

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
République Algérienne Démocratique Et Populaire  
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي  
Ministère de L'Enseignement Supérieur et de La Recherche Scientifique  
جامعة فرحات عباس - سطيف 1  
Université Ferhat Abbas - Sétif 1

## THÈSE

Présentée à l'Institut d'Optique et Mécanique de Précision pour l'obtention du  
Diplôme de

### DOCTORAT 3<sup>ème</sup> Cycle LMD

Domaine : Sciences et Techniques  
Filière : Optique et mécanique de Précision  
Spécialité : Optique et photonique Appliquée

Par

**MOUNIR Hassena**

## THÈME

**Étude des surfaces optiques obtenues par polissage à mouvement  
vibratoire**

**Soutenue, le 20/12/2022**

**Devant la commission d'examen formée de:**

Président du Jury	BELKHIR Nabil	Professeur	UFA Sétif-1
Directeur de thèse	ALIOUANE Toufik	Professeur	UFA Sétif-1
Examineur	BOUZID Said	Professeur	UFA Sétif-1
Examineur	AKNOUCHE Hamid	Professeur	UMB Boumerdes
Examineur	BENTOUMI Mohamed	MCA	Université de BBA
Invité	HAMICI Malia	MCA	UFA Sétif-1



***François Jacob, le jeu des possibles, 1981.***

*«La science ne vise pas d'emblée à une explication complète et définitive de l'univers. Elle n'opère que localement. Elle procède par une expérimentation détaillée sur des phénomènes qu'elle parvient à circonscrire et définir. Elle se contente de réponses partielles et provisoires».*

## ***Remerciements***

Louange à Allah et que la paix et la bénédiction soient sur notre bien-aimé Prophète ***Muhammad***

Au terme de ces années inoubliables, de nombreux souvenirs me reviennent en mémoire. Beaucoup de personnes ont joué un rôle majeur et sans elles, cette thèse n'aurait pas été possible.

Avant tout, je tiens à remercier très cordialement mon directeur de thèse le Professeur ***Toufik ALIOUANE***, qui a permis mon insertion dans son équipe, pour sa présence continue durant ce travail, pour m'avoir dirigé, ainsi que pour ses précieux conseils et ses discussions fructueuses afin de mener ce travail à terme. Je tiens à le remercier également pour m'avoir encouragé à poursuivre mes recherches dans ce domaine et pour ses qualités humaines.

Mes remerciements vont également au Docteur ***Malia HAMICI***, pour m'avoir accueilli dans son Laboratoire *analyse, dosage et caractérisation en haut résolution DAC-hr* de l'université de Sétif-1-. Je la remercie vivement pour sa gentillesse, sa disponibilité, son aide, ses orientations et ses précieux conseils, ainsi que pour avoir mis à ma disposition tous les moyens matériels pour mener à bien mes expériences, ce fut vraiment un grand plaisir d'avoir travaillé avec elle sur ce sujet durant une année. Mille fois merci à elle d'avoir accepté de participer à mon jury de thèse.

Je remercie également le Professeur ***Nabil BELKHIR*** de l'université Sétif-1 d'avoir accepté de présider mon jury de thèse et le rehausser à juste titre et de m'avoir inspiré d'idée et de précieux conseils.

J'exprime ma très sincère reconnaissance au Professeur ***Hamid AKNOUCHE*** de l'université de Boumerdes et au Professeur ***Mohamed BENTOUMI*** de l'université BBA, de m'avoir tous les deux fait l'honneur d'être membres de ce jury de thèse à titre d'examineurs, afin d'évaluer et enrichir certainement ce travail par leurs remarques pertinentes.

Je voudrais également remercier le Professeur ***Said BOUZID*** de l'université de Sétif-1-, dont les précieux conseils ont été ceux qui m'ont aidé à mettre au point ce projet et à en faire une preuve complète de succès, et d'avoir accepté d'être membre examinateur de ce jury. Ces recommandations me seraient sans aucun doute très bénéfiques.

Je tiens à exprimer mon respect au Professeur **Djamel BOUZID** ancien enseignant à l'université de Sétif, pour ses idées constructives, pour toutes les explications et les discussions fructueuses.

Je tiens à rendre hommage au Docteur **Hafida MAHGOUNE** qui m'a guidé avec ses suggestions et ses instructions qui ont été les principaux artisans de l'achèvement du projet.

En particulier, je tiens à exprimer ma gratitude M<sup>me</sup> **Warda DAHMANI** technicien supérieur au *laboratoire de verre*, pour sa disponibilité, ces conseils et son soutien.

Je tiens à remercier M<sup>elle</sup> **Leila KERDJA** Doctorante à l'*Institut d'optique et mécanique de précision* de l'université de Sétif 1 pour l'intérêt qu'elle a porté à ce travail et son aide dans la partie simulation par éléments finis 'ABACUS'.

Mes vifs remerciements vont également aux équipes techniques du Laboratoire *d'Optique et Photonique appliquée* de l'université Ferhat Abbas Sétif-1-.

Merci à tous ceux qui ont participé de près ou de loin à cette réalisation. En particulier, **Hassina, Khalissa, Warda, Nedjwa** et **Soumia** pour l'atmosphère de travail, de fraternité, de soutien et de joie qu'ils ont instaurée. A tous ceux que j'ai oubliés, je leur dis pardon avec un GRAND MERCI.

Enfin, et surtout, je voudrais remercier tous les membres de ma famille (frères et sœurs, neveux et nièces). Les mots ne peuvent exprimer à quel point je suis reconnaissant envers mes parents. Jamais cette thèse n'aurait vu le jour, si dès ma plus tendre enfance mes parents ne m'avaient inculqué l'envie de savoir. Aussi, je ne cesserai jamais de rappeler toute la gratitude que je leur dois et tout l'amour et l'admiration que je leur porte.

Une pensée particulière pour mon père qui m'a toujours encouragé et qui a longtemps voulu me voir en ce moment. Merci à ma mère d'avoir été là pour moi chaque fois que j'ai eu besoin de son soutien. Ces prières pour moi est ce qui m'a soutenu jusqu'ici et dans l'au-delà. A mon précieux mari Moussa, pour sa compréhension, ses sacrifices et son soutien continu tout le long de ce travail. Je le remercie vivement pour sa patience et son aide durant toutes ces années de labeur. Je voudrais dire un merci spécial à mes enfants **Ahmed** et **Salah** ainsi à ma sœur **Hafssa**, qui m'ont toujours soutenu et encouragé.

Je remercie Allah avec gratitude pour des raisons trop nombreuses pour être mentionnées.

# *Sommaire*

*Liste des figures* ..... i

*Liste des tableaux* .....v

## *Introduction générale*

### *Chapitre I*

#### *Généralités sur le processus de polissage*

Introduction .....	1
1. Processus de polissage .....	1
2. Composants utile du polissage optique .....	5
2.1. Pièce à polir/verre .....	5
2.2. Outil de polissage/Polissoir .....	7
2.3. Suspension de polissage .....	7
3. Mécanisme de polissage.....	8
3.1. Théories de l'enlèvement mécanique.....	9
3.2. Théorie d'enlèvement chimique .....	10
3.3. Théorie d'enlèvement chimico-mécanique.....	11
4. Caractérisation des surfaces polies .....	13
4.1. le taux d'enlèvement de matière .....	13
4.2. La qualité de surface /Rugosité.....	14
4.3. Endommagement de la subsurface .....	16
5. Vibrations dans les processus de rodage et de polissage.....	17
5.1. Impact de la vibration sur les taux d'enlèvement de la matière.....	19
5.2. Impact de la vibration sur le fini de surface.....	21
Références .....	23

**Chapitre II**  
**Couches protectrices d'oxyde de zinc et de dioxyde d'étain**

Introduction.....	31
1. L'oxyde de zinc .....	31
1.1. Propriétés du ZnO.....	32
a. Propriétés structurales.....	32
b. Propriétés électriques.....	33
c. Propriétés optiques.....	34
1.2. Choix de ZnO.....	36
2. Le dioxyde d'étain.....	36
2.1. Propriétés du SnO <sub>2</sub> .....	36
a. Propriétés structurales .....	36
b. Propriétés électriques .....	38
c. Propriétés optiques.....	39
2.2. Choix de SnO <sub>2</sub> .....	40
3. Le procédé sol-gel.....	40
3.1. Réactions chimiques.....	41
a. L'hydrolyse .....	42
b. La condensation.....	42
c. La transition sol-gel.....	43
3.2. Techniques de dépôt sol-gel.....	43
a. Spin-coating /Centrifugation.....	43
b. Dip-coating /Trempage –Tirage.....	45
c. Avantages et inconvénients du procédé sol-gel .....	46
Références.....	47

### **Chapitre III**

#### ***Outil de polissage à mouvement vibratoire -Essai préliminaire-***

Introduction.....	52
1. Développement du dispositif de vibration magnétostrictif .....	52
1.1. Développement de l'outil de polissage .....	52
1.2. Mesure de la réponse à la fréquence .....	54
2. Optimisation de la fréquence de polissage.....	56
3.Simulation par éléments finis.....	63
3.1.Résultats de la simulation et discussion .....	64
Conclusion .....	66
Références.....	67

### **Chapitre IV**

#### ***Expérimentation sur le polissage à mouvement vibratoire***

Introduction.....	68
1.Opération de polissage à mouvement vibratoire sur des surfaces optiques planes .....	68
1.1.Procédure expérimentale.....	68
1.2.Résultats et interprétation.....	70
a.Perte en masse et en épaisseur .....	70
b.Etat de surface des verres .....	72
c.Transmission optique .....	77
d.Inspection des caractérisations de la surface par microscope à force atomique .....	78
2.Opération de doucissage et polissage à mouvement vibratoire sur des lentilles plan convexe et plan concave.....	81
2.1.Procédure expérimentale.....	81
2.2.Résultats et interprétations .....	82
a.Perte en masse .....	82
b.Etat de surface .....	83
c.Transmission .....	86
d.Inspection des caractérisations de la surface par microscope confocal.....	87

3.Influence de la pression sur le procédé de polissage à mouvement vibratoire.....	88
3.1.Procédure expérimental.....	88
3.2.Résultats et interprétations .....	89
a.Perte en épaisseur .....	89
b.Etat de surface .....	89
c.Transmission .....	92
d.Inspection des caractérisations de la surface par microscope confocal.....	93
4.Influence de la suspension sur le procédé de polissage à mouvement vibratoire .....	95
4.1.Procédure expérimental.....	95
4.2.Résultats et interprétations .....	95
a.Perte en masse .....	95
b.Etat de surface .....	97
c.Transmission .....	99
d. Inspection des caractérisations de la surface par microscope confocal.....	100
Conclusion .....	101
Références.....	102

## *Chapitre V*

### *Elaboration de couches protectrices de ZnO et SnO<sub>2</sub> déposées sur des surfaces optiques*

Introduction.....	103
1.Présentation des échantillons .....	103
2.Procédure expérimentale.....	104
2.1.Préparation des solutions .....	105
3.Partie I.....	108
3.1.Dépôt des couches minces .....	108
3.2. Caractérisations des échantillons .....	109
a.Caractérisation optique.....	109
b.Caractérisation morphologique .....	110

4. Partie II.....	112
4.1. Caractérisations des échantillons .....	112
a. Caractérisation optique.....	112
b. Caractérisation morphologique .....	121
Conclusion .....	125
Références.....	126

***Conclusion générale***

***Annexe A***

***Résumé***

# *Liste des figures*

## *Chapitre I* *Généralités sur le processus de polissage*

Fig. 1:Principe du tronçonnage du verre par disque diamanté .....	2
Fig. 2:Principe du meulage des surfaces concaves et convexes .....	2
Fig. 3:Principe du doucissage des surfaces planes.....	3
Fig. 4:Principe de polissage du verre optique :a)polissage à abrasifs libre (b) polissage à pastille.....	4
Fig. 5:Configurations du processus de polissage : (a) polissage conventionnel (b) polissage non conventionnel.....	5
Fig. 6:Diagramme d'abbé selon SCHOTT .....	6
Fig. 7:Réaction chimique et schéma de l'enlèvement chimique.....	11
Fig. 8:Modèle de Nogami, diffusion de l'eau par contrainte de traction et de compression autour d'un abrasif en mouvement .....	12
Fig. 9:Défauts géométriques d'une surface.....	14
Fig. 10:Les trois différents régimes de fréquence spatiale.....	15
Fig. 11:Principe des instruments de mesure de la rugosité avec et sans contact.....	16
Fig. 12:Illustration théorique de l'endommagement de la subsurface(SSD) .....	17
Fig. 13:Schéma d'une des configurations du polissage à mouvement vibratoire utilisées dans le brevet de Mandina.....	20

## *Chapitre II* *Couches protectrices d'oxyde de zinc et de dioxyde d'étain*

Fig. 1:(a) Un cristal de zincite orange, (b) un cristal d'oxyde de zinc synthétique .....	32
Fig. 2:Structure cristalline du ZnO (Wurtzite) .....	33
Fig. 3:Forme minérale de SnO <sub>2</sub> (cassitérite) .....	37
Fig. 4:Maille élémentaire du réseau de dioxyde d'étain SnO <sub>2</sub> .....	37
Fig. 5:Deux exemples de synthèse par la méthode sol-gel ; (1) des films à partir d'une solution colloïdale ;.....	41
Fig. 6:Mécanisme d'hydrolyse des alcoxydes M-(OR) <sub>n</sub> .....	42
Fig. 7:Les étapes de dépôt par la technique du spin-coating.....	44
Fig. 8:Les différentes étapes de la technique Dip-coating .....	45

## **Chapitre III**

### **Outil de polissage à mouvement vibratoire -Essai préliminaire-**

Fig. 1:Principe du polissage animé par un mouvement vibratoire.....	53
Fig. 2:Illustration et structure de l'outil de polissage à mouvement vibratoire .....	54
Fig. 3:Illustration schématique du système la réponse à la fréquence .....	55
Fig. 4:Principe de la mesure de la vibration.....	55
Fig. 5:Dispositif de polissage à mouvement vibratoire intégré à une poliseuse classique.....	56
Fig. 6:Microstructure superficielle des deux polissoirs utilisés .....	58
Fig. 7:Caractéristiques optiques du verre BK7, Flint, Crown SHOTT .....	59
Fig. 8:Bain à ultrason.....	60
Fig. 9:Appareillage caractérisant l'état de surface a) profilomètre mécanique, b) Spectrophotomètre UV.....	60
Fig. 10:Résultats de polissage du verre BK7obtenus pour différentes fréquences .....	61
Fig. 11:Résultats de polissage du verre crown [FK] obtenus pour différentes fréquences .....	61
Fig. 12:Résultats de polissage du verre Flint [LF] obtenus pour différentes fréquences .....	62
Fig. 13:Modèle par éléments finis du polissage à mouvement vibratoire du verre BK7 .....	64
Fig. 14:Distributions de la pression de contact sur la pièce (échantillon) après le polissage par mouvement vibratoire du verre BK7 : a) pour Polycon 100, b) pour Lp66 .....	65
Fig. 15:Contour de la déformation normale dans les simulations par éléments finis (FE) du polissage à mouvement vibratoire du verre BK7 : a) pour Polycon 100, b) pour Lp66 .....	65

## **Chapitre IV**

### **Expérimentation sur le polissage à mouvement vibratoire**

Fig. 1:Organigramme du déroulement des essais .....	69
Fig. 2:Appareillage caractérisant la perte en masse et la perte en épaisseur a) balance, b) mesureur universel horizontal.....	70
Fig. 3:Variation de la perte en masse des verres optiques en fonction du temps de polissage .....	71
Fig. 4:Variation de la perte en épaisseur des verres optiques en fonction du temps.....	71
Fig. 5:Évolution de la rugosité Ra,Rq en fonction du temps de polissage.....	73
Fig. 6:Variation de l'écart de forme (P-V) en fonction du temps de polissage.....	74
Fig. 7:Profil de la surface des trois verres optiques avant et après 60 minute de polissage en utilisant les deux polissoirs (Lp66, Polycon 100).....	76
Fig. 8:Transmission optique des trois types de verre en fonction du temps de polissage.....	77
Fig. 9: Le microscope à force atomique [AFM] utilisé.....	78
Fig. 10:Images microscopique par AFM avant et après le polissage (1 heure) du verre BK7.....	79

Fig. 11:Images microscopique par AFM avant et après le polissage (1 heure) du verre Crown .....	79
Fig. 12:Images microscopique par AFM avant et après le polissage (1 heure) du verre Flint.....	80
Fig. 13:Variation de la perte en masse des verres optiques durant leur réalisation .....	82
Fig. 14:Rugosité arithmétique et quadratique durant le procédé de fabrication de lentille plan convexe et plan concave en utilisant le mouvement vibratoire .....	83
Fig. 15:Profil de la surface de la lentille plan convexe durant les processus de doucissage et polissage .....	84
Fig. 16:Profil de la surface de la lentille plan concave durant les processus de doucissage et polissage .....	85
Fig. 17:Transmission optique des lentilles a) plan convexe b) plan concave .....	86
Fig. 18: Microscope confocal LEICA DCM8 .....	87
Fig. 19:Images microscopique par microscope confocal après le polissage à mouvement vibratoire (1 heure) des lentilles plan convexe et plan concave .....	87
Fig. 20:Variation de la perte en masse des lentilles en fonction de la pression exercée .....	89
Fig. 21:Rugosité arithmétique et quadratique des lentilles en fonction de la pression .....	90
Fig. 22:Profil de la surface de la lentille plan convexe durant en fonction de la pression .....	90
Fig. 23:Profil de la surface de la lentille plan concave en fonction de la pression .....	91
Fig. 24:Transmission optique des lentilles en fonction de la pression a) plan convexe b) plan concave .....	92
Fig. 25:Images microscopique par microscope confocal après le polissage à mouvement vibratoire (1 heure) des lentilles plan convexe en fonction de la pression exercé lors du processus .....	93
Fig. 26:Images microscopique par microscope confocal après le polissage à mouvement vibratoire (1 heure) des lentilles plan concave en fonction de la pression exercé lors du processus.....	94
Fig. 27:Variation de la perte en masse des lentilles plan convexes en fonction de la suspension de polissage utilisée .....	96
Fig. 28:Rugosité arithmétique des lentilles polie avec différentes suspension en fonction du temps de polissage.....	97
Fig. 29:Profils des surfaces des lentilles avec plusieurs suspensions .....	97
Fig. 30:Transmission optique des lentilles polies avec différentes suspension .....	99
Fig. 31:Images microscopique par microscope confocal après le polissage à mouvement vibratoire (1 heure) des lentilles plan concave en fonction de différentes suspensions utilisées lors du processus. ....	100

**Chapitre V**  
**Elaboration de couches protectrices de ZnO et SnO<sub>2</sub> déposées sur des surfaces optiques**

Fig. 1: Bain à ultrasons .....	105
Fig. 2: Diagramme d'élaboration des couches de ZnO .....	106
Fig. 3: Diagramme d'élaboration des couches minces de SnO <sub>2</sub> .....	107
Fig. 4: Dispositif "dip-coating" et four tubulaire utilisés .....	108
Fig. 5: Spectres de transmission des couches minces (a) ZnO et (b) SnO <sub>2</sub> .....	110
Fig. 6: Microscope Axiovert 40 .....	111
Fig. 7: Image 2D et 3D des films déposés de ZnO et SnO <sub>2</sub> .....	111
Fig. 8: Spectres de transmission optique des surfaces optique avant et après le dépôt de la couche de ZnO .....	113
Fig. 9: Spectres de transmission optique des surfaces optique avant et après le dépôt de la couche de SnO <sub>2</sub> .....	114
Fig. 10: gap optique en fonction de l'énergie des films de ZnO déposés sur différentes surfaces optiques .....	117
Fig. 11: gap optique en fonction de l'énergie du spectre électromagnétique des films de SnO <sub>2</sub> déposés sur différentes surfaces optiques .....	119
Fig. 12: Profils de rugosité des surfaces optiques avant et après le dépôt de ZnO .....	122
Fig. 13: Profil de rugosité des surfaces optiques avant et après le dépôt de SnO <sub>2</sub> .....	124

## *Liste des tableaux*

### *Chapitre I*

#### *Généralités sur le processus de polissage*

Tab. 1:Quelques valeurs du taux d'enlèvement de matière du polissage de différents types de verres..	13
Tab. 2 :Résolution et intervalle de certains instruments utilisés pour évaluer les surfaces polies ..	16
Tab. 3:Plage de fréquence et d'amplitude des vibrations dans différents processus de polissage abrasif prenant en compte l'impact des vibrations. ....	19

### *Chapitre II*

#### *Couches protectrices d'oxyde de zinc et de dioxyde d'étain*

Tab. 1:Quelques propriétés électriques du ZnO.....	34
Tab. 2:Quelques propriétés optiques du ZnO .....	35
Tab. 3:Quelques propriétés électriques du dioxyde d'étain .....	38
Tab. 4:Quelques propriétés optiques du dioxyde d'étain.....	39

### *Chapitre III*

#### *Outil de polissage à mouvement vibratoire -Essai préliminaire-*

Tab. 1:Signaux et fréquences obtenus en fonction de la tension d'entrée .....	55
Tab. 2: Caractéristiques et Propriétés physiques de l'oxyde de cérium.....	57
Tab. 3:Composition chimique de CeO <sub>2</sub> .....	57
Tab. 4:Caractéristiques des deux polissoirs utilisés .....	57
Tab. 5:Caractéristiques physique des verres BK7, Flint et Crown SHOTT .....	58
Tab. 6:Composition chimique du verre BK7 ,Flint et Crown SHOTT .....	58
Tab. 8:Conditions du polissage .....	59
Tab. 9:Propriétés des matériaux utilisés dans la simulation .....	64

**Chapitre IV**  
**Expérimentation sur le polissage à mouvement vibratoire**

Tab. 1:Condition de travail lors du polissage.....	69
Tab. 2 : Propriétés des grains abrasifs d'alumine utilisés .....	81
Tab. 3:Conditions de réalisation des lentilles .....	81
Tab. 4:Conditions de travail.....	88
Tab. 5:Conditions de travail.....	95

**Chapitre V**  
**Elaboration de couches protectrices de ZnO et SnO<sub>2</sub> déposées sur des surfaces optiques**

Tab. 1: Caractéristiques des échantillons utilisés .....	104
Tab. 2:Modes d'élaboration des couches de ZnO et SnO <sub>2</sub> par sol-gel.....	109
Tab. 3:Valeurs de l'énergie du gap optique avant et après le dépôt de la couche de ZnO.....	118
Tab. 4:Valeurs de l'énergie du gap optique avant et après le dépôt de la couche de SnO <sub>2</sub> .....	120
Tab. 5:L'indice de réfraction des couches de ZnO .....	121
Tab. 6:L'indice de réfraction des couches de SnO <sub>2</sub> .....	121
Tab. 7:Valeurs des rugosités des surfaces optiques avant et après le dépôt de ZnO.....	123
Tab. 8:Valeurs des rugosités de surfaces optiques avant et après le dépôt de SnO <sub>2</sub> .....	124

***INTRODUCTION***

---

***GÉNÉRALE***

## *Introduction générale*

Le marché des matériaux pour l'optique est en constante évolution depuis déjà plusieurs décennies. De nouveaux composants optiques plus performants et plus résistants sont mis sur le marché à chaque année et de nouvelles méthodes de production sont mises à l'essai afin d'augmenter la productivité des entreprises manufacturières. Ces dernières tentent maintenant de diminuer leurs coûts de fabrication en automatisant chaque étape de fabrication.

Les exigences industrielles en matière de finesse de l'état de surface ont conduit à l'application de diverses techniques de traitement de surface. Dans la production des composants optiques, les surfaces sont traitées par : un polissage qui reste une technologie indispensable pour la réalisation des composants optiques de très haute précision, un nettoyage et subissent ensuite un revêtement. Le revêtement apporté consiste à ajouter une fonction optique spécifique ou à améliorer les caractéristiques de protection. L'épaisseur des couches déposées varie de quelques nanomètres à quelques microns. A cela s'ajoute la caractérisation des surfaces fonctionnelles des composants optiques, où un très grand nombre de techniques sont employés.

Notre travail consiste à la mise au point d'une nouvelle technique de polissage basée sur le principe magnétostrictif, qui génère le mouvement vibratoire de l'outil de polissage. L'objectif global de ce travail est de déterminer si les vibrations dans le processus de polissage ont une influence significative sur les résultats du polissage tels que les taux d'enlèvement de matière, la finition et la transmission et ainsi mieux comprendre les principes fondamentaux du processus pour optimiser le processus de polissage à mouvement vibratoire.

Les mesures des vibrations du processus et l'évaluation de leur impact sur les résultats du processus amélioreront la compréhension fondamentale des mécanismes d'enlèvement de matière et fourniront des possibilités de contrôle du processus et de maîtrise statistique du processus. La possibilité de surveiller et de contrôler le processus facilitera l'automatisation du processus et sans aucun doute l'automatisation du processus est la clé pour générer des résultats de polissage reproductibles. L'optimisation du processus de polissage réduira considérablement le temps et le coût de polissage associés à la génération de surfaces optiques de haute qualité. De meilleurs composants optiques pourraient être générés à moindre coût pour une large gamme d'applications comprenant des instruments de métrologie, des lentilles

astronomiques et d'autres équipements tel que les lasers de haute qualité. Des explications innovantes de la corrélation entre les vibrations du processus et les résultats du processus dans ce type de polissage aideront également à mieux comprendre d'autre type de polissage.

Pour cela, notre travail est divisé en cinq chapitres :

Le premier chapitre présente une étude bibliographique et une vue d'ensemble du processus de polissage, les paramètres clés pour caractériser les résultats du polissage et les mécanismes d'enlèvement de matière existants sont fournis. Les aspects dynamiques du processus de polissage sont examinés et présentés.

Le second chapitre comprend aussi une étude bibliographique sur les couches protectrices. Dans notre cas nous nous sommes intéressés à deux types de couches ; les couches d'oxyde de zinc et les couches de dioxyde d'étain. Une présentation brève de ces matériaux et leurs propriétés afin de comprendre les limitations et les bénéfices de l'utilisation de chacune.

Le troisième chapitre quant à lui traite le fonctionnement de l'outil de polissage proposé pour cette recherche, il comporte en premier lieu l'étude de la vibration, la quantifier et le choix de la vibration optimale pour avoir une meilleure finition de surface avec une transmission élevée. Une analyse par éléments finis suit pour démontrer la distribution de la pression par rapport au verre poli et sa déformation produite.

Le quatrième chapitre porte sur l'expérimentation réalisée sur le polissage avec un outil à mouvement vibratoire. Les expériences réalisées sont un premier pas afin de comprendre le procédé de polissage employé pour obtenir des paramètres fonctionnels. Cette phase expérimentale plus approfondie visant à obtenir une meilleure finition de surface et une transmission élevée avec un taux d'enlèvement minimum de différents échantillons de verres ayant différentes surfaces (plane, concave, convexe) ; les paramètres de finition sont alors définis plus précisément.

Le cinquième chapitre présente une phase expérimentale finale pour la production de composants optiques ; le dépôt de couches protectrices. Ce dernier a été réalisé par le biais de deux types de couches ( $\text{ZnO}$  et  $\text{SnO}_2$ ) sur différentes surfaces optiques en verre.

Finalement, une conclusion générale qui englobe les résultats obtenus et les perspectives des travaux futurs.

# *CHAPITRE I*

---

## *GÉNÉRALITÉS SUR LE PROCESSUS DE POLISSAGE*

# Chapitre I

## Généralités sur le processus de polissage

### Introduction

Bien que le polissage du verre soit pratiqué depuis fort longtemps, et que l'on sache réaliser aujourd'hui des surfaces de très faible rugosité (possibilité largement exploitée dans l'optique instrumentale moderne), il n'en demeure pas moins que le mécanisme même du polissage n'est pas complètement élucidé.

Ces dernières années, de nouvelles technologies dans la réalisation du composant optique ont vu le jour, parmi elles les techniques d'usinage de polissage et de dépôt de couches minces pour leurs protections. Une description et une classification de ces procédés et de leurs performances permettent d'en faciliter le choix. Se pose ensuite la question de la métrologie à mettre en œuvre lors du déroulement de ces opérations. La demande toujours plus forte dans des surfaces plus précises et plus complexes oblige malgré toutes ces nouvelles technologies à d'autres développements. Il existe un certain nombre de techniques de polissage permettant de générer des surfaces optiques de haute qualité. Le polissage traditionnel (conventionnel)[1,2], le polissage chimico-mécanique (CMP) [3,4], le polissage magnéto-rhéologique (MRF)[5-7], le polissage par laser [8-10], le polissage à jet érosif [11-13], et le polissage ultrasoniques [14,15] en sont quelques exemples. Récemment, pour le polissage de petits composants optiques, une méthode de polissage à mouvement vibratoire a été suggérée et utilisée avec succès pour finir les micro-lentilles avec une grande précision de forme et une faible rugosité de surface [16-19] ce qui a fait le but de notre étude. Dans ce contexte nous allons aborder quelques notions liés aux processus du polissage optique.

### 1. Processus de polissage

Les surfaces des composants optiques sont obtenues à partir d'un bloc de verres, finies par une multitude d'opérations technologiques ; après un tronçonnage, suivie par le meulage, le doucissage en terminant par le processus de polissage[20].

Généralement, le tronçonnage a pour but de scier un bloc de verre en ébauche pour qu'elle soit meulée. Cette opération est réalisée en utilisant des outils diamantés ayant des arrêtes coupantes.[21] (Voir figure 1)



Fig. 1: Principe du tronçonnage du verre par disque diamanté[22]

Le meulage est un procédé d'usinage utilisé dans le but de produire la forme et l'épaisseur définitive ainsi que les rayons de courbures précis désirés du composant optique (surfaces planes, sphérique et asphériques). Les outils utilisés sont des meules à diamant ayant des formes déterminées par leurs applications (meules annulaires, coniques ou cylindriques). [23-25]

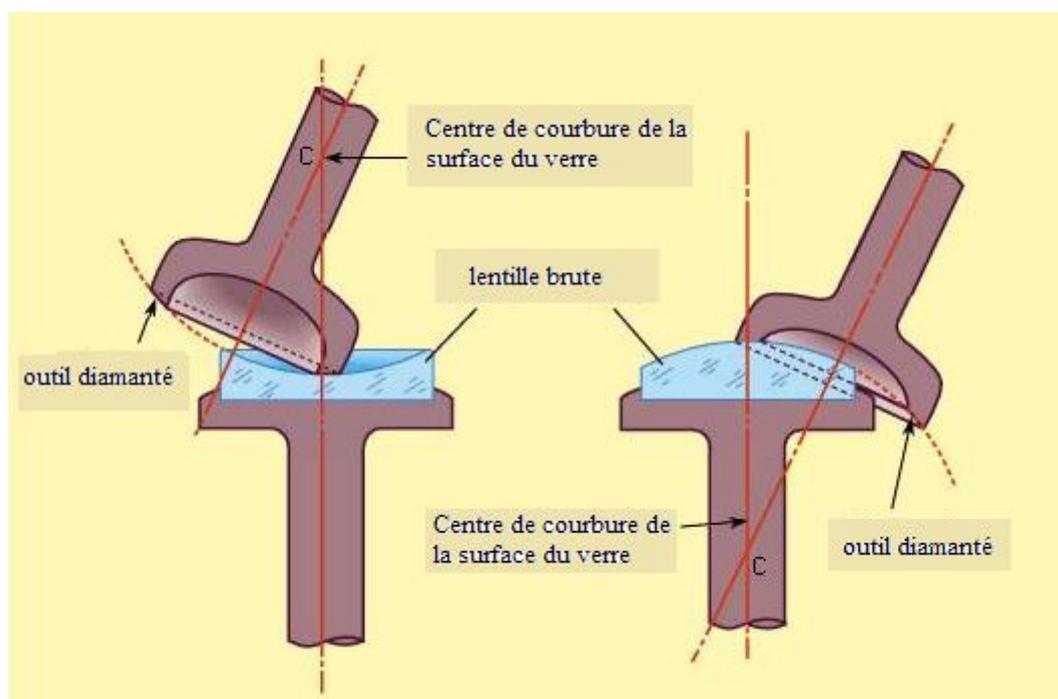


Fig. 2: Principe du meulage des surfaces concaves et convexes [26]

Le doucissage (rodage) est un processus utilisé pour éliminer les défauts macro-géométriques de la surface meulée afin d'assurer la planéité et le parallélisme, avec des outils agglomérés ou des abrasifs en suspension (voir la figure 3).

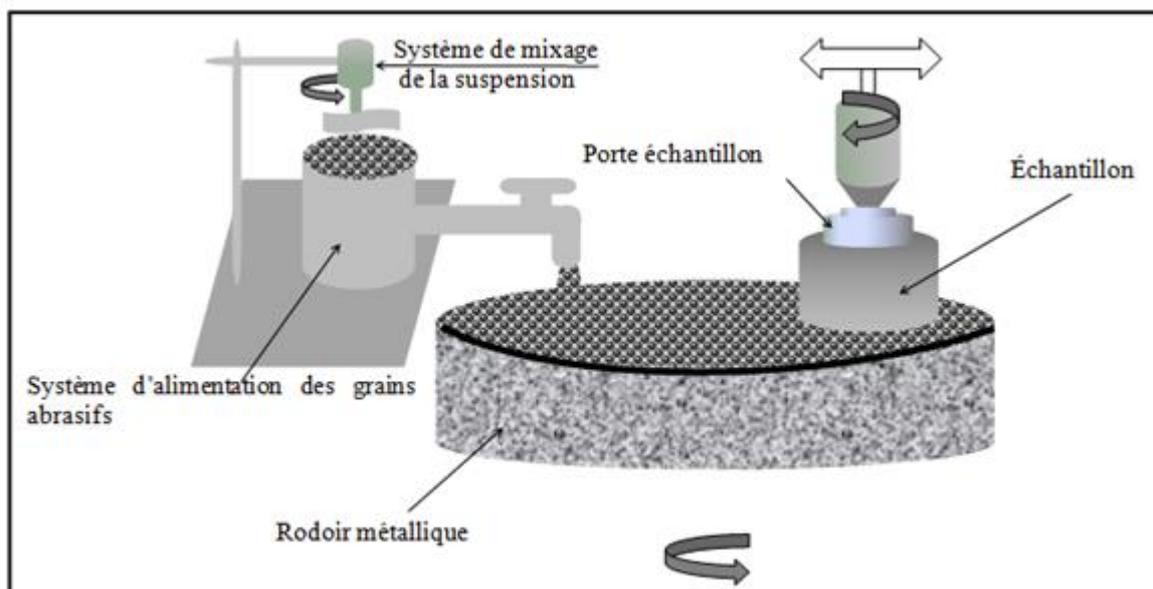


Fig. 3: Principe du doucissage des surfaces planes[27]

Le but de cette étape est de produire une surface aussi proche que possible de la forme désirée et de la rendre aussi lisse que possible afin de minimiser le temps de polissage ultérieur.

Dans le rodage classique, un outil rigide (le rodage) sous forme de disque est déplacé sous pression sur une surface en verre, ou vice versa, avec des particules abrasives en suspension dans l'eau entre les deux[23,28]. Les abrasifs sont généralement des particules de carbure de silicium ou d'oxyde d'aluminium en suspension ou pastilles (abrasifs fixe). L'eau est utilisée pour refroidir le verre et l'outil, pour éliminer les débris et pour aider à faire évacuer les particules entre le verre et l'outil. C'est un processus contrôlé par la charge, ce qui signifie que la charge sur le disque est un paramètre qui est contrôlé, et non le taux d'alimentation. Étant donné que la charge n'est transférée au verre qu'à l'endroit où les abrasifs entrent en contact entre l'outil et le verre, et que l'outil est rigide, de fortes contraintes sont appliquées au verre, ce qui provoque des fractures [29] en induisant des fissures latérales qui permettent l'enlèvement de matière[30] et des fissures radiales ou médianes qui peuvent être identifiées avec les couches sub-superficielles endommagées[31].

Lorsque l'outil et l'échantillon sont en contact sur toute la surface, l'enlèvement se fera sur toute la surface. Lorsque le contact n'a lieu que sur une petite partie de la surface, l'enlèvement sera plus rapide à cet endroit, car des pressions beaucoup plus élevées peuvent être obtenues localement. Ce processus est caractérisé par un taux d'enlèvement de matière élevé, une sub-surface endommagée modérée et une bonne planéité avec une rugosité assez bonne [32]. Actuellement, les disques de doucissage comptent en une multitude de variété, ils peuvent être en acier, en cuivre, ou en bronze[33].

Le polissage du verre optique a été effectué pour la première fois au début du 17<sup>ème</sup> siècle où les lentilles de microscope de l'époque ont été finies par ce procédé, depuis il a fait l'objet de plusieurs recherches jusqu'à nos jours. Le polissage est un processus qui met en œuvre un polissoir (en feutre, polyuréthane, tissu, toile, ...)[34,35] et des grains abrasifs libres[36] ou liés (pastilles) [37](voir la figure 4). Les grains s'insèrent entre le polissoir et la surface à polir. Au cours du déroulement de l'opération, les grains abrasifs enlèvent les défauts micro géométriques. Durant cette étape, des grains abrasifs très fins et des polissoirs relativement doux sont employés. Le polissage permet la diminution de la rugosité et la mise en forme à la précision nécessaire.

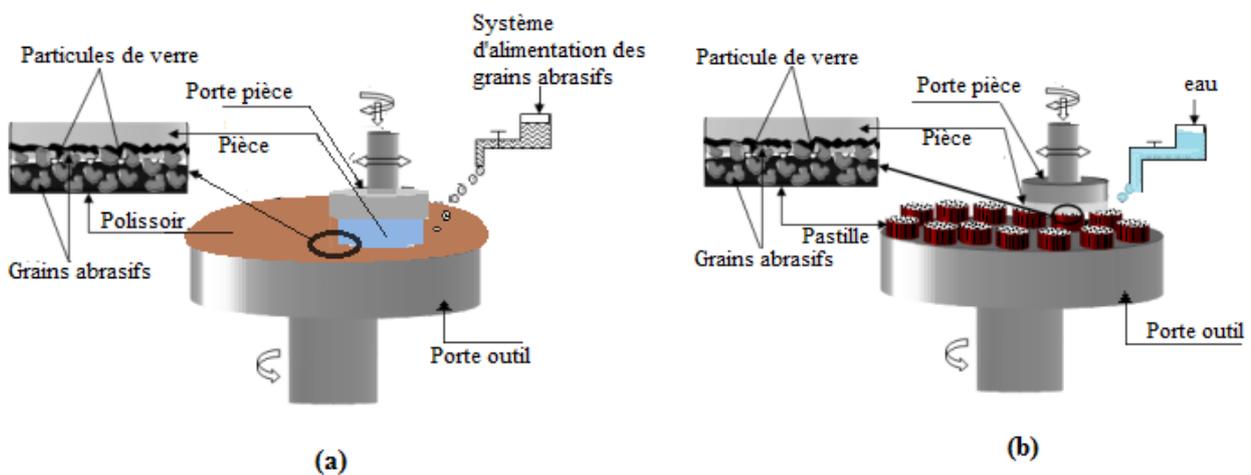


Fig. 4: Principe de polissage du verre optique : a) polissage à abrasifs libre (b) polissage à pastille

Le polissage traditionnel peut être classé en deux divisions : 1) le polissage conventionnel (full-aperture technique) où le diamètre de l'outil est plus grand que celui de la pièce [38], et 2) le polissage non conventionnel (sub-aperture technique) où l'outil est plus petit que la pièce[39]. La figure 5 classe les différents procédés de polissage.

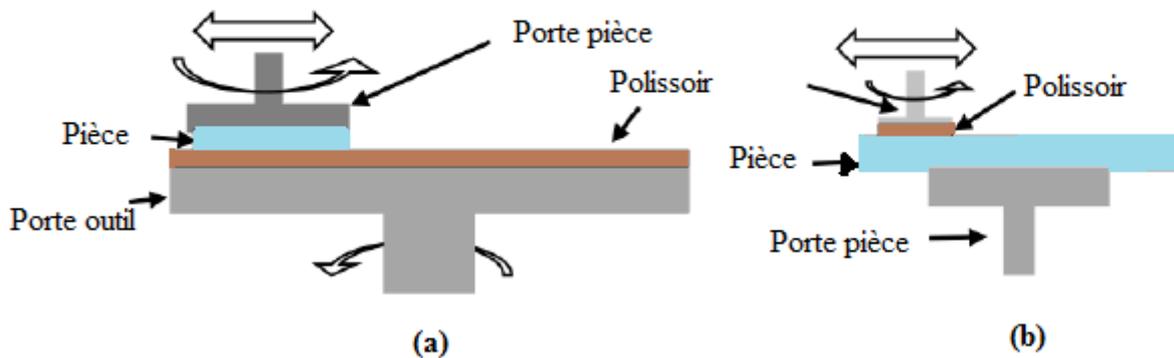


Fig. 5: Configurations du processus de polissage : (a) polissage conventionnel (b) polissage non conventionnel

## 2. Composants utile du polissage optique

Comme indiqué dans la partie précédente, les mécanismes de rodage et de polissage impliquent trois éléments de base : la pièce, l'outil et la suspension en grains abrasifs.

Cette section présente brièvement les principes de base associés à chaque élément.

### 2.1. Pièce à polir/verre

La pièce à usiner est évidemment le matériau qui est destiné à être modifié par le procédé. La composition chimique de la pièce est essentielle car elle affecte les interactions chimiques qui ont lieu avec le liquide et les grains. Les propriétés mécaniques globales de la dureté et du module d'élasticité sont essentielles pour décrire les interactions entre les grains et la surface de la pièce, qu'il s'agisse du calcul de l'indentation dans la pièce ou de la zone de contact entre la pièce et le grain.

Le verre de qualité optique se caractérise par des propriétés optiques bien définies, une performance optique homogène, l'absence de bulles et de déformation. Le verre optique et les vitrocéramiques sont des matériaux essentiels non seulement pour l'industrie optique, mais aussi pour les systèmes optiques, pour la plupart des activités de recherche et de développement ainsi que pour pratiquement toute la technologie. D'autres verres, dont beaucoup sont des dérivés des verres optiques classiques, ont trouvé leur place dans différentes technologies de pointe telles que les fibres de verre pour la transmission de l'information, le verre pour écran et le verre pour substrat [40].

Pour le verre optique, les propriétés les plus importantes sont l'indice de réfraction et la dispersion [41]. L'indice de réfraction  $n$  est le rapport entre la vitesse de propagation de la lumière dans le vide  $C$ , et la vitesse de propagation dans le milieu  $v$  [42]:

$$n = \frac{c}{v} \dots \dots \dots (1)$$

$n$  est relié a la longueur d'onde par la relation de Cauchy [42]:

$$n(\lambda) = n_0 + \frac{c}{\lambda^2} \dots \dots \dots (2)$$

Tandis que la dispersion des verres est caractérisée par le nombre d'Abbe [43]:

$$v_d = \frac{n_d - 1}{n_F - n_C} \dots \dots \dots (3)$$

Avec :

$n_d$  : L'indice dans la raie D du sodium à 589,3 nm ;

$n_F$  : L'indice dans la raie F de l'hydrogène à 486,1 nm ;

$n_C$  : L'indice dans la raie C de l'hydrogène à 656,3 nm.

Selon l'indice de réfraction et le nombre d'abbé le verre est désigné à partir du diagramme d'abbé [43](voir figure 6).Les propriétés optiques ,mécaniques, thermiques et chimiques des verres optiques sont groupé dans les catalogues des usines pour fabrication de verre optique[44].

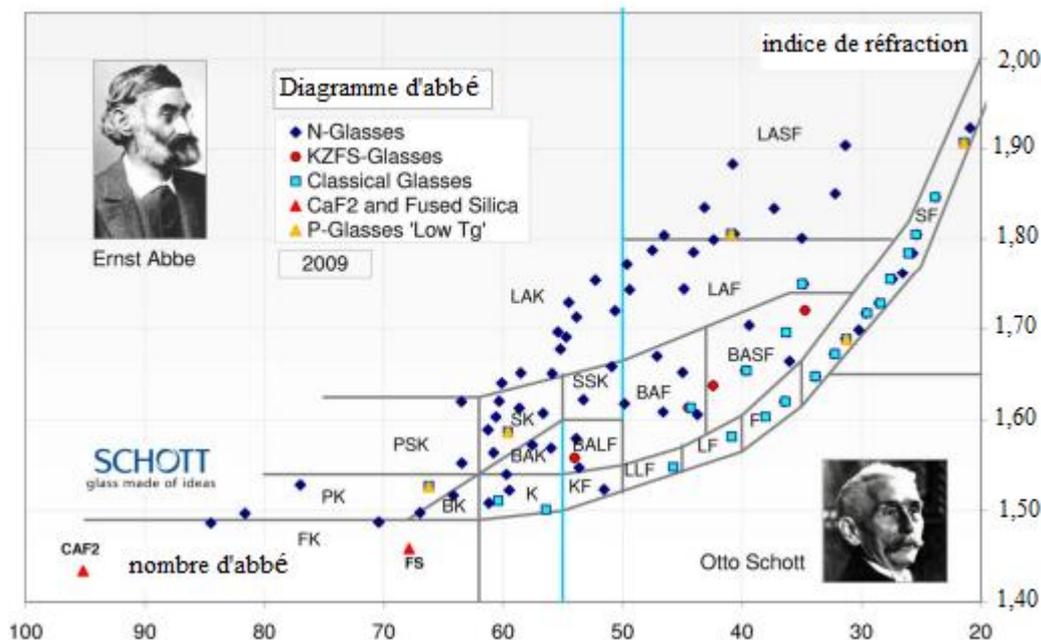


Fig. 6:Diagramme d'abbé des verres de SCHOTT [40]

## 2.2. Outil de polissage/Polissoir

Depuis l'existence du polissage, le verre est généralement poli en utilisant des polissoirs comme la poix, la résine ou le feutre. Durant ces dernières années et avec l'évolution de la technologie, des polymères comme le polyuréthane et le polyester ont fait leurs apparitions et sont utilisés pour la finition des verres optiques.

T.Izumitani [45] a étudié le processus de polissage avec plusieurs combinaisons de polissoirs et de grains abrasifs. Comme polissoir, il a choisi un disque en acier (matériau rigide) et le polyuréthane (matériau viscoélastique). Les abrasifs utilisés sont l'alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) et l'oxyde de cérium ( $\text{CeO}_2$ ). Les résultats montrent que la combinaison de disque en acier et l'alumine donne une surface avec des fractures conchoïdales. La combinaison de disque en acier et l'oxyde de cérium donne des surfaces avec de fines fractures et des grattements. La combinaison du polyuréthane et de l'alumine donne une surface couverte d'égratignure. Seule, la combinaison du polyuréthane avec de l'oxyde de cérium donne une surface très polie comme un miroir.

T.Aliouane [46] a étudié l'influence du temps de polissage et du type de polissoir (Polycon 100, Lp66 et Lp35) sur la rugosité de surface et la perte en masse du verre BK7 lors du polissage par abrasifs libres en oxyde de cérium. Il a noté que les allures des courbes de la rugosité et de la perte en masse sont les mêmes pour les trois types de polissoir. Cependant, il est à ajouter que la variation de la perte en masse est linéaire en fonction du temps, et que la rugosité diminue en fonction du temps pour atteindre un minimum de rugosité vers les 10 minutes puis la variation de la rugosité devient plutôt constante. Dans cette étude, il a été constaté que le polissoir Lp66 donne de meilleurs résultats.

## 2.3. Suspension de polissage

La suspension de polissage consiste en un mélange d'abrasif et de liquide. L'eau est généralement le liquide de base utilisé. Différentes particules abrasives sont utilisées dans le processus de polissage en fonction du matériau de la pièce à polir et de la finition de surface requise. L'oxyde de cérium ( $\text{CeO}_2$ ), l'oxyde d'aluminium ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), les oxydes de fer ( $\text{FeO}$ ), l'oxyde de zirconium ( $\text{ZrO}_2$ ), le carbure de silicium ( $\text{SiC}$ ), le nitrure de bore cubique (BN) et le diamant (C) sont les abrasifs les plus courants utilisés dans le processus de polissage [47].

L'oxyde de cérium est un composé de polissage très populaire pour une variété de matériaux optiques [23]. Pour un matériau de pièce à usiner comme le BK7 et la silice, les suspensions à base d'oxyde de cérium peuvent fournir le meilleur taux d'enlèvement par

rapport aux autres types d'abrasifs [23,48,49]. L'oxyde de cérium est un oxyde de terre rare qui peut être acquis, purifié et traité pour une utilisation commerciale. Comme les abrasifs réagissent chimiquement avec le matériau de la pièce, leur composition chimique peut avoir une profonde influence sur le processus de polissage et ses résultats [50].

Le pH de la suspension est un paramètre couramment surveillé. Il est un paramètre critique car il peut affecter radicalement le taux d'enlèvement de matière (MRR), comme l'ont constaté Tesar, Fuchs et Hed [51] lors du polissage de la silice avec des suspensions d'oxyde de cérium. A.Landis a constaté que le pH de la suspension affectait considérablement le MRR, et dans ses recherches sur le polissage de la silice avec des abrasifs à l'oxyde de cérium [52], il a constaté que l'enlèvement de matière était meilleur à un pH de 7.

La concentration de la suspension peut également être contrôlée pour garantir une quantité équivalente d'abrasifs dans la suspension. Les caractéristiques de la taille des particules peuvent également être contrôlées, souvent par sédimentation centrifuge [51], ce qui peut donner un aperçu du comportement des particules abrasives (se décomposent-elles ou s'agglomèrent-elles par exemple). La surveillance des dimensions des particules dans la suspension est également importante pour identifier les particules indésirables telles que les matériaux de la pièce, les abrasifs agglomérés, les autres polluants de l'environnement et pour s'assurer qu'elles ne sont pas réintroduites dans le processus de polissage car ces particules indésirables peuvent dégrader l'intégrité de la surface et de la sub-surface de la pièce [53].

### **3. Mécanisme de polissage**

Il y a plus de 300 ans, lorsque l'industrie optique a véritablement commencé, le polissage était considéré comme un processus d'usure. Au cours du siècle dernier, de nombreux chercheurs ont tenté de mieux expliquer les mécanismes et ont proposé plusieurs théories [1,45,48,49,54–58], mais aucune d'entre elles n'explique pleinement tous les aspects du polissage abrasif. Les théories proposées peuvent être classées en trois catégories principales :

- 1) la théorie d'enlèvement mécanique,
- 2) la théorie d'enlèvement chimique
- 3) la théorie d'enlèvement chimico-mécanique.

Les études de Komandari et al. [59] et Evans et al.[3] résument les principales théories disponibles. Un bref aperçu de chaque théorie est présenté dans les sections suivantes.

### 3.1. Théories de l'enlèvement mécanique

L'enlèvement de matière basé sur l'interaction purement mécanique entre la pièce, l'outil et les particules abrasives contenues dans la suspension est appelé enlèvement mécanique. L'enlèvement a lieu en fonction du mouvement relatif entre les deux surfaces et de l'interaction avec la suspension abrasive. Selon Rayleigh [60], les particules provoquent une fracture mécanique et l'enlèvement se produit à l'échelle moléculaire. Selon Beilby [61], l'interaction entre les particules et la pièce génère de l'énergie de friction. La chaleur locale générée par l'énergie de frottement entraîne une réduction de la viscosité au point de contact et l'enlèvement a lieu par fluage local du matériau. Yoshikawa [62] ajoute que l'enlèvement mécanique a lieu en raison des actions combinées du fluage du matériau et de la rupture fragile. Selon Yoshikawa, le fluage du matériau crée des fissures initiales et les fissures se propagent en fractures fragiles dominantes. Les concepts fondamentaux de l'hypothèse de fluage ont été développés par Rayleigh et Beilby[63]. Le principe fondamental du fluage plastique du verre sous pression est démontré par les premières recherches de Klemm et Smekal [64].

Preston [1] a défini l'enlèvement mécanique par un modèle mathématique basé sur l'expérience. Selon son modèle, l'enlèvement dépend de la charge appliquée et du mouvement relatif entre la pièce et l'outil. L'équation de Preston pour le taux d'enlèvement de matière est donnée par :

$$MRR = C_p \times P \times V \dots\dots\dots(4)$$

Où  $P$  représente la pression de polissage et  $V$  la vitesse relative entre l'outil et la pièce.  $C_p$  est une constante proportionnelle appelée coefficient de Preston, qui tient compte de tous les autres facteurs (autres que la pression et la vitesse relative) qui contribuent à l'enlèvement de la matière[65]. Aujourd'hui encore,  $C_p$  est un élément important pour évaluer l'efficacité du polissage. Preston[1] a également développé un modèle pour le polissage, qui prend en compte le coefficient de friction, la surface de contact, et le temps de polissage avec la pression et la vitesse, voir les références [1,45,48,58] pour plus de détails.

Dans les théories de l'enlèvement mécanique, l'enlèvement résulte du contact final entre la pièce et les particules abrasives. Les propriétés de l'outil et de la pièce, la taille et la forme des particules ont toutes une influence significative sur les taux d'enlèvement. Par exemple, le taux d'enlèvement est proportionnel à la racine carrée de la taille moyenne des particules [66].

Guanghai Fu [67] a expliqué que la forme de l'abrasif, qu'elle soit pointue ou sphérique a des influences distinctes sur le taux d'enlèvement de matière (MRR). Il a constaté que le MRR dépend de la limite d'élasticité de la surface de la pièce et que la nature de la dépendance change avec la forme des particules. Pour les particules pointues ou émoussées, s'il existe un contact entre l'outil et la pièce, le MRR est indépendant des propriétés de l'outil. Par contre s'il n'y en a pas, une plus grande rigidité de l'outil entraîne des taux d'enlèvement plus élevés, ce qui indique l'influence du contact mécanique.

Leistner et al. [68] ont analysé l'impact des surfaces des outils. Son analyse a montré que pour un outil plus grossier, la pression entre la surface de l'outil et la pièce est plus élevée au niveau des zones de contact et produit un enlèvement plus rapide. En revanche, pour un outil fin, les points de contact sont uniformes et le taux d'enlèvement est plus lent. Bien que, indépendamment de la condition de l'outil, c'est-à-dire plus gros (rugueux) ou plus fin (lisse), Leistner a constaté qu'une vitesse de contact plus élevée produit une action mécanique plus importante et entraîne des taux d'enlèvement plus élevés.

### 3.2. Théorie d'enlèvement chimique

L'enlèvement de matière qui repose sur la réaction chimique entre la pièce et la suspension est appelé enlèvement chimique. Selon cette hypothèse, les particules de suspension réagissent chimiquement avec le matériau de la pièce et forment des molécules complexes. Lorsque les particules se déplacent le long de la surface de la pièce, les liaisons entre la pièce et les atomes de sa surface, désormais attachés aux abrasifs, sont rompues et la matière de la pièce est ainsi enlevée. L'enlèvement se fait à l'échelle atomique ou moléculaire [61]. La température peut jouer un rôle important dans l'amélioration des réactions chimiques [61]. Pour l'oxyde de cérium, la vitesse de réaction dépend de la présence d'ions hydroxyle, c'est-à-dire du pH de la suspension. Le rendement du polissage est beaucoup plus faible avec une suspension à base d'huile qu'avec une suspension à base d'eau [45,69]. Dans le cas du polissage du verre en silice avec de l'oxyde de cérium mélangé à de l'eau, les réactions d'enlèvement chimique se déroulent en quatre étapes différentes [3,49]. Les réactions et le schéma du mécanisme d'enlèvement de matière sont présentés dans la figure 7.

