

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

Par  
**Khellaf Ikram**

## THÈME

*Contribution à l'amélioration du traitement des surfaces  
optiques*

**Soutenue, le :**

**Devant le jury composé de :**

Président du Jury	BOUZID Said	Prof.	UFA Sétif1
Directeur de thèse	BELKHIR Nabil	Prof.	UFA Sétif1
Examineur	ALIOUANE Toufik	Prof.	UFA Sétif1
Examineur	DAOUD Salah	Prof.	BBA
Examineur	BENTOUMI Mohamed	Dr	BBA

*Tu me dis, j'oublie.  
Tu m'enseignes, je me souviens.  
Tu m'impliques, j'apprends.  
(Benjamin Franklin)*

## ***Remerciement***

Grâce à Dieu le tout puissant qui m'a donné la volonté, la persévérance et la patience pour accomplir et achever ce travail.

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

Tout d'abord, je tiens à remercier vivement mon rapporteur le Professeur **Belkhir Nabil**, pour sa présence continue durant ce travail, pour m'avoir dirigé, ainsi que pour ses précieux conseils et ses discussions fructueuses afin de mener à bien ce travail, j'en suis très reconnaissante.

Je remercie également le professeur **BOUZID Said** pour avoir présidé le jury de cette thèse.

J'exprime ma très sincère reconnaissance aux professeurs **ALIOUANE Toufik**, **DAOUD Salah** et Docteur **BENTOUMI Mohamed** pour avoir accepté d'être examinateurs de cette thèse et de participer au jury.

Mes remerciements vont également à **Mr Juan Rubio Alonso** et **Mr Fausto Rubio Alonso** et tout le **staff d'ingénieurs** pour m'avoir accueilli au sein de leur **laboratoire à l'institut de verre et céramique (ICV) de Madrid**, pour leur aide, leurs conseils, et pour avoir mis à ma disposition tous les moyens possibles pour mener à bien mes expériences et pour m'avoir encouragé à poursuivre mes recherches dans ce domaine.

Je remercie également **Pr Bouzid Djamel** pour ces précieux conseils au tout début de mon parcours.

Je tiens aussi à remercier le **Pr Bouzid Said**, vous étiez toujours de bonne écoute à mes problématiques, et de très bon conseil pour surmonter chaque difficulté.

Mes sincères remerciements vont également au **Dr Zegadi Akram**, merci de m'avoir accompagné durant ce parcours et de m'avoir aidé à achever ce modeste travail.

Un grand merci pour les **techniciens** et **ingénieurs** du laboratoire de verre, laboratoire de métrologie, laboratoire d'AFM, laboratoire des matériaux métalliques et non métalliques et l'atelier du Bloc H.

## *Dédicaces*

*A ma très chère **mère***

*A mon très cher **père***

*Quoi que je fasse ou je dise, je ne saurai point vous remercier comme il se doit, votre affection me couvre, votre bienveillance me guide et votre présence à mes côtés a toujours été ma source de force pour affronter les différents obstacles.*

*Que ce travail traduit ma gratitude et mon affection pour vous.*

*A mon très cher **Mari***

*Mon plus grand support dans cette vie, je ne saurai t'exprimer ma gratitude*

*A ma **petite fille Misk***

*Mon plus grand bonheur, ma force et ma joie*

*A mes deux frères **Ghaith et Mohcen***

*Mes deux piliers de la vie, je sais que je pourrais toujours compter sur vous*

*A toutes ma famille*

*A mes très chères amies*

***Dahmani Warda, Dhouibi Hassina, Belattar Sara et Mounir Hassna.***

***Ikram***

## Résumé

La finition de surfaces optiques par des outils agglomérés en alumine et en oxyde de cérium est une technique très répandue lors de ces dernières années. Elle est sollicitée pour son efficacité à obtenir des qualités de surface meilleures et des transmittances idéales pour le verre optique, aussi, pour la qualité de ces outils en termes de résistance à l'usure qui les classifie comme des outils à longue durée de vie et à faible consommation de grains abrasifs. Cependant, l'obtention d'outils agglomérés (pastilles) de haute performance est soumise à de nombreuses conditions, notamment la tailles des grains abrasifs, le choix du liant et les paramètres de compactage et de cuisson.

Ce travail vise à produire des pastilles à base de grains abrasifs d'alumine de grosseur de 12,10,03 et 01 $\mu\text{m}$  et de grains d'oxyde de cérium de grosseur de 0.5 $\mu\text{m}$  liés dans une matrice de liant organique (Poix) caractérisées par une haute résistance à l'usure et une grande durée de vie, pour améliorer la qualité des surfaces optiques en réduisant la rugosité et en augmentant leur transmittance. La combinaison de matières premières utilisée et le protocole expérimental suivi nous ont permis de produire des pastilles d'alumine et d'oxyde de cérium d'une qualité très satisfaisante. En outre, nos pastilles ont l'intérêt d'être élaborées facilement en grande quantité, à moindre coût, avec un impact environnemental réduit par rapport au procédé conventionnel à grains abrasifs libres.

Les résultats indiquent que ces pastilles ont une structure interne homogène et une porosité appréciable variant de 20 à 30% pour l'ensemble des pastilles ; ceci contribue à l'augmentation de leur durée de vie qui a atteint dans le cas maximal les 74 heures pour la pastille P03. Les processus de doucissage et de polissage avec les pastilles fabriquées sont réalisés sur des échantillons optiques de type crown, les pastilles de fractions 12 et 10 $\mu\text{m}$  ont permis de réaliser le doucissage des échantillons en verre crown et les pastilles de fractions 03,01 et 0.5 sont destinées pour le polissage. Chaque processus a pris une durée de 30 minutes pour le but de déterminer le temps optimal pour chaque pastille. Une valeur finale de rugosité quadratique moyenne (RMS) de 6nm a été atteinte. De plus, un taux d'enlèvement de matière de 2,69 % pour les échantillons de verre a été obtenu, ce qui a conduit à une transmission de 92 %, ce qui est relativement très satisfaisant.

## Table des matières

Résumé	5
Table des matières	6
Introduction générale	12
<i>Chapitre I : Verres Optiques</i> .....	15
I.1 Généralité sur les verres optiques .....	16
I.2 Elaboration des verres optiques .....	17
I.2.1 Matières premières .....	17
I.2.2 Mécanisme général d'élaboration du verre.....	20
I.3 Catégories de verres industriels .....	21
I.4 Propriétés des verres optiques .....	22
I.4.1 Propriétés optiques .....	22
a. Indice de réfraction .....	23
b. Transmittance du verre .....	23
c. La dispersion optique .....	24
d. Réfraction et réflexion .....	25
I.4.2 Propriétés physiques et mécaniques.....	26
a. Densité du verre.....	26
b. Élasticité.....	27
c. Micro-dureté .....	29
d. Résistance mécanique du verre.....	31
I.4.3 Propriétés thermiques .....	33

a. Conductivité thermique .....	33
b. Dilatation thermique.....	33
c. La viscosité .....	34
I.4.4 Propriétés chimiques / durabilité chimiques .....	35
a. Influence de l'eau (H <sub>2</sub> O) sur la surface du verre optique.....	35
b. Résistance aux acides .....	35
c. Résistance aux alcalins .....	36
I.5 Applications des verres optiques .....	37
I.5.1 Verres ophtalmiques.....	37
I.5.2 Verres photochromiques .....	38
I.5.3 Verres à transmission ultraviolet .....	39
I.5.4 Verres à transmission infrarouge .....	39
I.5.5 Verres laser.....	40
<i>Chapitre II : Finition des surfaces optiques.....</i>	<i>41</i>
II.1 Composants optiques .....	42
II.2 Mise en forme des composants optiques .....	43
II.2.1 Le découpage .....	43
II.2.2 L'ébauchage.....	43
II.2.3 Le doucissage .....	44
II.2.4 Le polissage .....	46
II.3 Procédés de finition des surfaces optiques .....	47

<b>II.3.1 Procédés conventionnels .....</b>	<b>48</b>
<b>a. Processus de finition par abrasifs libres .....</b>	<b>48</b>
<b>a.1 Doucissage par abrasifs libres .....</b>	<b>49</b>
<b>a.2 Polissage par abrasifs libres .....</b>	<b>50</b>
<b>a.3 Mode d'enlèvement de la matière lors du doucissage .....</b>	<b>51</b>
<b>a.4 Mode d'enlèvement de la matière lors du polissage .....</b>	<b>54</b>
<b>b. Processus de finition par abrasives liées .....</b>	<b>56</b>
<b>II.3.2 Procédés non conventionnels.....</b>	<b>57</b>
<b>a. Le tournage au diamant mono-point (SPDT) .....</b>	<b>58</b>
<b>b. Faisceau ionique figurant (IBF) .....</b>	<b>59</b>
<b>c. Usinage par jet colloïdal de nanoparticules (NCJM) .....</b>	<b>60</b>
<b>d. Usinage par émission élastique (EEM).....</b>	<b>61</b>
<b>e. Finition magnétorhéologique (MRF) .....</b>	<b>63</b>
<b><i>Chapitre III : Finition par abrasifs liés .....</i></b>	<b><i>65</i></b>
<b>III.1 Finition des surfaces par disque à abrasifs liés (polissoir chargé) .....</b>	<b>66</b>
<b>III.2 Finition des surfaces par des pastilles à abrasifs liés.....</b>	<b>68</b>
<b>III.3 Mécanisme d'enlèvement de la matière dans les processus de finition par abrasifs liés .....</b>	<b>72</b>
<b>III.3.1 Mécanisme d'enlèvement de la matière durant le doucissage .....</b>	<b>72</b>
<b>III.3.2 Mécanisme d'enlèvement de matière durant le polissage.....</b>	<b>77</b>
<b>a. Théorie de micro-abrasion .....</b>	<b>78</b>
<b>b. Théorie de fluage.....</b>	<b>78</b>



c. La théorie chimique.....	79
d. La théorie hybride.....	79
e. La théorie cinétique.....	80
III.4 Type d'outils à abrasifs liés.....	80
III.4.1 Polissoirs chargés.....	80
III.4.2 Meule à abrasifs liés.....	81
III.4.3 Pastilles à grains abrasifs liés.....	82
<i>Chapitre IV : Elaboration des pastilles destinées pour le doucissage et le polissage des surfaces optiques.....</i>	<i>84</i>
IV.1 Objectif du travail.....	85
IV.2 Matériaux utilisés.....	86
IV.2.1 Caractérisation des grains abrasifs (alumine et oxyde de cérium).....	87
a. Granulométrie.....	87
b. Densité et surface spécifique des grains abrasifs.....	89
c. Structure cristalline et nature chimique des grains abrasifs.....	89
d. Forme et taille des grains abrasifs utilisés.....	91
IV.2.2 Liant organique (poix).....	93
a. Principales caractéristiques.....	93
b. Calorimétrie différentielle à balayage (DSC).....	93
IV.3 Elaboration des pastilles de doucissage et de polissage.....	94
IV.3.1 Préparation du mélange grains abrasifs-liant.....	95

IV.3.2 Procédé de compactage .....	95
a. Outil de compactage.....	96
IV.3.3 La cuisson des pastilles .....	97
IV.3.4 Pastille finale de doucissage et de polissage.....	98
IV.4 Préparation des échantillons du verre optique .....	98
IV.4.1 Doucissage et polissage du verre optique par les pastilles élaborées .....	99
 <i>Chapitre V :Caractérisation des pastilles élaborées destinées pour le doucissage et le polissage du verre optique.....</i>	
	101
V.1 Effet de la structure interne des pastilles élaborées sur leur efficacité .....	102
V.1.1 Porosité ouverte .....	102
V.1.2 Porosité fermée .....	103
V.1.3 Densité des pastilles .....	105
V.2 Durée de vie des pastilles élaborées .....	106
V.2.1 Usure des pastilles .....	106
V.2.2 Coefficient de frottement des pastilles élaborées.....	108
V.3 Evaluation du rendement des outils à abrasifs liés (pastilles).....	110
V.3.1 Paramètres des processus de finition par les pastilles élaborées.....	110
V.3.2 Processus de doucissage par pastilles à grains abrasifs liés.....	111
a. Mesure de la rugosité quadratique et contrôle de l'état de surface (doucissage).....	111
V.3.3 Processus de polissage pastilles à grains abrasifs liés : .....	115
a. Mesure de la rugosité quadratique et contrôle de l'état de surface (polissage).....	115

<b>V.3.4 Mesure de la transmittance des verres traités .....</b>	<b>118</b>
<b>V.4 Corrélation entre la rugosité, l'usure des pastilles et le taux d'enlèvement de matière du verre optique .....</b>	<b>121</b>
<b>V.4.1 Efficacité des pastilles d'alumine et d'oxyde de cérium .....</b>	<b>121</b>
<b>V.4.2 Relation entre l'usure des pastilles d'alumine et d'oxyde de cérium et le taux d'enlèvement de matière du verre optique .....</b>	<b>126</b>
<b>Conclusion générale</b>	<b>128</b>
<b>Références bibliographiques</b>	<b>131</b>

## Introduction générale

Le domaine de l'optique exige une qualité de produit irréprochable. La fiabilité de l'appareillage optique utilisé dans diverses applications est étroitement liée à la qualité des composants optiques le constituant. La fabrication de ces composants représente un grand défi en raison de la haute précision exigée des surfaces optiques, qui nécessite une finition d'ordre supérieure. Ainsi, la qualité des composants optiques dépend de leurs formes et de leur état de surface. Cette dernière n'est plus assez difficile à obtenir toutefois il reste toujours l'exigence de l'intervalle de précision. Effectivement, des surfaces d'une rugosité de l'ordre du nanomètre ou d'angström, avec un écart de forme de l'ordre du micromètre au nanomètre, sont aujourd'hui réalisées.

Les technologies récentes de finition des surfaces optiques, telles que la finition magnétorhéologique (MRF), le traitement par atome réactif (RAP), l'usinage par émission élastique (EEM) [Mori2014], le dressage électrolytique en cours de traitement électrolytique (ELID) [Ohno1990] et le tournage au diamant [Warr2008] ont été développés au cours des dernières décennies dans le but de réduire les défauts de surface et les dommages de sous surface afin d'obtenir des composants finis plus résistants et de haute qualité. Cependant, les processus de finition classiques par abrasifs libres restent toujours fiables utilisés dans ce sens pour raison, le coût élevé et la difficulté de la reproductibilité des processus non conventionnels. Toutefois l'efficacité de ce processus classique reste limitée par un paramètre majeur à savoir la quantité de grains utilisées durant le processus sachant que seulement 0.5% des grains abrasifs sont fonctionnels, ce qui limite son efficacité.

Pour remédier aux inconvénients du processus à abrasifs libres, une autre méthode semblable à ce dernier a été développée. Son principe consiste à remplacer la suspension de grains abrasifs par les mêmes grains mais liés dans une matrice de liant organique sous forme de pastilles.

En conséquence par l'utilisation de ces outils, on élimine à la fois la suspension de grains et le polissoir étant donné que l'outil (pastilles) joue le rôle des deux à la fois, l'agent de polissage dans ce cas n'a pour but que le refroidissement des pièces et l'évacuation des débris de verre. En plus de la rapidité de cette technique à finir les surfaces optiques, l'avantage majeur de cette méthode est l'orientation constante des grains abrasifs vers la surface de travail, les grains liés ont alors une action simultanée et identique, ce qui permet un enlèvement de matière plus efficace et assure la fonctionnalité de la majorité des grains, contrairement au processus à

abrasifs libres ou l'effet de roulement des grains et la pression non uniforme présentent de sérieux inconvénients. Tous ces avantages ont permis à la technique de finition par abrasifs liés d'occuper une place importante dans l'industrie de traitement de surface et des finitions de composants optiques.

Les pastilles à abrasifs liés seront essentielles pour automatiser le processus de finition et faciliter sa reproductibilité. De même, les processus de doucissage et de polissage ont un bien meilleur rendement que le processus conventionnel avec abrasif libre [Li2014]. En raison de leur efficacité d'enlèvement de matière et du contrôle relativement aisé de l'état de surface par rapport aux procédés abrasifs libres, les outils à abrasifs liés trouvent des applications de plus en plus larges dans la finition des verres optiques, des céramiques, etc. [Li2012] [Hitc2006].

Plusieurs études [Moor1974][Gill1998] se sont focalisées sur le développement d'outils de finition de surface à grains abrasifs liés pour les avantages considérables qu'ils offrent par rapport aux procédés conventionnels à abrasifs libres. Des contributions récentes [Cho2013] ont étudié la production de pastilles de grains abrasifs pour la finition de surface, dans les travaux [Bouz2014] [Bouz2001], il a été montré que les pastilles d'alumine et d'oxyde de cérium ont pu atteindre une faible rugosité avec des taux d'enlèvement de matière élevés. Dans les travaux de [Cho2013], des abrasifs diamantés liés de 6  $\mu\text{m}$  ont été utilisés pour la finition de surface du verre optique, la rugosité obtenue pour le polissage et le doucissage est respectivement de 0,03 et 0,143  $\mu\text{m}$ , et le MRR était de 71 et 135  $\mu\text{m}/\text{minutes}$ . En effet, au cours de l'étude [Bouz2014], il a été constaté que pour le doucissage avec des pastilles de grains abrasifs d'alumine (14 $\mu\text{m}$ ) produites dans les conditions suivantes : 1200°C comme température de cuisson, 314Mpa comme pression de compactage et 3,5 heures comme temps de cuisson, la porosité de la pastille était de 10,07 % et la rugosité des échantillons obtenus était de 0,674  $\mu\text{m}$ . bien que cela soit loin des exigences optiques.

