chul Lee et al. [35], un dépôt à base d'oxyde d'étain (SnO_2) a été réalisé par voie sol-gel sur des substrats en verre borosilicaté visant à améliorer sa transmittance. En contrôlant la vitesse de rotation, l'épaisseur optimale de la couche mince déposée (sans fissuration) par spin-coating a atteint 50nm. Une plus grande épaisseur (de l'ordre de 1 μm) est alors obtenue par une déposition répétée (multicouches) conduisant ainsi à une augmentation de la transmittance (>90%) et par suite du rendement du système photovoltaïque. Les auteurs affirment avoir obtenu facilement l'épaisseur optimale par cette méthode (en contrôlant évidemment la vitesse de rotation) mieux que par d'autres techniques.

La figure 3.8 suivante tirée des travaux de C. J. BRINKER et al. [36] montre l'effet de la vitesse de rotation sur l'épaisseur obtenue lors de la déposition d'une couche formée de 90%TiO₂ et 10%SiO₂ par spin-coating.

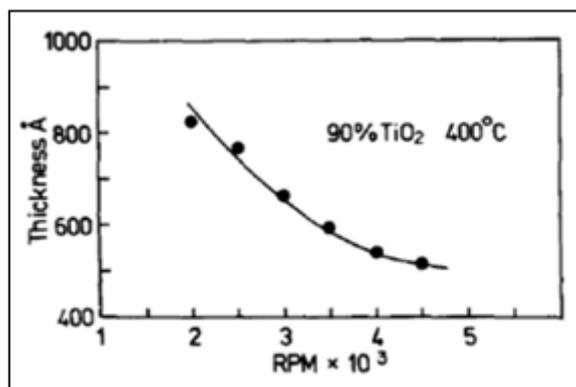


Figure 3.8 : Epaisseur d'une couche formée de 90%TiO₂ et 10%SiO₂ en fonction de la vitesse de rotation [36].

L'augmentation de la vitesse conduit à la diminution de l'épaisseur comme reportée par les auteurs. Mais pour les hautes vitesses, cet effet se voit réduit.

3.3.3.4. Dip-coating :

Le moyen le plus simple pour élaborer des revêtements par voie sol-gel est le dip-coating (trempage-retrait). La mise en œuvre s'effectue en deux étapes (figure 3.9) : tout d'abord une phase d'immersion de l'échantillon dans le sol, puis, une phase de retrait qui sera déterminante pour la régularité et l'épaisseur du revêtement. Elle s'effectue à vitesse contrôlée dans des conditions stables (température et humidité extérieures, viscosité du sol,...) afin obtenir un film uniforme [32].

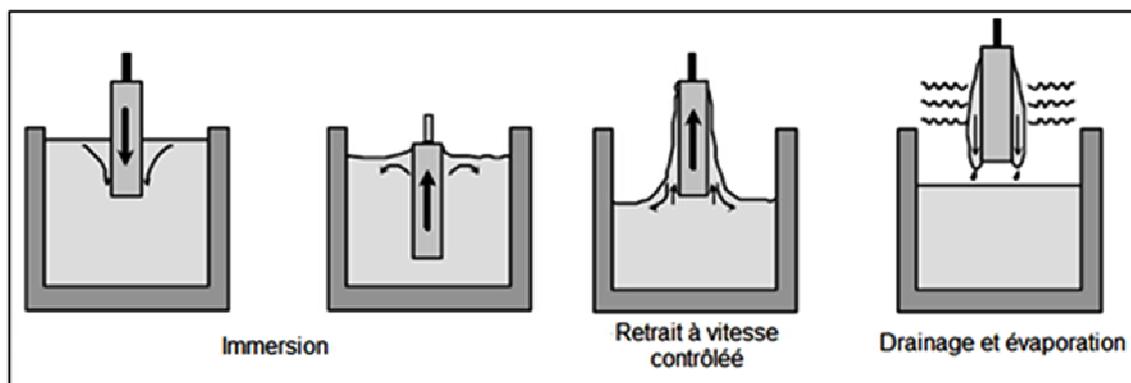


Figure 3.9 : Schéma de principe du dip-coating [37].

Plusieurs phénomènes physico-chimiques, tels que le drainage du sol, l'évaporation du solvant, l'hydrolyse et la condensation du sol ainsi que les forces capillaires, qui ont lieu simultanément lors du trempage-retrait, contribuent aux caractéristiques finales du film déposé. Au final, l'épaisseur h de la couche après séchage résulte des forces suivantes: la viscosité du sol, la pression, la force de traction, la force de gravitation, la résultante des forces de tension superficielle et le gradient de tension de surface [38]. Le revêtement commencera alors sa formation (figure 3.10).

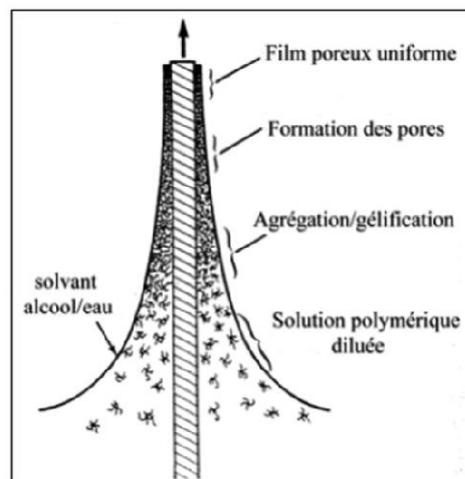


Figure 3.10 : Schéma du film humide lors du retrait d'une plaque immergée dans un sol [39].

En effet, l'épaisseur du revêtement dépend de la quantité de sol entraînée pendant le retrait. On comprend alors que : plus la vitesse de retrait est importante, plus la quantité de matière entraînée est grande, et par conséquent plus les revêtements sont épais, puisque la matière n'a pas eu le temps de s'écouler. Il existe d'ailleurs plusieurs lois qui corrént épaisseur et vitesse de retrait, comme la loi de Landau et Levich (équation 3.3) [40], qui s'applique dans le cas de vitesse de retrait modérée en utilisant un liquide newtonien, c'est-à-dire un fluide qui continue de s'écouler indépendamment des forces extérieures qui agissent sur lui. Ceci est généralement le cas lorsque la viscosité du sol est proche de celle de l'eau [25].

$$h = 0,94 \frac{(\eta v_0)^{2/3}}{\gamma_{lv}^{1/6} (\rho g)^{1/2}} \quad (3.3)$$

Avec :

h : épaisseur du film

η : viscosité du milieu

v_0 : vitesse de retrait

γ_v : tension superficielle

ρ : masse volumique du milieu

g : paramètre gravité

Pour de faibles vitesses de retrait, l'effort gravitationnel a pour effet d'entraîner un écoulement du sol et de limiter ainsi son épaisseur à la surface du substrat.

Cette étape doit être contrôlée afin de limiter les contraintes internes dans le film et d'obtenir un revêtement cohérent, adhérent et sans fissure [40]. Les propriétés de cohésion et d'adhérence sont, dans tous les cas, étroitement liées à la nature des précurseurs et "additifs" constituant le sol et à leurs conditions de mise en œuvre sous forme de film [28].

Quand la viscosité est élevée et que la vitesse de retrait est rapide pour minimiser la courbure du ménisque, la loi simplifiée (équation 3.4) décrite par G.W. Scherer [25] peut être alors utilisée:

$$h = 0,8 \sqrt{\frac{\eta v_0}{\rho g}} \quad (3.4)$$

Il est donc possible d'ajuster l'épaisseur des films en faisant varier la vitesse de retrait, ce qui fait de cette méthode de dépôt un moyen simple à mettre en œuvre et reproductible.

Ces avantages ont été utilisés par A. Schüller et al. [41] dans leurs travaux sur des collecteurs solaires en verre. A fin d'extraire des informations (indice de réfraction et épaisseur) sur des couches minces de $Ti_xSi_{1-x}O_2$ ($0 < x < 1$) déposées par dip-coating (en une seule couche et en multicouches) sur des lames de verre, les auteurs ont procédé à la mesure spectrophotométrique de la transmittance d'un large lot de substrats élaborés avec différentes vitesses de retrait. Les spectres sont regroupés sur la figure 3.11 suivante. ($x=0,5$ est pris comme exemple)

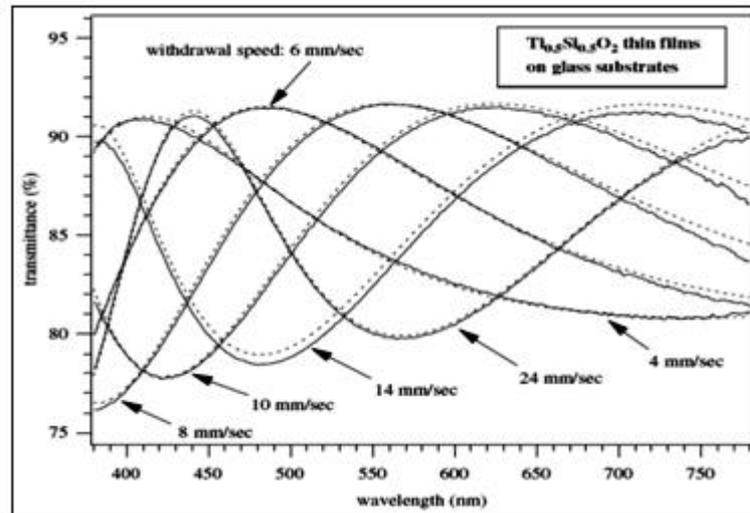


Figure 3.11 : Specters de transmittance de couches de $Ti_{0,5}Si_{0,5}O_2$. [41]. En trait continu : les données expérimentales, en trait discontinu : les résultats de simulation

Le contrôle de la vitesse de retrait a permis une reproductibilité excellente des couches. L'indice de réfraction a été déduit à partir des spectres des substrats revêtus d'une seule couche. La connaissance de la fonction de dépendance entre l'indice de réfraction et la composition chimique des couches déposées a permis la simulation d'un tas de multicouches. Ainsi, les échantillons réalisés en multicouches présentaient un rendement énergétique atteignant 2,4.

3.3.4. TRAITEMENTS THERMIQUES ET RECUITS :

A la suite de l'étape de dépôt, et quelle que soit la méthode utilisée, le revêtement doit être traité thermiquement (séchage et recuit) afin de retirer le solvant contenu dans le sol et d'assurer sa consolidation. De plus, le traitement thermique peut être nécessaire pour augmenter la cinétique des réactions de polymérisation inorganique, et dans le cas de films hybrides, de polymérisation organique ainsi que pour promouvoir la réticulation du réseau et l'adhérence sur le substrat [32].

La durée de ces traitements diffère selon le but et l'application convoités.

Prenons l'exemple du travail de M. ATIK et al. [42]. Les auteurs ont étudié l'effet du traitement thermique et de sa durée sur la vitesse de corrosion de substrats en acier inoxydable revêtus par une couche de PMMA/ ZrO_2 déposée par dip-coating. L'attaque s'opère dans une solution acide agressive (H_2SO_4).

La figure 3.12 dénote l'évolution de la vitesse de corrosion (CR mesurée en **mills per year**) en fonction de la température de recuit ($^{\circ}\text{C}$).

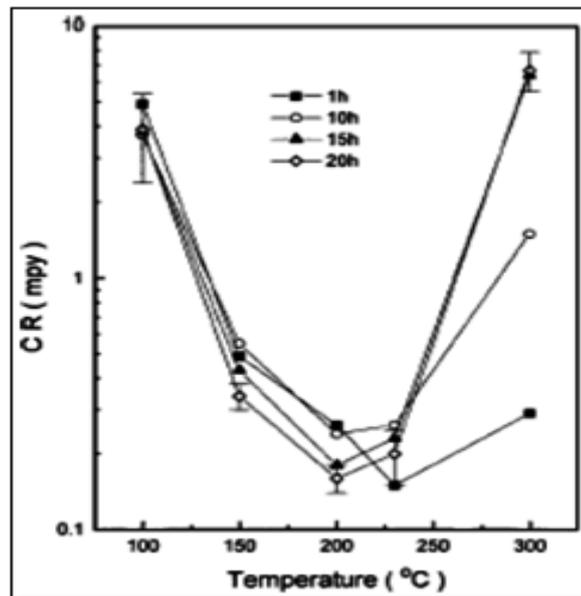


Figure 3.12 : Variation de la vitesse de corrosion CR (mpy) en fonction de la température de recuit ($^{\circ}\text{C}$) pour différentes durées de recuit [42].

Les auteurs notent que les revêtements qui ont subi un traitement thermique à une basse température présentaient une vitesse de corrosion élevée du fait qu'ils n'étaient pas assez densifiés ou polymérisés. De même, ceux qui ont subi un traitement thermique à une température supérieure à 250°C ne présentaient pas une bonne résistance à la corrosion et ils sont rapidement détériorés si la durée de traitement augmentait. Toutefois les faibles vitesses de corrosion étaient constatées pour les revêtements traités entre 200 et 230°C et pour des durées de 20 à 1 heure respectivement. La durée de vie de ces substrats a été multipliée par un facteur de 30.

3.3.5. AVANTAGES ET INCONVÉNIENTS DE LA MÉTHODE SOL-GEL : [43,44]

Cette voie de synthèse est de plus en plus employée dans différents domaines, suite aux avantages qu'elle offre par rapport aux procédés conventionnels :

- En plus de la simplicité technologique de l'élaboration et de la déposition, il y a le faible coût énergétique et la température de déposition peu élevée : le procédé sol-gel permet l'élaboration de matériaux à basse température, sans passer par la fusion. Un simple chauffage à quelques centaines de degrés permet d'obtenir un matériau tout à fait comparable à un verre fondu.

- Bien que les précurseurs alcoxydes soient relativement coûteux, ce procédé pourrait être particulièrement avantageux lorsque la solution contient des éléments volatiles ou réfractaires.
- Mise en œuvre simplifiée et facile des matériaux: la viscosité du système augmente progressivement en fonction de l'avancement des réactions de polymérisation. On passe ainsi par des étapes (sol ou gel) dont la viscosité est adaptée à des opérations de mise en forme telle que le dépôt de films minces (trempage, tournettes), l'étirage de fibres voir même le moulage de formes complexes. On peut ainsi mettre en forme des couches minces directement à partir de la solution, sans passer par la fusion pâteuse d'un mélange de poudres.
- Modulation des propriétés du matériau en fonction des besoins d'utilisation, par le contrôle des réactions de condensation.
- Les conditions dans lesquelles se fait la synthèse de la couche mince sont suffisamment douces pour qu'on puisse la réaliser en présence de molécules organiques. On obtient ainsi des matériaux totalement originaux, les hybrides organo-minéraux, de véritables nanocomposites dans lesquels les espèces minérales et organiques sont mélangées à l'échelle moléculaire. Ces matériaux hybrides couvrent toute la gamme allant du verre fragile et cassant au polymère plastique.
- La pureté et homogénéité de la solution initiale réalisée à base de précurseurs de haute pureté et l'élimination des résidus organiques conduisent à des matériaux très purs, homogènes et stœchiométriques.
- La possibilité de dopage relativement simple en phase sol: la facilité de dopage en grande quantité (de l'ordre de 10 %) d'une matrice d'oxyde pour en faire des émetteurs optiques. Ce dopage est applicable aussi bien aux ions, aux nanocristaux qu'aux colorants organiques.
- Les nombreuses textures réalisables (poudres, fibres, monolithes et couches minces).
- La possibilité de dépôts sur des substrats de formes complexes et de grande taille.
- Le dépôt sur une ou deux faces (spin-coating, dip-coating).
- Le choix de l'épaisseur, grâce aux dépôts multicouches.
- La quantité de sol nécessaire relativement faible.

- Les gels secs, sous forme de poudre, peuvent être frittés à plus basse température que celle utilisée dans l'industrie des poudres.

Cependant il y a des obstacles qui peuvent freiner le développement des procédés sol-gel:

- Coût élevé de certains précurseurs alcoxydes et difficulté du stockage de composés coûteux et réactifs.
- Les problèmes liés aux critères chimiques à contrôler (notamment les quantités relatives alcoxyde/eau/solvant) qui gouvernent la structure finale du matériau, laissant apparaître une certaine complexité sous l'apparente simplicité de mise en œuvre du procédé.
- Présence de groupements chimiques résiduels non-souhaités qui subsistent si le traitement thermique n'est pas complet.
- Nécessité de températures relativement élevées pour le recuit, obligeant ainsi l'utilisation uniquement des substrats à grande résistance thermique.

3.3.6. APPLICATIONS DU PROCÉDÉ SOL-GEL :

Vus les avantages offerts par rapport aux procédés conventionnels, les procédés sol-gel se sont faits une grande place d'utilisation dans différents domaines. Nous résumons leurs emplois dans les principaux secteurs suivants:

- ◆ *Secteur métallurgique* : la solution sol-gel se développe de plus en plus pour le traitement de surface des matériaux métalliques (tôles et pièces métalliques). Ce procédé pourrait remplacer le chromage (ou tout autre procédé similaire et qui en plus cancérigène) comme traitement anticorrosif et conférer des propriétés de protection contre les rayures, réduction des frictions, réduction de l'attaque chimique et par suite diminution de l'usure [45]. L'avantage de l'application de telle solution par rapport aux procédés classiques est la réduction du temps et des coûts de production ainsi qu'elle est plus respectueuse de l'environnement.
- ◆ *Secteur agroalimentaire* : la plupart des fruits et légumes doivent être stockés dans des chambres froides à atmosphère contrôlée tout en évitant le mûrissement de ces produits. Pour cela, un revêtement photo-catalytique à base de nanocristaux de TiO_2 contenu dans un sol d'oxyde de silicium (élaboré par voie sol-gel) est appliqué par spray-coating sur la tôle interne aussi bien des unités frigorifiques que des emballages des boîtes pour conserves [46].

- ◆ *Revêtement anti-abrasif* : concerne d'une façon générale les matériaux organiques (surtout les verres ophtalmiques) qui sont relativement tendres par rapport aux verres minéraux vis-à-vis les frottements d'objets divers et des particules abrasives de poussières, conduisant à des rayures. Pour cette raison, un revêtement sol-gel est réalisé pour la protection de la matrice organique contre ces agressions [47].
- ◆ *Secteur verrier* : dans ce secteur, les avantages et solutions offerts par le procédé sol-gel sont très nombreux. On mentionne les cas des verres anti-feu, des verres avec revêtements autonettoyants, anti-réflectifs, anti-caloriques, colorés et réfléchissants [48].
- ◆ *Secteur optique* : fibres optiques, lentilles de différents types de formes et de dimensions diverses et autres composants optiques sont produites par la technologie sol-gel avec une grande précision et une finesse élevée marquant l'omission de retouches et polissages contrairement aux méthodes conventionnelles de production [48].
- ◆ *Secteurs biomédical et biologie* : les avancées technologiques connues ces dernières années (précisément depuis 1985 comme mentionné dans les travaux de R. Ciriminna et al. [13]) et la maîtrise du procédé sol-gel ont fait que les applications de ce dernier sont ouvertes aussi à la biologie (bio-encapsulation par voie sol-gel) et à la biomédical (le procédé sol-gel pour encapsuler des molécules actives est à la base des médicaments anti-cancer) [13,49,50].

En conclusion, la voie sol-gel facilite l'obtention de matériaux existants et rend possible la synthèse de nouveaux matériaux. Les progrès récents, vis-à-vis le contrôle des paramètres influençant l'élaboration et la formation de ces matériaux sol-gel, permettent d'ouvrir un large horizon pour des applications importantes comme dans le cadre du présent travail.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] S.D. Pech, «*Etude du Comportement Anti-Corrosion de Revêtements Amorphes Base Si Elaborés par Dépôt Chimique en Phase Vapeur Assisté Plasma*», Thèse de Doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2006.
- [2] A. Duran, A. Conde, A. Gomez Coedo, T. Dorado, C. Garcia, S. Ceré, «*Sol–Gel Coatings for Protection and Bioactivation of Metals Used in Orthopaedic Devices*», *Journal of Materials Chemistry*, 14 (2004) 2282–2290.
- [3] L.C. Klein, «*Sol-Gel Technology for Thin Films, Fibers, Preforms, Electronics, and Specialty Shapes*», ISBN 0-8155-1154-X, Printed in USA by Noyes Publications, 1998.
- [4] A. Daniel, «*Revêtements Minces Zn- Si-O et Ti-Si-O : Elaboration au Moyen d'un Procédé Plasma Hybride Pulvérisation Cathodique-PECVD et Caractérisation*», Thèse de Doctorat, Institut National Polytechnique de Lorraine, 2006.
- [5] M. Ohring, «*The Materials Science of Thin Films*», ISBN 0-12-524990-X, Academic Press LIMITED, London, 1992.
- [6] J.B. Wachtman, R.A. Haber, «*Ceramic Films and Coatings*», Edited by John B. Wachtman and Richard A. Haber, Published in the United States of America by Noyes Publications, 1993, ISBN: 0-8155-1318-6.
- [7] M. Attallah, «*Elaboration et Caractérisation des Couches Minces d'oxyde de Silicium Obtenues par Voie Sol-Gel*», Mémoire de Magister, Département de Physique, Université Mentouri-Constantine, 2010.
- [8] M. Ayadi, «*Elaborations et Caractérisations de Couches Minces d'oxyde de Titane Obtenues par la Méthode Sol-Gel*», Mémoire de Magister, Département de Physique, Université Mentouri-Constantine, 2004.
- [9] K. Aumaille, «*Étude Comparative des Procédés de Dépôt de Couches Minces par Plasma d'organosiliciés : TEOS, HMDSO et HMDSN*», Thèse de doctorat de l'université de Nantes, Nantes, 2000.
- [10] D.M. Mattox, «*The Foundation of Vacuum Coating Technology*», William Andrew Publishing, Norwich, New York, 2003, ISBN: 0-8155-1495-6.
- [11] B. Chapman, «*Glow Discharge Processes*», Edition John Wiley, 1980, pp 181 et 190.
- [12] P.S. Riviere, «*Matériaux Hybrides Fonctionnels Photo-Actifs : Stratégie d'élaboration, Caractérisation et Activité*», Thèse de Doctorat en Chimie Physique, Université de Pau et des Pays de L'adour, 2009.

- [13] R. Ciriminna, A. Fidalgo, V. Pandarus, F. Béland, L. M. Ilharco, M. Pagliaro, «*The Sol-Gel Route to Advanced Silica-Based Materials and Recent Applications*», Chemical Reviews, American Chemical Society, OCTOBER 2012, dx.doi.org/10.1021/cr300399c.
- [14] S. Sallard, «*Etudes Electrochimiques de Cinétiques de Polycondensation Sol-Gel et de la Fractalité des Xérogels*», Ecole Normale Supérieure de Cachan, Sud de Paris, 2004.
- [15] F. Collignon, «*Cahier Technologique Sol-Gel*», CERTECH (CEntre de Ressources TEchnologiques en Chimie, BELGIUM, Février 2008, www.certech.be
- [16] R. Corriu, N.T. Anh «*Molecular Chemistry of Sol-Gel Derived Nanomaterials*», ISBN:978-0-470-72117-9, John Wiley & Sons, Ltd. 2009.
- [17] A. Akssas, «*Elaboration des Nanocristaux Semiconducteurs et Etude de Leurs Propriétés Structurales et Optiques*», Thèse de Doctorat, Département de Physique, Université A. Mira, Bejaia, 2011.
- [18] Y. Bouachiba, «*Synthèse de Films TiO₂ et Etude Structurale et Optique*», Mémoire de Magister, Département de Physique, Université Mentouri-Constantine, 2010.
- [19] L. Nikolic, L. Radonjic, «*Effect of the Silica Sol-Gel Coatings on the Properties of Glass Substrate*», Ceramics International, 24 (1998) 547-552.
- [20] M.A. Aegerter, M. Mennig, P. Muller, H. Schmidt, «*Functional Coating Obtained on Glass by Sol-Gel Process*», Institut für Neue Materialien gem. GmbH – Sarrebruck, Revue VERRE – Vol 6, N°5. Octobre 2000.
- [21] J. Livage, «*The Sol-Gel Process*», Université Pierre et Marie Curie – Paris, Revue VERRE – Vol 6, N°5. Octobre 2000.
- [22] J. Livage, D. Ganguli, «*Sol-Gel Electrochromic Coatings and Devices - A Review*», Solar Energy Materials & Solar Cells 68 (2001) 365-381.
- [23] X. Errotabehere, «*Nouveaux Revêtements Hybrides Elaborés par Voie Sol-Gel pour la Protection de Substrats Ligno-Cellulosiques, Etude des Microstructures et des Propriétés Mécaniques de Surface*», Thèse de Doctorat, Ecole Doctorale des Sciences Physiques et de l'Ingenieur, Université Bordeaux 1, 2012.
- [24] M. Benachour, «*Elaboration et Caractérisation des Couches Minces de TiO₂ Dopées à l'Erbium, à Différentes Températures et Epaisseurs*», Mémoire de Magister, Département de Physique, Université Mentouri-Constantine, 2011.
- [25] C.J. Brinker, G.W. Scherer, «*SOL-GEL SCIENCES, The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*», Academic press, San Diego, 1990.

- [26] L. Zhang, «*Sol-Gel Matrix mediated Synthesis of Superparamagnetic Iron Oxide Clusters and Supported Iron Porphyrin Oxidation Catalysts*», Doctorate of Philosophy in Chemical Engineering, Massachusetts Institute of Technology, 1998.
- [27] «*Dossier Technique : Le Procédé Sol-Gel*», Centre Technologique RESCOLL.
- [28] N.V.M. Gutierrez, «*Protection Contre la Corrosion d'alliages de Magnésium par des Revêtements Issus de la Voie Sol-Gel*», Thèse de Doctorat, Ecole doctorale Sciences de la Matière, Université de Toulouse, 2014.
- [29] T. Olding, M. Sayer, D. Barrow, «*Ceramic Sol-Gel Composite Coatings for Electrical Insulation*», *Thin Solid Films* 398 – 399 (2001) 581–586.
- [30] F.A. Bailey, O. Hills, «*Spray Coating Machine*», US Patent Office 2 293 881, le 25.08.1942.
- [31] C.M. Browne, R.R. Beckham, «*Method and Apparatus for Forming a Film on a Glass Surface*», US Patent Office 3 305 336, le 21.02.1967.
- [32] V. Meiffren, «*Développement de Nouveaux Revêtements Anti-Corrosion sur Alliages de Zinc par des Voies Sol-Gel en Milieu Aqueux ou Faiblement Solvanté*», Thèse de Doctorat, Sciences et Génie des Matériaux, Université Paul Sabatier – Toulouse III, 2011.
- [33] M. Houmard, «*Revêtement Sol-Gel TiO₂-SiO₂ Naturellement Super Hydrophiles Visant à Développer des Surfaces à Nettoyabilité Accrue*», Thèse de Doctorat, Institut polytechnique de Grenoble, 2009.
- [34] N. Marchet, «*Synthèse et Stabilisation de Suspensions Colloïdales d'oxydes en Milieu Organique : Application à la Préparation de Matériaux Hybrides Organiques-Inorganiques pour des Revêtements à Très Haute Tenue au Flux Laser*», Thèse de Doctorat en Chimie, Université François Rabelais - Tours, 2008.
- [35] S.C. Lee, J.H. Lee, T.S. Oh, Y.H. Kim, «*Fabrication of Tin Oxide Film by Sol-Gel Method for Photovoltaic Solar Cell System*», *Solar Energy Materials & Solar Cells* 75 (2003) 481–487.
- [36] C.J. Brinker, M.S. Harrington, «*Sol-Gel Derived Antireflective Coatings for Silicon*», *Solar Energy Materials* 5 (1981) 159-172.
- [37] Y.C. Martin, «*Protector Coatings Obtained by Electrophoretic Deposition (EPD) Starting From Sol-Gel Suspensions*», Thèse de Doctorat en Chimie Physique, Université Autonôme de Madrid, 2003.
- [38] J. Fenech, «*Nouvelles Compositions de Revêtements de Zircone Substituée (Y, La, Sm, Er) Elaborés par la Voie Sol-Gel : Application aux Barrières Thermiques Multicouches*», Thèse de Doctorat, Ecole Doctorale Sciences de la Matière, Université de Toulouse, 2010.