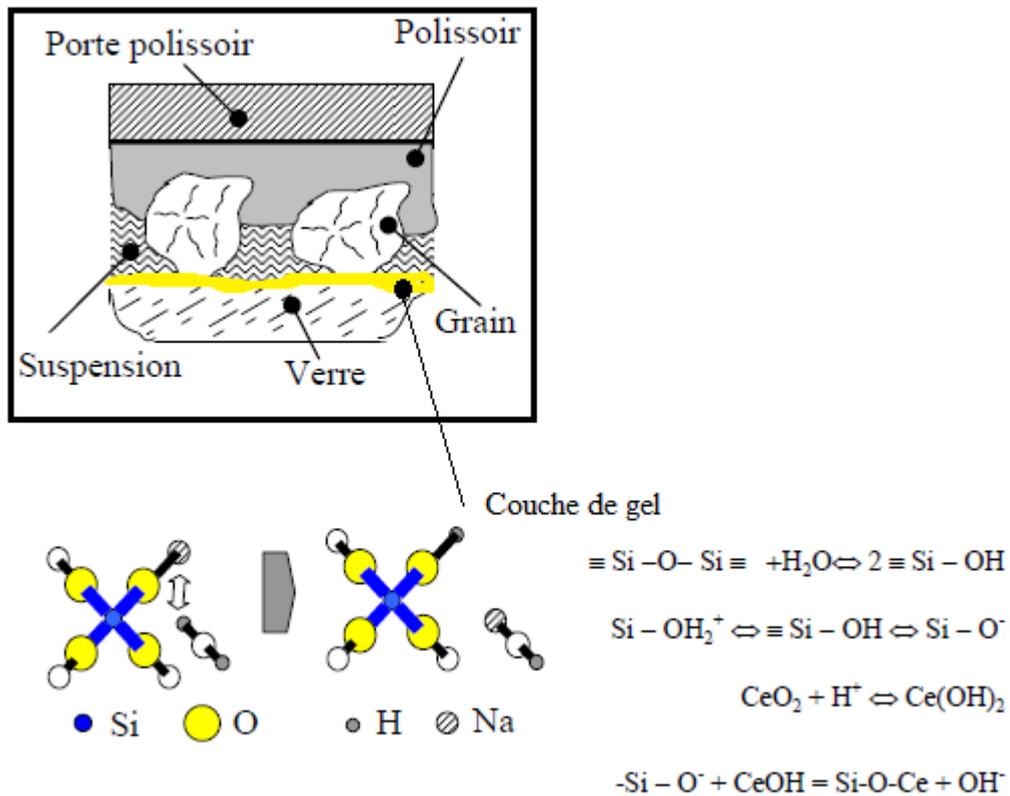


Fig. 7: Réaction chimique et schéma de l'enlèvement chimique [3,27]

### 3.3. Théorie d'enlèvement chimico-mécanique

Izumitani et Harada [45] ont proposé que dans le polissage du verre avec une suspension abrasive, le mécanisme d'enlèvement se déroule avec les attributs des aspects mécaniques et chimiques. Ils ont émis l'hypothèse que, au contact d'une suspension aqueuse, une couche hydratée plus molle (d'une épaisseur inférieure au nanomètre) se développe à la surface du verre et que cette couche est ensuite éliminée mécaniquement par des particules abrasives. Leur analyse a révélé que la vitesse de polissage est proportionnelle à la vitesse de formation de la couche hydratée. Ce mécanisme a été analysé et modélisé par Lee Cook [49]. Il a souligné que les réactions chimiques présentées dans la figure 7 ont plusieurs issues possibles. Si la liaison Ce-O est plus faible que la liaison Si-O, les particules de silice sont retenues à la surface du verre (repositionnement), tandis que si la liaison Ce-O est plus forte, la silice est retirée de la surface du verre. Selon Cook, le  $\text{CeO}_2$  possède une forte capacité chimique à transporter les produits de la réaction hors de la surface plus rapidement que leur vitesse de recombinaison.

Dans l'hypothèse chimico-mécanique, le rendement de polissage du verre dépend essentiellement de la présence d'eau. Il a été observé que les taux étaient presque nuls pour les hydrocarbures tels que le kérosène, la paraffine ou l'huile. Cornish et Watt [70] ont examiné la capacité de polissage du cérium par rapport à l'eau pour une série d'alcools et les taux se sont avérés augmenter directement avec l'augmentation des composants hydroxyle. De même, Silvernail et Goetzinger [71] ont étudié les capacités de polissage du cérium dans une série de mélanges de glycol d'éthylène et d'eau et les taux étaient extrêmement faibles en augmentant logarithmiquement avec la concentration molaire de l'eau. Nogami et al. [72] (voir figure 8) ont expliqué comment l'eau se diffuse mécaniquement dans la surface du verre. Lorsque la particule abrasive se déplace sur la surface, un champ de contrainte de compression se développe devant la particule, tandis qu'un champ de contrainte de traction se développe derrière la particule et la diffusion de l'eau dans le verre augmente exponentiellement avec la contrainte de traction.

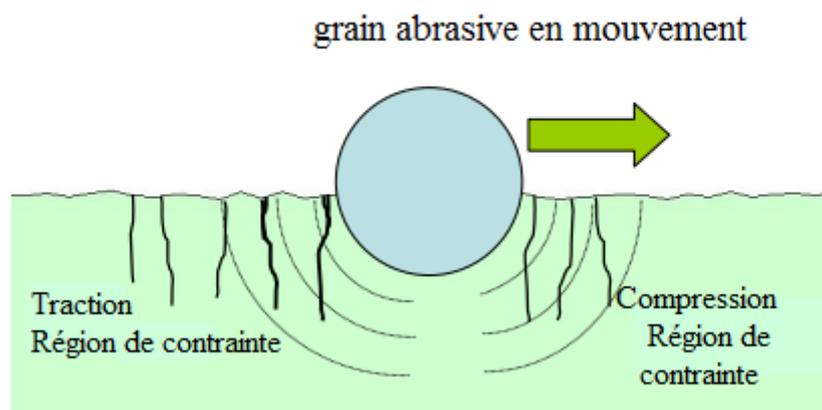


Fig. 8:Modèle de Nogami, diffusion de l'eau par contrainte de traction et de compression autour d'un abrasif en mouvement[72,73]

Dans la théorie chimico-mécanique, la vitesse de polissage dépend du pH de la suspension. M. J. Cumbo[69,74] a effectué de nombreux essais de polissage sur différents verres en utilisant différents agents de polissage. Les résultats obtenus suggèrent que le rendement de polissage dépend modérément du pH de la suspension. Il a trouvé que pour le  $\text{CeO}_2$  mélangé à l'eau, le  $\text{pH} = 7$  donnait des taux d'enlèvement de matière maximums.

## 4. Caractérisation des surfaces polies

Les paramètres caractérisant une surface après polissage sont généralement: le taux d'enlèvement de matière (MRR), la qualité de la surface (rugosité) et l'endommagement de la sub-surface (SSD). Une brève synthèse de la littérature pour chacune de ces paramètres (mesures) est présentée dans les sections suivantes.

### 4.1. le taux d'enlèvement de matière (MRR)

Le taux d'enlèvement de matière est la perte de matière dans le temps. Dans le domaine du polissage, les approches typiques pour déterminer le taux d'enlèvement sont de mesurer la perte de masse de la pièce par unité de surface, ou de mesurer le changement de dimension physique, c'est-à-dire la réduction de la hauteur (perte en épaisseur) [48,49,58]. Dans la méthode de mesure de la masse, l'échantillon est pesé avant et après le polissage. Cette méthode est soumise à certaines erreurs possibles telles que la propreté de la pièce après l'exposition à la suspension et l'absorption d'eau par la pièce [52]. Alors que dans la dernière approche, le changement de dimension physique, le taux d'enlèvement de matière est déterminé sur la base du changement de hauteur physique d'une pièce avant et après le polissage. Dans la littérature étudiée, la plupart des auteurs ont utilisé le changement de hauteur physique pour évaluer les taux d'enlèvement de matière, bien que la méthode de perte de masse soit également utilisée par certains chercheurs. Certains ont utilisé les deux méthodes pour vérifier la variation [52,58,75]. Le tableau 1 présente les méthodes de mesure du taux d'enlèvement de matière (MRR) utilisées dans les articles publiés sur le polissage.

Références	Type de verre	Suspension (grosseur $\sim 1\mu m$ )	Perte en masse ( $g/cm^2 \cdot s$ )	Perte en épaisseur ( $\mu m/min$ )
Izumitani [58]	SiO <sub>2</sub>	CeO <sub>2</sub>	$3 \times 10^{-6}$	0,02
	SiO <sub>2</sub>	SiO <sub>2</sub>	$7,3 \times 10^{-8}$	0,00005
	BK7	CeO <sub>2</sub>	-	0,12
A.A.Tesar [75]	SiO <sub>2</sub>	CeO <sub>2</sub>	$2,2 \times 10^{-7}$	0,06~0,16
	Zerodur	CeO <sub>2</sub>	$2,6 \times 10^{-7}$	0,07
Landis [52]	SiO <sub>2</sub>	CeO <sub>2</sub>	-	0,007
	Quartz	CeO <sub>2</sub>	-	0,0003
	Zerodur	CeO <sub>2</sub>	-	0,006
W.Silvernail [76]	SiO <sub>2</sub>	CeO <sub>2</sub>	-	0,1
M.J.Cumbo [74]	SiO <sub>2</sub>	CeO <sub>2</sub>	-	0,013
	BK7	CeO <sub>2</sub>	-	0,04

Tab. 1: Quelques valeurs du taux d'enlèvement de matière du polissage de différents types de verres

## 4.2. La qualité de surface /Rugosité

La performance finale du processus de polissage peut être déterminée par la qualité de surface qu'il permet d'atteindre. La rugosité, l'ondulation et l'erreur de forme (profil) de la surface résultante sont prises en compte dans le processus de polissage du verre optique de haute gamme.

La rugosité de la surface est constituée d'irrégularités très étroites qui mesurent la qualité de la surface, l'ondulation est constituée de textures de surface plus espacées que la rugosité et le profil est le contour de la surface mesuré dans un plan normal ou perpendiculaire à la surface (voir Figure 9)

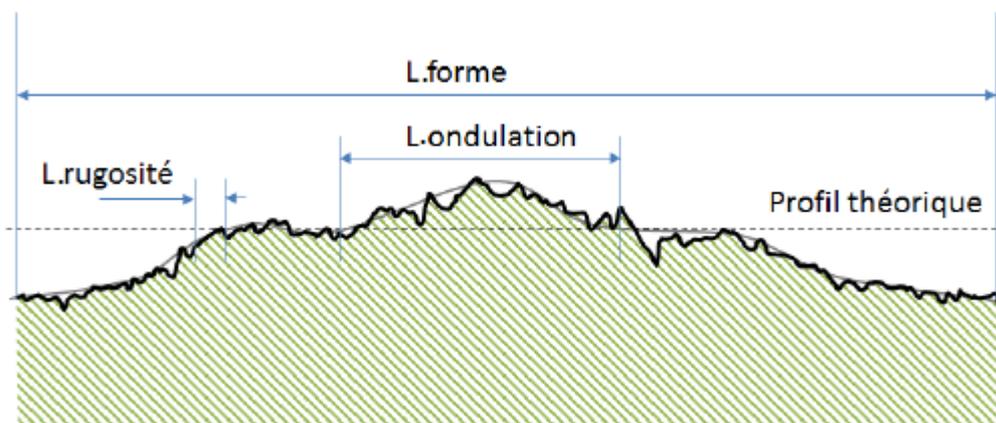


Fig. 9: Défauts géométriques d'une surface

Pour les mesures en 2D (profil linéaire), la moyenne arithmétique de toutes les hauteurs de rugosité est désignée par  $R_a$  (la rugosité moyenne), tandis que la rugosité moyenne quadratique (RMS) est désignée par  $R_q$ . Si la rugosité est calculée sur une surface (3D), par exemple en utilisant des mesures d'interférométrie optique, alors les rugosités moyenne et RMS sont désignées respectivement par  $S_a$  et  $S_q$ . Il existe de nombreux autres paramètres et sont disponibles dans beaucoup de documents [77].

Dans l'industrie optique, les caractéristiques des surfaces sont souvent caractérisées en fonction de leur domaine de fréquence spatiale [78]. La fréquence spatiale démontre la distance latérale entre les irrégularités cycliques, où la distance spatiale totale est divisée en trois catégories, les domaines de fréquence spatiale basse, moyenne et haute, voir Figure 10. Le domaine de fréquence spatiale bas est associé à la forme de la surface, le domaine de fréquence spatiale moyen est associé à l'ondulation de la surface, et le domaine de fréquence spatiale haut correspond à la rugosité de la surface [79].

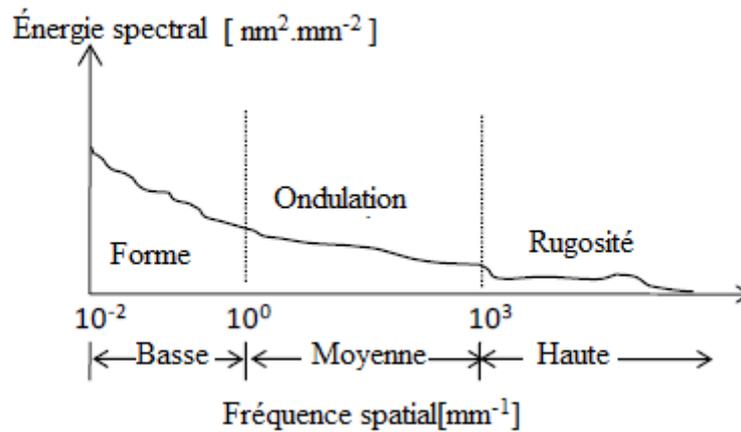


Fig. 10: Les trois différents régimes de fréquence spatiale [79]

Pour évaluer la rugosité de la surface, divers instruments peuvent être utilisés. Le type d'instrument choisi et la technique de mise en œuvre dépendent des exigences finales de l'échantillon. Plusieurs articles de recherche décrivant les techniques et leurs limites ont été publiés, notamment les articles de Vorburger [80], Lonardo et al. [81], Komanduri [59], Sakata et al. [82], De Chiffre et al. [83] et Whitehouse [84,85]. Il existe deux types d'instruments utilisés pour quantifier les surfaces : les instruments avec contact et sans contact (voir figure 11). Par exemple, les systèmes mécaniques avec un stylet (profilomètre mécanique) et le microscope à force atomique (AFM) sont de type avec contact, tandis que le microscope électronique à balayage (MEB), les interféromètres optiques et les microscopes à balayage laser 3D sont de type sans contact. Le type sans contact présente l'avantage, par rapport au type avec contact, d'être rapide et de pouvoir mesurer sans toucher la surface. Cependant, dans les systèmes optiques, la résolution de la mesure est limitée par la longueur d'onde de la lumière optique et l'ouverture numérique du système. Les mesures de type contact sont généralement plus lentes, mais dans le cas des systèmes AFM, la résolution latérale réalisable peut dépasser celle des systèmes optiques. La résolution latérale des systèmes à contact peut être limitée par la géométrie de la sonde de contact. La résolution latérale fait référence à la plus petite distance spatiale latérale/horizontale mesurable, tandis que la résolution verticale fait référence à la hauteur minimale de la caractéristique verticale distinguable. Un bref résumé des résolutions latérales et verticales, et des intervalles de certains des instruments utilisés pour examiner les surfaces est présenté dans le tableau 2.

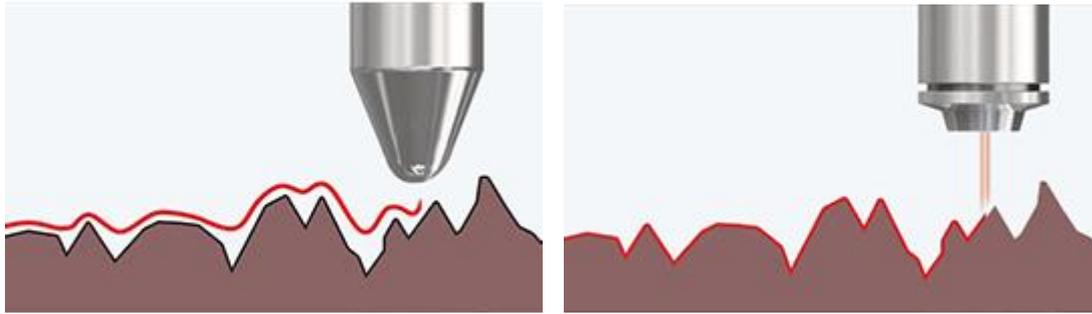


Fig. 11:Principe des instruments de mesure de la rugosité avec et sans contact

Instrument		Résolution [nm]		Intervalle [mm]	
		Latéral	Vertical	Latéral	Vertical
Profilomètre :Taylor Hobson Talysurf		250	16	>100	1,0
Interféromètre à lumière blanche	Michelson	26000	0,1	2-3	0,1
	Mirau	1280	0,1	0,1-0,15	0,1
Microscope à force atomique(AFM)		2	> 0,1	0,1	0,005

Tab. 2 :Résolution et intervalle de certains instruments utilisés pour évaluer les surfaces polies[59, 86, 87]

#### 4.3. Endommagement de la subsurface (SSD)

Dans les procédés de génération de forme, tels que le meulage et le rodage, le matériau est enlevé principalement par des méthodes de rupture fragile, ce qui entraîne la formation de fissures sous la surface. Ces fissures sous la surface ne sont souvent pas visibles sur une surface polie et sont appelées endommagement de la sub-surface (SSD) [3,59,88–95](voir figure 12). La SSD peut réduire la résistance d'un matériau et réduire la durée de vie du composant. P.P.Hed a analysé la relation entre la rugosité de surface et le SSD existant[96]. L'utilisation d'abrasifs plus fins pendant les processus de génération de la forme peut réduire la profondeur du SSD résultant [90]. Au cours d'une séquence de processus de finition, la taille des abrasifs est réduite à chaque étape de manière à ce que l'étape en cours puisse éliminer la couche de SSD laissée par l'étape précédente. L'objectif est de réduire le niveau de SSD sous certaines limites, en fonction de l'application du verre et des spécifications requises.

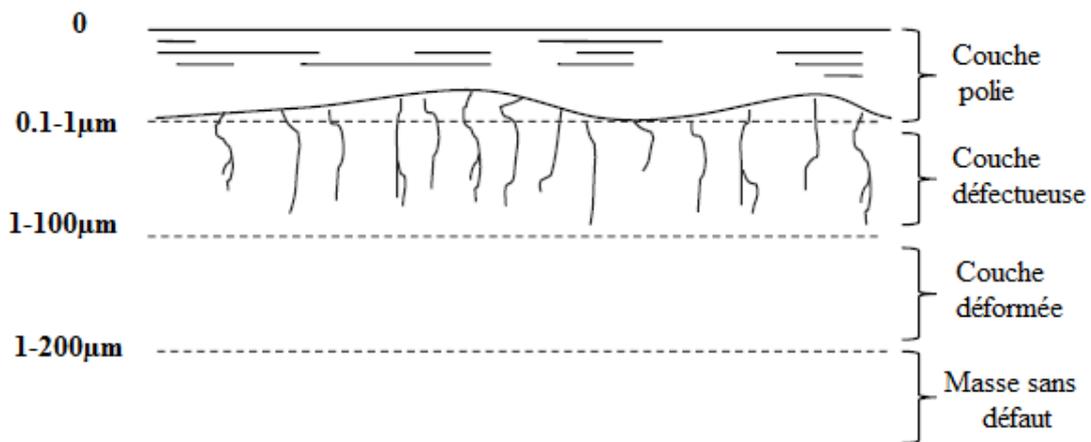


Fig. 12: Illustration théorique de l'endommagement de la subsurface (SSD) [97,98]

Les couches supérieures d'une surface de verre polie peuvent dissimuler les endommagements générés par le polissage ou les processus de rodage et de meulage précédents. Le décapage chimique peut révéler les rayures et les piqûres sous la surface [99]. Un certain nombre de méthodes peuvent être utilisées pour mesurer la profondeur de la SSD [68,74,79,100], ces méthodes étant classées comme destructives ou non destructives. Les méthodes destructives peuvent mesurer la SSD avec plus de précision mais elles détruisent la surface polie (gravure chimique) tandis que les méthodes non destructives sont complexes et l'équipement est coûteux (diffusion laser et microscopie confocale) [4].

## 5. Vibrations dans les processus de rodage et de polissage

Dans les processus de rodage et de polissage, l'importance des vibrations a été établie dans de nombreuses recherches [101]. Auparavant et dans le meilleur des cas, pour des finitions de haute qualité, F.Cooke et A.J.Leistner [102] ont recommandé que la machine tourne très lentement, de manière à générer un minimum de vibrations. Lorsque les vibrations ont été prises en compte dans le polissage, elles se sont surtout concentrées sur les vibrations induites par des sources externes, c'est-à-dire le polissage assisté par ultrasons et vibrations à haute fréquence (>20 kHz). Dans le polissage assisté par ultrasons, les fréquences vibratoires sont supérieures à 20 kHz et l'amplitude des vibrations est comprise entre 1 µm et 40 µm [103–110]. Les vibrations produites par les machines de polissage à ultrasons peuvent être entendues (certaines fréquences sont inférieures à 20 kHz) ou ressenties en touchant les pièces de la machine, alors que sur une machine de polissage typique, fonctionnant sans problème, les vibrations du processus sont plus difficiles à entendre et à ressentir. Il convient de noter

que la capacité de l'homme à ressentir les vibrations est limitée à des bandes passantes particulières. La simulation du roboticien M. Konyo [111] a déterminé les seuils de détection humaine jusqu'à 1 kHz.

Le tableau 3 énumère les plages de fréquences et d'amplitudes vibratoires ainsi que les informations sur l'outil et la pièce trouvées dans la littérature pour différents procédés de polissage.

Références	Outil	pièce	suspension	Fréquence [KHz]	Amplitude [ $\mu\text{m}$ ]
S. Yin [112]	Pôle magnétique	Laiton, acier inoxydable	abrasif magnétique	0.006	1000 - 3000
E. Brinksmeier [113]	Feutre synthétique	Acier trempé	diamant 1 $\mu\text{m}$	0.05-0.15	$\pm 150$
F. J. Shiou [114]	Polissoir en feutre	Acier inoxydable	$\text{Al}_2\text{O}_3$ 0.5 $\mu\text{m}$	0.8	80
S.K. Chee [115, 116]	Polyuréthane Non conventionnel	Alliage de titane	diamant 0,5 $\mu\text{m}$	0.9	80
J. Guo [16], [19]	Outil en polyuréthane avec un rayon de courbure de 1 mm	Carbure de tungstène	diamant 0,25 $\mu\text{m}$	9.2	30
Y. Li [117-120]	Pastille résine+CeO2	Silice	-	15.3	1
M. P. Mandina [121]	Poix	Verre	CeO <sub>2</sub> 0.05-10 $\mu\text{m}$	0.25-50	$\pm 1.5$ mm
N. Kobayashi [122]	polissoir en polymère composite	Wafer de silicium	SiO <sub>2</sub>	21.9	-
H. Suzuki [103]	Polyuréthane non conventionnel	Carbure de tungstène	diamant 0,5 $\mu\text{m}$	22.4-28.9	30-40
H. Wang [104]	Tête sphérique	Verre optique K9	CeO <sub>2</sub>	20	-
W. Xu [102, 104, 107]	Polissoir en Polyuréthane	Wafer de saphir	SiO <sub>2</sub> 80 nm	20	$\pm 4.5$
M. Y. Tsai [106]	Polissoir en Polyuréthane	Substrat en cuivre	$\text{Al}_2\text{O}_3$	20	5-15
H. Suzuki [108]	Polissoir en Polyuréthane	Carbure de tungstène	diamant 0,5 $\mu\text{m}$	25	10
J. Xu [123]	Pas d'outil utilisé, l'abrasif vibre autour de la fibre	fibre	diamant 3 $\mu\text{m}$	20	-
G. Amza [124]	Acier	Verre optique	SiC 80 $\mu\text{m}$	21.9-35.7	10
Z. G. Huang [125]	Polissage par flux (Flow polishing)	Carbure de silicium	0.05-0.5 $\mu\text{m}$	44 kHz	-

A.R. Jones [126]	Polissage par flux (Flow polishing)	Aluminium	Carbure de bore F120-F600	40	4.5
---------------------	--	-----------	------------------------------	----	-----

Tab. 3: Plage de fréquence et d'amplitude des vibrations dans différents processus de polissage abrasif prenant en compte l'impact des vibrations.

La plupart des publications énumérées ci-dessus ont évalué l'impact des vibrations sur le taux d'enlèvement de matière et la finition de surface, deux résultats majeurs à prendre en compte dans le processus de polissage. Les principaux résultats sont brièvement mis en évidence ci-dessous.

### 5.1. Impact de la vibration sur les taux d'enlèvement de la matière

Comme le polissage est un processus qui prend beaucoup de temps, tous les paramètres du processus et les consommables doivent être optimisés pour améliorer les taux d'enlèvement de matière. L'ajout de vibrations externes (dans l'outil ou la pièce) est l'un des moyens d'améliorer le taux d'enlèvement. Dans la littérature sur le polissage assisté par vibration, répertoriée dans le tableau 3 [103–108,110,117–126], les mécanismes de base identifiés comme favorisant les taux d'enlèvement de matière comprennent : l'amélioration de l'indentation mécanique abrasif-pièce, le micropolissage local, la rupture des particules agglomérées et l'affaiblissement de la force de liaison des ions.

Y. Li et al. [117–120] ont poli des échantillons de silice en utilisant une pastille abrasive fixe ( $\text{CeO}_2$ ) en présence et en l'absence de vibrations ultrasoniques. Les résultats ont montré que les vibrations ultrasoniques peuvent entraîner une augmentation du taux d'enlèvement de matière tout en maintenant une rugosité de surface comparable à celle obtenue lors d'un polissage conventionnel, non assisté par vibrations. Ils ont proposé un modèle mathématique [117] qui traite le phénomène d'indentation des particules abrasives dans la pièce à usiner. Ils ont constaté que l'indentation augmente de manière significative en raison des vibrations ultrasoniques, ce qui entraîne un taux d'enlèvement plus élevé. Selon le modèle, le taux d'enlèvement peut être multiplié par deux en augmentant l'amplitude des vibrations dans la direction verticale, tandis que les vibrations horizontales contribuent peu au taux d'enlèvement global. S. Yin [112] a constaté que les vibrations dans le sens vertical génèrent une pression pulsée sur la pièce, et que les vibrations dans le sens horizontal favorisent les effets de coupe transversale, cette action le mouvement relatif des particules abrasives. Wenhui Xu et al. [105,107] ont aussi poli une pièce en saphir en utilisant des

abrasifs  $Al_2O_3$ . Il a également induit des vibrations ultrasoniques dans une direction verticale et a constaté que le taux d'enlèvement doublait également.

N. Kobayashi [122] a poli des wafer de silicium en utilisant le  $SiO_2$  dans des conditions de vibrations ultrasoniques. Il a proposé que les particules abrasives dans des conditions de vibration ultrasonique impactent la surface de la pièce avec des accélérations extrêmement élevées et que les abrasifs vibrants créent une action de pompage localisée de la suspension. L'action de pompage empêche l'agglomération des microparticules et l'impact de la pression permet aux particules abrasives de pénétrer plus facilement dans la zone de polissage, ce qui contribue à un taux d'enlèvement plus élevé.

M. P. Mandina [121] a mis au point un appareil de polissage qui utilise la vibration ultrasonique pour un taux d'enlèvement rapide (voir figure 13). Il a observé que lors du polissage conventionnel, les petites particules ont tendance à s'agréger en particules plus grosses, alors que lors du polissage assisté par vibrations, les vibrations aident à empêcher l'agglomération des particules, ce qui est préférable pour un meilleur polissage. Il a pensé également que les vibrations aident au nettoyage de l'outil, ce qui favorise des taux d'enlèvement plus élevés.

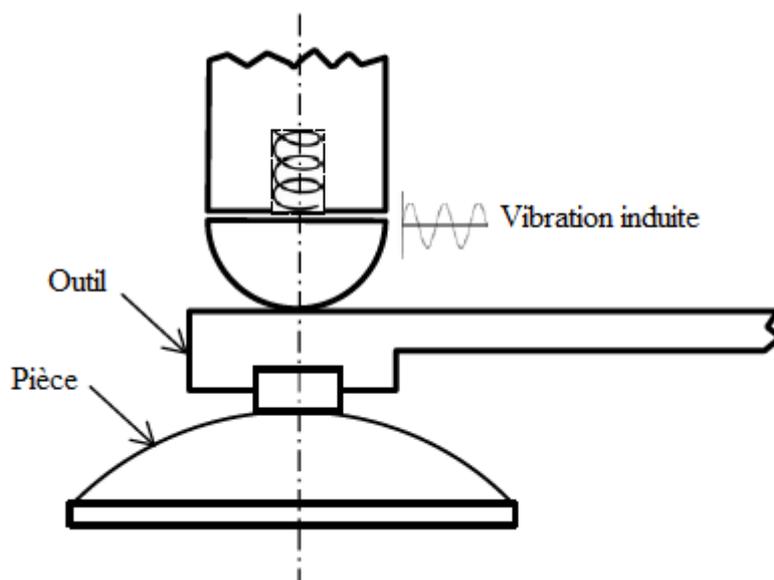


Fig. 13:Schéma d'une des configurations du polissage à mouvement vibratoire utilisées dans le brevet de Mandina[121]

G. Amza et al. [124] ont utilisé des techniques d'analyse par éléments finis pour étudier les effets du processus de finition par ultrasons sur les dispositifs optiques. Selon leur analyse, les vibrations ultrasoniques permettent un contact glissant (faible friction) entre l'outil et les abrasifs, améliorant ainsi les taux d'enlèvement.

Huang et al. [125] ont appliqué la méthode de dynamique moléculaire pour étudier l'interaction entre les particules abrasives soumises à des vibrations ultrasoniques et une pièce en carbure de silicium. La simulation et les investigations expérimentales ont suggéré que les particules vibrent et se déplacent visqueusement sur le substrat. La charge cyclique de ces particules induit des contraintes de compression dans le substrat favorisant la rupture fragile.

## 5.2. Impact de la vibration sur le fini de surface

Les états de surface sont étroitement liés à la fréquence de vibration et à la vitesse relative entre l'outil et la pièce. Y. Li et al. [120] ont réalisé des simulations et des expériences (silice polie avec  $\text{CeO}_2$ ) en présence et en absence de vibrations ultrasoniques. En présence de vibrations, ils ont trouvé des zones présentant des structures périodiques sur la surface usinée, alors qu'aucune rayure périodique n'a été observée après un polissage sans vibrations. Cela implique que la structure a été obtenue grâce aux vibrations induites de l'extérieur. Leur analyse a indiqué que la longueur d'onde spatiale des zones périodiques était influencée par la fréquence des vibrations induites et la vitesse relative entre la pièce et l'outil.

Il a également été démontré que les procédés assistés par vibration induisent des erreurs de fréquence spatiale moyenne (des ondulations) [79,127] sur le fini de la surface. Cependant, ces erreurs peuvent être réduites en prenant en compte le mouvement de l'outil. Dans les essais de M. P. Mandina [121,128,129], il a pu intégrer un mouvement vibratoire aléatoire à faible amplitude et à haute fréquence qui peut éliminer ces erreurs.

Chee [114,128] a utilisé un système de polissage à deux vibrations bidirectionnelles à basse fréquence pour réduire l'erreur de surface MSF. Suzuki [108] et Liang [131] ont également observé des marques d'outils latérales induites par les vibrations et ont proposé un polissage par vibration à deux axes qui réduit les marques d'outils et améliore la rugosité de surface.

L'étude de A.R. Jones [126] sur le polissage par flux ultrasonique a utilisé des abrasifs en carbure de bore sur une pièce en aluminium. En analysant la surface après le polissage, il a réalisé que dans le processus ultrasonique, le matériau de la pièce est enlevé par le martèlement à haute fréquence des particules abrasives dans la surface. Cependant, il a également suggéré que des recherches supplémentaires sont nécessaires pour identifier l'écart

optimal entre l'outil et la pièce (c'est-à-dire l'amplitude des vibrations) pour une action de martelage optimale.

R. Shen [132] a expliqué l'impact des vibrations ultrasoniques sur la force de liaison des ions. Les vibrations ultrasoniques transportent de l'énergie entre les ions, ce qui affaiblit les forces de liaison et permet aux ions de se détacher facilement de la surface.

## Références

- [1] F. W. PRESTON, « The Theory and Design of Plate Glass Polishing Machines », *J. Soc. Glass Tech.*, vol. 11, p. 214, 1927.
- [2] I. D. Marinescu, E. Uhlmann, et T. K. Doi, Éd., *Handbook of lapping and polishing*. Boca Raton, FL: CRC Press, 2007.
- [3] C. J. Evans *et al.*, « Material Removal Mechanisms in Lapping and Polishing », *CIRP Annals*, vol. 52, n° 2, p. 611-633, janv. 2003, doi: 10.1016/S0007-8506(07)60207-8.
- [4] Y. Lee, « Evaluating subsurface damage in optical glasses », *Journal of the European Optical Society - Rapid publications*, vol. 6, n° 0, Art. n° 0, févr. 2011, doi: 10.2971/jeos.2011.11001.
- [5] J. Seok, Y.-J. Kim, K.-I. Jang, B.-K. Min, et S. J. Lee, « A study on the fabrication of curved surfaces using magnetorheological fluid finishing », *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, vol. 47, n° 14, p. 2077-2090, nov. 2007, doi: 10.1016/j.ijmachtools.2007.05.007.
- [6] M. Chen, H. Liu, Y. Su, B. Yu, et Z. Fang, « Design and fabrication of a novel magnetorheological finishing process for small concave surfaces using small ball-end permanent-magnet polishing head », *Int J Adv Manuf Technol*, vol. 83, n° 5-8, p. 823-834, mars 2016, doi: 10.1007/s00170-015-7573-5.
- [7] J. E. DeGroot, A. E. Marino, J. P. Wilson, A. L. Bishop, J. C. Lambropoulos, et S. D. Jacobs, « Removal rate model for magnetorheological finishing of glass », *Appl. Opt., AO*, vol. 46, n° 32, p. 7927-7941, nov. 2007, doi: 10.1364/AO.46.007927.
- [8] F. Vega, « Laser application for optical glass polishing », *Opt. Eng.*, vol. 37, n° 1, p. 272, janv. 1998, doi: 10.1117/1.601614.
- [9] C. Weingarten, A. Schmickler, E. Willenborg, K. Wissenbach, et R. Poprawe, « Laser polishing and laser shape correction of optical glass », *Journal of Laser Applications*, vol. 29, n° 1, p. 011702, févr. 2017, doi: 10.2351/1.4974905.
- [10] B. Rosa, P. Mognol, et J. Hascoët, « Laser polishing of additive laser manufacturing surfaces », *Journal of Laser Applications*, vol. 27, n° S2, p. S29102, févr. 2015, doi: 10.2351/1.4906385.
- [11] R. Yan, Z. Liu, et H. Zhu, « Study on processing characteristics of constrained abrasive jet polishing », in *2014 IEEE International Conference on Mechatronics and Automation*, Tianjin, China, août 2014, p. 856-861. doi: 10.1109/ICMA.2014.6885809.
- [12] Silvia Maria BOOIJ, « Fluid Jet Polishing. - possibilities and limitations of a new fabrication technique - - PDF Free Download », PhD Thesis, University of Delft, the Netherlands 2003. <https://docplayer.net/18765241-Fluid-jet-polishing-possibilities-and-limitations-of-a-new-fabrication-technique.html> .
- [13] A. A. Tsegaw et F. J. Shiou, « Development of a Small Rotary Multi-Jet Abrasive Fluid Jet Polishing Tool », *KEM*, vol. 625, p. 140-148, août 2014, doi: 10.4028/www.scientific.net/KEM.625.140.
- [14] T. B. Thoe, D. K. Aspinwall, et M. L. H. Wise, « Review on ultrasonic machining », *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, vol. 38, n° 4, p. 239-255, mars 1998, doi: 10.1016/S0890-6955(97)00036-9.
- [15] H. Hocheng et K. L. Kuo, « Fundamental study of ultrasonic polishing of mold steel », *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, vol. 42, n° 1, p. 7-13, janv. 2002, doi: 10.1016/S0890-6955(01)00099-2.
- [16] J. Guo, H. Suzuki, et T. Higuchi, « Development of micro polishing system using a magnetostrictive vibrating polisher », *Precision Engineering*, vol. 37, n° 1, p. 81-87, janv. 2013, doi: 10.1016/j.precisioneng.2012.07.003.
- [17] J. Guo, S. Morita, Y. Yamagata, et T. Higuchi, « Magnetostrictive vibrator utilizing iron-cobalt alloy », *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 200, p. 101-106, oct. 2013, doi: 10.1016/j.sna.2012.11.005.
- [18] T. Ueno, E. Summers, M. Wun-Fogle, et T. Higuchi, « Micro-magnetostrictive vibrator using iron-gallium alloy », *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 148, n° 1, p. 280-284, nov. 2008, doi: 10.1016/j.sna.2008.08.017.

- [19] J. Guo, S. Morita, M. Hara, Y. Yamagata, et T. Higuchi, « Ultra-precision finishing of micro-aspheric mold using a magnetostrictive vibrating polisher », *CIRP Annals*, vol. 61, n° 1, p. 371-374, 2012, doi: 10.1016/j.cirp.2012.03.141.
- [20] D. F. Horne, *Optical production technology*, 2. ed. Bristol: Hilger, 1983.
- [21] J. P. Marioge, *Surfaces optiques: méthodes de fabrication et de contrôle, recherches*. Les Ulis: EDP sciences, 2000.
- [22] « 2021 Catalogue - Buehler an ITW Company - Catalogue PDF | Documentation technique | Brochure ». <https://pdf.directindustry.fr/pdf/buehler-an-itw-company/2021-catalogue/11631-949456.html>.
- [23] H. H. Karow, *Fabrication methods for precision optics*. New York: J. Wiley & Sons, Inc. Publication, 2004.
- [24] D. Malacara et B. J. Thompson, Éd., *Handbook of optical engineering*. New York: Marcel Dekker, 2001.
- [25] M. P. Groover, *Fundamentals of modern manufacturing: materials, processes, and systems*, 4th ed. Hoboken, NJ: J. Wiley & Sons, 2010.
- [26] « lens - Manufacturing optical lenses », *Encyclopedia Britannica*. <https://www.britannica.com/technology/lens-optics>.
- [27] N. Belkhir, « Contribution à l'amélioration des propriétés optiques et mécaniques des surfaces doucies et polies ». Thèse de doctorat, IOMP Université de Sétif, 2008.
- [28] J. Neauport *et al.*, « Loose abrasive slurries for optical glass lapping », *Appl. Opt., AO*, vol. 49, n° 30, p. 5736-5745, oct. 2010, doi: 10.1364/AO.49.005736.
- [29] W. Gu, Z. Yao, et H. Li, « Investigation of grinding modes in horizontal surface grinding of optical glass BK7 », *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 211, n° 10, p. 1629-1636, oct. 2011, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2011.05.006.
- [30] « On the mechanism of material removal by free abrasive grinding of glass and fused silica | K. Phillips; G.M. Crimes; T.R. Wilshaw | download ». <https://ur.booksc.eu/book/2558488/02cfe4>.
- [31] Q. Zhao, Y. Liang, D. Stephenson, et J. Corbett, « Surface and subsurface integrity in diamond grinding of optical glasses on Tetraform 'C' », *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, vol. 47, n° 14, p. 2091-2097, nov. 2007, doi: 10.1016/j.ijmactools.2007.05.005.
- [32] V. K. Jain, Éd., *Nanofinishing science and technology: basic and advanced finishing and polishing processes*. Boca Raton: CRC Press, Taylor & Francis Group, 2017.
- [33] G. F. Vander Voort, *Metallography, principles and practice*. Materials Park, OH: ASM International, 1999. [En ligne]. Disponible sur: <http://app.knovel.com/hotlink/toc/id:kpMPP00011/metallography-principles-and>
- [34] R. R. Berggren et R. A. Schmell, « Pad polishing for rapid production of large flats », présenté à Optical Science, Engineering and Instrumentation '97, San Diego, CA, nov. 1997, p. 252-257. doi: 10.1117/12.295131.
- [35] T. Suratwala, *Materials science of optical fabrication*, First edition. Hoboken, NJ: John Wiley & Sons, 2018.
- [36] J. Zhao, J. Huang, R. Wang, H. Peng, W. Hang, et S. Ji, « Investigation of the optimal parameters for the surface finish of K9 optical glass using a soft abrasive rotary flow polishing process », *Journal of Manufacturing Processes*, vol. 49, p. 26-34, janv. 2020, doi: 10.1016/j.jmapro.2019.11.011.
- [37] D. Bouzid, N. Belkhe, et T. Aliouane, « Optical glass surfaces polishing by cerium oxide particles », *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.*, vol. 28, p. 012007, févr. 2012, doi: 10.1088/1757-899X/28/1/012007.
- [38] W. J. Rupp, « Conventional Optical Polishing Techniques », *Optica Acta: International Journal of Optics*, vol. 18, n° 1, p. 1-16, janv. 1971, doi: 10.1080/09500347109696908.
- [39] M. Tricard, P. Dumas, et G. Forbes, « Subaperture approaches for asphere polishing and metrology », présenté à Photonics Asia 2004, Beijing, China, févr. 2005, p. 284. doi: 10.1117/12.577539.

- [40] P. Hartmann, R. Jedamzik, S. Reichel, et B. Schreder, « Optical glass and glass ceramic historical aspects and recent developments: a Schott view », *Appl. Opt.*, vol. 49, n° 16, p. D157, juin 2010, doi: 10.1364/AO.49.00D157.
- [41] G. Gliemeroth, « Optical properties of optical glass », *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 47, n° 1, p. 57-68, janv. 1982, doi: 10.1016/0022-3093(82)90346-5.
- [42] « book-optgeo.pdf ». [En ligne]. Disponible sur: <https://femto-physique.fr/optique/pdf/book-optgeo.pdf>
- [43] H. Bach et N. Neuroth, Éd., *The properties of optical glass*, 2nd corr. print. Berlin ; New York: Springer, 1998.
- [44] « Services SCHOTT | SCHOTT ». <https://www.schott.com/fr-fr/services> .
- [45] T. Izumitani, S. Harada, S Adachi, « Polishing mechanism of optical glass ». *Journal of Japan Society of Lubrication Engineering*, Vol. 33 Issue 4 (p267-273), 1988.
- [46] T. Aliouane, « Étude du comportement des polissoirs en polyuréthane durant le polissage du verre optique ». Thèse de doctorat, IOMP Université de Sétif, 2006.
- [47] A. E. Amin, « Fluid Jet Polishing of Glass Material ». MSc Thesis ,Blekinge Institute of Technology, Karlskrona, Sweden, 2013.
- [48] N. J. Brown, « Optical Polishing of metals: Comtemporary methods in optical fabrication », *SPIE*, vol.306, p. p.42, 1981.
- [49] L. M. Cook, « Chemical processes in glass polishing », *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 120, n° 1-3, p. 152-171, avr. 1990, doi: 10.1016/0022-3093(90)90200-6.
- [50] W. Lowdermilk et D. Milam, « Laser-induced surface and coating damage », *IEEE J. Quantum Electron.*, vol. 17, n° 9, p. 1888-1903, sept. 1981, doi: 10.1109/JQE.1981.1071329.
- [51] A. Tesar, B. Fuchs, et P. Hed, « Improvement in polishing of fused-silica parts », *Appl. Opt.*, vol. 30, n° 31, p. 4459, nov. 1991, doi: 10.1364/AO.30.004459.
- [52] A. Landis, « Factor Influencing Material Removal and Surface Finish of the Polishing of Silica Glass », 2006.
- [53] T. Suratwala *et al.*, « Effect of rogue particles on the sub-surface damage of fused silica during grinding/polishing », *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 354, n° 18, p. 2023-2037, avr. 2008, doi: 10.1016/j.jnoncrysol.2007.11.015.
- [54] « Findley, W. N. / Lai, J. S. / Onaran, K., Creep and relaxation of nonlinear viscoelastic materials with an introduction to linear viscoelasticity. Amsterdam- New York-Oxford. North-Holland. 1976. XIII, 367 S., Dfl. 85.–. US \$ 34.50 (Applied Mathematics and Mechanics 18) - Kaiser - 1978 - ZAMM - Journal of Applied Mathematics and Mechanics / Zeitschrift für Angewandte Mathematik und Mechanik - Wiley Online Library ». <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1002/zamm.19780581113>.
- [55] A. Leistner et W. Giardini, « Fabrication and Testing of Precision Spheres », *Metrologia*, vol. 28, n° 6, p. 503-506, janv. 1991, doi: 10.1088/0026-1394/28/6/007.
- [56] C. Brecher, M. Esser, et S. Witt, « Interaction of manufacturing process and machine tool », *CIRP Annals*, vol. 58, n° 2, p. 588-607, 2009, doi: 10.1016/j.cirp.2009.09.005.
- [57] B. Mullany et S. Turner, « Optical polishing pitches: impact frequency responses and indentation depths », *Appl. Opt.*, vol. 49, n° 3, p. 442, janv. 2010, doi: 10.1364/AO.49.000442.
- [58] « T. Izumitani, "Polishing rate of optical glass", Paper TuB-A1, Tech. Digest, Topical Meeting on the Science of Polishing, Optical Society of America, 17 April 1984. »
- [59] R. Komanduri, D. A. Lucca, et Y. Tani, « Technological Advances in Fine Abrasive Processes », *CIRP Annals*, vol. 46, n° 2, p. 545-596, 1997, doi: 10.1016/S0007-8506(07)60880-4.
- [60] « Lord Rayleigh, "Polish," *Trans. Opt. Soc.*, 19(1): 38-47, 1917. ». [En ligne]. Disponible sur: [https://ia800708.us.archive.org/view\\_archive.php?archive=/28/items/crossref-pre-1923-scholarly-works/10.1088%252F1475-4878%252F12%252F1%252F301.zip&file=10.1088%252F1475-4878%252F19%252F1%252F302.pdf](https://ia800708.us.archive.org/view_archive.php?archive=/28/items/crossref-pre-1923-scholarly-works/10.1088%252F1475-4878%252F12%252F1%252F301.zip&file=10.1088%252F1475-4878%252F19%252F1%252F302.pdf)
- [61] « G. T. Beilby, "Aggression and Flow of Solids", Macmillan, London, Sec. V p. 81, 1921. »

- [62] « H. Yoshikawa, "Brittle-Ductile Behavior of Crystal Surface in Finishing", *Journal of JSPE*, 35: 662-667, 1967. »
- [63] « G.T. Beilby, "Surface flow in crystalline solids under mechanical disturbance", *Proc. Roy. Soc.* Vol 72, N°481, (1904), pp.218-225 ».
- [64] « Klemm, W., Smekal, A Zum Poliervorgang an sproden Korpern, *Glastechn. Berichte* 20 (1942) pp. 346-347 ».
- [65] I. Leal-Cabrera, « Analytical and numerical classification of wear profiles produced with different-shape oscillating tools », *Opt. Eng.*, vol. 48, n° 10, p. 103401, oct. 2009, doi: 10.1117/1.3250168.
- [66] M. Buijs et K. Korpel-van Houten, « A model for lapping of glass », *JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE*, vol. 28, n° 11, p. 3014-3020, juin 1993, doi: 10.1007/BF00354706.
- [67] Guanghui Fu, A. Chandra, S. Guha, et G. Subhash, « A plasticity-based model of material removal in chemical-mechanical polishing (CMP) », *IEEE Trans. Semicond. Manufact.*, vol. 14, n° 4, p. 406-417, nov. 2001, doi: 10.1109/66.964328.
- [68] A. J. Leistner, E. G. Thwaite, F. Lesha, et J. M. Bennett, « Polishing study using Teflon and pitch laps to produce flat and supersmooth surfaces », *Appl. Opt.*, vol. 31, n° 10, p. 1472, avr. 1992, doi: 10.1364/AO.31.001472.
- [69] M. J. Cumbo, « "Chemo-mechanical interactions in optical polishing," Ph.D. dissertation, University of Rochester, 1993. »  
<https://www.proquest.com/openview/2a130b7009ac4e25d1ce93ca1398e2fb/1?pq-origsite=gscholar&cbl=18750&diss=y> .
- [70] « D. Cornish and L. Watt, *Br. Sci. Instr. Res. Assoc. Rep.* R295, 1963. »
- [71] « W. Silvernail and N Goetzinger, *Glass Ind.* 52, 130, 1971. »
- [72] M. Nogami et M. Tomozawa, « Effect of Stress on Water Diffusion in Silica Glass », *J American Ceramic Society*, vol. 67, n° 2, p. 151-154, févr. 1984, doi: 10.1111/j.1151-2916.1984.tb09634.x.
- [73] W. Williams, « A NOVEL FLUORESCENCE BASED METHOD OF ASSESSING SUBSURFACE DAMAGE IN OPTICAL MATERIALS », mai 2022.
- [74] M. J. Cumbo, D. Fairhurst, S. D. Jacobs, et B. E. Pucbner, « Slurry particle size evolution during the polishing of optical glass », *Appl. Opt.*, vol. 34, n° 19, p. 3743, juill. 1995, doi: 10.1364/AO.34.003743.
- [75] A. A. Tesar, B. A. Fuchs, et P. P. Hed, « Examination of the polished surface character of fused silica », *Appl. Opt.*, vol. 31, n° 34, p. 7164, déc. 1992, doi: 10.1364/AO.31.007164.
- [76] « W. Silvernail. *Topical Meeting on Optical Fabrication and Technology (2nd Ed.)*, Paper WB1-1, Techn. Digest, Optical Society of America (1982). »
- [77] A. Chevalier, *Guide du dessinateur industriel: pour maîtriser la communication technique à l'usage de l'enseignement des sciences de l'ingénieur et des technologies industrielles*, Éd. 2003-2004. Paris: Hachette technique, 2003.
- [78] Gastellu-Etchegorry, J. P., Adragna, F., Kerr, Y.H., Lagouarde, J. P., Leroy, M. and T. Le Toan, « Observation spatiale des paramètres de surface », in *Actualité Scientifique. Agence Universitaire de la francophonie. P. G. R. C. J.-M. Dubois*, 2000, p. 299-317.
- [79] J. E. Harvey et A. K. Thompson, « Scattering effects from residual optical fabrication errors », présenté à International Conferences on Optical Fabrication and Testing and Applications of Optical Holography, Tokyo, Japan, août 1995, p. 155-174. doi: 10.1117/12.215588.
- [80] T. V. Vorburger et R. J. Hocken, « Measurements of Roughness of very Smooth Surfaces 1 Contribution of the U. S. National Bureau of Standards, not subject to copyright, except for Figures 2-10 and 15, reprinted with permission from other sources. », *CIRP Annals*, vol. 36, n° 2, p. 503-509, 1987, doi: 10.1016/S0007-8506(07)60752-5.
- [81] P. M. Lonardo, H. Trumpold, et L. De Chiffre, « Progress in 3D Surface Microtopography Characterization », *CIRP Annals*, vol. 45, n° 2, p. 589-598, 1996, doi: 10.1016/S0007-8506(07)60513-7.

- [82] O. Sakata, A. Y. Nikulin, et H. Hashizume, « X-Ray Evaluation of Microroughness of Mechanochemically Polished Silicon Surfaces », *Jpn. J. Appl. Phys.*, vol. 32, n° Part 2, No. 4B, p. L616-L619, avr. 1993, doi: 10.1143/JJAP.32.L616.
- [83] L. De Chiffre, H. N. Hansen, et A. Bronstein, « Investigation on the Surface Topography in Polishing Using Atomic Force Microscopy », *CIRP Annals*, vol. 45, n° 1, p. 523-528, 1996, doi: 10.1016/S0007-8506(07)63116-3.
- [84] D. J. Whitehouse, *Handbook of surface metrology*. Bristol ; Philadelphia: Institute of Physics Pub, 1994.
- [85] D. J. Whitehouse, « Surface metrology », *Meas. Sci. Technol.*, vol. 8, n° 9, p. 955-972, sept. 1997, doi: 10.1088/0957-0233/8/9/002.
- [86] X. Colonna De Lega et P. de Groot, « Lateral resolution and instrument transfer function as criteria for selecting surface metrology instruments », in *Imaging and Applied Optics Technical Papers*, Monterey, California, 2012, p. OTu1D.4. doi: 10.1364/OFT.2012.OTu1D.4.
- [87] « Talysurf® i-Series - Machine de mesure de rugosité by TAYLOR HOBSON | DirectIndustry ». <https://www.directindustry.fr/prod/taylor-hobson/product-7159-1703929.html> .
- [88] D. Golini et S. D. Jacobs, « Physics of loose abrasive microgrinding », *Appl. Opt.*, vol. 30, n° 19, p. 2761, juill. 1991, doi: 10.1364/AO.30.002761.
- [89] Y. Ahn, N.-G. Cho, S.-H. Lee, et D. Lee, « Lateral Crack in Abrasive Wear of Brittle Materials. », *JSME Int. J., Ser. A*, vol. 46, n° 2, p. 140-144, 2003, doi: 10.1299/jsmea.46.140.
- [90] Y. P. Chang, M. Hashimura, et D. A. Dornfeld, « An Investigation of Material Removal Mechanisms in Lapping with Grain Size Transition », *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, vol. 122, n° 3, p. 413-419, août 2000, doi: 10.1115/1.1286471.
- [91] R. M. Wood, *Laser-Induced Damage of Optical Materials*, 1<sup>re</sup> éd. CRC Press, 2003. doi: 10.1201/9781420034059.
- [92] J. Campbell, « Damage Resistant Optical Glasses for High Power Lasers: A Continuing Glass Science and Technology Challenge », vol. 75, janv. 2002.
- [93] P. E. Miller *et al.*, « The distribution of subsurface damage in fused silica », présenté à Boulder Damage Symposium XXXVII: Annual Symposium on Optical Materials for High Power Lasers, Boulder, CO, oct. 2005, p. 599101. doi: 10.1117/12.638821.
- [94] T. Suratwala *et al.*, « Sub-surface mechanical damage distributions during grinding of fused silica », *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 352, n° 52-54, p. 5601-5617, déc. 2006, doi: 10.1016/j.jnoncrysol.2006.09.012.
- [95] Z. Wang, Y. Wu, Y. Dai, et S. Li, « Subsurface damage distribution in the lapping process », *Appl. Opt.*, vol. 47, n° 10, p. 1417, avr. 2008, doi: 10.1364/AO.47.001417.
- [96] P. P. Hed et D. F. Edwards, « Optical glass fabrication technology 2: Relationship between surface roughness and subsurface damage », *Appl. Opt.*, vol. 26, n° 21, p. 4677, nov. 1987, doi: 10.1364/AO.26.004677.
- [97] D. W. Camp, M. R. Kozlowski, L. M. Sheehan, M. A. Nichols, M. Dovik, R. Raether, and I. Thomas, « Subsurface damage and polish compound affects the 355-nm laser damage threshold of fused silica surfaces », *Proceedings of SPIE 3244*, p. 356-364, 1998.
- [98] F. Lakhdari, D. Bouzid, N. Belkhir, et V. Herold, « Surface and subsurface damage in Zerodur® glass ceramic during ultrasonic assisted grinding », *Int J Adv Manuf Technol*, vol. 90, n° 5-8, p. 1993-2000, mai 2017, doi: 10.1007/s00170-016-9551-y.
- [99] Y. Li, J. Hou, Q. Xu, J. Wang, W. Yang, et Y. Guo, « The characteristics of optics polished with a polyurethane pad », *Opt. Express*, vol. 16, n° 14, p. 10285, juill. 2008, doi: 10.1364/OE.16.010285.
- [100] F. Lakhdari, N. Belkhir, D. Bouzid, et V. Herold, « Relationship between subsurface damage depth and breaking strength for brittle materials », *Int J Adv Manuf Technol*, vol. 102, n° 5-8, p. 1421-1431, juin 2019, doi: 10.1007/s00170-018-03284-8.