L'efficacité des outils à grains abrasifs liés est notamment influencée par les paramètres de fabrication suivants : pression de compactage, géométrie des granulés, température et temps de cuisson, nature du liant et sa concentration [Gill1998] [Bouz2014]. Par conséquent, les principales conditions que doivent remplir ces pastilles pour remplir leur fonction peuvent être résumées dans les points suivants. Premièrement, les pastilles doivent conserver leur intégrité physique lorsqu'ils sont utilisés à des vitesses moyennes à élevées, dans un environnement aqueux et sous une pression faible à modérée. Deuxièmement, les pastilles doivent libérer les particules de grains abrasifs à une vitesse qui aide à éliminer efficacement les aspérités à la surface du verre, mais pas trop rapidement pour provoquer une usure excessive de l'outil, ou si

lentement que la surface de la pastille s'imprègne d'un film de liant solide. Troisièmement, les pastilles doivent être élaborées de manière à démontrer des performances reproductibles dans des conditions de fonctionnement constantes. Quatrièmement, les pastilles doivent être capables d'éliminer les défauts causés par le meulage, par exemple les marques d'outils, les rayures superficielles, et d'atteindre une microrugosité de surface effective inférieure à 10 nm dans un délai raisonnable. Enfin, les pastilles doivent respecter les tolérances de qualité de surface requises [Bouz2014].

Cette thèse se divise en deux parties essentielles : une partie bibliographique qui se compose de trois chapitres, le premier chapitre englobe le verre optique sous différents angles, en effet nous visionnerons son mécanisme d'élaboration, les différentes catégories de verres existantes, les propriétés optiques, mécaniques, thermiques et chimiques du verre optique et enfin les multiples applications des verres optiques. Le deuxième chapitre sera consacré à la fabrication des composants optiques et la finition des surfaces optiques, nous examinerons les étapes de fabrication des composants optiques, le mécanisme d'enlèvement de matière durant les processus de finition et en dernier les différents processus de finition de surfaces optiques. Le troisième chapitre se focalisera sur le processus de finition par abrasifs liés, nous aborderons l'évolution d'outils à abrasifs fixes, puis nous détaillerons le mécanisme d'enlèvement de matière durant ce processus en approchant les multiples théories existantes, enfin nous citerons les différents types d'outils à abrasifs liés.

Pour la partie expérimentale, dans un premier temps nous élaborons un nouvel outil de finition pour le doucissage et le polissage des surfaces optiques à base d'alumine, d'oxyde de cérium et d'un liant organique. Cette combinaison permet de lever les problèmes rencontrés lors du procédé classique à grains abrasifs libres. Ensuite, pour le deuxième chapitre expérimental, nous cherchons à caractériser et étudier expérimentalement la résistance à l'usure de ces pastilles en mesurant à la fois la perte d'épaisseur et de masse lors de leur fonctionnement. Et enfin, leur capacité à produire des surfaces optiques de haute qualité avec une rugosité minimale (RMS) et une meilleure transmission.

*Chapitre I : Verres  
Optiques*

Au tout début de sa découverte, les progrès des systèmes conçus de verre optique ont été limités en raison du manque de types de verre optique avec des propriétés de dispersion différentes et en raison de la mauvaise qualité des matériaux. Puis avec les travaux réalisés par Otto Schott, le verre est devenu un matériau plus adaptable, hautement reproductible et homogène, permettant ainsi la conception systématique de systèmes optiques. La demande de nouveaux types de verre se poursuit ainsi que l'exigence d'une meilleure qualité et de meilleures propriétés. Les développements réalisés dans le traitement du verre permettent ainsi de concevoir de nouveaux éléments optiques, faisant progresser la technologie.

### **I.1 Généralité sur les verres optiques**

Historiquement, les verres optiques ont été développés pour fournir aux ingénieurs en optique et aux scientifiques une variété de matériaux pour une utilisation dans la partie visible du spectre électromagnétique d'environ 380 à 780 nm. Avec le développement de nouvelles sources lumineuses à bande passante étroite sous forme de lasers et de meilleurs détecteurs, le concept classique du verre optique a été élargi pour inclure de nouveaux verres pour application dans les régions spectrales ultraviolettes et infrarouges. Les principales propriétés optiques sont l'indice de réfraction, la dispersion et la transmission. Ces propriétés sont principalement déterminées par la composition chimique et, dans une moindre mesure, par le processus de fusion et le traitement thermique subséquent. Ces procédures fixent la structure moléculaire du verre qui est responsable de l'interaction avec les ondes électromagnétiques. L'optique, plus que tout autre domaine d'application de la technologie et de la science, a profité du fait que le verre est un matériau d'ingénierie [Uhl1983] [Izum1984] [Fand1989]. Par une variation systématique de la composition du verre, le choix de la technique de fabrication appropriée, et l'utilisation de post traitements spécialisés, Le verre peut être conçu pour optimiser simultanément les propriétés secondaires critiques ainsi que les propriétés primaires de l'indice de réfraction et de la dispersion. Pour de nombreuses applications optiques, certaines propriétés secondaires telles que l'homogénéité optique, l'absence de stries, de bulles et d'impuretés, la diffusion de lumière à faible volume, la résistance chimique, la maniabilité, le coefficient de dilatation thermique, biréfringence, et les limites de taille deviennent des paramètres de conception critiques.

Un verre optique très homogène, d'une bonne durabilité chimique et d'une grande maniabilité est nécessaire pour produire des surfaces extrêmement lisses. La rugosité de surface RMS de l'ordre de quelques angströms a été atteinte [Bene1987] [Ving1992]. Les verres avec une homogénéité optique élevée devraient également montrer une diffusion de lumière à très



faible volume [Dag1970] [Scho1979] [Ste1984]. Les applications telles que les systèmes laser de confinement inertiel nécessitent de très grands éléments optiques de l'ordre d'un mètre de diamètre avec une homogénéité optique élevée de sorte que leur indice de réfraction reste constant dans la plage de  $1 \times 10^{-6}$  [Reit1972]. De plus, de grandes quantités de fibres optiques sont produites pour l'industrie des télécommunications avec des pertes de l'ordre de 0,2 dB/km pour une longueur d'onde d'environ 1  $\mu\text{m}$  [Kao1982] [Kers1983] [Li1985] [Yan1993]. Plus de 10 ans de développement de processus ont été nécessaires pour atteindre ce niveau d'atténuation extraordinairement bas. Le domaine des télécommunications, y compris la technologie des télécopieurs, exige également de très petits composants optiques sous forme de lentilles de visée produites dans des réseaux de lentilles, dont la taille est de quelques millimètres [Iga1984], des fibres optiques dont le diamètre varie de quelques micromètres à plusieurs centaines de micromètres, et des composants optiques intégrés souvent avec des couches de seulement quelques  $\mu\text{m}$  d'épaisseur [Rob1989] [Naja1992].

## **I.2 Elaboration des verres optiques**

Bien que les verres puissent être fabriqués par une grande variété de méthodes, la grande majorité est toujours produite par fusion des composants du mélange à une température très élevée. Cette procédure implique toujours la sélection des matières premières, le calcul des proportions relatives de chacune à utiliser dans le mélange, ainsi que la pesée et le mélange de ces matières pour fournir une matière de départ homogène. Au cours du processus de chauffage initial, ces matières premières subissent une série de modifications chimiques et physiques pour produire la masse fondue. La conversion de cette masse fondue en un liquide homogène peut nécessiter un traitement supplémentaire, y compris l'élimination de tous les restes de mélange non fondus, des impuretés et des bulles. La production de produits commerciaux nécessite la mise en forme en formes spécifiques, ainsi que des traitements thermiques pour éliminer les contraintes générées lors du processus de refroidissement, ou pour produire des verres renforcés par trempe thermique [Shel2005].

### **I.2.1 Matières premières**

En général, les verres sont soit produits à partir de composants de haute qualité et chimiquement purs, soit à partir d'un mélange de minéraux beaucoup moins purs. Les échantillons de recherche, les verres optiques et de nombreux verres utilisés pour des applications de haute technologie à faible volume sont produits à l'aide de ces produits chimiques que nous pourrions rencontrer régulièrement dans n'importe quel laboratoire de

chimie. Les produits commerciaux produit en grande quantité, sont en revanche fabriqués à partir de minéraux, qui ont généralement des noms et des compositions qui ne sont pas familiers au public. [Agar1995] [Aruj1986] [Aruj1977]

Quelle que soit la source des composants utilisés pour produire un verre spécifique, les matières premières peuvent être divisées en cinq catégories en fonction de leur rôle dans le procédé : **vitrificateurs, fondant, modificateur de propriété, colorant et agent de collage**. Le même composé peut être classé dans différentes catégories lorsqu'il est utilisé à des fins différentes. L'alumine, par exemple, sert de formateur de verre dans les verres d'aluminate, mais il est considéré comme un modificateur de propriété dans la plupart des verres de silicate. L'oxyde d'arsenic peut être soit un vitrificateur, soit un agent de collage, selon le but pour lequel il a été ajouté au lot. Le composant le plus essentiel de tout lot de verre est toujours le vitrificateur. Chaque verre contient un ou plusieurs composants qui servent de source principale de la structure. Bien que ces composants soient communément appelés formateurs de verre, ils sont également appelés formateurs de réseau ou oxydes formateurs du verre dans de nombreux verres d'oxyde. L'identité de ces composants sert généralement de base au nom générique utilisé pour le verre. Si la plupart des vitrificateurs présents dans un échantillon spécifique sont de la silice, ce verre est appelé silicate. Si une quantité significative d'oxyde borique est également présente, en plus de la silice, l'échantillon est appelé verre borosilicaté. [Aubo1986] [Augi1978]

**Les vitrificateurs** principaux dans les verres d'oxydes commerciaux sont la silice, l'oxyde borique ( $B_2O_3$ ) et l'oxyde phosphorique ( $PO_5$ ), qui forment tous facilement des verres à un seul composant. Un grand nombre d'autres composés peuvent agir comme vitrificateurs dans certaines circonstances, notamment  $GeO$ ,  $BiO_3$ ,  $As_2O_3$ ,  $Sb_2O_3$ ,  $TeO$  et  $GaO_3$ . [Bart1991] [Baue1991]

**Les fondants** les plus courants sont les oxydes alcalins, en particulier  $NaO$  (soude) et  $PbO$ . La plupart des verres commerciaux contiennent de la soude, y compris ceux utilisés pour les contenants et les verres à vitres. L'oxyde de potassium est également largement utilisé dans les verres commerciaux, tandis que l'oxyde de lithium est utilisé dans un certain nombre de vitrocéramiques commerciales. Les oxydes de rubidium et de césium sont fréquemment utilisés dans les études de laboratoire sur les tendances de comportement dues aux changements d'identité de l'oxyde alcalin présent dans les verres, mais sont très rarement utilisés dans les produits commerciaux, en raison de leur coût élevé. Le  $PbO$ , qui est un excellent fondant, est de plus en plus limité en raison des préoccupations concernant la toxicité des métaux lourds. Le  $PbO$  est particulièrement utile pour dissoudre toutes les particules réfractaires ou autres

impuretés qui pourraient autrement entraîner des défauts dans le verre final. [Borr1991] [Braw1985]

Alors que l'ajout des fondants à la silice entraîne une diminution du coût de formation du verre, l'ajout de grandes quantités d'oxydes alcalins entraîne une grave dégradation de nombreuses propriétés. En particulier, la durabilité chimique des verres de silicate contenant de fortes concentrations d'oxydes alcalins est dégradée au point qu'ils ne peuvent plus être utilisés pour des conteneurs, des fenêtres ou des fibres d'isolation.

La dégradation des propriétés est généralement contrée par l'ajout de **modificateurs de propriétés**, qui comprennent les oxydes de métaux alcalino-terreux et des oxydes de métaux de transition et, plus important encore, l'oxyde d'aluminium (alumine). Alors que ces oxydes compensent partiellement la réduction de la température de traitement obtenue par l'ajout de fondants, ils améliorent également de nombreuses propriétés des verres résultants. Les propriétés sont ainsi modifiées, ou ajustées, par un contrôle minutieux de la quantité et de la concentration de ces oxydes pour obtenir précisément les résultats souhaités. Étant donné que le nombre de ces oxydes sont en fait des fondants très faibles pour la silice et que les modificateurs de propriété sont généralement ajoutés en quantités moindres que les fondants, leur utilisation ne conduit pas à des températures de traitement excessivement élevées. [Doyl1979] [Dumb1991]

**Les colorants** sont utilisés pour contrôler la couleur du verre final. Dans la plupart des cas, les colorants sont des oxydes des métaux de transition, ou des terres rares. Les oxydes d'uranium étaient autrefois utilisés comme colorants, mais leur radioactivité réduit évidemment leur intérêt pour la plupart des applications. [Dumb1986] L'or et l'argent sont également utilisés pour produire des couleurs par formation de colloïdes dans les verres. Les colorants ne sont utilisés que si le contrôle de la couleur du verre est souhaité et sont généralement présents en petites quantités. Les oxydes de fer, qui sont des impuretés courantes dans les sables utilisés pour produire des verres de silicate commerciaux, agissent comme des colorants involontaires dans de nombreux produits. Lorsque des colorants sont utilisés pour contrer l'effet d'autres colorants pour produire un verre légèrement gris, ils sont appelés décolorants. [Bamf1977]

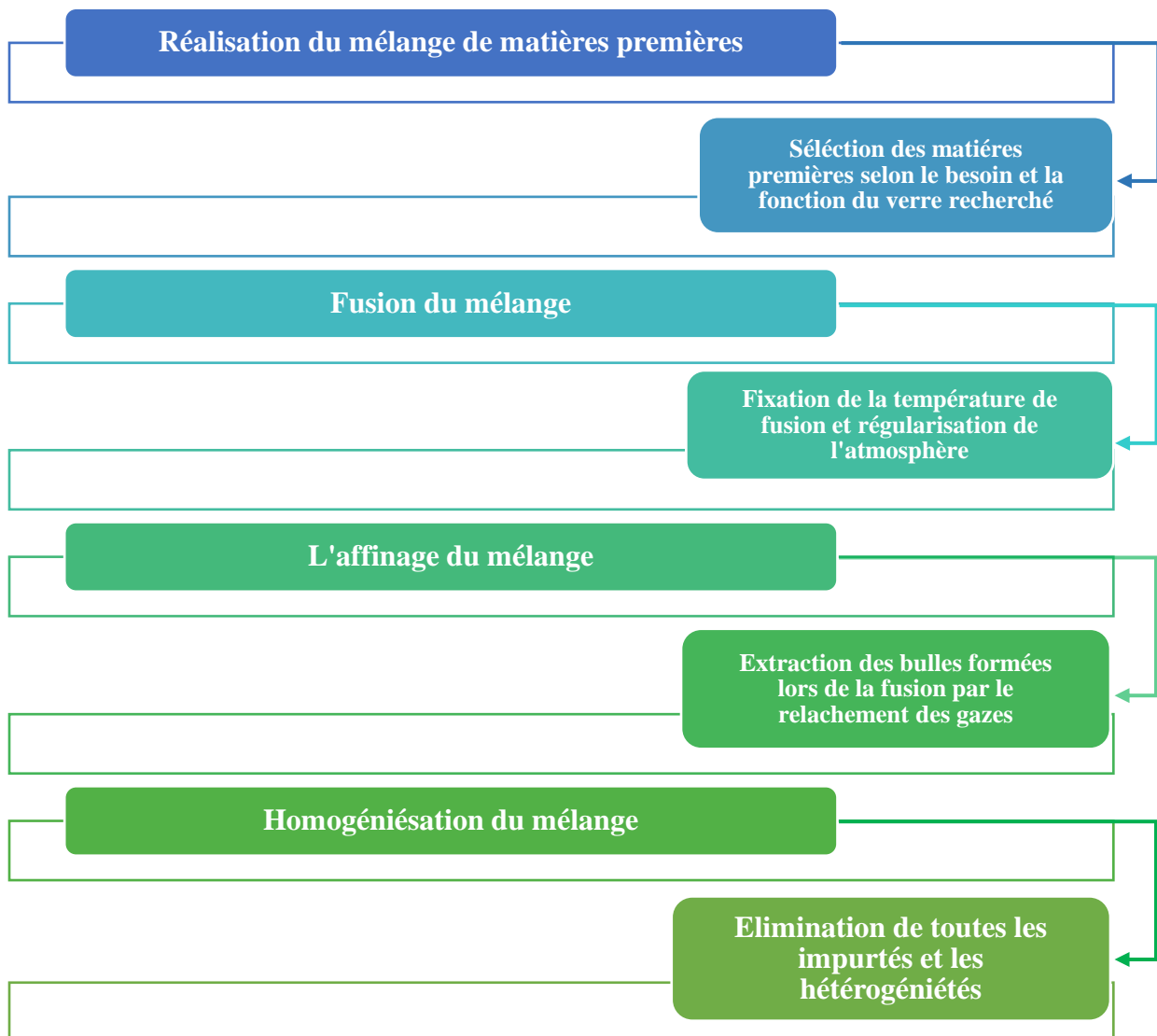
**Enfin, des agents de collage** sont ajoutés aux lots de formation de verre pour favoriser l'élimination des bulles de la masse fondue. Les agents de collage comprennent les oxydes d'arsenic et d'antimoine, les nitrates de potassium et de sodium, NaCl les fluorures tels que CaF, NaF et NaAlF, et un certain nombre de sulfates. [Edge1986] Ces matériaux sont généralement

présents en très petites quantités (< 1% en poids) et sont généralement traités comme s'ils n'avaient que des effets mineurs sur les propriétés des verres finaux. Leur présence, cependant, est essentielle dans de nombreux verres commerciaux, qui seraient d'un coût excessif à produire sans l'aide d'agents de collage pour réduire la teneur en bulles indésirables dans le produit final [Elme1991] [Shel2005].

### **I.2.2 Mécanisme général d'élaboration du verre**

Un grand nombre d'étapes se produisent lors de la conversion d'un mélange en une masse fondue. Bien que les détails dépendent fortement des matériaux du mélange spécifiques utilisés et du type de verre produit, un certain nombre de ces étapes se produisent pour la plupart des mélanges.