- [39] R. Bachelet, «*Couches Minces d'oxydes Elaborées par Voie Sol-Gel, Epitaxiées et Nanostructurées par Traitements Thermiques Post-Dépôt*», Thèse de Doctorat, Faculté des Sciences et Techniques, Université de Limoges, 2006.
- [40] C.J. Brinker, A.J. Hurd, «*Fundamentals of Sol-Gel Dip-Coating*», Jour. Phys. III France 4 (1994) 1231-1242.
- [41] A. Schuler, D. Dutta, E. Chambrier, C. Roecker, G. Temmerman, P. Oelhafen, J.L. Scartezzini, «*Sol-Gel Deposition and Optical Characterization of Multilayered SiO₂/Ti_{1-x}Si_xO₂ Coatings on Solar Collector Glasses*», Solar Energy Materials & Solar Cells 90 (2006) 2894–2907.
- [42] M. Atik, F.P. Luna, S.H. Messaddeq, M.A. Aegerter, «*Ormocer (ZrO₂-PMMA) Films for Stainless Steel Corrosion Protection*», Journal of Sol-Gel Science and Technology 8 (1997) 517–522.
- [43] L.C. Klein, «*Coatings Materials and Surface Coatings, Chap51: Sol-gel Coatings*», Edited by Arthur A. Tracton., Pressed by Taylor & Francis Group, LLC. ISBN 1-4200-4404-4 (hardcover) 2007.
- [44] B. Arkles, «*Commercial Application of Sol-Gel-Derived Hybrid Materials*», MRS BULLETIN / May 2001 / 402–407.
- [45] Y.C. Martin, B. Ferrari, R. Moreno, A.D. Carrera, «*Silica Sol-Gel Coatings on Metals Produced by EPD*», Journal of Sol-Gel Science and Technology 26 (2003) 1–5.
- [46] T.P. Chou, C. Chandrasekaran, G.Z. Cao, «*Sol-Gel-Derived Hybrid Coatings for Corrosion Protection*», Journal of Sol-Gel Science and Technology 26 (2003) 321–327.
- [47] M. Mennig, K. Endres, M. Schmitt, H. Schmidt, «*Colored Coatings on Eye Glass Lenses by Noble Metal Colloids*», Journal of Non-Crystalline Solids 218 (1997) 373–379.
- [48] G. Schottner, «*Hybrid Sol-Gel-Derived Polymers: Applications of Multifunctional Materials*», Chem. Mater. 13 (2001) 3422-3435.
- [49] A. Balamurugan, G. Sockalingum, J. Michel, J. Fauré, V. Banchet, L. Wortham, S. Bouthors, D. Laurent-Maquin, G. Balossier, «*Synthesis and Characterisation of Sol Gel Derived Bioactive Glass for Biomedical Applications*», Materials Letters 60 (2006) 3752–3757.
- [50] T.P. Chou, C. Chandrasekaran, S.J. Limmer, S. Seraji, Y. Wu, M.J. Forbess, C. Nguyen, G.Z. Cao, «*Organic-Inorganic Hybrid Coatings for Corrosion Protection*», Journal of Non-Crystalline Solids 290 (2001) 153-162.

Chapitre IV : Réparation de l'État de Surface des Échantillons Sablés.

4.1. INTRODUCTION	93
4.2. PRATIQUE DE DÉPOSITION D'UNE COUCHE MINCE	93
4.2.1. Verre utilisé	93
4.2.2. Nettoyage	94
4.2.3. Déposition	95
4.2.4. Séchage et Recuit	96
4.3. PROTOCOLES D'ÉLABORATION	97
4.3.1. Premier Protocole	97
4.3.2. Deuxième Protocole	99
4.3.3. Troisième Protocole	101
4.4. PROCÉDURE DE REVÊTEMENT	102
4.5. RÉSULTATS ET INTERPRÉTATIONS	103
4.5.1. Observations Microscopiques	103
4.5.2. Taux d'Endommagement	104
4.5.3. Rugosité	107
4.5.4. Transmission Optique	112
4.5.5. Autres Résultats	116
Conclusion	118
Références bibliographiques	119

Chapitre IV : RÉPARATION DE L'ÉTAT DE SURFACE DES ÉCHANTILLONS SABLÉS.

4.1. INTRODUCTION :

Le revêtement par voie sol-gel a été considéré comme l'une des applications les plus prometteuses des techniques sol-gel, puisqu'il peut être appliqué sur différents supports (à géométries simples ou complexes), tels que les métaux, le verre et la céramique, et sans équipement coûteux. Cette réduction des coûts et des revêtements de grandes surfaces sont des atouts supplémentaires pour les procédés sol-gel, par rapport à d'autres techniques développées, en particulier celles qui nécessitent l'utilisation de chambres à vide. En outre, il peut améliorer les propriétés : mécaniques, thermiques, optiques, électriques et de protection des matériaux.

Les procédés sol-gel permettent la production de matériaux vitreux sans recourir à la fusion, par des réactions chimiques simples et à une température proche de la température ambiante (20°C à 150 °C) utilisant des précurseurs tels que le tétraéthylorthosilicate (TEOS) pour l'obtention de la Silice par exemple. Dans la littérature, on trouve une variété de protocoles d'élaboration de couches minces à base de Silice (SiO₂) destinés à des applications variées [1].

L'objectif de ce travail est de dissimuler efficacement les défauts induits par érosion sur les verres en y déposant une couche de SiO₂, obtenue par voie sol-gel et la plus épaisse possible, pour réduire ou au mieux éliminer les différences existantes entre les crêtes et les creux, engendrant ainsi une amélioration de la transmission optique.

4.2. PRATIQUE DE DÉPOSITION D'UNE COUCHE MINCE :

4.2.1. Verre utilisé:

Les échantillons issus de la première partie de notre expérimentation (sablage- chapitre II) sont des lames de verre microscopique, de marque ISOLAB (*Laborgeräte GmbH-GERMANY*) de dimensions (76x26x1,1) mm³. L'analyse chimique des éléments constituants de ce verre (figure 4.1) montre bien qu'il s'agit d'un verre silico-sodo-calcique dont la composition chimique principale est : 75,62% SiO₂, 12,85% Na₂O et 5,44% CaO.

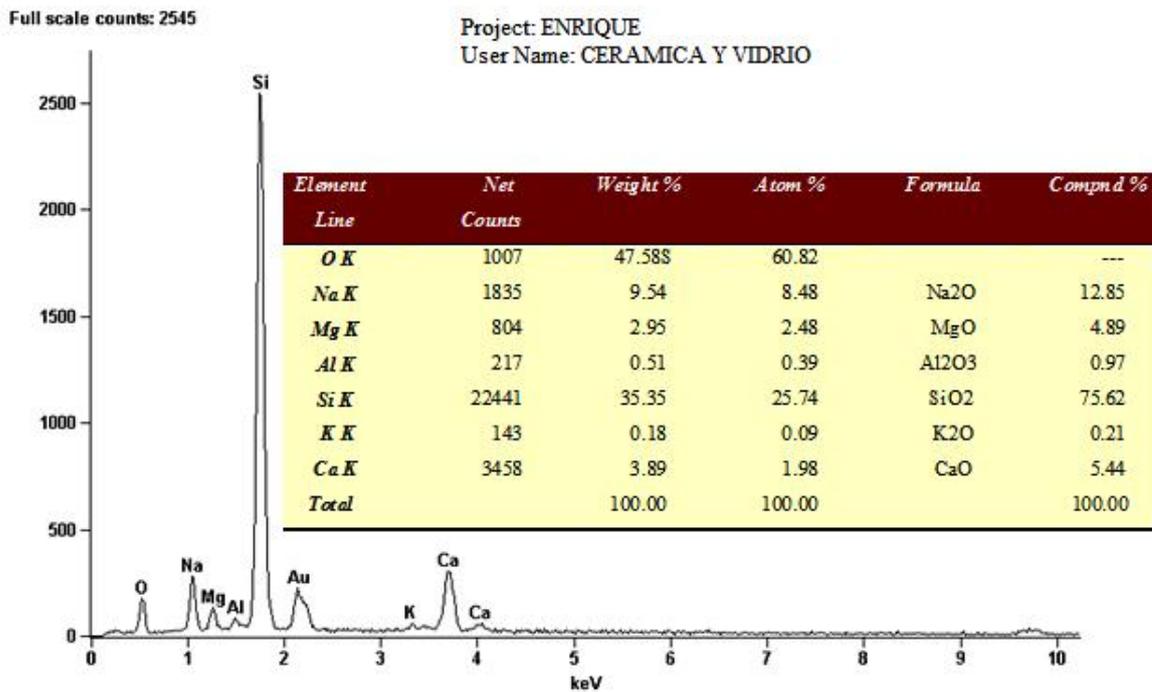


Figure 4.1 : Spectre d'analyse et composition chimique des lames du verre utilisé.

Des essais ont été accomplis pour la détermination de la température de ramollissement de ces verres (ayant une épaisseur est de 1,1 mm) et ont conduit à une valeur de 620°C. Dans nos expérimentations, on se limitera donc à l'emploi des protocoles d'élaboration de l'oxyde de Silice utilisant une température de recuit pas plus de 550°C pour éviter toute déformation des substrats.

Dans ce qui suit, nous exposons les principales étapes suivies (communes à tous les protocoles adoptés) pour la déposition d'une couche mince. Généralement, on a :

- ◆ Nettoyage des substrats.
- ◆ Déposition.
- ◆ Séchage et recuit.

4.2.2. Nettoyage :

Des mesures et précautions doivent être prises pour la bonne réussite du dépôt final. Pour cela, et avant de procéder à la déposition, il est fort conseillé que les échantillons sablés subissent un nettoyage rigoureux afin d'éliminer toute trace d'impureté (débris, poussière, graisse ou autre) qui pourra nuire à l'adhérence du futur revêtement.

Le nettoyage communément employé est de mettre les échantillons tout d'abord dans un bécher contenant de l'eau distillée agitée par ultrasons pendant une demi-heure [2].

Ils sont ensuite rincés avec de l'éthanol commerciale puis séchés par un jet d'air. Enfin ils sont mis dans une étuve dont la température avoisine 80°C pendant une demi-heure pour élimination des résidus d'humidité.

Notons que des échantillons témoins (à l'état brut) prennent le même cheminement de nettoyage.

Les échantillons seront bien préservés dans un dessiccateur, à l'abri de l'action de tout agent extérieur pour des utilisations subséquentes.

4.2.3. Déposition :

La méthode de déposition utilisée durant nos expérimentations est le dip-coating pour les avantages énoncés au chapitre précédent, entre autre la fiabilité de reproductibilité.

Pour chacun des protocoles sous cités, des essais préliminaires ont été effectués dans le but de déterminer la vitesse critique de trempage et retrait ainsi que l'épaisseur critique. Cette vitesse est considérée comme étant un paramètre essentiel; au delà de laquelle il y aura forcément apparition de fissurations dans le revêtement conduisant au décollement du revêtement [3,4].

Généralement, ces fissurations (cracks) prennent naissance lors du séchage des échantillons et ne seront visibles qu'après le recuit comme montré sur la figure 4.2 [4].

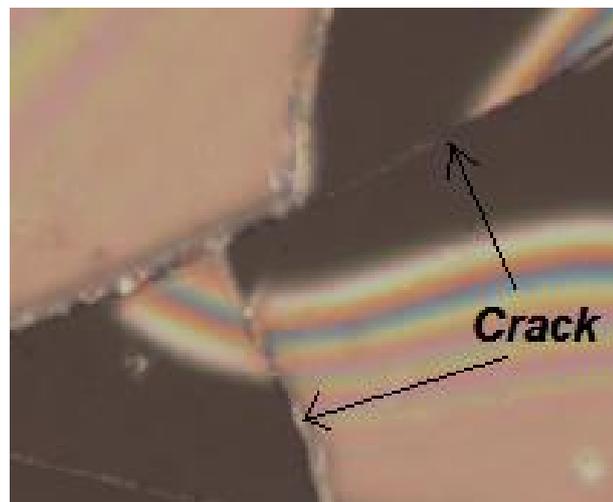


Figure 4.2 : Micrographie montrant le crack du revêtement d'un échantillon.

Il est connu que plus la vitesse de retrait est grande plus la quantité de matière entraînée est importante, et par conséquent plus les revêtements sont épais [5].

La détermination de l'épaisseur de la couche déposée s'effectue par l'utilisation de l'un des moyens suivants :

- Ellipsométrie : l'ellipsomètre utilisé durant nos essais est *Spectroscopic Ellipsometers J. A. Woollam Co., Inc.* En plus de l'épaisseur de la couche du dépôt, on détermine l'indice de réfraction.
- Profilomètre : Juste après le séchage, une cicatrice est réalisée par un poinçon sur une couche de Silice déposée sur un substrat brut. A cette étape là, la couche est moelleuse (pâteuse et tendre).

Après recuit, la couche est totalement densifiée (dure). La profondeur de la cicatrice est donc mesurée par un profilomètre (*Form Talystep Series 120i* fourni par Taylor Hobson). Un exemple de profil est représenté sur la figure 4.3.

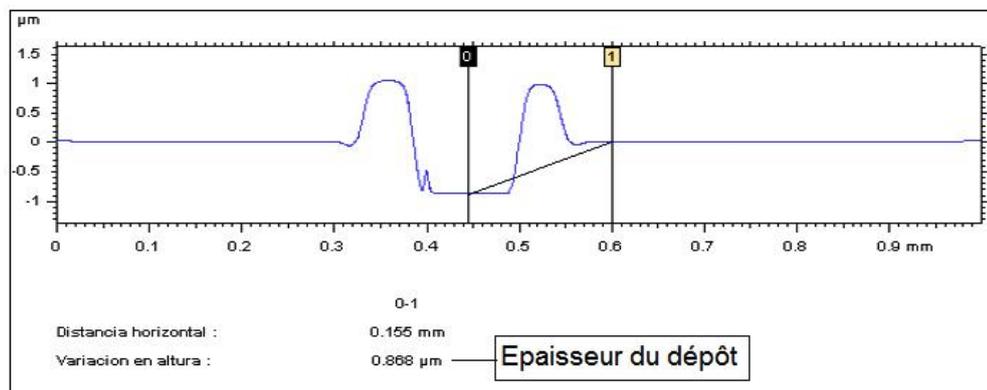


Figure 4.3 : Profil d'une couche de Silice déposée par dip-coating.

Donc, pour être exempts de tout défaut (crack), les dépôts qui vont suivre seront réalisés à des vitesses légèrement inférieures à la vitesse critique.

La viscosité et le pH du sol élaboré, l'état de surface et la nature de l'échantillon, la température et l'humidité du milieu dans le quel sera réalisée la déposition affecteront l'état et la qualité de la couche obtenue. Tous ces paramètres doivent être pris en considération et bien maîtrisés afin d'obtenir les caractéristiques du revêtement souhaitées [6,7].

4.2.4. Séchage et Recuit :

Cette étape est aussi appelée traitement thermique. Après déposition, un séchage des échantillons est nécessaire pour permettre une évacuation, avec "agilité", des constituants volatils (généralement des groupements d'alcools) emprisonnés dans la couche [8]. Tous les échantillons revêtus sont séchés dans une étuve à 50°C pendant 30 min. Le revêtement obtenu est tendre et n'a pas atteint encore son épaisseur définitive.

Pour une meilleure consolidation, les échantillons feront l'objet d'un recuit à une température plus élevée. Ils sont mis dans un four pour un recuit de 500°C pendant 1h (avec une rampe de 10°C/min). En terme, le dépôt manifeste une dureté plus élevée et son épaisseur atteint sa valeur ultime.

Quelque soit le protocole utilisé, l'analyse par diffraction des rayons X des couches déposées a conduit à des courbes ayant toutes la même allure comme montré sur la figure 4.4.

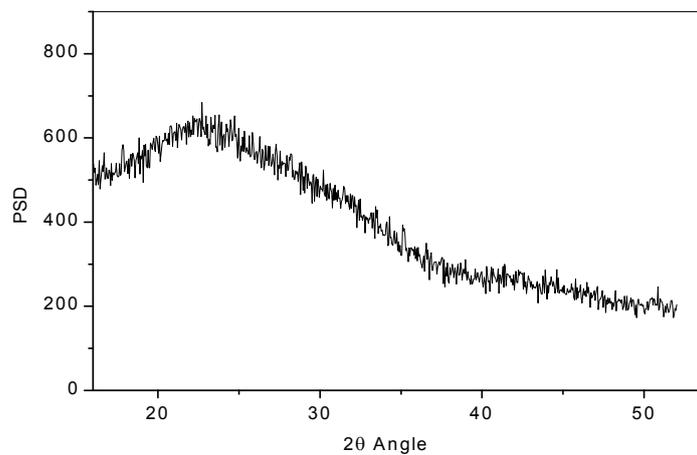


Figure 4.4 : Spectre DRX des couches de Silice déposées.

Mise à part le grand pic variant de 20° à 40° sur l'axe 2θ (°); le spectre ne montre aucun pic de diffraction caractéristique. Cela témoigne que ces films de Silice déposés sur nos échantillons sablés ont une structure amorphe [9,10,11].

4.3. PROTOCOLES D'ÉLABORATION :

Dans ce qui suit, on expose les protocoles suivis au cours de nos expérimentations dans l'ordre chronologique de leur emploi. Tous ces protocoles qui utilisent comme précurseur fondamental le TEOS conduisent à des solutions qui sont toutes transparentes.

Vu le grand nombre des courbes, seuls les résultats du troisième protocole seront exposés.

4.3.1. Premier Protocole : [12,13]

Pour élaborer un sol à base de Silice, un mélange de TEOS avec l'alcool isopropylique [CH₃CH(OH)-CH₃] est mis dans un montage à reflux sous une température de 80°C pendant une demi-heure. L'agitation du mélange normale est maintenue constante durant toute la réaction. Une quantité d'eau appropriée, en fonction du rapport molaire

(Alcool/TEOS), est nécessaire pour compléter l'hydrolyse. Le catalyseur utilisé est l'acide chlorhydrique (HCl). Le mélange est laissé sous agitation pendant 3 heures.

Le sol obtenu ne pourra être utilisé qu'après une durée de relaxation d'environ une heure. Il est à noter que la stabilité de ce sol est de quelques jours, selon les conditions de son préservation [12].

La vitesse de trempage-retrait des échantillons était de 10 cm/min et l'épaisseur des couches obtenues n'excédait pas 300nm.

Ce protocole, donnant toujours des couches minces de l'ordre de (250–300 nm) [14], n'a apporté pour les échantillons sablés qu'une très faible amélioration de la transmission optique (une augmentation de 5% à 7% pour les cas fortement endommagés par l'érosion).

A cause de la faible épaisseur et de la non-mouillabilité du sol déposé, les défauts générés par sablage n'ont pas été totalement couverts comme montrés sur la figure 4.5. Leur existence persistante toujours, ces défauts altèrent l'état de surface et provoquent ainsi la diffusion de la lumière qui conduit systématiquement à la chute de la transmission.

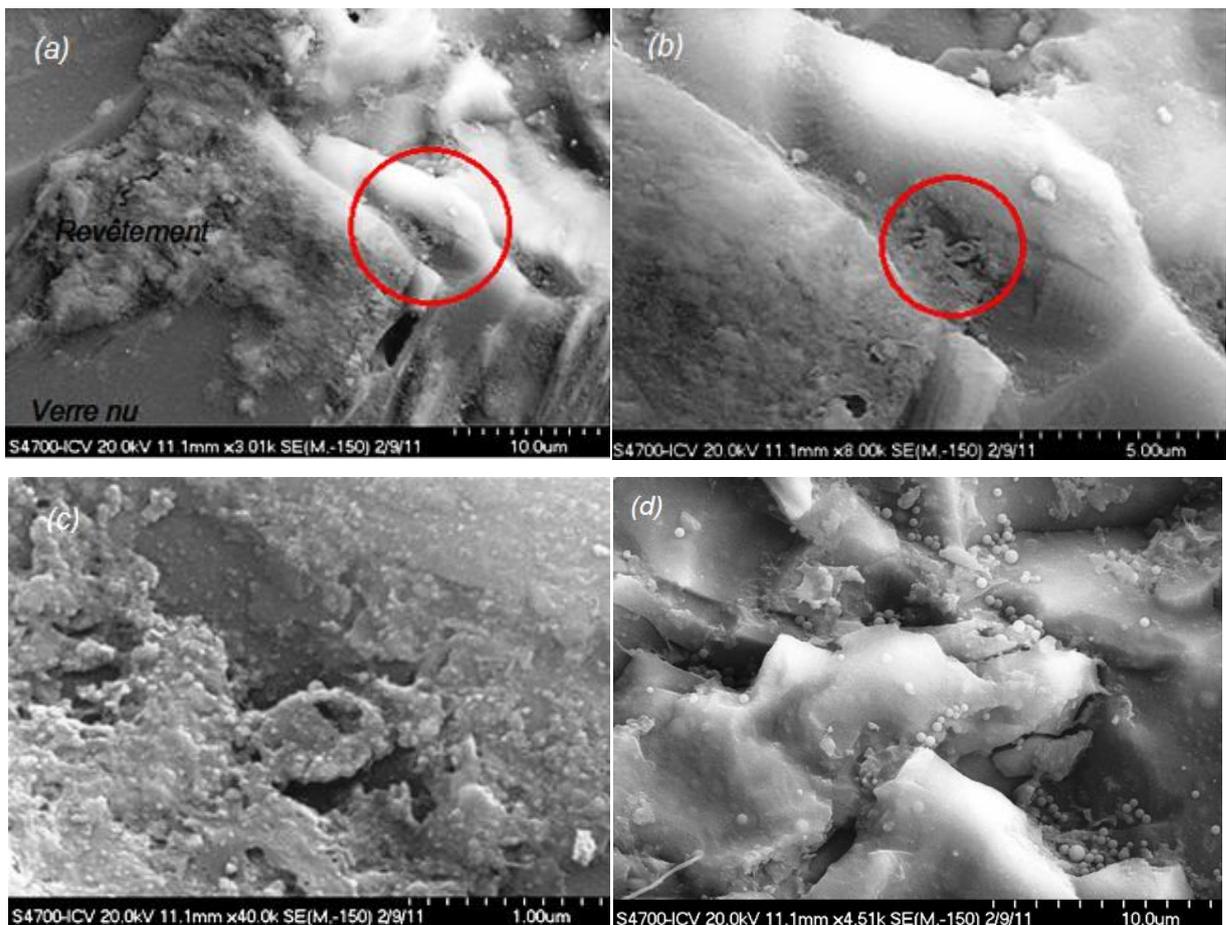


Figure 4.5 : Micrographies d'un échantillon érodé puis revêtu par le premier protocole.

Sur la figure a, on voit clairement la non-continuité de l'étalement du revêtement sur la surface endommagée, créant ainsi des zones distinctes (zone *verre nu*, zone *revêtement*). Ceci est d'autant plus clair quand on passe à la micrographie de plus fort grossissement (b) où on remarque aussi que la couche déposée n'épouse pas le relief de la surface endommagée. En augmentant le grossissement pour la même région, la micrographie (c) montre bien le caractère *absence* ou *faible mouillabilité* de la solution réalisée par ce protocole. Sur l'image d, on distingue nettement la formation des boules (qui sont à l'origine la solution déposée) dispersées sur la surface : phénomène typique de la non-mouillabilité [15].

On conclut que, malgré sa simplicité et sa large utilisation pour l'élaboration de la Silice [14], ce protocole reste sans une importante utilité pour la correction des défauts causés par le sablage vu la non-uniformité du dépôt ainsi que la grande différence entre l'épaisseur obtenue (300nm) et les valeurs de la rugosité de nos échantillons après sablage (de l'ordre des micromètres).

4.3.2. Deuxième Protocole :

Le methyltriéthoxysilane (MTES) est aussi un précurseur utilisé pour la synthèse par voie sol-gel de la Silice. Son incorporation avec le TEOS permet d'augmenter l'épaisseur des revêtements obtenus [16].

Plusieurs travaux reportent une large combinaison de ces deux précurseurs pour l'élaboration de couches minces de Silice exemptés de cracks à des fins précises [17].

Dans un montage à reflux et sous une température de 40°C, un sol à base de Silice a été préparé par le mélange de MTES et TEOS. Une quantité d'éthanol absolu est rajoutée comme diluant pour avoir une concentration finale en SiO₂ de 200g/L. On maintient l'agitation pendant une heure pour avoir une bonne homogénéité du mélange [16].

Une quantité d'acide chlorhydrique (0,1N HCl) est versée d'une façon progressive et lente dans le mélange. La réaction continue sous le même rythme d'agitation qu'auparavant durant trois heures.

Le sol obtenu ne pourra être utilisé qu'après une durée de relaxation de 24 heures à atmosphère libre. La stabilité de ce sol excède parfois les trois mois s'il est bien conservé [17,18].

Des échantillons sablés sont revêtus par ce sol par dip-coating sous une humidité relative contrôlée RH = 28% ± 2% et une température de 24°C ± 2°C. La vitesse de trempage-

retrait était de 30 cm/min. Après recuit, l'épaisseur des couches obtenues mesurée sur des échantillons témoins est de 1,538 μm . L'indice de réfraction, déterminé par ellipsométrie, est $n=1,4147$ (à la longueur d'onde $\lambda=550\text{nm}$).

Les revêtements ont été caractérisés par microscope optique (Axiophot; Zeiss, Jena, Germany) pour évaluer leur qualité (homogénéité, présence éventuelle de défauts, fissures, etc...). La figure 4.6 montre, de haut en bas, une couche déposée sur une lame de verre érodée par 100g de sable classe1 à 20m/s.

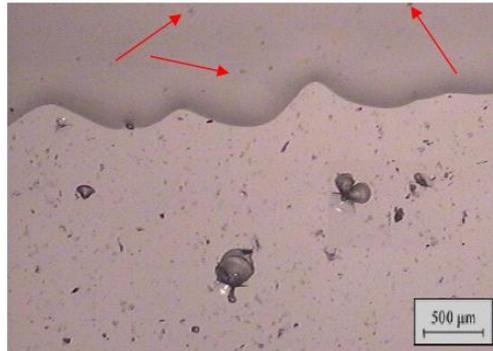


Figure 4.6 : Micrographie d'un échantillon érodé puis revêtu par le second protocole.

Sur la micrographie de la figure 4.6, on remarque l'absence totale des fissures, mais des défauts (montrés par les flèches) demeurent visibles. Ce sont les points propres du sol qui résultent fréquemment du changement de la viscosité durant le temps de relaxation de la solution ou lors de la déposition. La micrographie de la figure 4.7 montre l'apparence des ces points sous un fort grossissement.