- [101] J. Kim, D. Lee, et K. Lee, « The effects of dynamic characteristics on the surface texture in mirror grinding », *Int J Adv Manuf Technol*, vol. 27, n° 3-4, p. 274-280, déc. 2005, doi: 10.1007/s00170-004-2177-5.
- [102] F. Cooke et A. J. Leistner, « Teflon polishers: their manufacture and use », *Appl. Opt.*, vol. 15, n° 2, p. 293, févr. 1976, doi: 10.1364/AO.15.000293.
- [103] H. Suzuki, S. Hamada, T. Okino, M. Kondo, Y. Yamagata, et T. Higuchi, « Ultraprecision finishing of micro-aspheric surface by ultrasonic two-axis vibration assisted polishing », *CIRP Annals*, vol. 59, n° 1, p. 347-350, janv. 2010, doi: 10.1016/j.cirp.2010.03.117.
- [104] H. Wang, F. Zhang, H. Zhao, D. Luan, et Y. Chen, « Study on optical polishing of optical glass by means of ultrasonic-magnetorheological compound finishing », in *3rd International Symposium on Advanced Optical Manufacturing and Testing Technologies: Advanced Optical Manufacturing Technologies*, nov. 2007, vol. 6722, p. 399-403. doi: 10.1117/12.783019.
- [105] W. Xu, X. Lu, G. Pan, Y. Lei, et J. Luo, « Effects of the ultrasonic flexural vibration on the interaction between the abrasive particles; pad and sapphire substrate during chemical mechanical polishing (CMP) », *Applied Surface Science*, vol. 257, n° 7, p. 2905-2911, janv. 2011, doi: 10.1016/j.apsusc.2010.10.088.
- [106] M.-Y. Tsai et W.-Z. Yang, « Combined ultrasonic vibration and chemical mechanical polishing of copper substrates », *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, vol. 53, n° 1, p. 69-76, févr. 2012, doi: 10.1016/j.ijmachtools.2011.09.009.
- [107] W. Xu, X. Lu, G. Pan, Y. Lei, et J. Luo, « Ultrasonic flexural vibration assisted chemical mechanical polishing for sapphire substrate », *Applied Surface Science*, vol. 256, n° 12, p. 3936-3940, avr. 2010, doi: 10.1016/j.apsusc.2010.01.053.
- [108] H. Suzuki, T. Moriwaki, T. Okino, et Y. Ando, « Development of Ultrasonic Vibration Assisted Polishing Machine for Micro Aspheric Die and Mold », *CIRP Annals*, vol. 55, n° 1, p. 385-388, 2006, doi: 10.1016/S0007-8506(07)60441-7.
- [109] U. S. Kim et J. W. Park, « Vibration-Assisted Electrochemical Polishing for Extremely Smooth Surface Generation », *AMR*, vol. 813, p. 475-478, sept. 2013, doi: 10.4028/www.scientific.net/AMR.813.475.
- [110] W. Xu, X. Lu, G. Pan, J. Luo, et C. Zhang, « Experimental Study of Ultrasonic Vibration Assisted Chemical Mechanical Polishing for Sapphire Substrate », in *Advanced Tribology*, Berlin, Heidelberg, 2010, p. 464-466. doi: 10.1007/978-3-642-03653-8\_144.
- [111] M. Konyo, S. Tadokoro, A. Yoshida, et N. Saiwaki, « A tactile synthesis method using multiple frequency vibrations for representing virtual touch », in *2005 IEEE/RSJ International Conference on Intelligent Robots and Systems*, Edmonton, Alta., Canada, 2005, p. 3965-3971. doi: 10.1109/IROS.2005.1545130.
- [112] S. Yin et T. Shinmura, « A comparative study: polishing characteristics and its mechanisms of three vibration modes in vibration-assisted magnetic abrasive polishing », *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, vol. 44, n° 4, p. 383-390, mars 2004, doi: 10.1016/j.ijmachtools.2003.10.002.
- [113] E. Brinksmeier, O. Riemer, et H. Schulte, « Material removal mechanisms in abrasive vibration polishing of complex molds », présenté à 5th International Symposium on Advanced Optical Manufacturing and Testing Technologies, Dalian, China, mai 2010, p. 765502. doi: 10.1117/12.864553.
- [114] F.-J. Shiou et H.-S. Ciou, « Ultra-precision surface finish of the hardened stainless mold steel using vibration-assisted ball polishing process », *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, vol. 48, n° 7-8, p. 721-732, juin 2008, doi: 10.1016/j.ijmachtools.2008.01.001.
- [115] S. K. Chee, H. Suzuki, M. Okada, T. Yano, T. Higuchi, et W. M. Lin, « Precision Polishing of Micro Mold by Using Piezoelectric Actuator Incorporated with Mechanical Amplitude Magnified Mechanism », *AMR*, vol. 325, p. 470-475, août 2011, doi: 10.4028/www.scientific.net/AMR.325.470.

- [116] S. K. Chee, H. Suzuki, J. Uehara, T. Yano, et T. Higuchi, « Preliminary Studies for Precision Polishing of Micro Structured Mold by Using Three-Dimensional Low Frequency Vibration Utilizing Piezoelectric Actuator Incorporated with Mechanical Amplitude Magnified Mechanism », *AMR*, vol. 565, p. 231-236, sept. 2012, doi: 10.4028/www.scientific.net/AMR.565.231.
- [117] Y. Li, Y. Wu, L. Zhou, et M. Fujimoto, « Vibration-assisted dry polishing of fused silica using a fixed-abrasive polisher », *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, vol. 77, p. 93-102, févr. 2014, doi: 10.1016/j.ijmachtools.2013.10.005.
- [118] Y. G. Li *et al.*, « Investigation into Chemo-Mechanical Fixed Abrasive Polishing of Fused Silica with the Assistance of Ultrasonic Vibration », *KEM*, vol. 523-524, p. 155-160, nov. 2012, doi: 10.4028/www.scientific.net/KEM.523-524.155.
- [119] Y. Li, Y. Wu, J. Wang, Q. Xu, W. Yang, et Y. Guo, « Precision manufacturing of fused silica glass by combining bound-abrasive polishing with ultrasonic vibration », présenté à 6th International Symposium on Advanced Optical Manufacturing and Testing Technologies (AOMATT 2012), Xiamen, China, oct. 2012, p. 841606. doi: 10.1117/12.975135.
- [120] Y. Li, Y. Wu, J. Wang, W. Yang, Y. Guo, et Q. Xu, « Tentative investigation towards precision polishing of optical components with ultrasonically vibrating bound-abrasive pellets », *Opt. Express*, vol. 20, n° 1, p. 568, janv. 2012, doi: 10.1364/OE.20.000568.
- [121] M. P. Mandina, « Apparatus and process for polishing a substrate », US6942554B1, 13 septembre 2005. [En ligne]. Disponible sur: <https://patents.google.com/patent/US6942554B1/en?q=M.+P.+Mandina%2c+Patent+assignee+%E2%80%9COptimax+System%2c+Inc%2c+Ontario%2c+NY%E2%80%9D%2c+Patent+No.:+US+6%2c942%2c554+B1%2c+Sep+13%2c+2005>.
- [122] N. Kobayashi, Y. Wu, M. Nomura, et T. Sato, « Precision treatment of silicon wafer edge utilizing ultrasonically assisted polishing technique », *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 201, n° 1-3, p. 531-535, mai 2008, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2007.11.220.
- [123] J. Xu, A. Murakami, T. Shigematsu, « Development of a Novel Vibration Polishing Method for Fiber Protrusion in Multi-fiber Connectors », *Compiled from Trans. JSME, Category-C, Vol.67, No.662*, p. 3317-3322, 2001.
- [124] G. Amza, G. Dumitrescu, A. Petrescu, « Contribution of Ultrasonic Finishing Process Modeling Lens of Optical Devices Using Finite Element Analysis », *Proceedings of the 3rd WSEAS Int. Conference on FINITE DIFFERENCE-FINITE ELEMENT-FINITE VOLUME-BOUNDARY ELEMENTS*, p. 168-173, 20 avril 2010.
- [125] Z. G. Huang, Z. N. Guo, X. Chen, Z. Q. Yu, T. M. Yu, et W. B. Lee, « Microscopic machining mechanism of polishing based on vibrations of liquid », *Nanotechnology*, vol. 18, n° 10, p. 105703, mars 2007, doi: 10.1088/0957-4484/18/10/105703.
- [126] A. R. Jones et J. B. Hull, « Ultrasonic flow polishing », *Ultrasonics*, vol. 36, n° 1-5, p. 97-101, févr. 1998, doi: 10.1016/S0041-624X(97)00147-9.
- [127] D. Aikens, J. E. DeGroot, et R. N. Youngworth, « Specification and Control of Mid-Spatial Frequency Wavefront Errors in Optical Systems », in *Frontiers in Optics 2008/Laser Science XXIV/Plasmonics and Metamaterials/Optical Fabrication and Testing*, Rochester, NY, 2008, p. OTuA1. doi: 10.1364/OFT.2008.OTuA1.
- [128] J. DeGroot, Nelson, B. Light, D. Savage, R. Wiederhold, et M. Mandina, « VIBE™ Finishing to Remove Mid-Spatial Frequency Ripple », in *International Optical Design Conference and Optical Fabrication and Testing*, Jackson Hole, WY, 2010, p. OWE2. doi: 10.1364/OFT.2010.OWE2.
- [129] B. Mullany et M. Mainuddin, « The influence of process vibrations on precision polishing metrics », *CIRP Annals*, vol. 61, n° 1, p. 555-558, 2012, doi: 10.1016/j.cirp.2012.03.120.
- [130] S. K. Chee, H. Suzuki, J. Uehara, T. Yano, T. Higuchi, W. Lin, « A Low Contact Force Polishing System for Micro Molds that Utilizes 2-Dimensional Low Frequency Vibrations (2DLFV) with Piezoelectric Actuators (PZT) and a Mechanical Transformer Mechanism », 2013.

- [131] Z. Liang, Y. Wu, X. Wang, et W. Zhao, « A new two-dimensional ultrasonic assisted grinding (2D-UAG) method and its fundamental performance in monocrystal silicon machining », *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, vol. 50, n° 8, p. 728-736, août 2010, doi: 10.1016/j.ijmachtools.2010.04.005.
- [132] R. Shen et J. Zhong, « Ultrasonic Applied in Super Precision polishing of Magnetic Recording Heads », in *2007 8th International Conference on Electronic Packaging Technology*, Shanghai, China, août 2007, p. 1-4. doi: 10.1109/ICEPT.2007.4441470.

## ***CHAPITRE II***

---

# ***COUCHES PROTECTRICES D'OXYDE DE ZINC ET DE DIOXYDE D'ÉTAIN***

## Chapitre II

### Couches protectrices d'oxyde de zinc et de dioxyde d'étain

#### Introduction

Les films minces et les revêtements constituent la colonne vertébrale des applications optiques dans l'industrie, les équipements médicaux, la construction automobile, le secteur du bâtiment et même dans les habitations. Les films minces appliqués sur le substrat, comme le verre ou les polymères, permettent au substrat d'acquérir des fonctions bénéfiques qui peuvent améliorer ses propriétés en matière d'économie d'énergie, de transparence optique et de durée de vie opérationnelle. La croissance continue des technologies de revêtement en couches minces est déterminée par les besoins de l'industrie, à savoir de nouvelles fonctionnalités de revêtement, l'amélioration de la qualité du revêtement, la rentabilité de la production et les aspects environnementaux. L'oxyde de zinc (ZnO) et le dioxyde d'étain (SnO<sub>2</sub>) sont des oxydes transparents utilisés comme couche protectrice, qui est l'une des plus anciennes applications grâce à leurs propriétés optiques.

#### 1. L'oxyde de zinc (ZnO)

L'oxyde de zinc, est un matériau abondant sur terre et non toxique. C'est un semi-conducteur à large bande (gap), il est également de faible coût contrairement à d'autres matériaux. Facile à doper, présente une grande transparence et une faible résistivité. C'est un composé chimique de formule ZnO, il est insoluble dans l'eau mais soluble dans les acides et les alcools. Ces multiples avantages font de lui un matériau qui rivalise avec les autres oxydes régnant sur le marché de l'optoélectronique en films minces [1,2].

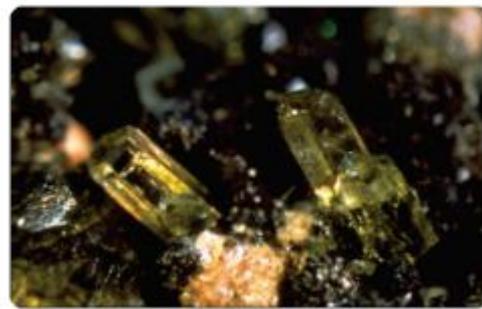
## 1.1. Propriétés du ZnO

### a. Propriétés structurales

Dans la nature, l'oxyde de zinc (ZnO) est un composé oxydé présent à l'état naturel sous la forme d'un minéral rare est plus connu sous le nom de zincite .La zincite est généralement colorée en rouge ou en orange par des impuretés de manganèse[3](voir figure1).



(a)



(b)

Fig. 1:(a) Un cristal de zincite orange, (b) un cristal d'oxyde de zinc synthétique[3]

Le ZnO existe sous deux formes cristallines : la structure cubique (Blende) et la structure hexagonale (de type Würtzite) qui est thermodynamiquement la plus stable. [4]. L'unité de maille, parallèle à l'axe  $c$ , est constituée d'une succession de plans d'atomes d'oxygène et d'atomes de zinc. Elle contient deux molécules de ZnO où l'atome de zinc est entouré par quatre atomes d'oxygène situés au sommet d'un tétraèdre. Dans des conditions normales de température et de pression, les paramètres de maille sont donnés par  $a = 3,2498 \text{ \AA}$  et  $c = 5,2066 \text{ \AA}$  [4,5].Le ZnO est un semi-conducteur appartenant au groupe II-VI du tableau périodique [6] ,c'est un matériau transparent, ayant un indice de réfraction égal à 2 sous sa forme massive[1] ,possédant une large bande interdite de 3,37 eV [7] à température ambiante. En couches minces il se cristallise généralement dans la structure wurtzite [6,8,9](Voir figure 2).

Cette structure est constituée d'une interpénétration de mailles hexagonales séparées le long de l'axe ( $c$ ) par la coordonnée  $u$  définie par :

$$u = (1/4) + (c^2/3a^2).....(1)$$

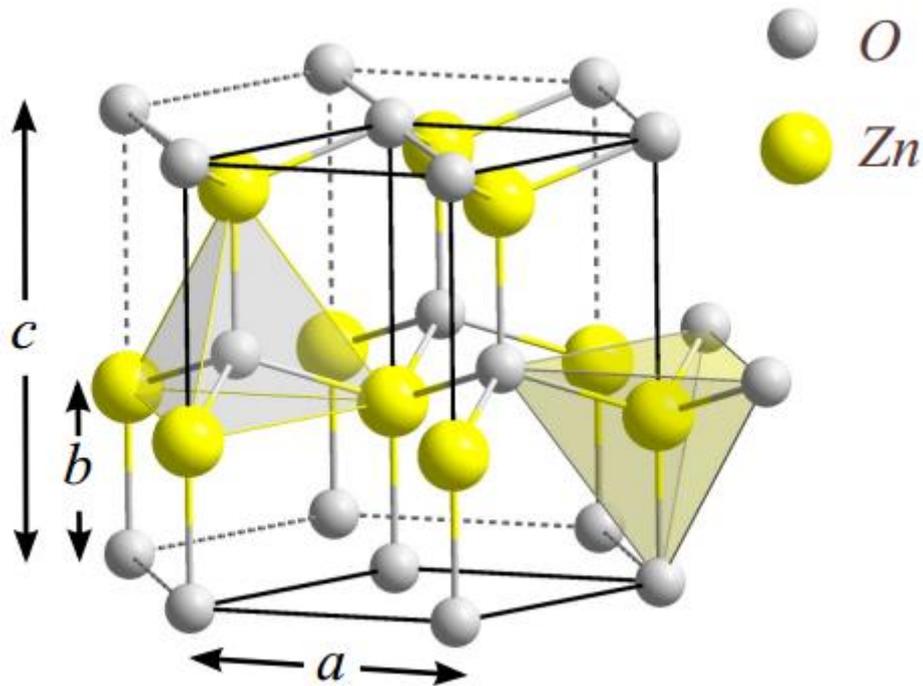


Fig. 2: Structure cristalline du ZnO (Wurtzite) [10,11]

La structure compacte de type Wurtzite contient deux sous-systèmes de structure hexagonale, l'un de  $Zn^{2+}$  et l'autre de  $O^{2-}$ , décalés parallèlement à la direction  $[0001]$  définie par l'axe  $c$ , selon laquelle la vitesse de croissance est plus élevée. Cette absence de symétrie lui confère la propriété de piézoélectricité et l'incorporation des défauts qui dépendent de la croissance anisotrope du ZnO le long de l'axe  $c$ . La superposition des plans de Zn et O alternés, forment des tétraèdres dont chacun peut se partager soit avec un sommet, un bord ou une face d'un autre tétraèdre[12].

### **b. Propriétés électriques**

L'oxyde de zinc est un semi-conducteur II-VI à large bande interdite directe de 3,37 eV à température ambiante[13,14]. Cette énergie appelée également gap correspond à l'énergie minimale pour faire passer un électron de la bande de valence (BV) à la bande de conduction (BC). En général, l'oxyde de zinc non dopé est considéré comme un semi-conducteur de type n[15]. Le tableau 1 présente certaines propriétés électriques du ZnO.

Les propriétés électriques des films minces de ZnO, telles que la résistivité électrique, la concentration et la mobilité des porteurs de charge, sont déterminées par des mesures de l'effet Hall. La résistivité électrique ( $\rho$ ) d'un film mince de type n dépend de la densité d'électrons ( $n$ ) dans la bande de conduction et de leur mobilité ( $\mu$ ) [16–18] :

$$\sigma = \frac{1}{\rho} = n\mu_n e \dots \dots \dots (2)$$

$\sigma$  : la conductivité ;

$n$ : la densité d'électrons [ $\text{cm}^{-3}$ ];

$\mu_n$ : la mobilité des électrons [ $\text{cm}^2 \cdot \text{V}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ ];

$\rho$  : la résistivité électrique [ $\Omega \cdot \text{cm}$ ] ;

$e$  : charge électrique élémentaire de l'électron [C].

Le ZnO est un semi-conducteur du groupe A<sup>VI</sup>B<sup>II</sup>. La structure de bande de ZnO est discutée dans de nombreuses publications et les configurations électroniques des atomes d'oxygène et du zinc sont les suivantes [18–24]:

O:  $1s^2 2s^2 2p^4$

Zn :  $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 3d^{10} 4s^2$

Propriétés	Valeurs
Nature de la bande	direct
La bande interdite à 300 k [eV]	$3.34 \pm 0.02$
Type de conductivité	n et (p)
Conductivité électrique [ $(\Omega \cdot \text{cm})^{-1}$ ]	$10^{-6} - 10^2$
Mobilité des électrons [ $\text{cm}^2 / \text{V} \cdot \text{s}$ ]	0,2-200
La masse effective des électrons	$0.28 m_0$
Vitesse thermique des électrons [ $\text{cm} \cdot \text{s}^{-1}$ ]	$2,2 \cdot 10^7$
Constante diélectrique relative $\epsilon_r$	$\epsilon_{\perp} = 7,8 \quad \epsilon_{//} = 8,7$

Tab. 1: Quelques propriétés électriques du ZnO [13–15, 25, 27]

### c. Propriétés optiques

L'oxyde de zinc est typiquement un matériau transparent dans le domaine du visible en raison de sa large bande interdite, l'indice de réfraction de l'oxyde de zinc sous forme massive est égal à 2.0 [28] mais dans le cas de la forme de films minces, son indice de réfraction et son coefficient d'absorption varient en fonction des conditions d'élaboration. L'indice de réfraction a une valeur qui varie de 1,70 à 2,20 [29–32]. Le tableau 2 donne quelques propriétés optiques du ZnO suivant l'étude de M.Maache [33].

Pour l'utilisation de l'oxyde de zinc dans diverses applications, ses différentes propriétés optiques telles que la transmission, l'absorption, le gap optique et la photoluminescence ont été étudiées par plusieurs auteurs, les résultats des recherches montrent que sa propriété optique est liée à plusieurs paramètres à savoir : l'épaisseur, le gap optique, la rugosité de surface, le dopage, la qualité cristalline du film et la méthode de dépôt [27,33–37].

Propriétés	Valeurs
Transmission dans le visible	80-90
Indice de réfraction à 560nm	1.8–1.9
Indice de réfraction à 590nm	2.013–2.029
Coefficient d'absorption [ $\text{cm}^{-1}$ ]	$10^4$
Gap optique [eV]	3,3

Tab. 2: Quelques propriétés optiques du ZnO [33]

Yang et al [38] révèle que les films minces de ZnO préparés dans différentes conditions produisent des spectres de transmission similaires avec des valeurs de transmittance optique proches. La transmittance optique des films minces de ZnO est élevée dans le domaine visible (entre 75% et 95%) [39]. Ceci est important pour les applications de ces films comme couches protectrices. Il a été observé que la transmittance des films minces de ZnO diminue avec l'augmentation du nombre de cycles de revêtement [39]. D'autres études ont également montré que la transmittance des films minces de ZnO diminue avec l'augmentation de la température de recuit. Cela peut être dû à l'augmentation de la diffusion optique causée par la densification du film de ZnO c.-à-d. l'augmentation de la rugosité de la surface des couches déposées[40,41].

☞ Les propriétés remarquables du ZnO ont encouragé les chercheurs à utiliser une variété de méthodes pour sa synthèse. Les différentes méthodes génèrent des morphologies différentes avec des tailles variables selon le type de précurseur, les conditions de température et les paramètres chimiques et physiques [42].

## 1.2. Choix de ZnO

Les caractéristiques les plus souhaitables du ZnO en tant que couche mince protectrice peuvent être énumérées comme suit :

- ✓ Grande transparence dans la région spectrale du visible et du proche infrarouge ;
- ✓ Le ZnO est l'un des matériaux les plus "durs" des semi-conducteurs II-VI en raison de son point de fusion plus élevé et de sa plus grande énergie cinétique. On peut s'attendre à ce que la dégradation du matériau soit réduite ;
- ✓ Faible coût du matériau, non toxique, et abondance sur terre ;
- ✓ obtenir des films de haute qualité à plus basse température ;
- ✓ Possibilité de préparer la couche de ZnO par des méthodes de dépôt simple telles que le procédé sol-gel
- ✓ Possibilité de préparer des films de ZnO avec des propriétés appropriées à basse température du substrat.

## 2. Le dioxyde d'étain (SnO<sub>2</sub>)

Le dioxyde d'étain (SnO<sub>2</sub>) est un semi-conducteur à large bande interdite de type n [43,44] dans l'ancienne notation appelée oxyde stannique. Sa forme minérale est appelée cassitérite, qui est le principal minerai d'étain. La cassitérite est un oxyde de couleur variable, allant du jaunâtre au noir. Le SnO<sub>2</sub> est un matériau céramique largement utilisé et étudié [45], il appartient à la classe importante des oxydes conducteurs transparents ; il a été le premier TCO commercialisé à combiner une transparence optique élevée dans le domaine visible du spectre électromagnétique et une très bonne conductivité électrique [45].

### 2.1. Propriétés du SnO<sub>2</sub>

#### a. Propriétés structurales

Le SnO<sub>2</sub> est de la cassitérite (voir figure 3) avec une structure rutile tétragonale dans des conditions ambiantes [46].



Fig. 3:Forme minérale de SnO<sub>2</sub> (cassitérite) [47]

La cellule élémentaire de la forme rutile de SnO<sub>2</sub> contient six atomes, deux atomes d'étain et quatre d'oxygène (Voir figure 4). L'atome d'étain occupe le centre d'un cœur composé de six atomes d'oxygène placés approximativement aux coins d'un octaèdre quasi-régulier. En ce qui concerne les atomes d'oxygène, trois atomes d'étain entourent chacun d'entre eux, formant un triangle équilatéral. Les paramètres de réseau sont:  $a = b = 4.737\text{Å}$ ,  $c = 3.186\text{Å}$  [48,49].

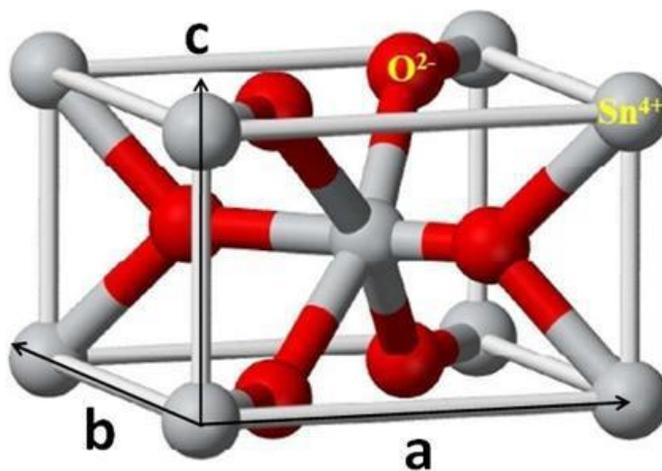


Fig. 4:Maille élémentaire du réseau de dioxyde d'étain SnO<sub>2</sub> [50]

## b. Propriétés électriques

Le dioxyde d'étain est un semi-conducteur de type n grâce aux lacunes d'oxygène et aux interstitiels d'étain. Les données expérimentales suggèrent que la cause de la non-stœchiométrie dans le SnO<sub>2</sub> est due aux lacunes d'oxygène plutôt qu'aux interstitiels d'étain [51]. Le désordre dans la cristallinité du film, provoque la diminution de la résistivité électrique des films recuit à 350°C, alors que l'augmentation de cette résistivité pour des températures supérieures à 400°C est attribuée à la diminution des lacunes d'oxygènes, lesquelles influent sur la densité des porteurs de charge[52].

La pluparts des études faites sur ce matériau (SnO<sub>2</sub>), ont démontré que le recuit ou le traitement thermique des films après dépôt provoque des modifications dans la microstructure du matériau et notamment l'orientation cristallographique, la taille de grain, et la porosité. Cette modification peut influencer sur les propriétés électriques des couches minces [52–54]. Les traitements thermiques des couches minces entraînent une amélioration des propriétés électriques avec une diminution de la résistivité électrique. A des températures supérieures ou égales à la température de recuit de 231.9 °C, la résistivité électrique des films augmente, alors que pour des températures supérieures à la température de recuit de 500-600°C, une diminution de la résistivité des films est observée. Ce processus d'oxydation contribue à l'évolution de la phase poly-cristalline d'étain [55].

Le dioxyde d'étain est un des semi-conducteurs à large bande interdite (gap directe) de 3,6 eV[56,57]. La structure de bande de SnO<sub>2</sub> est étudié dans de nombreuses publications et les configurations électroniques des atomes d'oxygène et du dioxyde d'étain sont les suivantes [58]:

O: 1s<sup>2</sup> 2s<sup>2</sup> 2p<sup>4</sup>

Sn: 1s<sup>2</sup> 2s<sup>2</sup> 2p<sup>6</sup> 3s<sup>2</sup> 3p<sup>6</sup> 3d<sup>10</sup> 4s<sup>2</sup> 4p<sup>6</sup> 4d<sup>10</sup> 5s<sup>2</sup> 5p<sup>2</sup>

Le tableau 3 présente quelques propriétés électriques du SnO<sub>2</sub> :

Propriétés	Valeurs
Nature de la bande interdite	Directe
Conductivité électrique a l'état pur [ $\Omega \cdot \text{cm}$ ] <sup>-1</sup>	3.10 <sup>-9</sup>
Conductivité électrique selon les conditions de dépôt [ $\Omega \cdot \text{cm}$ ] <sup>-1</sup>	2.10 <sup>-5</sup> -1.3.10 <sup>-4</sup>
Type de conductivité	n

Tab. 3: Quelques propriétés électriques du dioxyde d'étain[59]

### c. Propriétés optiques

L'indice de réfraction du dioxyde d'étain, varie en fonction des conditions d'élaboration, est d'une valeur comprise de 1.997 à 2.093[53]. Tandis que pour la transmission optique des couches minces du SnO<sub>2</sub>, des études ont été effectuées [52,59] et il a été constaté que la transmission est importante dans le spectre du visible  $400 < \lambda < 800$  nm et presque au allant tour de 95% [53]. Elle décroît pour les faibles longueurs d'ondes  $\lambda < 400$  nm et sera réfléchit pour des longueurs d'ondes importantes.

Quelques propriétés optiques d'après des études établies sont présentées dans le tableau suivant :

Propriétés	Valeurs
Transmission dans le visible (%)	70-95
Indice de réfraction à 452 (nm)	1.91-2.093
Indice de réfraction à 1200 (nm)	1.73
Fréquences du spectre visible (nm)	400-800
Gap optique (eV)	3.5-4.2

Tab. 4: Quelques propriétés optiques du dioxyde d'étain[52,58,60,61]

Les propriétés optiques de l'oxyde d'étain dépendent de l'interaction d'ondes électromagnétiques avec les électrons du semi-conducteur. L'onde électromagnétique qui interagisse avec ce matériau sera absorbée par celui-ci, si l'énergie associée  $E=hc/\lambda$  est capable de transférer des électrons de la bande de valence à la bande de conduction c'est à dire d'être au moins égale à la largeur de la bande interdite (gap optique). En revanche, si l'on veut que le matériau soit transparent dans tout l'étendue du visible, il est nécessaire que le gap soit au moins aussi large que la plus grande des énergies associées aux fréquences du spectre visible (400 nm à 800 nm). Une bonne transparence dans tout le spectre de l'UV- visible sera donc assurée par une valeur de la bande interdite au moins égale à 3.1 eV[62].

Dans l'étude de Karapatniski et al. [63], Il a été montré que le recuit n'a pas tellement d'effet sur la transmission des couches SnO<sub>2</sub>. La même observation a été constatée par Khan et al. [52] en étudiant l'effet du recuit sur les propriétés optiques des films SnO<sub>2</sub>. Alors que le gap optique augmente pour les hautes températures jusqu'à 4,22eV, dû à l'amélioration de la structure des films et à l'effet de confinement. L'indice de réfraction des films augmente avec la diminution de la taille des pores dans les couches[54].

## 2.2. Choix de SnO<sub>2</sub>

Le choix du SnO<sub>2</sub> comme couche protectrice et transparente repose sur ses caractéristiques les plus souhaitables :

- ✓ Il présente une forte transmission: plus de 95 % dans la région du visible ;
- ✓ Moins coûteux que les autres semi-conducteurs ;
- ✓ Bonne stabilité thermique, chimique et mécanique ;
- ✓ Faible toxicité comparée à d'autres semi-conducteurs ;
- ✓ obtenir des films de haute qualité à plus basse température ;
- ✓ Possibilité de préparer la couche de SnO<sub>2</sub> par des méthodes de dépôt simple telles que le procédé sol-gel ;
- ✓ Possibilité de préparer des films de SnO<sub>2</sub> avec des propriétés appropriées à basse température du substrat.

## 3. Le procédé sol-gel

Peu avant le 20<sup>ème</sup> siècle, une nouvelle méthode de synthèse chimique du verre est apparu nommé ; le procédé Sol-Gel .Ce dernier permet d'obtenir des matériaux vitreux sans passer par l'étape de fusion des matières premières à haute température, et cela par une simple polymérisation de précurseurs moléculaires en solution. Il est particulièrement bien adapté à la réalisation de revêtements tels que des couches minces d'oxydes [63,64], fibres et poudres (Figure 5).

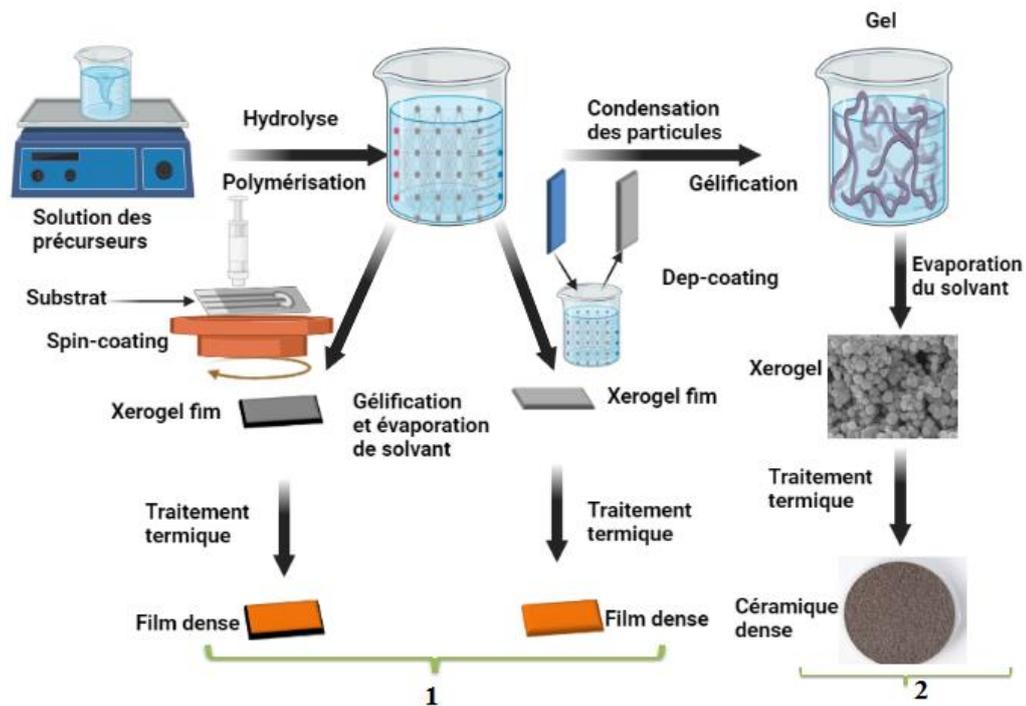


Fig. 5: Deux exemples de synthèse par la méthode sol-gel ; (1) des films à partir d'une solution colloïdale ; (2) poudre d'une solution colloïdale transformée en gel

Le terme Sol-Gel correspondant à l'abréviation de solution- gélification[65].Ce procédé permet d'utiliser une solution ou un gel comme étape de transition entre un liquide et un matériau solide. Cela se fait par la conversion de solutions chimiques liquides en un réseau d'oxydes via des réactions d'hydrolyse et de condensation. Ce sol-gel peut ensuite être appliqué sur un substrat souhaité par le moyen de plusieurs techniques différentes. Les échantillons passent ensuite par diverses étapes de séchage et de recuit pour obtenir les propriétés souhaitées [66]. Nous distinguons deux voix de synthèse [67]:

☞ Voie inorganique : obtenu à partir de sels métalliques tels que les nitrates, les sulfates, les chlorures ou les acétates ; dissous dans une solution aqueuse.

☞ La voie organométallique : Le précurseur le plus fréquemment utilisé est l'alcoxyde métallique en solution organique.

### 3.1. Réactions chimiques

Dans la méthode sol-gel, le mécanisme chimique se décompose généralement en deux étapes : l'hydrolyse et la condensation. Chaque gel obtenu est lié à des matériaux appropriés choisis.

### a. L'hydrolyse

Il s'agit d'une réaction entre une molécule d'eau et un alcoxyde, permettant la libération d'une molécule d'alcool en trois étapes illustrées dans la figure 6 :

- ✓ La fixation d'une molécule d'eau sur l'atome du métal M ;
- ✓ Transfert de proton de la molécule d'eau ;
- ✓ Le départ d'un groupe R-OH effectué par un processus de réaction équilibré.

Dans un état neutre, la réaction s'écrit [67,68] :

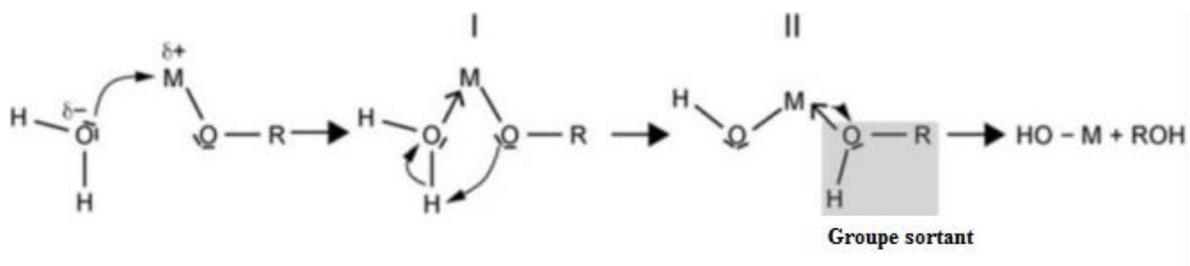


Fig. 6: Mécanisme d'hydrolyse des alcoxydes M-(OR)<sub>n</sub>[69]

Cette réaction peut être influencée par les paramètres suivants

- ✓ Le catalyseur : acide ou basique ;
- ✓ La nature du solvant ;
- ✓ La quantité d'eau par rapport à l'alcoxyde ( $[H_2O] / [alcoxyde]$ ) ;
- ✓ La température.

### b. La condensation

Les réactions de condensation commencent après l'apparition des groupes hydroxyle et conduisent à la formation de liaisons ou pont métaloxane "M-O-M. La réaction de condensation peut avoir lieu entre les différents groupes. La réaction des groupes (OH-M-(OR)<sub>n-1</sub>) entre eux donne une molécule d'eau, la réaction s'écrit [69]:



La réaction des groupes (OH-M-(OR)<sub>n-1</sub>) avec les groupes restants non hydrolysés M-OR donnant une molécule d'alcool R-OH suit la réaction[69] :



Le mécanisme de la réaction de condensation est lié à la réaction d'hydrolyse et par conséquent, les paramètres qui influencent l'hydrolyse influencent également le mécanisme et la cinétique de la réaction de condensation, ainsi, les caractéristiques du gel obtenu [69].

### c. La transition sol-gel

Les réactions ci-dessus (hydrolyse et condensation) conduisent à la formation d'un gel constitué de chaînes M-O-M (ou M-OH-M) et d'amas polymériques, dont la taille augmente avec le temps. Le point de transition sol-gel est atteint lorsque la viscosité devient infinie [68].

## 3.2. Techniques de dépôt sol-gel

Dans le monde scientifique, les couches minces préparées par le procédé sol-gel sont largement connues et sont utilisées dans diverses applications. Les techniques les plus utilisées sont le dip-coating et le spin-coating (centrifugation)

### a. Spin-coating /Centrifugation

Cette méthode consiste à centrifuger une solution déposée en excès sur un substrat. Elle a l'avantage d'être facilement mise en œuvre et aussi de donner de très bons résultats sur des substrats plats de petites surfaces (quelques cm<sup>2</sup>) pour des investissements modestes. On peut distinguer quatre grandes étapes principales de cette technique [70], comme le montre la figure 7.

1. Le dépôt de la solution ;
2. Au début de la rotation, la phase d'accélération provoque l'écoulement du liquide vers l'extérieur du support ;
3. La rotation à vitesse constante permet l'éjection du liquide en excès sous forme de gouttelettes et la réduction de l'épaisseur du film de façon uniforme ;
4. L'évaporation des solvants les plus volatils qui favorise la réduction de l'épaisseur du film déposé.

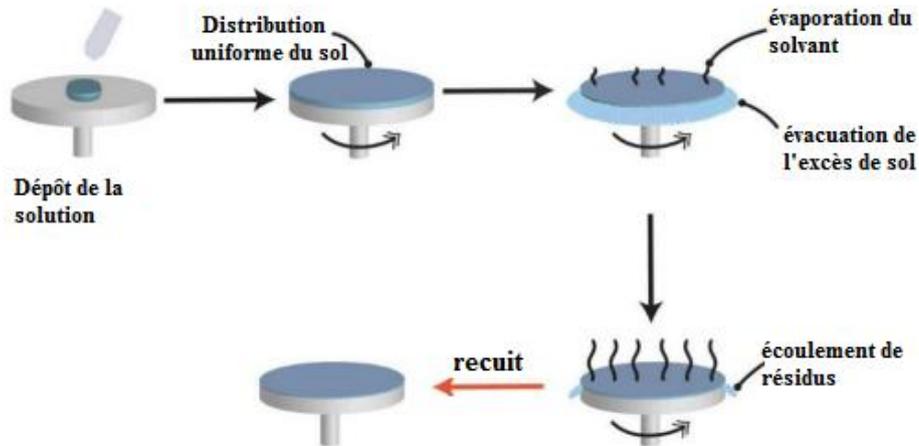


Fig. 7: Les étapes de dépôt par la technique du spin-coating [71]

Les propriétés des films déposés par cette technique dépendent des paramètres intrinsèques de la solution (viscosité, densité) et des paramètres de dépôt (vitesse et durée de la rotation, accélération).

Meyerhofer [72], a publié un modèle prenant en compte les paramètres entrant en jeu lors du dépôt des couches minces. En contrôlant la vitesse de rotation, il est possible de calculer l'épaisseur du film déposé par la relation suivante :

$$h = C \left( \frac{3\eta e}{2\rho\omega^2} \right)^{1/3} \dots\dots\dots(3)$$

avec:

$C$ : une constante qui dépend de la méthode de dépôt utilisé ;

$e$ : la vitesse d'évaporation ;

$\eta$  : la viscosité de la solution ;

$\omega$  : la vitesse de rotation ;

$\rho$  : la densité de la solution.

### b. Dip-coating /Trempage –Tirage

Cette technique consiste à immerger le substrat dans la solution contenant le "sol" et à le retirer dans des conditions très contrôlées et stables pour obtenir un film d'une épaisseur régulière (Voir figure 8). D'une manière générale, le procédé peut être séparé en trois étapes importantes [73] :

- *Immersion et temps de maintien* : le substrat est plongé dans la solution de précurseur à une vitesse constante et suivi d'un certain temps de maintien pour permettre un temps d'interaction suffisant du substrat avec la solution ;
- *Dépôt* : le substrat est tiré vers le haut à une vitesse constante avec l'écoulement de l'excès du liquide de la surface ;
- *Évaporation* : le solvant s'évapore par séchage à chaud pour former les films minces qui peuvent également être traités par recuit à haute température pour améliorer leur cristallisation.

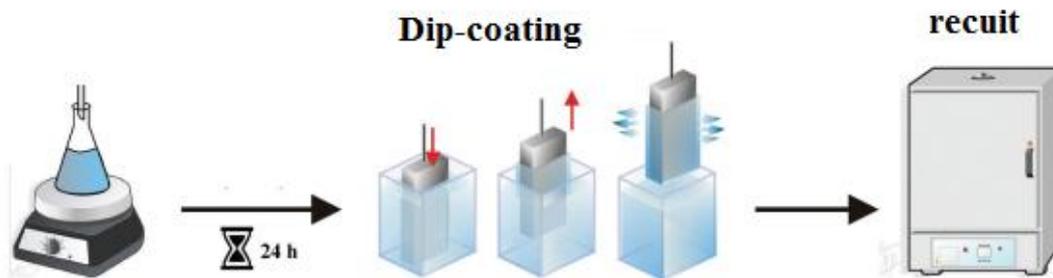


Fig. 8:Les différentes étapes de la technique Dip-coating [74]

Dans l'étude de H.Zhang et al.[75], un modèle prenant en compte certains paramètres ajusté pour obtenir l'épaisseur désirée a été publié. Lorsque la viscosité du liquide, notée  $\eta$ , et la vitesse de tirage du substrat sont assez importantes pour minimiser la courbure du ménisque, l'épaisseur du film déposé, notée  $h$ , est donnée par la relation :

$$h = C \sqrt{\frac{\eta v_0}{\rho \cdot g}} \dots \dots \dots (4)$$

Où  $v_0$  est la vitesse de tirage,  $\rho$  la densité de la solution,  $g$  la constante de gravité et  $C$  est une constante égale à 0,8.

Un autre modèle a été établie par A. S. Barnard et al.[76]. Si la vitesse de tirage du substrat et la viscosité sont faibles, la relation précédente est modifiée afin de tenir compte de la tension de surface  $\gamma_{lv}$  (liquide/vapeur), on obtient :

$$h = 0,94 \frac{(\eta v_0)^{2/3}}{\gamma_{lv}^{1/6} \sqrt{\rho \cdot g}} \dots \dots \dots (5)$$

### c. Avantages et inconvénients du procédé sol-gel [76 -79]

Le procédé sol-gel présente de nombreux avantages, à savoir :

- ✓ La possibilité de déposer des couches minces d'oxydes à basse température ;
- ✓ La possibilité de dopage (relativement simple lors de la préparation du sol) ;
- ✓ La possibilité de dépôt sur de grands substrats ;
- ✓ Une grande pureté et homogénéité de la couche mince ;
- ✓ Elle permet également de réaliser des revêtements multi-composants ;
- ✓ La possibilité de contrôler parfaitement la stœchiométrie et de donner une grande pureté au matériau réalisé
- ✓ Peu coûteux ;
- ✓ Le dépôt de couches minces sur les deux faces du substrat (dip-coating).

Les inconvénients du procédé sol-gel :

- ✓ Le coût très élevé de certains précurseurs ;
- ✓ Certains produits chimiques sont dangereux pour la santé humaine ;
- ✓ Un temps de traitement souvent long.

## Références

- [1] Ü. Özgür *et al.*, « A comprehensive review of ZnO materials and devices », *Journal of Applied Physics*, vol. 98, n° 4, p. 041301, août 2005, doi: 10.1063/1.1992666.
- [2] R. Triboulet et J. Perrière, « Epitaxial growth of ZnO films », *Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials*, vol. 47, n° 2-3, p. 65-138, janv. 2003, doi: 10.1016/j.pcrysgrow.2005.01.003.
- [3] « Oxyde de zinc — Projet L3 effet tunnel ». <http://physique.unice.fr/sem6/2013-2014/PagesWeb/PT/Heterostructure/page5.html> .
- [4] P. Muthukumar, T.M. Selvakumari, C. Rangasami, S. Ganesan, « Structural and optical properties of zno nano particles grown on copper substrate by electrodeposition method », *Dig J Nanomater Biostruct*, 8, p. 1455-1459, 2013.
- [5] L. E. Greene *et al.*, « Low-Temperature Wafer-Scale Production of ZnO Nanowire Arrays », *Angew. Chem. Int. Ed.*, vol. 42, n° 26, p. 3031-3034, juill. 2003, doi: 10.1002/anie.200351461.
- [6] Seo, Jae-Keun *et al.*, « Synthesis and Characterization of Al-Doped Zinc Oxide Films by an Radio Frequency Magnetron Sputtering Method for Transparent Electrode Applications », *Transactions on Electrical and Electronic Materials*, vol. 11, n° 1, p. 29-32, févr. 2010, doi: 10.4313/TEEM.2010.11.1.029.
- [7] A. R. H. Preston *et al.*, « Band structure of ZnO from resonant x-ray emission spectroscopy », *Phys. Rev. B*, vol. 78, n° 15, p. 155114, oct. 2008, doi: 10.1103/PhysRevB.78.155114.
- [8] X. Hu, Y. Masuda, T. Ohji, et K. Kato, « Control of Crystal Growth of ZnO Nanowhiskers in Aqueous Solution and Synthesis of Transparent Nanoarrays », *J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy*, vol. 54, n° 12, p. 834-838, 2007, doi: 10.2497/jjspm.54.834.
- [9] C. Hong *et al.*, « Influence of the aluminum and indium concentrations on the electrical resistivity and transmittance properties of InAlZnO thin films », *J. Ceram. Soc. Japan*, vol. 117, n° 1365, p. 566-569, 2009, doi: 10.2109/jcersj2.117.566.
- [10] N. U. H. Alvi, *Luminescence Properties of ZnO Nanostructures and Their Implementation as White Light Emitting Diodes (LEDs)*. LiU-Tryck, Linköping University Sweden, 2011. doi: 10.13140/2.1.2002.9761.
- [11] N. Aggarwal, A. Vasisht, B. Singh, et B. Singh, « Investigation of room temperature ferromagnetic behaviour in dilute magnetic oxides », *Integrated Ferroelectrics*, vol. 186, n° 1, p. 10-16, janv. 2018, doi: 10.1080/10584587.2017.1369317.
- [12] A. Dal Corso, M. Posternak, R. Resta, et A. Baldereschi, « *Ab initio* study of piezoelectricity and spontaneous polarization in ZnO », *Phys. Rev. B*, vol. 50, n° 15, p. 10715-10721, oct. 1994, doi: 10.1103/PhysRevB.50.10715.
- [13] R. T. Girard *et al.*, « Electronic structure of ZnO(0001) studied by angle-resolved photoelectron spectroscopy », *Surface Science*, vol. 373, n° 2-3, p. 409-417, mars 1997, doi: 10.1016/S0039-6028(96)01181-8.
- [14] K. Ozawa, K. Sawada, Y. Shirotori, K. Edamoto, et M. Nakatake, « Angle-resolved photoelectron spectroscopy study of the anion-derived dangling-bond band on ZnO ( 101  $\bar{1}$  0 ) », *Phys. Rev. B*, vol. 68, n° 12, p. 125417, sept. 2003, doi: 10.1103/PhysRevB.68.125417.
- [15] T. Minami, H. Sato, H. Nanto, et S. Takata, « Highly Conductive and Transparent Silicon Doped Zinc Oxide Thin Films Prepared by RF Magnetron Sputtering », *Jpn. J. Appl. Phys.*, vol. 25, n° Part 2, No. 9, p. L776-L779, sept. 1986, doi: 10.1143/JJAP.25.L776.
- [16] J. Liu, X. Zhao, L. Duan, M. Cao, M. Guan, et W. Guo, « Effect of solution concentration on the structural, optical and conductive properties of ZnO thin films prepared by sol-gel method », *J Mater Sci: Mater Electron*, vol. 24, n° 12, p. 4932-4937, déc. 2013, doi: 10.1007/s10854-013-1500-z.

- [17] J. R. Bellingham, W. A. Phillips, et C. J. Adkins, « Intrinsic performance limits in transparent conducting oxides », *J Mater Sci Lett*, vol. 11, n° 5, p. 263-265, 1992, doi: 10.1007/BF00729407.
- [18] A. Nakrela, « Elaboration et caractérisation des fenêtres transparentes et conductrices (ZnO dopé Aluminium) ». Thèse de Doctorat, Université de Sidi Bel Abbes, Algérie, 2016.
- [19] U. Rössler, « Energy Bands of Hexagonal II-VI Semiconductors », *Phys. Rev.*, vol. 184, n° 3, p. 733-738, août 1969, doi: 10.1103/PhysRev.184.733.
- [20] L. Brus, « Electronic wave functions in semiconductor clusters: experiment and theory », *J. Phys. Chem.*, vol. 90, n° 12, p. 2555-2560, juin 1986, doi: 10.1021/j100403a003.
- [21] A. Teke *et al.*, « Excitonic fine structure and recombination dynamics in single-crystalline ZnO », *Phys. Rev. B*, vol. 70, n° 19, p. 195207, nov. 2004, doi: 10.1103/PhysRevB.70.195207.
- [22] Y. Mi, H. Odaka, et S. Iwata, « Electronic Structures and Optical Properties of ZnO, SnO<sub>2</sub> and In<sub>2</sub>O<sub>3</sub> », *Jpn. J. Appl. Phys.*, vol. 38, n° Part 1, No. 6A, p. 3453-3458, juin 1999, doi: 10.1143/JJAP.38.3453.
- [23] L. Brus, « Zero-dimensional "excitons" in semiconductor clusters », *IEEE J. Quantum Electron.*, vol. 22, n° 9, p. 1909-1914, sept. 1986, doi: 10.1109/JQE.1986.1073184.
- [24] L. E. Brus, « A simple model for the ionization potential, electron affinity, and aqueous redox potentials of small semiconductor crystallites », *The Journal of Chemical Physics*, vol. 79, n° 11, p. 5566-5571, déc. 1983, doi: 10.1063/1.445676.
- [25] M. L. Steigerwald et L. E. Brus, « Semiconductor crystallites: a class of large molecules », *Acc. Chem. Res.*, vol. 23, n° 6, p. 183-188, juin 1990, doi: 10.1021/ar00174a003.
- [26] S. Brochen, « Propriétés électriques du ZnO monocristallin », 2012.
- [27] M. Rebien, W. Henrion, M. Bär, et Ch.-H. Fischer, « Optical properties of ZnO thin films: Ion layer gas reaction compared to sputter deposition », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 80, n° 19, p. 3518-3520, mai 2002, doi: 10.1063/1.1479211.
- [28] David R. Lide, *CRC handbook of chemistry and physics: a ready-reference book of chemical and physical data*, 85. ed. Boca Raton: CRC Press, 2004.
- [29] C. Gumus, O. M. Ozkendir, H. Kavak, et Y. Ufuktepe, « Structural and optical properties of zinc oxide thin films prepared by spray pyrolysis method », *JOURNAL OF OPTOELECTRONICS AND ADVANCED MATERIALS*, vol. 8, n° 1, 2006. [En ligne]. Disponible sur: <https://avesis.cu.edu.tr/yayin/1ac90537-b15d-4494-9f0b-88fc47555472/structural-and-optical-properties-of-zinc-oxide-thin-films-prepared-by-spray-pyrolysis-method>
- [30] T. K. Subramanyam, B. Srinivasulu Naidu, et S. Uthanna, « Characterisation of DC Reactive Magnetron Sputtered ZnO Films Prepared at Different Oxygen Pressures », *phys. stat. sol. (a)*, vol. 173, n° 2, p. 425-436, juin 1999, doi: 10.1002/(SICI)1521-396X(199906)173:2<425::AID-PSSA425>3.0.CO;2-Q.
- [31] E. M. Bachari, G. Baud, S. Ben Amor, et M. Jacquet, « Structural and optical properties of sputtered ZnO films », *Thin Solid Films*, vol. 348, n° 1-2, p. 165-172, juill. 1999, doi: 10.1016/S0040-6090(99)00060-7.
- [32] T. K. Subramanyam, B. Srinivasulu Naidu, et S. Uthanna, « Physical Properties of Zinc Oxide Films Prepared by dc Reactive Magnetron Sputtering at Different Sputtering Pressures », *Cryst. Res. Technol.*, vol. 35, n° 10, p. 1193-1202, oct. 2000, doi: 10.1002/1521-4079(200010)35:10<1193::AID-CRAT1193>3.0.CO;2-6.
- [33] M. Maache, « Elaboration de films Minces d'oxydes Semiconducteurs Par Voie sol-Gel », doctoral, Université Mohamed Khider Biskra, 2014. [En ligne]. Disponible sur: <http://thesis.univ-biskra.dz/196/>
- [34] C.-Y. Tsay, C.-W. Wu, C.-M. Lei, F.-S. Chen, et C.-K. Lin, « Microstructural and optical properties of Ga-doped ZnO semiconductor thin films prepared by sol-gel process », *Thin Solid Films*, vol. 519, n° 5, p. 1516-1520, déc. 2010, doi: 10.1016/j.tsf.2010.08.170.