La production de verres par fusion comporte quatre étapes : le dosage, la fusion discontinue, l'affinage et l'homogénéisation. Le dosage implique la sélection des matières premières, le calcul des concentrations de chaque matériau, la pesée et le mélange des poudres et parfois des liquides. La fusion discontinue implique la décomposition des matières premières pour former la masse fondue initiale, et le contrôle de la température et de l'atmosphère pendant le temps de formation du liquide. L'affinage, ou l'élimination des bulles, se produit soit par la montée des bulles, soit par l'absorption des bulles. La montée des bulles est facilitée par la formation de grosses bulles pendant la décomposition du mélange, par une faible viscosité à l'état fondu et par l'utilisation de tailles de particules appropriées pour les composants du mélange. Des produits chimiques spéciaux connus sous le nom d'agents de collage sont souvent ajoutés aux lots pour favoriser le collage. Enfin, l'élaboration d'un verre homogène nécessite d'éliminer les hétérogénéités inhérentes à l'élaboration d'un mélange à partir d'un grand nombre de composants aux propriétés très différentes [Shel2005]. L'organigramme (**Fig.I-1**) ci-dessous résume les principales étapes d'élaboration du verre.



**Figure I-1** : Description des différentes étapes d'élaboration du verre.

### I.3 Catégories de verres industriels

Les compositions verrières sont ajustées en fonction de l'usage auquel elles sont destinées, en tenant compte à la fois des performances obtenues et des prix de revient. On distingue, selon le domaine d'applications, plusieurs grandes familles (**Tab.I-1**).

Catégorie	Domaine typique de composition	Applications
<b>Sodo-calcique</b>	SiO <sub>2</sub> , CaO, Na <sub>2</sub> O	Vitrage Bouteilles Flaconnage Gobeletteries
<b>Borosilicate</b>	SiO <sub>2</sub> , B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Na <sub>2</sub> O	Pharmacie Culinaire Laboratoire
<b>Aluminosilicate</b>	SiO <sub>2</sub> , Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , CaO, B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fibres de renforcement
<b>Verre au plomb</b>	SiO <sub>2</sub> , PbO, K <sub>2</sub> O	Verrerie d'art Flaconnage de luxe Ecrans de protection
<b>Silice</b>	SiO <sub>2</sub>	Fibres optiques
<b>Zircone</b>	SiO <sub>2</sub> , ZrO <sub>2</sub> , Na <sub>2</sub> O	Renforcement du ciment
<b>Bio verres</b>	Na <sub>2</sub> O, CaO, SiO <sub>2</sub> , P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Médicales
<b>Verres fluorés</b>	ZrF <sub>4</sub> combiné à d'autres fluorures	Fibres optiques de courtes distances
<b>Vitrocéramique</b>	Li <sub>2</sub> O, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , SiO <sub>2</sub>	Culinaires Optiques
<b>Chalcogénures</b>	S, Se, Te, mélangés à Ge, Si, Sb, As et/ou halogènes	Optiques infrarouge
<b>Métallique</b>	Métal de transition + non-métal ou deux métaux de rayons atomiques différents	Renforcement du béton Industrie électrique

Tableau I-1 : Catégories de verres industriels [Bart2005].

## I.4 Propriétés des verres optiques

L'utilisation du verre dans les systèmes et appareillages optiques a considérablement augmenté au cours des dernières décennies en raison de ses propriétés particulières, telles que la transparence, la résistance élevée, la faible densité, la durabilité et la fonctionnalité. Durant les points qui vont suivre nous examinerons le verre en tant que matériau ainsi que les différentes propriétés que possède ce matériau.

### I.4.1 Propriétés optiques

De nombreuses applications des verres reposent sur la combinaison d'une large gamme de propriétés optiques, avec une facilité de fabrication dans des formes simples et complexes. Les propriétés optiques des verres influencent leurs applications depuis le désir banal de récipients transparents pour de nombreux produits, jusqu'à la pointe de la technologie dans les domaines

des télécommunications et le potentiel des ordinateurs optiques. Bien que la discussion ici soit limitée, la gamme de propriétés optiques des verres est si grande qu'ils doivent être considérés parmi les leaders des matériaux de haute technologie.

### a. Indice de réfraction

L'indice de réfraction reste la propriété optique la plus mesurée des verres, ainsi que la propriété optique la plus fondamentale pour la détermination du verre approprié pour de nombreuses applications. L'indice de réfraction de tout matériau est défini comme le rapport de la vitesse de la lumière dans le vide divisé par la vitesse de la lumière dans un milieu. Ce rapport peut être mesuré par application de la loi de Snell, qui stipule que l'indice de réfraction  $n$ , est donné par l'expression :

$$n = \frac{\sin \theta_i}{\sin \theta_r} \quad (\text{I.1})$$

Où  $\theta_i$  est l'angle d'incidence et  $\theta_r$ , est l'angle de réfraction d'un faisceau de lumière frappant la surface d'un matériau. L'indice de réfraction peut également être mesuré à l'aide de méthodes basées sur la réflectivité d'une surface, la mesure de l'angle critique pour la réflexion totale ou l'angle de Brewster, ou la technique de la ligne de Becke.

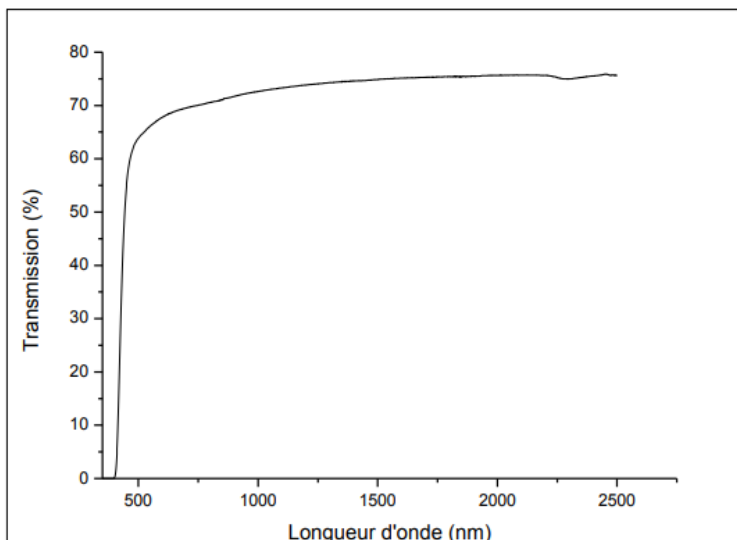
L'indice de réfraction n'est pas réellement une constante, mais varie avec la longueur d'onde de la lumière incidente. L'indice le plus couramment cité est généralement désigné par  $n_D$  et représente l'indice à la ligne d'émission jaune du sodium (589,3 nm). L'indice à la raie d'émission jaune de l'hélium (587,6 nm), désigné  $n_a$ , est également couramment utilisé. Comme ces longueurs d'onde sont presque identiques, il y a très peu de différence entre ces indices.

Les verres à base de  $\text{BeF}_2$  ont des indices de réfraction de l'ordre de 1,27, tandis que la silice vitreuse et l'oxyde borique vitreux ont des indices de réfraction d'environ 1,458. À l'autre extrême, les verres à forte teneur en plomb, bismuth ou thallium peuvent avoir des indices de réfraction allant de 2,0 à 2,5. [Bart2005].

### b. Transmittance du verre

La transmission de la lumière est la propriété la plus connue et importantes du verre. Dans le cas des verres d'oxydes, cette lumière est transmise de l'ultra-violet (0.3  $\mu\text{m}$ ) à l'infrarouge (7  $\mu\text{m}$ ) (Fig.I-2). La fenêtre optique des matériaux est délimitée par trois phénomènes. La lumière qui interagit avec les électrons du matériau, il y a alors excitation de ces derniers si l'énergie lumineuse est suffisante. L'énergie qui détermine la limite d'absorption du matériau est appelée le band-gap. S'il s'agit d'électrons libres comme dans le cas des métaux, il y a

réflexion totale de la lumière. Par contre, s'il s'agit de matériau tel que le verre, avec des électrons plus localisés, plus les électrons sont excitables, et plus l'énergie nécessaire sera faible.



**Figure I-2 :** Spectre de transmission UV-Visible du verre avec la composition chimique de  $(60\text{Sb}_2\text{O}_3-10\text{K}_2\text{O}-20\text{PbO}-10\text{WO}_3)$ . [Baaz2014]

La limite d'absorption peut être ainsi déplacée de l'UV vers le proche IR, en changeant la nature des éléments du verre. Ainsi, pour  $\text{SiO}_2$ , la limite d'absorption est délimitée par les électrons non liants de l'oxygène. Si l'on remplace l'oxygène par l'atome S ou Se, possédant des électrons plus hauts en énergie et donc plus excitables, la limite d'absorption est déplacée de l'UV vers le visible et le proche infrarouge. [Baaz2014]

### c. La dispersion optique

La variation d'indice avec la longueur d'onde, appelée dispersion optique ou simplement dispersion, est critique dans le contrôle de l'aberration chromatique des lentilles optiques. Idéalement, la dispersion est décrite par la courbe entière de l'indice de réfraction en fonction de la longueur d'onde sur la plage de longueurs d'onde souhaitée. En général, il est plus pratique de mesurer l'indice de réfraction à quelques longueurs d'onde spécifiées et d'utiliser ces mesures comme base pour des termes qui peuvent être utilisés pour comparer la dispersion de différents verres. [Bart2005]



En utilisant cette approche, la dispersion moyenne est définie comme la différence entre les indices de réfraction mesurés aux raies d'émission F et C de l'hydrogène, qui se produisent respectivement à 486,1 et 656,3 nm, où :

$$\text{Dispersion moyenne} = n_f - n_c \quad (\text{I.2})$$

Où  $n_f$  et  $n_c$  sont les indices de réfraction pour les raies d'émission indiquées. Le nombre d'Abbe  $v$ , qui est couramment utilisé pour comparer les dispersions, est défini dans diverses sources comme étant :

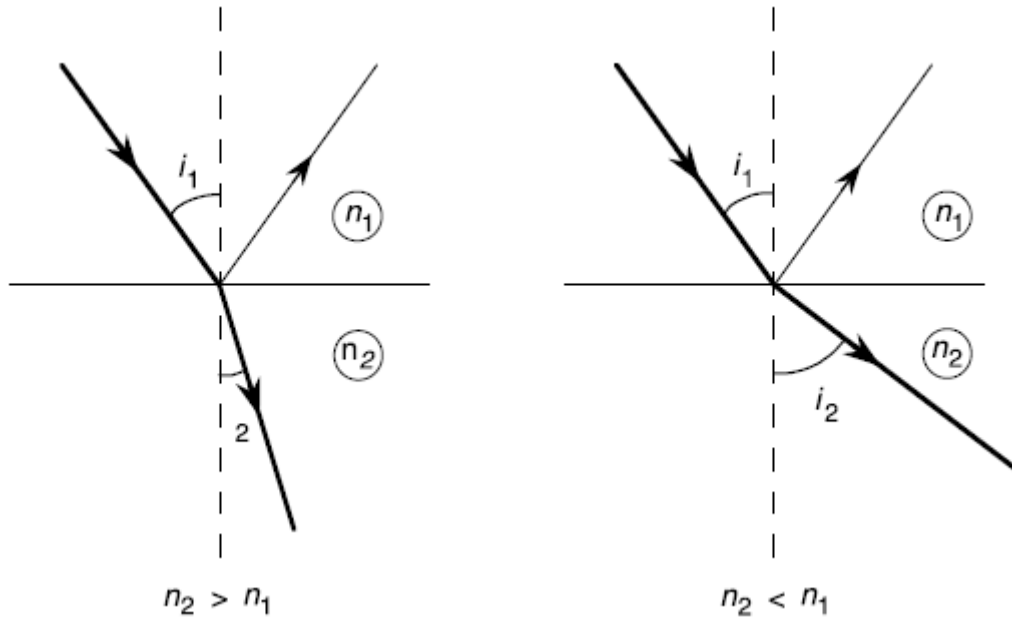
$$v = \frac{n_D - 1}{n_f - n_c} \quad (\text{I.3})$$

#### d. Réfraction et réflexion

Quand un rayon lumineux passe d'un milieu 1 à un milieu 2, le changement de vitesse de propagation entraîne la réfraction c'est-à-dire le changement de direction du rayon. La réfraction obéit à la loi de Descartes :

$$n_1 \sin i_1 = n_2 \sin i_2 \quad (\text{I.4})$$

Où  $n_1$  et  $n_2$  sont les deux indices de réfraction. Les angles  $i_1$  et  $i_2$  que fait, dans les deux milieux, avec la normale à la surface de séparation, le rayon lumineux, sont appelés angles d'incidence et de réfraction (Fig. I-3). Le milieu 2 est dit plus ou moins réfringent que le milieu 1 selon que le rayon se rapproche ou s'éloigne de la normale. La réfraction de la lumière quand elle pénètre dans le verre est à la base du développement de l'industrie optique. Les premières lentilles sphériques ont permis de rendre la vision nette aux myopes et aux presbytes. Elles ont donné naissance aussi à une première génération d'instruments d'optique dont l'exemple le plus fameux est la lunette que construisit Galilée avec des lentilles polies par des artisans hollandais. Muni de cet instrument, il fit, en quelques mois, des découvertes qui permirent à l'astronomie des progrès extraordinaires. [Bart2005]



**Figure I-3 :** Réfraction et réflexion d'un rayon lumineux à la surface de séparation de deux milieux transparents.

Les lois de Fresnel permettent de connaître la fraction **R** de l'énergie de la lumière incidente qui est réfléchiée par une surface de verre polie d'indice de réfraction **n**, en incidence normale :

$$R = ((n - 1)/(n + 1))^2 \quad \text{(I.5)}$$

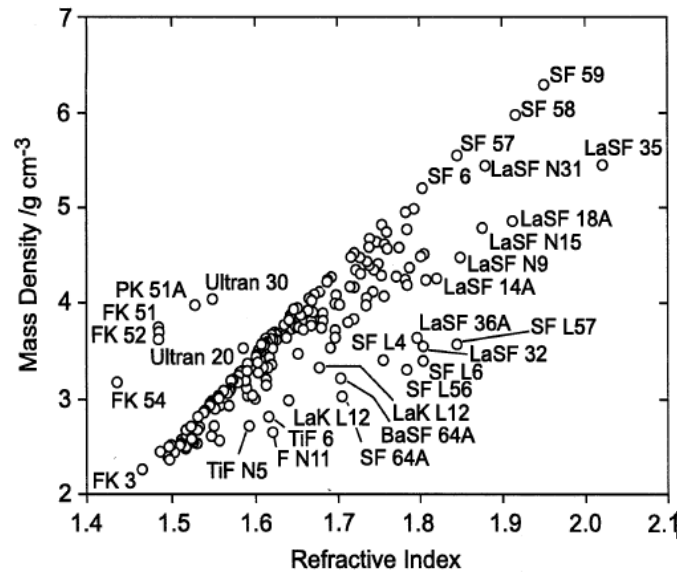
L'énergie réfléchiée augmente avec l'incidence ; elle atteint 100 % en incidence rasante. Pour le verre sodocalcique **n=1,52**, en incidence normale, **R = 0,04**. Par conséquent la fraction de l'énergie lumineuse transmise par une feuille de verre dans l'air ne peut excéder 92 %.

### I.4.2 Propriétés physiques et mécaniques

#### a. Densité du verre

La densité du verre est principalement nécessaire pour calculer le poids d'une lentille ou d'un système de lentilles et la déformation d'un composant optique (par exemple un grand miroir). En outre, elle est utilisée pour calculer d'autres propriétés, par exemple le volume molaire ou la réfraction molaire du verre, qui sont des grandeurs importantes pour l'élaboration des verres optiques. Dans la plupart des cas, les verres avec des densités plus élevées ont également des indices de réfraction plus élevés. Si un système de lentilles comporte de nombreuses lentilles, le poids devient un problème important. [Alex1998] Par conséquent, des verres à faible densité, c'est-à-dire des verres dits légers, ont été développés récemment. Les verres ophtalmiques, en particulier, bénéficient de cette évolution. La **Figure I-4** donne un

aperçu de la corrélation de la densité et de l'indice de réfraction. Il peut être utile pour sélectionner des types de verre de poids minimum. La densité est principalement déterminée par la composition chimique. À un plus petit degré (à la troisième décimale), il peut être influencé par le processus de recuit. Plus la vitesse de recuit au voisinage du point de transformation est faible, plus la densité est élevée et vice versa.



**Figure I-4 :** Corrélation entre la densité et l'indice de réfraction des verres optiques.  
[Alex1998]

La première tentative pour calculer la densité à partir de la composition chimique a été faite par [Wink1894]. Plusieurs autres approches ont suivi plus tard [More1954] [Shan1958] [Scho1988] [Voge1992]. En raison de la dilatation thermique, les densités des verres optiques diminuent avec l'augmentation de la température.