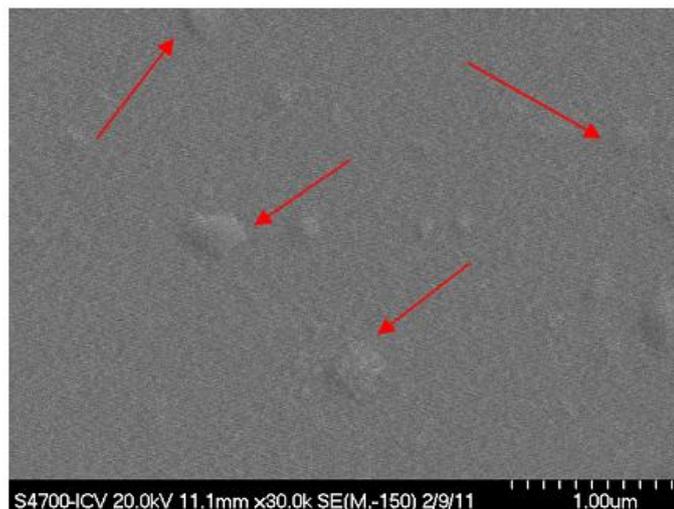


Figure 4.7 : Micrographie MEB montrant les points du sol obtenu par le second protocole.

Pour l'élimination de ces points, un filtrage minutieux de la solution est recommandé avant la procédure de revêtement, mais leur élimination totale n'est pas évidente [17].

Mise à part ces points du sol et en comparaison avec le premier protocole, ce protocole a apporté une amélioration (mais insuffisante) de l'état de surface des échantillons sablés. Ceci est dû notamment aux écarts existants entre l'épaisseur obtenue et les valeurs de la rugosité des échantillons après sablage.

4.3.3 Troisième Protocole : [19]

Ce troisième protocole est considéré, dans la littérature, comme étant l'un des meilleurs chemins pour l'obtention de revêtements durs (*hard coatings*) avec des épaisseurs considérables [17].

Il est basé sur l'incorporation de nanoparticules de Silice, fournies à partir d'une suspension colloïdale, dans le réseau formé par les précurseurs TEOS et TMES; renforçant ainsi le film à déposer et diminuant la concentration des contraintes qui présentent une certaine porosité. Cette diminution de contraintes est la conséquence de l'élimination de la matière organique et / ou de la permanence des groupes CH_3 dans le réseau durant le recuit [16,20,21].

Tout d'abord dans un bécher, un mélange de départ formé de (TEOS/MTES) est maintenu sous une agitation normale pendant une durée de vingt minutes.

A ce mélange, une suspension colloïdale de SiO_2 (Ludox 40%) est rajoutée. Sachant que cette suspension est non miscible avec le mélange de départ, l'agitation doit être maintenue le plus longtemps possible pour avoir un mélange homogénéisé.

La catalyse se fait par l'ajout de l'acide chlorhydrique concentré (HCl) donnant suite à une réaction exothermique nécessitant un refroidissement intense. L'ajoute de l'éthanol absolu permet d'ajuster la concentration du sol obtenu. Le tableau 4.1 montre les rapports molaires et les concentrations du sol [17,20].

Tableau 4.1 : Composition et concentration du sol à base de Silice

Composition	Rapport molaire
MTES/TEOS	3,8
$\text{H}_2\text{O}/(\text{MTES}+\text{TEOS})$	2,5
$\text{HCl}/(\text{MTES}+\text{TEOS})$	0,045
Concentration totale en SiO_2 (g/L)	255
Concentration en SiO_2 de la susp. Colloïdale (g/L)	82

Une fois la réaction achevée, le sol doit être maintenu sous une faible agitation pendant un quart d'heure. Une demi-heure après, le sol est prêt à l'utilisation.

La viscosité du sol est mesurée à l'aide d'un viscosimètre (AnD Vibro VISCOSIMETER SV-1A 0,3~1000 mPa.s). Elle est de 4,43 mPa.s à la température de 25°C.

Le problème qui se pose en pratique est que ce sol n'est totalement stable que durant les 24 heures qui suivent son élaboration [22]. L'ajout d'hydroxyde de tétraméthylammonium (TMAH) permet de rallonger sa durée de stabilité comme l'illustre les courbes de la figure 4.8.

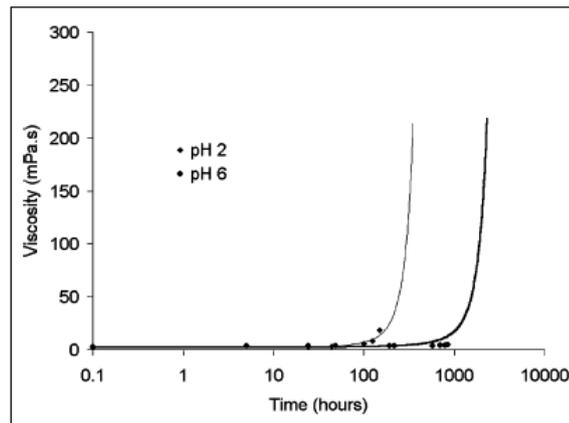


Figure 4.8 : Variation de la viscosité du sol en fonction de la durée de stabilité. Avant ajout de TMAH (pH=2) et après ajout de TMAH (pH=6) [22].

Initialement, le pH du sol est égal à 2. Après ajout du TMAH, le pH passe à 6. La durée de stabilité est alors multipliée par un facteur de 10, donnant ainsi une large marge d'utilisation [22].

4.4. PROCÉDURE DE REVÊTEMENT :

Des échantillons sablés sont revêtus par le sol (obtenu par le troisième protocole) par dip-coating sous une humidité relative contrôlée $RH = 26\% \pm 2\%$, une température de $25^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ et une vitesse de trempage-retrait de 30 cm/min. Après recuit, l'épaisseur des couches obtenues mesurée sur des échantillons témoins est de 2,348 μm et l'indice de réfraction est $n=1,385$ ($\lambda=550\text{nm}$).

La figure 4.9 montre la qualité du dépôt de Silice sur un verre brut observé sous microscopie optique.



Figure 4.9 : Qualité du revêtement déposé sur un verre brut.

D'après la micrographie de la figure 4.9, il est certainement visible que la couche déposée est exempte de tout défaut (absence de crack, de points, bonne homogénéité,...).

La figure 4.10 montre une coupe transversale et une partie supérieure d'un revêtement de SiO_2 déposé sur un échantillon sablé.

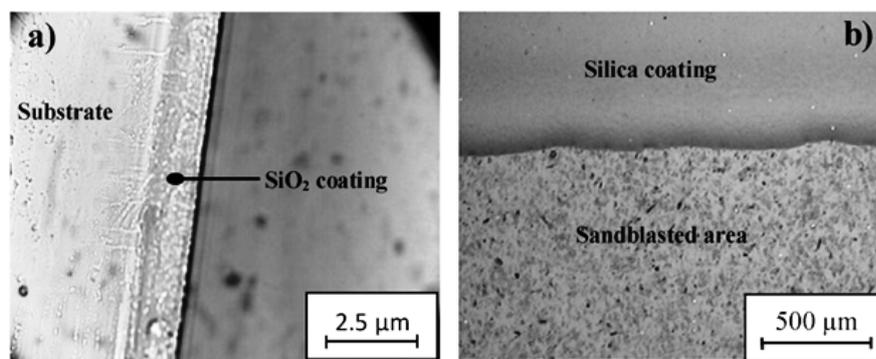


Figure 4.10 : Micrographie optique d'un verre sablé puis revêtu d'une couche de SiO_2 .

(a) section transversale et (b) vue de bas en haut.

Ce troisième protocole donne des revêtements de Silice homogènes, transparents, sans défaut et à très forte adhérence [23]. Nous essayons, dans ce qui suit, de relater les améliorations apportées à l'endommagement, la rugosité et la transmission optique des échantillons précédemment objets de l'érosion opérée sous les différentes conditions (chapitre II).

4.5. RÉSULTATS ET INTERPRÉTATIONS :

4.5.1. Observations Microscopiques :

Dans l'annexe 4 sont groupées toutes les micrographies des échantillons dans tous leurs états: sablés, sablés puis revêtus (par une couche et par deux couches).

Pour le sable classe1 : on constate que, quelque soit la masse projetée avec les vitesses de 20m/s et 25m/s, il y a une nette amélioration de l'état de surface des échantillons sablés après revêtement. Le nombre des zones sombres (haute concentration de défauts) de l'état sablé tend à être réduit d'une façon considérable en passant vers l'état revêtu. Les défauts de faible taille ont pratiquement disparus.

Excepté pour la masse de 50g, cette amélioration se voit restreinte dans le cas de la vitesse de 30m/s, à cause de l'état de saturation lors du sablage induisant des défauts de taille plus importante qu'il est difficile de les parfaitement corriger.

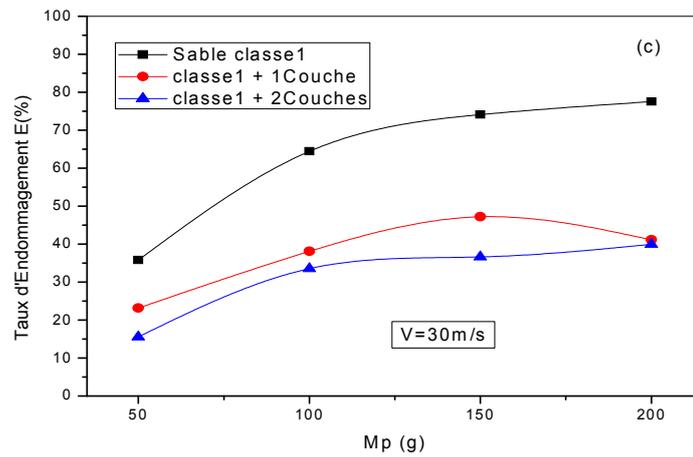
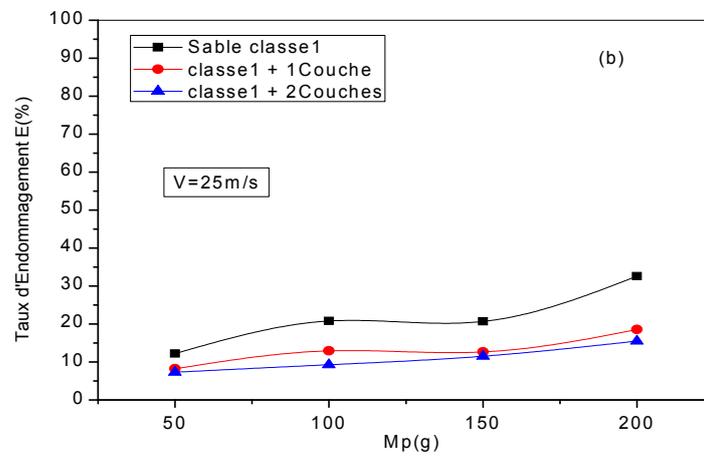
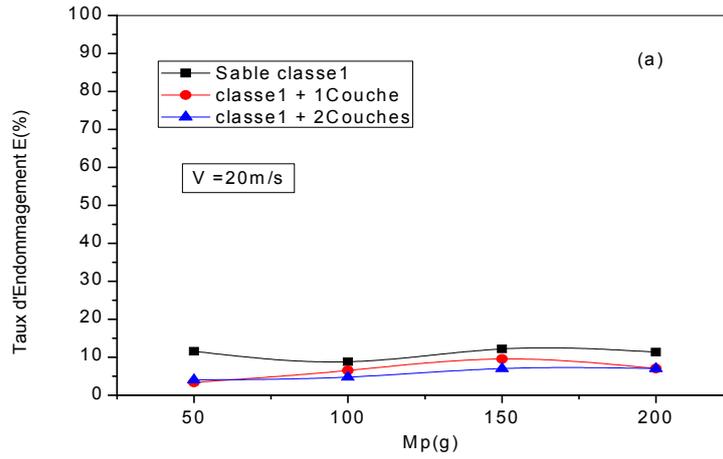
Pour le sable classe2 : malgré leur faible nombre, les défauts causés sont de taille relativement importante (en profondeur) par rapport à ceux générés dans le cas du sable classe1. On constate alors que, surtout pour les vitesses 25m/s et 30m/s, la taille des défauts causés lors de la procédure de sablage a diminué avec la déposition de couches de Silice. Ces défauts se rétrécissent et deviennent plus séparés ou isolés. L'interaction entre les fissures se voit affaiblie.

Le revêtement semble être plus laborieux en la réduction des tailles de ces défauts que de diminuer leurs nombres comme dans le cas du sable classe1.

4.5.2. Taux d'Endommagement :

Pour la détermination du taux d'endommagement, on procède de la même manière que ce qui a été fait pour les échantillons après sablage (le point II.2 du chapitre II). Les prises d'images sont effectuées au centre de la tache de l'échantillon sablé et revêtu, puis traitées numériquement pour déterminer la densité des défauts par l'utilisation du même logiciel de traitement d'image (Motic IMAGES Plus Version 2.0).

La figure 4.11 représente les variations du taux d'endommagement en fonction de la masse projetée et des vitesses de sablage pour les deux types de sable.



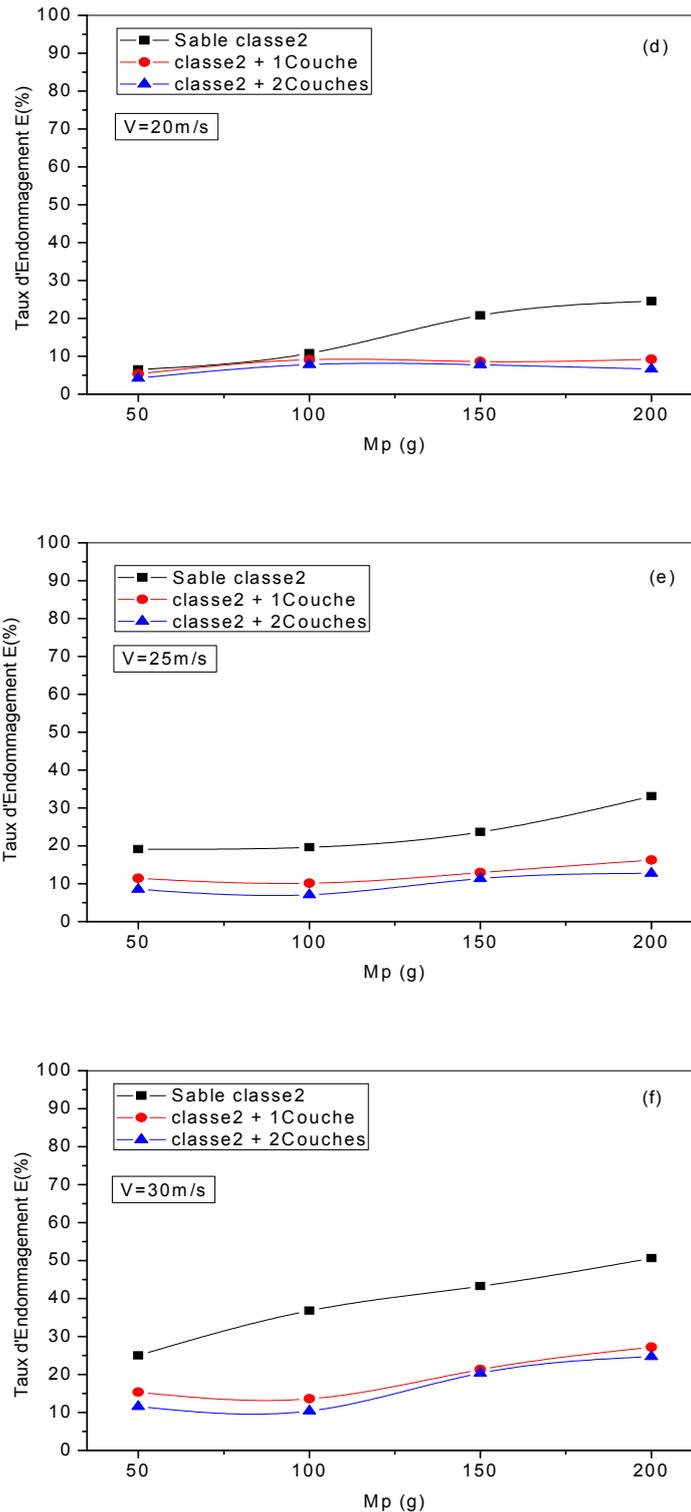


Figure 4.11 : Variation de E en fonction de M_p à différentes vitesses et pour les deux types de sable (Etat sablé, Etat sablé et revêtu par une ou deux couches de Silice).

A première constatation, on relève de la figure 4.11 que le revêtement des échantillons sablés conduit à la diminution du taux d'endommagement par rapport aux valeurs de l'état

sablé étant donné que toutes les courbes représentatives de ce dernier état sont au dessus de celles représentantes de l'état de correction.

Prenons l'exemple de la figure 4.11.c où sont manifestées les conditions les plus sévères de sablage pour le sable classe1. On marque, pour $M_p=200g$, une chute du taux d'endommagement de 77,52% (état sablé) vers 39,97% (sablé puis revêtu); soit une réduction de 51,56% de l'ensemble des défauts qui figuraient sur la surface de l'échantillon sablé. De même pour le cas du sable classe2 (figure 4.11.f) où une chute du taux d'endommagement de 50,64% (état sablé) vers 24,24% (sablé puis revêtu) est observée. Ce qui signifie que 47,87% des défauts existant à la surface de l'échantillon sablé ont été recouverts.

A priori, cette diminution est traduite par une amélioration de l'état de surface. Cela aura pour conséquence une modification dans l'aspect du relief de la surface c'est-à-dire la rugosité.

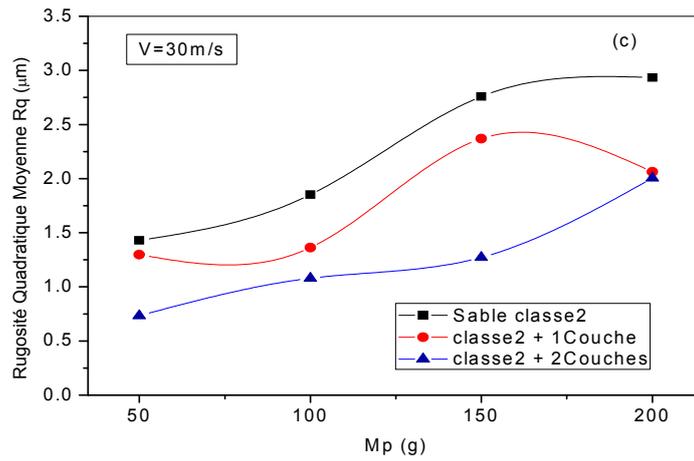
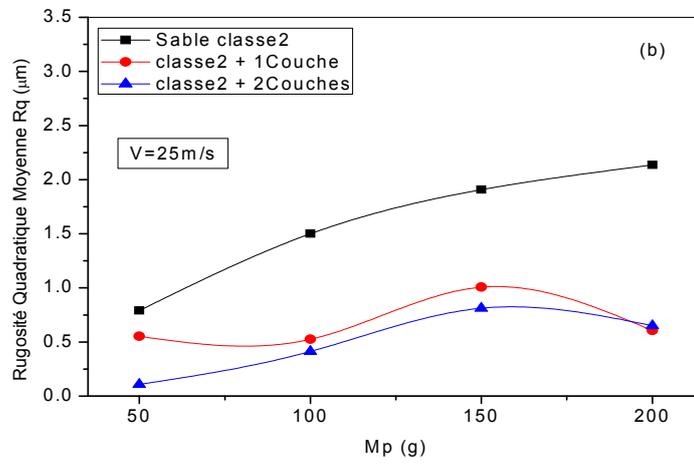
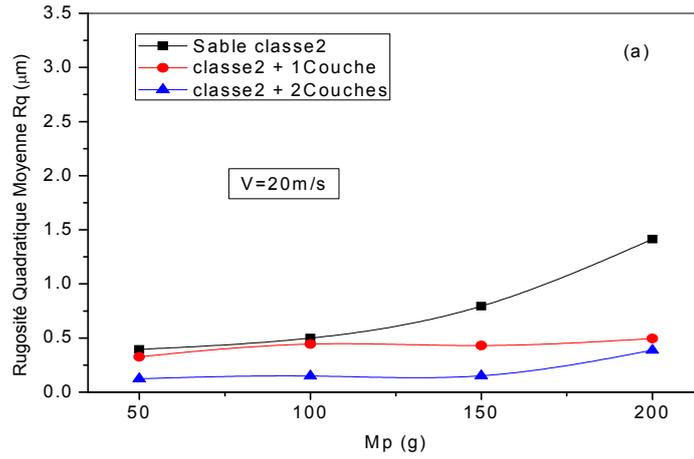
4.5.3. Rugosité :

Le même cheminement a été suivi que dans le point (II.3.3 - chapitre II) pour la détermination des paramètres de la rugosité.

La rugosité quadratique moyenne R_q et la rugosité totale R_t sont extraites des profils de rugosité des échantillons sablés puis revêtus par une ou deux couches de Silice.

On a regroupé tous les profils typiques de rugosité de ces échantillons dans l'annexe 5.

Dans la figure 4.12 est représentée une comparaison entre les variations de la rugosité quadratique R_q en fonction de la masse de sable projetée pour les états sablé et sablé puis revêtu par une ou deux couches de Silice.



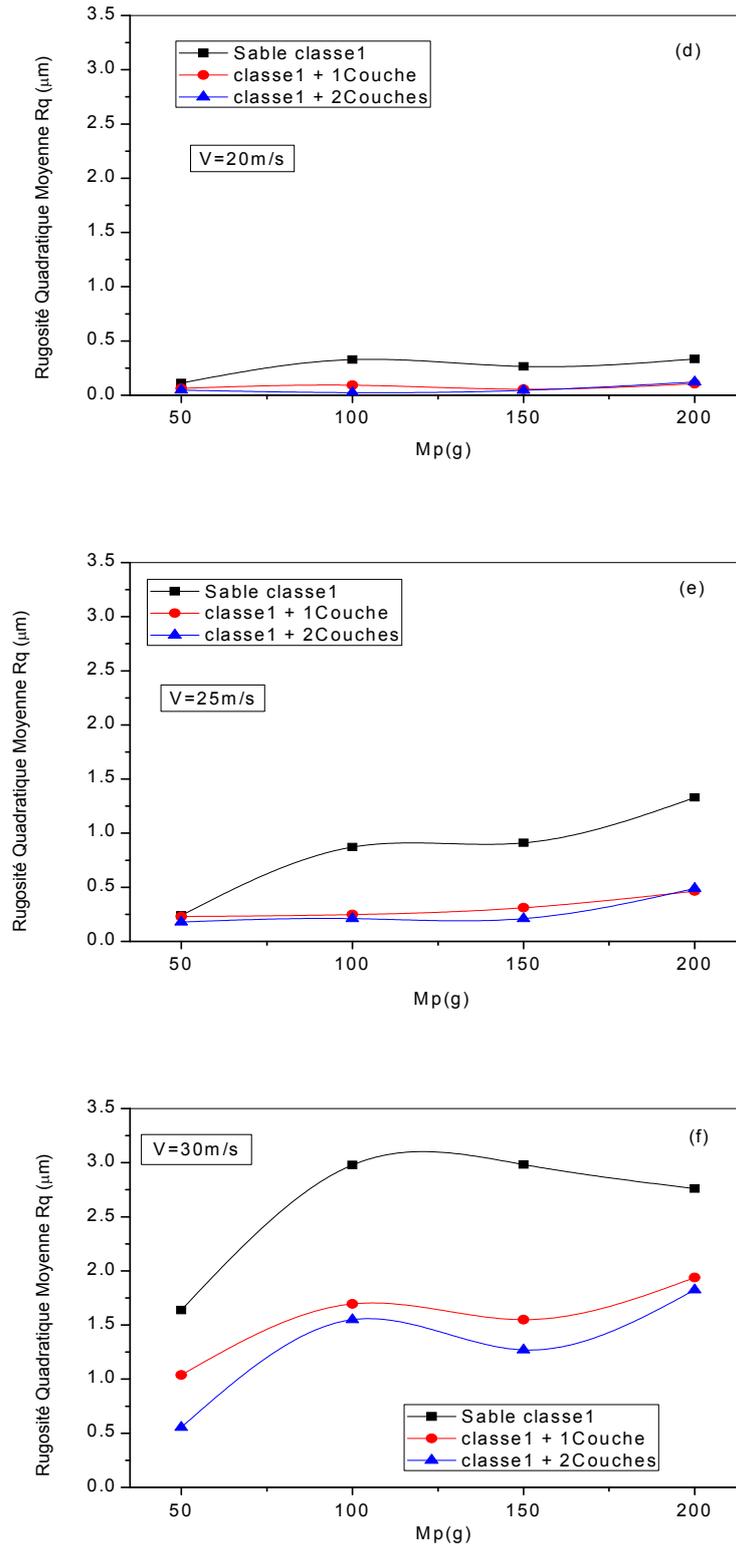


Figure 4.12 : Variation de Rq en fonction de Mp à différentes vitesses et pour les deux types de sable (Etat sablé, Etat sablé et revêtu par une ou deux couches de Silice).

On remarque clairement de la figure 4.12 que, quelque soit le cas, la déposition de couches de Silice apporte une diminution distinctive aux valeurs de R_q en regard des courbes représentatives de R_q pour les cas des échantillons sablés puis revêtus qui sont situées au dessous de celle des échantillons uniquement sablés.

Pour les vitesses 20m/s et 25m/s : pour les deux types de sables, les valeurs de R_q (après sablage) présentent une chute vers des valeurs inférieures à $0,7\mu\text{m}$ (après revêtement). Dans la figure 4.12.b, pour une masse de 200g projetée à une vitesse de 25m/s, R_q présente une dégression de $2,14\mu\text{m}$ (état sablé) vers $0,65\mu\text{m}$ (sablé puis revêtu) marquant ainsi une importante amélioration relative de 69,63%. Cependant, il est difficile de préjuger si cette amélioration est avantageuse pour la restitution totale de la transmission optique.

Pour la vitesse de 30m/s : pour le sable classe2 (figure 4.12.c), la valeur maximale de R_q est observée pour $M_p=200\text{g}$. Elle est de $2,93\mu\text{m}$ après sablage. Après revêtement, R_q prend la valeur $2,01\mu\text{m}$.

Tandis que pour le sable classe1 (figure 4.12.f), et comme déjà cité (chapitre II), l'état de saturation est nettement atteint pour les grandes masses. La valeur maximale de R_q est observée pour $M_p=150\text{g}$ et elle est de $2,98\mu\text{m}$ après sablage. Après revêtement, la valeur de R_q devient $1,27\mu\text{m}$. Alors que pour $M_p=200\text{g}$, R_q passe de $2,76\mu\text{m}$ (après sablage) à $1,83\mu\text{m}$ (après revêtement). Ces valeurs de R_q après correction sont suffisamment éloignées de celle d'un verre à l'état brut. En cohérence avec les observations microscopiques, le revêtement employé s'avèrera efficace tant qu'on n'est pas parvenu à la forte détérioration de l'état de surface par sablage.

Dans l'annexe 6 est représentée une comparaison entre les variations de la rugosité totale R_t en fonction de la masse de sable projetée pour les états sablé et sablé puis revêtu par une ou deux couches de Silice.

Les mêmes constatations sont à tirer que celles déjà citées pour la rugosité quadratique moyenne R_q .