- [35] S. Singh et P. Chakrabarti, « Comparison of the structural and optical properties of ZnO thin films deposited by three different methods for optoelectronic applications », *Superlattices and Microstructures*, vol. 64, p. 283-293, déc. 2013, doi: 10.1016/j.spmi.2013.09.031.
- [36] C.-Y. Tsay et W.-C. Lee, « Effect of dopants on the structural, optical and electrical properties of sol-gel derived ZnO semiconductor thin films », *Current Applied Physics*, vol. 13, n° 1, p. 60-65, janv. 2013, doi: 10.1016/j.cap.2012.06.010.
- [37] C.-Y. Chen, M.-W. Chen, J.-J. Ke, C.-A. Lin, J. R. D. Retamal, et J.-H. He, « Surface effects on optical and electrical properties of ZnO nanostructures », *Pure and Applied Chemistry*, vol. 82, n° 11, p. 2055-2073, août 2010, doi: 10.1351/PAC-CON-09-12-05.
- [38] Z. Yang, Z. Ye, Z. Xu, et B. Zhao, « Effect of the morphology on the optical properties of ZnO nanostructures », *Physica E: Low-dimensional Systems and Nanostructures*, vol. 42, n° 2, p. 116-119, déc. 2009, doi: 10.1016/j.physe.2009.09.010.
- [39] T. Ivanova, A. Harizanova, T. Koutzarova, et B. Vertruyen, « Study of ZnO sol-gel films: Effect of annealing », *Materials Letters*, vol. 64, n° 10, p. 1147-1149, mai 2010, doi: 10.1016/j.matlet.2010.02.033.
- [40] U. Chaitra, D. Kekuda, et K. Mohan Rao, « Effect of annealing temperature on the evolution of structural, microstructural, and optical properties of spin coated ZnO thin films », *Ceramics International*, vol. 43, n° 9, p. 7115-7122, juin 2017, doi: 10.1016/j.ceramint.2017.02.144.
- [41] J. Husna *et al.*, « Influence of Annealing Temperature on the Properties of ZnO Thin Films Grown by Sputtering », *Energy Procedia*, vol. 25, p. 55-61, 2012, doi: 10.1016/j.egypro.2012.07.008.
- [42] A. G. E. Hachimi, H. Zaari, A. Benyoussef, M. E. Yadari, et A. E. Kenz, « First-principles prediction of the magnetism of 4f rare-earth-metal-doped wurtzite zinc oxide », *Journal of Rare Earths*, vol. 32, n° 8, p. 715-721, août 2014, doi: 10.1016/S1002-0721(14)60131-9.
- [43] E. E. Kohnke, « Electrical and optical properties of natural stannic oxide crystals », *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, vol. 23, n° 11, p. 1557-1562, nov. 1962, doi: 10.1016/0022-3697(62)90236-6.
- [44] K. Reimann et M. Steube, « Experimental determination of the electronic band structure of SnO<sub>2</sub> », *Solid State Communications*, vol. 105, n° 10, p. 649-652, mars 1998, doi: 10.1016/S0038-1098(97)10151-X.
- [45] M. Batzill et U. Diebold, « The surface and materials science of tin oxide », *Progress in Surface Science*, vol. 79, n° 2-4, p. 47-154, 2005, doi: 10.1016/j.progsurf.2005.09.002.
- [46] Q. Zhang, P. Liu, C. Miao, Z. Chen, C. M. Lawrence Wu, et C.-H. Shek, « Formation of orthorhombic SnO<sub>2</sub> originated from lattice distortion by Mn-doped tetragonal SnO<sub>2</sub> », *RSC Adv.*, vol. 5, n° 49, p. 39285-39290, 2015, doi: 10.1039/C5RA04946F.
- [47] « Étain : la cassitérite et la stannite | Dossier ». <https://www.futura-sciences.com/sciences/dossiers/chimie-metal-tout-savoir-etain-1416/page/6/>.
- [48] S. Luo *et al.*, « Synthesis and low-temperature photoluminescence properties of SnO<sub>2</sub> nanowires and nanobelts », *Nanotechnology*, vol. 17, n° 6, p. 1695-1699, mars 2006, doi: 10.1088/0957-4484/17/6/025.
- [49] Y. Zhang *et al.*, « Field emission from patterned SnO<sub>2</sub> nanostructures », *Applied Surface Science*, vol. 253, n° 2, p. 792-796, nov. 2006, doi: 10.1016/j.apsusc.2006.01.009.
- [50] Arthur VALLERON, « (2) (PDF) Study and optimization of gas sensors based on tin dioxide (SnO<sub>2</sub>) in automotive exhaust conditions ». [https://www.researchgate.net/publication/281533019\\_Study\\_and\\_optimization\\_of\\_gas\\_sensors\\_based\\_on\\_tin\\_dioxide\\_SnO2\\_in\\_automotive\\_exhaust\\_conditions](https://www.researchgate.net/publication/281533019_Study_and_optimization_of_gas_sensors_based_on_tin_dioxide_SnO2_in_automotive_exhaust_conditions).
- [51] K. G. Godinho, A. Walsh, et G. W. Watson, « Energetic and Electronic Structure Analysis of Intrinsic Defects in SnO<sub>2</sub> », *J. Phys. Chem. C*, vol. 113, n° 1, p. 439-448, janv. 2009, doi: 10.1021/jp807753t.

- [52] A. F. Khan, M. Mehmood, M. Aslam, et M. Ashraf, « Characteristics of electron beam evaporated nanocrystalline SnO<sub>2</sub> thin films annealed in air », *Applied Surface Science*, vol. 256, n° 7, p. 2252-2258, janv. 2010, doi: 10.1016/j.apsusc.2009.10.047.
- [53] J. P. Chatelon, C. Terrier, et J. A. Roger, « Electrical and optical property enhancement in multilayered sol-gel-deposited SnO<sub>2</sub> films », *Semicond. Sci. Technol.*, vol. 14, n° 7, p. 642-647, juill. 1999, doi: 10.1088/0268-1242/14/7/310.
- [54] J. P. Chatelon, C. Terrier, et J. A. Roger, « Influence of Elaboration Parameters on the Properties of Tin Oxide Films Obtained by the Sol-Gel Process », *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, vol. 10, n° 1, p. 55-65, 1997, doi: 10.1023/A:1018384205766.
- [55] B. Min, « SnO<sub>2</sub> thin film gas sensor fabricated by ion beam deposition », *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 98, n° 2-3, p. 239-246, mars 2004, doi: 10.1016/j.snb.2003.10.023.
- [56] N. Kolesnikov et E. Borisenko, *Modern Aspects of Bulk Crystal and Thin Film Preparation*. BoD – Books on Demand, 2012.
- [57] E. Comini, A. Cristalli, G. Faglia, et G. Sberveglieri, « Light enhanced gas sensing properties of indium oxide and tin dioxide sensors », *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 65, n° 1-3, p. 260-263, juin 2000, doi: 10.1016/S0925-4005(99)00350-0.
- [58] M. Melle-Franco et G. Pacchioni, « CO adsorption on SnO<sub>2</sub>(110): cluster and periodic ab initio calculations », *Surface Science*, vol. 461, n° 1-3, p. 54-66, août 2000, doi: 10.1016/S0039-6028(00)00528-8.
- [59] E. Çetinörgü, « Characteristics of filtered vacuum arc deposited ZnO–SnO<sub>2</sub> thin films on room temperature substrates », *Optics Communications*, vol. 280, n° 1, p. 114-119, déc. 2007, doi: 10.1016/j.optcom.2007.08.024.
- [60] Sk. F. Ahmed, S. Khan, P. K. Ghosh, M. K. Mitra, et K. K. Chattopadhyay, « Effect of Al doping on the conductivity type inversion and electro-optical properties of SnO<sub>2</sub> thin films synthesized by sol-gel technique », *J Sol-Gel Sci Technol*, vol. 39, n° 3, p. 241-247, sept. 2006, doi: 10.1007/s10971-006-7808-x.
- [61] S. Belgacem et R. Bennaceur, « Propriétés optiques des couches minces de SnO<sub>2</sub> et CuInS<sub>2</sub> airless spray », *Rev. Phys. Appl. (Paris)*, vol. 25, n° 12, p. 1245-1258, 1990, doi: 10.1051/rphysap:0199000250120124500.
- [62] D. S. Ginley, H. Hosono, et D. C. Paine, Éd., *Handbook of transparent conductors*. New York: Springer, 2010.
- [63] I. A. Karapatnitski, K. A. Mit', D. M. Mukhamedshina, et N. B. Beisenkhanov, « Optical, structural and electrical properties of tin oxide films prepared by magnetron sputtering », *Surface and Coatings Technology*, vol. 151-152, p. 76-81, mars 2002, doi: 10.1016/S0257-8972(01)01611-5.
- [64] N. B. Dahotre et T. S. Sudarshan, Éd., *Intermetallic and ceramic coatings*. New York: Marcel Dekker, 1999.
- [65] A. Ponton, S. Barboux-Doeuff, et C. Sanchez, « Rheology of titanium oxide based gels: determination of gelation time versus temperature », *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, vol. 162, n° 1-3, p. 177-192, mars 2000, doi: 10.1016/S0927-7757(99)00249-6.
- [66] L. Znaidi, « Sol-gel-deposited ZnO thin films: A review », *Materials Science and Engineering: B*, vol. 174, n° 1-3, p. 18-30, oct. 2010, doi: 10.1016/j.mseb.2010.07.001.
- [67] A. Kumar, N. Yadav, M. Bhatt, N. Mishra, P. Chaudhary, et R. Singh, « Sol-Gel Derived Nanomaterials and It's Applications: A Review », *Research Journal of Chemical Sciences*, vol. 5, p. 1-6, déc. 2015.
- [68] V. G. Kessler, « The Synthesis and Solution Stability of Alkoxide Precursors », in *Handbook of Sol-Gel Science and Technology: Processing, Characterization and Applications*, L. Klein, M. Aparicio, et A. Jitianu, Éd. Cham: Springer International Publishing, 2018, p. 31-80. doi: 10.1007/978-3-319-32101-1\_1.

- [69] T. Schneller, Éd., *Chemical solution deposition of functional oxide thin films*. Wien ; New York: Springer, 2010.
- [70] M. P. Pechini, « Method of preparing lead and alkaline earth titanates and niobates and coating method using the same to form a capacitor », US3330697A, 11 juillet 1967 Consulté le: 7 juin 2022. [En ligne]. Disponible sur: <https://patents.google.com/patent/US3330697A/en>
- [71] M. O. Mavukkandy, S. A. McBride, D. M. Warsinger, N. Dizge, S. W. Hasan, et H. A. Arafat, « Thin film deposition techniques for polymeric membranes— A review », *Journal of Membrane Science*, vol. 610, p. 118258, sept. 2020, doi: 10.1016/j.memsci.2020.118258.
- [72] C. J. Brinker, G. C. Frye, A. J. Hurd, et C. S. Ashley, « Fundamentals of sol-gel dip coating », *Thin Solid Films*, vol. 201, n° 1, p. 97-108, juin 1991, doi: 10.1016/0040-6090(91)90158-T.
- [73] P. B. Kirk et R. M. Pilliar, « The deformation response of sol-gel-derived zirconia thin films on 316L stainless steel substrates using a substrate straining test », *Journal of Materials Science*, vol. 34, n° 16, p. 3967-3975, 1999, doi: 10.1023/A:1004695427839.
- [74] S. R. Kunst *et al.*, « New Sol-gel Formulations to Increase the Barrier Effect of a Protective Coating Against the Corrosion and Wear of Galvanized Steel », *Mat. Res.*, vol. 18, n° 1, p. 138-150, févr. 2015, doi: 10.1590/1516-1439.288914.
- [75] H. Zhang et J. F. Banfield, « Thermodynamic analysis of phase stability of nanocrystalline titania », *J. Mater. Chem.*, vol. 8, n° 9, p. 2073-2076, 1998, doi: 10.1039/a802619j.
- [76] A. S. Barnard, P. Zapol, et L. A. Curtiss, « Modeling the Morphology and Phase Stability of TiO<sub>2</sub> Nanocrystals in Water », *J. Chem. Theory Comput.*, vol. 1, n° 1, p. 107-116, janv. 2005, doi: 10.1021/ct0499635.
- [77] J. D. Mackenzie, « Applications of the sol-gel process », *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 100, n° 1-3, p. 162-168, mars 1988, doi: 10.1016/0022-3093(88)90013-0.
- [78] C. J. Brinker et G. W. Scherer, *Sol-Gel Science: the Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*. Saint Louis: Elsevier Science, 2014.
- [79] M. A. Aegerter et M. Mennig, *Sol-gel technologies for glass producers and users*. New York; London: Springer, 2011.
- [80] H. Dislich, « Sol-gel: Science, processes and products », *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 80, n° 1-3, p. 115-121, mars 1986, doi: 10.1016/0022-3093(86)90384-4.

## ***CHAPITRE III***

---

### ***OUTIL DE POLISSAGE À MOUVEMENT VIBRATOIRE -ESSAI PRÉLIMINAIRE-***

## **Chapitre III**

### **Outil de polissage à mouvement vibratoire**

#### *Essai préliminaire*

### **Introduction**

Au vu des études théoriques présentées précédemment, un dispositif intégrant un générateur de vibration magnétostrictif semble une solution prometteuse. Le procédé est donc basé sur le polissage à mouvement vibratoire avec grains abrasifs en solution et permet de polir une surface plus petite des verres optique avec un outil peu coûteux. Étant donné que ce type de dispositif ne nécessite pas l'installation de matériel volumineux, l'appareil pourra s'installer à une simple polisseuse. Contrairement aux autres procédés, celui-ci ne nécessite pas de matériels complexes et coûteux.

L'objectif principal de ce chapitre est d'analyser la vibration d'un outil qui oscille à une fréquence sinusoïdale. De cette façon, il est possible de prévoir la vibration de l'outil et son influence significative sur les résultats du polissage tels que la finition de surface, sa transmission, les taux d'enlèvement de matière, ainsi que la déformation de la surface.

### **1. Développement du dispositif de vibration magnétostrictif**

#### **1.1. Développement de l'outil de polissage**

De nombreuses méthodes sont utilisées pour le polissage des composants optiques afin d'améliorer la rugosité de leur surface et la précision de leur forme. La méthode utilisée dans ce travail est celle animée par un mouvement vibratoire. Cette méthode de polissage a le même principe que le polissage conventionnel sauf que le mouvement rotatif de l'outil est remplacé par un mouvement vibratoire (voir Figure 1).[1]

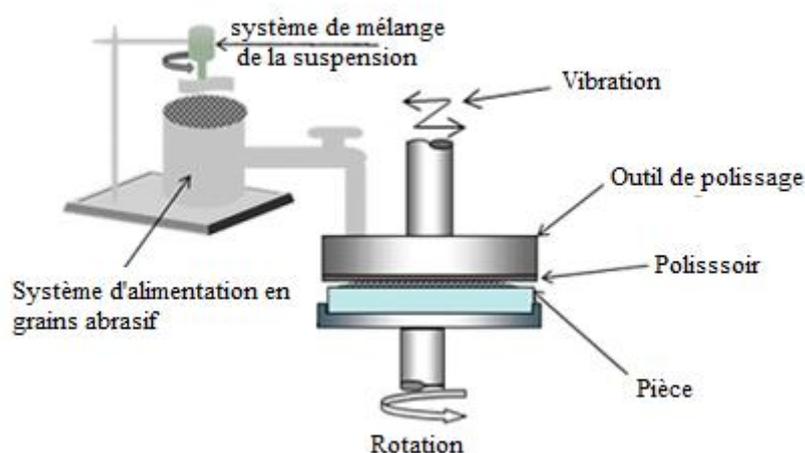


Fig. 1:Principe du polissage animé par un mouvement vibratoire[1]

Le développement d'un outil de polissage à mouvement vibratoire a été conçu et fabriqué pour pouvoir être intégré dans une machine pour polissage classique. La figure 2 montre la structure de l'outil de polissage à mouvement vibratoire, qui consiste en un bras fixé à un boîtier contenant un moteur qui génère le mouvement vibratoire. Le moteur se compose de deux parties : la culasse en matériau ferromagnétique et une bobine incluse dans la culasse. En introduisant un courant électrique dans le système, le phénomène de magnétostriction apparaît. Un arbre est fixé à côté du moteur. Le système magnétostrictif génère des vibrations qui sont transmises à l'arbre puis au porte-outil, générant un mouvement vibratoire.[1] Les dessins de définitions des parties du moteur sont présentés dans l'annexe A.

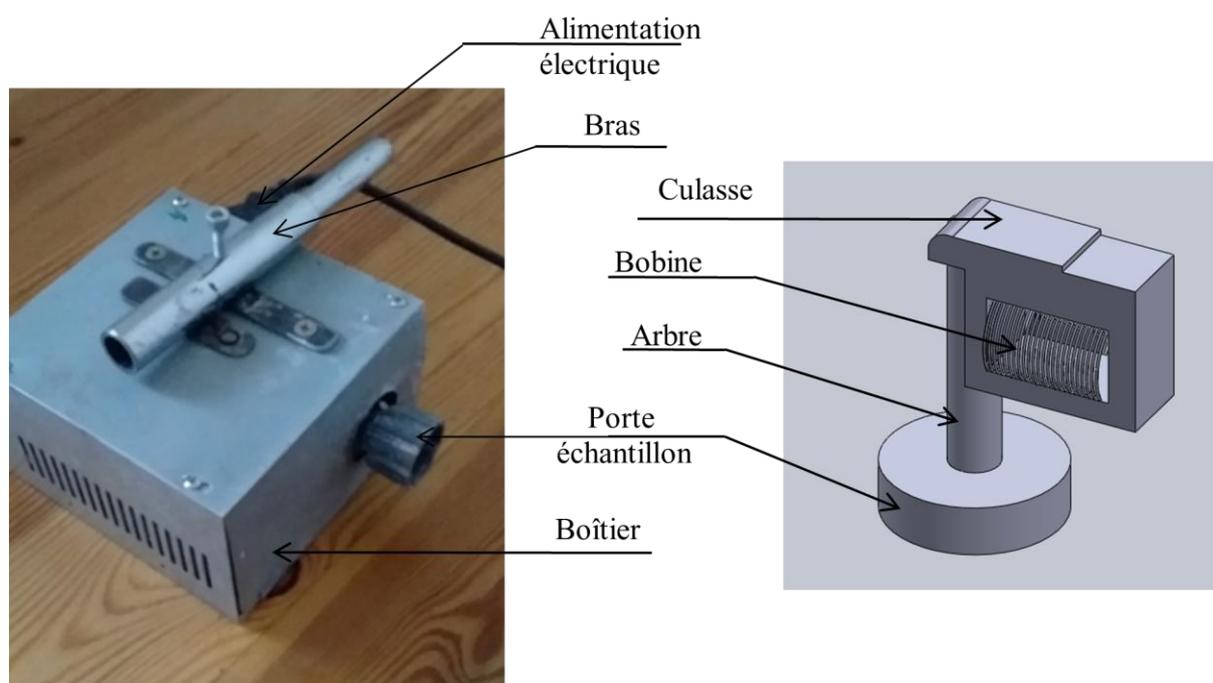


Fig. 2: Illustration et structure de l'outil de polissage à mouvement vibratoire

## 1.2. Mesure de la réponse à la fréquence

Pour contrôler et optimiser la fréquence idéale que l'outil génère, un générateur de tension est utilisé pour alimenter l'outil de polissage en créant des ondes sinusoïdales. Dans ce cas, nous utilisons 6 tensions [100 V, 120 V, 150 V, 180 V, 200 V et 220 V]. La vibration est mesurée par un capteur piézoélectrique KD35 qui est placé radialement sur le dispositif pour délivrer la grandeur physique (vibration) et la transformer en une grandeur électrique (tension). Ce capteur est directement relié à un conditionneur qui amplifie le signal d'entrée et sert de filtre passe-bas. Les signaux analogiques sont convertis à l'aide d'une carte d'acquisition Hantek 1008B qui fonctionne comme un convertisseur numérique-analogique. Au bout de la chaîne d'acquisition, un ordinateur est utilisé pour enregistrer et traiter les données[1].

Les figures 3 et 4 montrent l'illustration schématique du système de mesure de la réponse en fréquence de l'outil magnétostrictif.

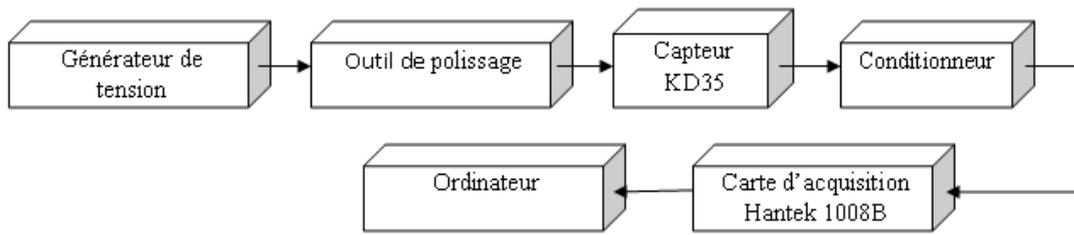


Fig. 3:Illustration schématique du système la réponse à la fréquence[1]

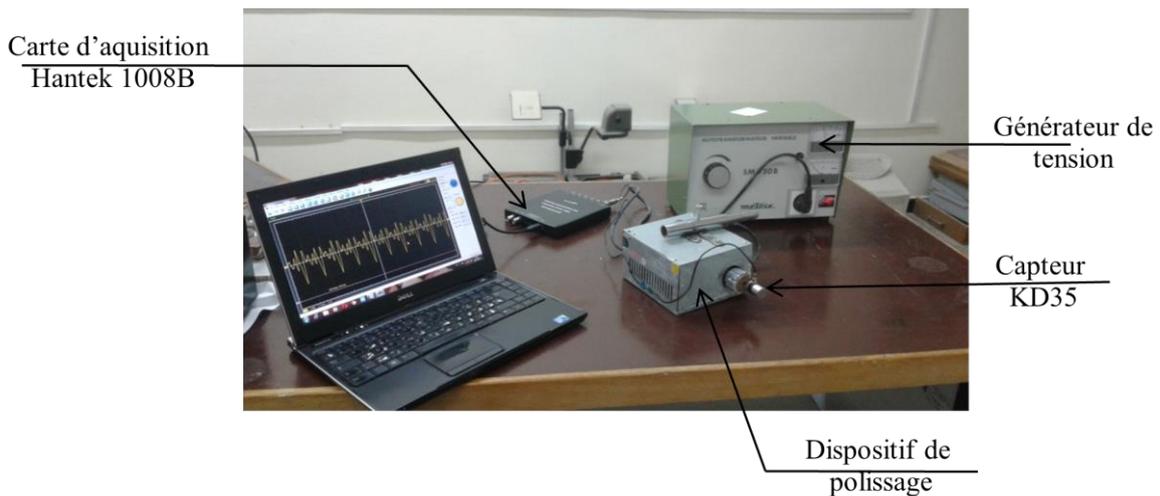


Fig. 4:Principe de la mesure de la vibration

La figure suivante (voir tableau 1) montre la fréquence obtenue en faisant varier la tension d'alimentation de l'outil magnétostrictif.

100V	120V	150V
149,3Hz	372Hz	446,9Hz
180V	200V	220V
991,9Hz	3,08KHz	4,62KHz

Tab. 1:Signaux et fréquences obtenus en fonction de la tension d'entrée[1]

D'après les figures résultantes, on peut constater que le mouvement du dispositif de polissage est un mouvement vibratoire. De plus, lorsque la tension d'alimentation augmente, la fréquence de vibration augmente.

## 2. Optimisation de la fréquence de polissage

Une étude de l'état final de la surface optique en fonction des fréquences obtenues est nécessaire pour l'optimisation de la fréquence optimale. Ainsi, la mesure de la rugosité ( $R_a$ ) et de la transmission optique en fonction des fréquences de polissage de l'outil ont été réalisées.

Dans cette partie l'opération de polissage a été effectuée en utilisant une machine de polissage classique où notre dispositif de polissage à mouvement vibratoire a été intégré (Voir figure 5) en variant les différentes fréquences obtenus par divers alimentation électrique du dispositif de polissage. Les caractéristiques de l'agent de polissage  $CeO_2$  et sa composition chimique utilisée en suspension sont données par les tableaux 2 et 3. La composition chimique de l'oxyde de cérium a été effectuée en utilisant la spectrométrie par fluorescence des rayons X [XRF].



Fig. 5: Dispositif de polissage à mouvement vibratoire intégré à une polisseuse classique

$\varnothing$ moyen fournisseur	0,5 $\mu$ m
Fournisseur	Logitech USA
Couleur	Blanc
Indice de réfraction	2.276
Densité	7,22g/cm <sup>3</sup>
Point de fusion	2750 °K
Conductivité thermique	12 Wm <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup>
Coefficient de Poisson	0.3
Module de Young	165.10 <sup>9</sup> Nm <sup>-2</sup>
Dureté	5 - 6 mohs
Chaleur spécifique	460 Jkg <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup>

Tab. 2: Caractéristiques et Propriétés physiques de l'oxyde de cérium

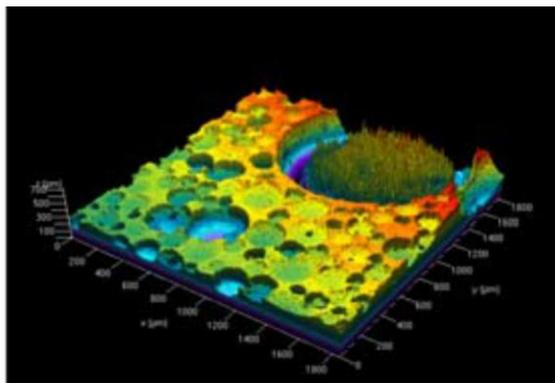
	CeO <sub>2</sub>	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SO <sub>3</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
CeO <sub>2</sub>	99,5	0,397	0,0644	0,034	0,0206	0,018

Tab. 3:Composition chimique de CeO<sub>2</sub> (masse %)

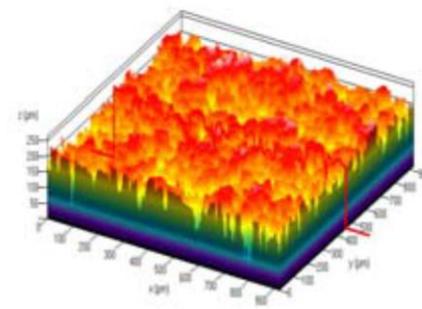
Les polissoirs utilisés dans nos expériences, fournis par la firme allemande Pieplow and Brandt, illustré dans la figure 6, leurs caractéristiques sont données par le tableau 4. Les images de la microstructure superficielle des deux polissoirs ont été obtenues en utilisant la microscopie confocale à balayage laser [CLMS]

	Epaisseur [mm]	Module de YOUNG [MPa]	Dureté Shore A	Porosité
LP66	1.445	9.8	78	37%
POLYCON 100	1.1	2.29	87,7	7%

Tab. 4:Caractéristiques des deux polissoirs utilisés



Lp66



Polycon 100

Fig. 6:Microstructure superficielle des deux polissoirs utilisés [1]

Les opérations de polissage ont été effectuées sur des échantillons préalablement doucis en verre BK7, LF(Flint) et FK (crown) dont les caractéristiques fournies par la compagnie SHOTT sont données aux tableaux 5 et la figure 7. Leurs compositions chimiques sont données par le tableau 6. Les conditions de travail sont présentées au tableau 8.

	Tg [° C]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	E [10 <sup>3</sup> N/mm <sup>2</sup> ]	HV <sub>0.1/20</sub> Constructeur [MPa]	n <sub>d</sub>	V <sub>d</sub>
BK7	557	2.51	82	610	1.51680	64.17
LF5	419	3,22	59	450	1,58144	40,85
N-FK5	466	2.45	62	520	1.48749	70.23

Tab. 5:Caractéristiques physique des verres BK7, Flint et Crown SHOTT [2]

Eléments	SiO <sub>2</sub>	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	BaO	As <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
BK7	68,9	10,1	8,8	8,4	2,8	1	-	-
LF5	64,4	8,95	3,71	16	-	1,83	3,53	-
N-FK5	50,9	9,94	0.724	18,7	-	0,3	0,0407	14,1

Tab. 6:Composition chimique du verre BK7 ,Flint et Crown SHOTT [2]

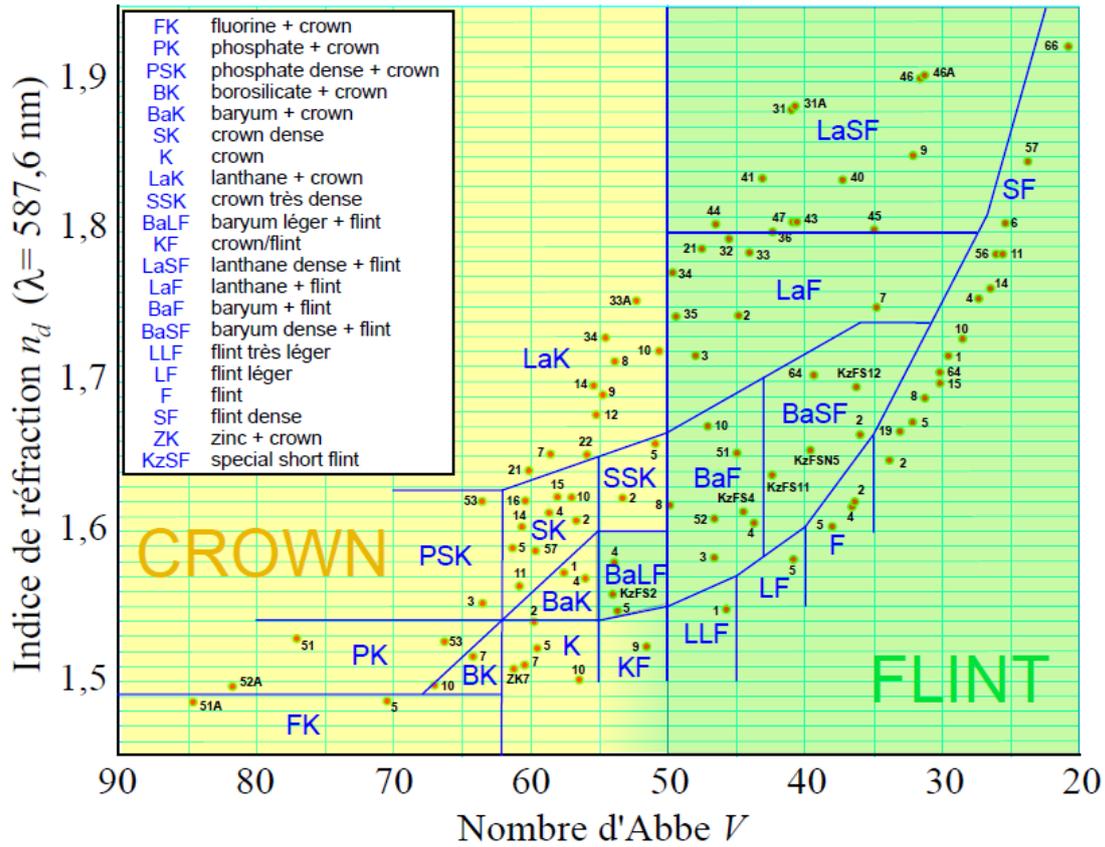


Fig. 7:Caractéristiques optiques des verres optiques selon SHOTT[3]

Conditions de polissage	
Temps	1 heure
Polissoir	Lp66, Polycon 100
Suspension	Oxyde de cerium CeO <sub>2</sub> dans de l'eau (Diamètre 0,5µm) (logitech USA)
Concentration de la suspension	50g/100ml
échantillon	BK7 Schott, FK, LF Ø 20mm
Pression de polissage	0,068 MPa (Charge 2,14 kg)
Fréquences de l'outil	149,3Hz, 372Hz, 446,9Hz, 991,9Hz, 3,08KHz, 4,62KHz

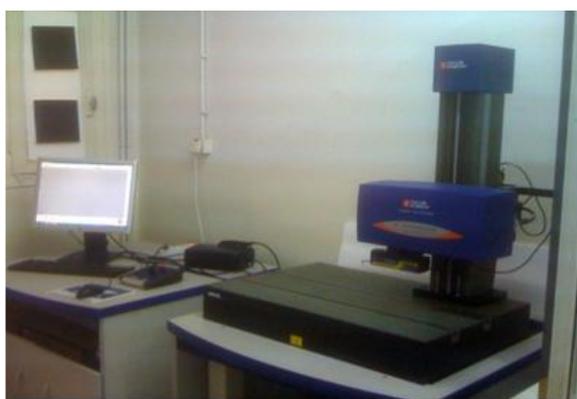
Tab. 7:Conditions du polissage

Après le processus de polissage, les échantillons de verre optique ont été nettoyés avec de l'acétone puis trempés dans un bain à ultrason pour mieux éliminer les impuretés qui est représenté dans la figure 8.

L'état de surface est évalué par le profilomètre mécanique de type 2D TAYLOR HOBSON (PRECISION MEASUREMENT SYSTEM FORM TALYSURF 120) fabriqué par la société Taylor Hobson (voir fig.9.a). Il est équipé d'un palpeur en diamant qui permet le balayage du profil et doté d'un logiciel de calcul qui permet l'obtention des différents critères de rugosité ( $R_a$ ,  $R_q$ ,  $R_t$ ,...), la forme et la déviation de la surface, en plus de son profil en 2D. Tandis que la mesure de la transmission a été réalisée en utilisant le spectrophotomètre de type UV-Visible SPECTROPHOTOMETER 1800 (voir fig.9.b).



Fig. 8: Bain à ultrason



(a)



(b)

Fig. 9: Appareillage caractérisant l'état de surface a) profilomètre mécanique, b) Spectrophotomètre UV

Les résultats de la rugosité et de la transmission en fonction de la fréquence de polissage pour les trois types de verres (BK7, FK, LF) sont montrés dans les Fig. 10,11 et 12.

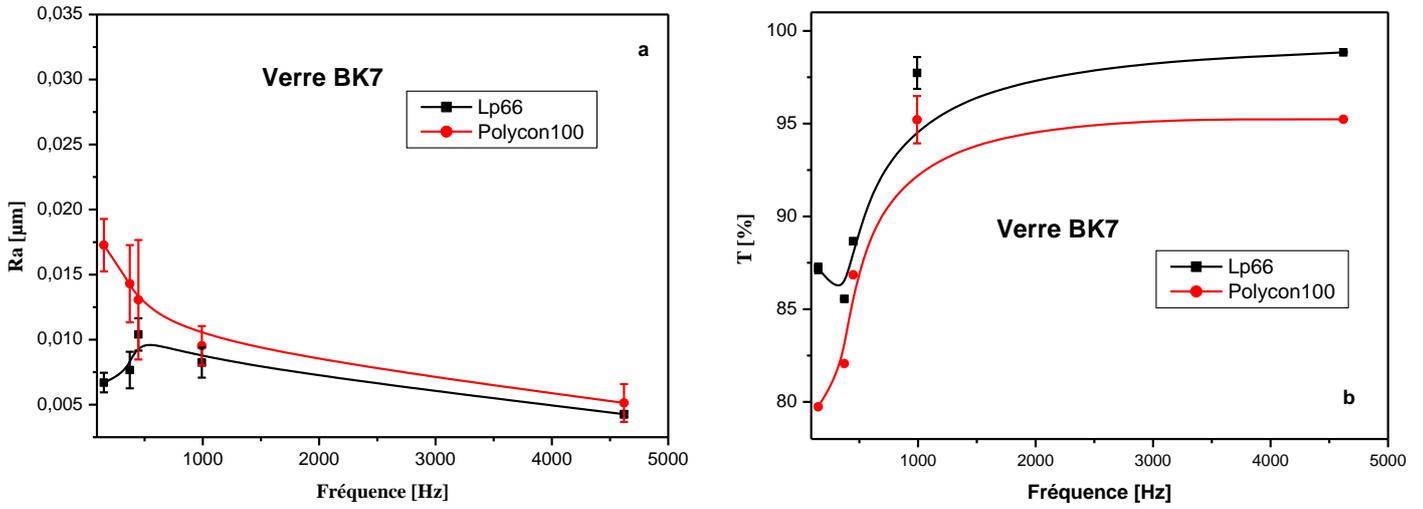


Fig. 10: Résultats de polissage du verre BK7 obtenus pour différentes fréquences a) Rugosité Ra, b) Transmission [1]

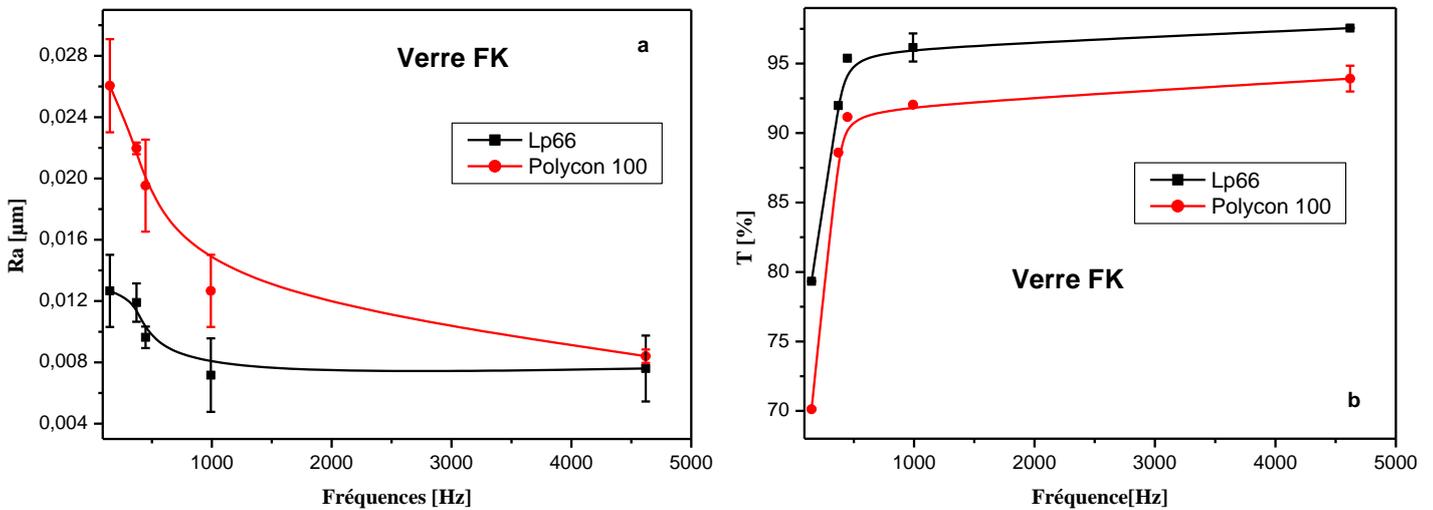


Fig. 11: Résultats de polissage du verre crown [FK] obtenus pour différentes fréquences a) Rugosité Ra, b) Transmission

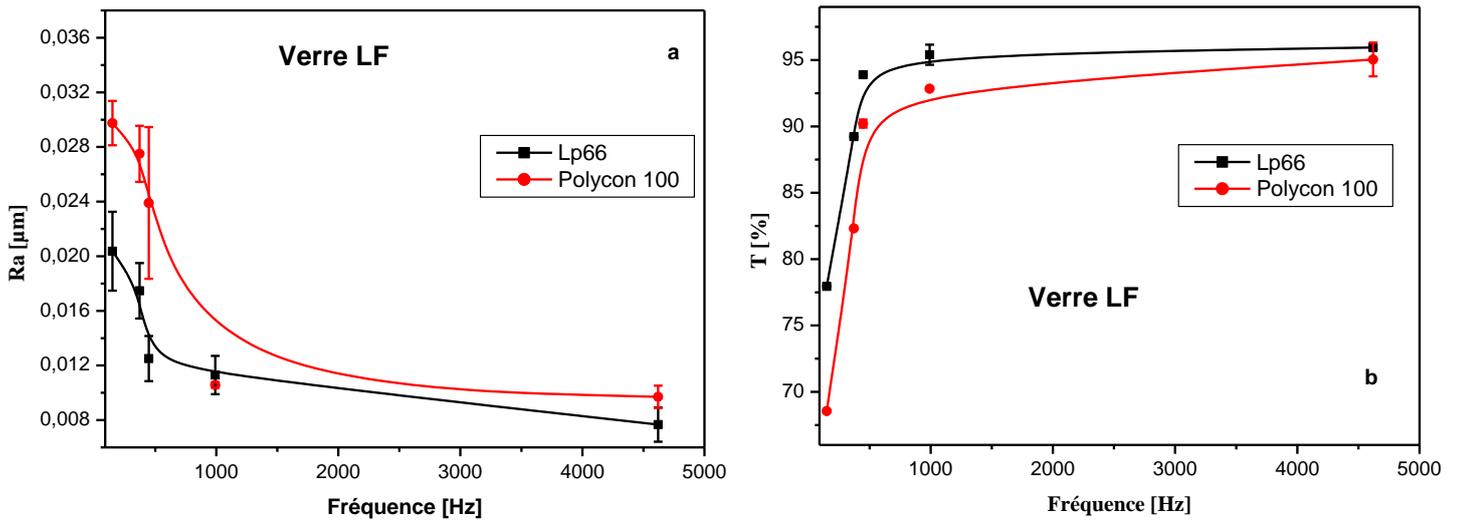


Fig. 12: Résultats de polissage du verre Flint [LF] obtenus pour différentes fréquences a) Rugosité Ra, b) Transmission

D'après les figures 10,11 et 12, on constate que la forme générale des courbes de l'évolution du fini de surface (la rugosité) et la transmission sont très similaire.

L'état de surface évolue en indiquant que la rugosité diminue jusqu'à une fréquence de 4,62 KHz et vis versa pour les courbes de transmission. Cela peut être probablement expliqué par le fait que la vibration est transmise aux grains abrasifs impactant ainsi la surface des verres avec des accélérations extrêmement élevés ainsi les abrasifs crée une action de martèlement localisé de la suspension. Cette action empêche l'agglomération des microparticules ce qui permet aux particules abrasifs de pénétrer plus facilement dans la zone de polissage [4,5]. Ainsi l'état de surface est étroitement lié à la fréquence de vibration lors du processus de polissage comme l'on démontré plusieurs chercheurs [120]. En effet il a été prouvé que l'enlèvement de matière de la pièce se fait par le martèlement à haute fréquence des particules abrasifs dans la surface [6]. Par conséquent plus la fréquence de vibration est grande plus l'enlèvement de matière est grand plus l'état de surface est meilleur ainsi une transmission élevée.

Grâce à l'analyse du mouvement vibratoire, une fréquence de 4,62 KHz est choisie car à cette fréquence, l'amplitude maximale de vibration peut être obtenue avec un meilleur état de surface et une transmission élevée.

### 3. Simulation par éléments finis

La simulation et l'analyse par éléments finis offre une solution théorique du modèle traité. Celle-ci permet de prévoir l'influence de la vibration sur la surface optique polie. Étant données les simplifications effectuées, bien que le modèle étudié se rapproche de la réalité, les résultats obtenus par cette étude restent une approximation de la réponse réelle du système.

Afin d'analyser le processus de polissage, des simulations par éléments finis du polissage par mouvement vibratoire du verre BK7 avec deux polissoirs de géométrie et de structure différentes (Polycon 100 et Lp66) ont été réalisées à l'aide d'ABAQUS / CAE avec une analyse dynamique explicite pour analyser l'effet de la pression et de la vibration sur la surface de l'échantillon du verre. La figure 13 montre le modèle FE du polissage par mouvement vibratoire. Les matériaux de l'échantillon de verre et du polissoir ont été modélisés comme des corps déformables avec les propriétés listées dans le tableau 8 et maillés avec des éléments hexaédriques linéaires C3D8R et des éléments tétraédriques quadratiques C3D10M pour le polissoir à pores Lp66. Les pores ont été introduits dans le polissoir comme un réseau irrégulier de pores. Une densité de maillage a été augmentée autour de la zone de contact de l'échantillon pour assurer la précision des résultats ; cette densité est devenue plus grossière à fur et à mesure que l'on s'éloignait de cette zone pour réduire le temps de calcul.

Une pression uniforme de 0,068 MPa a été appliquée à l'échantillon de verre optique en considérant l'effet de vibration de l'outil de polissage avec une fréquence de 4,67 Khz sur la surface de l'échantillon, ce dernier a un mouvement rotatoire pendant le polissage avec une vitesse de 119 rpm. L'agent de polissage n'a pas été impliqué dans le modèle.[1]

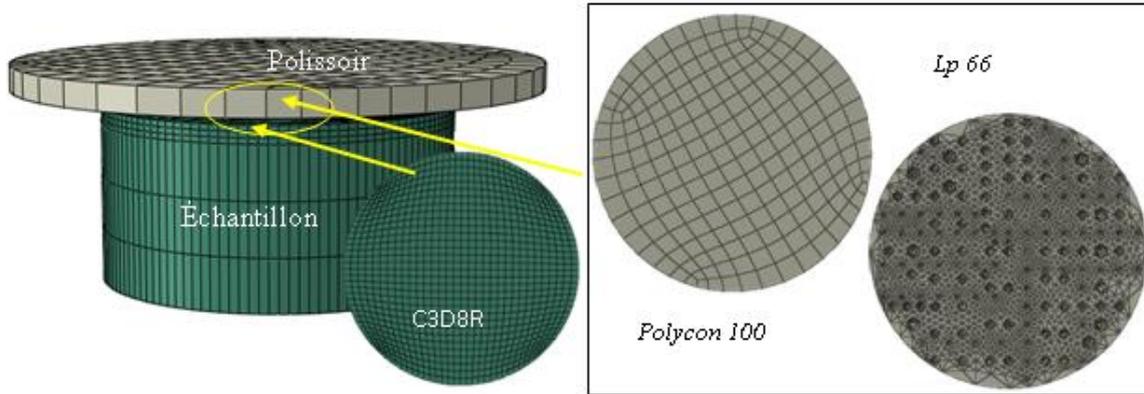


Fig. 13:Modèle par éléments finis du polissage à mouvement vibratoire du verre BK7 [1]

	Module d'élasticité [Mpa]	coefficient de Poisson	Densité Kg/m <sup>3</sup>
Verre BK7	82000	0.208	2510
Lp66	9.8	0.2	398.4
Polycon 100	2.29	0.47	441.3

Tab. 8:Propriétés des matériaux utilisés dans la simulation [1]

### 3.1.Résultats de la simulation et discussion

La distribution de la pression entre la pièce (verre) et l'outil de polissage est très complexe et moins bien comprise en raison des multiples facteurs qui peuvent l'affecter. La Figure 14 montre schématiquement la distribution de la pression de contact appliquée sur la surface du verre BK7 après simulation EF du polissage à mouvement vibratoire.

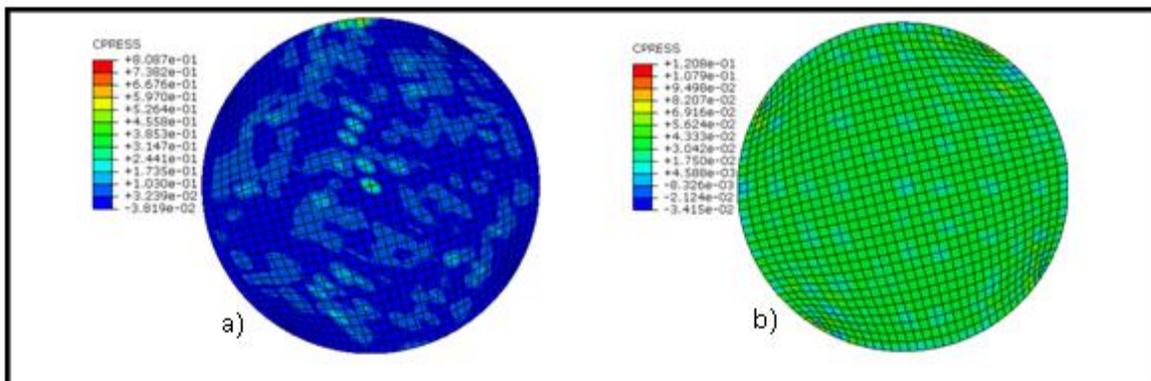


Fig. 14:Distributions de la pression de contact sur la pièce (échantillon) après le polissage par mouvement vibratoire du verre BK7 : a) pour Polycon 100, b) pour Lp66 [1]

On peut constater que la distribution de la pression sur toute la surface de la pièce peut être considérée comme une distribution uniforme. On peut également noter que la valeur de la pression exercée entre la surface du verre BK7 et le polissoir Lp66 est supérieure à celle obtenue avec le polissoir Polycon 100.

Dans le processus de polissage des surfaces planes, il est très important d'obtenir une distribution uniforme de la pression afin d'obtenir un enlèvement de matière uniforme et une planéité de haute qualité de la pièce.

La figure 15 montre schématiquement le contour de la déformation normale du verre BK7 après simulation EF du processus de polissage à mouvement vibratoire. Cette déformation est liée à l'enlèvement de matière de la surface de la pièce. On peut voir que l'enlèvement de matière sur le bord de l'échantillon est significativement plus élevé qu'au milieu de l'échantillon.

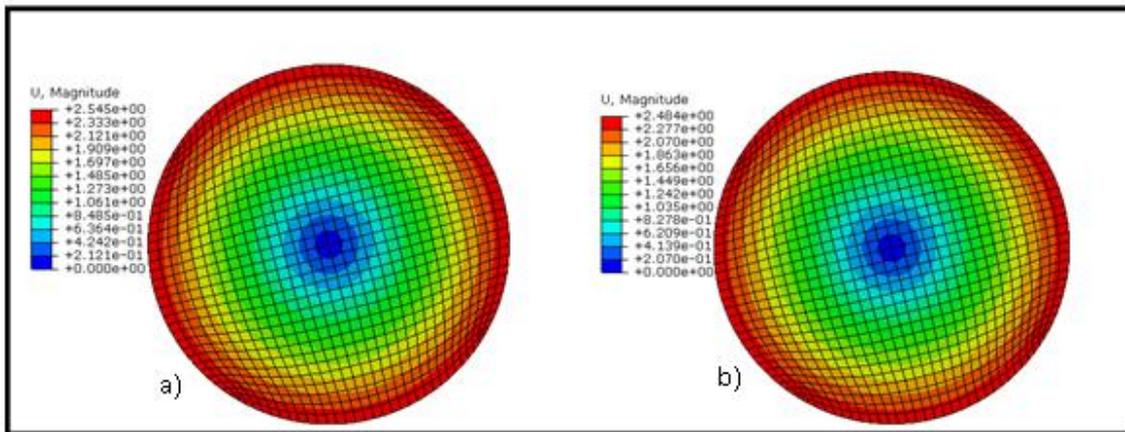


Fig. 15:Contour de la déformation normale dans les simulations par éléments finis (FE) du polissage à mouvement vibratoire du verre BK7 : a) pour Polycon 100, b) pour Lp66 [1]

La simulation par éléments finis FE a montré la distribution uniforme de la pression de contact et de la déformation normale de l'échantillon lors du polissage vibratoire.

## Conclusion

Cette recherche traite le développement d'une nouvelle technique de polissage à mouvement vibratoire. Elle vise non seulement à réduire les coûts de production d'un composant optique, mais aussi à permettre la fabrication et la finition de celui-ci avec une machine outil simple. Le dispositif développé aura à rencontrer plusieurs critères :

✓ Le dispositif doit offrir une solution économique, c'est-à-dire que le coût de matériel doit être faible et le procédé de polissage doit être rapide ;

✓ Il doit offrir la possibilité d'être entièrement automatisé ;

✓ Il doit pouvoir s'installer dans une machine outil standard ;

✓ L'outil doit pouvoir s'adapter à toutes les formes des composants optique ;

✓ Le procédé de finition doit être répétitif ;

✓ Le procédé doit permettre d'atteindre un fini de surface miroir de l'ordre nanométrique.

## Références

- [1] H. Mounir, T. Aliouane, et L. Kerdja, « Technological study of polishing animated by a vibratory movement for BK7 glass », *Optik*, vol. 247, p. 167923, déc. 2021, doi: 10.1016/j.ijleo.2021.167923.
- [2] « Schéma Abbe interactif ». <https://www.schott.com/fr-ch/schema-abbe-interactif>.
- [3] « Nombre d'Abbe », *Wikipédia*. [En ligne]. Disponible sur: [https://fr.wikipedia.org/w/index.php?title=Nombre\\_d%27Abbe&oldid=181747956](https://fr.wikipedia.org/w/index.php?title=Nombre_d%27Abbe&oldid=181747956)
- [4] N. Kimura, Y. Ishii, H. Hiyama, K. Okumura, et H. Yano, « Apparatus for polishing a substrate », US7291057B2, 6 novembre 2007. [En ligne]. Disponible sur: <https://patents.google.com/patent/US7291057/en>
- [5] J. DeGroot, Nelson, B. Light, D. Savage, R. Wiederhold, et M. Mandina, « VIBE™ Finishing to Remove Mid-Spatial Frequency Ripple », in *International Optical Design Conference and Optical Fabrication and Testing*, Jackson Hole, WY, 2010, p. OWE2. doi: 10.1364/OFT.2010.OWE2.
- [6] A. R. Jones et J. B. Hull, « Ultrasonic flow polishing », *Ultrasonics*, vol. 36, n° 1-5, p. 97-101, févr. 1998, doi: 10.1016/S0041-624X(97)00147-9.