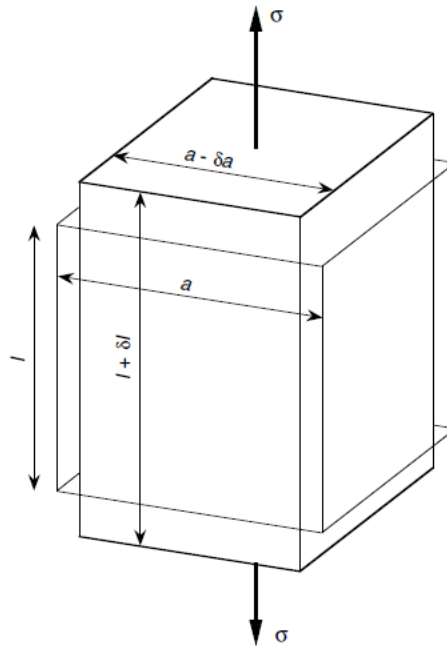
### b. Élasticité

Le comportement élastique d'un solide est le plus souvent caractérisé par le module d'élasticité  $E$  appelé aussi module de Young et par le coefficient de Poisson. Dans le cas d'une contrainte unidirectionnelle, par exemple une tension, ces grandeurs prennent un sens très simple (Fig. I-5).  $E$  est le rapport de la contrainte à l'allongement relatif  $\Delta l/l$  :

$$E = \frac{\sigma}{\Delta l/l} \quad (\text{I.6})$$

$E$  s'exprime, comme la contrainte, en pascals. Par suite de l'allongement, la section de l'éprouvette diminue. Le coefficient de Poisson  $\mu$ , nombre sans dimensions, est le rapport de la contraction relative de la dimension transversale à l'allongement relatif dans le sens de la contrainte :

$$\mu = \frac{\Delta a/a}{\Delta l/l} \quad (\text{I.7})$$



**Figure I-5 :** Déformation d'une éprouvette élastique soumise à une traction unidirectionnelle.

Le verre, au-dessous de la température de transition vitreuse, a un comportement de solide élastique et fragile. Lorsqu'une éprouvette de verre est soumise à un test de traction ou de flexion, sa déformation est parfaitement réversible jusqu'à la fracture, laquelle se produit tout à fait soudainement. Le point de départ est le plus souvent sur la surface de l'éprouvette et le plan de fracture est toujours perpendiculaire à la contrainte de tension maximale en ce point. Après fracture, on peut, en rassemblant les fragments de l'éprouvette, retrouver exactement sa forme et ses dimensions initiales. Aucune manifestation de fluage plastique n'est détectable par les moyens d'observation courants [Bart2005].

Le **Tableau I-2** donne quelques valeurs du module de Young de verres de compositions diverses ainsi que d'autres substances. On a également indiqué le rapport du module de Young à la masse volumique, quantité utile pour les applications où l'on cherche à concilier raideur et légèreté.

		<b>E</b> <b>GPa</b>	<b>ρ</b> <b>t.m<sup>-3</sup></b>	$\frac{E}{\rho}$
<b>Verres</b>	Sodo-calcique	66	2,5	26,4
	Borosilicate	68	2,4	28,3
	Verre E	73	2,5	29,2
	Verre S	87	2,6	33,5
	SiO <sub>2</sub>	70	2,2	31,8
	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	17	1,82	9,3
	GeO <sub>2</sub>	43	3,64	11,8
<b>Autres Substances</b>	Polycarbonate	2,3	1,2	1,9
	Polyméthylmétacrylate	3	1,3	2,5
	Acier	200	7,9	25,3
	Aluminium	70	3,7	25,9
	Granite	50	2,65	18,9
	Béton	30	2,6	11,5
	Fibre de carbone	420	1,9	221,1
	Fibre aramide	135	1,45	93,1
	Diamant	1000	3,5	285,7

**Tableau I-2.** Module de Young E et masse volumique ρ de diverses substances. [Bart2005]

### c. Micro-dureté

La résistance d'un corps solide à la formation d'une empreinte par pression d'un objet de nature différente est appelée dureté. L'essai de dureté, facile à pratiquer, est couramment appliqué aux verres. On utilise le plus souvent un pénétrateur en diamant ayant la forme d'une pyramide et la dureté conventionnelle est la grandeur  $H = F/S$  où **F** est la charge appliquée sur le diamant et **S** est la surface latérale de l'empreinte. Dans le cas de la dureté « Vickers », **HV**, le pénétrateur est une pyramide à base carrée dont l'angle entre les faces opposées est de 136°. Dans le cas de la dureté Knoop, **HK**, la base du pénétrateur est un losange très aplati (**Fig. I-6**). La valeur de la dureté pour un verre donné dépend de la forme du pénétrateur, de la durée du chargement, de l'environnement et aussi de l'ordre de grandeur de la charge. Le **Tableau I-3** donne des valeurs typiques pour la dureté Vickers de verres et de quelques autres matériaux, lorsque la charge est d'environ 40 N [Bart2005].

Matériau	Dureté (GPa)
Verres	
Silice	7,0
Aluminosilicate	5,9
Borosilicate	5,8
Sodo-calcique	5,5
Silicate de plomb	4,5

Tableau I-3 : Dureté Vickers de quelques verres [Kurk1995].

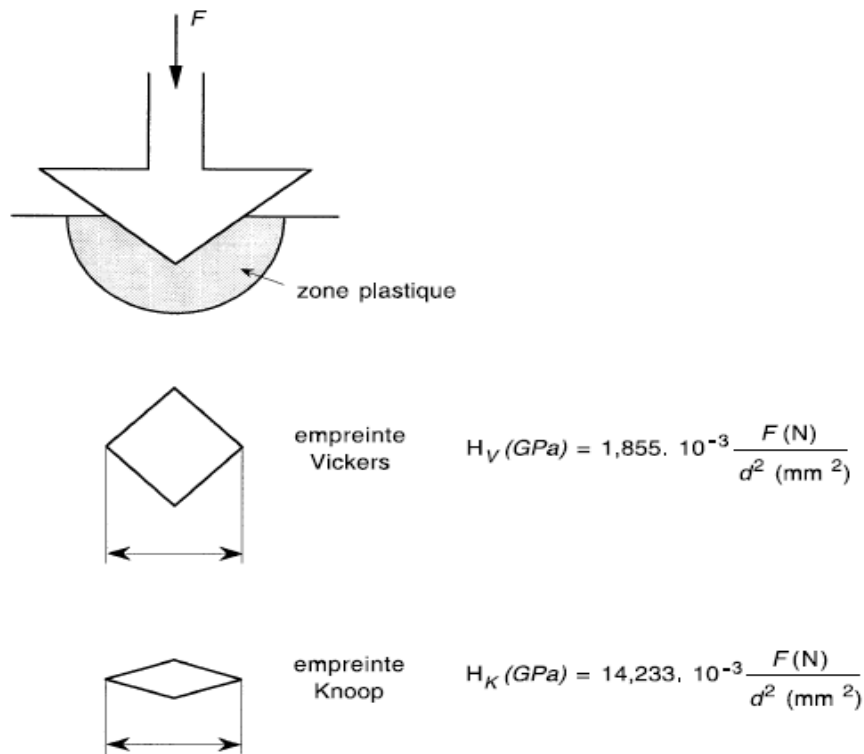
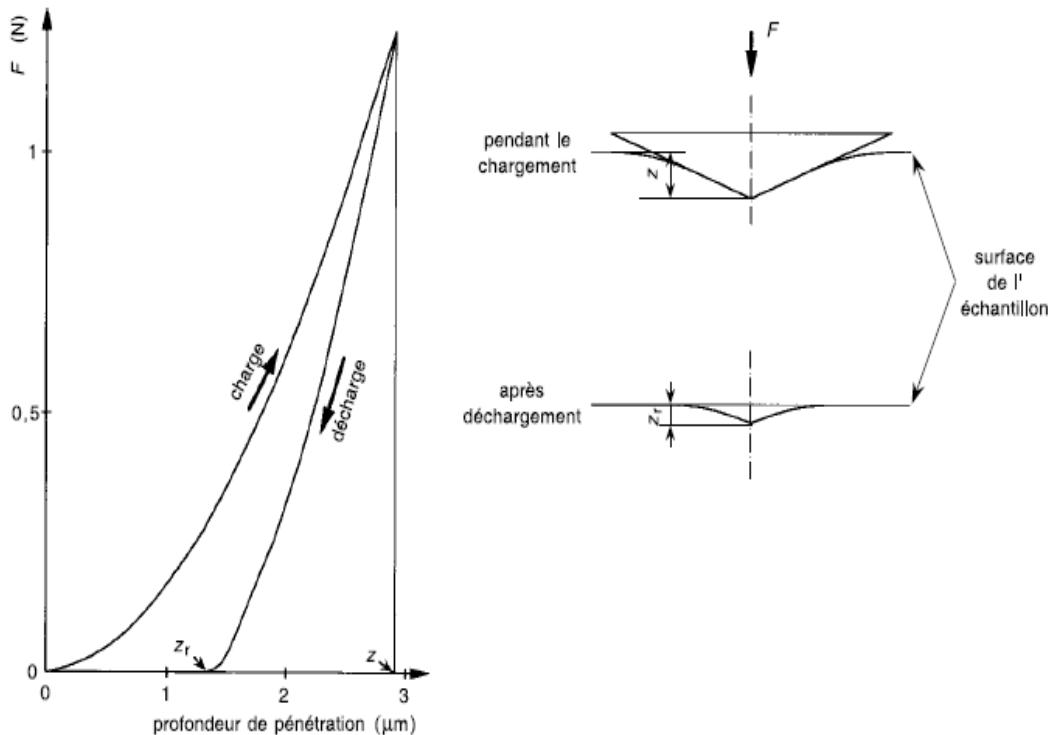


Figure I-6 : Formes des empreintes provoquées par les tests de dureté Vickers et Knoop. [Kurk1995]

On pourrait penser, en première approximation, que **H** est assimilable à la pression à partir de laquelle l'échantillon se déforme plastiquement. Mais en réalité, l'interprétation n'est pas aussi immédiate dans le cas d'une substance très élastique comme le verre et dont la matière s'enfonce sous le pénétrateur au lieu d'être refoulée sur les bords. [Kurk1995]

La **Figure I-7** montre la réponse d'un verre au cours d'un essai de dureté Vickers. Durant le chargement, la déformation est la somme de la déformation recouvrable et de la déformation résiduelle qui, en termes d'enfoncement, sont à peu près égales. Au cours de la décharge, la déformation élastique s'efface. La surface de contact lorsque la charge maximale

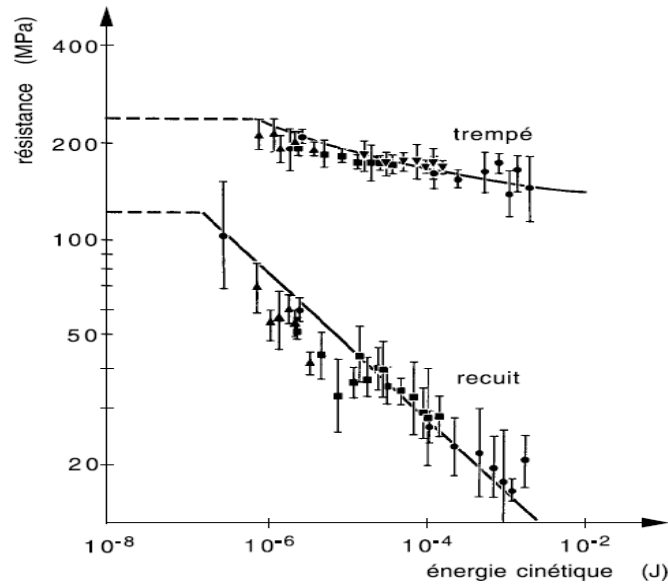
$F$  est appliquée n'est donc pas égale à  $S$ . En outre, au cours de la charge, la surface de l'échantillon, déformée élastiquement, s'écarte de celle du pénétrateur au bord de l'empreinte (Fig. I-7).



**Figure I-7** : Réponse d'un verre au cours d'un test d'indentation Vickers. L'enfoncement  $Z$  du pénétrateur au cours de la charge est plus grand que la profondeur  $Z_r$  de la déformation résiduelle. [Kurk1995]

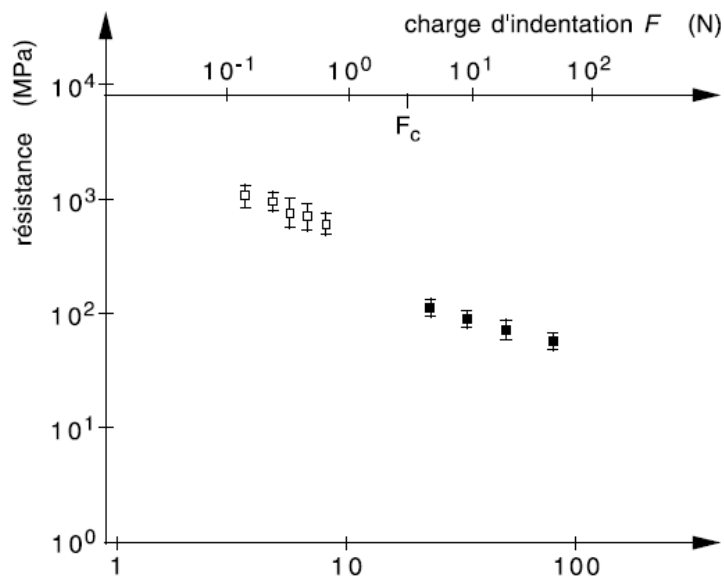
#### d. Résistance mécanique du verre

La résistance mécanique des objets en verre est très dispersée, elle est principalement déterminée par l'état de la surface de l'objet, c'est-à-dire par les dommages qu'a subis cette surface, par suite du contact avec des corps durs. La **Figure I-8** montre la chute de la résistance mécanique du verre après qu'il ait subi l'impact de particules de carbure de silicium. En 1920, Griffith [Grif1920] a pensé que ces dommages peuvent être assimilés à des microfissures. Il a établi un critère pour la rupture d'une pièce de verre préalablement fissurée en supposant que la fissure se développe si l'énergie élastique libérée par sa progression est au moins égale à l'énergie qu'il faut fournir pour créer les nouvelles microfissures.



**Figure I-8** : Influence de projections de particules de carbure de silicium sur la résistance du verre sodocalcique ; d'après [Lawn1979].

La vulnérabilité d'un verre qu'on peut définir comme la sensibilité de sa résistance mécanique aux contacts avec des corps solides pointus, est une grandeur importante sur le plan pratique. La **Figure I-9** montre par exemple comment se dégrade la résistance mécanique des baguettes de silice par suite d'indentations Vickers sous diverses charges [Bart2005].



**Figure I-9** : Résistance (en atmosphère sèche) de baguettes de silice ayant subi des indentations sous différentes charges. □ Indentations sans fissures radiales ; ■ Indentations avec fissures radiales. D'après [Lath1991].

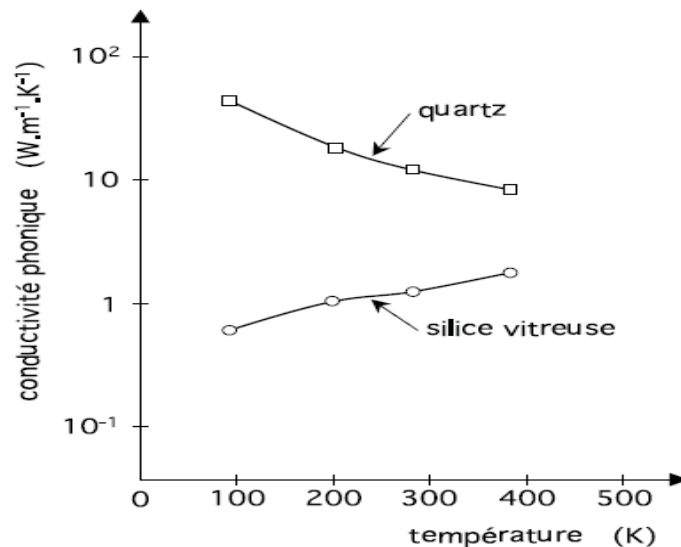


### I.4.3 Propriétés thermiques

#### a. Conductivité thermique

Dans un solide non métallique comme le verre, la conduction de la chaleur est due à la propagation de vibrations mécaniques à travers le réseau atomique de la substance. Selon la mécanique quantique, le comportement de chacun de ces modes de vibration, appelés « phonons », est équivalent à celui d'une assemblée de particules identiques. Les phonons se propagent à la vitesse du son.

Cependant, par expérience il a été démontré qu'il faut un temps considérable pour que la chaleur soit transmise d'un point à un autre du verre. Le paradoxe disparaît si l'on admet que, par suite de l'absence de périodicité du réseau vitreux, chaque mode de vibration propre à un tétraèdre  $\text{SiO}_4$  ne peut guère se propager librement au-delà de cette unité structurale. La conduction de la chaleur est « lente » parce que les phonons subissent un nombre énorme de collisions avant d'avoir traversé une pièce macroscopique de verre. La **Figure I-10** montre la grande différence qu'on observe entre les conductibilités phoniques du quartz et de la silice vitreuse. [Bart2005]



**Figure I-10** : Influence de la température sur les conductivités phoniques du quartz et de la silice vitreuse ; d'après [Kitt1971].

#### b. Dilatation thermique

La dilatation ou changement dimensionnel du verre avec variation de la température affecte sa résistance thermique, ses propriétés optiques et sa permanence dimensionnelle, et est souvent la cause directe des difficultés rencontrées dans le travail du verre. La fissuration ou la rupture d'articles en verre, lorsqu'ils sont soumis à des changements brusques de température,

est connue de tous. Lorsque le verre est refroidi assez rapidement à partir de l'état fondu, des déformations se créent en raison des dilatations ou des contractions inégales de la surface intérieure et extérieure.

La dilatation thermique des verres dépend de leur composition chimique qui peut être extrêmement compliquée et très différente. Cela nécessite une détermination de l'expansivité thermique de chaque type avant que le verre puisse être utilisé efficacement et intelligemment [Pete1920].

La plus grande partie des mesures de dilatation thermique ont été faites par observation directe de l'allongement avec des microscopes micrométriques focalisés sur des lignes réglées près des extrémités d'une tige du matériau. L'allongement  $\Delta L$  se lit directement sur la tête du micromètre, le coefficient de dilatation moyen pour un intervalle de température  $\Delta t$  donné étant donné par :

$$C = \frac{\Delta L}{L \cdot \Delta t} \quad (I.8)$$

Où  $L$  est la longueur originale de l'échantillon. Cette méthode a été utilisée par [Call1887] [Call1891] pour déterminer la dilatation thermique d'un verre dur dans l'intervalle de température 17° à 494° C.