Une comparaison peut être faite entre les profils de rugosité obtenus après sablage qui sont regroupés dans l'annexe 1 et ceux obtenus après revêtement regroupés dans l'annexe 5. Un exemple est illustré sur la figure 4.13.

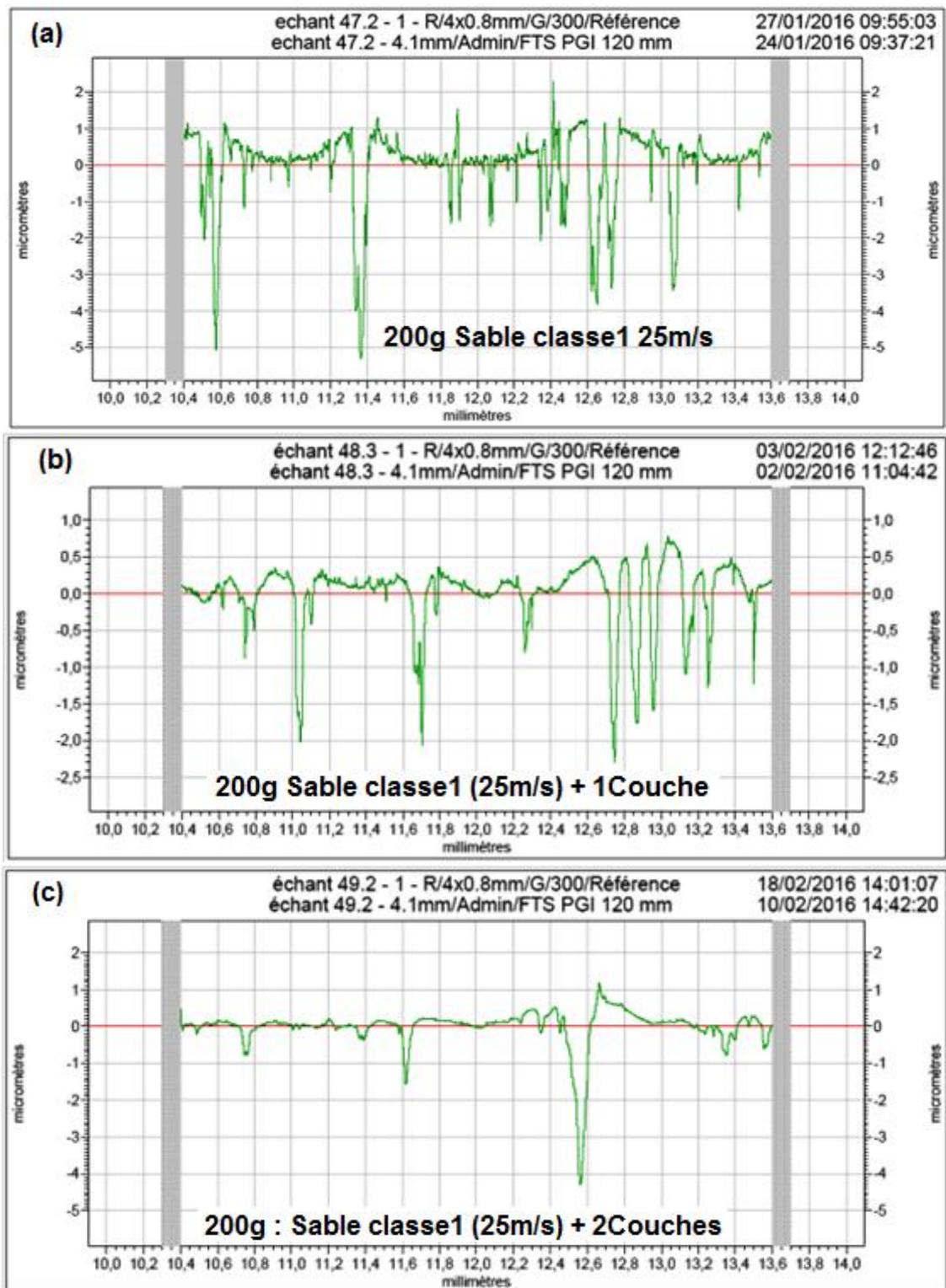


Figure 4.13 : Profils de rugosité d'un échantillon (a) sablé (200g, 25m/s, Sable classe1) puis revêtu (b) Une couche ou (c) Deux couches.

On observe clairement l'amélioration apportée par les revêtements aux profils de rugosité des échantillons sablés.

D'une manière générale, le passage de l'état sablé (figure 4.13.a) vers l'état sablé puis revêtu par une seule couche (figure 4.13.b) est marqué par l'élimination d'un nombre important de creux et crêtes de faibles amplitudes (défauts de faibles tailles). Les grandes différences entre les creux et les crêtes (R_t) se voient amplement réduites. La densité des creux profonds est relativement diminuée.

De la même façon et en plus de ce qu'il a été décrit, le revêtement par deux couches (figure 4.13.c) se caractérise par une large diminution dans le nombre des creux profonds et une tendance de la surface vers une planéité (malgré qu'elle ne soit pas parfaite dans les cas des échantillons fortement érodés).

En somme, la réparation de l'état de surface des échantillons sablés affectera certainement l'amélioration de leurs propriétés parmi lesquelles on citera la transmission optique.

4.5.4. Transmission Optique :

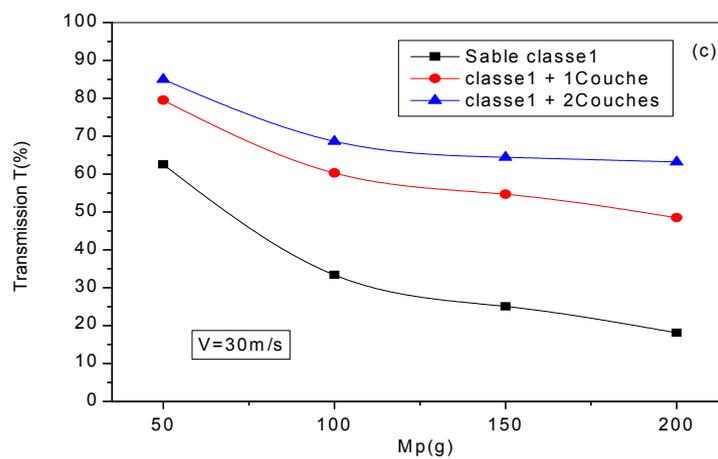
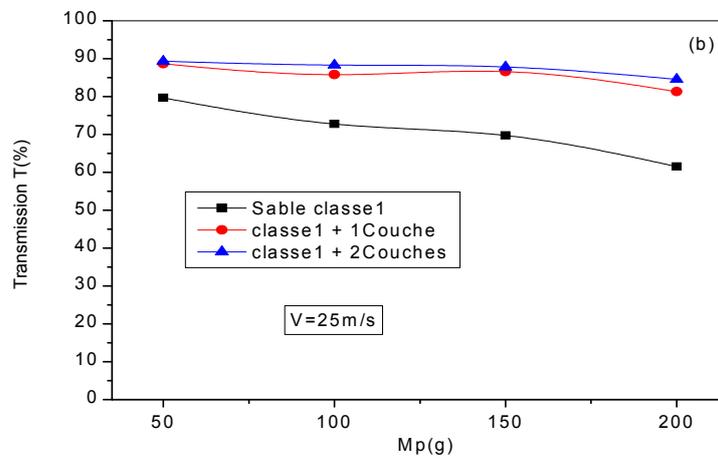
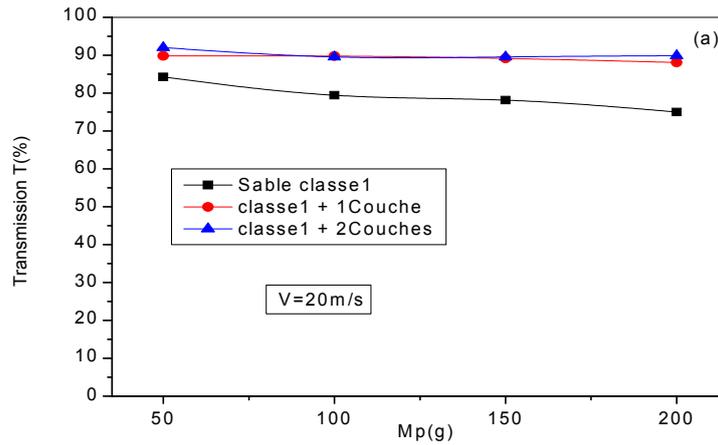
La mesure de la transmission optique T des échantillons sablés puis revêtus a été effectuée à l'aide d'un spectrophotomètre à double faisceau (UV 1800 SHIMADZU Spectrophotometer).

L'annexe 7 englobe tous les spectres de transmission optique des échantillons sablés, sablés puis revêtus par une ou deux couches de Silice.

Tous les spectres des échantillons revêtus présentent des bandes d'interférence qui sont typiquement produites par un revêtement mince [20].

Quelque soit le cas traité, les spectres des échantillons revêtus (par une couche ou deux couches) sont tous au dessus du spectre de l'échantillon sablé : témoignage d'amélioration de la transmission optique.

Dans la figure 4.14 est évoquée une comparaison entre les variations de la transmission optique T en fonction de la masse de sable projetée pour les états sablé et sablé puis revêtu par une ou deux couches de Silice.



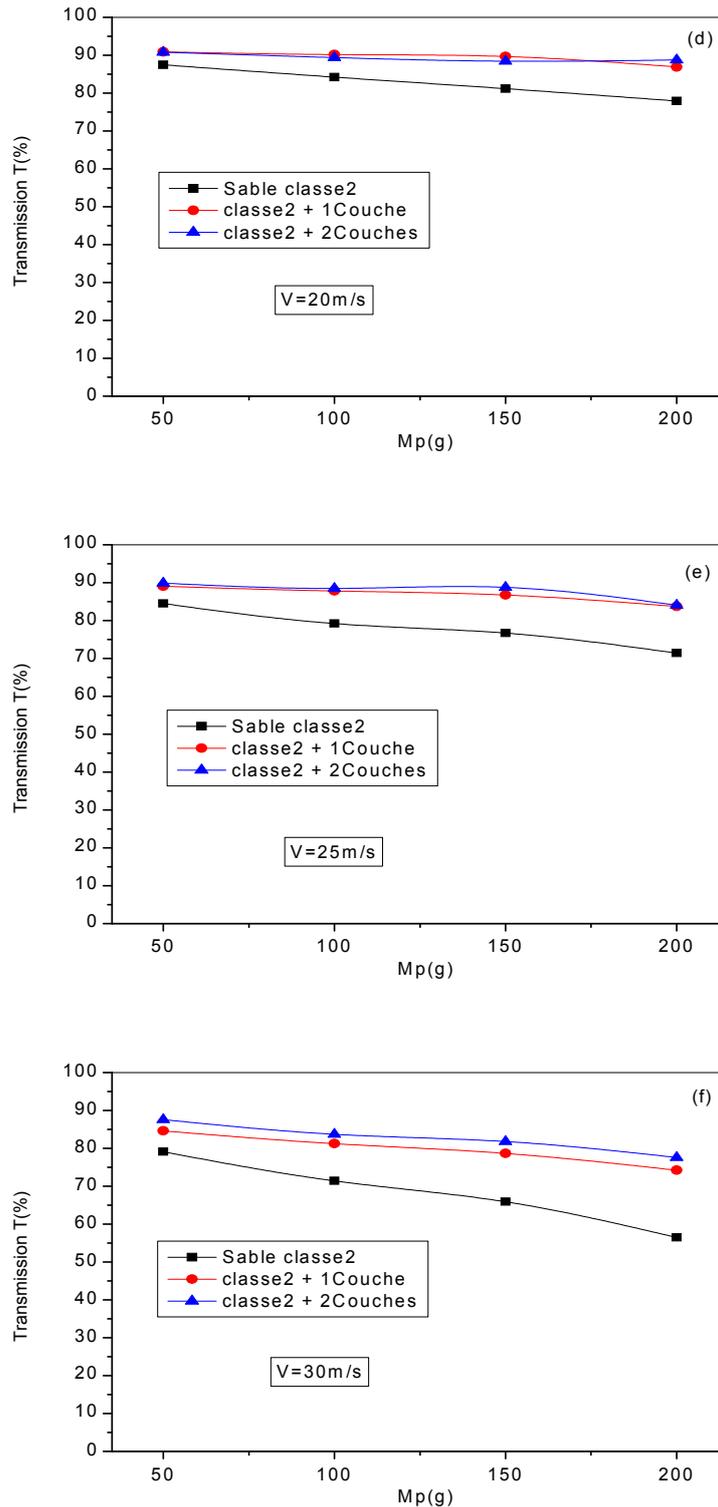


Figure 4.14 : Variation de T en fonction de Mp à différentes vitesses et pour les deux types de sable (Etat sablé, Etat sablé et revêtu par une ou deux couches de Silice).

Les courbes manifestant les variations de la transmission optique des échantillons sablés et sablés puis revêtus sont tous quasiment parallèles présentant une allure linéaire à l'exception de ceux de la figure c. (cas de l'état de saturation pour le sable classe1).

Examinons de près les améliorations de la transmission optique apportées par la déposition de couches de Silice élaborées par voie sol-gel :

- Pour $V=20\text{m/s}$, toutes les valeurs notées de T ($\lambda=550\text{ nm}$) après revêtement sont voisines de 90% (et plus). Toutefois citons les cas les plus défavorables pour cette vitesse (c'est à dire $M_p=200\text{g}$) où, pour le sable classe2 (d), T passe de 77,90% (après sablage) vers 88,76%; donc une amélioration de 10,86%. Alors que, pour le sable classe1 (a), elle passe de 74,99% (après sablage) vers 89,86%, enregistrant une amélioration de **14,88%**.
- Pour $V=25\text{m/s}$, toutes les valeurs de T après revêtement sont comprises entre 88% et 89%; sauf pour $M_p=200\text{g}$: pour le sable classe2 (e), T passe de 71,41% (après sablage) vers 84,03% (une amélioration de 12,62%). Tandis que pour le sable classe1 (b), elle s'élève de 61,53% (après sablage) à 84,53%, d'où une amélioration de **23%**.
- Pour $V=30\text{m/s}$: concernant le sable classe2 (f), les valeurs de T après revêtement sont au delà de 82%; hormis le cas $M_p=200\text{g}$ dans lequel T passe de 56,45% (après sablage) vers 77,58% (une amélioration de 21,13%). En ce qui concerne le sable classe1 (c), c'est le cas inscrivant les plus faibles valeurs de T après sablage durant cette étude ($T=18,09\%$) à cause de la forte dégradation de l'état de surface. Prenons l'exemple du cas le plus défavorable (toujours repéré pour $M_p=200\text{g}$) où T franchis la valeur de 18,09% à 63,19% après revêtement marquant ainsi une amélioration de **45,11%**.

Pour ce cas, avec une déposition de deux couches de Silice, on a pu aboutir à une correction de l'état de surface mais pas assez suffisante (ce qui est cohérent avec les observations déjà faites pour R_q), pour apporter une totale restitution de la transmission optique, vue les grandes différences persistantes entre les valeurs de la rugosité et l'épaisseur des revêtements.

Pour une visualisation mieux claire de l'amélioration apportée après revêtement aux échantillons sablés (Sable classe1 et $V=30\text{m/s}$), la figure c peut être reproduite sous la forme suivante :

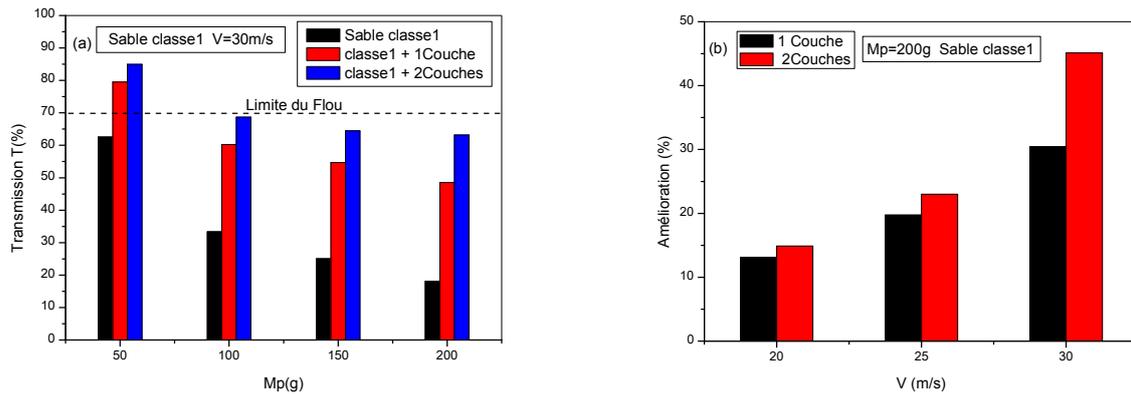


Figure 4.15 : Représentation de la variation de T en fonction de Mp (a) et de son amélioration apportée par les couches déposées (b).

Pour la vitesse 30m/s, l'augmentation de la masse de sable projetée conduit à la chute conséquente de la transmission optique (figure a : barres noires). Et c'est de même pour l'augmentation de la vitesse (voir figure 2.18.b du chapitre II). Par conséquent les défauts générés à forte vitesse sont beaucoup plus grands (en taille et en nombre) comparativement à ceux obtenus à faible vitesse. Mais, compte tenu de l'évolution de l'amélioration de la transmission optique (figure b : barres rouges), les rénovations accomplies par la déposition bicouche sont encourageantes pour procéder à la restitution d'un tel état dégradé par la multiplication encore du nombre de couches déposées afin de le mieux réformer.

En se référant à la figure a, si on adopte que la limite du flou est à $T=70\%$ (transmission minimale tolérée comme rapporté par [24]), nous pouvons dire que sur les 48 échantillons traités (érodés à 3 vitesses par 4 masses de 2 types de sables et revêtus par 2 couches), seuls les six cas présentés (100g, 150g, 200g; revêtus avec 1couche ou 2couches) représentant 12,5%, sont en dessous de cette limite donc se situant dans le domaine du flou. Le reste des échantillons font parti du domaine transparent.

4.5.5. Autres Résultats :

Pour le deuxième groupe, on a étudié l'effet du changement de l'angle d'incidence (de 30° à 90°) avec la masse de sable projeté (de 20 à 160 g) sur la transmission optique. Les résultats obtenus après sablage présentent la même tendance que ceux trouvés auparavant dans le chapitre II.

La transmission optique chute avec l'augmentation de la masse comme elle chute aussi avec l'augmentation de l'angle d'impact α . Le cas le plus défavorable se trouve pour $M_p=160\text{g}$ avec $\alpha=90^\circ$ pour le quel la rugosité augmente jusqu'à $2,26\ \mu\text{m}$.

La même procédure de revêtement de tous ces échantillons par une couche de Silice élaborée selon le troisième protocole a été adoptée.

Sur la figure 4.16, on présente la variation de R_a en fonction de M_p pour différentes valeurs de l'angle α après revêtement.

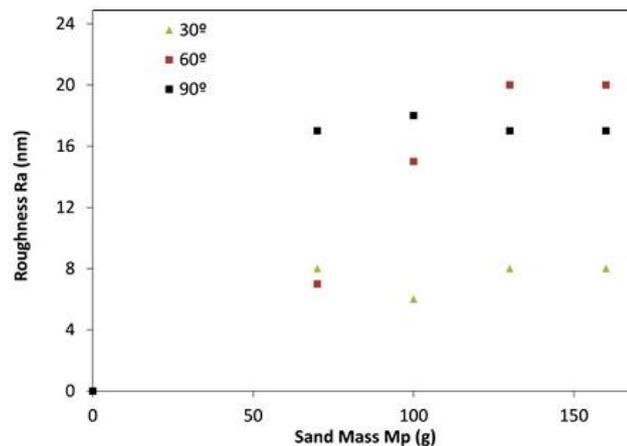
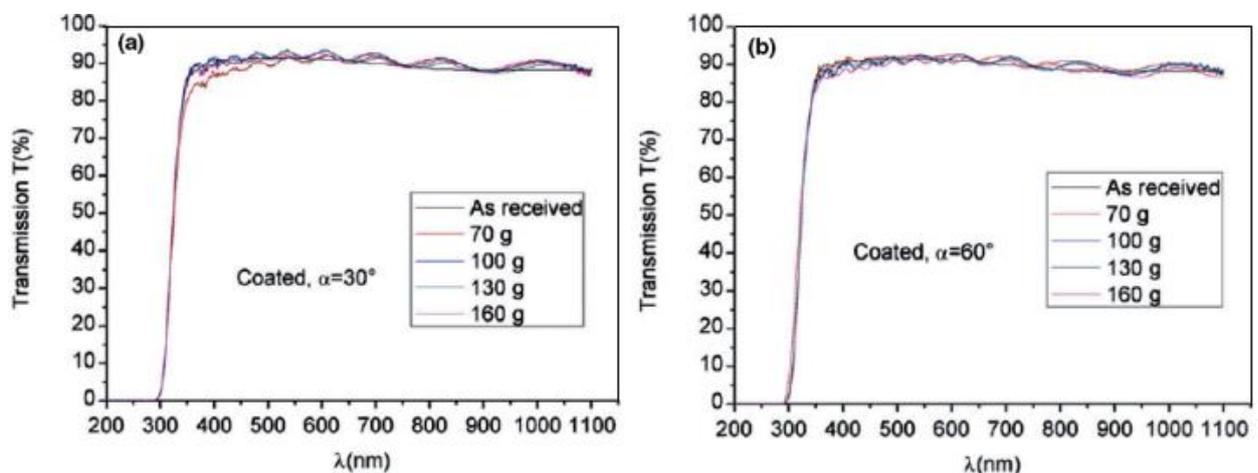


Figure 4.16: Variation de R_a en fonction de M_p pour différentes valeurs de l'angle α [20].

R_a diminue fortement pour tous les échantillons revêtus, allant de $20\ \text{nm}$ pour les angles d'impact 60° et 90° , à $8\ \text{nm}$ pour l'angle d'incidence 30° .

La forte diminution de l'intervalle de la rugosité des échantillons sablés montre l'effet de la réparation de l'état de surface par des revêtements de Silice.

En complément de ces résultats, la figure 4.17 présente les spectres de transmission optique des échantillons sablés (30° , 60° et 90°) puis recouverts d'une couche de Silice.



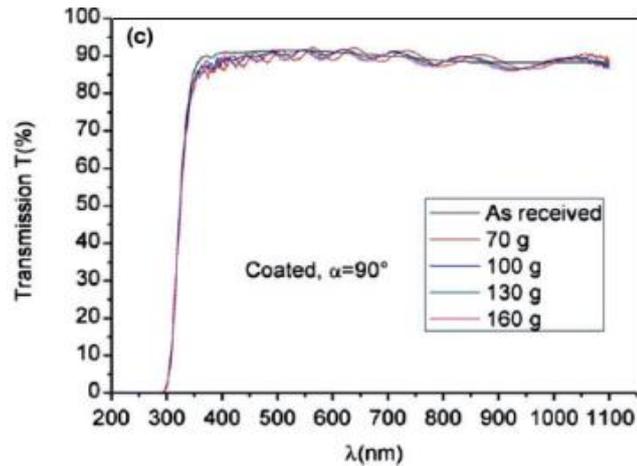


Figure 4.17 : Spectres de transmission des échantillons sablés puis revêtus en fonction de la masse de sable projetée et de l'angle d'incidence [20].

Indépendamment de la masse de sable et l'angle d'incidence utilisés pour ces conditions de sablage, la transmission optique des échantillons sablés puis revêtus est supérieur à 90%, même proche de celle du verre brut utilisé ($T = 91,5\%$).

Les valeurs hautes de la transmission optique obtenues après le dépôt du revêtement de Silice indique l'élimination totale de la diffusion de la lumière, ce qui est en accord avec une rugosité moyenne inférieure à 25 nm.

Donc pour ce deuxième groupe d'échantillons sablés, la restitution intégrale de leur état de surface et par suite l'amélioration de leur transmission optique sont pratiquement très approuvables.

En regard des résultats exposés; on peut conclure qu'avec les exigences d'élaboration et de déposition d'une couche mince de Silice sur un substrat sablé s'unissent les paramètres d'érosion qui, ensemble, trancheront du succès du revêtement déposé vis-à-vis la réparation de l'état de la surface érodée.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] L.C. Klein, «*Coatings Materials and Surface Coatings, Chap51: Sol-gel Coatings*», Edited by Arthur A. Tracton., Pressed by Taylor & Francis Group, LLC. ISBN 1-4200-4404-4 (hardcover) 2007.
- [2] Y.C. Martin, B. Ferrari, R. Moreno, A.D. Carrera, «*Silica Sol-Gel Coatings on Metals Produced by EPD*», *Journal of Sol-Gel Science and Technology* 26 (2003) 1–5.
- [3] C.J. Brinker, G.W. Scherer, «*SOL-GEL SCIENCES, The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*», Academic press, San Diego, 1990.
- [4] J. Malzbender, G. de With, «*Cracking and residual stress in hybrid coatings on float glass*», *Thin Solid Films* 359 (2000) 210–214.
- [5] C.J. Brinker, A.J. Hurd, «*Fundamentals of Sol-Gel Dip-Coating*», *Jour. Phys. III France* 4 (1994) 1231–1242.
- [6] L. Zhang, «*Sol-Gel Matrix mediated Synthesis of Superparamagnetic Iron Oxid Clusteres and Supported Iron Porphyrin Oxidation Catalysts*», Doctorate of Philosophy in Chemical Engineering, Massachusetts Institute of Technology, 1998.
- [7] «*Dossier Technique : Le Procédé Sol-Gel*», Centre Technologique RESCOLL.
- [8] V. Meiffren, «*Développement de Nouveaux Revêtements Anti-Corrosion sur Alliages de Zinc par des Voies Sol-Gel en Milieu Aqueux ou Faiblement Solvanté*», Thèse de Doctorat, Sciences et Génie des Matériaux, Université Paul Sabatier – Toulouse III, 2011.
- [9] F. Smeacetto, M. Salvo, A. Ventrella, S. Rizzo, M. Ferraris, «*Durable Glass-Ceramic Coatings for Foam Glass*», *International Journal of Applied Glass Science* 3 [1] (2012) 69–74.
- [10] S. Ibrahem, H. Ibrahem, «*Preparation and study properties of xerogel silica using sol-gel method*», *International Journal of Application or Innovation in Engineering* 2 [9], (2013) 111-116.
- [11] Z. He, Z. Jue-Hui, Z. Qi-Long, Y. Hui, «*Mechanical and Optical Properties of Ion-exchange Strengthened Glass Coated with Sol-Gel Derived ZrO₂-SiO₂ Film*», *Journal of Inorganic Materials* Vol. 28 (2013) 785-789.
- [12] L. Nikolic, L. Radonjic, «*Effect of the Silica Sol-Gel Coatings on the Properties of Glass Substrate*», *Ceramics International*, 24 (1998) 547-552.
- [13] A. Marouani, N. Bouaouadja, Y. Castro, A. Duran, «*Amélioration de L'état de Surface d'un Verre Sablé par Déposition d'une Couche Mince de SiO₂ par Voie Sol-Gel*», *Verres Céramiques & Composites*, Vol.2, N°2, (2013) 13-18.