## ***CHAPITRE IV***

---

### ***EXPÉRIMENTATION SUR LE POLISSAGE À MOUVEMENT VIBRATOIRE***

## Chapitre IV

### Expérimentation sur le polissage à mouvement vibratoire

#### Introduction

Le polissage à abrasifs libres est une opération très complexe succédant le doucissage. Le polissage à mouvement vibratoire est employé dans le but de réduire au maximum les défauts micro-géométriques et de produire une surface plus fine que possible. Cet objectif attendu par ce type de processus nécessite l'analyse des paramètres ayant un effet dominant sur les résultats de polissage. L'efficacité du processus est étroitement liée au type du polissoir utilisé, à la durée de polissage, au type de verre utilisé, la nature de la suspension de polissage....etc. Dans ce chapitre, le traitement de différentes surfaces de verre optique par le procédé de polissage à mouvement vibratoire est étudié en les caractérisant par l'emploi de techniques optiques et mécaniques. L'observation des données doit permettre de déterminer une direction d'optimisation du procédé.

#### 1. Opération de polissage à mouvement vibratoire sur des surfaces optiques planes

##### 1.1.Procédure expérimentale

Dans le but d'étudier l'impact du temps de polissage ,du polissoir et la nature du verre optique, des opérations de polissage ont été effectuées en utilisant des grains abrasifs d'oxyde de cérium en suspension et une machine de polissage classique où notre dispositif de polissage à mouvement vibratoire a été intégré présenté dans le chapitre III (voir figure 2) .

Les caractéristiques de l'agent de polissage  $CeO_2$  et sa composition chimique utilisée en suspension sont données par les tableaux 2 et 3 du Chapitre III.

Les polissoirs utilisés dans nos expériences, fournis par la firme allemande Pieplow and Brandt ainsi leurs caractéristiques sont mentionné au chapitre précédent (Chapitre III).Les opérations de polissage ont été effectuées sur des échantillons préalablement doucis en verre BK7, LF(Flint) et FK (crown) dont les caractéristiques fournies par la compagnie SHOTT .Les conditions de travail sont présentées au tableau 1.

Paramètres de polissage	
Échantillon	BK7 (Ø 20mm), Flint LF (Ø 20mm), Crown FK (Ø 20mm)
Pression de polissage	0,068 MPa (Charge 2,14 kg)
Polissoir	LP66, Polycon100
Vitesse de l'échantillon	119 tr/min
Fréquence de l'outil	4,62KHz
Temps de polissage	60 minutes (1 heure)
Concentration	0,5g/ml
pH	7
Grains abrasifs	CeO <sub>2</sub> (Diamètre 0,5µm) (logitech USA)

Tab. 1:Condition de travail lors du polissage

Le déroulement des essais est montré par l'organigramme de la figure 1.

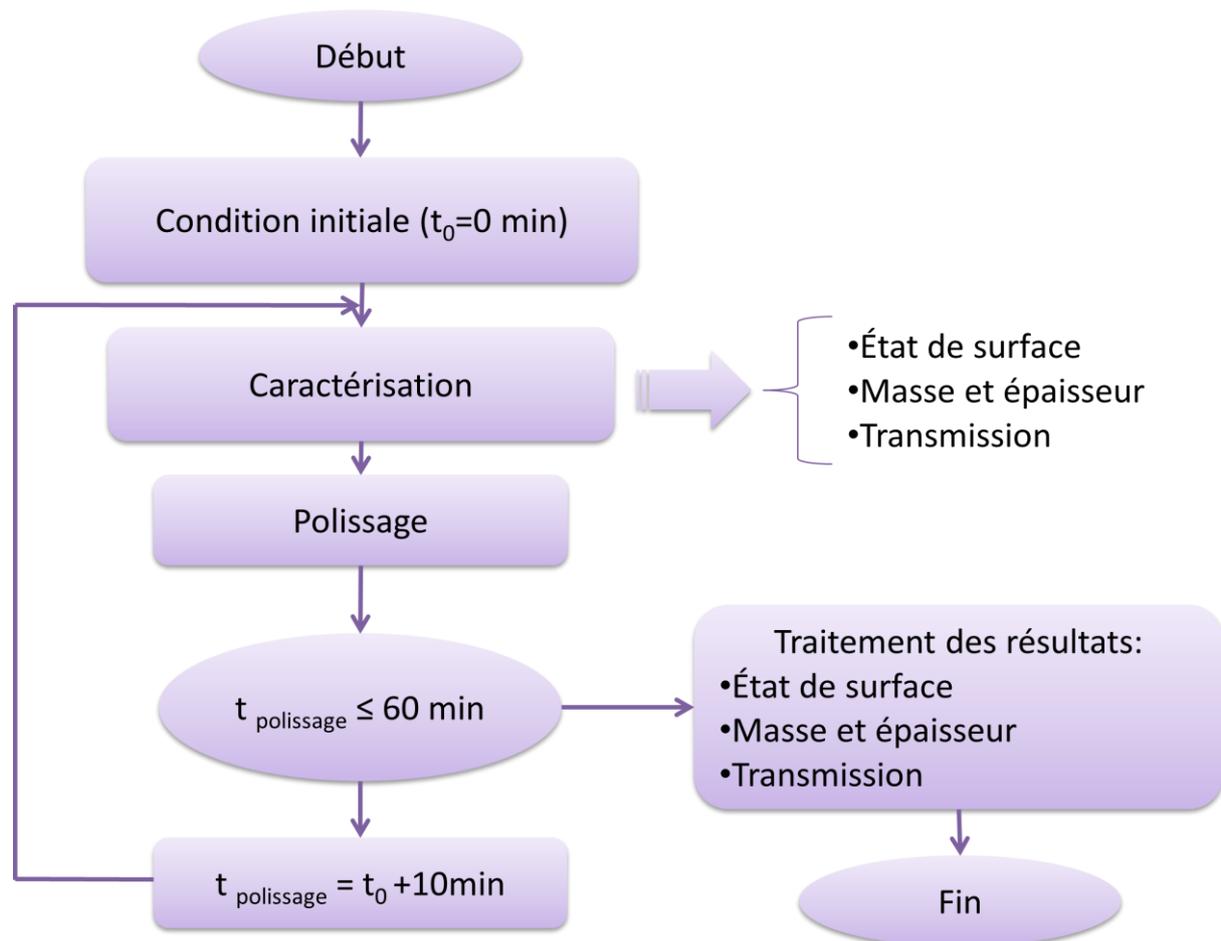


Fig. 1:Organigramme du déroulement des essais

Lors du polissage, les échantillons de verre optique ont été nettoyé avec de l'acétone puis trempé dans un bain à ultrason pour éliminer les impuretés (représenté dans la figure 7

chapitre III). L'état de surface est évalué par le profilomètre mécanique de type 2D TAYLOR HOBSON (PRECISION MEASUREMENT SYSTEM FORM TALYSURF 120), ainsi que la transmission à été réalisé en utilisant le spectrophotomètre de type UV SPECTROPHOTOMETER 1800.

## 1.2.Résultats et interprétation

### a. Perte en masse et en épaisseur (taux d'enlèvement de matière MRR)

Le taux d'enlèvement de matière est considéré soit comme étant le cumulé de la masse enlevée durant le processus de polissage, soit la diminution de l'épaisseur. La perte en masse est donnée par la relation suivante :

$$\Delta m = m_i - m_f \dots \dots \dots (1)$$

Où :  $\Delta m$  est la perte en masse,  $m_i$  est la masse initiale et  $m_f$  est la masse finale

Tandis que la perte en épaisseur est donnée par la relation suivante :

$$\Delta e = e_i - e_f \dots \dots \dots (2)$$

Où :  $\Delta e$  est la perte en épaisseur,  $e_i$  est l'épaisseur initiale et  $e_f$  est l'épaisseur finale.

La mesure de la masse a été effectuée par une balance de précision présentée à la figure 2.a, tandis que la mesure de l'épaisseur a été réalisée par le biais du Mesureur universel horizontal illustré à la figure 2.b. Les résultats obtenus sont montrés aux figures 3 et 4.



(a)



(b)

Fig. 2:Appareillage caractérisant la perte en masse et la perte en épaisseur a) balance, b) mesureur universel horizontal

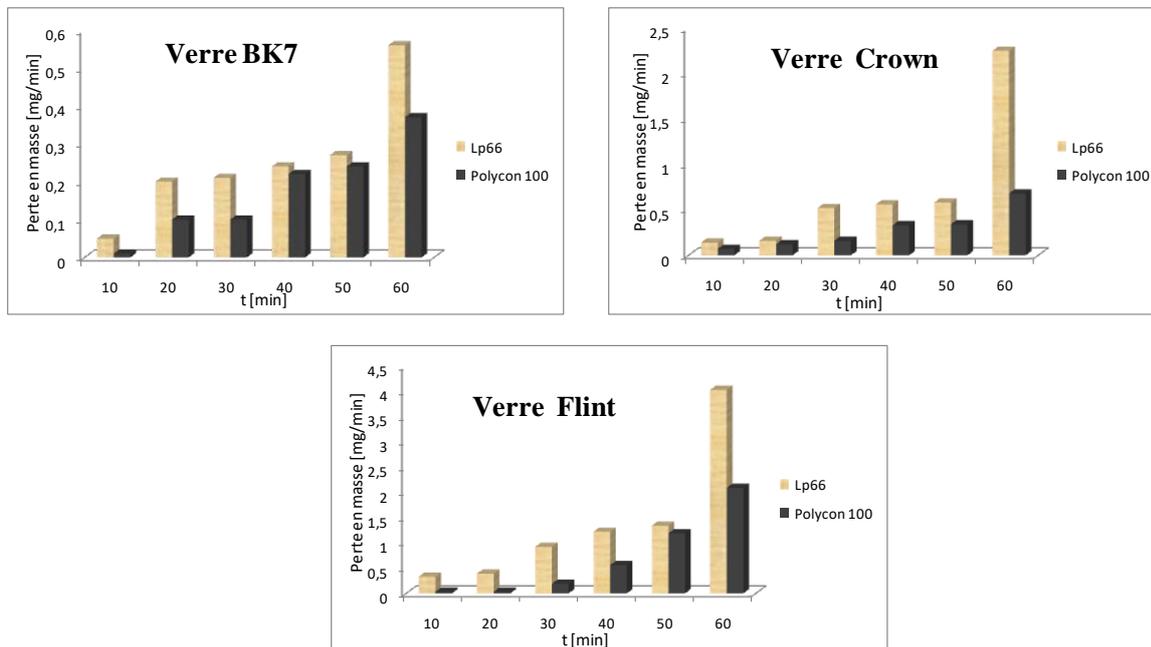


Fig. 3: Variation de la perte en masse des verres optiques en fonction du temps de polissage

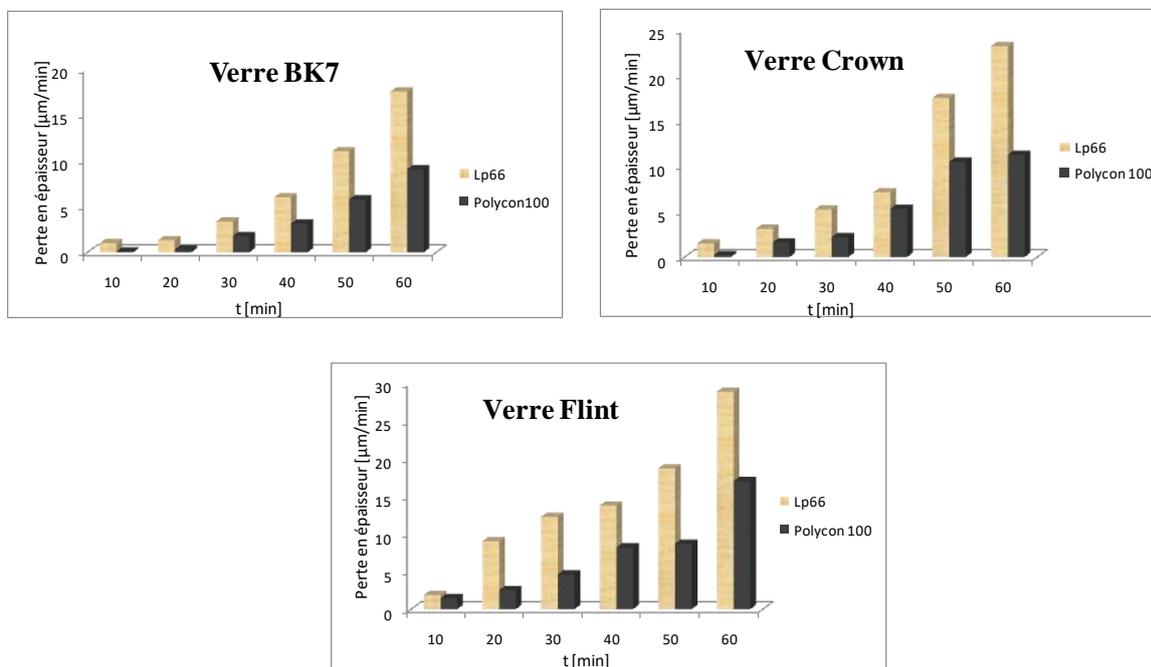


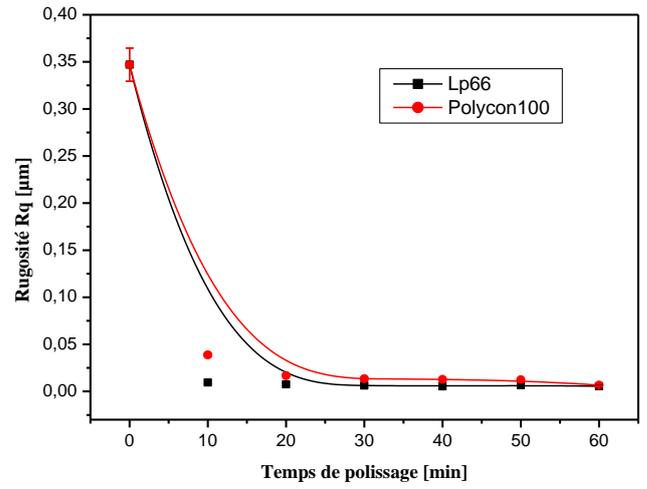
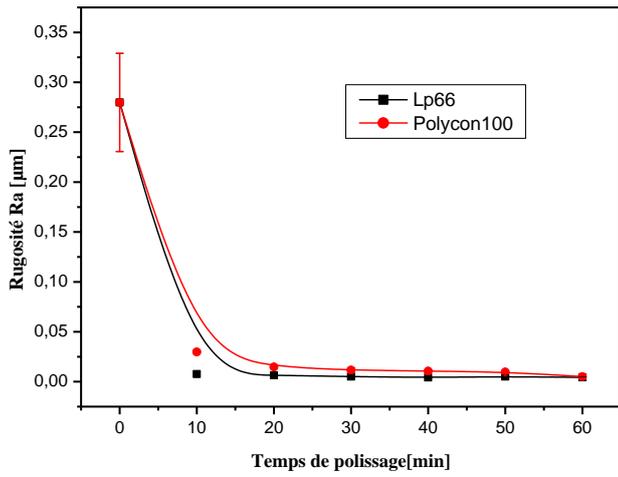
Fig. 4: Variation de la perte en épaisseur des verres optiques en fonction du temps

D'après les résultats obtenus, on constate que les valeurs de la perte en masse et la perte en épaisseur augmentent au fur et à mesure que le temps de polissage augmente. Effectivement, il est à remarquer que l'augmentation de la perte en épaisseur des échantillons de verres optiques est accompagnée par une augmentation de la perte en masse. Ceci est expliqué par l'enlèvement de la matière par l'agent de polissage (grains abrasifs) et la présence continue de grains abrasifs qui alimentent le processus de polissage. La relation entre le taux d'enlèvement de matière et le temps de polissage est une relation proportionnelle. Ceci a été prouvé dans les études de Preston [1]. L'application de vibrations augmente le taux d'enlèvement de matière, ce qui est cohérent avec les expériences. Les modes d'enlèvement de matière présents dans ce type de procédé sont principalement dus à la pression entre le polissoir et la surface de l'échantillon produite par les vibrations. En effet, la surface est usinée par l'impact direct des particules abrasives propulsées par l'outil, et lorsqu'une pression est appliquée entre l'outil (polissoir) et la pièce, le martèlement direct des particules abrasives façonne la surface. Enfin, les vibrations transmises par le liquide de suspension aux grains abrasifs provoquent la vibration de ces derniers sur la surface.

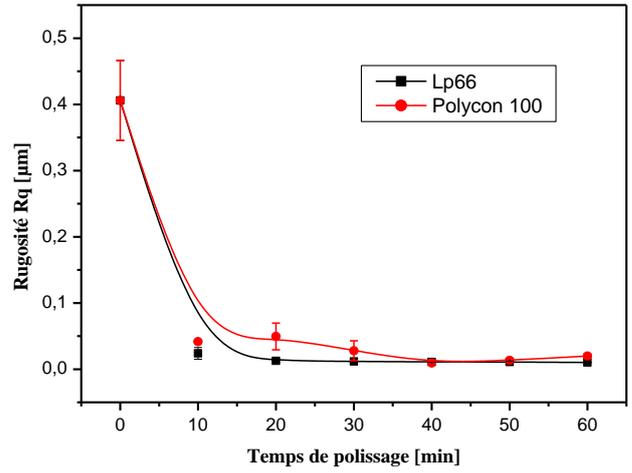
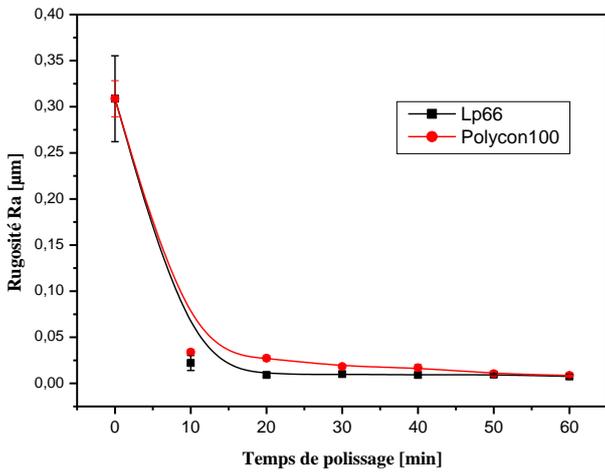
D'autre part, on constate que le taux d'enlèvement de matière est plus élevé pour le polissoir de type Lp66 que pour celui de type Polycon 100. Ceci peut être expliqué par la porosité des polissoirs qui joue un rôle très important dans le taux d'enlèvement de matière ; effectivement, la porosité du polissoir Lp66 est plus élevée que celle du Polycon 100 ce qui permet aux grains abrasifs de rester à l'intérieur de ses pores pour former un outil tranchant et par conséquent un taux d'enlèvement de matière plus élevé.

#### ***b. Etat de surface des verres***

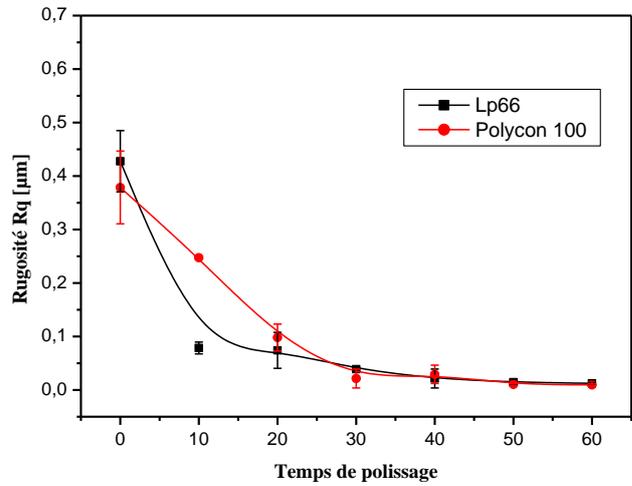
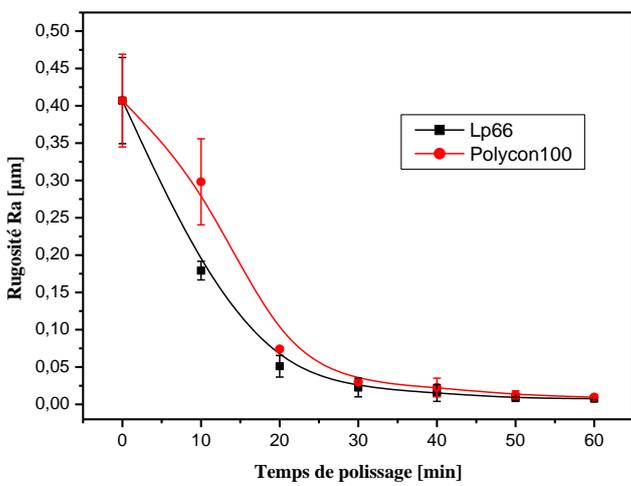
Les résultats des critères de rugosité [Ra, Rq et P-V (Peak to valley)] pour les trois types de verre (BK7, LF5 , N-FK5) sont donnés par les figures 5,6 et 7.



a) Verre BK7 [2]

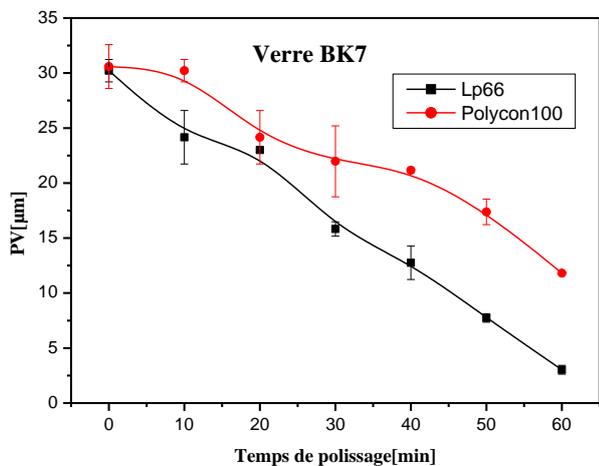


b) Verre FK (Crown)

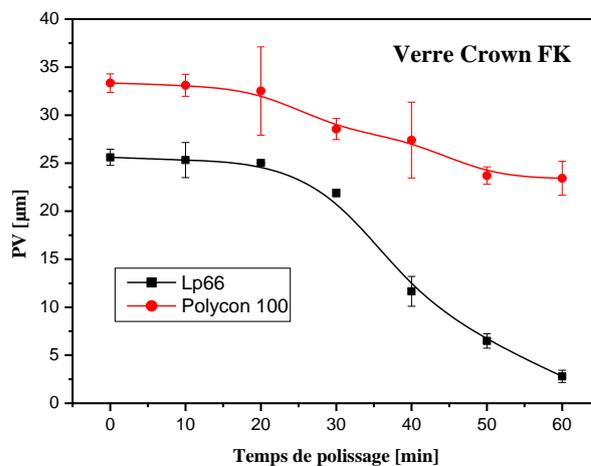


c) Verre LF (Flint)

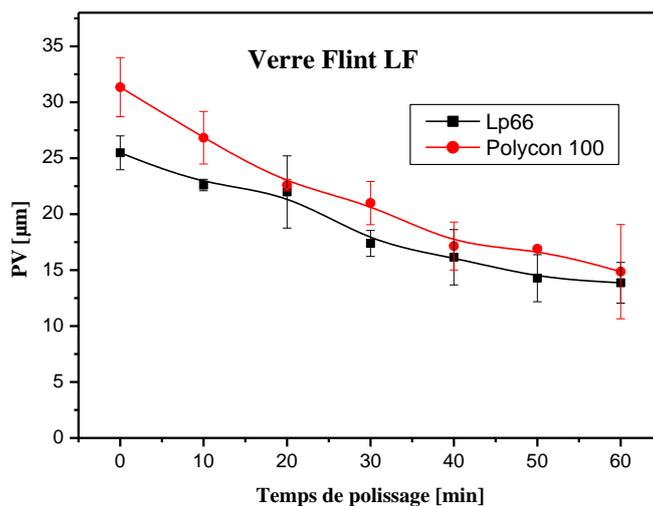
Fig. 5: Évolution de la rugosité Ra, Rq en fonction du temps de polissage



a) Verre BK7

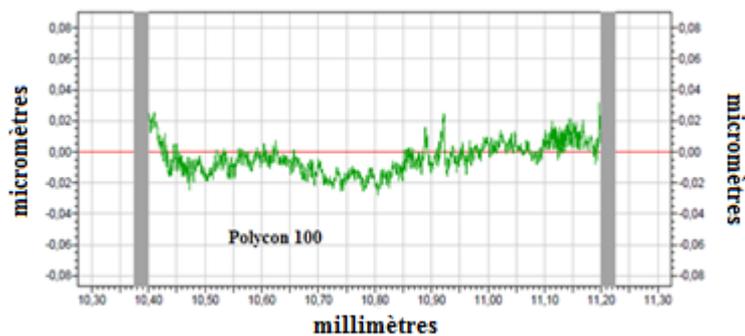
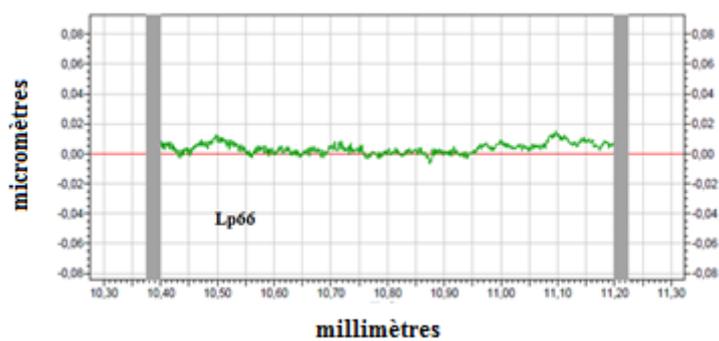
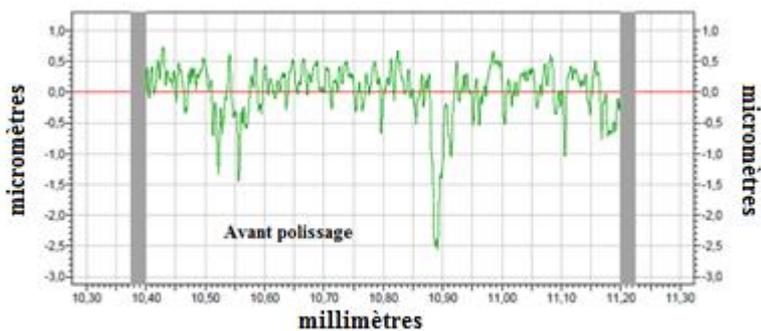


b) Verre FK (Crown)

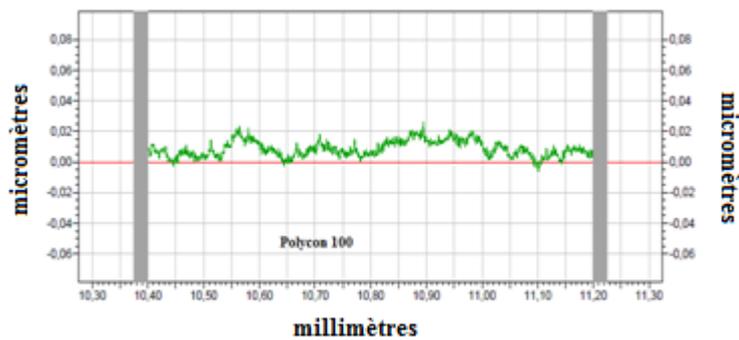
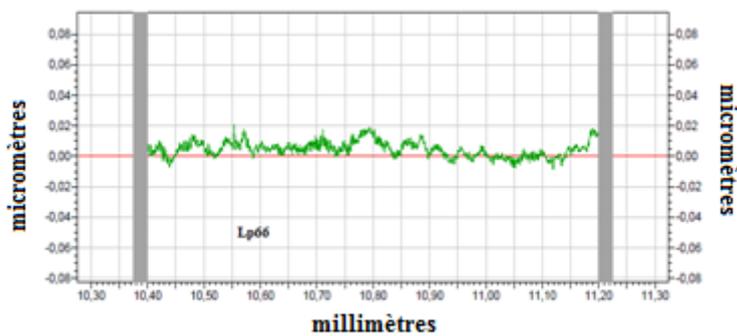
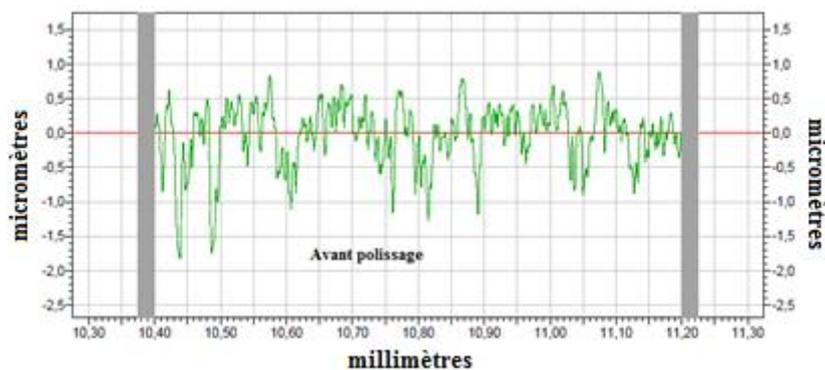


c) Verre LF (Flint)

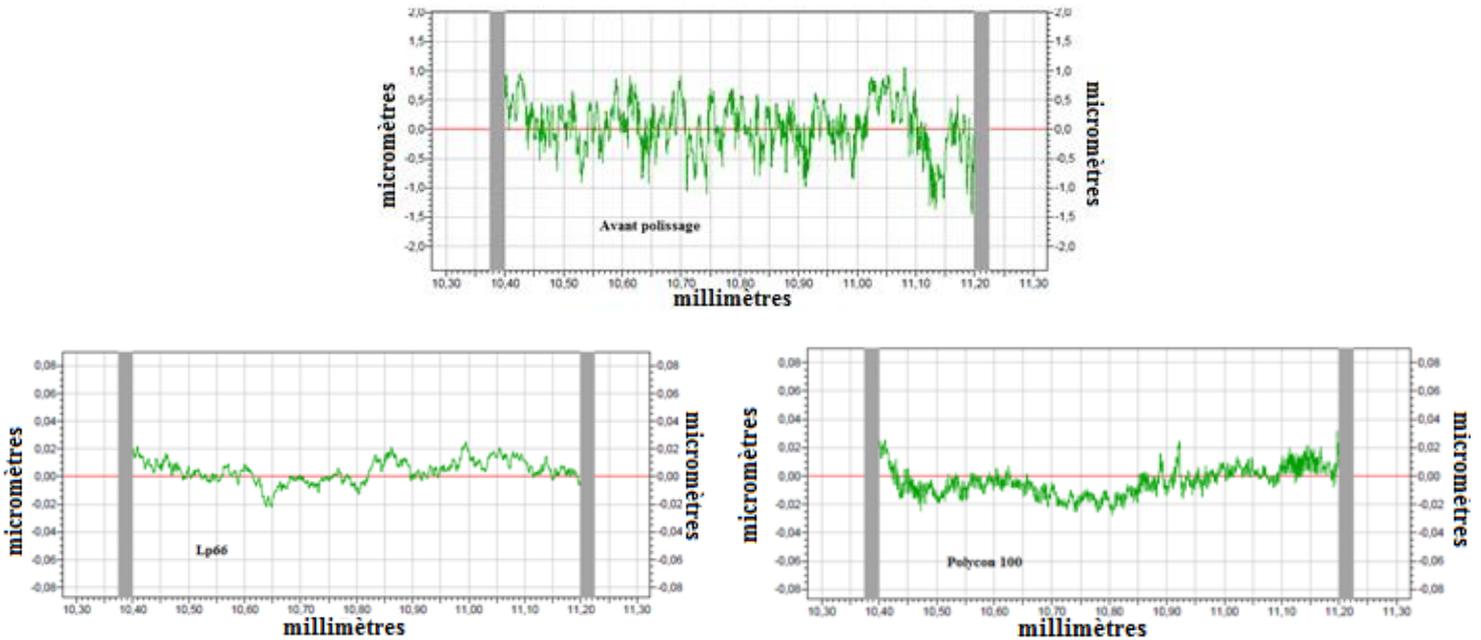
Fig. 6: Variation de l'écart de forme (P-V) en fonction du temps de polissage



a) Verre BK7



b) Verre Crown FK



c) Verre Flint LF

Fig. 7: Profil de la surface des trois verres optiques avant et après 60 minute de polissage en utilisant les deux polissoirs (Lp66, Polycon 100)

La figure 5 montre que la forme générale des courbes de l'évolution du fini de surface (la rugosité) est très similaire.

L'évolution de l'état de surface comme le montre la figure 5 et les profils de la figure 7 indiquent que la rugosité diminue jusqu'à un temps puis elle tend à se stabiliser. Cette variation de l'état de surface est la plus observée dans les opérations de polissage et elle est justifiée par le fait que les grains abrasifs de polissage enlèvent les défauts micro-géométriques pour laisser une surface lisse dont la rugosité diminue au fur et à mesure que le temps de polissage augmente. Cette diminution de la rugosité atteint sa limite au temps de polissage optimal ; 20 min pour le verre BK7, Crown et 40 min pour le verre Flint.

De même, l'écart de forme (figure 6) suit la même évolution que celle de la rugosité, il diminue au fur et à mesure que le temps de polissage augmente mais ne décroît pas pour se stabiliser. Ces résultats peuvent être justifiés par le rétrécissement entre les hauteurs et les creux des aspérités dans le verre optique au fur et à mesure que le temps de polissage augmente indiquant que l'état de surfaces s'améliore en réduisant systématiquement la sub-surface endommagée lors du rodage et que ce type de polissage à mouvement vibratoire est un mécanisme à régime ductile qui ne produit pas de nouvelles fractures à la sub-surface comme ont montré les études de F.Lakhdari [3]. La variation des résultats obtenus des différents type de verre en utilisant les deux type de polissoir est peut être dû :

- aux effets de la surface de contact entre polissoir et échantillon ;
- à la distribution de la suspension entre polissoir et surface à polir ;
- à la dureté de chaque verre.

Ces résultats sont en concordance avec les études de T.Aliouane[4] et N.Belkhir[5] qui expliquent que la surface de contact entre le polissoir et la surface est variable durant l'opération de polissage et ceci peut produire des défauts de forme de surface.

A cela s'ajoute la probabilité de la distribution non uniforme de la suspension de polissage dans la zone de travail ce qui conduit à un enlèvement de matière non homogène par rapport à la surface de l'échantillon et par conséquent la forme de la surface peut être influencée.

### c. Transmission optique

Les résultats obtenus de la transmission optique sont illustrés dans la figure 8.

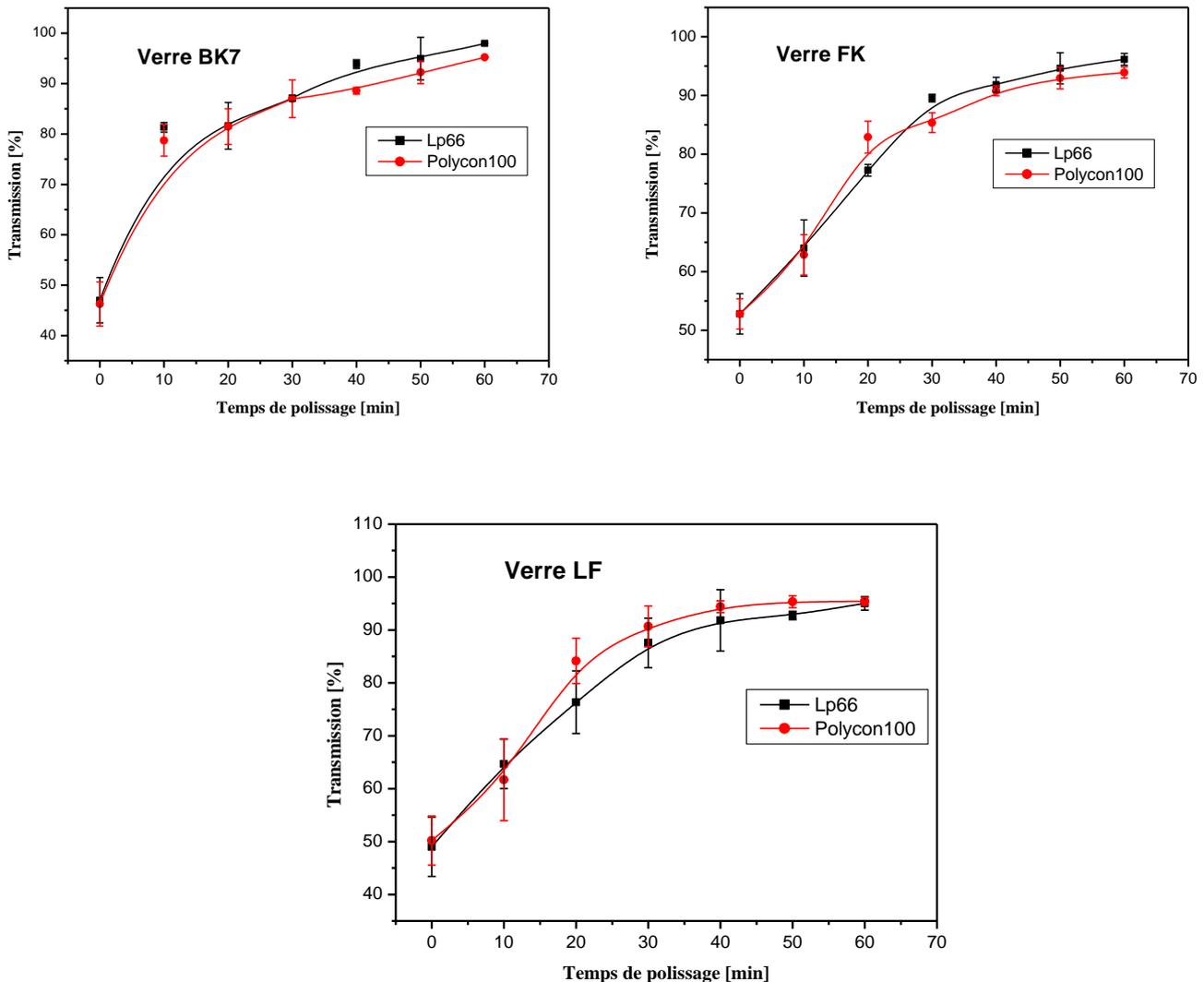


Fig. 8: Transmission optique des trois types de verre en fonction du temps de polissage

Les résultats de la transmission montrent qu'après le rodage la transmission est faible, puis elle augmente au fur et à mesure que le temps de polissage augmente.

Ceci peut être dû à l'influence du facteur temps, qui permet aux grains abrasifs pendant l'opération d'éliminer les défauts micro-géométriques, et de rendre la surface lisse, ce qui diminue la diffusion de la lumière. Cependant, la différence entre les polissoirs peut être due à l'existence de pores dans Lp66. Le comportement des deux polissoirs est presque le même et la transmission augmente lorsque le temps de polissage augmente.

***d. Inspection des caractérisations de la surface par microscope à force atomique [AFM]***

Pour mesurer la rugosité quadratique à la fin du polissage L'AFM a également été utilisé (voir Figure 9). Les images obtenues sont présentés dans les figures 10,11 et 12.



Fig. 9: Le microscope à force atomique [AFM] utilisé

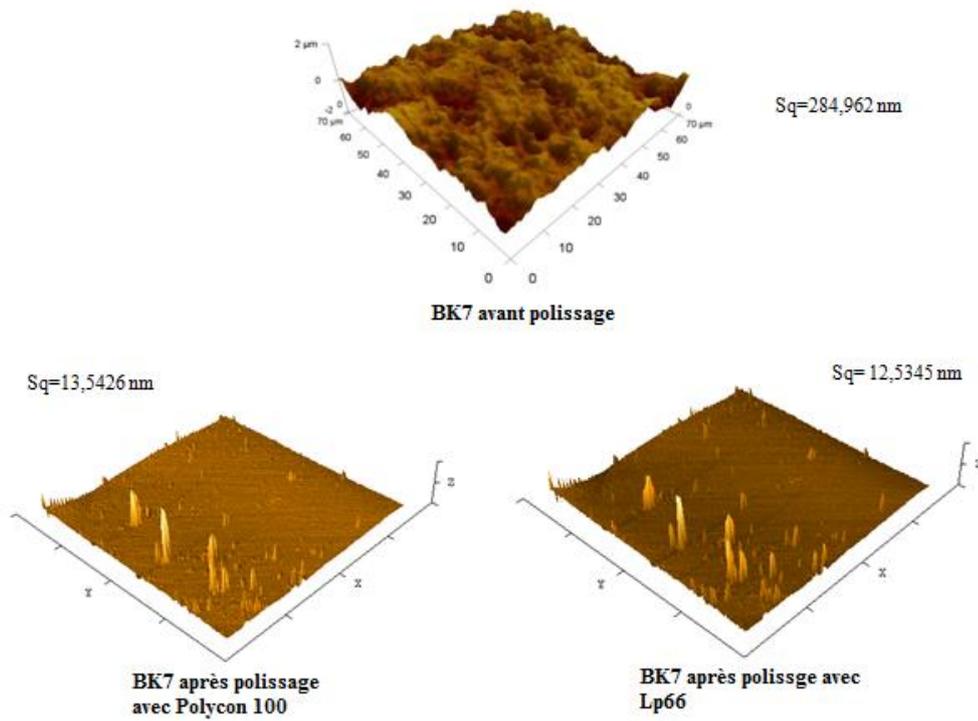


Fig. 10: Images microscopique par AFM avant et après le polissage (1 heure) du verre BK7

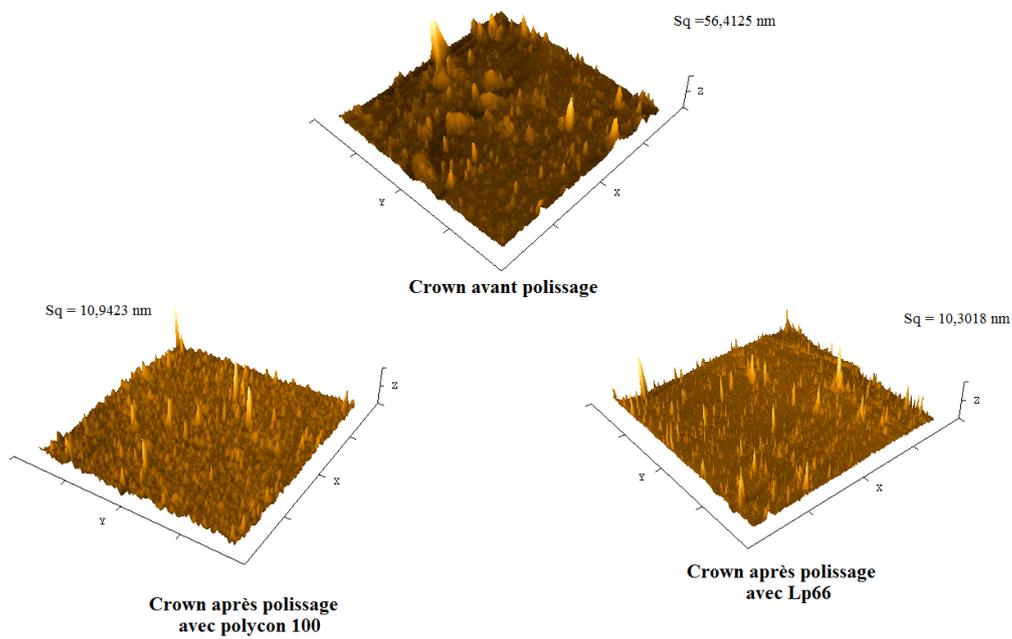


Fig. 11: Images microscopique par AFM avant et après le polissage (1 heure) du verre Crown

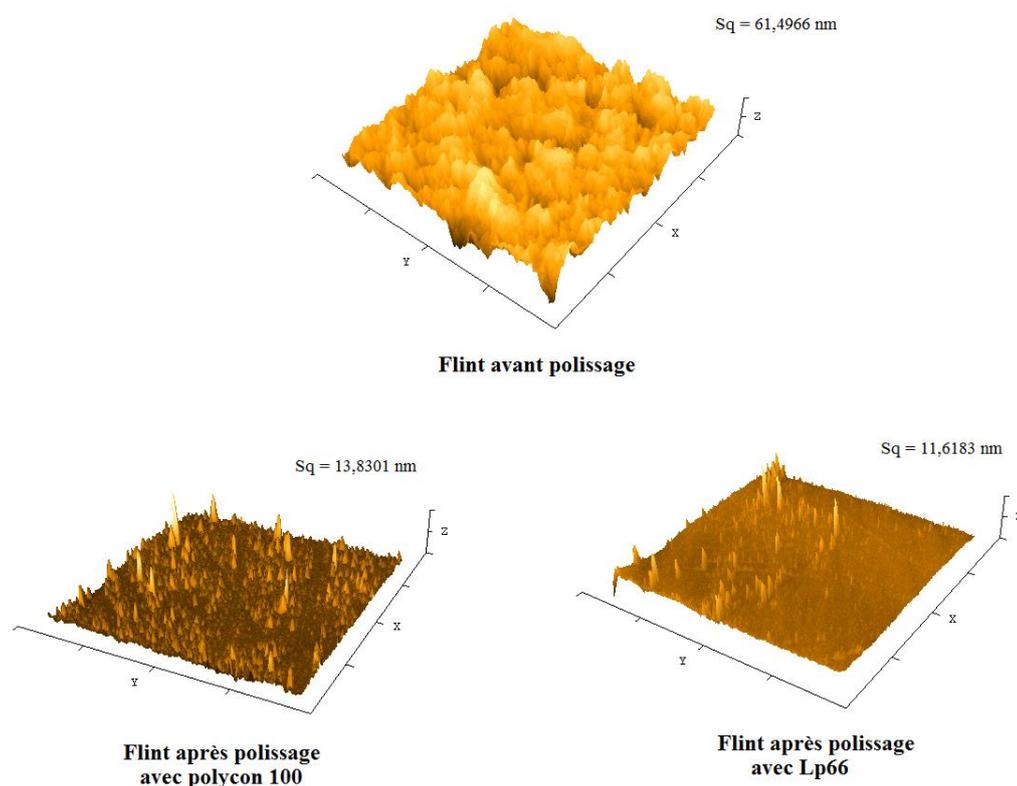


Fig. 12: Images microscopique par AFM avant et après le polissage (1 heure) du verre Flint

D'après les figures 10,11 et 12, il y a une nette amélioration de la qualité de surface des verres optique. En effet, avant le polissage des trois type de verre, les surfaces sont bien rodée et les fissures sont distribuées de manière homogène, indiquant des valeurs de rugosité quadratique (Sq) moyenne de 284.962 nm pour le verre BK7, 56,4125 nm pour le verre crown et 61,4966 nm pour le verre flint. La rugosité des échantillons polis après 1 heure avec les deux types de polissoir s'est améliorée à

- 13.54 nm et 12.53 nm respectivement pour le polissoir Polycon100 et le polissoir LP66 dans le cas du verre BK7 ;
- 10,9423 nm et 10,3018 nm respectivement pour le polissoir Polycon100 et le polissoir LP66 dans le cas du verre crown ;
- 13,8301 nm et 11,6183 nm respectivement pour le polissoir Polycon100 et le polissoir LP66 dans le cas du verre flint.

Ces résultats confirment ceux trouvés par la perte en masse, la rugosité et la transmission, ce qui montre l'efficacité du procédé utilisé.

## 2. Opération de doucissage et polissage à mouvement vibratoire sur des lentilles plan convexe et plan concave

### 2.1. Procédure expérimentale

Dans le but d'étudier l'impact du doucissage sur le processus de réalisation des lentilles des essais de doucissage et polissage ont été effectués en utilisant des grains abrasifs d'oxyde d'alumine et d'oxyde de cérium en suspension et une machine de doucissage et de polissage classique où notre dispositif de polissage à mouvement vibratoire a été intégré.

Les grains abrasifs  $Al_2O_3$  utilisés en doucissage sont du type ABRALOX, Qualité E, de la société Pieplow & Brandt GmbH, dont les caractéristiques fournies par le producteur sont données au tableau 2. Les lentilles utilisées sont en verre N-FK5, elles ont été doucées respectivement par les fractions F80 ( $D_{moyen}=80\mu m$ ), F14 ( $D_{moyen}=14\mu m$ ), et F10 ( $D_{moyen}=10\mu m$ ). Tandis que celle de  $CeO_2$  sont mentionné dans les tableaux 2 et 3 du Chapitre III.

Les paramètres technologiques de l'opération de doucissage sont montrés au tableau 3.

	Dureté Mohs	Densité [g/cm <sup>3</sup> ]	Couleur	Classe	$\varnothing_{moy}$ [ $\mu m$ ]
$Al_2O_3$	9	3,93	Brune	F80	80
$Al_2O_3$	9	3,90	Blanche	F14 F10	14 10

Tab. 2 : Propriétés des grains abrasifs d'alumine utilisés

<i>Paramètres</i>	
Échantillon	lentilles en verre N-FK5 $\varnothing$ 20mm
Fréquence de l'outil	4,62KHz
Concentration de la suspension	0,5g/ml
Pression	0,067MPa
Vitesse de l'échantillon	119 tr/min
Temps de doucissage	10 min
Temps de polissage	60 minutes (1 heure)
Grains abrasifs	$Al_2O_3, CeO_2$ (Diamètre 0,5 $\mu m$ )

Tab. 3: Conditions de réalisation des lentilles

Lors des opérations de doucissage et polissage, les lentilles ont été nettoyé avec de l'acétone puis trempé dans un bain à ultrason pour éliminer les impuretés (représenté dans la figure 8 chapitre III). La perte en masse a été effectuée avec la balance de précision montré à

la figure 2.a .L'état de surface est évalué par le profilomètre mécanique de type 2D TAYLOR HOBSON (PRECISION MEASUREMENT SYSTEM FORM TALYSURF 120) (présenté dans le chapitre III figure 8), Tandis que la transmission à été réalisé en utilisant le spectrophotomètre de type UV- SPECTROPHOTOMETER 1800.

## 2.2.Résultats et interprétations

### a. Perte en masse

La perte en masse à été calculée suivant la relation(1). Les résultats obtenus sont montrés à la figure 13.

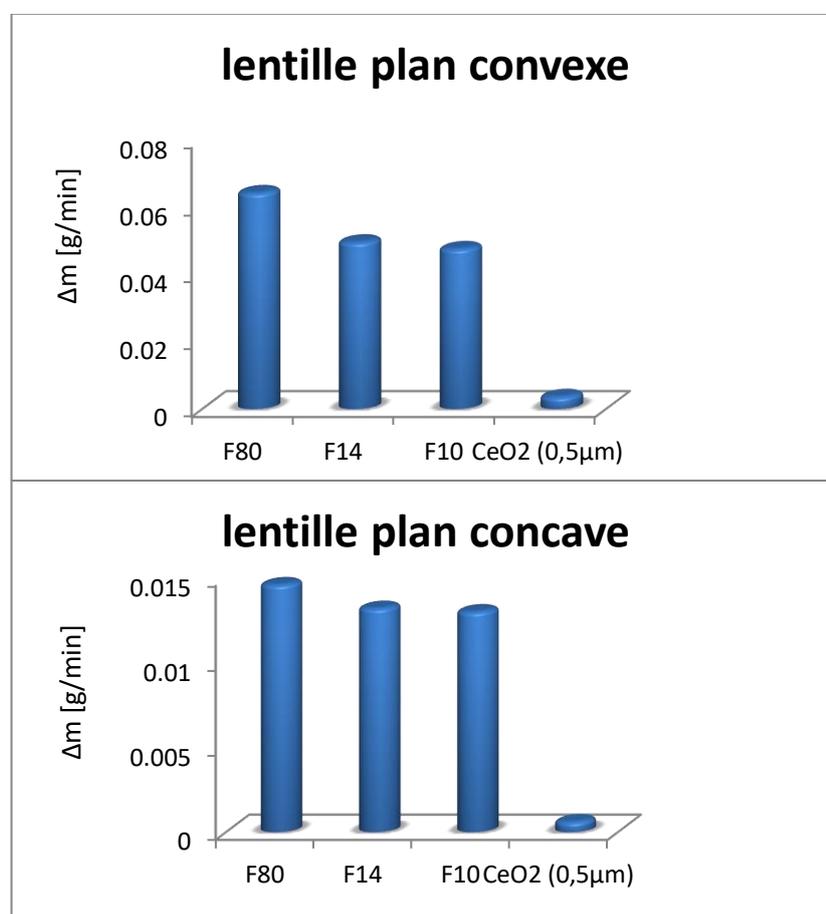


Fig. 13:Variation de la perte en masse des verres optiques durant leur réalisation

D'après les histogrammes de la figure 13 on constate que le taux d'enlèvement de matière diminue en fonction de la taille des grains. En plus le taux le plus élevé est réalisé par les grains abrasifs de la fraction F80 et le plus faible par le processus de polissage. Ce résultat

peut être expliqué par le fait que lors du gros doucissage, la surface de contact entre les grains et la surface meulée représentant un profil très rugueux est plus grande est par conséquent les grains enlèvent plus de matière ce qui engendre un taux d'enlèvement caractérisé par la perte en masse plus important. Cependant les grains fins en contact avec la surface moins rugueuse constituent une surface de contact moins importante et par conséquent le taux d'enlèvement est plus faible.

### b. Etat de surface

Les résultats des critères de rugosité [Ra, Rq et le profil] pour les deux lentilles (plan convexe et plan concave) sont présentés dans les figures 14,15 et 16.