### **c. La viscosité**

La viscosité n'est pas seulement une propriété essentielle pour la production et la fabrication des verres ; elle est également étroitement liée à la nature et à la structure du verre en fusion. [Scho1991]

L'importance de la viscosité du verre dans toutes les phases de sa fabrication est largement reconnue. Certains points expérimentaux utiles tels que la température de recuit, la température de ramollissement, le point de déformation, etc., se sont avérés liés à des viscosités définies. Lors de l'élaboration des verres optiques, on a constaté que les températures auxquelles le brassage des différentes sortes de verres optiques est arrêté et les blocs sortis du four correspondent à la même viscosité pour tous les verres. En plus des raisons pratiques pour étudier la viscosité, on s'attend également à ce que les données de viscosité aident à élucider la structure des verres [Shar1951].

#### **I.4.4 Propriétés chimiques / durabilité chimiques**

Les verres optiques acquièrent leurs propriétés de leur composition chimique, leur processus de fusion et leurs méthodes de finition. Afin d'obtenir des propriétés optiques spécifiques, il faut souvent choisir des compositions chimiques qui conduisent à des produits avec une résistance chimique moins qu'optimale [Bach1998]. Pour cette raison, il existe une plage de résistance relativement large des différents verres optiques en référence aux influences environnementales et aux exigences chimiques.

##### **a. Influence de l'eau (H<sub>2</sub>O) sur la surface du verre optique**

L'influence de la vapeur d'eau dans l'air, en particulier en cas d'humidité relativement élevée et de température élevée, peut provoquer une modification de la surface du verre sous la forme d'un film qui ne peut généralement pas être essuyé. Dans des conditions atmosphériques normales, ces changements se produisent lentement, même dans des verres sensibles. Cela est dû à une réaction avec une petite quantité d'eau neutre.

Une procédure accélérée est utilisée pour tester la résistance climatique des verres. Des plaques de verre polies non revêtues sont exposées à une atmosphère saturée en vapeur d'eau dont les températures sont alternées entre 40°C et 50°C toutes les heures. L'augmentation de température dans les plaques de verre suivant celle de l'atmosphère, l'eau se condense sur les verres lors de la phase de réchauffement. Dans la phase de refroidissement, la température de l'atmosphère chute initialement plus rapidement que celle des plaques de verre provoquant un dessèchement de la surface du verre. Celle-ci est complétée par une source de chaleur. [Bach1998]

##### **b. Résistance aux acides**

La résistance aux acides classe le comportement des verres optiques qui entrent en contact avec de grandes quantités de solutions acides (par exemple, la transpiration, les substances de laminage, l'eau gazeuse, etc.). Si un milieu aqueux acide réagit avec une surface en verre, des taches peuvent se former, le verre peut se décomposer, ou les deux réactions peuvent se produire simultanément. Le test de résistance à l'acide fournit des informations particulièrement précieuses concernant la dissolution (le test est effectué avec de plus grandes quantités de solutions acides). Le temps  $t$  nécessaire pour dissoudre une couche d'une épaisseur de 0,1  $\mu\text{m}$  sert de mesure de la résistance aux acides.

La résistance à l'acide est indiquée par un nombre à 2 ou 3 chiffres. Le premier ou les deux premiers chiffres indiquent la classe de résistance aux acides SR. Le dernier chiffre (séparé par un point) indique le changement de surface visible à l'œil nu qui se produit lors de l'exposition.

Deux solutions agressives sont utilisées pour déterminer la résistance aux acides :

1- Un acide fort (acide nitrique,  $c = 0,5 \text{ mol/l}$ ,  $\text{pH } 0,3$ ) à  $25^\circ\text{C}$  est utilisé pour les verres les plus résistants.

2- Pour les verres moins résistants aux acides, une solution faiblement acide avec un  $\text{pH}$  de 4,6 (acétate standard) est utilisée, également à  $25^\circ\text{C}$ .

Cette procédure est adoptée pour tenir compte du fait que certains verres ne peuvent pas contenir suffisamment de substances peu solubles pour pouvoir atteindre une plus grande résistance chimique sans influencer négativement la spécification optique. Ces verres sont donc susceptibles d'être endommagés pendant le traitement, car même les acides faibles avec des valeurs de  $\text{pH}$  de 4 à 6 (par exemple, la transpiration, les ciments, l'acide carbonique, etc.) peuvent provoquer une détérioration notable. [Bach1998]

### **c. Résistance aux alcalins**

En ce qui concerne la résistance aux alcalins, le fait que les processus de fabrication qui se produisent dans des milieux à base d'eau (par exemple, les procédés de meulage et de polissage) deviennent généralement de plus en plus alcalins par les réactions chimiques de l'eau et des particules de verre abrasées. Ceci est pris en considération et s'applique particulièrement lorsque de telles solutions sont recyclées. Les températures élevées provoquer par le frottement lors de l'abrasion sont également prises en considération. Enfin, il est également tenu compte du fait que les solutions alcalines chaudes sont largement utilisées dans les procédés de lavage pour le nettoyage des surfaces polies.

La résistance aux alcalis est indiquée à l'aide de deux chiffres séparés par un point décimal. Le premier chiffre indique la classe de résistance aux alcalis AR, et la décimale indique les changements de surface visibles à l'œil nu qui se produisent par exposition.

La classe de résistance aux alcalis AR est basée sur le temps nécessaire pour éliminer une épaisseur de couche de verre de  $0,1 \mu\text{m}$  d'une solution alcaline (hydroxyde de sodium,  $c = 0,01 \text{ mol/l}$ ,  $\text{pH} = 12$ ) à une température de  $50^\circ\text{C}$ . [Bach1998]

## **I.5 Applications des verres optiques**

Les verres commerciaux peuvent être divisés en quelques grandes catégories. La silice vitreuse, qui est le verre commercial le moins complexe sur le plan de la composition, est utilisée pour les fibres optiques, les optiques de transmission ultraviolette et infrarouge et pour les applications nécessitant des températures élevées. La grande majorité en poids de tout le verre produit, d'autre part, est soit des verres plats utilisés pour les fenêtres, les miroirs et les applications automobiles, soit des verres pour conteneurs, soit des verres utilisés pour les lampes à incandescence. Ces verres ont des compositions très proches et sont appelés verres silico-sodo-calciques.

Un certain nombre d'autres types de verre sont produits pour des applications spécialisées. Les verres borosilicatés sont principalement connus pour leur résistance aux chocs thermiques et leur excellente durabilité chimique et sont utilisés pour les ustensiles de cuisine, les ustensiles de laboratoire chimique, les appareils à écran plat tels que les écrans de télévision, les appareils électroniques portatifs et les lampes fluorescentes. Les fibres de verre utilisées pour l'isolation thermique et acoustique et pour la production de tissu en fibre de verre résistant à la température contiennent également généralement une quantité modeste d'oxyde borique, mais ne sont pas communément appelées verres borosilicatés. Les verres contenant des éléments lourds, dont le plomb, sont utilisés pour la télévision traditionnelle et les tubes à rayons cathodiques. De nombreux autres types de verres sont produits en petites quantités pour des applications très restreintes, notamment des utilisations optiques, électroniques, biologiques et autres. [Alex1998]

### **I.5.1 Verres ophtalmiques**

L'art et la science des lentilles ophtalmiques ont fait de grands progrès depuis ses débuts primitifs. Les ébauches de verre brut pour les verres de lunettes modernes sont produites en série sur des lignes de production automatisées et contrôlées par ordinateur.

Les ébauches sont généralement formées directement à partir de verre fondu, à l'aide de presses automatiques à grande vitesse. Les ébauches sont produites en différentes tailles et formes en fonction de l'application. Des ébauches pour des lentilles ophtalmiques pleines grandeur, pour des lunettes de soleil multifocales, ou de petits segments destinés à être utilisés dans des lunettes multifocales de prescription peuvent être réalisées de cette manière. [Alex1998]

Les indices de réfraction des verres ophtalmiques sont généralement spécifiés à trois décimales et contrôlés à moins de 0,001 de la valeur nominale. La tolérance sur le nombre d'Abbe  $v$  est généralement inférieure à 0,5 de la valeur nominale. D'autres propriétés optiques, y compris la transmission lumineuse et la transmission à des longueurs d'onde discrètes, peuvent également être spécifiées. La chromaticité est mesurée pour les verres colorés utilisés dans des applications telles que les lunettes de soleil et les teintes de mode. La connaissance de ces propriétés est également nécessaire pour le renforcement chimique ou thermique efficace des lentilles plano, uni focales ou multifocales.

### **I.5.2 Verres photochromiques**

L'interaction des ondes électromagnétiques avec la matière est généralement caractérisée par des termes tels que dispersion, absorption, diffusion, réfraction, etc. Les ondes électromagnétiques peuvent provoquer des transitions électroniques d'un état à un autre, créer de nouvelles particules ou quasi-particules ou exciter des vibrations d'ions et d'ensembles de particules chargées. Ces effets sont des mécanismes d'absorption bien connus.

Évidemment, le spectre d'absorption dépend de la configuration électronique et ionique. Par conséquent, le passage d'une configuration électronique ou ionique à une autre modifie nécessairement le spectre d'absorption du système considéré. Le contrôle du spectre d'absorbance de tout matériau par des photons est appelé photochromisme, quelle que soit la plage spectrale dans laquelle l'absorbance est modifiée et quelle que soit l'énergie des photons qui induisent le photochromisme. Le changement du spectre d'absorption, cependant, est difficile à voir s'il se produit dans une région spectrale avec une grande constante d'absorption. Par conséquent, il faut se concentrer sur les matériaux et les régions spectrales où les changements absolus et relatifs de l'absorbance sont importants si l'on veut exploiter l'effet correspondant du photochromisme pour des applications techniques. Les applications de masse difficiles des effets photochromiques sont le stockage de données optiques et les fenêtres "intelligentes". Cependant, plusieurs exigences qualitatives et quantitatives doivent être remplies. Des gammes spectrales spéciales optimisées à la fois pour les photons inducteurs et pour l'absorbance induite sont très importantes dans de nombreuses applications. Jusqu'à présent, l'application la plus répandue d'un effet photochromique semble s'être produite dans les lunettes photochromiques. [Alex1998]

### **I.5.3 Verres à transmission ultraviolet**

Les matériaux optiques transmettant les ultraviolets sont nécessaires en spectroscopie comme matériaux de fenêtre pour les lampes et les cuvettes, les filtres optiques et les lentilles. Ils sont utilisés dans l'industrie des semi-conducteurs, en micro lithographie et comme matériaux de lentille dans l'optique des systèmes laser à excimère. En plus de servir dans les applications laser à haute énergie, les matériaux ultraviolets sont également nécessaires pour les fibres optiques et les applications spatiales. [Alex1998]

Les meilleurs matériaux transmettant les UV sont les cristaux de fluorure tels que LiF, CaF<sub>2</sub>, MgF<sub>2</sub> etc., parmi les matériaux vitreux, un verre d'oxyde exceptionnel est le "quartz fondu", en particulier le SiO<sub>2</sub> synthétique de haute pureté (silice vitreuse), dans les verres optiques commerciaux le bord d'absorption UV est décalé vers des longueurs d'onde plus longues, les verres optiques sont des verres multi composants et l'ajout d'éléments plus lourds comme modificateurs de verre a un effet négatif sur la transparence UV, les verres Crown transmettent généralement plus loin dans l'ultraviolet que les verres silex car ils contiennent majoritairement des éléments plus légers.

### **I.5.4 Verres à transmission infrarouge**

Le **Tableau I-4** donne un aperçu des propriétés physiques des différents types de verre transmettant les infrarouges. Les verres transmettant les infrarouges sont utilisés comme matériaux de fenêtre pour les photodétecteurs, les cuvettes (spectroscopie IR), comme lentilles pour les objectifs IR (pyromètre), les dômes pour les avions et les missiles, les optiques et prismes IR militaires (spectroscopie IR). De plus, des composants optiques et des fibres sont nécessaires pour les lasers tels que : CO<sub>2</sub> (10,611m), CO (5-611m), DF (3,6-411m), HF (2,6-311m), erbium : YAG (2,9411m), holmium : YAG (2.111m) et erbium : verre (1.5411m).

Type de verres	Plage de transparence (µm)	Indice de réfraction $n_d$	Nombre d'ABBE $v_d$	Coefficient d'expansion thermique 10-6/K	Micro-dureté Vickers	Température de transformation C°	Densité g/cm <sup>3</sup>
Silice fondue	0.17-3.7	1.46	67	0.51	800	1075	2.2
Verres d'oxydes	0.25-6.0	1.45-2.4	20-100	3-15	330-700	300-700	2-8
Verres fluoro-phosphatés	0.2-4.1	1.44-1.54	75-90	13-17		400-500	3-4
Verres fluorides	0.3-8.0	1.44-1.60	30-105	7-21	225-360	200-490	2.5-6.5
Verres chalcogènes	0.7-25	2.3-3.1 <sup>b</sup>	105-185 <sup>c</sup>	8-30	100-270	115-370	3.0-5.5

Tableau I-4 : Plages de propriétés des différents types de verre transmettant l'infrarouge.

### I.5.5 Verres laser

La première démonstration de l'amplification de la lumière par un processus d'émission stimulée a été réalisée par Maiman en 1960[Maim1960]. Son laser était fabriqué à partir d'un cristal de rubis dont les extrémités avaient été recouvertes d'argent et l'excitation était fournie en insérant le cristal dans une lampe flash hélicoïdale.

L'année suivante, Snitzer a démontré que le verre dopé au néodyme présentait également une action laser [Snit1961]. Depuis lors, les matériaux laser à semi-conducteurs ont été les matériaux de choix pour une application en tant que composant actif dans les systèmes laser avancés.

Le besoin de matériaux cristallins et de verre actifs nouveaux et améliorés pour une application dans des systèmes laser à solide continue encore aujourd'hui. Bien que les cristaux offrent de meilleures propriétés thermiques et mécaniques, les verres peuvent être fabriqués en pièces de grand volume et dans une grande variété de formes avec une qualité optique exceptionnelle. De plus, la capacité d'ajuster les propriétés du verre par modification de la composition, par rapport à l'ensemble fixe de propriétés offertes par les matériaux cristallins, a conduit à des recherches considérables sur l'identification des verres qui ont des propriétés de verre spécifiques optimisées pour des applications particulières.

D'un point de vue commercial, le marché dominant du verre laser se situe dans le domaine des grands systèmes laser à solide à haute énergie (par impulsion) pour la recherche sur la fusion.



*Chapitre II : Finition des  
surfaces optiques*

La demande des composants optiques d'ultra précision a augmenté considérablement dans les dernières décennies avec le développement rapide de l'optique moderne. La fabrication des composants optiques est devenue un grand défi pour l'industrie optique. Ces composants sont généralement fabriqués par différentes méthodes de mise en forme (découpage et ébauchage) suivies par des processus de finition de précision. La forme presque nette et la qualité de la surface du composant peuvent être obtenues par de nombreuses méthodes de finition (par exemple, tournage au diamant en un seul point, micro-meulage déterministe, etc.). Ces dernières années, la figuration par faisceaux d'ions, l'usinage par émission élastique, l'usinage par jet colloïdal de nanoparticules et la finition magnétorhéologique sont utilisés de plus en plus pour la fabrication d'optiques d'ultra précision.

Dans ce chapitre, nous discuterons les processus conventionnels de finitions les plus réputés, le principe du mécanisme d'enlèvement de la matière et les procédés non conventionnels de finition de surface d'ultra précision les plus répondus.

## **II.1 Composants optiques**

Récemment, les composants optiques d'ultra précision sont très demandés dans diverses applications industrielles et scientifiques. Les composants optiques ultra-lisses sont largement utilisés dans le circuit intégré, la ligne de faisceau synchrotron, les systèmes micro-électromécanique (MEMS), les télescopes astronomiques, les caméras, les systèmes laser haute puissance, les fenêtres à faible dispersion, la luminescence, l'industrie des semi-conducteurs, la communication optique et les équipements de défense, etc. [Peng2013] [Zhen2015] [Li2012]. Des miroirs ultra précis avec une précision de l'ordre du nanomètre et une finition de surface d'ordre atomique sont la principale exigence des technologies de pointe telles que, les sources de rayonnement synchrotron de génération et les systèmes de lithographie ultraviolette extrême de nouvelle génération (EUVL) [Ding2004] [Schi2004].

Les composants optiques par exemple les miroirs et les lentilles sont au cœur de tout système optique et sont engagés pour contrôler la propagation et la modulation du faisceau lumineux. La direction de propagation, l'intensité et l'état de polarisation des rayons lumineux reposent largement sur les caractéristiques des composants optiques [Faeh1999]. Par conséquent, les fabrications d'une surface ultra-lisse deviennent la principale préoccupation des fabricants de systèmes optiques.

Plusieurs processus de finition sont souvent nécessaires pour une finition convenable des composants. La fabrication de composants optiques super lisse repose sur deux modes : un

mode de mise en forme ou de pré-finition suivi par un mode de finition finale. La forme précise peut être conférée par façonnage (ébauchage) ou par le mode de pré-finition (doucissage) où la rugosité de surface et l'erreur de forme sont réduites à un niveau acceptable [Ghos2018]. La finition finale des composants optiques est réalisée en utilisant des processus de finition plus déterministe et flexible pour atteindre une rugosité, une précision de forme et un niveau de surface idéal sans dommage sous surfaciques (SSD) [Ghos2018].