- [14] K. Endres, M. Mennig, M. Amlung, A. Gier, H. Schmidt, «*Enhancement of fracture strength of cutted plate glass by the application of SiO₂ sol-gel coatings*», Thin Solid Films 351 (1999) 132-136.
- [15] A. Moustaghfir, «*Élaboration et caractérisation de couches minces d'oxyde de zinc. Application à la photoprotection du polycarbonate*», Thèse de Doctorat, École Doctorale Des Sciences Fondamentales (SPÉCIALITÉ : Chimie, Sciences des Matériaux), Université Blaise Pascal, 2004.
- [16] S. Pellice, U. Gilabert, C. Solier b, Y. Castro, A. Duran, «*Mechanical behavior of glass reinforced with SiO₂ hybrid sol-gel coatings*», Journal of Non-Crystalline Solids 348 (2004) 172-179.
- [17] Y.C. Martin, «*Protector Coatings Obtained by Electrophoretic Deposition (EPD) Starting From Sol-Gel Suspensions*», Thèse de Doctorat en Chimie Physique, Université Autonôme de Madrid, 2003.
- [18] A. Duran, A. Conde, A. Gomez Coedo, T. Dorado, C. Garcia, S. Ceré, «*Sol-Gel Coatings for Protection and Bioactivation of Metals Used in Orthopaedic Devices*», Journal of Materials Chemistry, 14 (2004) 2282–2290.
- [19] Y. Castro, A. Duran, R. Moreno, B. Ferrari, «*Thick Sol-Gel Coatings Produced by Electrophoretic Deposition*», Advanced Materials 14 [7] (2002) 505-508;
- [20] A. Marouani, N. Bouaouadja, Y. Castro, A. Duran, «*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.
- [21] W. Que, Q.Y. Zhang, Y.C. Chan, C.H. Kam, «*Sol-gel derived hard optical coatings via organic/inorganic composites*», Composites Science and Technology 63 (2003) 347–351.
- [22] Y. Castro, B. Ferrari, R. Moreno, A. Duran, «*Silica Sol-Gel Coatings on Metals Produced by EPD*», Journal of Sol-Gel Science and Technology 26 (2003) 1–5.
- [23] F. Mammeri, «*Relation entre la structure et les propriétés mécaniques de films minces hybrides organiques-inorganiques préparés par voie sol-gel*», Thèse de Doctorat, Ecole Doctorale : Physique et Chimie des Matériaux, Université Pierre et Marie Curie, Paris VI, 2003.
- [24] S. Benterki, «*Etude de la diffusion par réflexion de la lumière par un pare brise d'automobile érodé par sablage*», Thèse de Doctorat en sciences, Institut d'Optique et Mécanique de Précision, Université Ferhat Abbas – SETIF, 2015.

Conclusion générale

CONCLUSION GÉNÉRALE

L'objectif visé de cette thèse était la restauration de l'état de surface d'un verre sablé sous différentes conditions en déposant des couches de silice par voie sol-gel; et de voir si cette restauration conduit à l'amélioration souhaitée des propriétés mécaniques et optiques.

Pour cela, des échantillons de verre sodocalcique ont été sablés sous différentes conditions afin d'obtenir différents états de surface : deux types de sable (classe1 et classe2), quatre masses de sable projeté M_p (50g-200g), trois vitesses de sablage (20m/s, 25m/s et 30m/s) avec un débit de 2.03 g/s et un angle d'incidence fixe $\alpha=90^\circ$.

Par la suite, les défauts de surface ont été corrigés par le dépôt d'une couche mince de silice par voie sol-gel. Le travail a été réalisé en deux étapes:

Sablage : les observations microscopiques des échantillons érodés ont montré que les défauts sont distribués aléatoirement et leurs tailles sont très variables. À fort grossissement, les sites d'impact montrent que le verre a un caractère fragile. Le taux d'endommagement et par conséquent la rugosité augmentent à mesure que la masse de sable projeté ou la vitesse d'impact augmentent.

On note que le cas le plus défavorable est observé pour une masse $M_p = 200$ g projetée à une vitesse de 30 m/s.

La rugosité quadratique moyenne atteint $2.93 \mu\text{m}$ et $2.76 \mu\text{m}$ respectivement pour le sable classe2 et le sable classe1. Les valeurs de la rugosité totale mesurée respectivement pour le sable classe2 et le sable classe1 étaient de $20.51 \mu\text{m}$ et $15.73 \mu\text{m}$.

En parallèle, il y a une diminution considérable de la transmission optique qui passe de 91,5% (état initial) à la valeur minimale de 56,45% et 18,09% respectivement pour le sable classe2 et le sable classe1.

En somme, cette baisse de la transmission est due à la diffusion de la lumière incidente au niveau des défauts de surface générés par l'érosion du sable.

Revêtement : Le bon choix du protocole adéquat a conduit au fait que le dépôt de la couche de silice, préparée par voie sol-gel sur les échantillons sablés, a presque couvert et corrigé les défauts de surface de la quasi-totalité des échantillons sablés. Par conséquent,

il existe une amélioration significative de l'état de surface menant à une augmentation notable de la transmission optique.

Les améliorations apportées à la transmission optique par la déposition de couches de silice élaborées par ce protocole sont assez satisfaisantes pour tous les cas étudiés des vitesses de 20 m/s et 25 m/s.

A 20m/s et pour $M_p=200g$ (cas le plus défavorable), et suite aux diminutions importantes des valeurs de la rugosité (surtout R_q), on enregistre des hausses de T vers 88.76% dans le cas du sable classe2 et 89.86% pour le sable classe1. Le reste des cas (50g-150g) marque des valeurs de T de l'ordre de 90%.

De même pour 25m/s ($M_p=200g$) où après revêtement et pour le sable classe2, T prend la valeur de 84.03% tandis que pour le sable classe1 elle s'élève à 84.53%. Alors qu'on enregistre pour le reste des cas des valeurs de T dans un ordre compris entre 88% et 89%.

Concernant la vitesse de 30m/s, la déposition de deux couches de silice a permis d'aboutir à une correction de l'état de surface fortement dégradé, mais considérée pas assez efficace pour apporter l'amélioration souhaitée à la transmission. Cela est dû aux grandes différences entre les valeurs de la rugosité et l'épaisseur des couches minces déposées.

Citons le cas le plus défavorable (repéré pour $M_p=200g$ et sable classe1) où T franchit la valeur de 18.09% à 63.19% après revêtement marquant ainsi une amélioration de 45.11%. Alors que pour la même masse projetée du sable classe2, T passe de 56.45% (après sablage) vers 77.58% (une amélioration de 21.13%).

Bien que la transmission optique n'ait pas été totalement restituée, l'amélioration apportée en elle-même est un résultat encourageant puisque seuls 12.5% de l'ensemble des échantillons sont restés en dessous de la limite du flou.

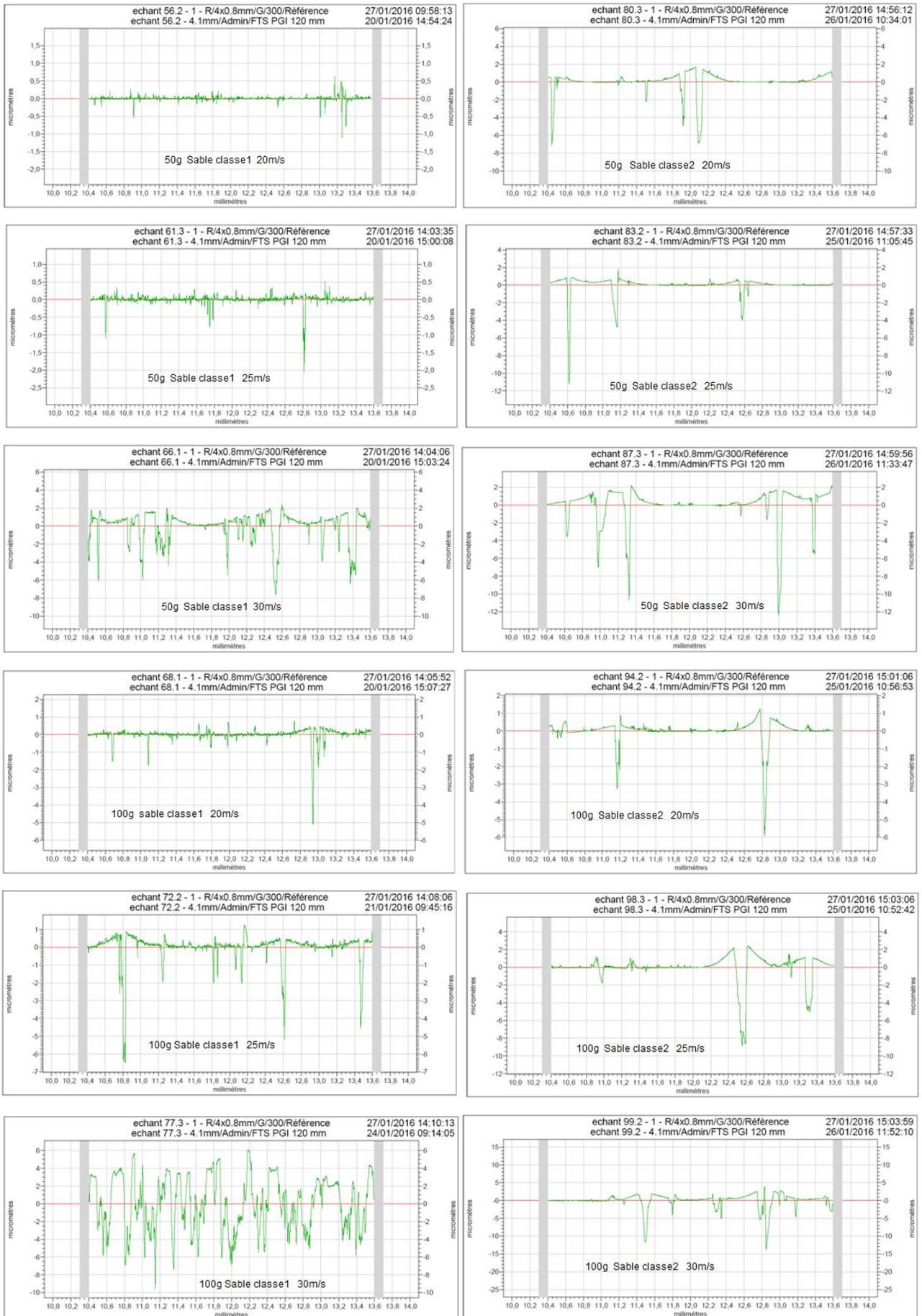
Tous les résultats obtenus nous encouragent à compléter ce travail en étudiant les propriétés mécaniques de la couche de Silice déposée (adhérence, microdureté,...)

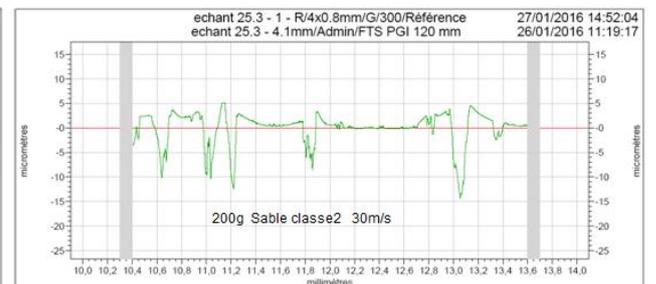
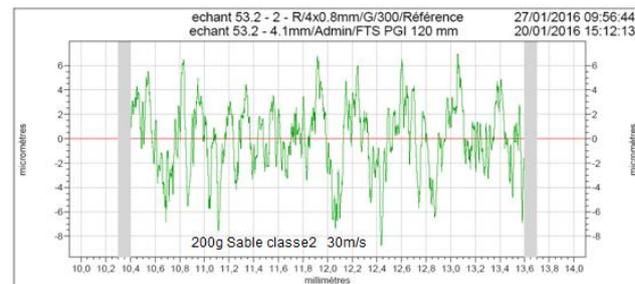
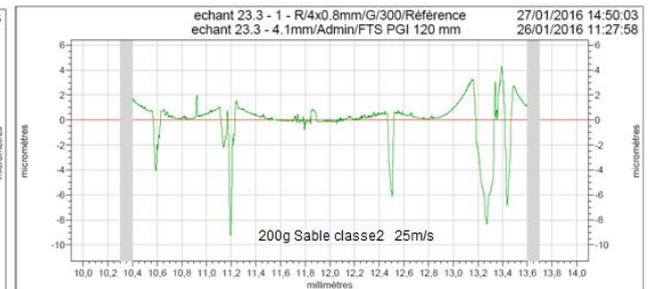
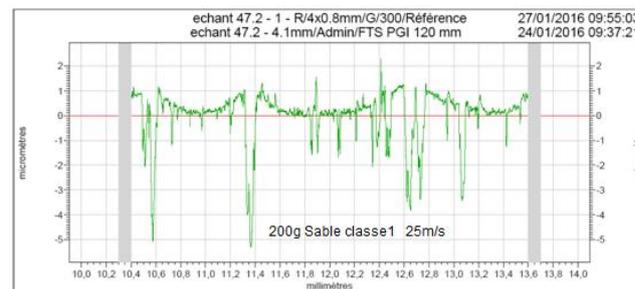
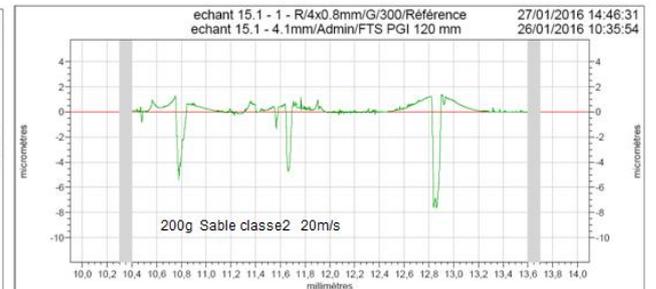
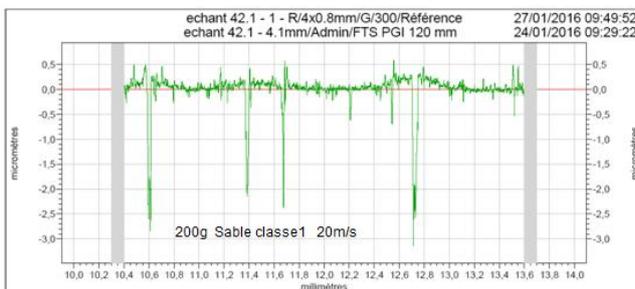
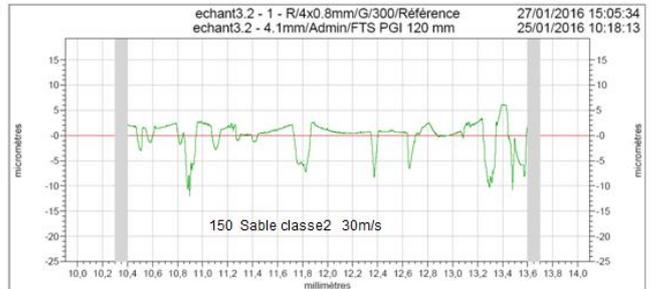
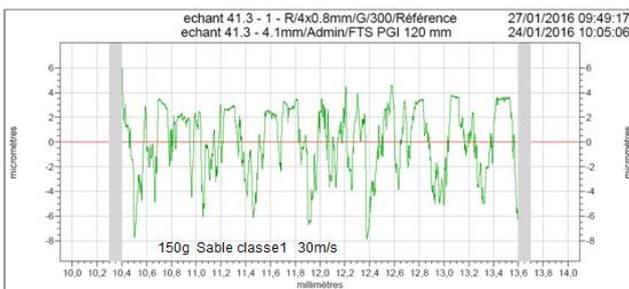
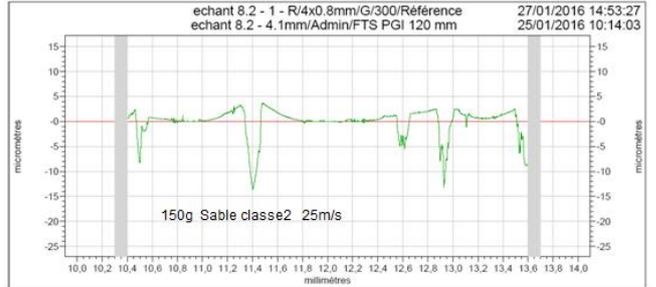
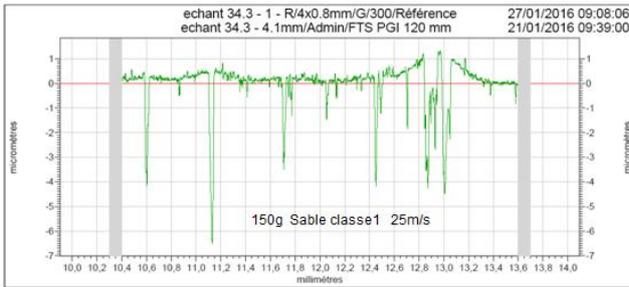
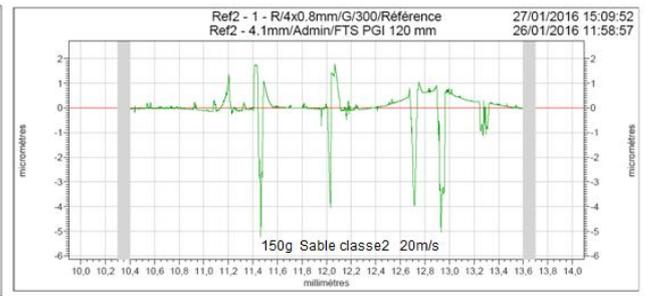
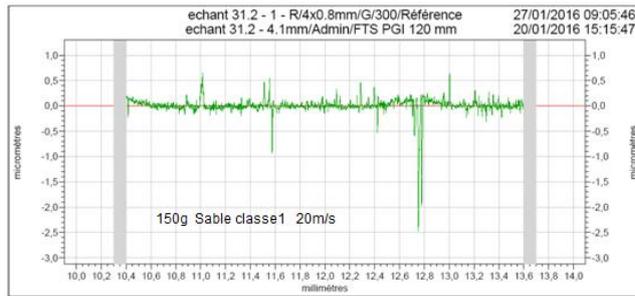
Donc on peut dire que l'objectif visé au début de cette thèse et qui était "la restauration de l'état de surface d'un verre sablé érodé sous différentes conditions en déposant une couche de silice par voie sol-gel" est atteint. On envisage alors en perspective:

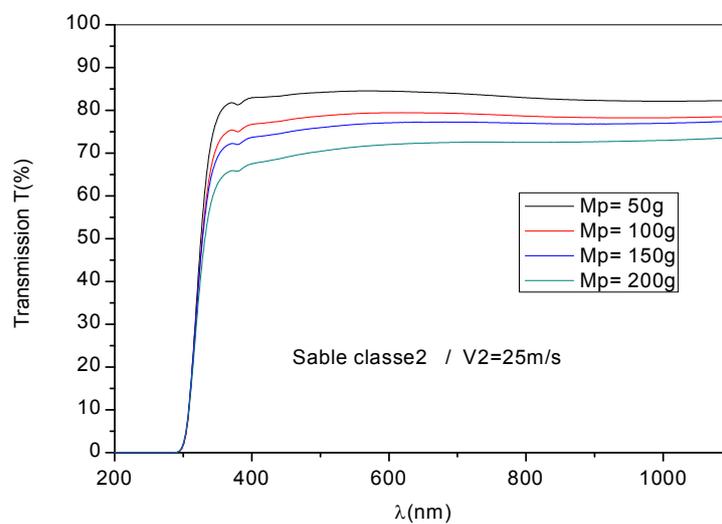
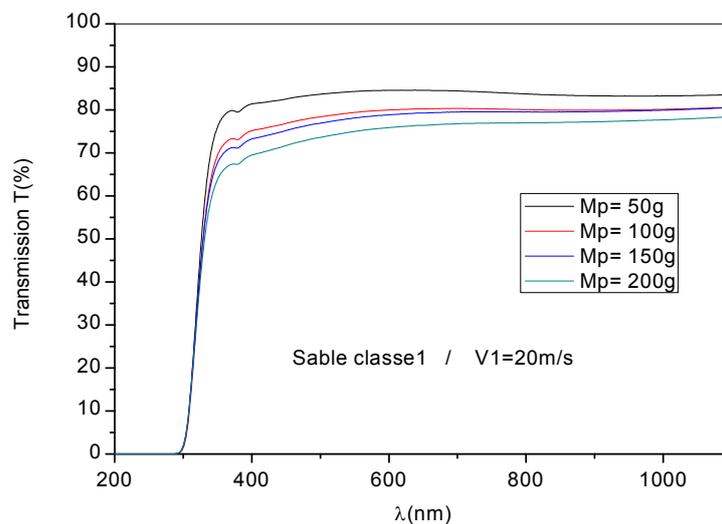
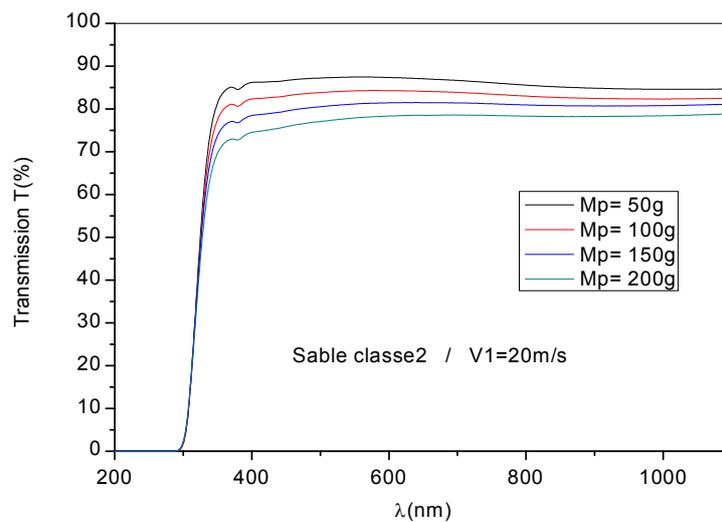
- Pour *la correction* : pour pouvoir corriger les défauts causés par l'érosion dans des conditions très sévères, penser à déposer des couches multiples de Silice (SiO_2) dans le but d'augmenter l'épaisseur finale du dépôt et contourner le problème de la rugosité totale.
- Pour *la protection* : dans le but de protéger efficacement les composants en verre, penser à associer et/ou utiliser d'autres oxydes métalliques plus durs que l'oxyde de silicium et mieux résistants contre le phénomène d'érosion.
- Etudier le comportement, vis-à-vis au phénomène de l'érosion par impacts de particules solides, des couches minces déposées dans des conditions réelles. Parmi ces conditions on cite la température de l'environnement qui peut atteindre 60°C durant l'été dans nos régions sahariennes. On envisage, en plus, un milieu environnemental non-sec (slurry-sandblasting) qui affectera la cible et le flux des particules érosives.

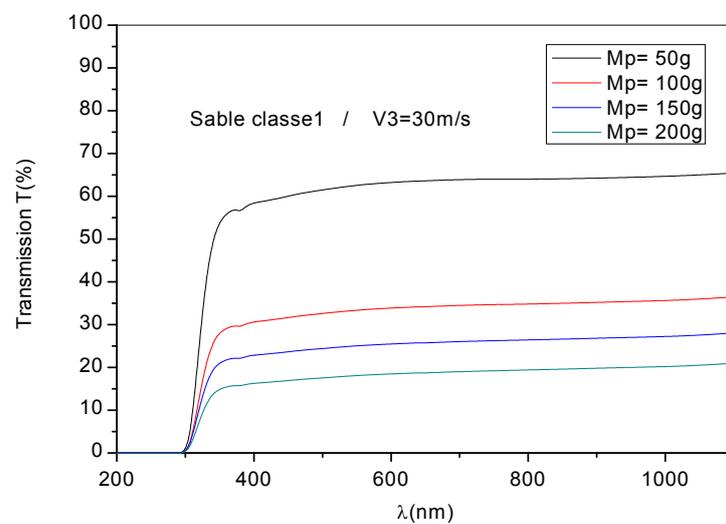
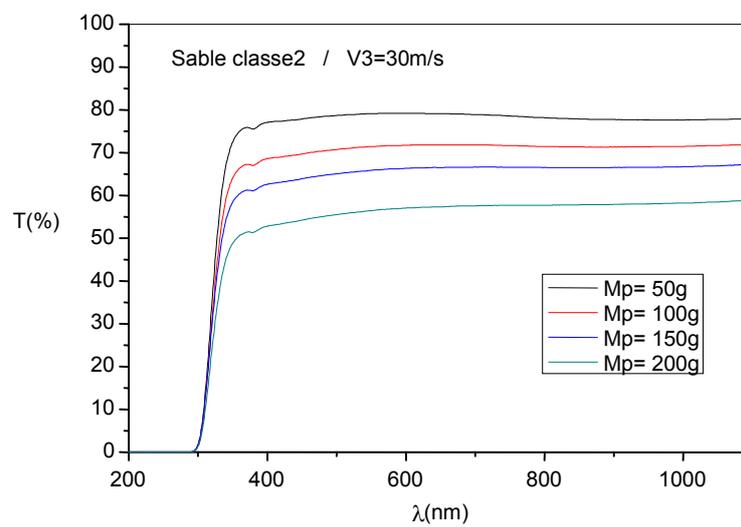
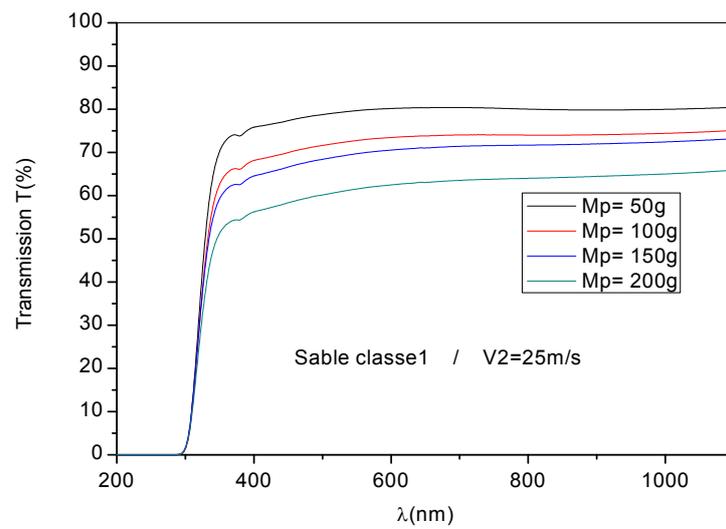
Annexes