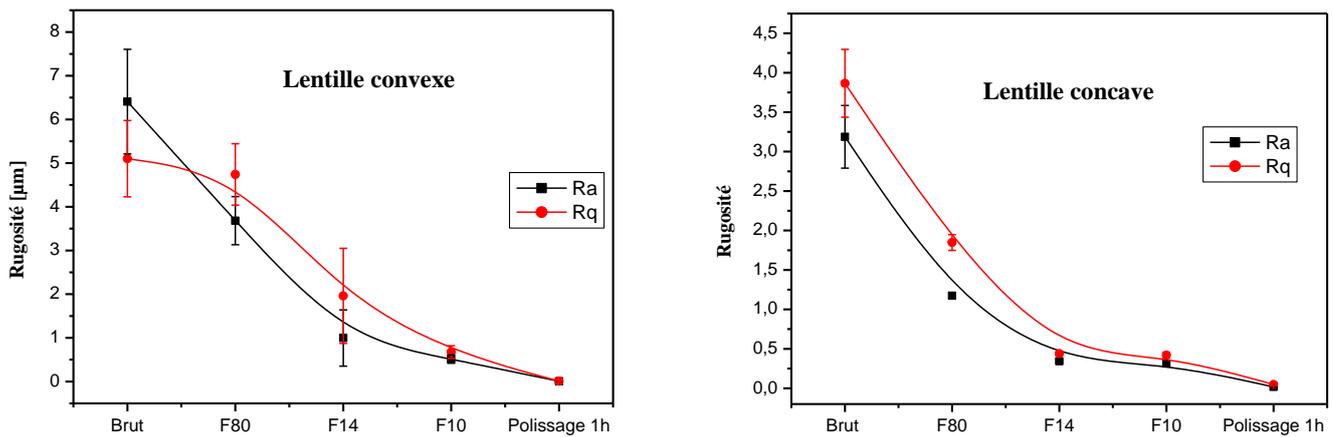


Fig. 14: Rugosité arithmétique et quadratique durant le procédé de fabrication de lentille plan convexe et plan concave en utilisant le mouvement vibratoire

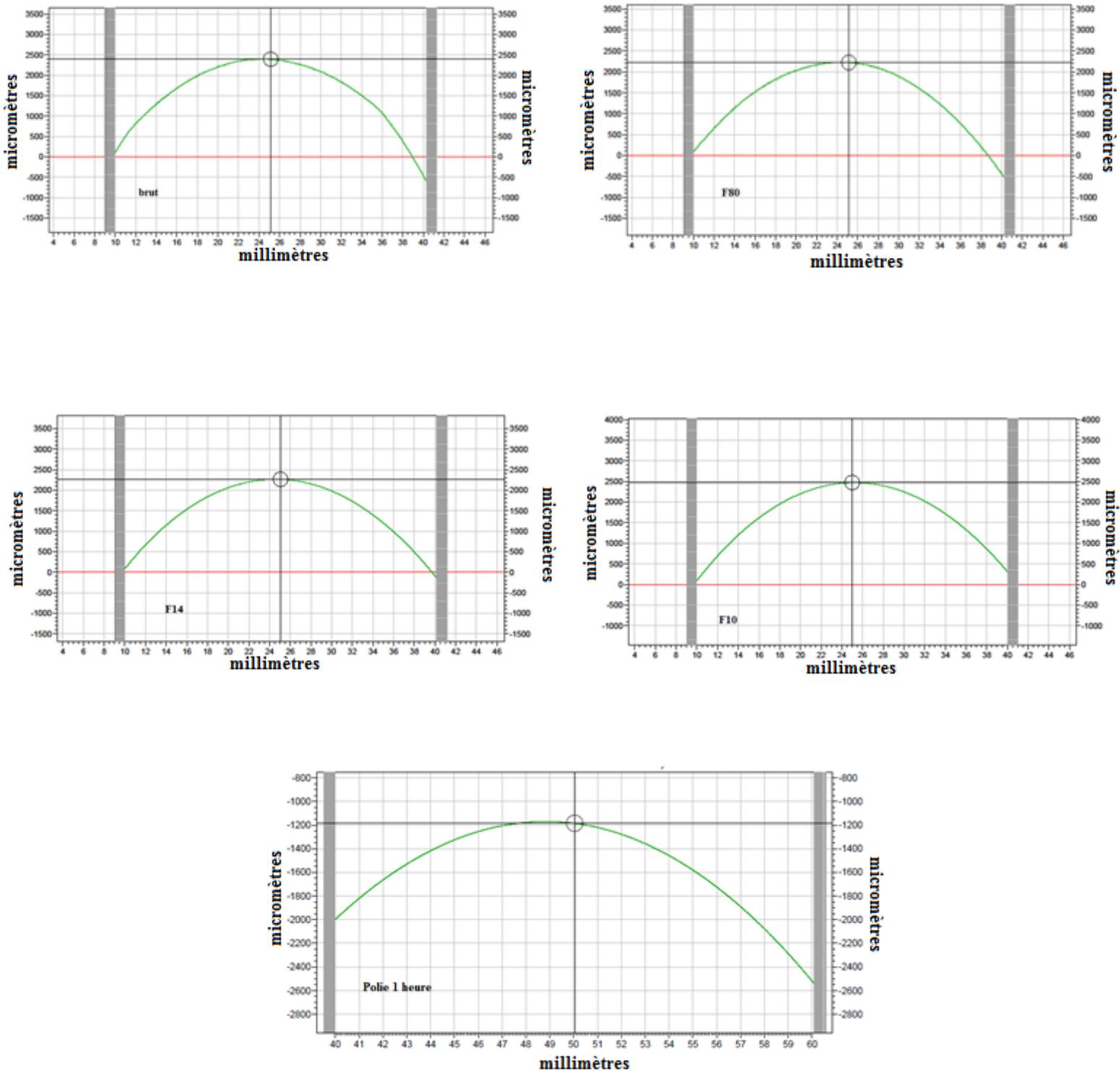


Fig. 15: Profil de la surface de la lentille plan convexe durant les processus de doucissage et polissage

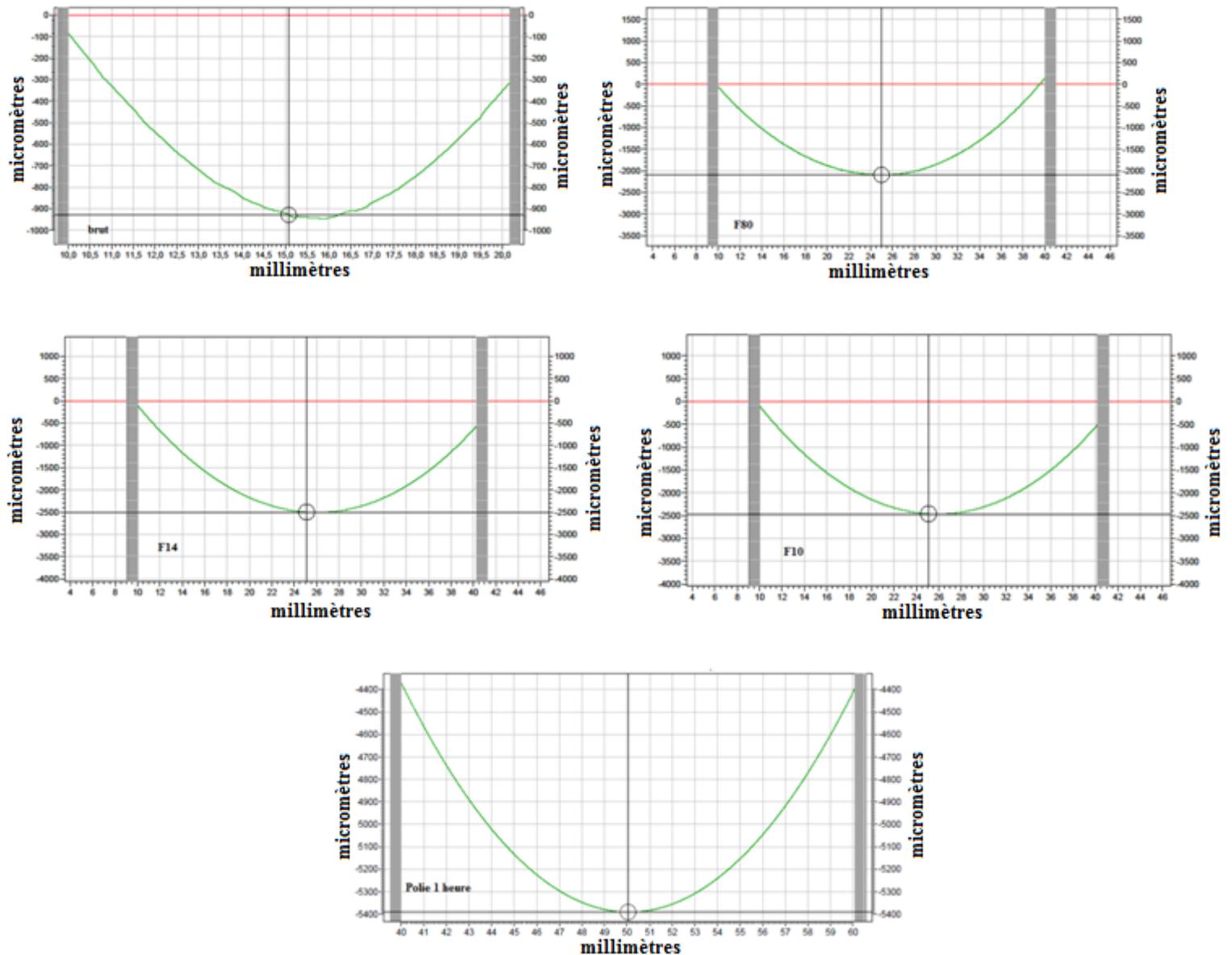


Fig. 16: Profil de la surface de la lentille plan concave durant les processus de doucissage et polissage

Les courbes de rugosité et de profil données aux figures 14,15 et 16 montrent que l'état de surface s'améliore au fur et à mesure que la grosseur des grains diminue. Cette baisse est accompagnée par une amélioration de la forme de la surface. Ceci peut être dû à l'effet de la surface de contact entre grains et surface des lentilles. Réellement, au début du doucissage les arrêtes vifs des gros grains entrent en contact avec les aspérités de la surface très rugueuse et au fur et à mesure que le temps de doucissage augmente des grains plus fins sont employés et par conséquent la surface de contact est réduite avec la réduction des dimensions des arrêtes vifs et des défauts de surface. Cela engendre l'enlèvement des défauts de faibles dimensions (micro-géométrie) ce qui permet de réduire la rugosité de la surface.

### c. Transmission

Les résultats obtenus de la transmission optique sont présentés dans la figure 17.

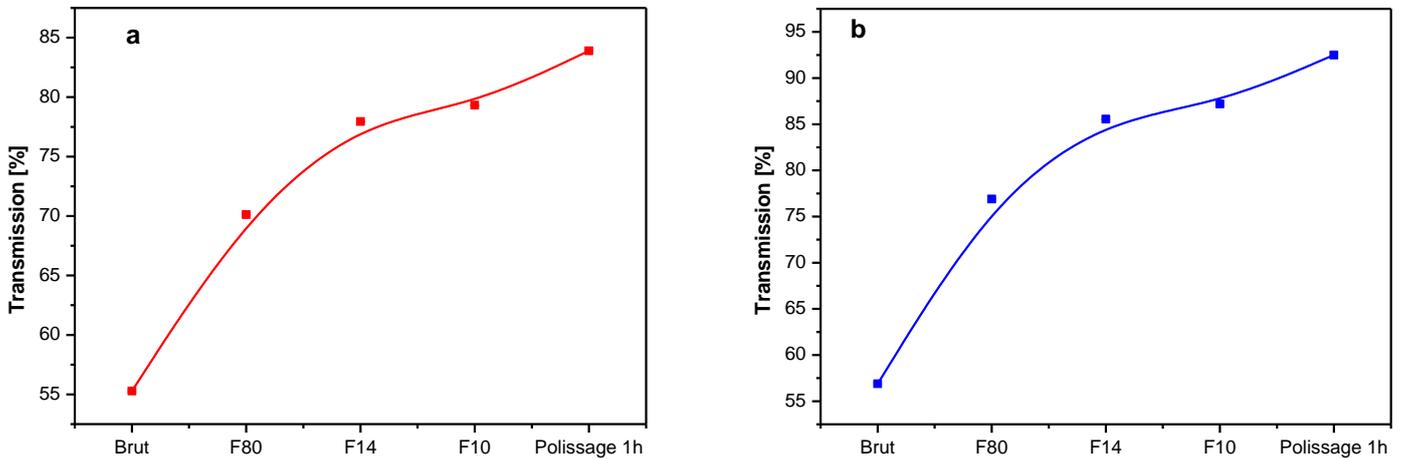


Fig. 17: Transmission optique des lentilles a) plan convexe b) plan concave

Les résultats de transmission révèlent que la transmission est faible après le processus de rodage. Ceci explique que la diminution de la rugosité de la surface lors du rodage n'est pas suffisante pour augmenter suffisamment la transmission. Ces valeurs de transmission sont dues à la qualité de la surface du verre, qui après avoir été rodé reste pleine de défauts, ce qui entraîne la diffusion de la lumière et donc une transmission minimale. L'évolution de la transmission optique comme le montre la figure 17 indique que la transmission augmente au fur et à mesure que la grosseur des grains diminue. Cette variation est la plus observée dans les opérations de production de surface optique et elle est justifiée par le fait que les grains gros enlèvent les défauts macro-géométrique et au fur et à mesure que les grains sont plus fin les défauts micro-géométriques sont minimisés pour laisser une surface lisse dont la transmission augmente au fur et à mesure que la taille des grains diminue.

#### d. Inspection des caractérisations de la surface par microscope confocal

Afin de mesurer la rugosité quadratique à la fin du polissage le microscope confocal de type LEICA DCM8 (présenté à la figure 18) a été utilisé. Les images obtenues sont présentés dans la figure 19.

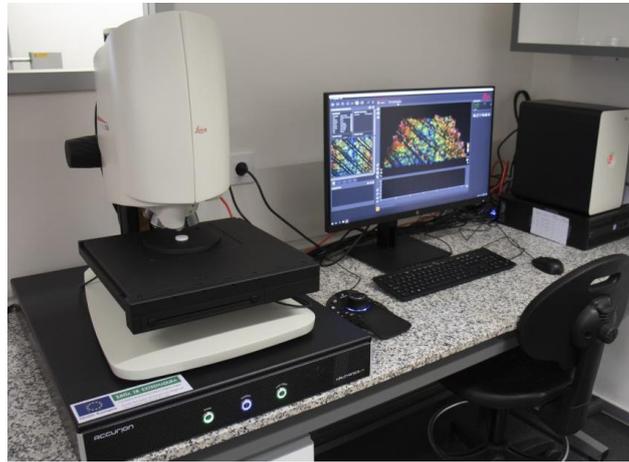


Fig. 18: Microscope confocal LEICA DCM8

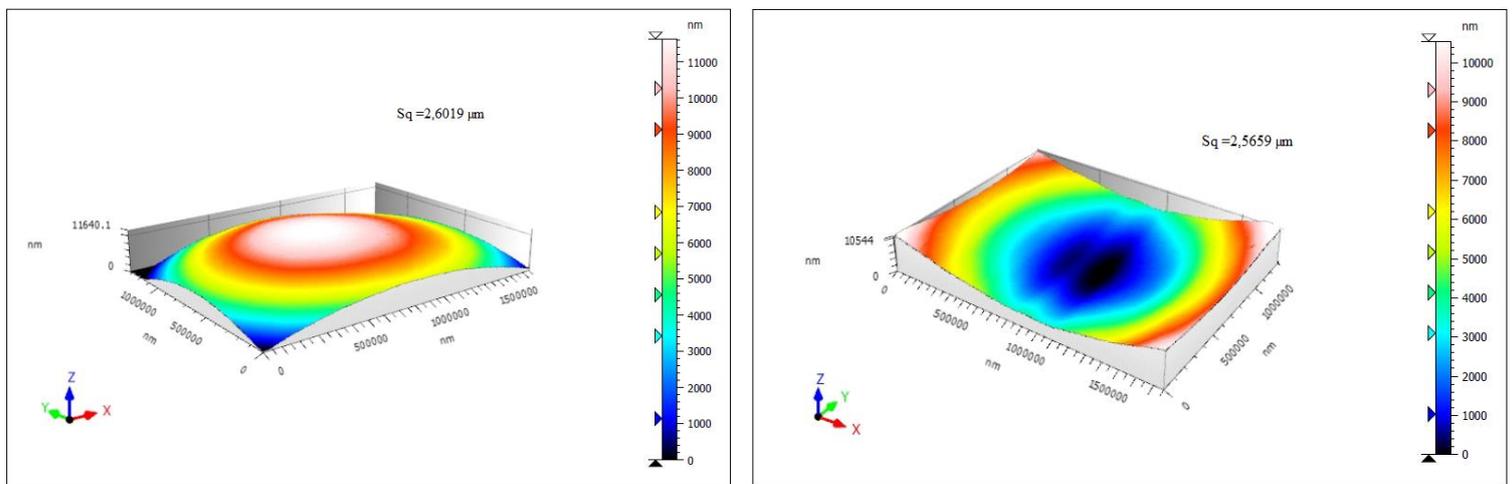


Fig. 19: Images microscopique par microscope confocal après le polissage à mouvement vibratoire (1 heure) des lentilles plan convexe et plan concave

D'après la figure 19, on peut remarquer que les surfaces finies sont bien des lentilles ayant des surfaces convexes et concaves ayant une très bonne qualité de surface. Les résultats indiquent des valeurs de rugosité quadratique ( $S_q$ ) moyenne de  $2,6019 \mu\text{m}$  pour la lentille plan convexe et de  $2,5659 \mu\text{m}$  pour la lentille plan concave.

La régularité des franges selon le relief de la surface permettent de donner une vision générale sur l'uniformité du rayon de courbure des lentilles.

Ces résultats sont en concordance avec ceux trouvés précédemment, ce qui montre l'efficacité du procédé de polissage à mouvement vibratoire pour les surfaces sphériques.

### 3. Influence de la pression sur le procédé de polissage à mouvement vibratoire

#### 3.1. Procédure expérimental

Afin de vérifier l'impact de la pression exercée sur des surfaces optiques dans le processus de polissage à mouvement vibratoire, des expériences ont été effectuées en utilisant des grains abrasifs d'oxyde de cérium en suspension (Chapitre III) et une machine de polissage classique où notre dispositif de polissage à mouvement vibratoire a été intégré .

Différentes pression sont appliquées et les surfaces optiques ont été caractérisées après chaque opération de polissage. Les paramètres technologiques de l'opération de polissage à mouvement vibratoire sont montrés au tableau 4.

La perte en masse a été réalisé par la balance de précision montré à la figure 2.a .L'état de surface est évalué par le profilomètre mécanique de type 2D TAYLOR HOBSON (PRECISION MEASUREMENT SYSTEM FORM TALYSURF 120) (présenté dans le chapitre III figure 9 .a), Tandis que la transmission à été réaliser en utilisant le spectrophotomètre de type UV SPECTROPHOTOMETER 1800.

<i>Paramètres</i>	
Échantillon	lentilles en verre N-FK5 Ø 20mm
Fréquence de l'outil	4,62KHz
Concentration de la suspension	0,5g/ml
Pression	[0,067-0,079-0,089-0,092]MPa
Vitesse de l'échantillon	119 tr/min
Temps de polissage	60 minutes (1 heure)
Grains abrasifs	CeO <sub>2</sub> (Diamètre 0,5µm)

Tab. 4: Conditions de travail

### 3.2. Résultats et interprétations

#### a. Perte en épaisseur

La perte en masse a été calculée suivant la relation (1). Les résultats obtenus sont montrés à la figure 19.

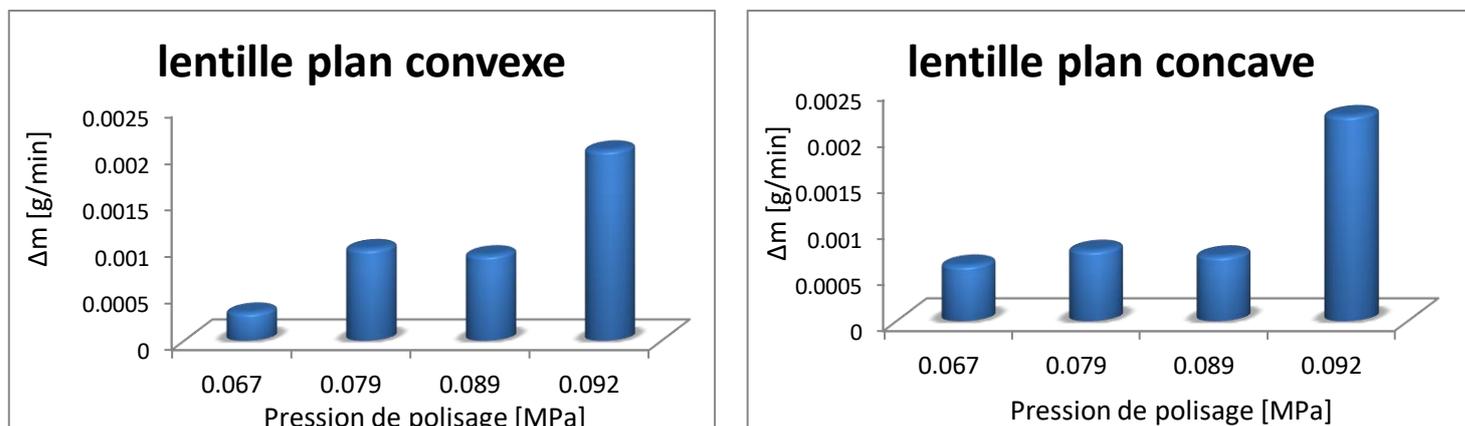


Fig. 20: Variation de la perte en masse des lentilles en fonction de la pression exercée

D'après les histogrammes de la figure 20 on signale que le taux d'enlèvement de matière augmente en fonction de la pression. En plus le taux le plus élevé est réalisé par la pression la plus élevée [0,092Mpa]. Ces résultats confirment la théorie de Preston [1] qui préconise que plus la pression augmente plus on a un accroissement de points de contact et par conséquent l'enlèvement de matière est plus important.

#### b. Etat de surface

Les résultats des critères de rugosité [Ra, Rq et le profil] pour les deux lentilles (plan convexe et plan concave) sont présentés dans les figures 21, 22 et 23.

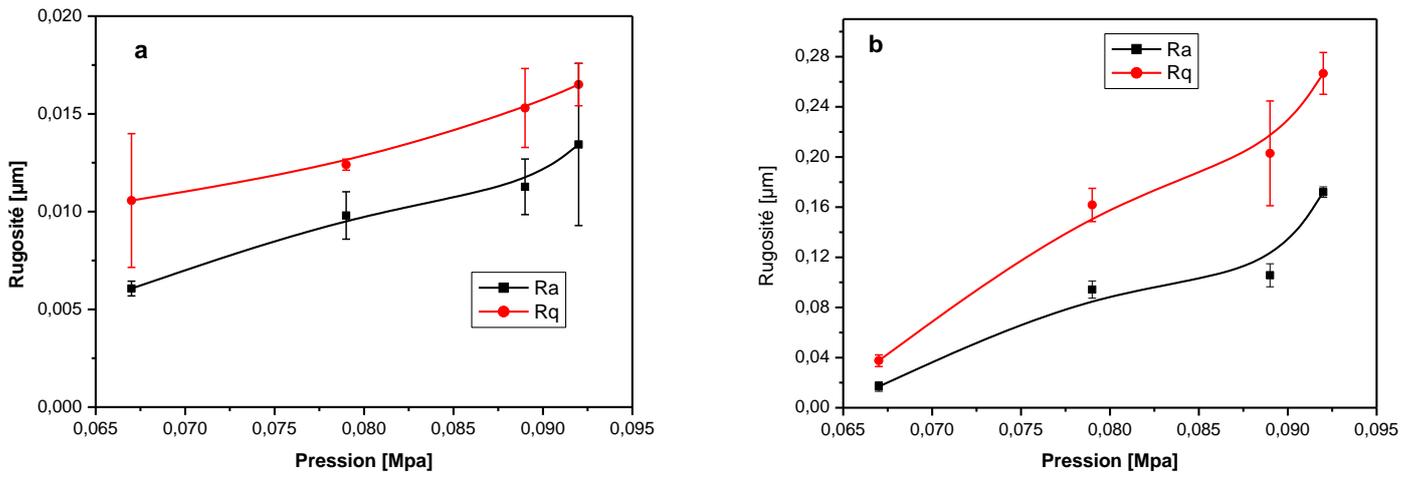


Fig. 21: Rugosité arithmétique et quadratique des lentilles en fonction de la pression  
 a) plan convexe b) plan concave

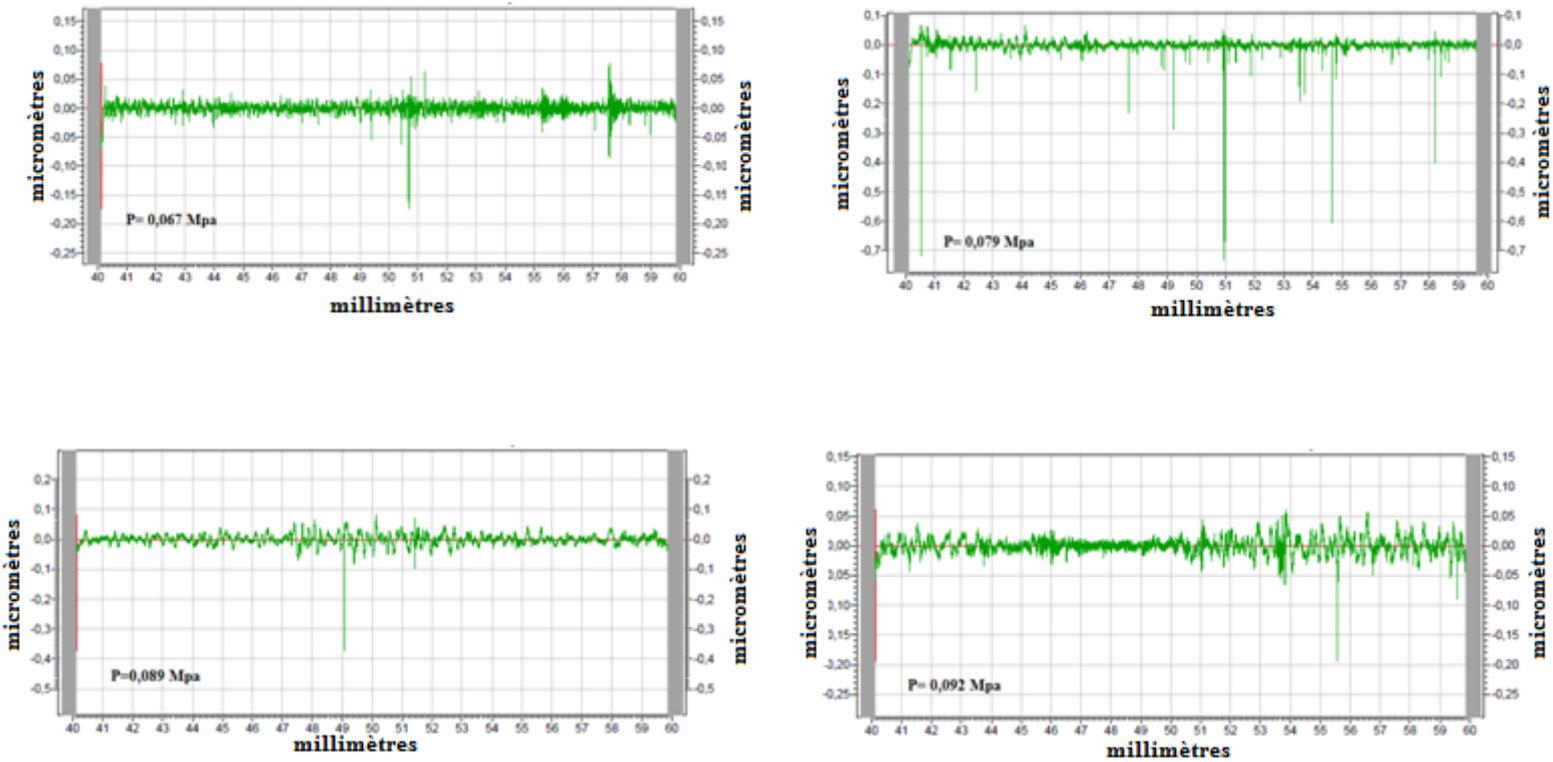


Fig. 22: Profil de la surface de la lentille plan convexe en fonction de la pression

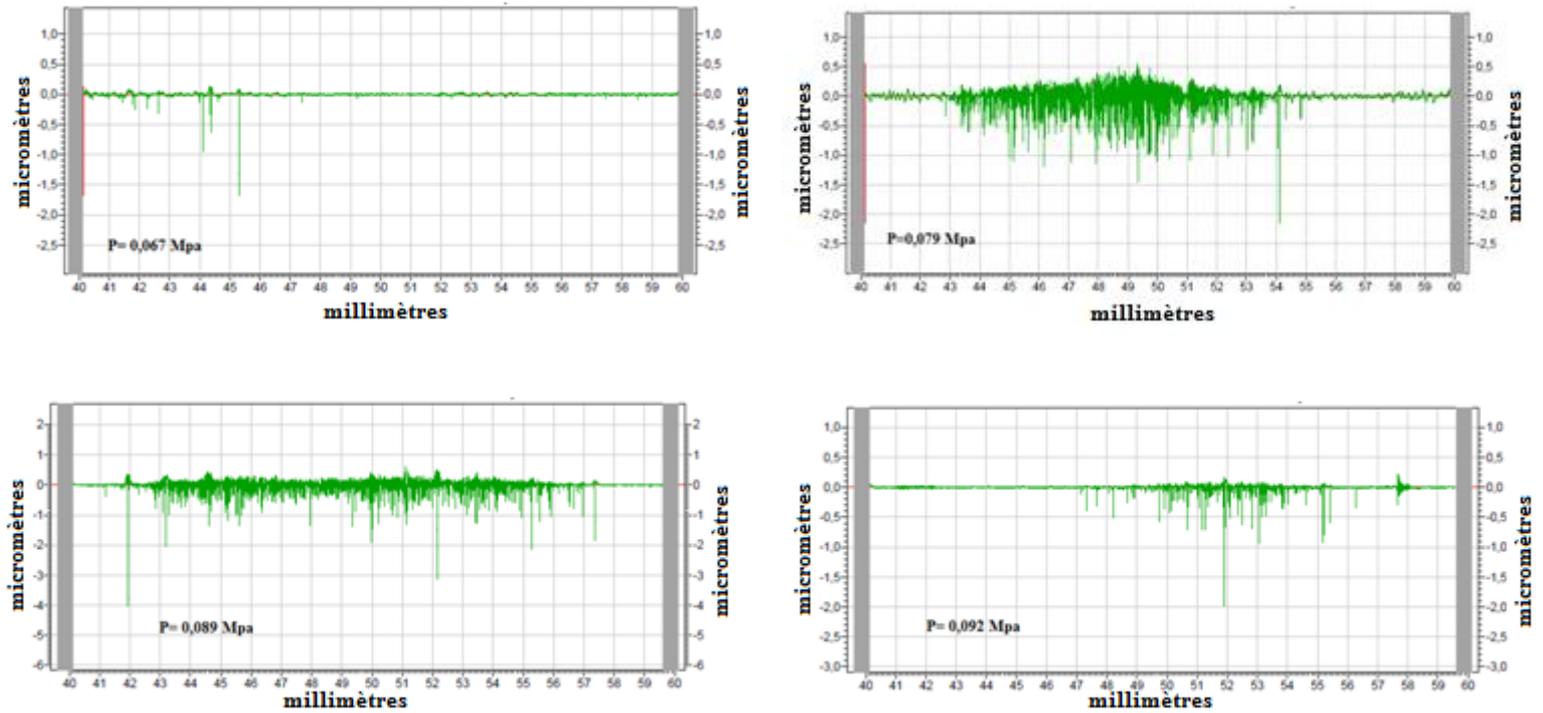


Fig. 23: Profil de la surface de la lentille plan concave en fonction de la pression

Le changement de l'état de surface comme le montre la figure 21 et les profils de la figure 22 et 23 indiquent que la rugosité des lentilles plan convexe et plan concave augmente au fur et à mesure que la pression augmente. Cette variation de l'état de surface est la plus observée dans les opérations de polissage utilisant des vibrations et elle est expliquée par le fait que la pression provoque un choc des particules sur la surface à polir. Les martèlements sont plus nombreux, ce qui entraîne un enlèvement de matière plus important. Une pression plus élevée entraîne une plus grande rugosité de surface, en raison de l'énergie cinétique plus élevée de chaque particule en mouvement, ce qui peut provoquer des déformations plus profondes de la surface comme ont montré les études de Booji [6] et Huu [7].

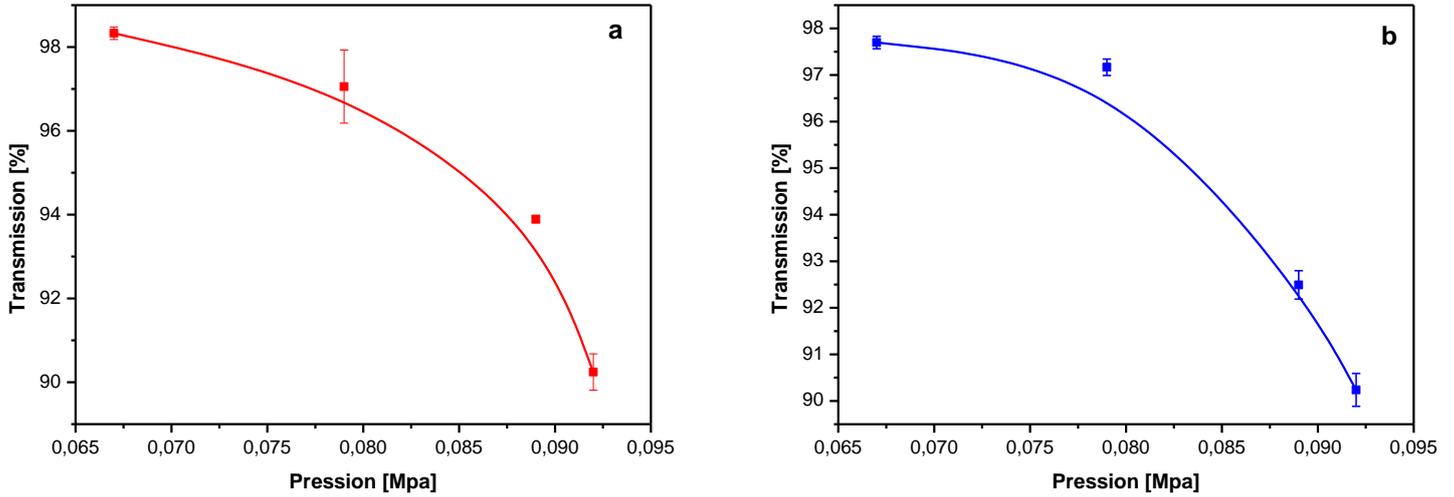
*c. Transmission*

Fig. 24: Transmission optique des lentilles en fonction de la pression a) plan convexe b) plan concave

D'après les résultats obtenus de la transmission nous pouvons constater que la transmission diminue en fonction de l'augmentation de la pression. Cette variation est logique puisque quand la rugosité des surfaces optiques augmente cela implique une diminution de la transmission.

#### d. Inspection des caractérisations de la surface par microscope confocal

En vue de mesurer la rugosité quadratique après chaque opération de polissage en exerçant différentes pressions sur des lentilles plan convexe et plan concave, le microscope confocal de type LEICA (présenté à la figure 18) a été utilisé. Les images obtenues sont présentées aux figures 25 et 26:

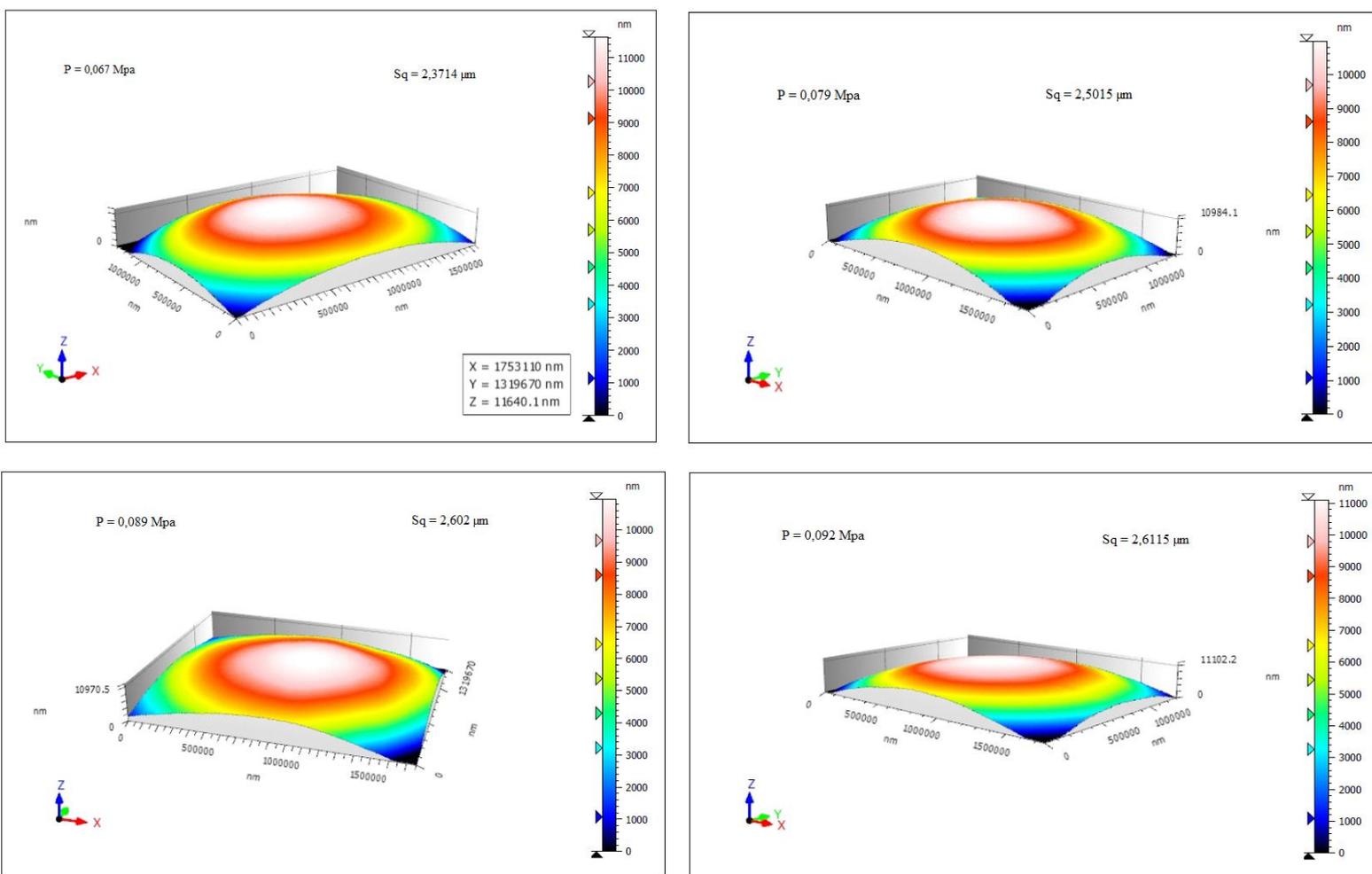


Fig. 25: Images microscopique par microscope confocal après le polissage à mouvement vibratoire (1 heure) des lentilles plan convexe en fonction de la pression exercée lors du processus

D'après la figure 25, les images indiquent des valeurs de rugosité quadratique ( $S_q$ ) moyenne de :

- 2,3714  $\mu\text{m}$  pour une pression exercée de 0,067 Mpa ;
- 2,5015  $\mu\text{m}$  pour une pression exercée de 0,079 Mpa ;
- 2,602  $\mu\text{m}$  pour une pression exercée de 0,089 Mpa ;
- 2,6115  $\mu\text{m}$  pour une pression exercée de 0,092 Mpa.

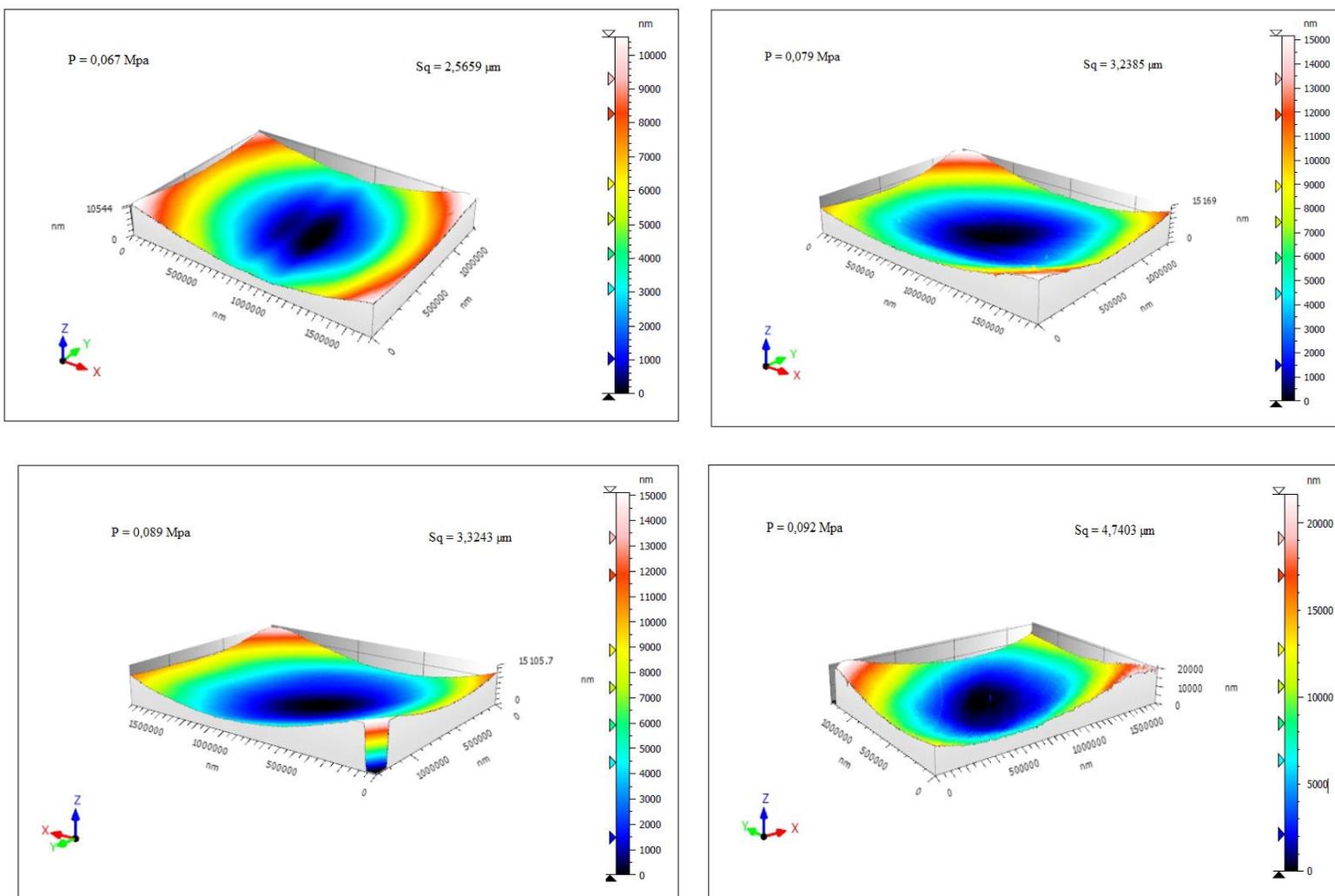


Fig. 26: Images microscopique par microscope confocal après le polissage à mouvement vibratoire (1 heure) des lentilles plan concave en fonction de la pression exercée lors du processus

D'après la figure 26, les images indiquent des valeurs de rugosité quadratique ( $S_q$ ) moyenne de :

- 2,5659  $\mu\text{m}$  pour une pression exercée de 0,067 Mpa ;
- 3,2385  $\mu\text{m}$  pour une pression exercée de 0,079 Mpa ;
- 3,3243  $\mu\text{m}$  pour une pression exercée de 0,089 Mpa ;
- 4,7403  $\mu\text{m}$  pour une pression exercée de 0,092 Mpa.

D'après les figures 25 et 26, on remarque une dégradation de la qualité de surface des lentilles optique en fonction de la croissance de la pression. Nous pouvons conclure que la pression de 0,067 Mpa exercée lors du polissage à mouvement vibratoire donne un meilleur état de surface ; ce qui est adéquat avec les résultats obtenus de la rugosité et la transmission.

## 4. Influence de la suspension sur le procédé de polissage à mouvement vibratoire

### 4.1. Procédure expérimental

En vue d'étudier l'impact de la nature de la suspension sur des surfaces optiques dans le processus de polissage à mouvement vibratoire, des expériences ont été réalisées en utilisant des trois types de suspension. La machine de polissage classique a été utilisée où notre dispositif de polissage à mouvement vibratoire a été intégré.

Les surfaces optiques ont été caractérisées après chaque opération de polissage. Les paramètres technologiques de l'opération de polissage à mouvement vibratoire sont montrés au tableau 4.

<i>Paramètres</i>	
Échantillon	lentilles en verre N-FK5 Ø 20mm
Fréquence de l'outil	4,62KHz
Concentration de la suspension	0,5g/ml
Suspension 1	CeO <sub>2</sub> (0,5µm) avec de l'eau +Quelque goutte d'huile de paraffine [0,5g/ml]
Suspension 2	Diamant synthétique (3µm) +huile BUEHLER
Suspension 3	Gypse CaSO <sub>4</sub> ·2 H <sub>2</sub> O (17 µm) avec de l'eau [0,5g/ml]
Vitesse de l'échantillon	119 tr/min
Temps de polissage	60 minutes (1 heure)
Pression	0,067MPa

Tab. 5: Conditions de travail

### 4.2. Résultats et interprétations

#### a. Perte en masse

La perte en masse a été calculée suivant la relation(1). La figure 27 illustre les résultats obtenus.

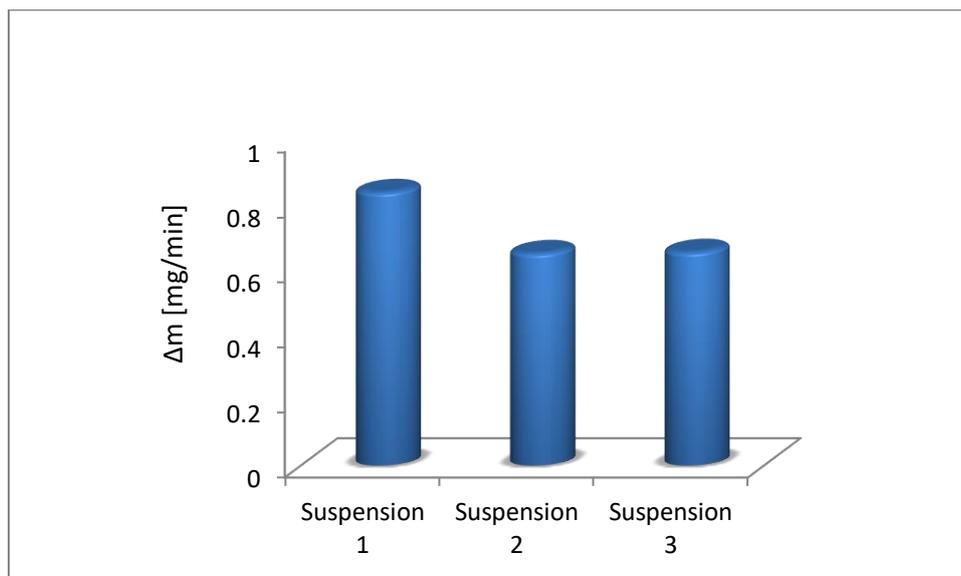


Fig. 27: Variation de la perte en masse des lentilles plan convexes en fonction de la suspension de polissage utilisée

D'après les résultats obtenus, on constate que les valeurs de la perte en masse diffèrent d'une suspension à une autre. En effet, la surface est usinée par l'impact direct des particules abrasives propulsées par l'outil, et lorsqu'une pression est appliquée entre l'outil (polissoir) et la pièce, le martèlement direct des particules abrasives façonne la surface. Ainsi, les vibrations transmises par chaque liquide de suspension aux grains abrasifs provoquent une vibration de ces derniers différente de l'autre sur la surface ce qui implique un enlèvement de matière différent.

**b. Etat de surface**

Les résultats des états de surface et des profils obtenus sont montrés comme suit :

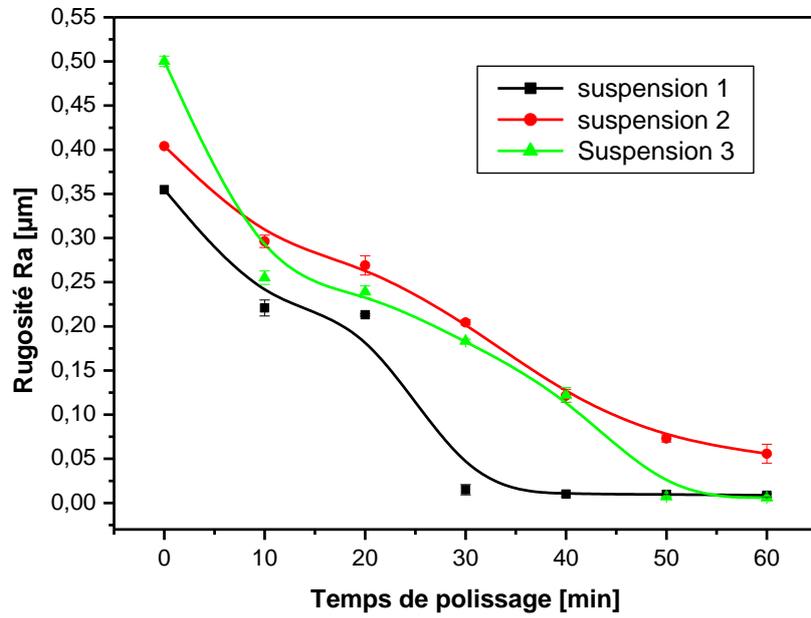


Fig. 28:Rugosité arithmétique des lentilles polie avec différentes suspension en fonction du temps de polissage

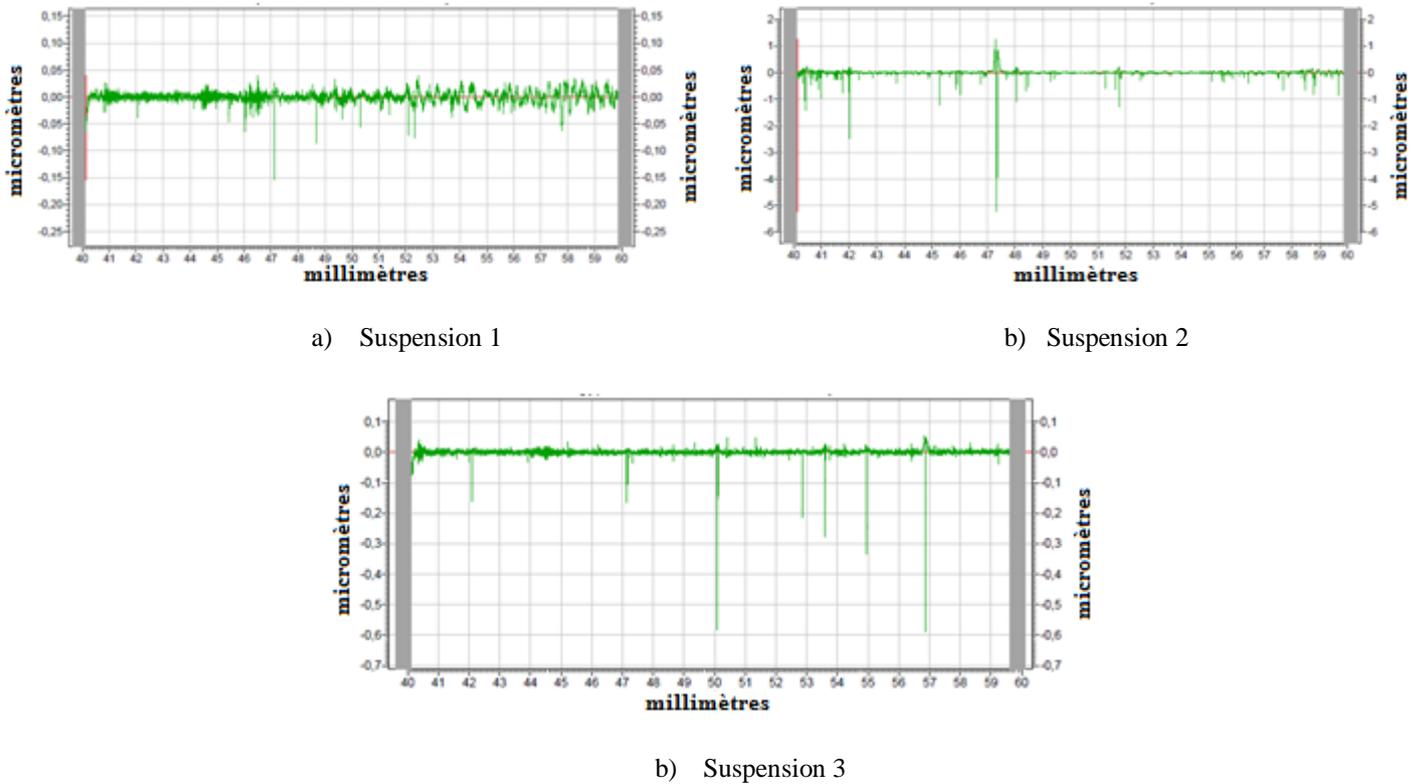


Fig. 29:Profils des surfaces des lentilles avec plusieurs suspensions

La figure 28 montre que la forme générale des courbes de l'évolution du fini de surface (la rugosité) est très similaire.

La progression de l'état de surface comme le montre la figure 28 et les profils de la figure 29 indiquent que la rugosité diminue au fur et à mesure que le temps de polissage augmente. Comme indiqué précédemment cette variation de l'état de surface est la plus observée dans les opérations de polissage et elle est justifiée par le fait que les grains abrasifs de polissage enlèvent les défauts micro-géométriques pour laisser une surface lisse dont la rugosité diminue au fur et à mesure que le temps de polissage augmente. Nous pouvons remarquer aussi que la suspension contenant l'oxyde de cérium avec quelques goutte d'huile et celle contenant du gypse donnent une meilleur rugosité et un état de surface meilleur. Ceci peut être expliqué par l'existence du phénomène de glissement causé par l'existence de l'huile entre le polissoir et la surface et l'efficacité du gypse comme grains abrasifs dans le processus du polissage [8].

Cependant les résultats du deuxième milieu [Diamant synthétique (3 $\mu$ m) +huile ] peuvent être interprété par le fait que l'activité chimique des grains de diamant qui son inerte causent moins de friction durant le polissage que les particules d'oxyde de cérium[9].

Bien que les deux lubrifiants (CeO<sub>2</sub> +huile et Gypse+eau) aient donner de meilleur résultats, l'eau peut réagir réciproquement avec le verre en provoquant l'existence de la couche de gel de polissage favorisant la création et la propagation des fissures [10,11] ce qui permet l'augmentation de la surface de contact .

Les qualités de surface obtenues sont fortement dépendantes des caractéristiques du verre polie et du processus de polissage[12] .

*c. Transmission*

La figure 30 schématise les résultats obtenus de la transmission optique.

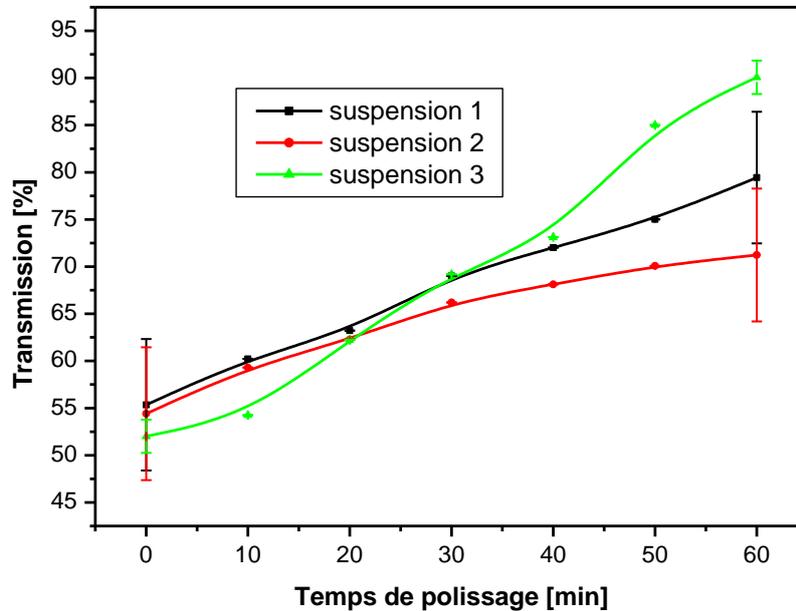


Fig. 30: Transmission optique des lentilles polies avec différentes suspension

Les figures 30 présente l'évolution de la transmission après une série de polissage avec différentes suspension. Ces résultats indiquent que la transmission augmente en fonction du temps de polissage. On constate aussi qu'une meilleure transmission est obtenue en utilisant la première et la troisième suspension. Les résultats de la transmission confirment les résultats de la perte en masse et l'état de surface.