## **II.2 Mise en forme des composants optiques**

Le verre est un matériau non-cristallin présentant le phénomène de transition vitreuse : il est dur et fragile. Il n'est pas usinable comme les matériaux ductiles (par exemple les métaux) en enlevant de la matière avec un outil de coupe, mais uniquement par abrasion. L'abrasion est l'action qui consiste à réaliser des micro-cassures dans la matière, par l'emploi d'abrasifs sur un support en rotation. Il faudra diminuer l'amplitude des micro-cassures par des étapes successives d'usure avec des abrasifs de plus en plus fins, jusqu'à obtenir une surface polie. L'usinage du verre comporte quatre étapes indissociables : le découpage, l'ébauchage, le doucissage et le polissage.

### **II.2.1 Le découpage**

Le découpage (**Fig.II-1**) est la mise en forme grossière de la pièce à fabriquer. Il s'effectue soit avec une roulette de carbure, dans le cas de découpe de planimètre (float glass) comme tous les vitriers le font, soit avec une scie (meule) munie d'un disque diamanté, en milieu aqueux pour éviter les cassures du verre par échauffement lors de la coupe.



**Figure II-1 : Découpage du verre optique [Beur2014].**

### **II.2.2 L'ébauchage**

L'ébauchage est la mise en forme de l'objet à fabriquer : A ce stade, les précisions obtenues sont de l'ordre du centième de millimètre sur la cotation, de quelques microns sur la régularité des surfaces et d'une vingtaine de microns sur la rugosité des surfaces. L'ébauchage

est réalisé manuellement sur un outil tournant en fonte, préalablement rectifié, soit plan, soit du rayon désiré. Cette action s'effectue en insérant des grains abrasifs libres entre la pièce à usiner et l'outil. La grosseur des abrasifs d'ébauchage varie de 150 microns à 4 microns. Pour arriver à une surface finie à cette étape, il faut toujours utiliser les abrasifs par grosseur décroissante, et récupérer la rugosité de l'abrasif le plus gros, par l'abrasif de granulométrie inférieure.

### **II.2.3 Le doucissage**

Ou appelé doucissage, est la méthode d'usinage la plus fine qui permet d'obtenir des qualités de surface très élevées, des précisions de forme et des tolérances dimensionnelles très étroites. Les surfaces doucis sont planes et se caractérisent par des propriétés isotropes. La structure des surfaces doucis offre une base particulièrement bonne pour le polissage [Koni1996] [Spur1980] [Ever1996].

Presque tous les matériaux qui ne sont pas soumis à une déformation plastique due à leur propre poids ou à une charge mécanique en usinage peuvent être rodés : métaux, métaux non ferreux, matériaux isolants, verre, matériaux naturels (le marbre, le granite, le basalte, les pierres précieuses de toutes sortes), les matières plastiques, les semi-conducteurs (silicium, germanium) et des matériaux comme le carbone et le graphite. Également, Un enlèvement uniforme du matériau est garanti dans le cas de l'usinage des matériaux composés. La gamme de pièces comprend des petites pièces fragiles d'une épaisseur de 0,1 mm jusqu'aux grandes pièces de machine d'un diamètre de 800 mm et d'une masse de 500 kg. [Mans2006]

Le doucissage du verre en revanche est toujours réalisé sur un outil tournant, mais cette fois-ci sur une matière plus tendre. Le choix se porte traditionnellement sur un outil en laiton, car les abrasifs à cette étape sont beaucoup plus fins et risquent de rayer la surface à usiner. Au stade précédent (l'ébauchage), l'abrasif final est de 4 microns ; au doucissage les grosseurs de grain employées, toujours par ordre décroissant, vont de 15 à 3 microns. Quand la surface du composant sera finie par des abrasifs d'une grosseur de trois microns, elle ne sera toujours pas polie, mais deviendra translucide. Le doucissage permet d'amener la surface à une rugosité si fine qu'elle permette ensuite d'effectuer le polissage. Parallèlement, l'emploi d'abrasifs fins permet d'affiner les précisions sur le parallélisme, la cotation...etc. [Beur2014]

Les majeurs caractéristiques du doucissage sont [Koni1996] [Stah2001] :

- Il n'y a pratiquement aucune restriction quant au matériau et à la taille de la pièce.
- Les surfaces usinées ne présentent pas de marques d'usinage directionnelles.
- Les pièces sont portées sans contrainte. Par conséquent, les coûts des dispositifs sont très bas.

- Pendant le doucissage, les températures et les forces d'usinage sont relativement faibles. Ainsi, il n'y a pas de déformation due à la chaleur ou aux contraintes.
- Les géométries simples sont plus faciles à usiner.
- La consommation de grains est élevée lors du doucissage.
- Les pièces doivent être nettoyées en raison du fort développement d'impuretés due à la solution de grains abrasifs.

L'enlèvement de la matière lors du doucissage des matériaux fragiles et durs tels que les céramiques et les verres, ainsi que les matériaux monocristallins comme le silicium, est différent de celle des matériaux ductiles. Dans le cas de ces matériaux c.-à-d. les matériaux durs et fragiles, l'enlèvement de la matière est basé sur la génération, la propagation et la mise en réseau de microfissures, qui se développent en raison des champs de contrainte induits dans le matériau. La superposition des systèmes de fissures générés sous les arêtes de coupe des grains suite à l'engagement d'un certain nombre de grains dans le processus de doucissage entraîne l'enlèvement mesurable de matière par rupture de la matière et conduit finalement à l'aspect typiquement isotrope de la surface doucis [Ajay1988] [Buij1992] [Lawn1993].

Le type, la taille et la forme du système des fissures qui se développent dépendent du champ de contraintes de contact induit. Il est essentiellement déterminé par la géométrie du pénétrateur (grains abrasifs) et par les propriétés du matériau telles que le module de Young, la dureté et la résistance à la rupture [Lawn1993]. Dans le cas des matériaux monocristallins, d'autres aspects importants sont leur anisotropie et la position du système de glissement par rapport à la surface.

La mise sous contrainte des matériaux fragiles-durs avec des indenteurs conduit à un cas de contact purement élastique, induisant un système de microfissures sous la forme d'un champ de contraintes hertzien sous la zone de contact [Iman1966] [Lawn1986] [Lawn1975]. En raison des contraintes de traction, une fissure annulaire stable est générée à proximité de la zone de contact. Avec une contrainte continue, elle se développe en une fissure conique le long du champ de contrainte de traction, qui diminue rapidement plus en profondeur dans le matériau, dans un angle de  $68^\circ$  par rapport à la direction de la contrainte. A partir d'une charge critique, la fissure conique se développe d'une manière instable, formant la fissure conique hertzienne, qui se ferme après la décharge [Cook1990] [Lawn1993].

### **II.2.4 Le polissage**

Le polissage se distingue en deux types. Le premier type s'exécute sur un support tournant en aluminium rectifié sur lequel est collé un textile de polissage autocollant. Pour que le polissage puisse se réaliser, il faut un abrasif très fin et de dureté supérieure au verre : l'oxyde de cérium est utilisé de façon courante. Ce type de polissage est employé quand les qualités des surfaces demandent quelques nanomètres de rugosité et une centaine de nanomètres de régularité. Ce premier type de polissage est très largement employé pour la lunetterie. La deuxième qualité de polissage, de loin la plus difficile à mettre en œuvre, est le polissage avec un support en poix. Ce polissage est exclusivement employé en optique de précision [Beur2014] (Fig.II-2).



**Figure II-2** : Processus de polissage avec support en poix [Beur2014].

Le polissage est effectué sans laisser les fines particules abrasives générer des fractures fragiles sur les surfaces de travail, tout en enlevant peu à peu de la matière uniquement par déformation plastique, pour finalement produire une surface lisse et transparente.

Pour ce type de polissage, on utilise des abrasifs fins de moins de  $1\ \mu\text{m}$  et des disques en tissu, en cire de résine synthétique ou en cuir artificiel pour réaliser une finition miroir lisse. Les fines particules abrasives sont retenues sur la surface du tampon de manière résiliente et plastique, et les surfaces de travail sont maintenues en place et rayées au niveau microscopique. Les actions de polissage sont de loin inférieures à celles du doucissage, ce qui contribue à la réussite des applications sur les matériaux fragiles.

En effet, la génération des fins copeaux par le comportement d'abrasion des abrasifs peut être le mécanisme d'influence qui, étant donné que les actions mécaniques sont extrêmement faibles, cela semble irrationnel, Il est également supposé que les actions chimiques directes entre la pièce et les abrasifs favorisent davantage les actions mécaniques mentionnées

précédemment, et éventuellement vice versa. D'autre part, les influences des actions mécaniques des abrasifs (actions d'ultra-micro-coupeure) qui correspondent à la lame de coupe, et des actions de friction des tampons peuvent être considérées comme les facteurs qui produisent des couches affectées pendant le polissage. Par expérience, les actions mécaniques induites par les poussières ou les impuretés présentes dans l'atmosphère de la pièce ou dans la solution abrasive sont connues pour produire des sous-couches affectées (SSD). Des études précédentes [Mari2006] indiquent que les couches affectées atteignaient jusqu'à 3 $\mu$ m de profondeur lors du polissage de quartz cristallin. Cependant, la technologie du polissage a progressé, visant à minimiser les couches affectées, qui ont presque atteint la profondeur sous le niveau de détection, bien que cette profondeur dépende du dispositif et des conditions de polissage.

Une étude de la couche affectée prouve qu'au sens ultime, le polissage progresse par des actions mécaniques et des actions chimiques. Les actions mécaniques impliquent des actions d'enlèvement de matière et de friction, tandis que les actions chimiques impliquent des actions de dissolution et de génération de la couche produite à la surface du verre. En combinant ces actions, diverses conditions de polissage et caractéristiques peuvent être établies et des méthodes de polissage innovantes pour le polissage d'ultra-précision seront découvertes [Mari2006].

### **II.3 Procédés de finition des surfaces optiques**

De nos jours, les domaines de pointe de la science et de la technologie demandent des composants optiques ultra lisses pour de nombreuses applications. Les composants optiques d'ultra précision sont largement utilisés dans les systèmes micro électromécaniques (MEMS), l'industrie des semi-conducteurs, les lignes de faisceaux synchrotron, les télescopes astronomiques, les équipements de défense, etc [Li2012] [Peng2013]. En outre, les systèmes laser de haute puissance, les systèmes de lithographie dans l'ultraviolet extrême (EUVL) et les lignes de rayonnement synchrotron exigent une rugosité de surface et une précision de forme de l'ordre du nanomètre [Schi2004] [Ding2004].

La fabrication de composants optiques d'ultra précision devient donc une priorité majeure pour les fabricants de produits optiques. Les composants optiques sont le cœur d'un système optique. **La Figure II-3** montre les caractéristiques majeures des composants optiques. [Sang1987] Les propriétés du composant optique ont un impact significatif sur la direction de propagation, l'intensité et la polarisation des rayons lumineux [Faeh1999].

Les techniques de fabrication sont sélectionnées avec soin pour créer une surface ultra-lisse sans aucun dommage de surface ou de subsurface (SSD) afin de conserver les propriétés souhaitées et d'améliorer les performances des composants optiques. [Faeh1999] [Shi2013]. Le SSD a un effet néfaste sur la stabilité du système optique et la qualité de l'image [Peng2013].

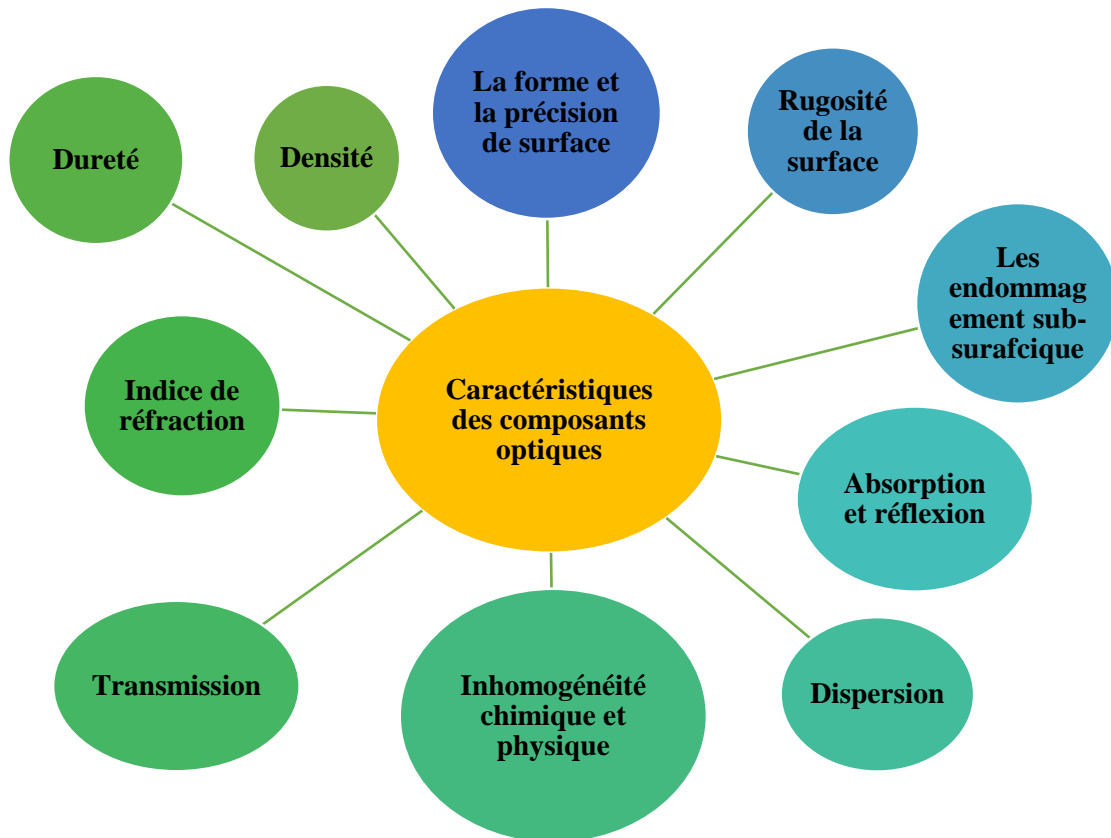


Figure II-3 : Principales caractéristiques des composants optiques.

### II.3.1 Procédés conventionnels

#### a. Processus de finition par abrasifs libres

La finition des surfaces optiques à l'aide des abrasifs libres est l'opération par laquelle un mélange d'eau et d'abrasifs libres, appelé solution abrasive, est appliqué entre un échantillon de verre et une plaque de doucissage ou de polissage. Cette opération est réalisée après le fraisage ou le façonnage, qui peut être effectué soit avec des meuleuses diamantées, soit avec des abrasifs libres de grand diamètre. Le rôle du doucissage par abrasifs libres est à la fois d'éliminer les sous-surface endommagées (SSD) induites par les étapes précédentes et de réduire la rugosité de la surface. Mais le doucissage à abrasif libre peut lui aussi générer un SSD aussi faible et superficiel que possible, car le taux d'enlèvement de matière (MRR) du polissage final



est plutôt faible. Si des progrès significatifs ont été réalisés dans le domaine de la rectification diamantée, avec des machines et des technologies offrant une rugosité de surface toujours meilleure [Poli1991], le doucissage et polissage par abrasifs libres restent très répandus dans les ateliers d'optique. De plus, leur facilité d'utilisation les rend très utile pour de nombreuses applications.

### **a.1 Doucissage par abrasifs libres**

Le doucissage par abrasifs libre est une opération de finition, qui vient après l'ébauchage. Marioge et al. [Mari2000] le définit comme étant un processus basé sur un rodoir métallique et des grains abrasifs (voir **Fig.II-4**). Les grains s'emprisonnent entre le rodoir et la surface à traitée. Au cours du déroulement de l'opération, les grains abrasifs enlèvent les défauts macro-géométriques et préparent la surface pour l'étape de polissage.

D'autres études l'ont défini comme étant un processus abrasif à trois corps (rodoir-grain abrasif- échantillon en verre) dans lequel une charge fixe est appliquée sur le disque métallique (rodoir) qui presse une suspension, constituée d'un liquide et de grains abrasives, sur la surface de verre optique à traiter [Karo1993, Phil1977]. La suspension est alimentée de façon continue, et le rodoir tourne par rapport au composant optique. Les particules abrasives indentent ou entaillent la surface optique fragile, en induisant des fissures latérales qui permettent l'enlèvement de matière [Phil1977] et des fissures radiales ou médianes qui constituent les couches sub-superficielles endommagées (SSD) [Lamb1997].

Cette méthode d'abrasion est utilisée beaucoup plus pour les matériaux fragiles, comme les céramiques et les minéraux. Il existe plusieurs variétés de disque de doucissage, ils peuvent être en acier, en cuivre, en plastique ou en verre [Vand1982].

Le doucissage est caractérisé par son taux d'enlèvement de matière élevé pour le cas des matériaux fragiles tels que le verre optique, et par une subsurface endommagée modérée et une bonne planéité avec une rugosité optimale [Belk2008].

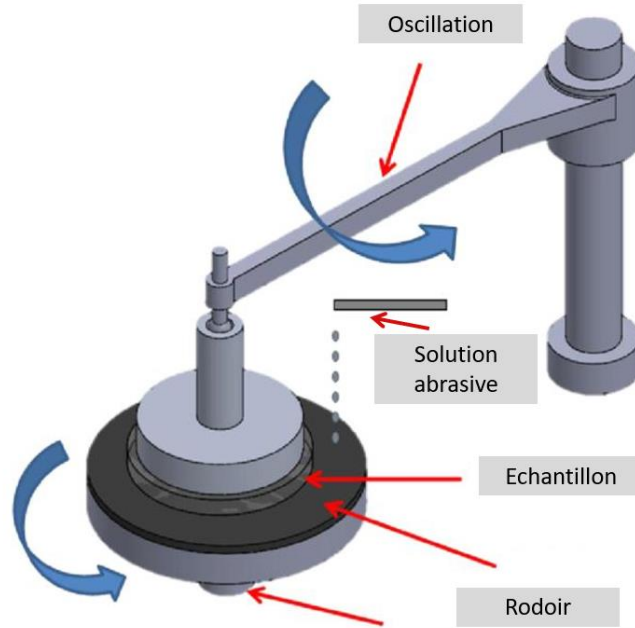


Figure II-4 : Principe du doucissage par abrasifs libres [Kuma2016].