ANNEXE 1 : Profils de Rugosité après Sablage

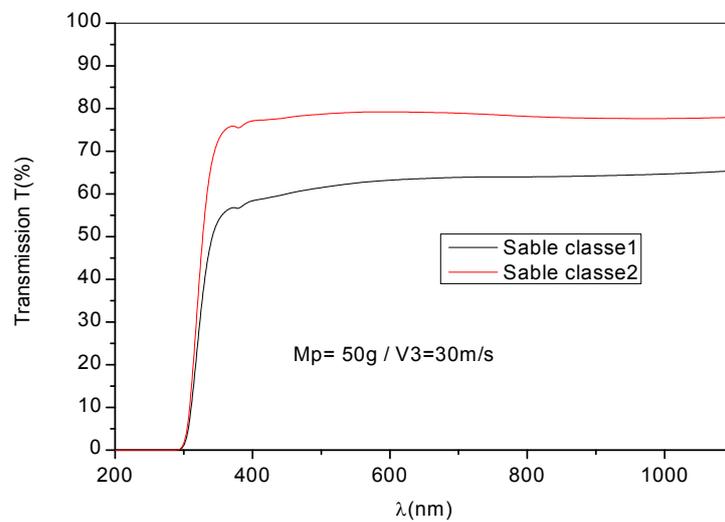
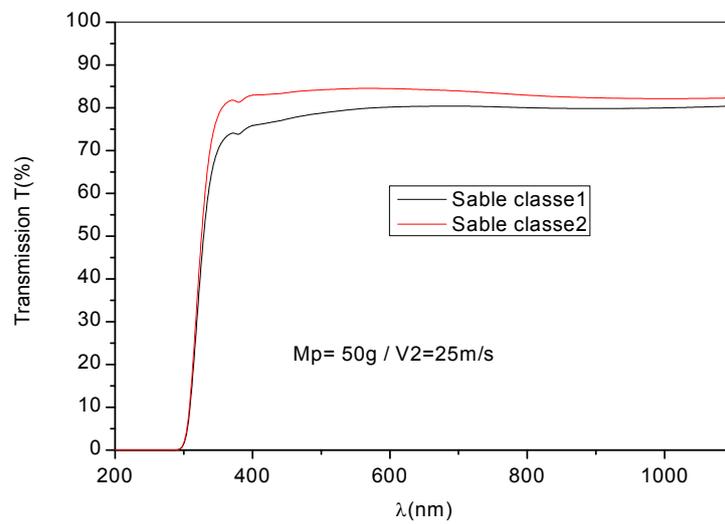
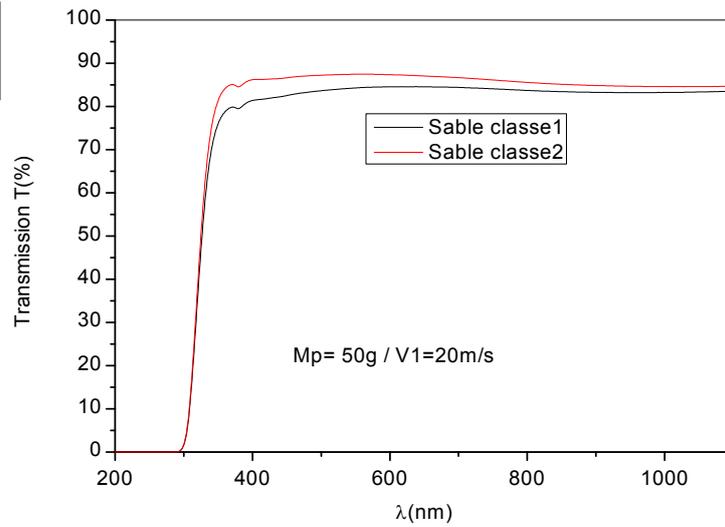


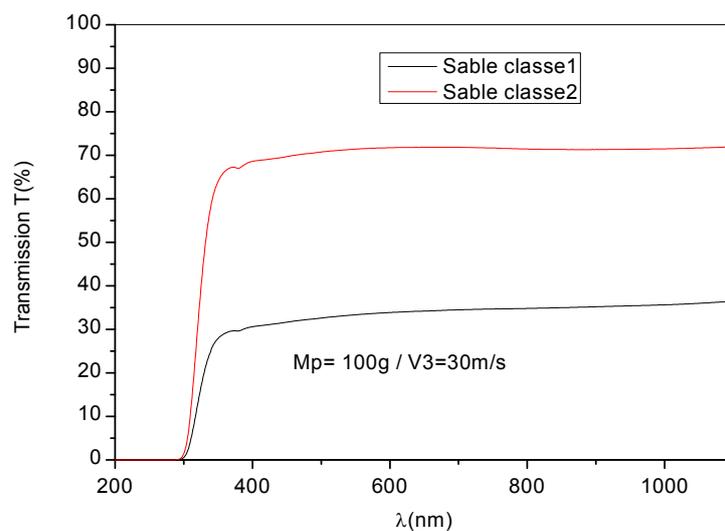
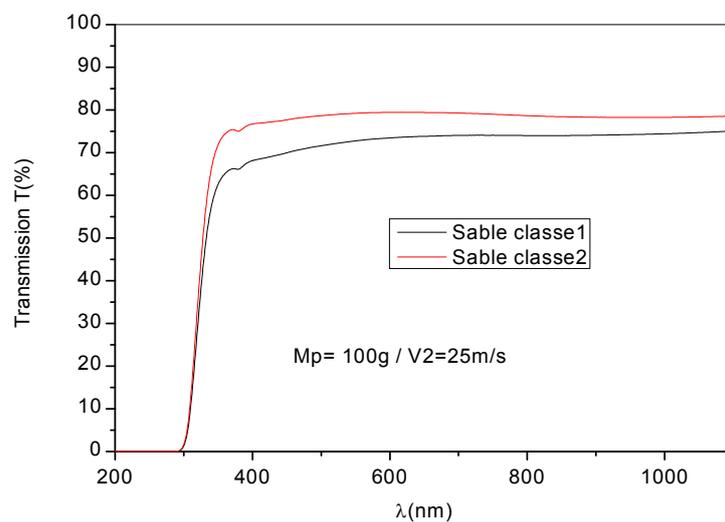
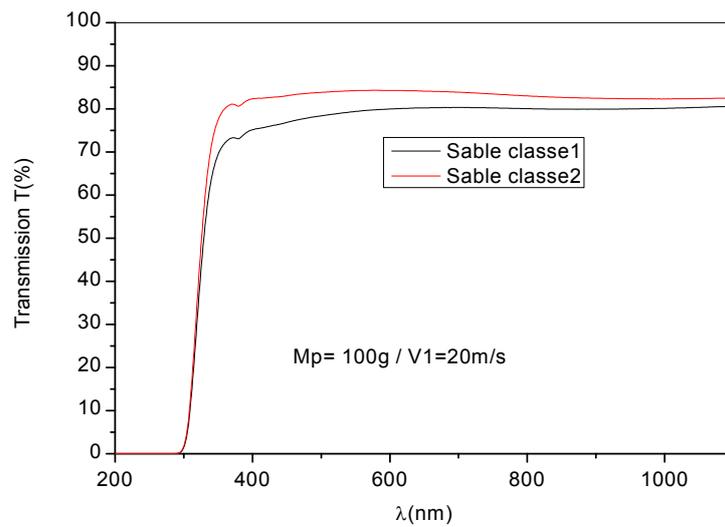


ANNEXE 2 : Effet de la Masse du Sable Projeté sur la Variation de la Transmission Optique.

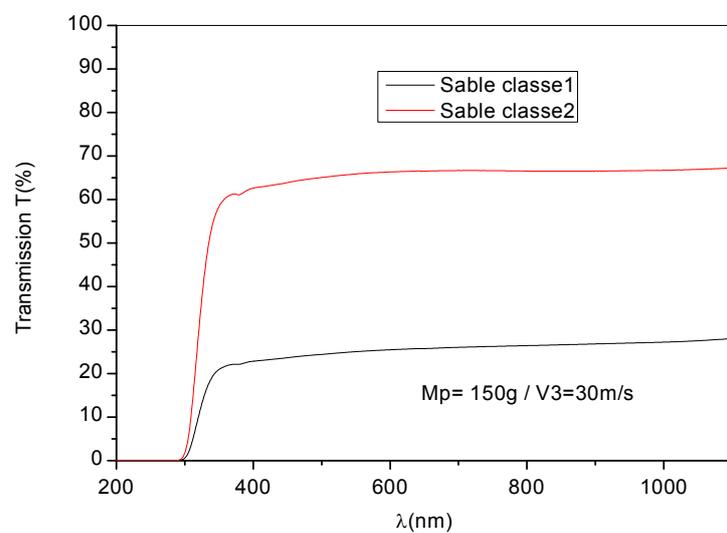
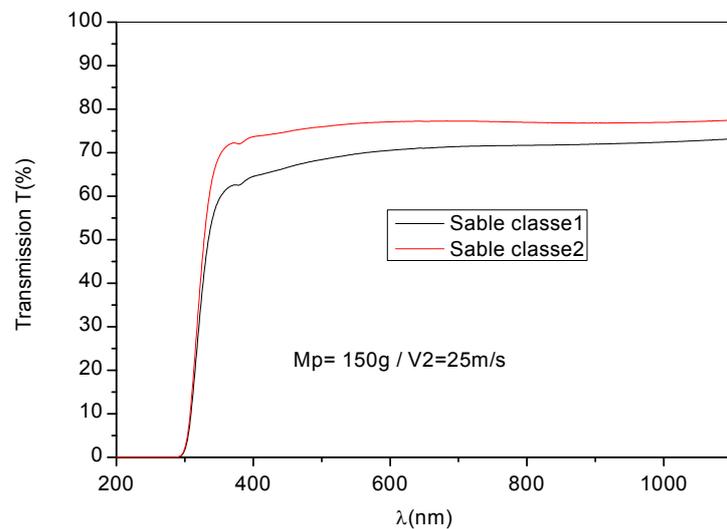
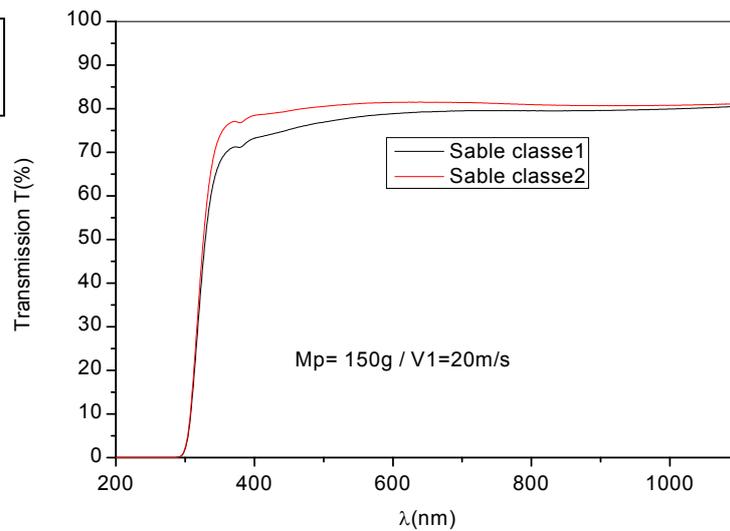


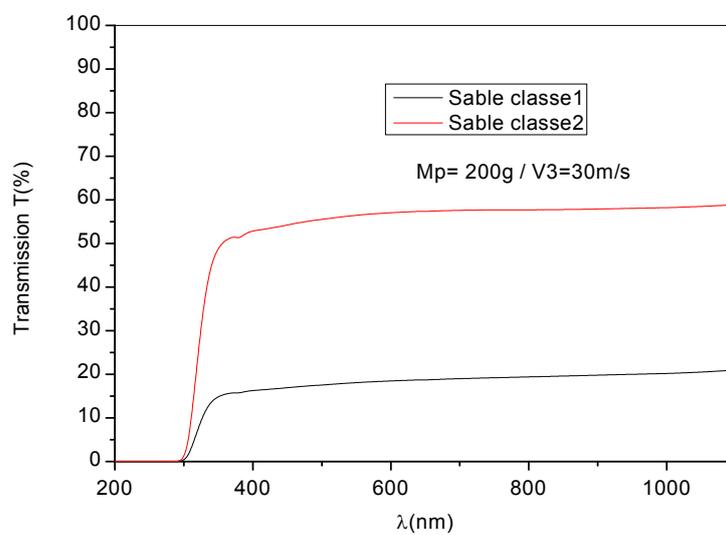
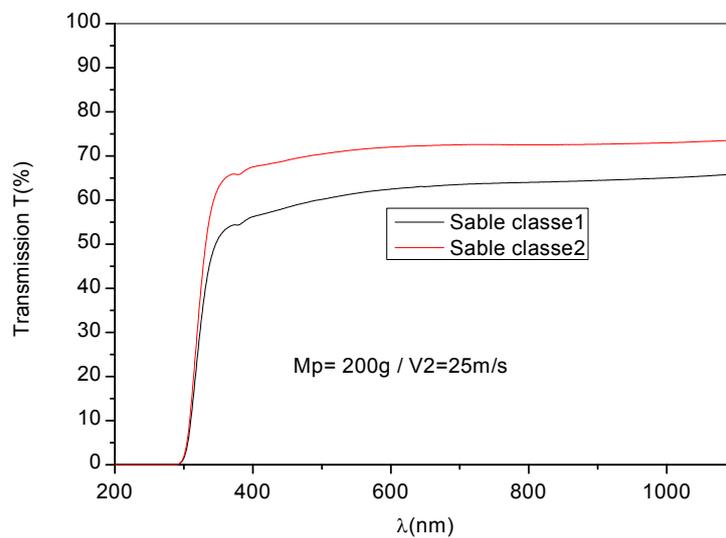
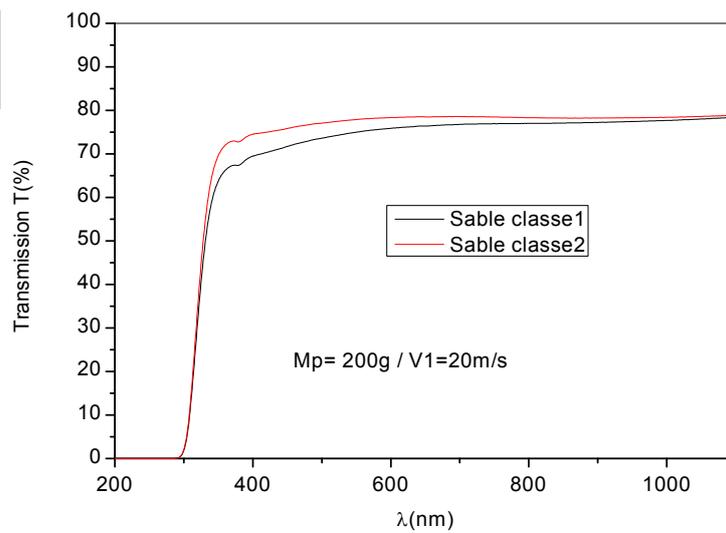
ANNEXE 3 : Effet de la Taille des Grains du Sable Employé sur la Variation de la Transmission

Mp = 50g

Mp = 100g

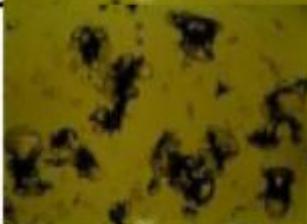
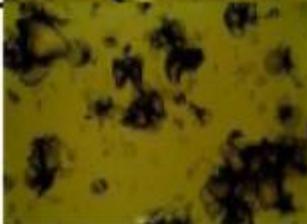
Mp = 150g



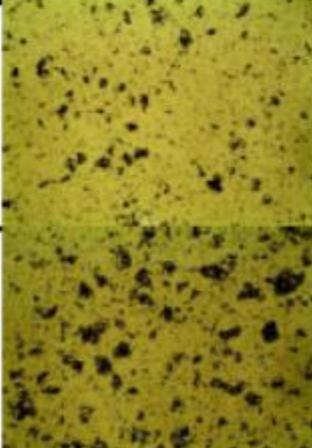
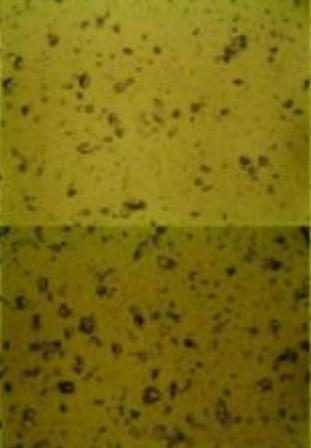
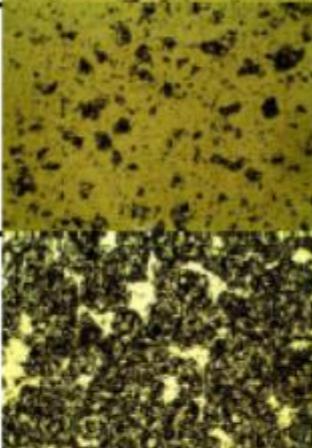
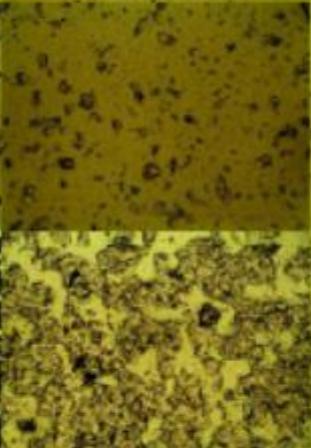
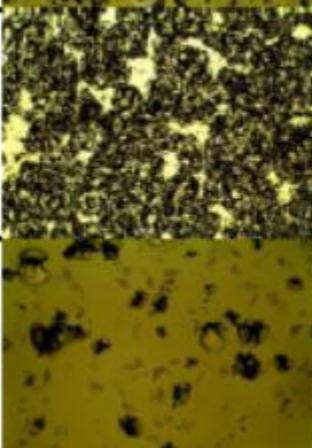
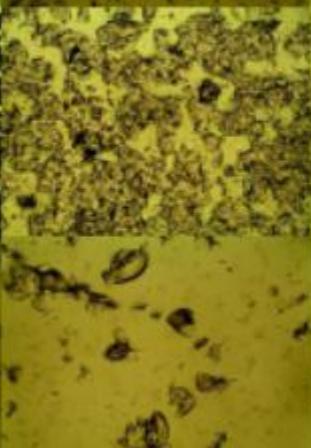
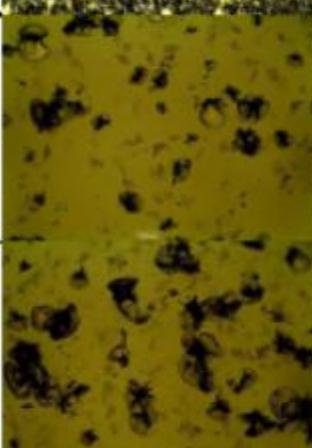
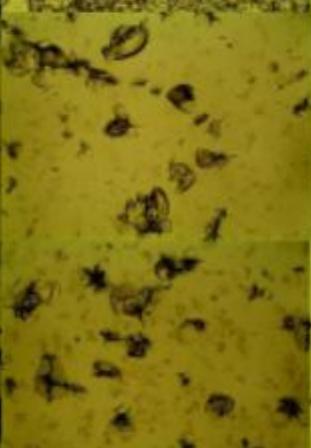
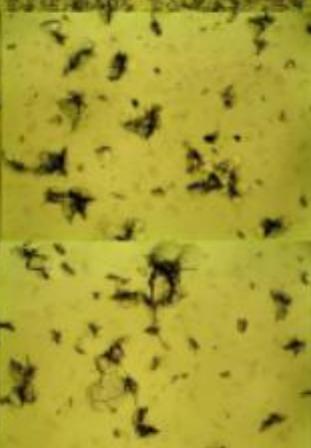
Mp = 200g

ANNEXE 4 : Micrographies des échantillons sablés puis revêtus avec une couche / deux couches de Silice.

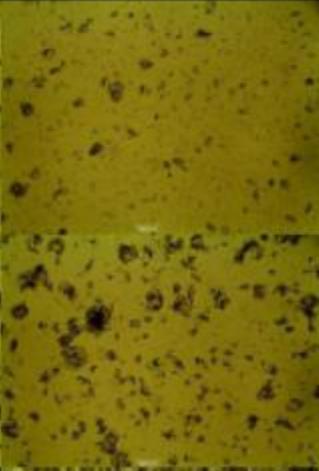
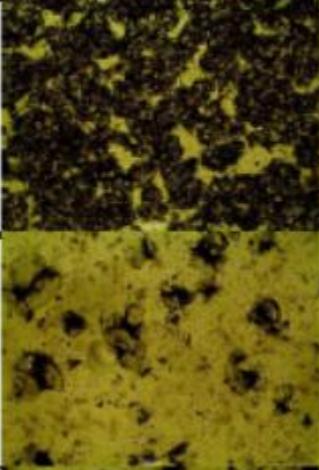
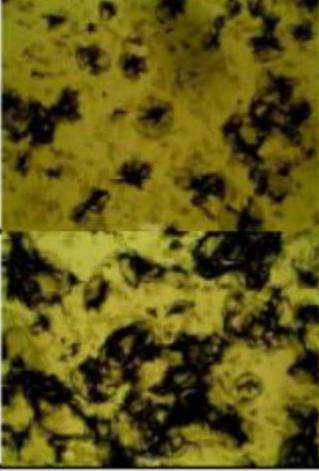
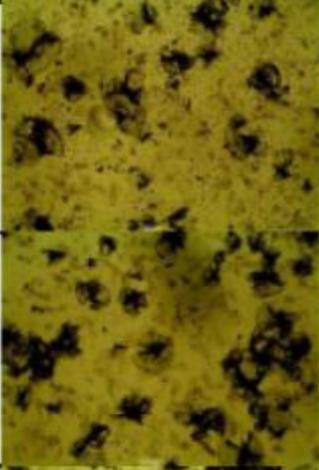
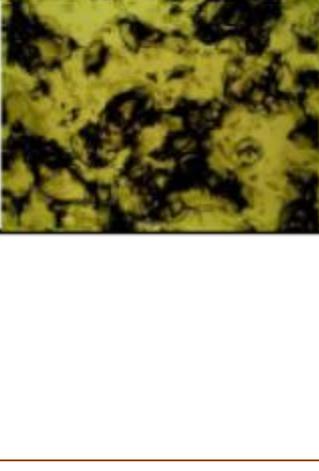
Mp=50 g

Masse	Sable	Vitesse	Etat Sablé	Etat Sablé et Revêtu avec Une Seule Couche	Etat Sablé et Revêtu avec Deux Couches
50g	CLASSE 1	20 m/s			
		25 m/s			
		30 m/s			
	CLASSE 2	20 m/s			
		25 m/s			
		30 m/s			

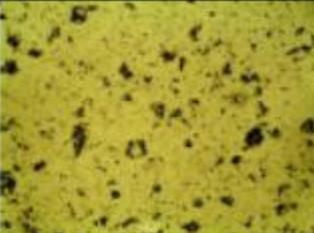
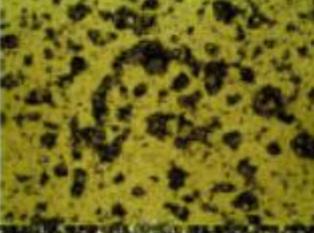
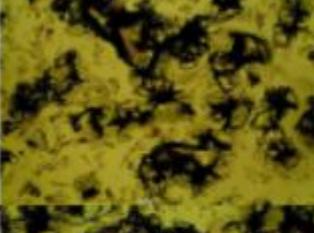
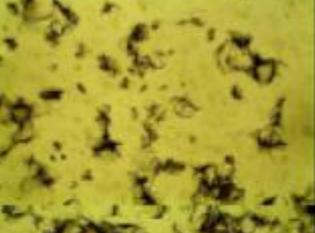
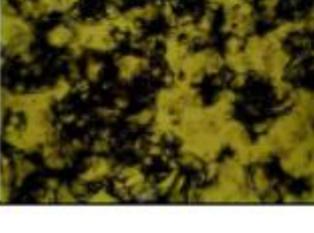
Mp=100 g

Masse	Sable	Vitesse	Etat Sablé	Etat Sablé et Revêtu avec Une Seule Couche	Etat Sablé et Revêtu avec Deux Couches
100g	CLASSE 1	20 m/s			
		25 m/s			
		30 m/s			
	CLASSE 2	20 m/s			
		25 m/s			
		30 m/s			

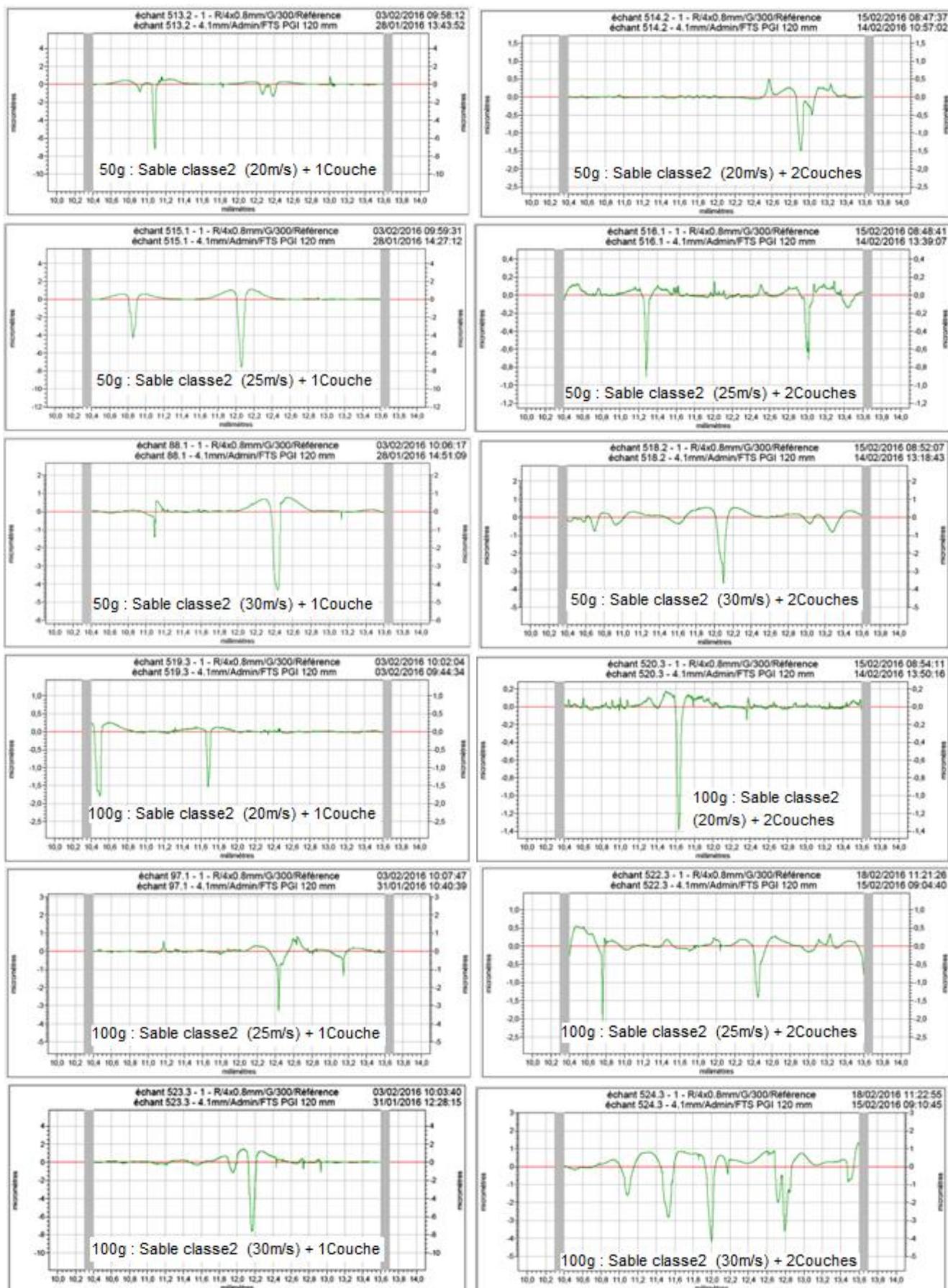
Mp=150 g

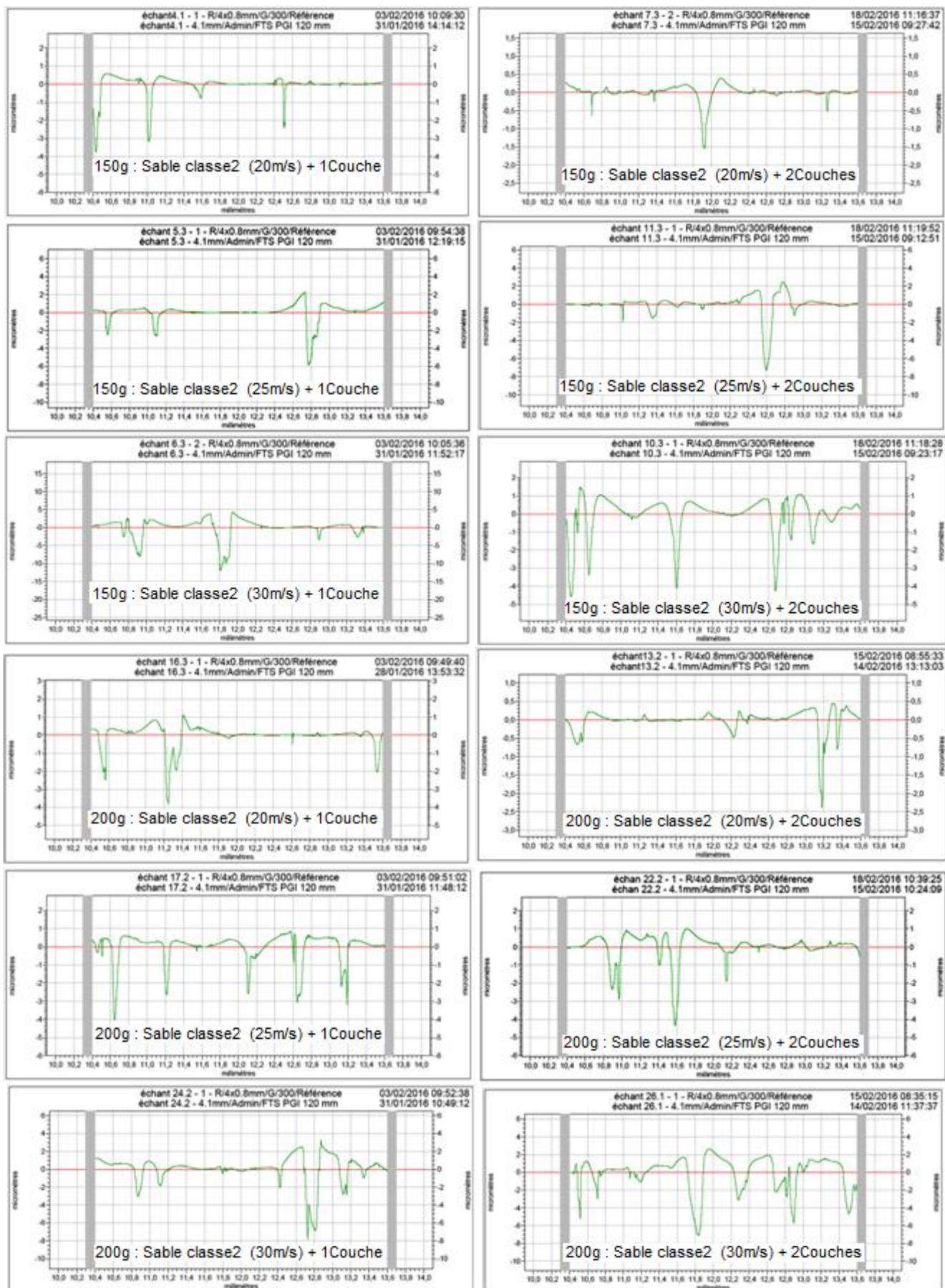
Masse	Sable	Vitesse	Etat Sablé	Etat Sablé et Revêtu avec Une Seule Couche	Etat Sablé et Revêtu avec Deux Couches
150g	CLASSE 1	20 m/s			
		25 m/s			
		30 m/s			
	CLASSE 2	20 m/s			
		25 m/s			
		30 m/s			