#### d. Inspection des caractérisations de la surface par microscope confocal

Pour la mesure de la rugosité quadratique à la fin du polissage le microscope confocal (présenté à la figure 18) a été utilisé. Les résultats sont présentés dans la figure 31.

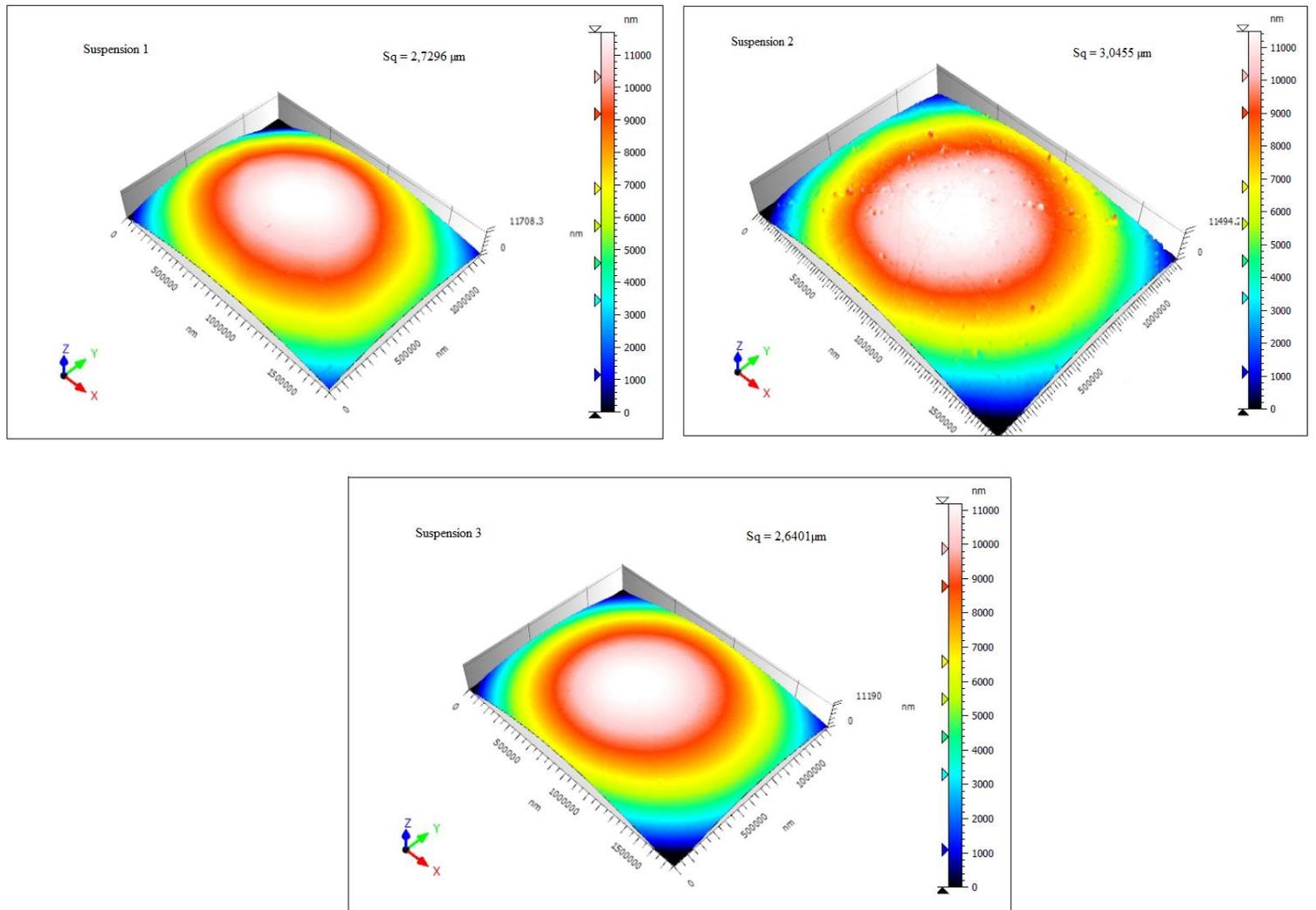


Fig. 31: Images microscopique par microscope confocal après le polissage à mouvement vibratoire (1 heure) des lentilles plan concave en fonction de différentes suspensions utilisées lors du processus

D'après la figure 31, on peut remarquer qu'après 1 heure de polissage à mouvement vibratoire et avec différentes suspension qu'une bonne qualité de surface des lentilles est obtenue. Les images indiquent des valeurs de rugosité quadratique (Sq) moyenne de :

- 2,7296 μm pour la première suspension ;
- 3,0455 μm pour la deuxième suspension ;
- 2,6401 μm pour la troisième suspension.

Des rayures accompagnées d'écaillage sont observées dans le cas de la suspension 2. La création de ces rayures et dans la plus part des cas obtenus sous l'effet de la pression appliquée sur les grains de diamant dont l'orientation des angles vifs favorise l'usure abrasive. L'écaillage peut être produit lors d'un martèlement d'un grain dont la dureté est importante sur la surface optique.

Ces résultats sont en concordance avec ceux trouvés précédemment, ce qui prouve l'efficacité du procédé de polissage à mouvement vibratoire.

## **Conclusion**

Dans ce chapitre, nous avons présenté une nouvelle technique de polissage utilisée pour polir les surfaces de verre optique. Cette technique est basée sur le phénomène magnétostrictif qui génère le mouvement vibratoire. La technique de polissage dont l'outil a été développée dans notre laboratoire. D'après cette partie, le polissage vibratoire est un procédé de finition efficace et économique. Ainsi, il offre une excellente qualité de surface de différents types de verre que se soit des surfaces plane, concave ou convexe.

Nous avons observé que le taux d'enlèvement de matière et l'état final de la surface sont influencés par les vibrations émises lors du polissage à mouvement vibratoire. Ainsi, la possibilité d'utiliser le gypse comme grains abrasifs dans le processus de polissage. Enfin, ce type de polissage est un procédé de finition prometteur en espérant d'améliorer et d'augmenter son efficacité.

## Références

- [1] Preston, F.W., « The Theory and Design of Plate Glass Polishing Machines », *Journal of the Society of Glass Technology*, 11, p. 214-256, 1927.
- [2] H. Mounir, T. Aliouane, et L. Kerdja, « Technological study of polishing animated by a vibratory movement for BK7 glass », *Optik*, vol. 247, p. 167923, déc. 2021, doi: 10.1016/j.ijleo.2021.167923.
- [3] F. Lakhdari, D. Bouzid, N. Belkhir, et V. Herold, « Surface and subsurface damage in Zerodur® glass ceramic during ultrasonic assisted grinding », *Int J Adv Manuf Technol*, vol. 90, n° 5-8, p. 1993-2000, mai 2017, doi: 10.1007/s00170-016-9551-y.
- [4] T. Aliouane, D. Bouzid, N. Belkhir, S. Bouzid, et V. Herold, « Évaluation des caractéristiques mécaniques du polissoir en polyuréthane utilisé comme porte abrasifs durant le processus du polissage du verre optique », *J. Phys. IV France*, vol. 124, p. 123-128, mai 2005, doi: 10.1051/jp4:2005124019.
- [5] N. Belkhir, T. Aliouane, et D. Bouzid, « Correlation between contact surface and friction during the optical glass polishing », *Applied Surface Science*, vol. 288, p. 208-214, janv. 2014, doi: 10.1016/j.apsusc.2013.10.008.
- [6] S.M.Booji, « Fluid Jet Polishing Possibilities and Limitations of a New Fabrication ». Ph.D. thesis Technique,Technique University Delft, The Netherland, 2003.
- [7] P. Huu Loc, F.-J. Shiou, Z.-R. Yu, et W.-Y. Hsu, « Investigation of Optimal Air-Driving Fluid Jet Polishing Parameters for the Surface Finish of N-BK7 Optical Glass », *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, vol. 135, n° 1, p. 011015, févr. 2013, doi: 10.1115/1.4023368.
- [8] L. Wright, « Polishing Compositions for the Electro-Plating Industry », *Transactions of the IMF*, vol. 4, n° 1, p. 1-8, janv. 1928, doi: 10.1080/00202967.1928.11870196.
- [9] L. M. Cook, « Chemical processes in glass polishing », *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 120, n° 1-3, p. 152-171, avr. 1990, doi: 10.1016/0022-3093(90)90200-6.
- [10] T. A. Michalske et B. C. Bunker, « A Chemical Kinetics Model for Glass Fracture », *J American Ceramic Society*, vol. 76, n° 10, p. 2613-2618, oct. 1993, doi: 10.1111/j.1151-2916.1993.tb03989.x.
- [11] S. M. Wiederhorn, « A Chemical Interpretation of Static Fatigue », *J American Ceramic Society*, vol. 55, n° 2, p. 81-85, févr. 1972, doi: 10.1111/j.1151-2916.1972.tb11215.x.
- [12] I. D. Marinescu, Éd., *Handbook of advanced ceramics machining*. Boca Raton: CRC Press, 2007.

## ***CHAPITRE V***

---

***ELABORATION DE COUCHES  
PROTECTRICES DE ZnO ET SnO<sub>2</sub> DÉPOSÉES  
SUR DES SURFACES OPTIQUES.***

## Chapitre V

# Elaboration de couches protectrices de ZnO et SnO<sub>2</sub> déposées sur des surfaces optiques.

### Introduction

Dans la production des composants optiques, les surfaces sont traitées par un polissage, un nettoyage et subissent ensuite un revêtement. Le revêtement apporté consiste à améliorer une fonction optique spécifique et les caractéristiques de protection. L'épaisseur des couches déposées varie de quelques nanomètres à quelques microns. Dans l'optique grand public, les applications médicales et industrielles, la qualité du verre optique dépend du niveau très élevé de transmission de la lumière, parfois dans des plages de longueurs d'onde très limitées. Cette étude consiste à déposer des couches d'oxyde de zinc (ZnO) et d'oxyde d'étain (SnO<sub>2</sub>) sur des surfaces optiques ayant subi un polissage à mouvement vibratoire. Le choix de ces oxyde est basé d'une part sur les travaux très nombreux effectués, et d'autre part ils sont biologiquement et chimiquement inertes, facilement synthétisables, résistent à la corrosion chimique et sont très peu chers.

### 1. Présentation des échantillons

Les échantillons étudiés et caractérisés sont divisés en deux types; le premier sont des verre de type MICRO SOLIDE de marque SIMCO présentant les caractéristiques indiquée au tableau 1(a), tandis que le deuxième sont des verre optiques cylindriques de diamètre de 20mm avec différentes surfaces optiques présentant les propriétés mentionné au tableau 1(b) et 1(c). Ces échantillons sont traités par doucissage avec différentes fractions d'alumine (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) puis par polissage à mouvement vibratoire en utilisant le Lp66 comme polissoir et l'oxyde de cérium (CeO<sub>2</sub>) comme agent de polissage en suspension.

Les verres du premier type ont été considéré comme des substrats pour déposer des couches très fines de ZnO et SnO<sub>2</sub> dans le but d'optimiser les paramètres de dépôt des couches donnant une meilleure transmission optique voisine à ceux des verre du deuxième type , afin de ne pas affecter leurs propriétés optiques .

Dimension	Résistivité	Indice de réfraction
(75 × 25 × 1,35)mm	10 <sup>19</sup> Ω.cm	1,513

(a)

Echantillons	Indice de réfraction	Surface
BK7	1.51680	Plane
B270	1,5341	Plane
ZERODUR	1,5426	Plane
Lentille 1 (N-FK5)	1.4874	plan convexe
Lentille 2 (N-FK5)	1.4874	plan concave

(b)

	Tg [° C]	ρ [g/cm <sup>3</sup> ]	E [10 <sup>3</sup> N/mm <sup>2</sup> ]	HV <sub>0.1/20</sub> Constructeur [MPA]	V <sub>d</sub>
BK7	557	2.51	82	610	64.17
ZERODUR	-	2.53	90.3	620	56.1
N-FK5	466	2.45	62	520	70.23
B270	542	2.56	71.1	500	58.3

Tab. 1: Caractéristiques des échantillons utilisés (a) verre de type MICRO SOLIDE, (b) verres optiques (c) Caractéristiques physique des verres optiques SHOTT[1]

## 2. Procédure expérimentale

Avant l'élaboration, le nettoyage des substrats est une étape primordiale, le but étant d'éliminer toute poussières et graisses se trouvant sur le substrat. Pour cela nous avons procédé comme suit :

- ✓ Lavage au détergent et rinçage à l'eau distillé;
- ✓ Immersion des échantillons dans l'acétone puis l'éthanol ensuite dans de l'eau distillée placées dans un bain à ultrasons (figure1) pendant une durée de 8 minutes ;
- ✓ Essuyage avec un papier Joseph.



Fig. 1: Bain à ultrasons

## 2.1. Préparation des solutions

Les solutions de ZnO et SnO<sub>2</sub> ont été préparées à partir des précurseurs commerciaux : l'acétate de Zinc dihydraté [Zn(CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub> 2H<sub>2</sub>O] et le Chlorure d'étain [SnCl<sub>2</sub> 2H<sub>2</sub>O] en ajoutant le méthanol [CH<sub>3</sub>OH] et l'éthanol [C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH] respectivement comme solvant .

La solution de ZnO a été préparée en dissolvant 1,6g d'acétate de Zinc dans 35ml d'éthanol, pour augmenter la solubilité de l'acétate de zinc dans le solvant, 2 gouttes de Di-éthanolamine [DEA] ont été ajoutées.

La solution de SnO<sub>2</sub> a été préparée en dissolvant 1,66g Chlorure d'étain [SnCl<sub>2</sub> 2H<sub>2</sub>O] dans 35ml d'éthanol.

Les deux solutions ont été portées à une température de 60°C sous agitation magnétique pendant 2 heures.

La préparation des solutions est schématisée sur les figures 2 et 3 expliquant les principales étapes de préparation de ZnO et SnO<sub>2</sub>.

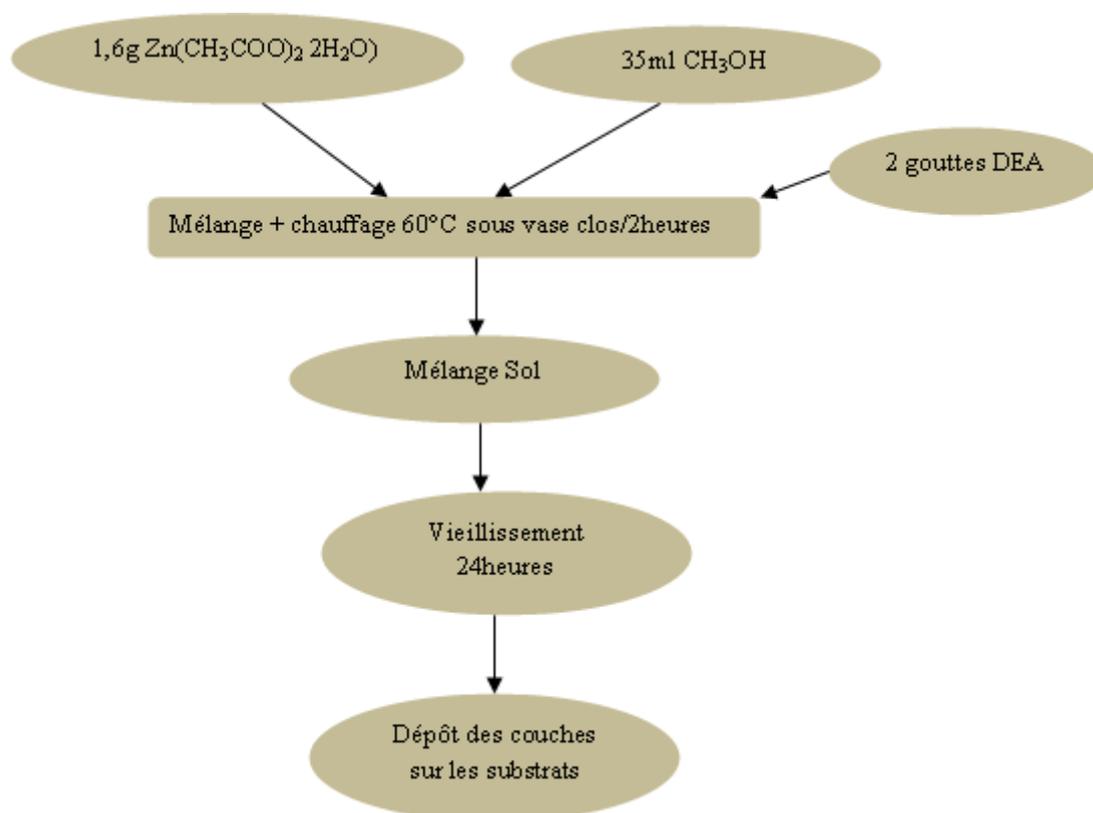
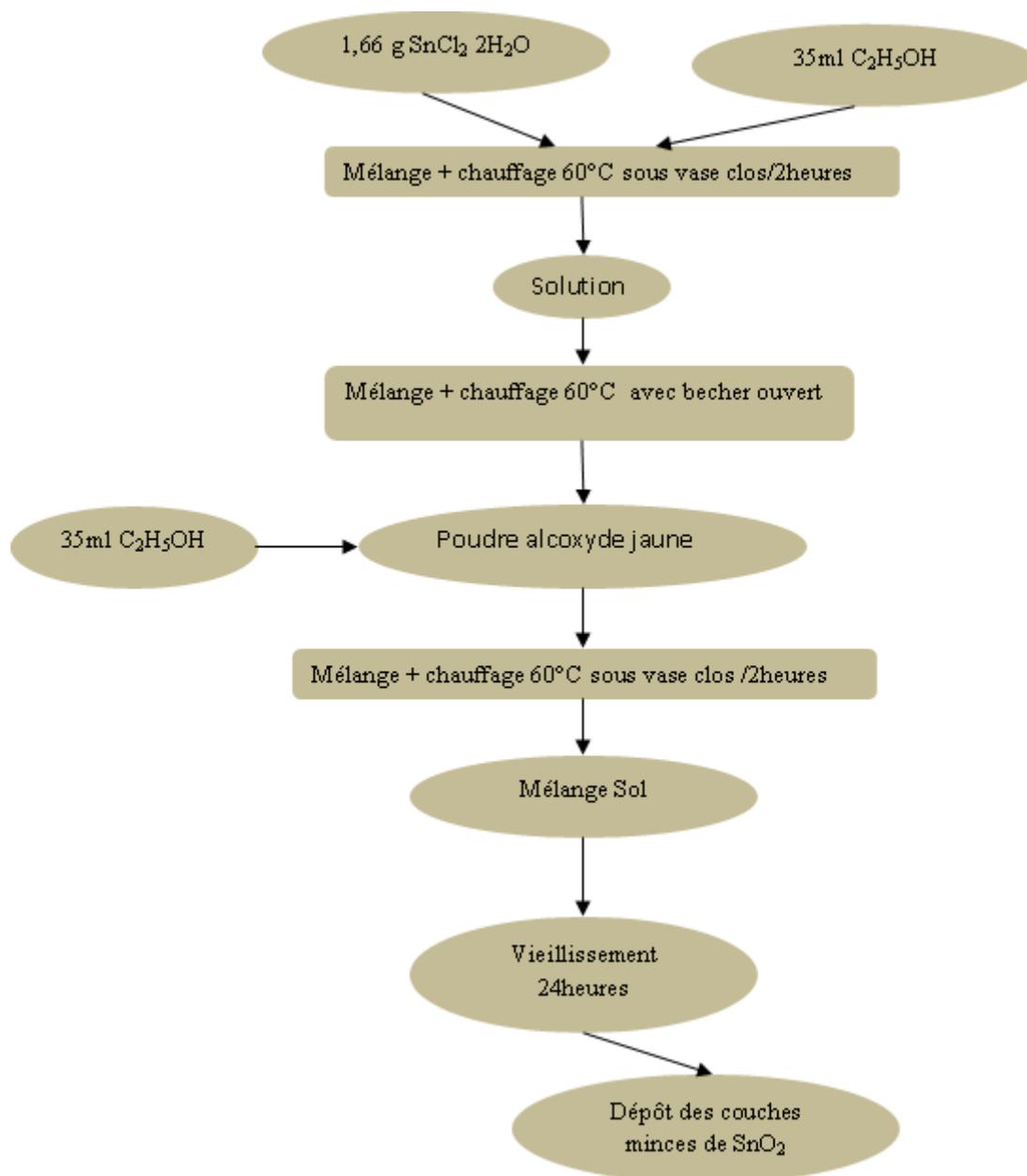


Fig. 2: Diagramme d'élaboration des couches de ZnO

Fig. 3:Diagramme d'élaboration des couches minces de SnO<sub>2</sub>

### 3. Partie I

#### 3.1. Dépôt des couches minces

Pour le dépôt des couches minces nous avons utilisé la méthode « dip-coating » présenté dans le chapitre II. Le dispositif utilisé est présenté à la figure 4.

Les substrats en verre ont été soigneusement nettoyés puis immergés dans la solution de dépôt avec une vitesse constante de 80mm/min. Ils ont été maintenus dans la solution pendant 60s et ensuite retiré avec la même vitesse.

Les films déposés par le procédé « dip-coating » doivent subir une étape de séchage puis de recuit et cela a pour but d'obtenir des films de qualité, la solidification des films, d'éviter des chocs thermiques entre la phase de séchage et la phase de recuit et favoriser l'élimination des résidus carbonés pour chaque couches mince déposée de ZnO et SnO<sub>2</sub>.

Le recuit a été effectué en utilisant un four tubulaire (voir figure 4). Ce four est constitué d'un cylindre comprenant la partie chauffante, à l'intérieur duquel passe un tube en quartz contenant l'échantillon.

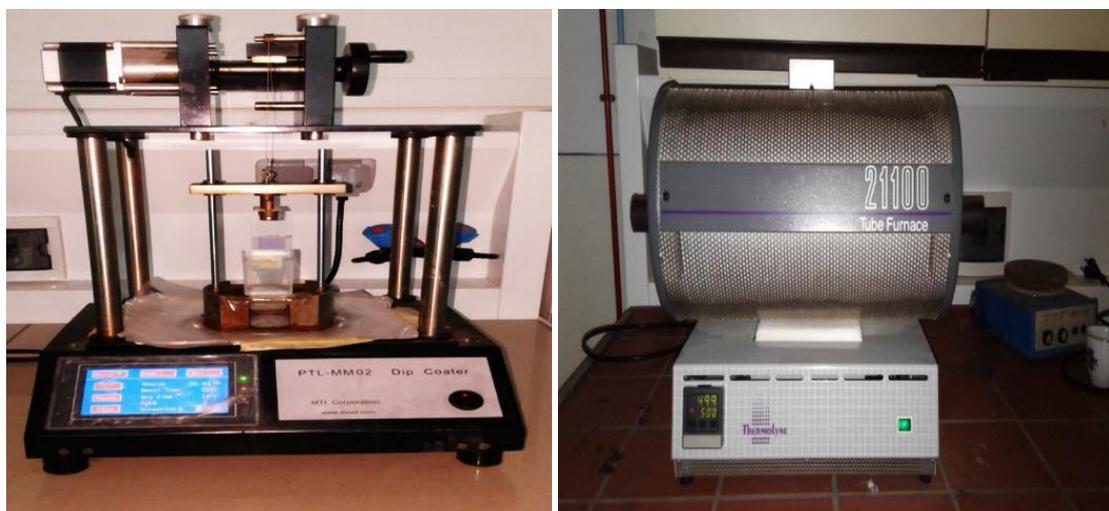


Fig. 4:Dispositif "dip-coating" et four tubulaire utilisés

Les conditions de déposition des échantillons élaborées sont résumées sur le tableau ci-dessous (Tab 2) :

Solution	ZnO					SnO <sub>2</sub>				
Nombre d'immersion	2	4	4	4	6	2	2	4	4	6
Température et temps de séchage	150°C 30min	150°C 30min	150°C 30min	150°C 30min	150°C 30min	150°C 30min	150°C 30min	150°C 30min	150°C 30min	150°C 30min
Température et temps de recuit	500°C 1 heure	500°C 1 heure	350°C 1 heure	/	500°C 1heure	500°C 1 heure	/	500°C 1 heure	/	500°C 1 heure

Tab. 2: Modes d'élaboration des couches de ZnO et SnO<sub>2</sub> par sol-gel

### 3.2. Caractérisations des échantillons

#### a. Caractérisation optique

##### ❖ *Spectre de transmission*

La transmission de la lumière à travers un verre est considérée comme la propriété la plus connue. Elle est définie par le facteur :

$$T = I/I_0 \dots\dots\dots(1)$$

Dans cette expression,  $I_0$  est l'intensité de la lumière incidente et  $I$  est celle recueillie après la traversée du matériau [2]. L'absorption de la lumière est formulée par la loi de Beer-Lambert [3] ; qui formule que l'intensité d'un rayonnement électromagnétique traversant un matériau subit une dégradation exponentielle en fonction de l'épaisseur et la concentration des espèces absorbantes.

$$I(\lambda, x) = I_0(\lambda) \cdot e^{-\alpha x} \dots\dots\dots(2)$$

$I_0$  : est l'intensité de la lumière incidente ;

$I$  : est l'intensité de la lumière sortante ;

$\alpha$  : est le coefficient d'absorption ;

$x$  : est la longueur du trajet optique.

Dans cette partie nous nous sommes intéressés à la transmission optique dans les spectres UV-Visible de nos films déposés. Les spectres UV- Visible sont représentés sur la figure 5. Ils

ont été enregistrés à l'aide d'un spectrophotomètre de type UV SPECTROPHOTOMETER 1800 couvrant le domaine UV-Visible opérant entre 200 nm et 1200 nm.

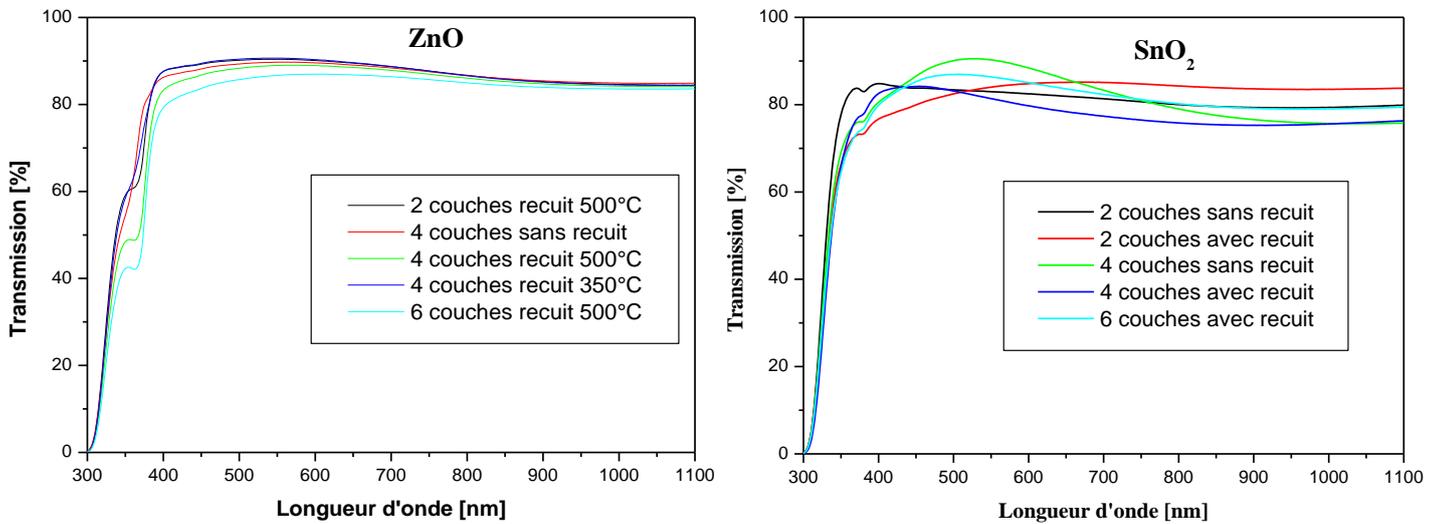


Fig. 5: Spectres de transmission des couches minces (a) ZnO et (b) SnO<sub>2</sub>

La figure 5 montre les spectres de transmission du ZnO et SnO<sub>2</sub> respectivement, ces spectres de transmission sont obtenus dans l'intervalle 300nm-1100nm. Nous remarquons que tous les échantillons ont une grande transparence dans le domaine du visible et montrent également l'absence de franges d'interférences due à l'homogénéité de la surface et aux faibles épaisseurs des couches déposées ( $e \leq 300$  nm)[3,4]. Une transmission moyenne des couches de ZnO et SnO<sub>2</sub> avoisine de 90% et 86% respectivement. Ces résultats montrent bien que les couches minces de ZnO et SnO<sub>2</sub> sont transparentes dans le domaine de l'UV-Visible. Nous pouvons signaler une diminution de la transmission optique moyenne dans le visible quand l'épaisseur des couches augmente. Ces résultats ont été approuvés par différents chercheurs[5–8] comme Pokaipisit et al [9], Benoy et al [10] Yu et al [11] Wang et al [12]. Ceci est probablement dû à l'augmentation de l'opacité et l'augmentation de la rugosité de la surface [13].

## b. Caractérisation morphologique

### ❖ Épaisseur

En utilisant le microscope optique de type Microscope Axiovert 40, la figure 6 présente des images en 2 dimensions. L'utilisation du logiciel Gwyddion a été très bénéfique pour le traitement des images en évaluant les épaisseurs des couches déposées de ZnO et SnO<sub>2</sub>.

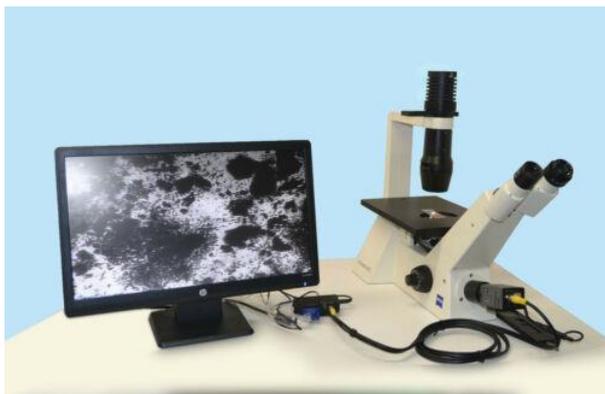
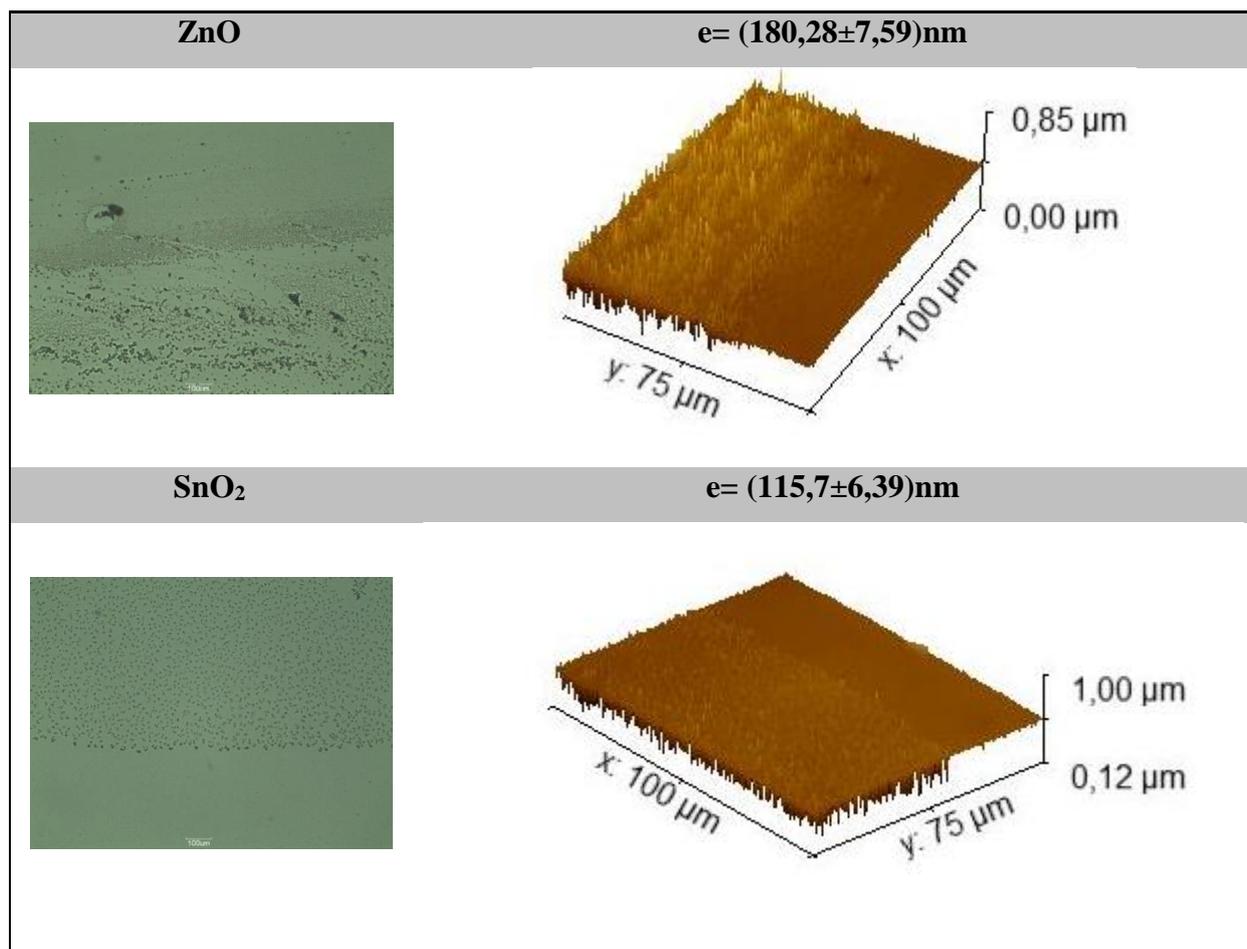


Fig. 6:Microscope Axiovert 40

Les images obtenues par le microscope optique et leurs images traitées par le logiciel Gwyddion sont présentées sur la figure 7 :

Fig. 7:Image 2D et 3D des films déposés de ZnO et SnO<sub>2</sub>

Cette première étude préliminaire nous a permis de déterminer les épaisseurs et températures de recuits optimales de dépôt des couches protectrices.

## **4. Partie II**

Après avoir optimisé les paramètres de travail pour un bon dépôt des films minces, nous avons préparé les solutions de ZnO et SnO<sub>2</sub> en utilisant le même procédé d'élaboration, dans le but de les déposer en couches très fines afin de protéger le deuxième type de verre (surfaces optiques). Ces couches sont déposées avec les mêmes épaisseurs et recuites à la même température.

### **4.1. Caractérisations des échantillons**

#### **a. Caractérisation optique**

##### *❖ Spectre de transmission*

Dans cette partie nous nous sommes intéressés à la transmission optique dans les spectres UV-Visible de nos différents types de composants optique et différentes surfaces optiques avant et après le dépôt des couches protectrices de ZnO et SnO<sub>2</sub>, ainsi que la détermination de l'énergie du gap optique et l'indice de réfraction.

↗ Cas de ZnO

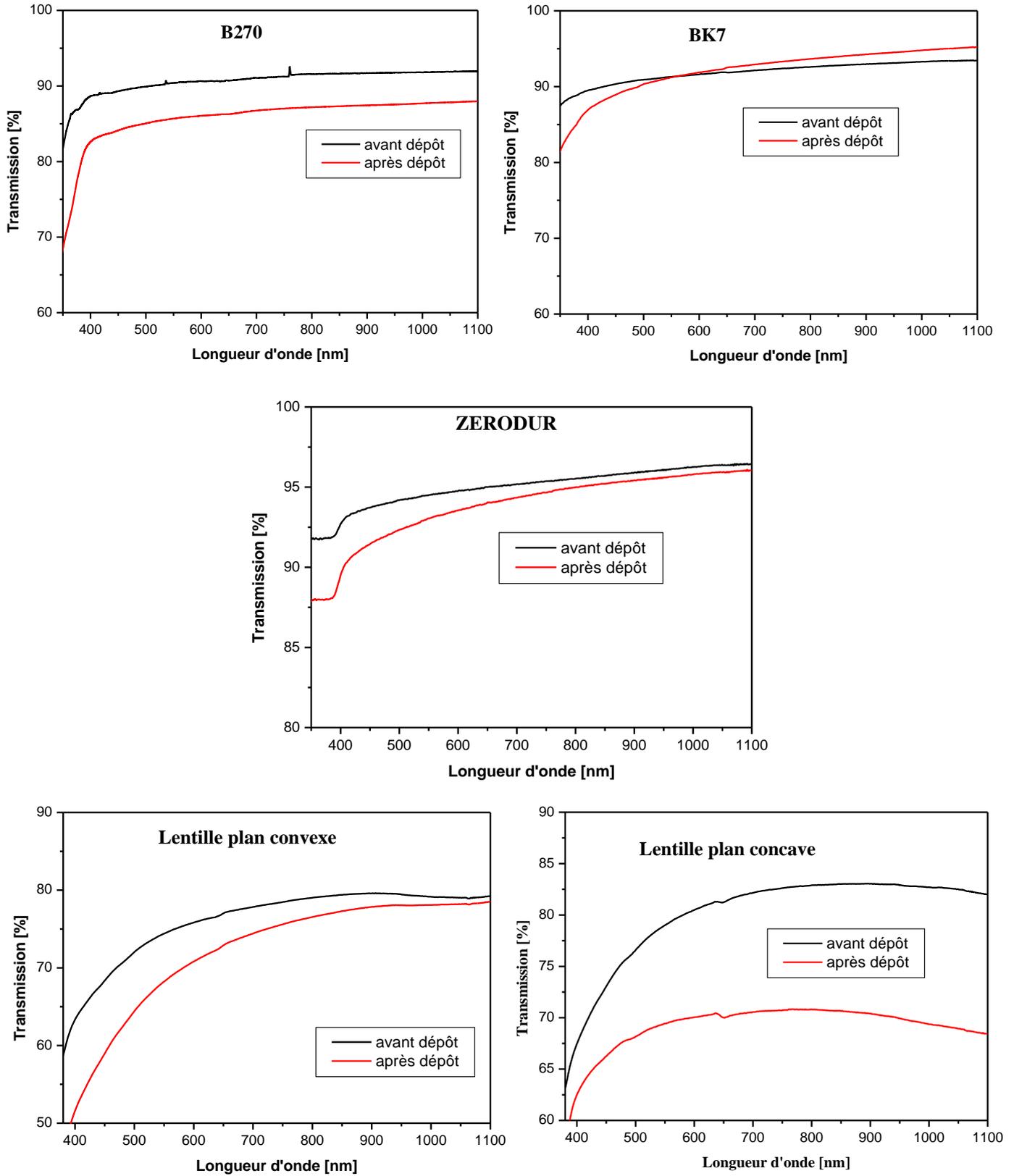


Fig. 8: Spectres de transmission optique des surfaces optiques avant et après le dépôt de la couche de ZnO

↗ Cas de SnO<sub>2</sub>

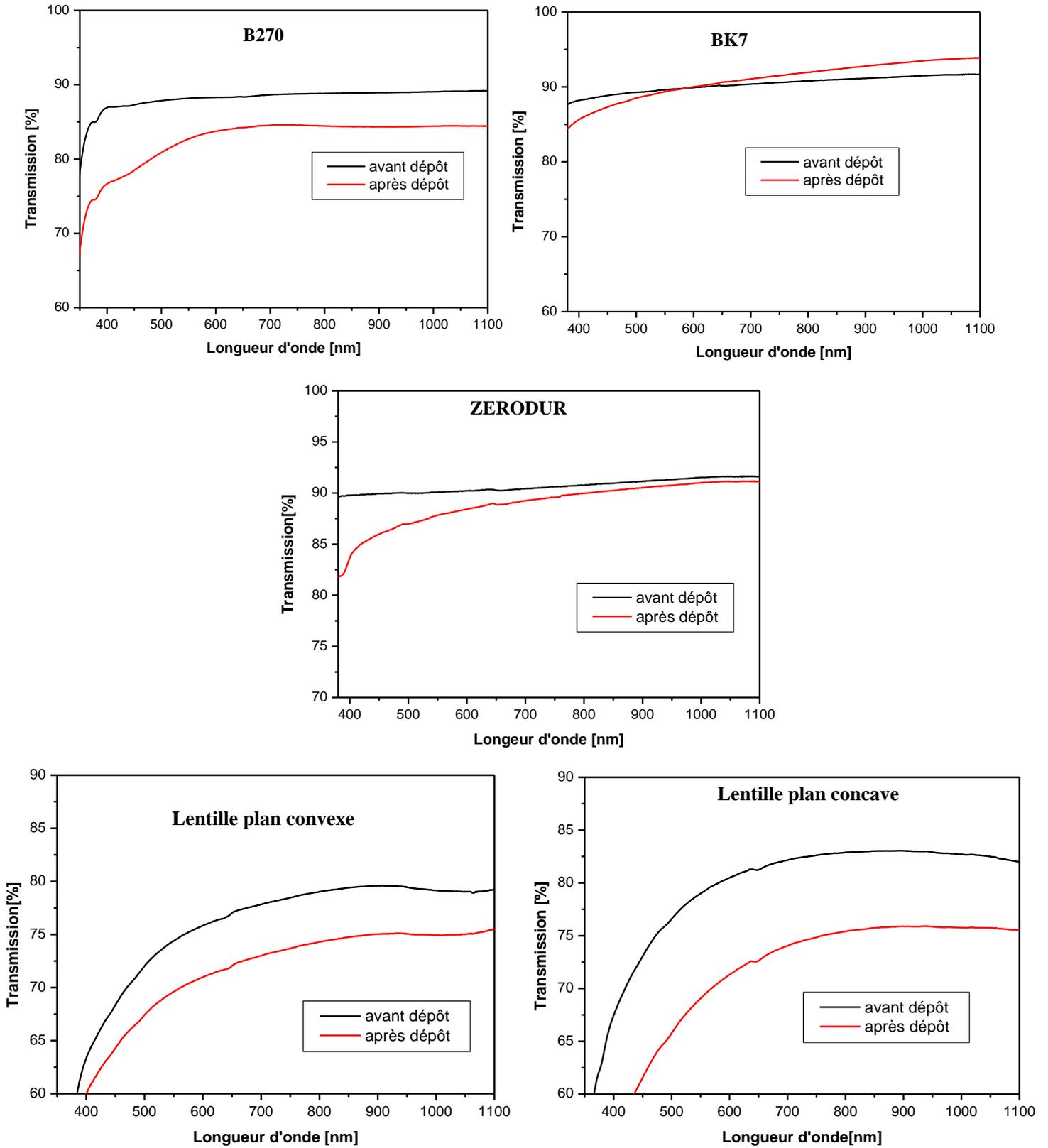


Fig. 9: Spectres de transmission optique des surfaces optique avant et après le dépôt de la couche de SnO<sub>2</sub>

Les figures 8 et 9 représentent le spectre de transmission du ZnO et SnO<sub>2</sub> respectivement, ces spectres de transmission sont obtenus dans l'intervalle 350nm-1100nm. On remarque que les échantillons sans revêtements transmettent plus que ceux revêtus soit par le ZnO ou bien le SnO<sub>2</sub> sur tout le domaine visible, sauf pour le cas du BK7, où on a remarqué une amélioration de la transmission d'environ 1,22% et 1,20% des échantillons revêtus de couche de ZnO et celle de SnO<sub>2</sub> respectivement à partir de 600nm.

La transmission de l'échantillon B270, a diminué d'environ 5% et 4,81% après le dépôt de la couche de ZnO et la couche de SnO<sub>2</sub> respectivement.

Pour l'échantillon ZERODUR, on peut constater une faible diminution de la transmittance de l'ordre de 0,59% et 0,78% correspondant aux deux dépôts des couches de ZnO et des couches de SnO<sub>2</sub> respectivement.

Pour le cas des lentilles on remarque aussi une diminution de la transmission ;

- Lentille plan convexe : une diminution de 15% pour le dépôt des couches de ZnO et de 6,41% pour les couches de SnO<sub>2</sub> ;
- Lentille plan concave : une diminution de 16% pour le dépôt des couches de ZnO et de 8,94% pour les couches de SnO<sub>2</sub> .

☞ Pour mieux comprendre l'origine de la diminution des transmissions, d'une part nous avons calculé l'indice de réfraction des couches de ZnO et SnO<sub>2</sub> déposées sur les surfaces optique (échantillons) en utilisant les gap optiques et puis en les comparant avec celles non revêtues et d'autre part, la mesure de la rugosité qui est un facteur très important pour donner encore mieux d'explication .

### ❖ *Energie de gap*

Les énergies de la bande interdite optique ( $E_g$ ) des échantillons ainsi que les oxydes ZnO et SnO<sub>2</sub> ont été calculées à partir du tracé de Tauc, en utilisant les transmissions obtenues. La relation entre le coefficient d'absorption ( $\alpha$ ) et l'énergie photonique incidente ( $h\nu$ ) est donnée par la relation proposée par Mott et Davis [14] :

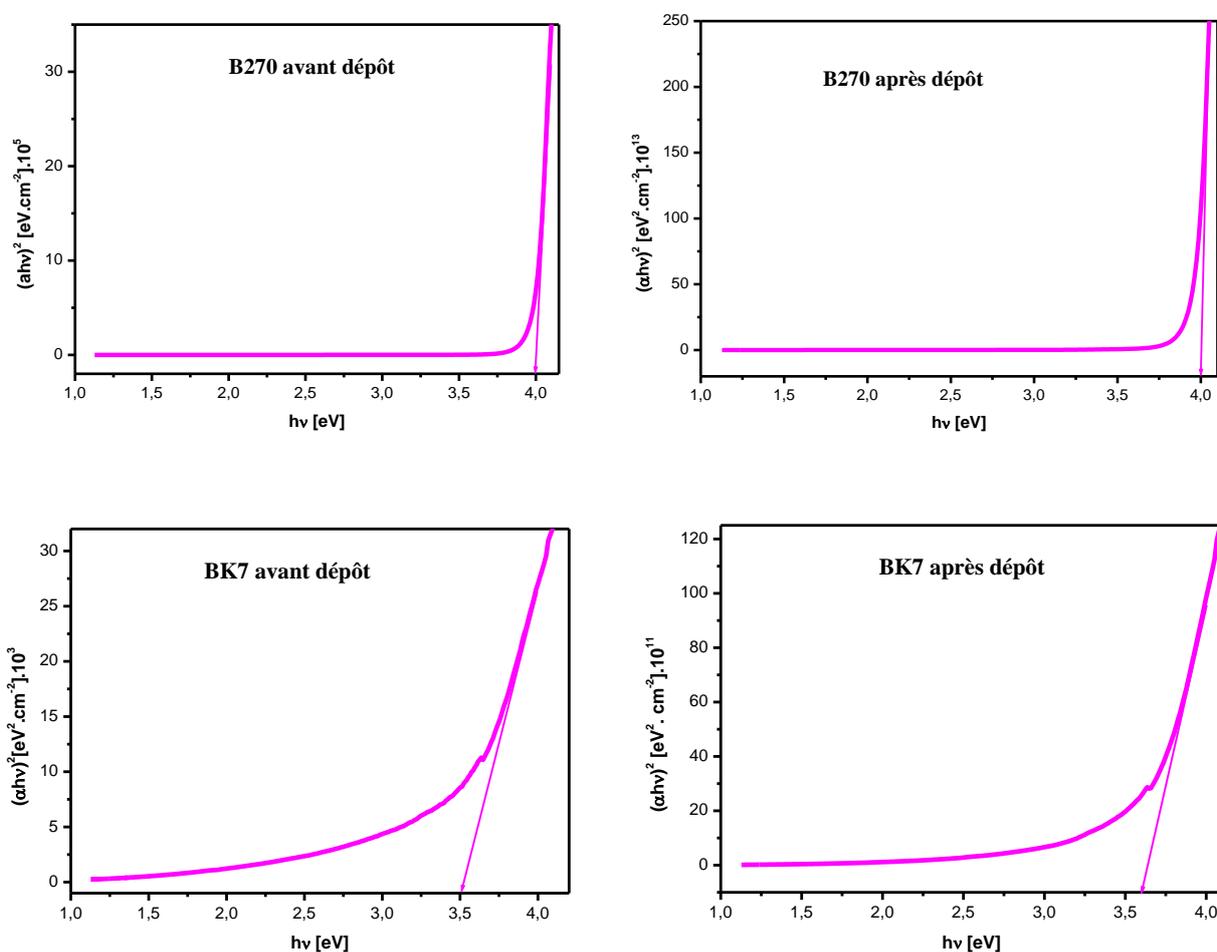
$$(\alpha h\nu)^n = A(h\nu - E_g) \dots \dots \dots (3)$$

$$E_g = \frac{hc}{\lambda_g} = \frac{1240 [eV.nm]}{\lambda_g [nm]} \dots \dots \dots (4)$$

Où  $A$  est une constante,  $h$  est la constante de planck,  $\lambda_g$  est la longueur d'onde,  $C$  est la vitesse de la lumière et  $n$  est un exposant dont la valeur dépend du type de la transition qui a lieu.

Dans ce travail, les transitions directes autorisées sont données pour  $n=2$  valides soit le ZnO ou le SnO<sub>2</sub> [14–18]. Le tracé de  $(\alpha h\nu)^2$  en fonction de l'énergie du photon ( $h\nu$ ) est montré sur les Figures 9 et 10. Les parties linéaires des courbes obtenues ont été extrapolées pour avoir le point intersection avec l'axe des X. cette valeur correspond à la bande d'énergie interdite des transitions optiques. Les valeurs obtenues de  $E_g$ , des échantillons étudiés sont portées sur les Tableaux 3 et 4.