### a.2 Polissage par abrasifs libres

Le polissage par abrasifs, considéré peut-être l'une des technologies industrielles les plus anciennes, est l'étape finale du processus de finition des composants optiques [Koma1997].

L'étape de polissage s'effectue selon le même principe que le doucissage à la seule différence dans cette étape on utilise un polissoir plus doux et des grains abrasifs plus fins (voir Fig.II-5). Le polissage permet deux opérations simultanées : La diminution de la rugosité et la mise en forme à la précision nécessaire [Mari2000]. Une rugosité inférieure à 1nm et un écart de forme de l'ordre du nanomètre peuvent être atteints en polissage des surfaces planes et sphériques.

Le polissage se caractérise par la génération d'une rugosité minimale avec un faible taux d'enlèvement de matière. Des grains abrasifs de taille micrométriques et des polissoirs relativement doux sont utilisés généralement. Cependant, la transition entre le doucissage et le polissage est restreinte puisque, sous certaines conditions, le doucissage peut aussi être utilisé comme processus final [Brin2006].

Les opérations de polissage classique sont effectuées par abrasifs libres. Durant ces dernières années, en plus de la préparation des composants optiques, le polissage classique par abrasifs libres est employé dans l'industrie des semi-conducteurs en particulier la préparation des wafers. La spécificité des matériaux semi-conducteurs a exigé l'emploi d'un agent de

polissage, constitué d'une poudre très fine de grosseur inférieure à  $0,1\mu\text{m}$  généralement en oxyde de Silicium ( $\text{SiO}_2$ ), et d'une solution chimique agressive (acides ou bases) afin de permettre une importante réaction chimique durant le processus de polissage. Ce processus est appelé dans la littérature le polissage mécano-chimique (Chemical Mechanical Polishing (CMP)) [Luo2003].

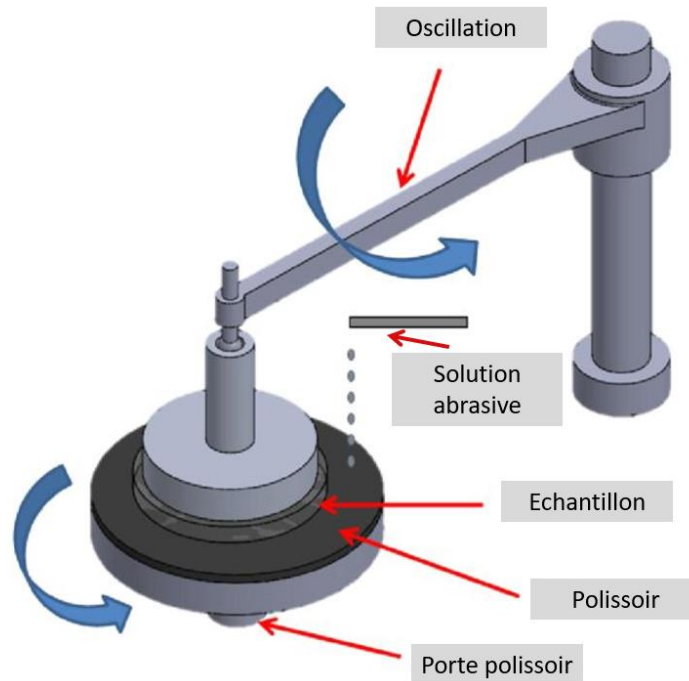


Figure II-5 : Principe du polissage par abrasifs libres [Kuma2016].

### a.3 Mode d'enlèvement de la matière lors du doucissage

Vu l'ancienneté des procédés de doucissage et de polissage dans l'industrie du verre, la détermination du mode d'enlèvement de matière dans le processus de doucissage et de polissage constitue l'un des objectifs les plus recherchés dans les différents travaux réalisés de la littérature. En effet, Rayleigh [Rayl1903] a étudié des surfaces doucies et a constaté qu'il existe de profondes fissures sous la surface rugueuse. Ces fissures sont le prolongement des rayures créées par les grains abrasifs lors du doucissage.

Preston [Pres1921] a indiqué, que les grains abrasifs peuvent avoir une action, soit en exerçant un mouvement rotatif sur eux-mêmes, soit un mouvement de translation après avoir été fixés sur l'outil. Dans ces deux cas, les traces des grains n'ont pas le même aspect. Chaque grain produit des fractures plus ou moins profondes, et c'est l'association de plusieurs d'entre elles qui provoque l'enlèvement d'un petit fragment de matière, ou la formation d'un débris.

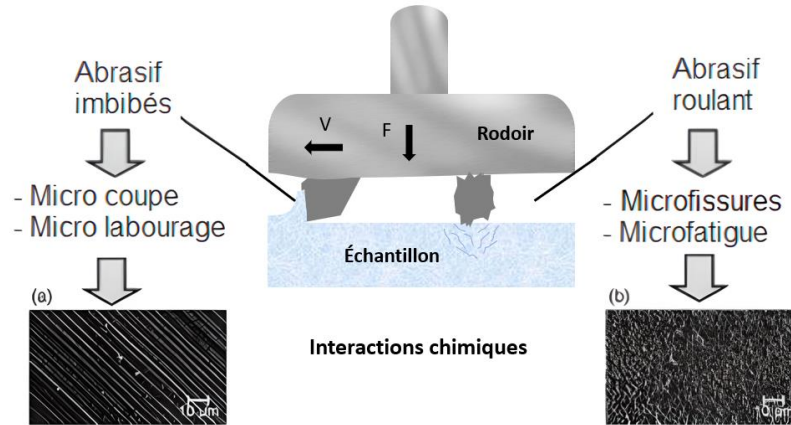
La compréhension du mode d'enlèvement de matière ou l'usure abrasive reste de nos jours d'un intérêt majeur pour les chercheurs. En effet, ce phénomène est étroitement lié à tous les éléments du processus (grains abrasifs, échantillon...) et les paramètres technologiques de l'opération (pression de doucissage, pH de la solution, vitesse de rotation...). Le phénomène d'abrasion a fait l'objet de plusieurs études depuis plus d'un siècle. Plus de 300 modèles et équations recensés par Meng et Ludema pour décrire le phénomène [Meng1995].

La complexité du processus d'abrasion laisse ces modèles d'une validité et d'une exactitude non spécifiée. [Harr1998]. Le modèle le plus employé dans le cas de description de l'usure abrasive est celui d'Archard [Meng1995, Sini2007, Hutc1992]. Il a été démontré que les matériaux fragiles, comme le verre, peuvent être doucis sans provocation de fractures. Ce processus est appelé doucissage à régime ductile ou le doucissage fin [Bifa1991].

D'après Phillips [Phil1977], le doucissage par abrasifs libres est un processus d'usure à trois corps dans lequel une charge fixe est appliquée au rodoir qui presse la solution abrasive, contre la surface optique à usiner. La suspension est alimentée continuellement, et le rodoir tourne par rapport au composant optique. Les particules abrasives indentent la surface optique fragile, en induisant des fissures latérales qui enlèvent la matière et des fissures radiales ou médianes qui peuvent être identifiées avec les endommagements sub-surfaciques. Cette théorie a été soutenue par Buijs et Korpelvanhouten [Buij1993, Buij1993a]. Kang et al [Kang2005] un modèle trouver par Kang et Hadfield évoque que les expressions du taux d'enlèvement (ou usure), rugosité de la surface, les subsurfaces endommagées et les charges par particule sont fonction de la forme du grain, sa grosseur, les propriétés de l'échantillon et du rodoir, la pression appliquée et la vitesse relative entre la pièce et le rodoir. Le modèle a été découvert pour donner une bonne description des résultats expérimentaux, en permettant le calcul du taux d'enlèvement de matière, la rugosité de la surface ou les endommagement sub-surfaciques à partir de la mesure de l'un de ces paramètres.

Buijs et al [Buij1993] ont avancé que le comportement des abrasifs, dans l'opération de doucissage, peut se situer entre deux extrêmes : soit les particules abrasives sont complètement enfoncées dans le rodoir dans ce cas, ils se comportent comme des particules liées, où ils roulent entre la surface de l'échantillon et le rodoir. Les contributions relatives de ces deux conditions rendent l'enlèvement de matière dépendant des dimensions et la forme des particules abrasives et la dureté relative du rodoir et de l'échantillon (voir **Fig.II-6**). La surface endommagée est rugueuse avec des dimensions du P-V (peak to valley) de l'ordre de 1 à 10 $\mu$ m et les endommagements sous-surfaciques sous forme de microfissures sont à des profondeurs de

l'ordre de 10-100µm. L'ampleur de la rugosité de surface et la subsurface endommagée ne dépend pas seulement des propriétés du verre mais aussi des paramètres du processus de fabrication.



**Figure II-6 :** Mécanisme d'enlèvement de matière durant le processus de douçissage.

[Buij1993]

Pour la plupart des applications en optique la présence de cette sous surface endommagée n'est pas acceptable et doit être réduite voir éliminée, étant donné qu'elle provoque la diffusion de la lumière, mais aussi elle diminue la résistance mécanique du verre. Cette couche endommagée est habituellement éliminée durant le processus du polissage.

Parmi les premières études qui ont trouvé une relation entre l'épaisseur de la sous couche endommagée (SSD) et la couche de rugosité (peak to valley) on retrouve Kachalov cité par [Paul1987] avec la relation suivante :

$$F = k \times h \quad (II.1)$$

Où :  $h$  : est la rugosité P-V et  $F$  : est l'épaisseur de la sous couche endommagée (SSD) et  $k$  : la constante de proportionnalité.

La proportionnalité constante  $k$  est de 3.7 pour le cas du verre plat douci par abrasifs sur un rodoir en acier dur. Aleinikov [Ale1957] a approfondi ces études, pour les abrasifs libres, à d'autres types de verres et quelques matériaux cristallins. Il a trouvé que dans le cas de l'emploi de grains en SiC et un rodoir en acier, un facteur  $k = 3.93 \pm 0.17$ .

D'autres études ont montré qu'il existe une corrélation entre la rugosité de surface (P-V) et la profondeur de la couche sub-superficielle endommagée (SSD) ainsi que l'influence de la grosseur des grains sur la rugosité de la surface et la couche endommagée (SSD) [Paul1987]. Ils ont noté que la profondeur de la sous couche endommagée augmente au fur et à mesure que la rugosité P-V augmente, mais cette évolution dépend du type de verre traité. Quant à la relation entre la rugosité de surface, la couche sub-superficielle et la grosseur des grains ; ils ont trouvé sur un échantillon en verre BK7 que toutes les caractéristiques (Rugosité, ou couche sub-superficielle) augmentent avec l'augmentation de la grosseur des grains ce qui laisse à conclure que la finesse des grains produit des surfaces de meilleure qualité.

Yuan et al. [Yuan2003], dans leur travail sur le quartz, ont reporté que dans le processus de doucissage, l'action des abrasifs est en étroite relation avec les propriétés du matériau du rodoir. Les micros fissures, produites sur le quartz, sont dues à l'action des abrasifs. C'est le principal mode d'enlèvement de matière en doucissage. L'extension des fissures a pour conséquence la formation d'un écaillage et par la suite l'enlèvement de matière. La distribution de la longueur des fissures microscopiques sous la surface du quartz est presque identique. Plus la charge est élevée plus les fissures sont plus longues. L'auteur a conclu que la profondeur de la fissure sous la surface du quartz est égale au tiers de la grosseur moyenne du grain abrasif [Belk2008].

#### **a.4 Mode d'enlèvement de la matière lors du polissage**

Le polissage implique des actions chimiques et mécaniques se produisant à l'interface polisseuse-pièce, ce qui entraîne un enlèvement de matière [Sura2015]. C'est une opération très précise et très exigeante, toutefois il n'y a pas beaucoup de recherches faites dans ce domaine à cause de la complexité du processus [Mari2007] [Lo2007] [Land2006]. Preston [Pres1927] a proposé le premier modèle fondamental pour l'enlèvement de matière au niveau macro pendant le polissage du verre. Mais c'est un modèle très basique pour estimer le taux d'enlèvement de matière (MRR) pendant le polissage en tenant compte de l'influence de la pression et de la vitesse relative uniquement. La principale limitation de l'équation de Preston et de ses versions modifiées est que les paramètres liés aux consommables (solution abrasive et polissoir) et à la pièce (échantillon de verre) ne sont pas explicitement définis dans les équations. Ainsi, il n'y a aucune information concernant le contrôle de ces paramètres.

Cook [Cook1990] a proposé l'implication d'actions chimiques dans le polissage. Il a suggéré qu'au niveau moléculaire, la matière est éliminée principalement par des actions chimiques. Dans les boues abrasives, l'oxyde de cérium est présent sous forme d'hydroxyde de cérium qui

se condense avec la surface du verre pour former une liaison Ce-O-Si dont la force de liaison est supérieure à celle de la liaison Si-O-Si (verre). Ainsi, l'enlèvement de matière a lieu lorsque les particules de boue (par exemple l'oxyde de cérium) réagissent avec la surface du verre et éliminent les molécules de silice. Différents paramètres chimiques tels que le pH, la concentration de la solution abrasive, la température, etc. affectent le taux d'enlèvement de matière.

De nombreuses recherches ont été menées sur le polissage mécano-chimique des matériaux d'intérêt pour l'industrie des semi-conducteurs et de l'opto-électronique [Kwon2013] [Mpag2013] [Aida2014]. Cependant, la recherche sur le polissage du verre optique fait encore défaut. Comme les propriétés mécano-physiques du verre optique sont assez différentes de celles des métaux et des semi-conducteurs, le mécanisme d'enlèvement de matière pour le polissage du verre optique ne peut pas être similaire à ceux des métaux et des semi-conducteurs. Par conséquent, les chercheurs ont commencé à travailler pour explorer le comportement d'enlèvement de matière du processus de polissage du verre optique.

Suratwala et al. [Sura2010] [Sura2014] ont étudié le polissage du verre de silice fondue et ont rapporté que la répartition de la pression n'est pas uniforme sur la pièce et est fonction de la répartition de la charge sur l'interface pièce-polissoir, des propriétés élastiques et de la relaxation viscoélastique du polisseur, des moments dus aux forces de frottement à l'interface. Il est également rapporté que la charge par particule définit le mécanisme d'enlèvement de matière lors du polissage du verre optique. Belkhir et al. [Belk2014] ont mené une étude pour comprendre la relation entre les paramètres à savoir : pression de polissage, surface de contact et coefficient de frottement

Pendant le polissage optique, qui était basé sur la mesure directe des paramètres mentionnés. Il a été rapporté que la surface de contact et la répartition de la pression affectent la forme de la surface du verre et le comportement de frottement, ce qui influence le mode d'enlèvement de matière au cours du processus.

Yu et al. [Yu2015] ont exploré le comportement quantitatif d'usure et le frottement à l'échelle nanométrique pour le verre BK7 en utilisant la microscopie à force atomique et ont rapporté qu'une faible énergie mécanique de frottement n'était pas suffisante pour rompre les liaisons Si-O-Si, donc lors du polissage du verre BK7 à l'aide de particules CeO<sub>2</sub>, les actions chimiques ont moins de rôle à jouer, l'enlèvement de matière s'est principalement produit par le mécanisme d'enlèvement plastique.

Un certain nombre d'études ont été réalisées par divers chercheurs pour comprendre les effets des paramètres du processus de polissage sur la qualité de surface finale et pour comprendre comment l'enlèvement de matière a lieu pendant le processus de polissage, mais ces aspects doivent encore être compris plus en profondeur [Hoop2015] [Jin2014] [Pash2015].