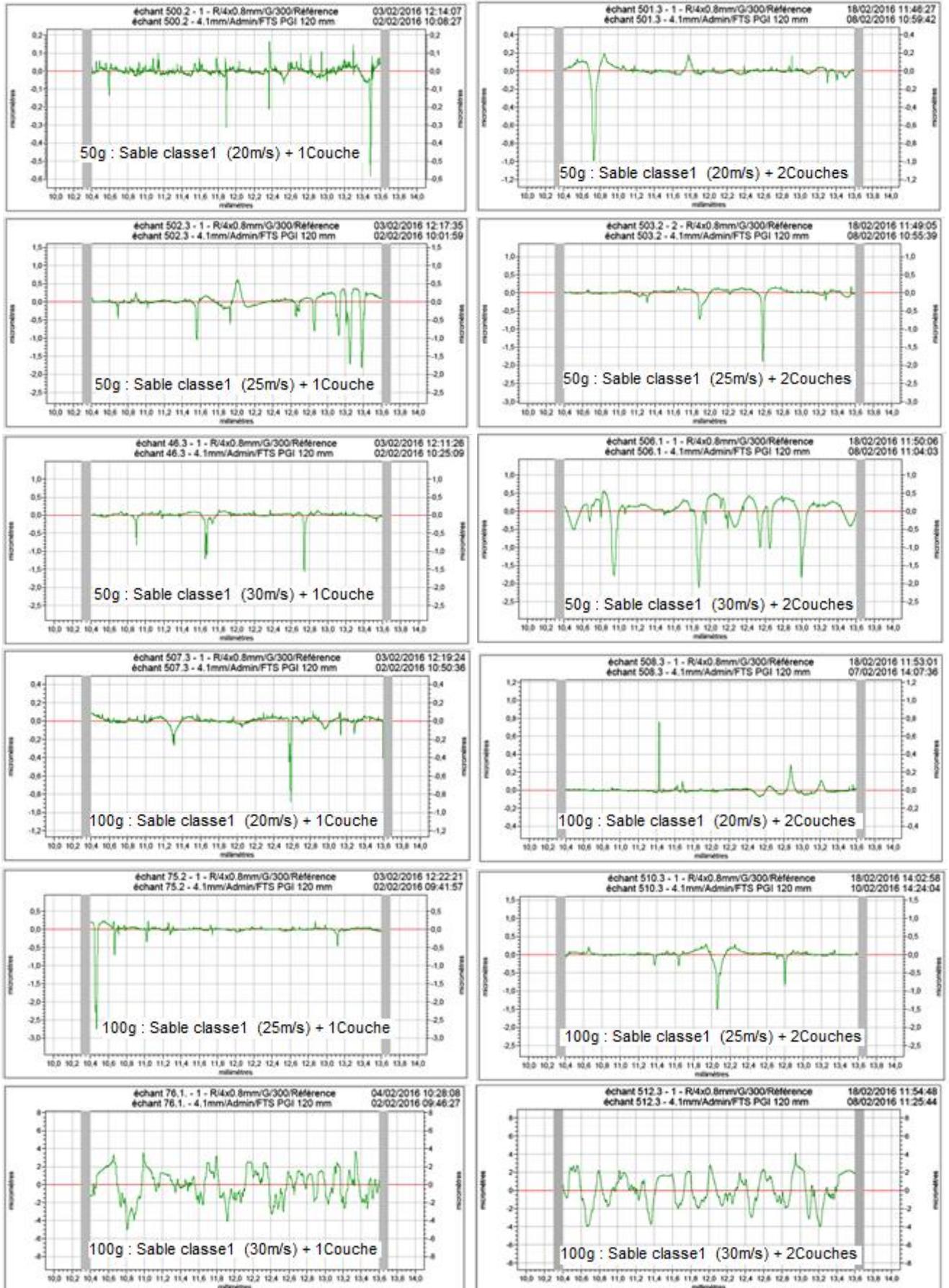
Mp=200 g

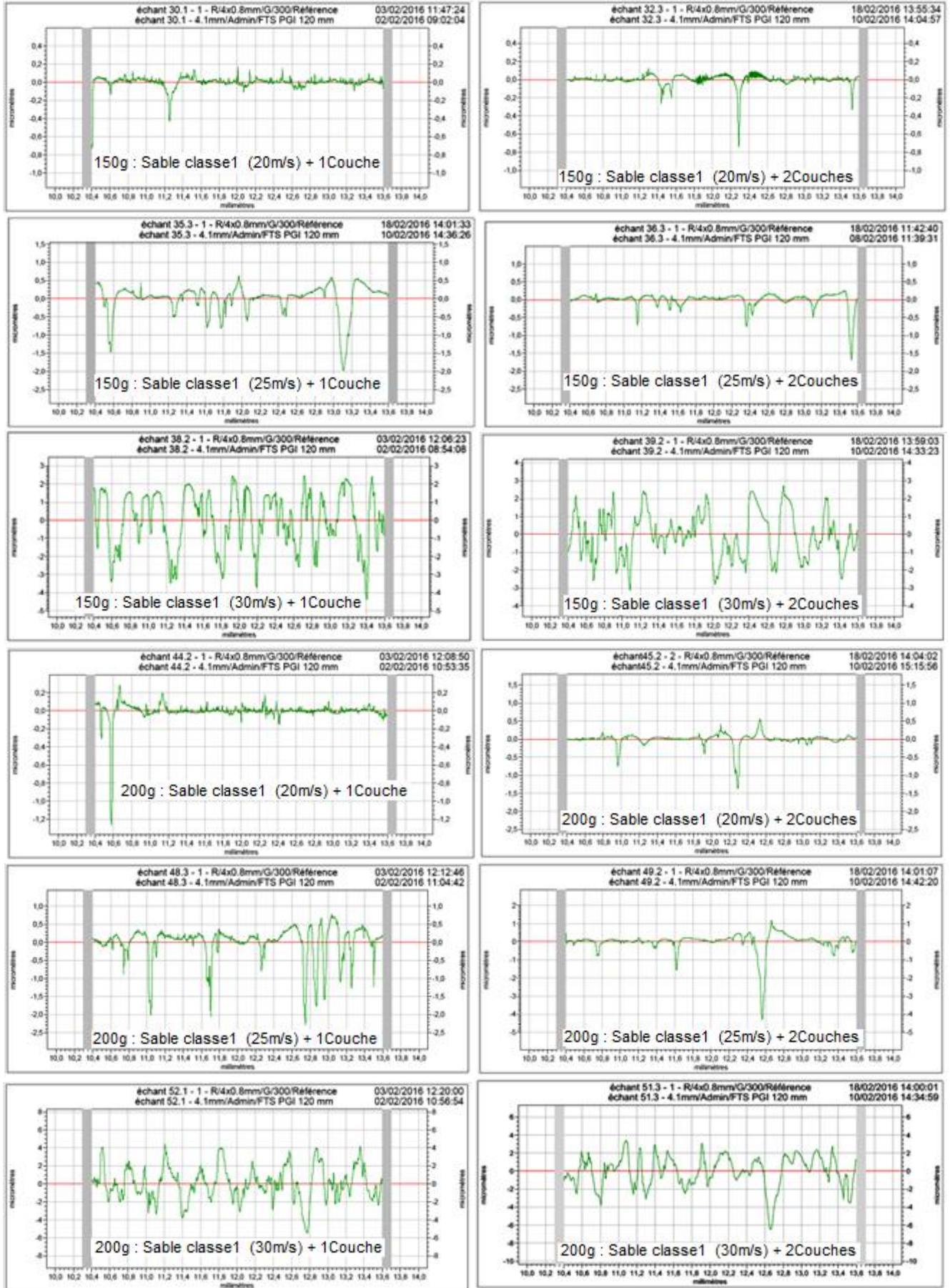
Masse	Sable	Vitesse	Etat Sablé	Etat Sablé et Revêtu avec Une Seule Couche	Etat Sablé et Revêtu avec Deux Couches
200g	CLASSE 1	20 m/s			
		25 m/s			
		30 m/s			
	CLASSE 2	20 m/s			
		25 m/s			
		30 m/s			

ANNEXE 5: Profils de rugosité des échantillons sablés puis revêtus par une couche / deux couches de Silice.

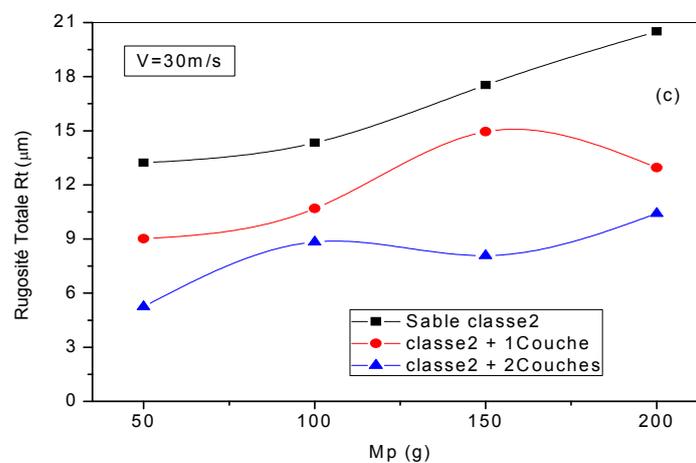
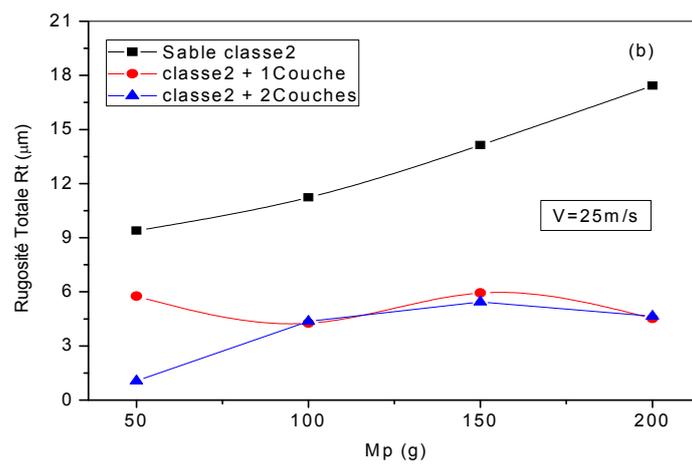
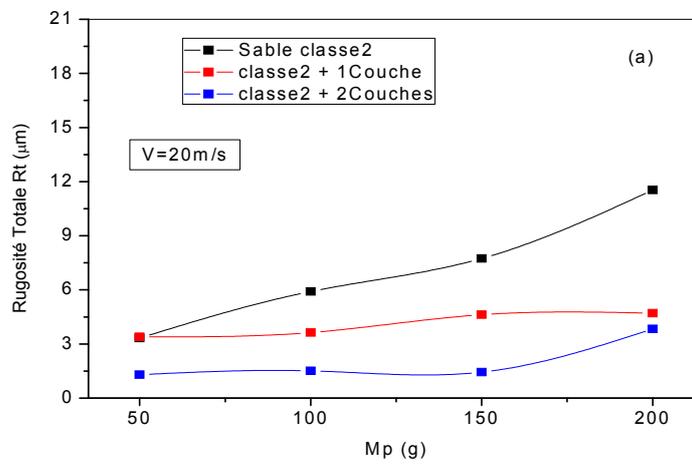


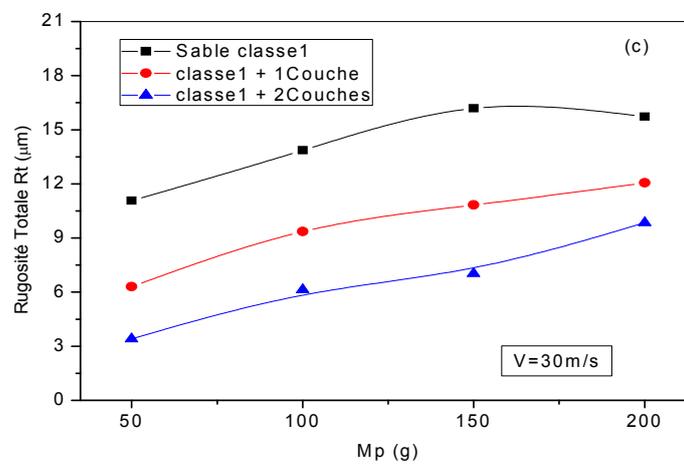
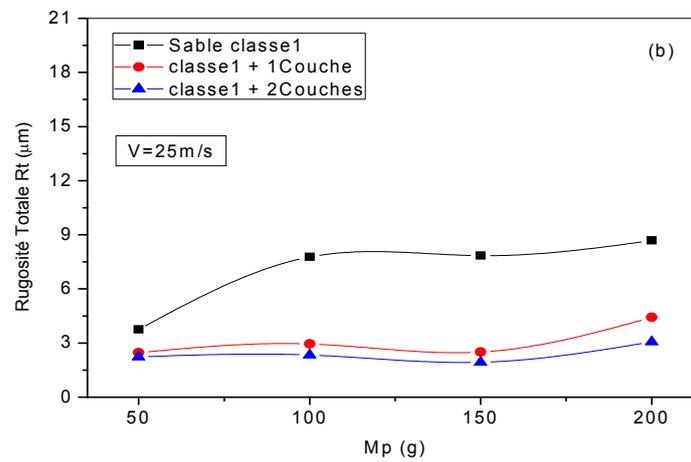
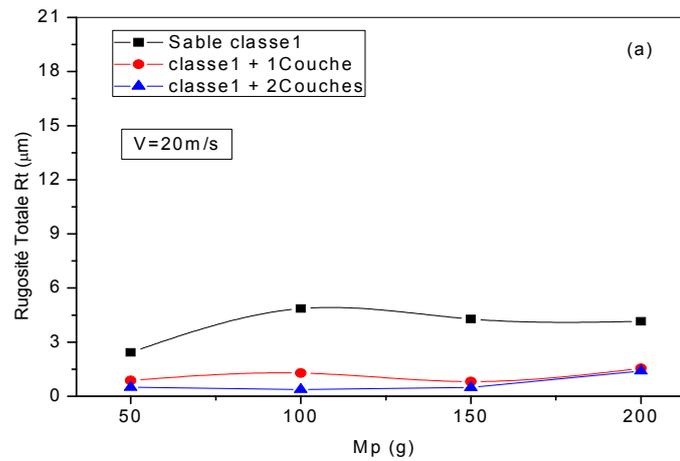






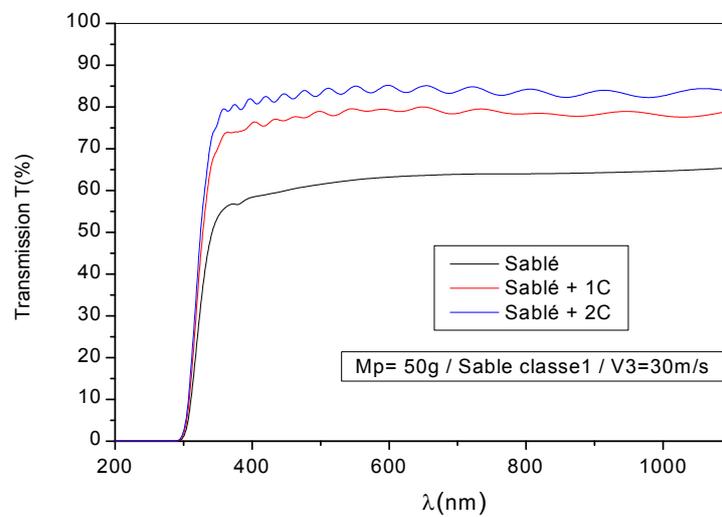
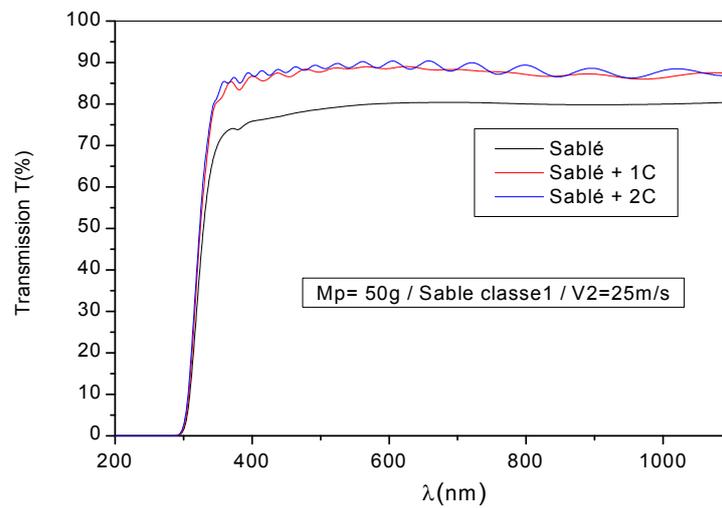
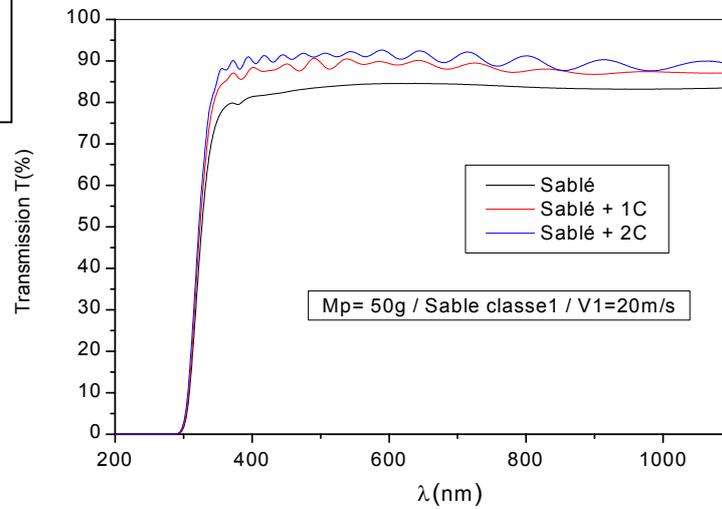
ANNEXE 6 : Variation de la rugosité totale R_t en fonction de la masse projetée M_p à différentes vitesses et pour les deux types de sable.

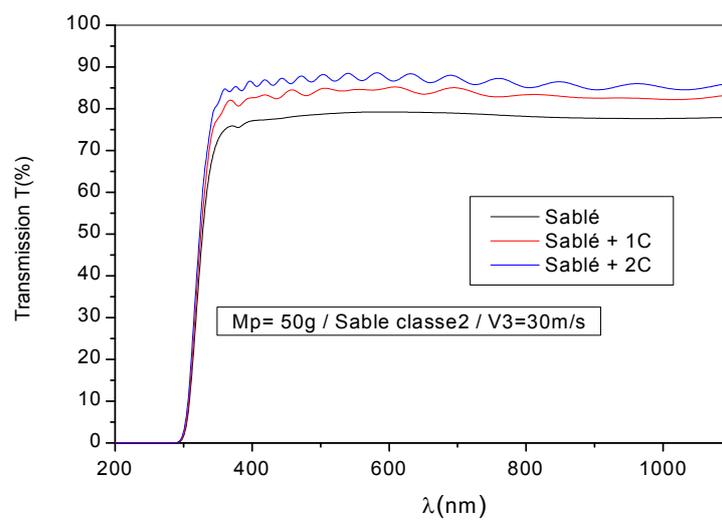
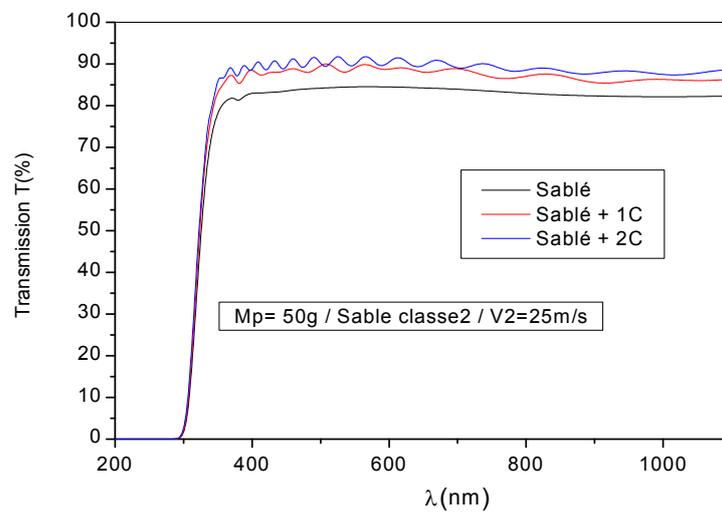
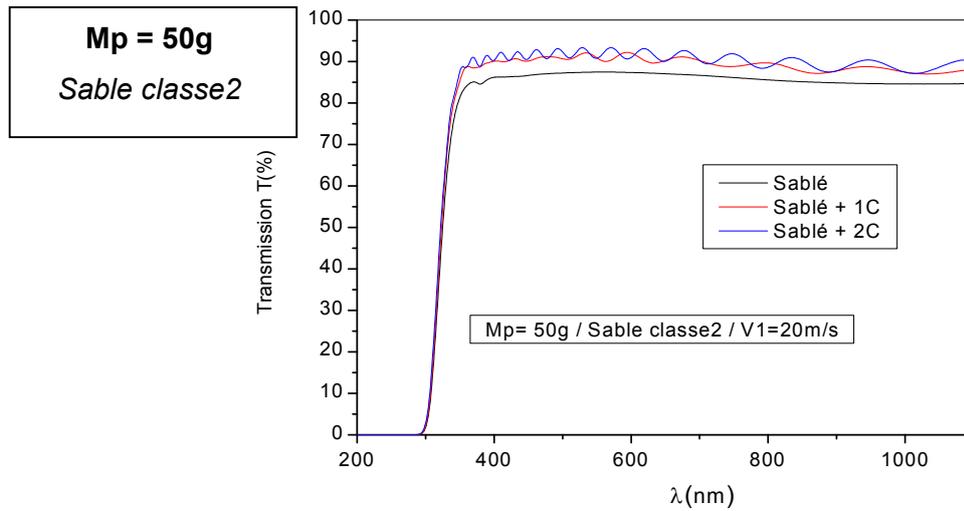




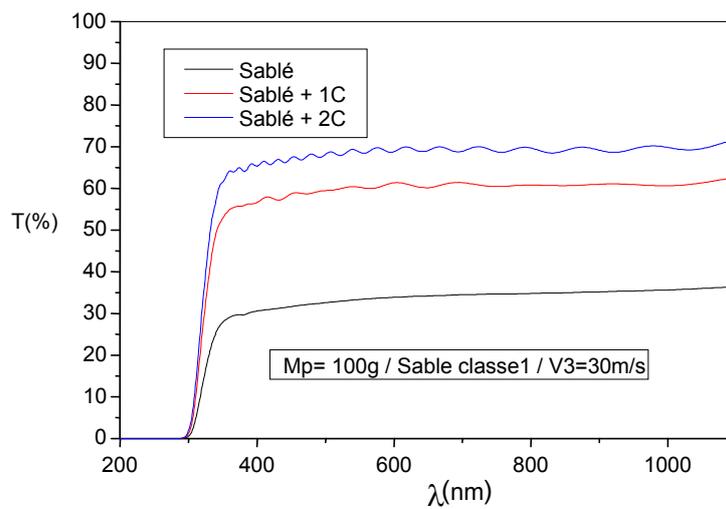
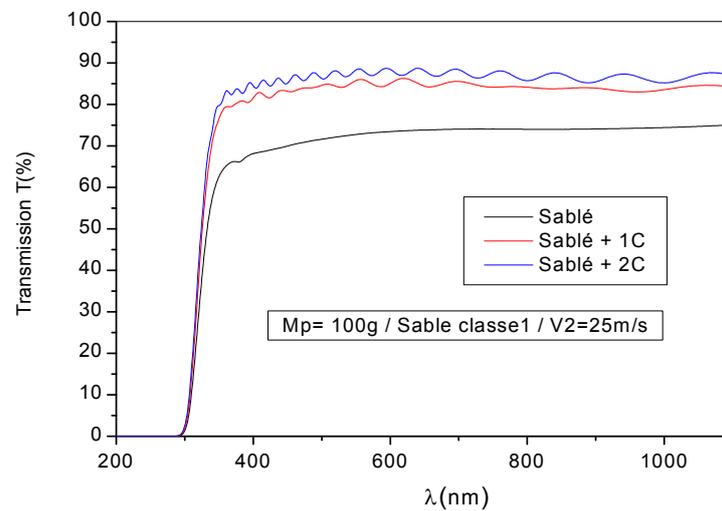
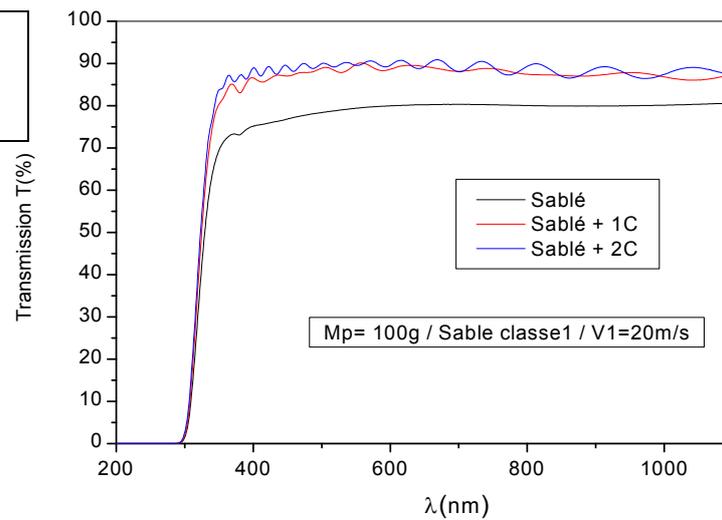
ANNEXE 7 : Spectres de transmission optique des échantillons sablés puis revêtus par une couche/deux couches de Silice.