↗ Cas de ZnO



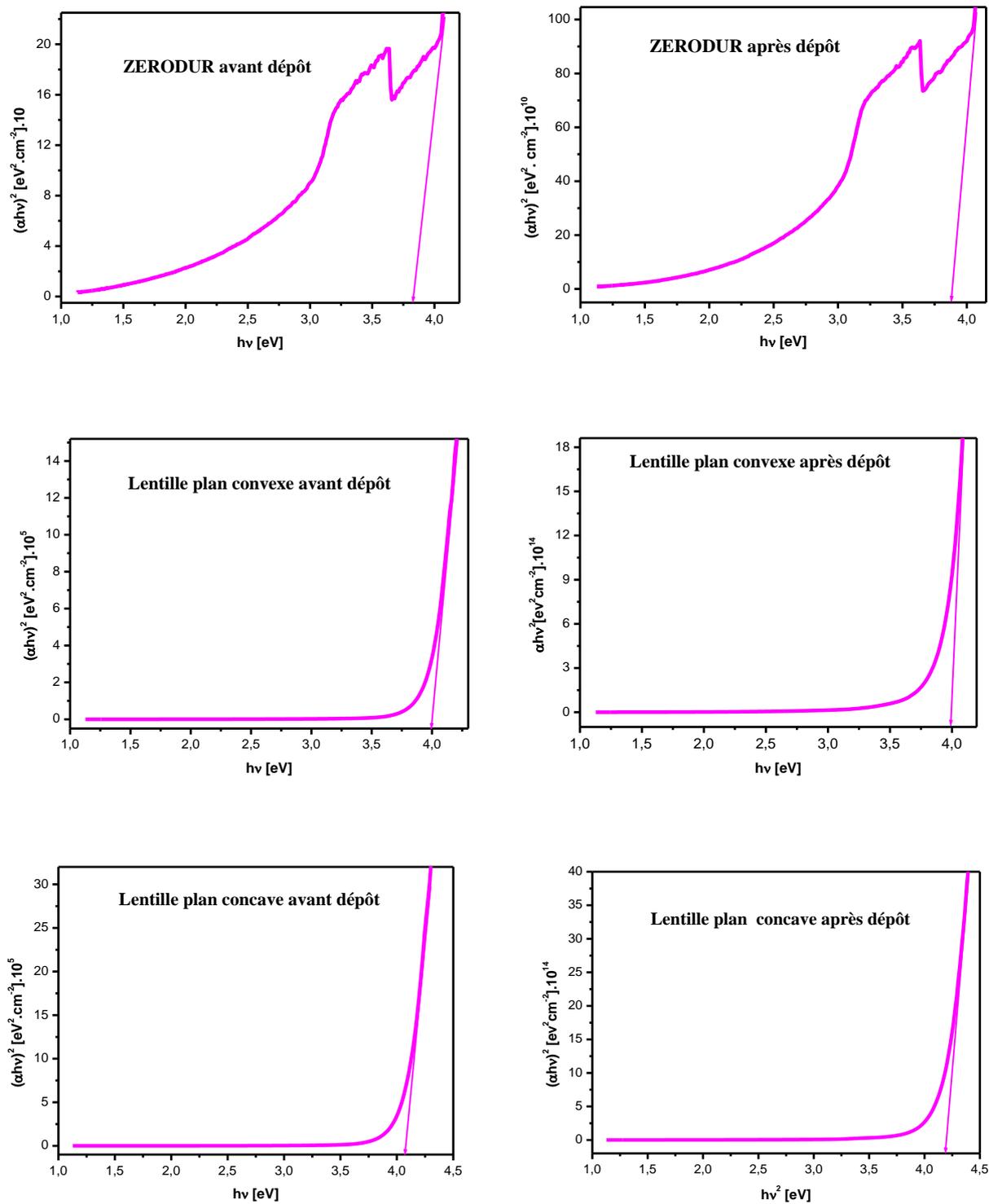


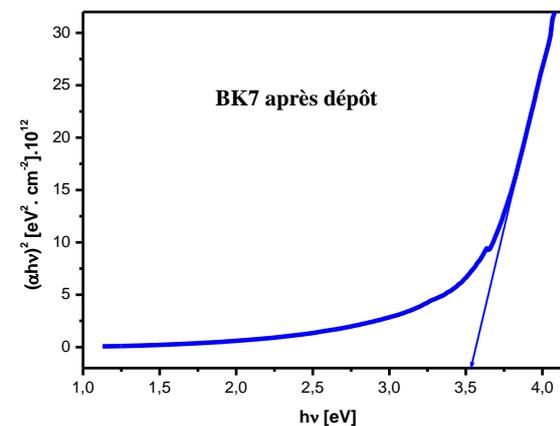
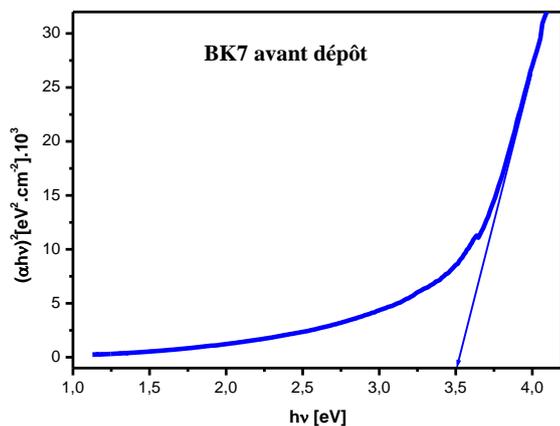
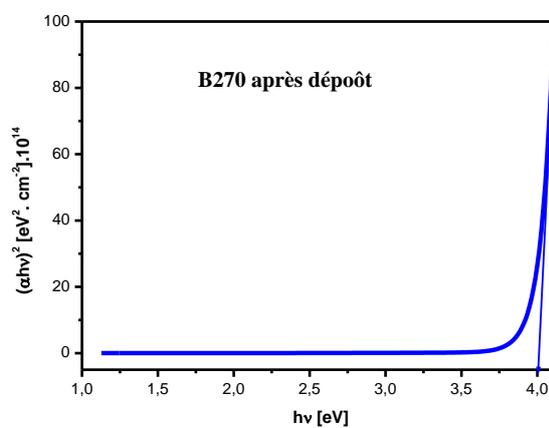
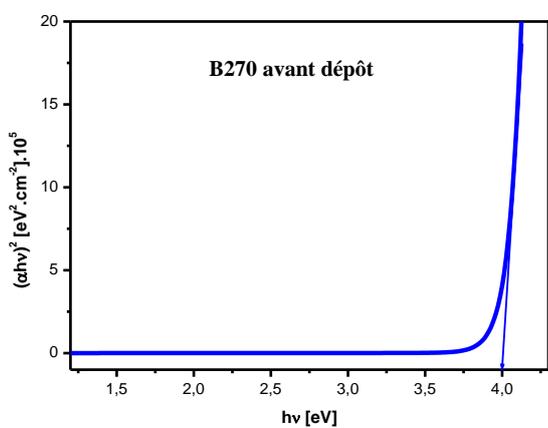
Fig. 10:gap optique en fonction de l'énergie des films de ZnO déposés sur différentes surfaces optiques

D'après les figures, les valeurs de l'énergie de gap sont comme suit :

Surface optique		B270	BK7	ZERODUR	Plan convexe	Plan concave
Énergie de gap [eV]	Surface optique	3,97	3,51	3,82	3,98	4,06
	ZnO déposé	4	3,60	3,88	3,99	4,18

Tab. 3: Valeurs de l'énergie du gap optique avant et après le dépôt de la couche de ZnO

### ↗ Cas de SnO<sub>2</sub>



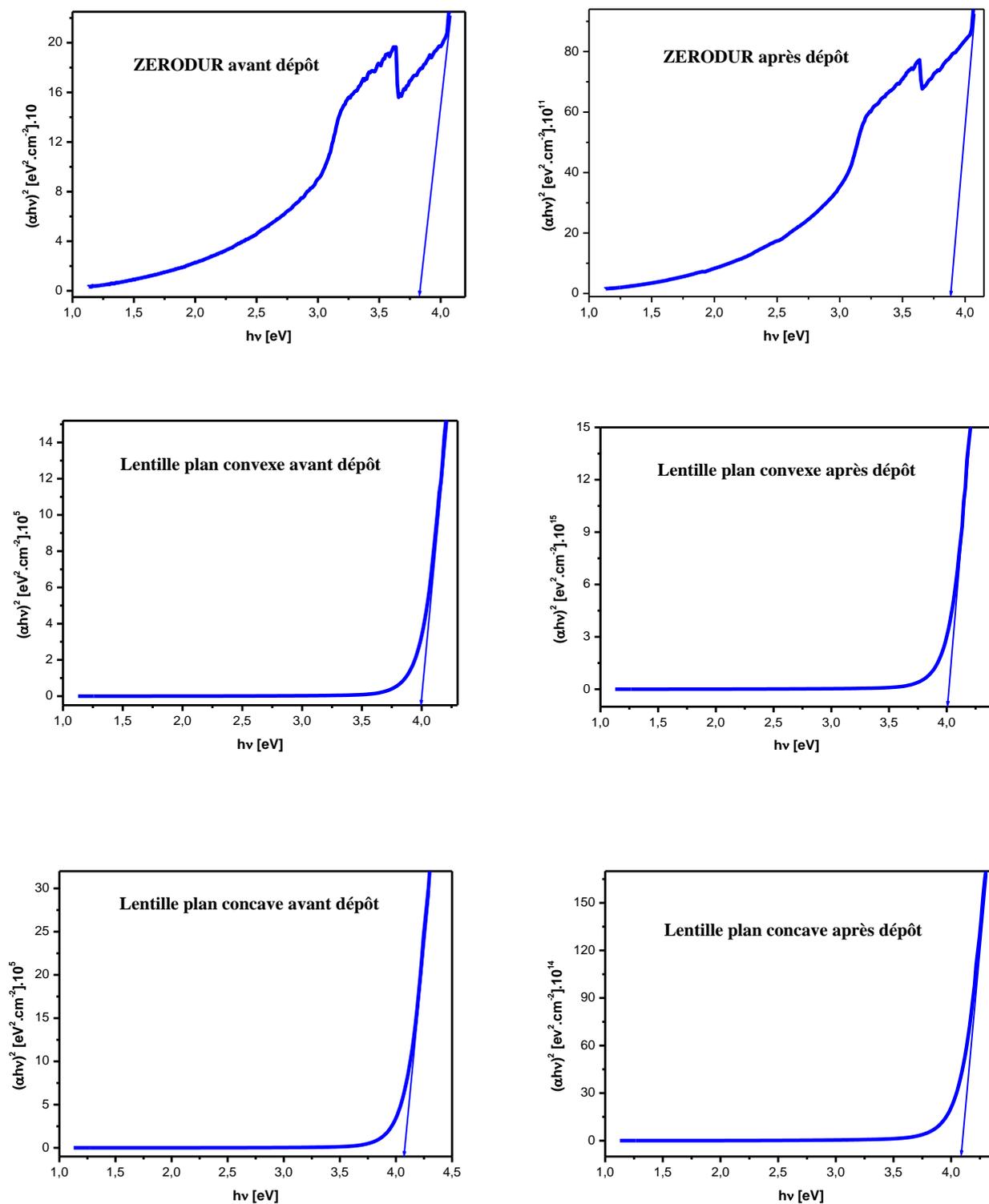


Fig. 11: gap optique en fonction de l'énergie du spectre électromagnétique des films de SnO<sub>2</sub> déposés sur différentes surfaces optiques

D'après les figures, les valeurs de l'énergie de gap sont présentées au tableau 4 comme suit :

Surface optique		B270	BK7	ZERODUR	Plan convexe	Plan concave
Energie de gap [eV]	Surface optique	3,99	3,51	3,82	3,99	4,06
	SnO <sub>2</sub> déposé	4,01	3,53	3,88	4,01	4,08

Tab. 4: Valeurs de l'énergie du gap optique avant et après le dépôt de la couche de SnO<sub>2</sub>

D'après les résultats obtenus dans les tableaux 3 et 4 nous pouvons constater qu'il existe une légère variation de l'énergie de gap après le dépôt des couches minces de ZnO et SnO<sub>2</sub> sur les surfaces optiques. Cela explique que les couches déposées n'affectent pas la fonctionnalité de l'échantillon mais qu'elles sont juste déposées comme couches protectrices. Cependant, nous pouvons remarquer dans le cas des échantillons de ZERODUR la présence de deux gaps. Ces derniers peuvent être expliqués par la présence de deux phases causées par les contraintes mécaniques appliquée lors du processus de polissage, de sa structure et sa composition chimique. Dans ce type de vitrocéramique (ZERODUR), le verre résiduel est composé d'une phase d'aluminosilicate qui sépare les nombreux cristaux de  $\beta$ -quartz et de  $\beta$ -spodumène (LiAlSi<sub>2</sub>O<sub>6</sub>). [19,20]. Ces contraintes provoquent probablement un enlèvement sélective de la matière ce qui provoque une déstabilisation dans le réseau cristallin conduit ainsi à la dispersion de la lumière et par conséquent il en résulte l'apparition d'autres gap.

#### ❖ *Indice de réfraction*

La présence de franges dans les spectres de transmission dans la région de faible absorption qui correspond au domaine du visible permet de calculer l'indice de réfraction de la couche [21]. Mais dans notre cas l'indice de réfraction du film peut être calculé en utilisant la relation de Herve et Vandamme [22] :

$$n = \sqrt{1 + \left(\frac{A}{E_g + B}\right)^2} \dots\dots\dots(4)$$

Où A et B sont des constantes numériques avec des valeurs de 13.6 eV et 3.4 eV, respectivement.

Les valeurs sont reportées dans les tableaux 5 et 6.

## ↗ Cas de ZnO

Surface optique	B270	BK7	ZERODUR	Plan convexe	Plan concave
Indice de réfraction (n)	2,0922	2,1851	2,1189	2,0944	2,0540

Tab. 5:L'indice de réfraction des couches de ZnO

↗ Cas de SnO<sub>2</sub>

Surface optique	B270	BK7	ZERODUR	Plan convexe	Plan concave
Indice de réfraction (n)	2,0901	2,2025	2,1189	2,0901	2,0750

Tab. 6:L'indice de réfraction des couches de SnO<sub>2</sub>

Les tableaux 5 et 6 montrent les valeurs de l'indice de réfraction des couches de ZnO et SnO<sub>2</sub> respectivement déposées sur des surfaces optiques. Les valeurs de n obtenues sont situées entre 2 et 2,18 pour le ZnO et des valeurs comprises entre 2 et 2,2 pour les couches de SnO<sub>2</sub>. Ces résultats sont assez proche de l'indice des deux couches de ZnO et SnO<sub>2</sub> trouvé par plusieurs chercheurs [23–26].

En comparant les indices de réfraction des couches avec ceux des surfaces optiques (Tableau 1), on distingue que les indices des couches de ZnO et SnO<sub>2</sub> sont supérieurs aux indices des surfaces optiques (échantillon à protéger). La différence d'indices entre le ZnO, SnO<sub>2</sub> et surfaces optiques peut provoquer le phénomène de réflexion [27,28] avec un grand débit ce qui entraîne à la diminution de l'intensité du faisceau transmis et par conséquent une diminution de la transmission optique. Ce phénomène a été observé pour les verres optiques revêtus par ZnO, SnO<sub>2</sub>. (Figure 8 et 9).

**b. Caractérisation morphologique**❖ *Rugosité*

Les rugosités de surfaces obtenues avant et après le dépôt des couches de ZnO et SnO<sub>2</sub> préparées par la méthode Sol-gel et la technique dip-coating, sont observées sur les figures 12 et 13. Les valeurs de rugosités sont présentées sur les tableaux 7 et 8.

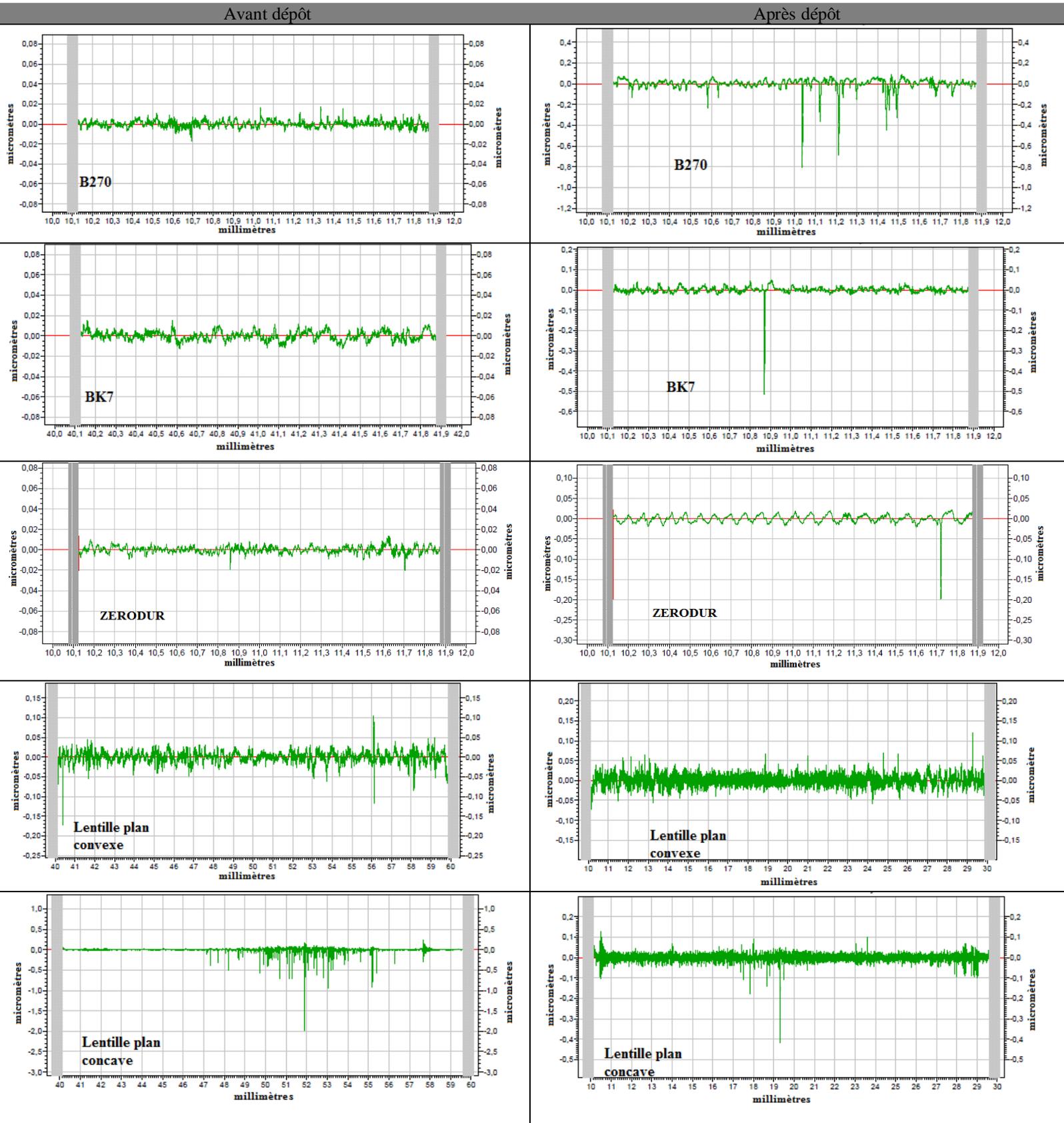
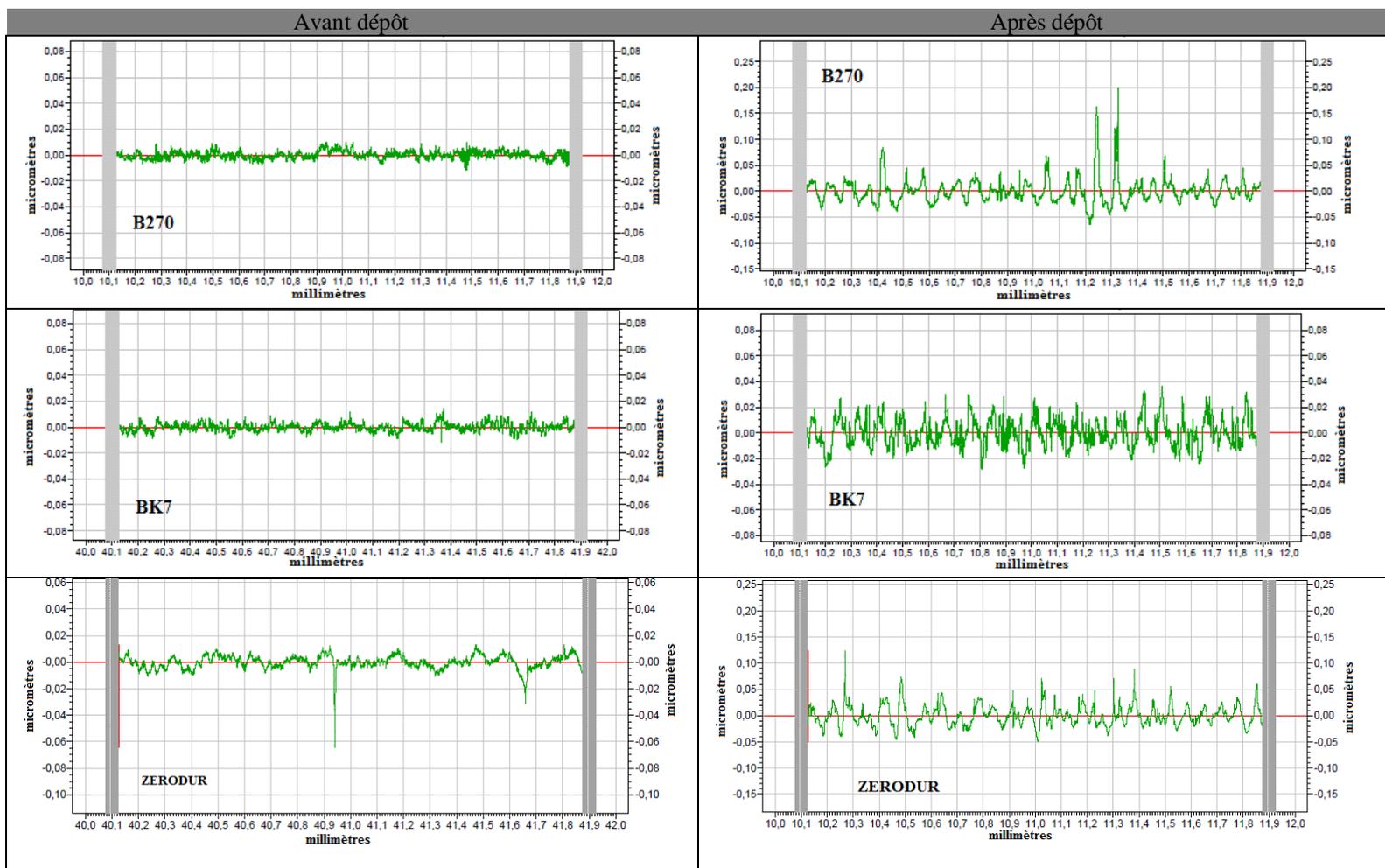
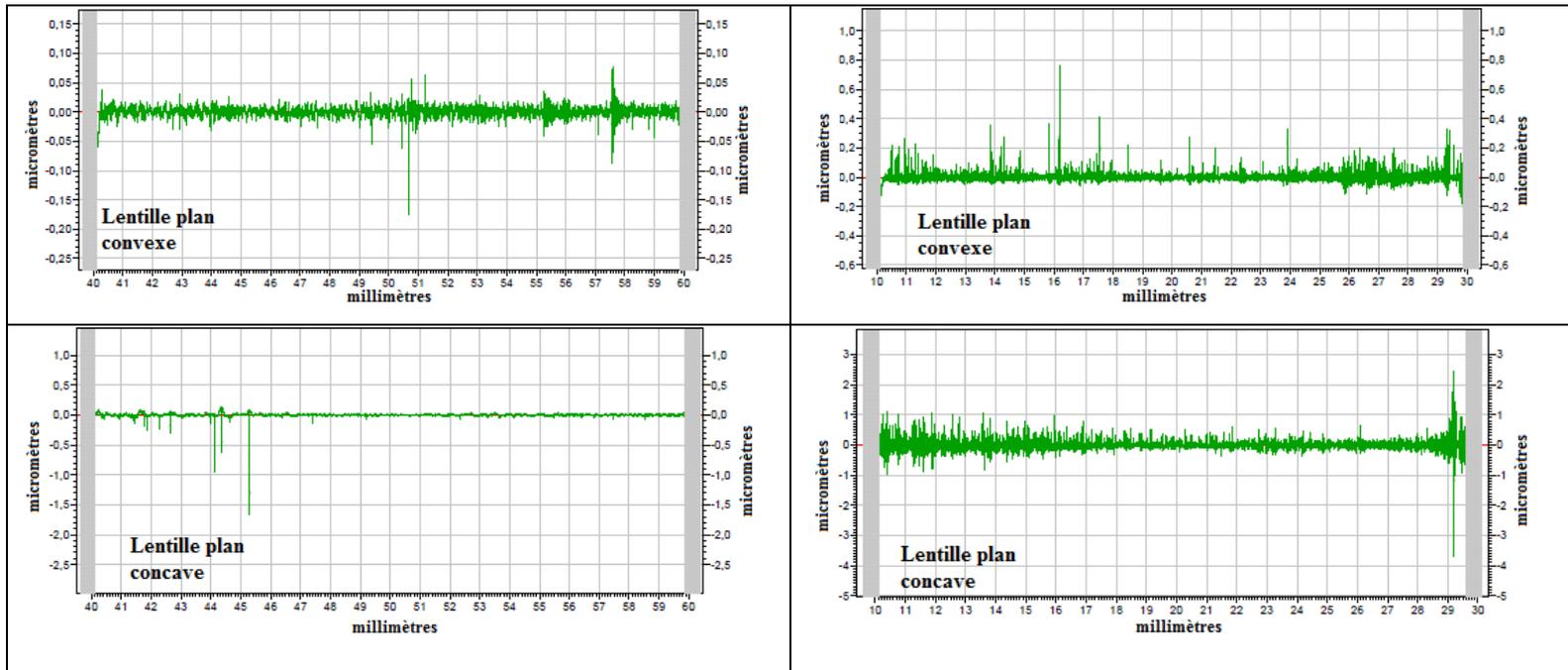


Fig. 12: Profils de rugosité des surfaces optiques avant et après le dépôt de ZnO

Surface optique	Avant dépôt	Après dépôt
	Ra [nm]	Ra [nm]
B270	(2,6±2,3)	(14,8±3,8)
BK7	(4,1±0,3)	(9,4±0,4)
ZERODUR	(4,3±1,3)	(7,4±0,4)
Lentille plan convexe	(10,7±0,9)	(11,2±1,4)
Lentille plan concave	(15,1±3,1)	(25,4±7,6)

Tab. 7: Valeurs des rugosités des surfaces optiques avant et après le dépôt de ZnO



Fig. 13: Profil de rugosité des surfaces optiques avant et après le dépôt de SnO<sub>2</sub>

Surface optique	Avant dépôt	Après dépôt
	Ra [nm]	Ra [nm]
B270	(2,7± 0,3)	(16,7±1,2)
BK7	(2,8±0,1)	(9,0±3,9)
ZERODUR	(3,7±0,1)	(16,7±2,0)
Lentille plan convexe	(6,0±0,3)	(19,2±1,2)
Lentille plan concave	(12,01±0,004)	(16,9±3,8)

Tab. 8: Valeurs des rugosités de surfaces optiques avant et après le dépôt de SnO<sub>2</sub>

L'évolution de l'état de surface comme le montre les profils des figures 12 et 13 indiquent que la rugosité augmente après le dépôt des couches minces de ZnO et SnO<sub>2</sub>. Ces résultats confirment ceux trouvés par différents chercheurs [12,24,28]. Ceci peut être expliqué par le fait qu'après le dépôt des couches de ZnO et SnO<sub>2</sub>, ces dernières présentent une structure granulaire de l'ordre nanométrique [30] et par conséquent l'augmentation de la rugosité. Les faibles valeurs de rugosité de l'état de surface indiquent que les épaisseurs des couches préparées sont uniformes sur toute la surface du substrat [31]. Tandis que la rugosité des films

est minime la dispersion de la lumière est réduite, ce qui permet d'augmenter la transmission optique.

## **Conclusion**

Les résultats obtenus nous permettent de conclure que la protection des surfaces optiques peut être possible avec des films de ZnO et SnO<sub>2</sub> ayant des épaisseurs de  $(180,28 \pm 7,59)$  nm et  $(115,7 \pm 6,39)$  nm respectivement. On peut conclure aussi que :

- ✓ Les conditions de dépôt des couches minces de ZnO et SnO<sub>2</sub> influent sur les caractéristiques optiques et morphologique des surfaces optiques obtenues ;
- ✓ L'état de surface initial des surfaces optiques du au procédé de polissage à mouvement vibratoire peut aussi influencer sur l'état final du produit après le dépôt des films minces ;
- ✓ Les différences d'indices de réfraction entre les couches déposées et la surface optique diminuent la performance spectrale de la couche déposée (transmission).

## Références

- [1] « SCHOTT | Glass Made of Ideas ». <https://www.schott.com/fr-fr> (consulté le 7 janvier 2023).
- [2] J.-P. Perez, *Optique: fondements et applications : avec 250 exercices et problèmes résolus*. Paris: Dunod, 2004.
- [3] R. Morris, « Spectrophotometry », *Current Protocols Essential Laboratory Techniques*, vol. 11, n° 1, p. 2.1.1-2.1.30, 2015, doi: 10.1002/9780470089941.et0201s11.
- [4] Y. Laaziz, *CARACTERISATION OPTIQUE DES COUCHES MINCES DE FORTE EPAISSEUR OPTIQUE A PARTIR DES MESURES DE TRANSMISSION OU DE REFLEXION*. 2015. doi: 10.13140/RG.2.1.3189.9368.
- [5] Y. Larbah, « Elaboration et caractérisation des couches minces conductrices et transparentes pour les cellules solaire de type TCO/ZnS/CIS ». mémoire de Magister, Université des Sciences et de la Technologie d'Oran, 2011.
- [6] L. Hao, X. Diao, H. Xu, B. Gu, et T. Wang, « Thickness dependence of structural, electrical and optical properties of indium tin oxide (ITO) films deposited on PET substrates », *Applied Surface Science*, vol. 254, n° 11, p. 3504-3508, mars 2008, doi: 10.1016/j.apsusc.2007.11.063.
- [7] M. Sahal, B. Hartiti, B. Mari, A. Ridah, et M. Mollar, « Etude des propriétés physiques des couches minces de ZnO dopées Al, préparées par la méthode de « sol-gel » associée au « spin coating » », *Afrique Science: Revue Internationale des Sciences et Technologie*, vol. 2, n° 3, Art. n° 3, 2006, doi: 10.4314/afsci.v2i3.61173.
- [8] S. H. Mohamed, F. M. El-Hossary, G. A. Gamal, et M. M. Kahlid, « Properties of Indium Tin Oxide Thin Films Deposited on Polymer Substrates », *Acta Phys. Pol. A*, vol. 115, n° 3, p. 704-708, mars 2009, doi: 10.12693/APhysPolA.115.704.
- [9] « Effect of Films Thickness on the Properties of ITO Thin Films Prepared by Electron Beam Evaporation | Agriculture and Natural Resources ». <https://li01.tci-thaijo.org/index.php/anres/article/view/244376> .
- [10] M. D. Benoy, E. M. Mohammed, M. Suresh Babu, P. J. Binu, et B. Pradeep, « Thickness dependence of the properties of indium tin oxide (ITO) FILMS prepared by activated reactive evaporation », *Brazilian Journal of Physics*, vol. 39, n° 4, p. 629-632, 2009.
- [11] H. H. Yu, S.-J. Hwang, M.-C. Tseng, et C.-C. Tseng, « The effect of ITO films thickness on the properties of flexible organic light emitting diode », *Optics communications*, vol. 259, n° 1, p. 187-193, 2006.
- [12] Y. Y. Wang, Q. F. Wei, D. F. Shao, Y. B. Cai, et L. Y. Yu, « Optoelectrical properties of PET spunbonded nonwovens deposited with ITO thin films by RF sputter coating », *Surface Engineering*, vol. 25, n° 7, p. 531-534, oct. 2009, doi: 10.1179/174329408X315616.
- [13] C. Yang, S. Lee, T. Lin, et S. Chen, « Electrical and optical properties of indium tin oxide films prepared on plastic substrates by radio frequency magnetron sputtering », *Thin Solid Films*, vol. 516, n° 8, p. 1984-1991, févr. 2008, doi: 10.1016/j.tsf.2007.05.093.
- [14] N. F. Mott et E. A. Davis, *Electronic processes in non-crystalline materials*, 2nd ed. Oxford: Clarendon Press, 2012.
- [15] J. B. Coulter et D. P. Birnie, « Assessing Tauc Plot Slope Quantification: ZnO Thin Films as a Model System », *Phys. Status Solidi B*, vol. 255, n° 3, p. 1700393, mars 2018, doi: 10.1002/pssb.201700393.
- [16] T. Ates, C. Tatar, et F. Yakuphanoglu, « Preparation of semiconductor ZnO powders by sol-gel method: Humidity sensors », *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 190, p. 153-160, févr. 2013, doi: 10.1016/j.sna.2012.11.031.
- [17] F. Gu et al., « Luminescence of SnO<sub>2</sub> thin films prepared by spin-coating method », *Journal of Crystal Growth*, vol. 262, n° 1-4, p. 182-185, févr. 2004, doi: 10.1016/j.jcrysgro.2003.10.028.
- [18] F. Gu et al., « Synthesis and luminescence properties of SnO<sub>2</sub> nanoparticles », *Chemical Physics Letters*, vol. 372, n° 3-4, p. 451-454, avr. 2003, doi: 10.1016/S0009-2614(03)00440-8.

- [19] H. S. Maiti, « Transparent and Machinable Glass-Ceramics », in *Handbook of Advanced Ceramics and Composites: Defense, Security, Aerospace and Energy Applications*, Y. Mahajan et J. Roy, Éd. Cham: Springer International Publishing, 2019, p. 1-33. doi: 10.1007/978-3-319-73255-8\_13-1.
- [20] L. Calvez, « Nouveaux verres et vitrocéramiques transparents dans l'infrarouge pour l'imagerie thermique », *Thèse de Doctorat, Université de Rennes 1*, 2006.
- [21] M. Jerman, Z. Qiao, et D. Mergel, « Refractive index of thin films of SiO<sub>2</sub>, ZrO<sub>2</sub>, and HfO<sub>2</sub> as a function of the films' mass density », *Appl. Opt.*, vol. 44, n° 15, p. 3006, mai 2005, doi: 10.1364/AO.44.003006.
- [22] P. Hervé et L. K. J. Vandamme, « General relation between refractive index and energy gap in semiconductors », *Infrared Physics & Technology*, vol. 35, n° 4, p. 609-615, juin 1994, doi: 10.1016/1350-4495(94)90026-4.
- [23] E. M. Bachari, G. Baud, S. Ben Amor, et M. Jacquet, « Structural and optical properties of sputtered ZnO films », *Thin Solid Films*, vol. 348, n° 1-2, p. 165-172, juill. 1999, doi: 10.1016/S0040-6090(99)00060-7.
- [24] T. K. Subramanyam, B. Srinivasulu Naidu, et S. Uthanna, « Physical Properties of Zinc Oxide Films Prepared by dc Reactive Magnetron Sputtering at Different Sputtering Pressures », *Cryst. Res. Technol.*, vol. 35, n° 10, p. 1193-1202, oct. 2000, doi: 10.1002/1521-4079(200010)35:10<1193::AID-CRAT1193>3.0.CO;2-6.
- [25] S.-K. Song, « Characteristics of SnO<sub>x</sub> films deposited by reactive-ion-assisted deposition », *Phys. Rev. B*, vol. 60, n° 15, p. 11137-11148, oct. 1999, doi: 10.1103/PhysRevB.60.11137.
- [26] Z. Gu et P. Liang, « Novel optical film sensor design based on p-polarized reflectance », *Optics & Laser Technology*, vol. 36, n° 3, p. 211-217, avr. 2004, doi: 10.1016/j.optlastec.2003.08.008.
- [27] A. April, *Optique géométrique*. Editions JFD, 2017.
- [28] J.-P. Marioge, *Surfaces optiques: méthodes de fabrication et de contrôle, recherches*. EDP Sciences, 2000.
- [29] L. L. Díaz-Flores, R. Ramírez-Bon, A. Mendoza-Galván, E. Prokhorov, et J. González-Hernández, « Impedance spectroscopy studies on SnO<sub>2</sub> films prepared by the sol-gel process », *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, vol. 64, n° 7, p. 1037-1042, juill. 2003, doi: 10.1016/S0022-3697(02)00476-6.
- [30] N. Lameche, S. Bouzid, M. Hamici, M. Boudissa, S. Messaci, et K. Yahiaoui, « Effect of indium doping on the optical properties and laser damage resistance of ZnO thin films », *Optik*, vol. 127, n° 20, p. 9663-9672, oct. 2016, doi: 10.1016/j.ijleo.2016.07.039.
- [31] R. Ashiri, A. Nematy, et M. Sasani Ghamsari, « Crack-free nanostructured BaTiO<sub>3</sub> thin films prepared by sol-gel dip-coating technique », *Ceramics International*, vol. 40, n° 6, p. 8613-8619, juill. 2014, doi: 10.1016/j.ceramint.2014.01.078.

***CONCLUSION***

---

***GÉNÉRALE***

## *Conclusion générale*

Cette thèse présente le développement d'une méthode innovatrice de polissage pour la finition de composants optiques. Les techniques de finition présentes sur le marché sont en constante évolution afin d'augmenter la productivité et réduire les coûts de fabrication des industries. Cependant, encore de nos jours, une dépense considérable de temps et d'argent est donc investie à cette étape de la fabrication. Il devient ainsi important de développer une technique permettant l'automatisation de la finition et la répétitivité des résultats.

Lors de la finition des surfaces, plusieurs méthodes peuvent être utilisées selon le type de surface finale désiré et la forme de la surface. Ainsi, différentes techniques sont étudiées afin d'établir les paramètres optimums de celles-ci et les besoins spécifiques menant à un procédé particulier. Le procédé de polissage à mouvement vibratoire est donc choisi parmi des méthodes conventionnelles et non-conventionnelles. Cependant, ce dernier est innové en employant un outil vibrant par un système magnétostrictif. Les modes d'enlèvement de matière présent dans ce type de procédé proviennent principalement de la pression produite par les vibrations. En effet, la surface est travaillée par l'impact direct des particules abrasives propulsées par l'outil. De plus, lors de l'application d'une pression entre l'outil et la pièce, le martèlement direct des particules abrasives façonne la surface. Finalement, les vibrations transmises par le liquide de suspension aux grains abrasifs font vibrer ces derniers sur la surface. Lors d'observations réalisées au cours des expériences, il a été possible de confirmer que ces modes d'enlèvement de matière sont présents durant le procédé.

Une première série d'expériences est réalisée afin de déterminer le potentiel de ce procédé. La technique de polissage est donc mise à l'essai par la variation d'une série de paramètres. De plus, deux types de polissoir ont été évalués le Lp66 et le Polycon 100. Les résultats indiquent qu'un système fonctionnant à une fréquence de 4,62 KHz est significativement plus performant car l'état de surface et la transmission atteint ces meilleures valeurs. L'utilisation d'un outil vibrant pour le polissage est donc un procédé durable.

Une étude portant sur le comportement de la surface polie de verre avec le polissage à mouvement vibratoire est effectuée. L'analyse a été faite par la modélisation par éléments finis à l'aide du logiciel ABAQUS. Cette dernière permet de constater que la pression exercée est uniforme sur toute la surface durant le processus de polissage à mouvement vibratoire. Ainsi la déformation de la pièce a été étudiée prouvant que l'enlèvement de matière commence par le bord puis le centre.

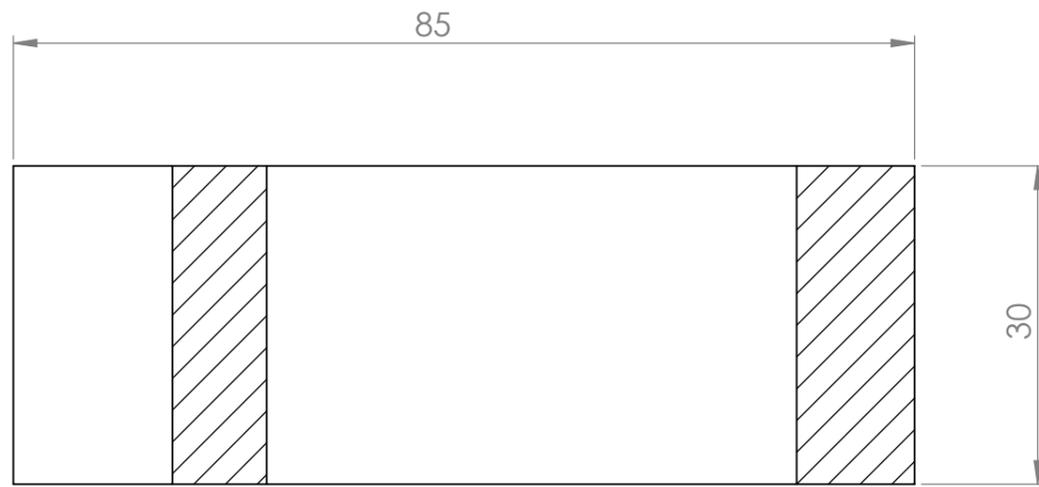
La deuxième phase expérimentale vise principalement à l'obtention d'un état de surface et une transmission meilleure, ainsi un taux d'enlèvement de matière minimal. Cependant, l'étude du processus de polissage en fonction du temps de polissage, la pression exercée sur la pièce en verre et la nature de la suspension s'avère nécessaire pour mieux optimiser le processus. Des Echantillons de différents verres et différentes surfaces et trois suspensions ont été utilisées. Les résultats ont prouvé qu'après 1 heure de polissage, en utilisant le Lp66 comme polissoir et l'oxyde de cérium en suspension, des rugosités de  $(4,27 \pm 0,25)$  nm,  $(7,6 \pm 0,21)$  nm et  $(7,67 \pm 1,25)$  nm sont atteintes pour le verre BK7, FK (Crown) et LF(Flint) respectivement ainsi des taux de transmission allant jusqu'à  $(98 \pm 0,007)\%$ ,  $(96,16 \pm 1,008)\%$  et  $(95,04 \pm 1,272)\%$  pour le verre BK7, FK (Crown) et LF(Flint) respectivement. Les autres résultats ont démontrés qu'en utilisant une pression minimale de 0,067 Mpa avec une suspension composée d'eau et de gypse comme grains abrasifs et une autre d'oxyde de cérium, d'huile et d'eau que le processus de polissage est meilleur et applicable pour les surfaces sphériques.

Les résultats obtenus après le dépôt de couche mince d'oxyde de zinc (ZnO) et de dioxyde d'étain ( $\text{SnO}_2$ ) comme couches protectrices par la méthode sol-gel sur différentes surfaces optiques ont démontrés que les conditions de dépôt ainsi l'épaisseur des couches minces de ZnO et  $\text{SnO}_2$  influent sur les caractéristiques optiques et morphologiques des surfaces optiques après le revêtement. De plus les différences d'indices de réfraction entre les couches déposées et la surface optique diminuent la performance spectrale de la couche déposée (transmission).

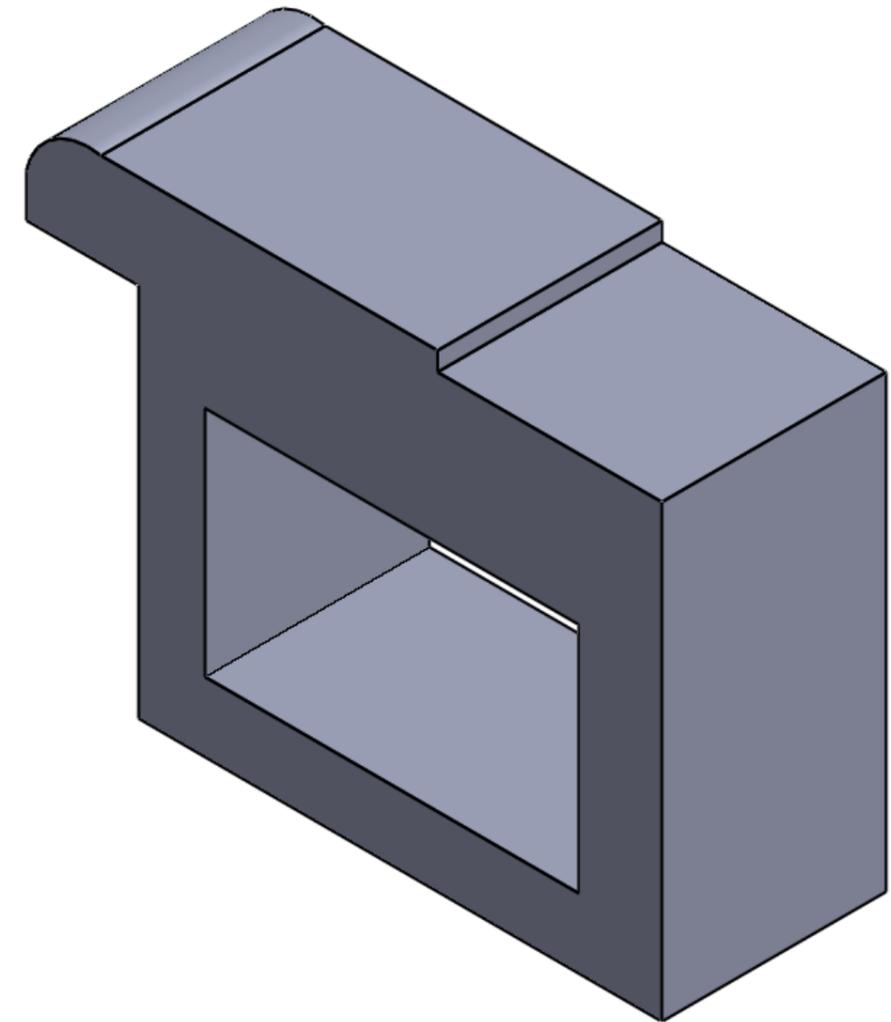
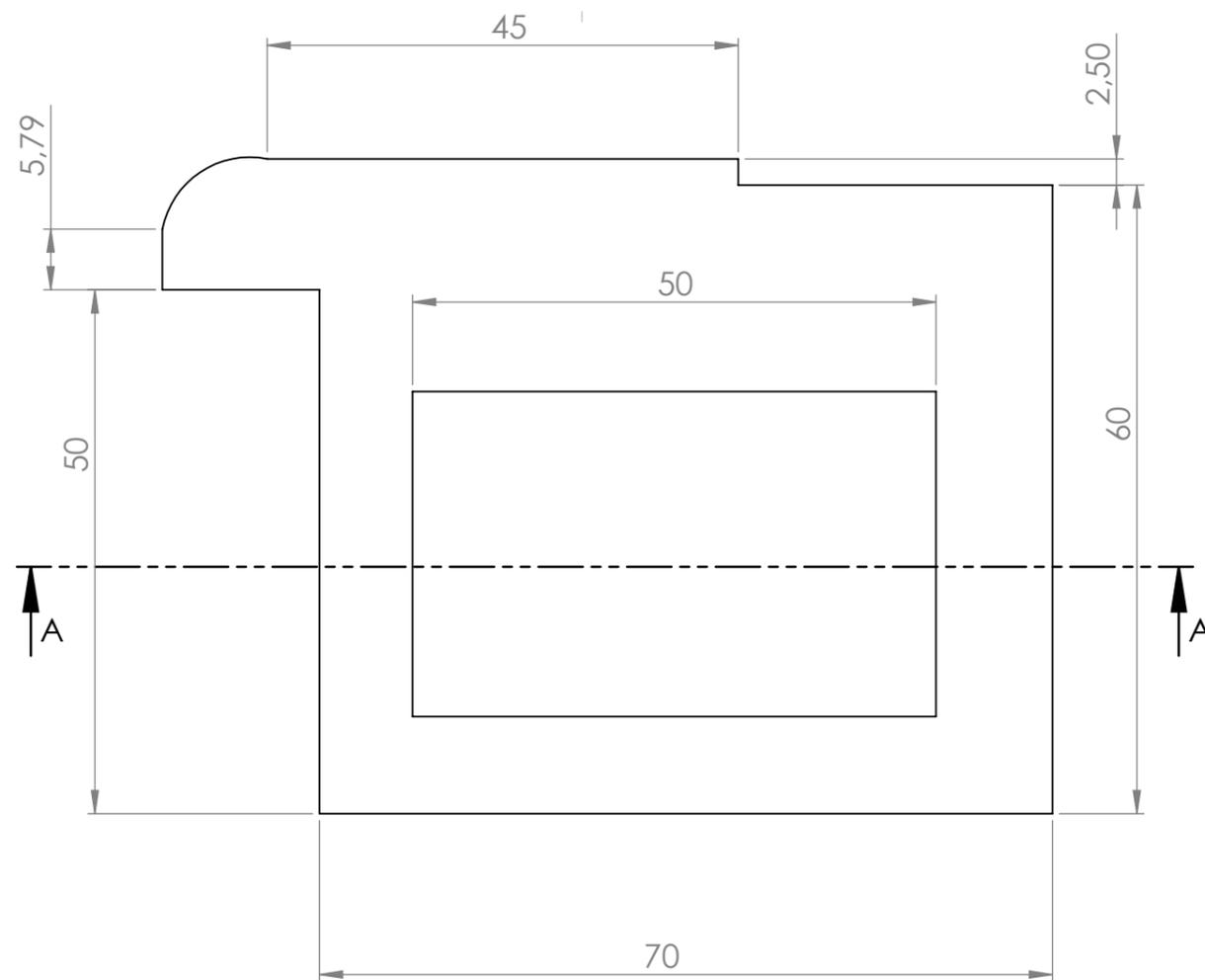
De nombreux axes de cette recherche peuvent être étendus à l'avenir. Les travaux futurs peuvent se pencher sur l'automatisation du processus et l'étude d'autres paramètres influençant ce type de polissage. Cependant, le revêtement des surfaces optiques peut être étudié en utilisant d'autres matériaux pour l'élaboration de couches minces ainsi qu'une étude des caractéristiques optiques et mécaniques s'avère nécessaire.

# ***ANNEXE A***

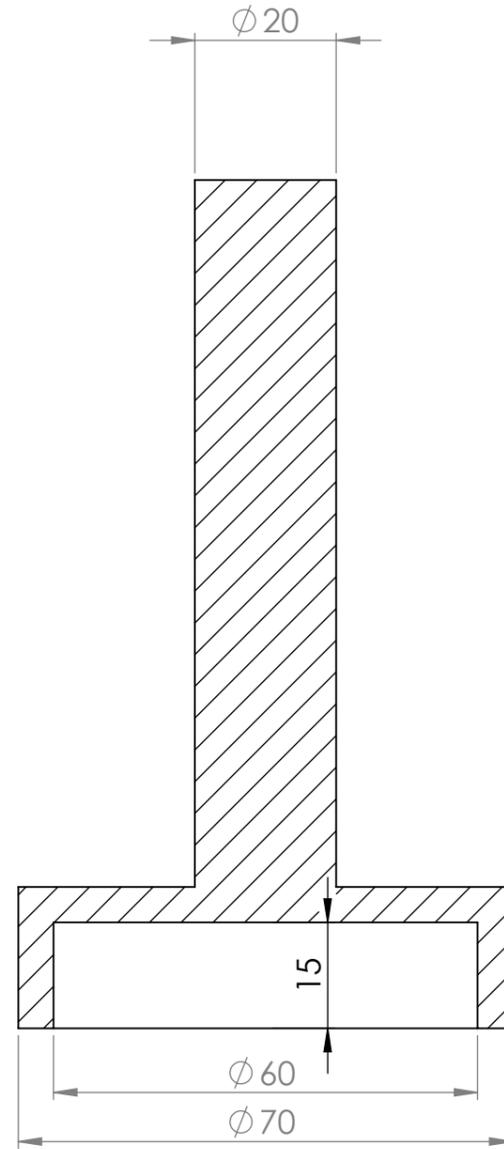
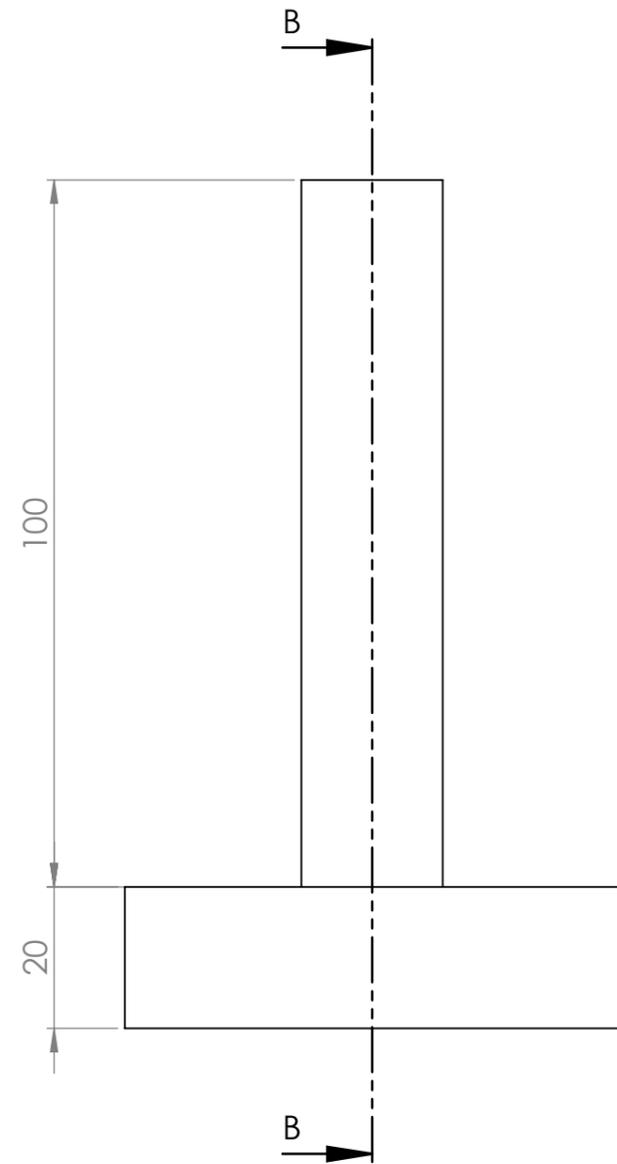
---



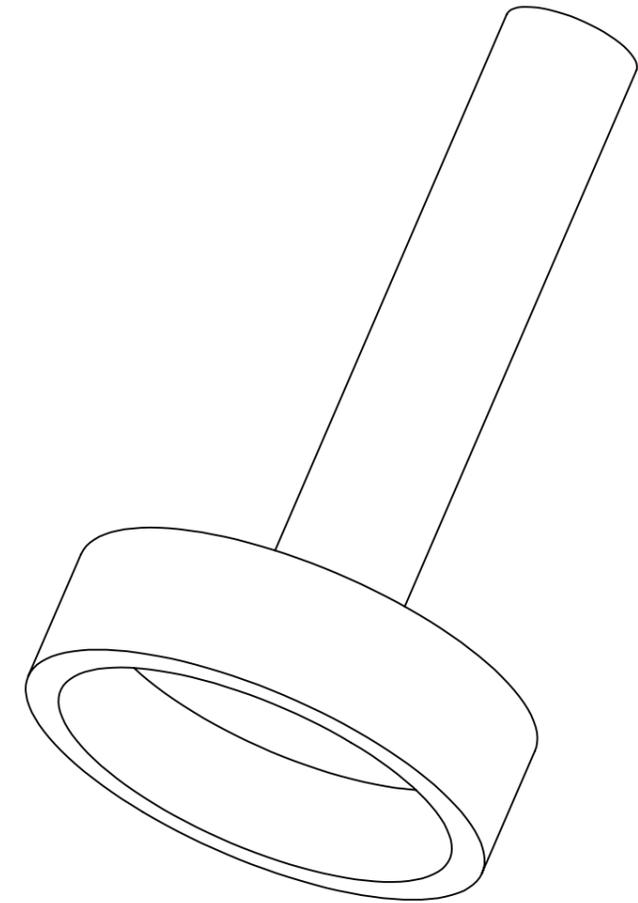
COUPE A-A



INSTUT D'OPTIQUE ET MECANIQUE DE PRECISION DE SETIF		
Ech 1:1	Culasse	Année:2019
Format A4		MOUNIR Hassena
		Alliage aluminium



COUPE B-B



INSTUT D'OPTIQUE ET MECANIQUE DE PRECISION DE SETIF		
Ech 1:1	Arbre vibrant et porte pièce	Année:2019
Format A4		MOUNIR Hassena
		Plastique

## Résumé

De nouvelles techniques de préparation des composants optiques sont employées actuellement pour la réalisation de surface de très haute qualité. Les surfaces sont traitées par un polissage, un nettoyage et subissent ensuite un revêtement. Cette thèse traite le développement d'un procédé de polissage à mouvement vibratoire employant un outil basée sur le principe magnétostrictif. Quelques notions de polissage sont présentées pour permettre d'expliquer la raison de la recherche d'une nouvelle méthode. Une analyse par éléments finis vérifie le comportement de la surface polie. Des expériences sont réalisées sur différentes surfaces optique. Les mesures des vibrations du processus et l'évaluation de leur impact sur les résultats du processus amélioreront la compréhension fondamentale des mécanismes d'enlèvement de matière et fournissent des possibilités de contrôle du processus et de maîtrise statistique du processus. Un dépôt de couches minces s'avère nécessaire pour la protection des surfaces optiques obtenues lors de cette étude.

**Mots clé :** polissage de précision, vibration, état de surface, rugosité, couches protectrices.

## Abstract

New techniques for the preparation of optical components are currently being used to achieve very high quality surfaces. The surfaces are treated by polishing, cleaning and then undergo a coating. This thesis deals with the development of a vibratory polishing process using a tool based on the magnetostrictive principle. Some notions of polishing are presented to explain the reason for the search for a new method. A finite element analysis verifies the behavior of the polished surface. Experiments are performed on different optical surfaces. Measurements of process vibrations and evaluation of their impact on the process results will improve the fundamental understanding of the material removal mechanisms and provide possibilities for process control and statistical process monitoring. Thin film deposition is required for the protection of the optical surfaces obtained in this study.

**Key words:** precision polishing, vibration, surface finish, roughness, protective layers.

## المخلص

تستخدم حاليًا تقنيات جديدة لتحضير العناصر البصرية لإنتاج أسطح عالية الجودة. تتم معالجة الأسطح عن طريق الصقل والتنظيف ثم الطلاء. تتناول هذه الأطروحة تطوير عملية صقل بالحركة الاهتزازية باستخدام أداة تعتمد على مبدأ التقبض المغناطيسي. يتم تقديم بعض مفاهيم الصقل لشرح سبب البحث عن طريقة جديدة. يشرح برنامج تحليل العناصر المحدودة سلوك السطح المصقول. تجرى التجارب على أسطح بصرية مختلفة. يسمح قياس الاهتزازات المستعملة وتقييم تأثيرها على نتائج عملية الصقل بتحسين الفهم الأساسي لآليات الإزالة وتوفير فرص لرصد العملية والتحكم في العملية الإحصائية للعوامل المؤثرة. ترسب الطبقات الرقيقة ضروري لحماية الأسطح البصرية التي تم الحصول عليها خلال هذه الدراسة.

**الكلمات المفتاحية:** دقة الصقل ، الاهتزاز ، حالة السطح ، الخشونة ، الطبقات الواقية