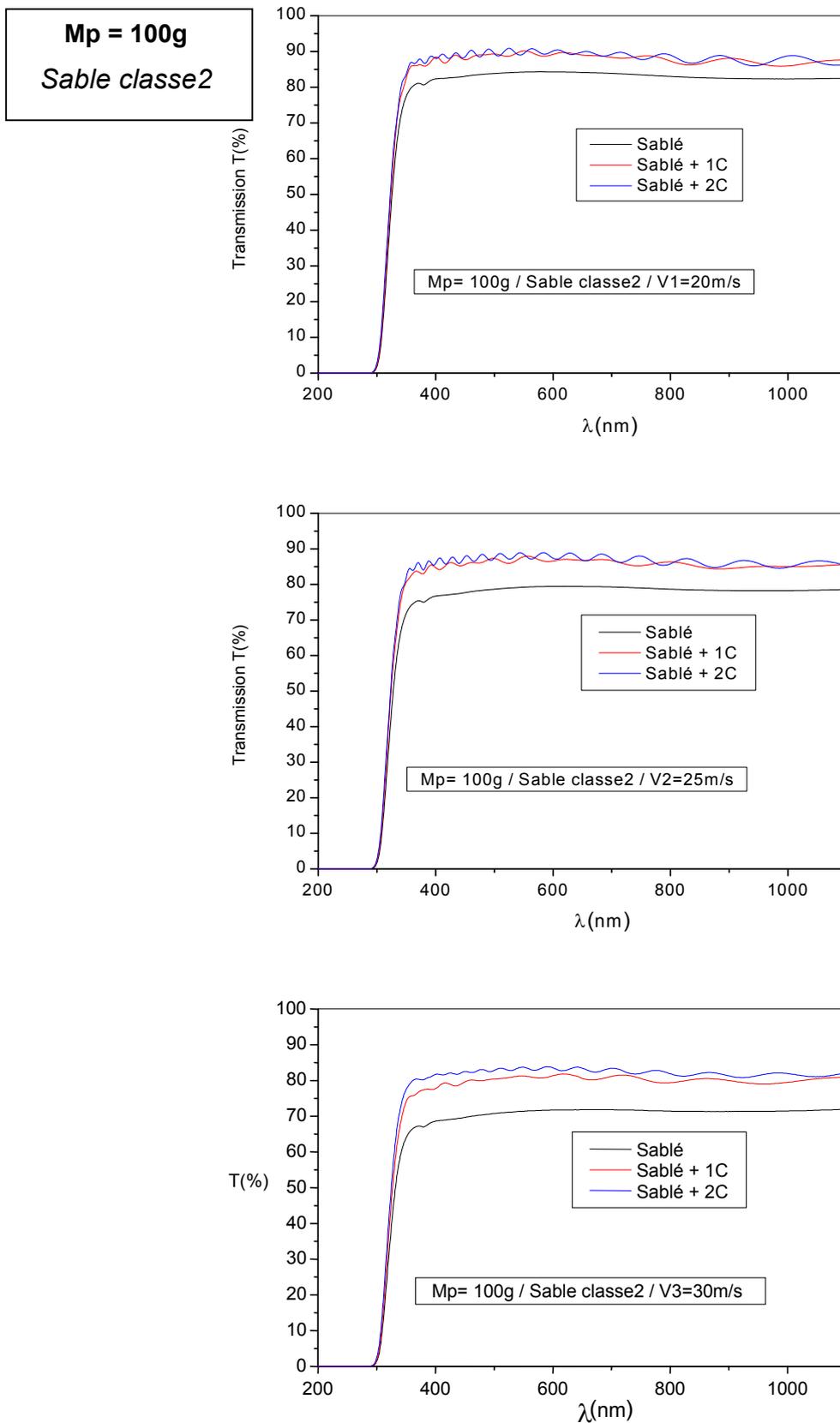
Mp = 50g
Sable classe1

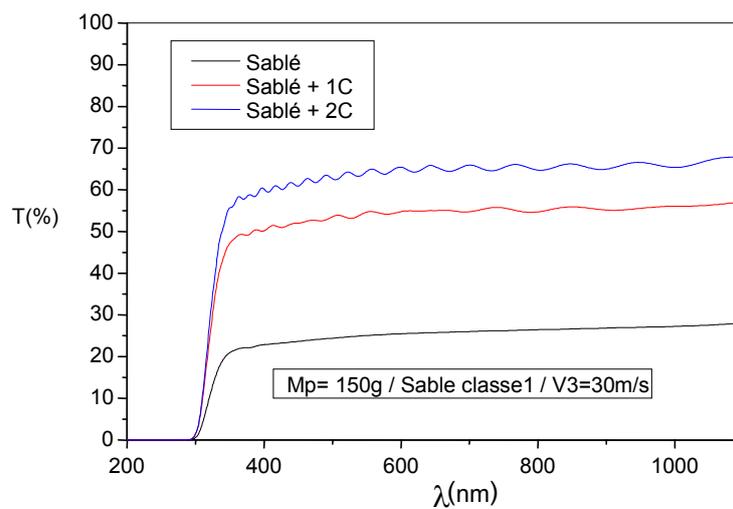
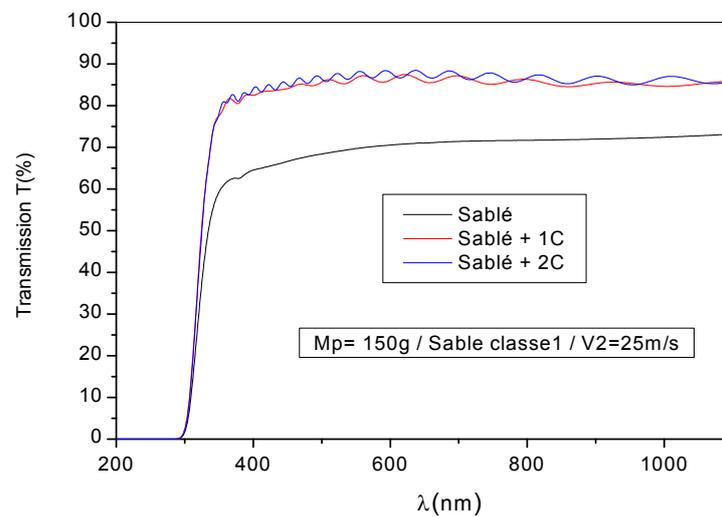
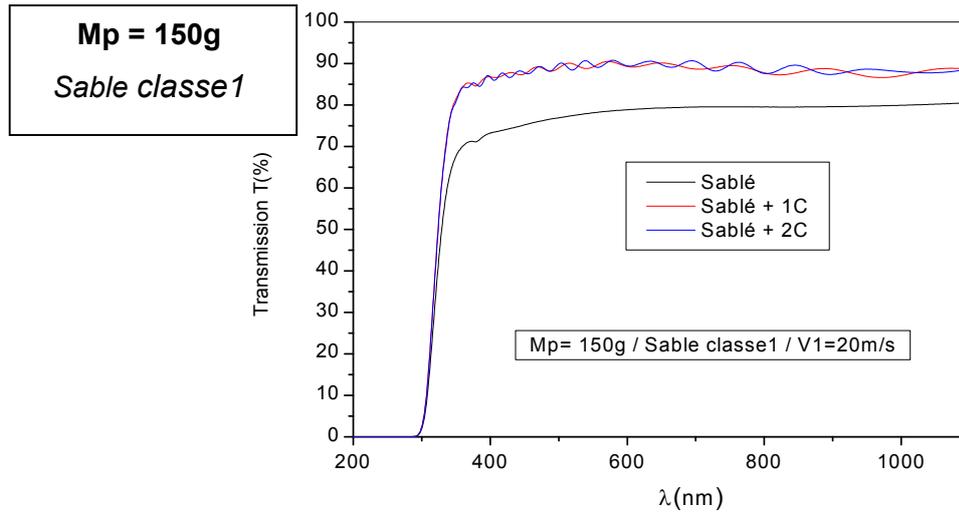




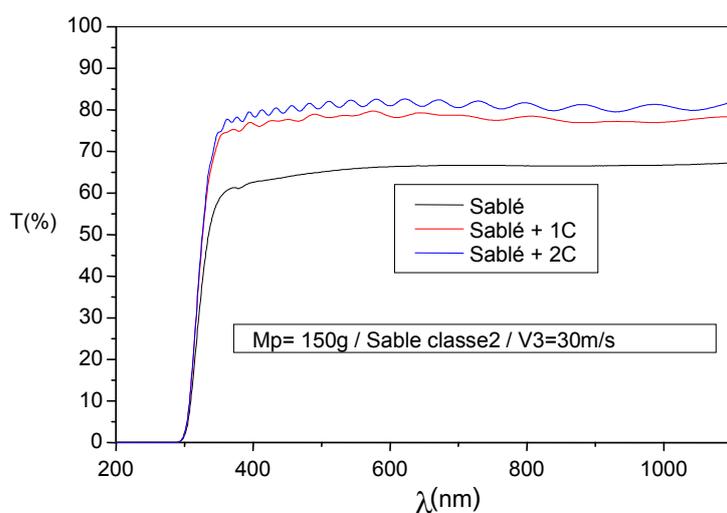
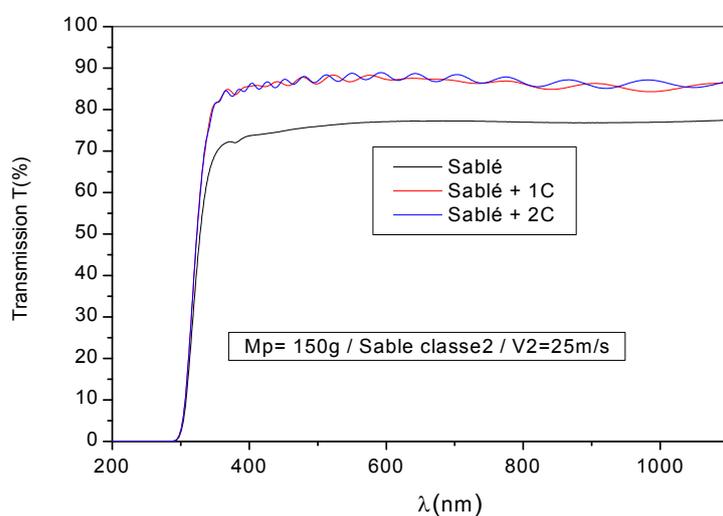
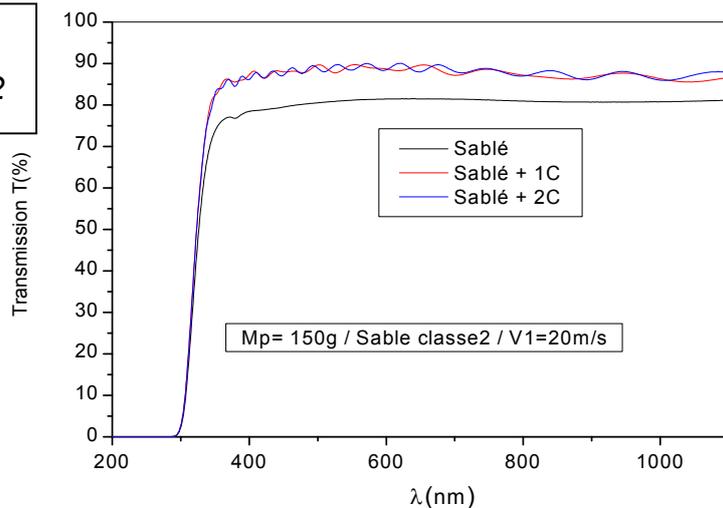
Mp = 100g
Sable classe1

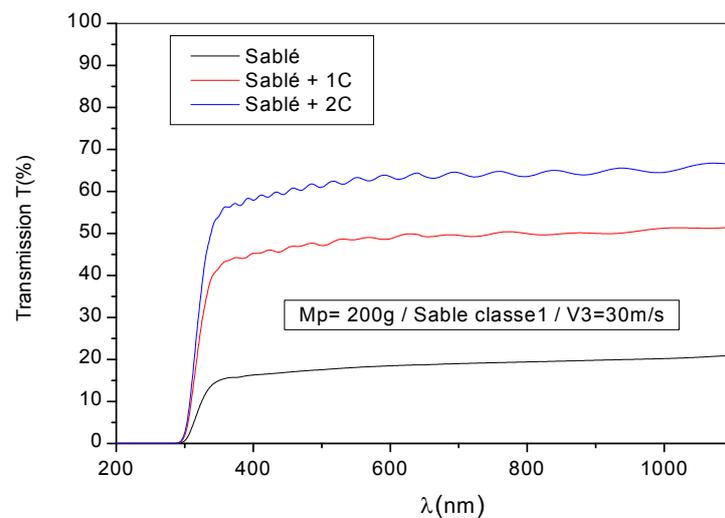
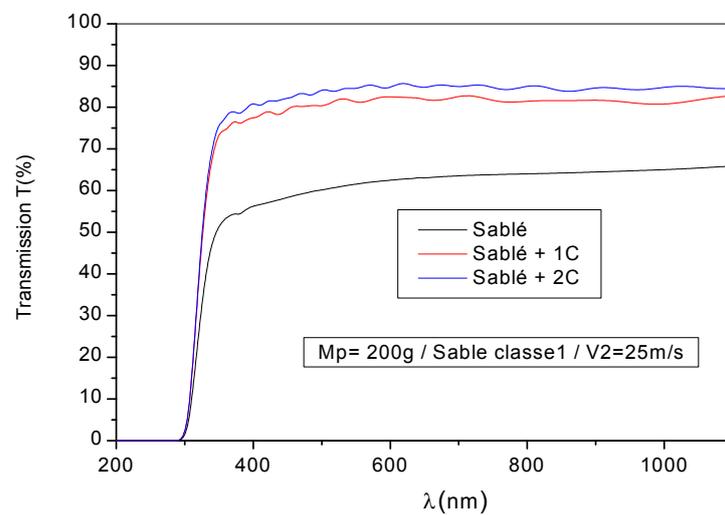
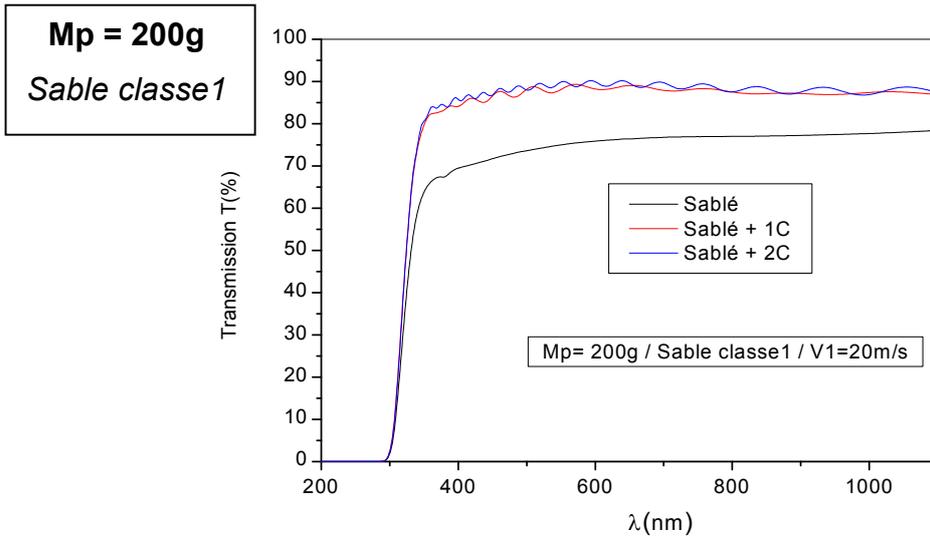


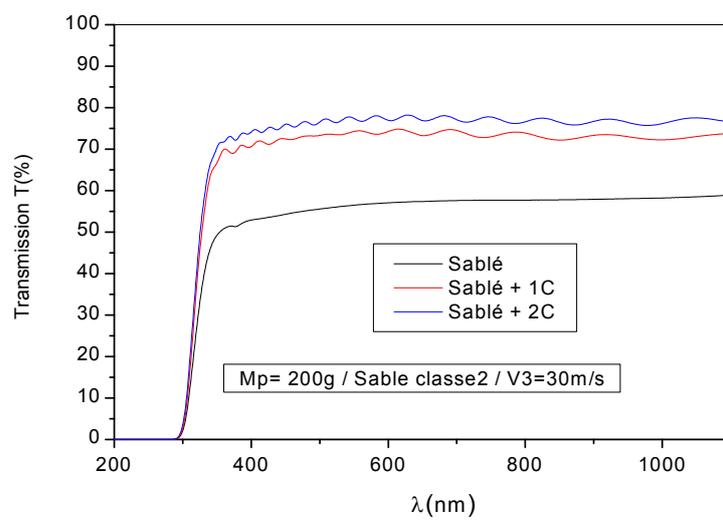
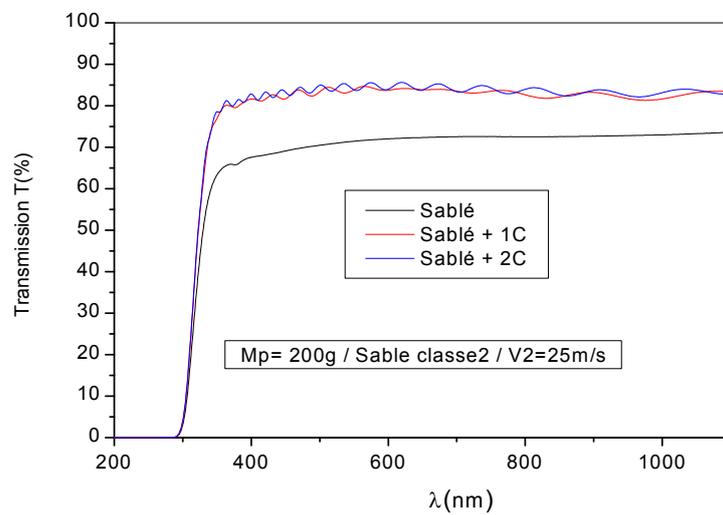
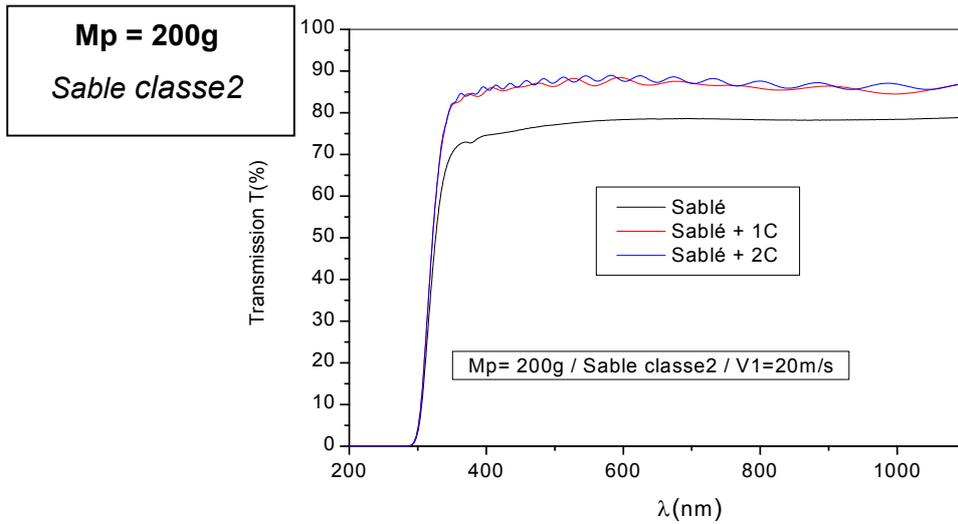




Mp = 150g
Sable classe2







Summary

Soda-lime glass samples have been sandblasted with different projected sand masses M_p different speeds V at different impact angles α and different sizes of grains t_g (sand class1, sand class2) in order to simulate the hard conditions of sandstorms in Sahara. The defects appear randomly distributed with typical propagation of brittle fracture. The roughness increases with increasing M_p , V and α , generating a wide light scattering that reduces the optical transmission T . For $M_p=200g$, $V=30m/s$ and $\alpha=90^\circ$ (the mainly unfavorable case) T falls to 56.45% in the case of the sand class2 and to 18.09% for the sand class1.

The deposition of silica-based coatings including SiO_2 colloidal nanoparticles reduces greatly the roughness of sandblasted substrates. We attend a considerable improvement of T . T marks a rise toward $89\pm 1\%$ for the speeds of 20 m/s and 25 m/s. With 30 m/s, the deposition of two layers of silica has permitted to succeed to a correction of a surface state greatly damaged. Thus, in the most unfavorable case ($M_p = 200$ g and sand class1), T clears the value of 18.09% to 63.19%, after coating marking an improvement of 45.11%. Although T has not been restored completely, the improvement brought is an encouraging result since only 12.5% of this set remained in the fuzzy domain.

These results confirm that the deposition of a silica coating is a greatly effective repairing method to eliminate the damage produced by sandstorms.

Keywords: Glass, Erosion, Roughness, Optical Transmission, Coatings, Sol-Gel.

Résumé :

Des échantillons de verre sodo-calciqne ont été érodés avec différentes masses de sable projeté M_p , différentes vitesses de flux V , différents angles d'impact α et différentes tailles de grains t_g (sable classe1, sable classe2) simulant les conditions sévères des vents de sable au Sahara. Les défauts apparaissent distribués de façon aléatoire par propagation type de la rupture fragile. La rugosité augmente avec l'augmentation de M_p , V et α ; générant une large diffusion de la lumière qui réduit la transmission optique T . Pour $\alpha = 90^\circ$, $M_p=200g$ et $V=30m/s$ (cas le plus défavorable), T accuse une chute à 56,45% dans le cas du sable classe2 et à 18,09% pour le sable classe1.

Le dépôt de revêtements, à base de Silice (SiO_2) élaborée par voie Sol-gel, réduit considérablement la rugosité des substrats sablés. On assiste alors à une amélioration notable de T . On marque une hausse vers $89\pm 1\%$ pour les vitesses de 20 m/s et 25 m/s. A 30 m/s, la déposition de deux couches de Silice a permet d'aboutir à une correction d'un état de surface fortement dégradé. Ainsi, dans le cas le plus défavorable ($M_p = 200$ g et sable classe1), T franchis la valeur de 18,09% à 63,19% après revêtement marquant de ce fait une amélioration de 45,11%. Bien que la transmission optique n'ait pas été totalement restituée, l'amélioration apportée en elle-même est un résultat encourageant puisque seuls 12,5% de l'ensemble des échantillons sont restés dans le domaine du flou.

Ces résultats confirment que le dépôt d'un revêtement de Silice est un procédé de réparation très efficace pour éliminer les dommages causés par les vents de sable.

Mots-clés : Verre, Erosion, Rugosité, Transmission Optique, Revêtements, Sol-Gel.

ملخص:

لمحاكاة تأثير الظروف القاسية الناتجة عن العواصف الرملية بالصحراء، قمنا بترميل عينات من الزجاج العادي بكتل مختلفة من الرمل وزوايا و سرعات مختلفة. يظهر توزيع التشوهات بشكل عشوائي عن طريق انتشار الكسر التصفي. نلاحظ زيادة في الخشونة مع زيادة كتلة الرمال أو السرعة أو الزاوية مما يؤدي إلى توزيع الضوء بشكل واسع و من هنا ينتج انخفاض انتقال الضوئية. حيث تصل الناقلية البصرية للعينات إلى 56,45% و 18,09% بدلالة حجم حبيبات الرمل المستعمل (قسم 1، قسم 2) وهذا من أجل كتلة رمل 200 غرام و سرعة 30م/ث و زاوية 90° (أقصى الظروف).

بهدف تحسين الناقلية البصرية واسترجاع المظهر السليم للعينات التي أخضعت لعملية التآكل قمنا بوضع طبقات رقيقة شفافة من السيليكا (SiO_2) مما أدى إلى تحسين حالة السطح المشوه و هذا بعد انخفاض قيم الخشونة المسجلة للعينات المفحوصة. فقد لاحظنا ارتفاعا معتبرا للناقلية البصرية إلى 89±1% من أجل سرعتي ترميل 20 م/ث و 25 م/ث. أما في حالة سرعة 30 م/ث، فقد تمكنا من تحسين حالة سطح جد متآكل بوضع طبقتين من السيليكا. وبهذا انتقلت الناقلية البصرية في أقصى الظروف (200 غرام من الرمل قسم 1) من 18,09% إلى 63,19% محرزة تطورا قيمته 45,11%. حتى وإن لم تبلغ الناقلية البصرية قيمتها الأصلية (91,5%) يمكننا القول بأن قيمة التطور المحصل عليه (45,11%) نتيجة جد مشجعة بما أن 12,5% فقط من مجموع العينات المعالجة في هذه الحالة بقيت بناقلية بصرية دون حد الشفافية المسموح به و هو 70%.

هذه النتائج تؤكد بأن الطلاء بطبقات من السيليكا طريقة ناجعة لمعالجة الأسطح المتضررة بفعل العواصف الرملية.

الكلمات المفتاحية : زجاج، تآكل، خشونة، ناقلية بصرية، طبقات رقيقة، طلاءات