### **b. Processus de finition par abrasives liées**

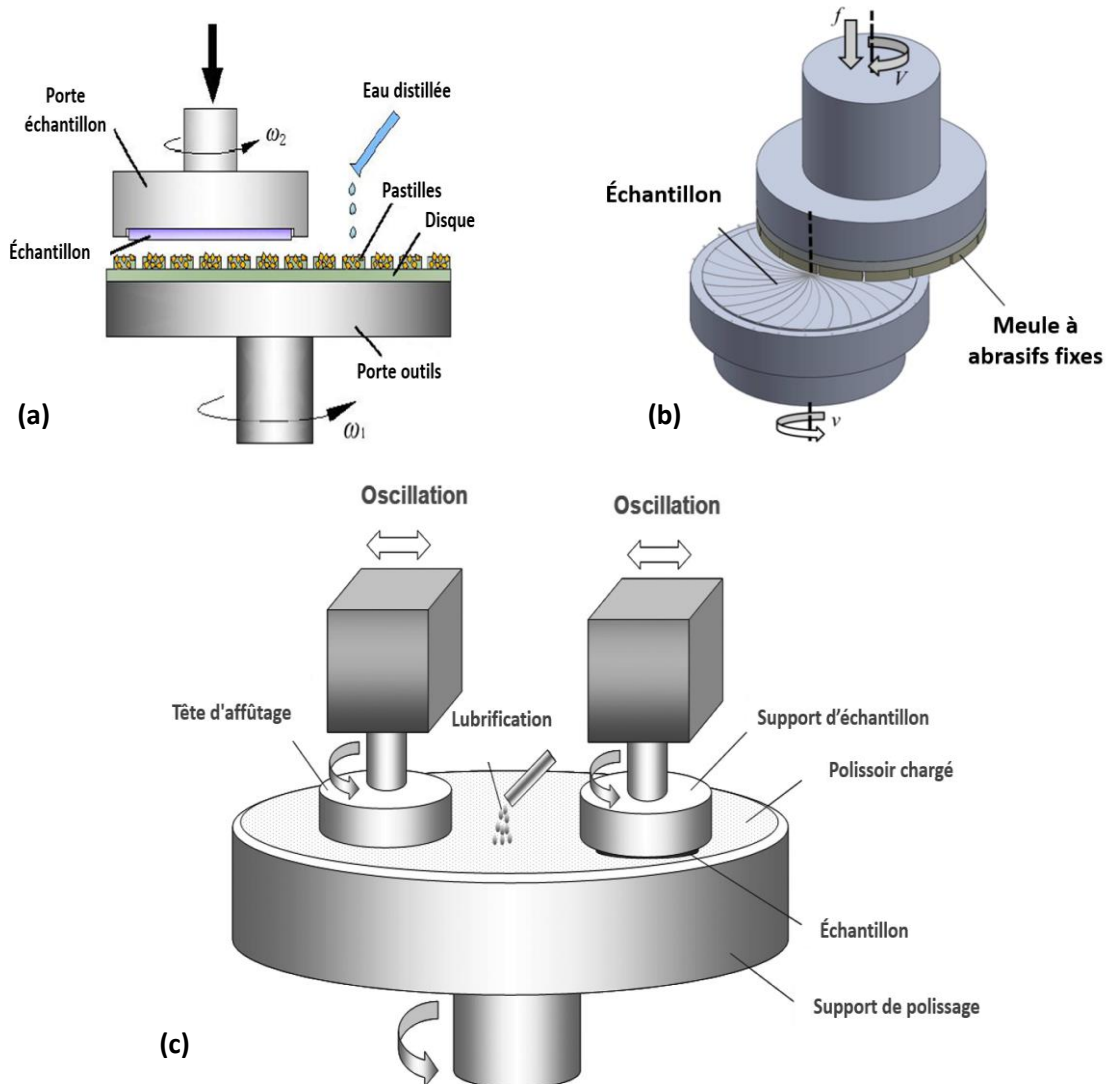
Malgré son utilisation répandue, la finition par abrasif libre n'est pas sans danger pour l'environnement. Plus important encore, il est difficile de prédire avec précision l'enlèvement de matière qui est soumis au mouvement des abrasifs, car le mouvement des abrasifs est stochastique dans la finition par abrasif libre. En revanche, la trace d'un seul abrasif dans la finition par abrasif fixe peut-être simulée et prévue avec une grande facilité, ce qui est déterminant dans la mise en œuvre du doucissage et polissage automatique commandé par ordinateur. Une autre supériorité est qu'une partie majoritaire des abrasifs joue un rôle dans l'élimination du verre par opposition à une petite fraction d'abrasifs dans le polissage à abrasif libre. Il est rapporté que seulement 0,5 % des abrasifs participent à l'enlèvement de matière dans le processus à abrasifs libre [Buls1998], ce qui implique que la plupart des abrasifs ne sont en fait pas utilisés et qu'une grande partie du matériau de doucissage ou polissage est gaspillée. Pour les raisons susmentionnées, de nombreuses études se sont tournés vers la finition par abrasif fixe [Fila2011] [Li2012] [Fu2014].

Les outils constitués d'abrasifs liés jouent un rôle déterminant dans l'automatisation du processus de doucissage et de polissage et facilitent la fabrication prévisible. Les abrasifs sont noyés dans une matrice et aucune suspension supplémentaire n'est fournie lors de la fabrication. Le processus peut être considéré comme un processus à deux corps. La distribution et les trajectoires des abrasifs, dans une certaine mesure, peuvent être modélisées. De plus, le nombre d'abrasifs "actifs" participant à l'enlèvement de matière est considérablement augmenté.

En conséquence, le processus est plus déterministe que le processus à abrasifs libres. Les outils à abrasifs fixe peuvent se présenter sous trois formes connues, à savoir les polissoirs chargés en grains abrasifs dans ce cas l'abrasif (généralement de l'oxyde de cérium) est lié dans une mousse de polyuréthane imprégnée de pores, les meules et les pastilles (**Fig.II-7**). Pour le cas des pastilles, les grains abrasifs et les additifs sont mélangés dans des matrices de métal, de minéraux ou encore des résines [Fila2011] [Gagl2007] [Gill1998].



Ce processus basé sur les abrasifs lié a connu un développement considérable et les recherches se sont tournées de plus en plus vers cette issue, ce qui a fait l'objet de nos recherches. De ce fait, nous développerons les points importants de ce processus dans le prochain chapitre.

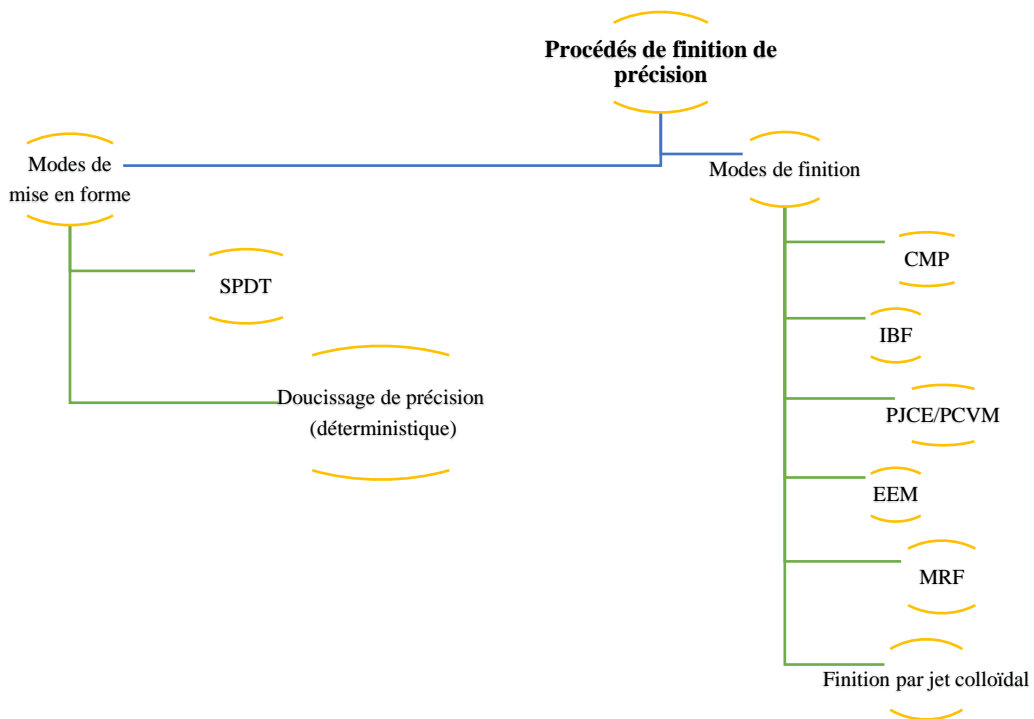


**Figure II-7 :** (a) Dispositif de finition de surfaces par pastilles [Luo2022], (b) Dispositif de finition par meule à abrasifs liés [Yuta2014], (c) Dispositif de finition par polissoir à abrasifs liés (polissoir chargé) [Tian2013].

### II.3.2 Procédés non conventionnels

Ces dernières années, la demande de composants en verre de forme complexe et de taille micro a augmenté considérablement. Ceux-ci étaient traditionnellement produits par meulage et doucissage à l'aide de petits outils rigides. La présence d'irrégularités ou d'ondulations de surface à haute fréquence spatiale était le problème inhérent à ces techniques conventionnelles de finition [Vacl2013]. Par conséquent, le développement de nouveaux procédés de finition de

précision pour résoudre les problèmes était grandement nécessaire. Afin de fabriquer les composants optiques d'ultra précision, les techniques de finition doivent être contrôlées avec précision et les perturbations externes (comme la déformation par vibration et la déformation thermique) doivent être minimisées. De plus, ils doivent être déterministes et capables de produire une précision et une rugosité de surface inférieure au nanomètre, tout en réduisant les endommagement sub-surfaciques (SSD) [Yosh1969]. La **Figure II-8** montre la classification des procédés de finition de précision en termes de mise en forme et de finition des matériaux optiques. La forme précise des composants optiques peut être obtenue par les procédés de mise en forme, et la précision et la finition de surface souhaitées pour les rendre adapté à une application particulière peuvent être obtenues par les procédés non-conventionnels de finition.

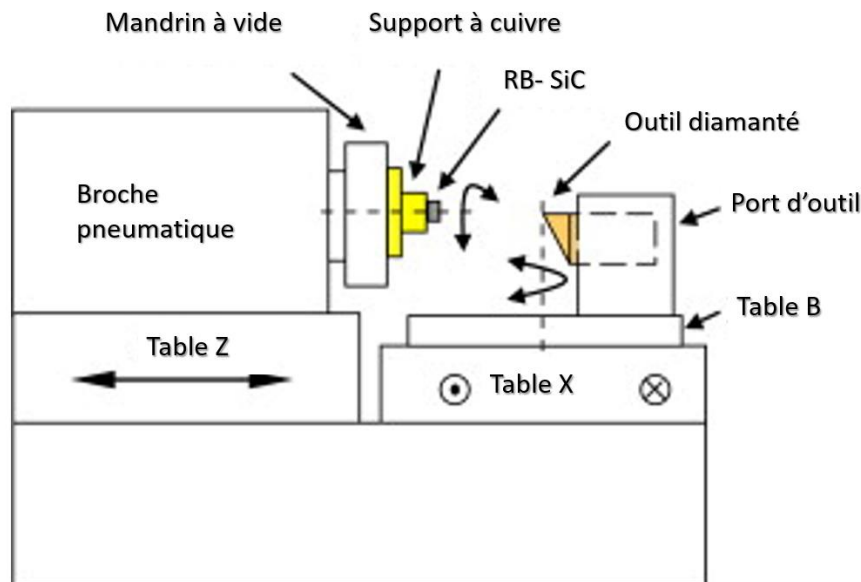


**Figure II-8:** Classification des processus de finition de précision utilisés pour la fabrication des composants optiques [Ghos2017].

### a. Le tournage au diamant mono-point (SPDT)

Le tournage au diamant mono-point (SPDT) de l'optique a commencé dans les années 1960, mais il est devenu une technique de fabrication importante pour les composants optiques après les années 1970 [Beau2013]. SPDT est une technique d'usinage de précision capable de produire une surface asphérique ou de forme libre avec une précision de forme déterministe. Elle est réalisée en engageant un outil diamanté mono-point dans un tour de haute précision dans un environnement contrôlé [Ravi2012]. L'efficacité de ce processus dépend de la rigidité

de la machine, de la précision du système de contrôle par rétroaction avec une métrologie laser et de la fiabilité de l'outil diamanté monocristallin [Moha2015]. La machine de tournage au diamant doit être suffisamment rigide pour éviter l'effet des vibrations ou d'autres perturbations externes sur le mouvement de l'outil de coupe. Pour produire des composants optiques de haute qualité, l'outil de coupe doit se déplacer avec précision et il doit être suffisamment tranchant sans aucun défaut [Yuan2016]. Une force de coupe plus faible est attendue car l'avance et la profondeur de coupe sont beaucoup plus faibles par rapport à l'usinage conventionnel. Il a la capacité de finir un métal comme le Cu et l'Al pour obtenir une rugosité de surface et une précision de figure nanométriques. De plus, la rigidité élevée, la précision et la force de coupe réduite associées à la machine de tournage au diamant la rendent adaptée à la finition de précision de matériaux fragiles. La **Figure II-9** ci-dessous montre le principe de fonctionnement du SDTP.

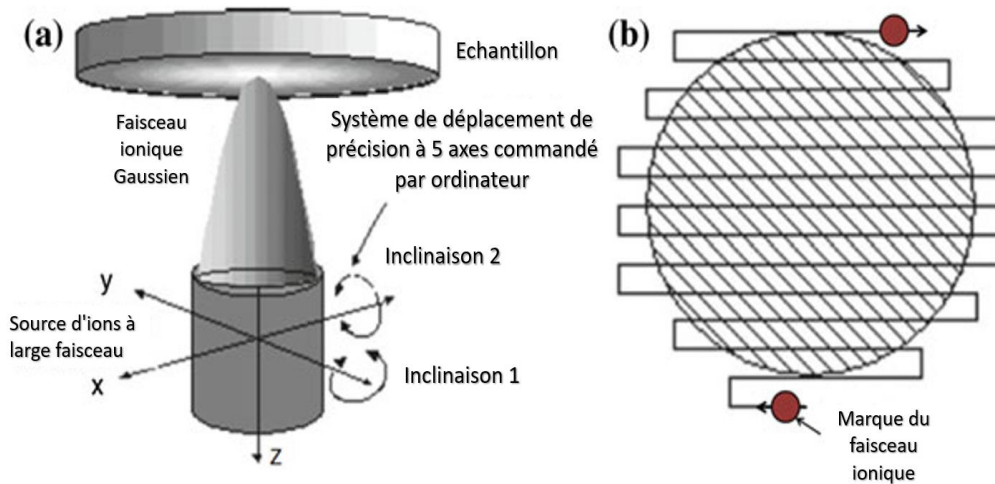


**FigureII-9** : Principe du tournage au diamant mono-point (SPDT).

### b. Faisceau ionique figurant (IBF)

Le faisceau d'ions figurant (IBF) est une technique de finition déterministe d'ultra-précision, elle est largement utilisée comme technique de fabrication durant l'étape finale pour la finition et le polissage de précision des composants optiques [Zhan2008] [Kuri2015]. Dernièrement, les exigences strictes des composants optiques utilisés dans la lithographie EUV, la ligne de faisceau synchrotron et les applications astronomiques ont recommandé vaguement des traitements par IBF [Chen2015]. Cette technique a la capacité d'éliminer la matière à

l'échelle atomique par l'interaction du faisceau d'ions avec les molécules ou les atomes de la surface de la pièce (**Fig.II-10**) [Su2016]. Avant l'IBF, les surfaces doucis aux grains abrasifs et les surfaces doucis au diamant sont polies pour atteindre la précision de finition de surface jusqu'à un certain niveau minimum. Les erreurs résiduelles de surface fine ou les erreurs de polissage sont supprimées par IBF pour améliorer encore la précision de la surface et pour répondre aux spécifications souhaitées.

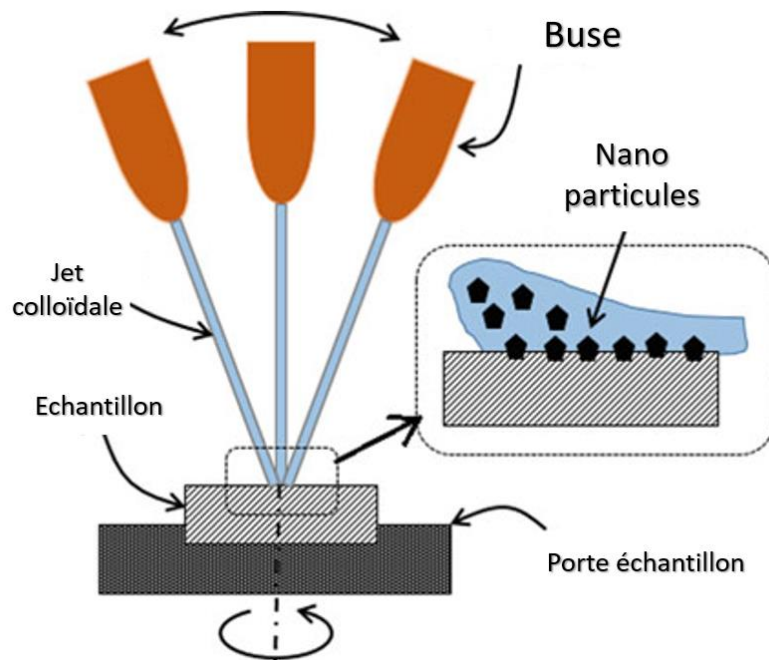


**Figure II-10** : (a) Schéma du processus IBF, (b) Représentation du balayage par faisceau d'ions [Su2016].

### c. Usinage par jet colloïdal de nanoparticules (NCJM)

Le polissage par jet colloïdal de nanoparticules est un procédé de polissage récemment développé pour les composants optiques d'ultra précision [Sidp2014]. Une surface de qualité optique sans introduire de dommage cristallographique peut être obtenue en enlevant de la matière à l'échelle atomique en utilisant la réaction chimique entre les atomes du composant optique et la nanoparticule [Jain2014]. Les composants sont façonnés et préfinis par certaines méthodes de façonnage (SPDT, micro-meulage déterministe) avant d'être traités à l'aide de NCJM. Le taux d'enlèvement de matière est faible à quelques nanomètres par minute en raison de l'élimination de l'échelle atomique [Jain2012]. Le bec avec le système d'injection de colloïde sont généralement montées sur une machine à commande numérique par ordinateur multi-axes ayant 3 axes de mouvement linéaire et 3 axes de mouvement rationnel. Le schéma de polissage de la surface concave dans l'usinage par jet de nanoparticules colloïdales est illustré à la **Fig.II-11**.

Le cœur de ce procédé est le colloïde de polissage (PH 10) qui contient des nanoparticules ( $\text{SiO}_2$  ou  $\text{CeO}_2$ , 30 % en volume), de l'eau pure, un additif et un tensioactif [Lorm2015]. Les nanoparticules ont une grande surface, une activité chimique élevée et des liaisons chimiques insaturées [Malo2016]. Les nanoparticules sont complètement hydroxylées en raison de la présence de radical hydroxyde (OH) dans le colloïde [Ci2009]. La surface, préalablement préfinie mécaniquement, présente quelques défauts (dislocation, lacunes et défauts de treillis). Les atomes qui appartiennent au côté du défaut sont fortement insaturés [Ci2009]. L'énergie de liaison des atomes du côté défectueux (également appelé côté réactif) est moindre par rapport à d'autres endroits [Yin2009]. Les groupes OH sont facilement adsorbés par les atomes latéraux réactifs et l'hydroxylation complète se produit. Après hydroxylation, l'énergie de liaison des atomes de surface (EB) est réduite.

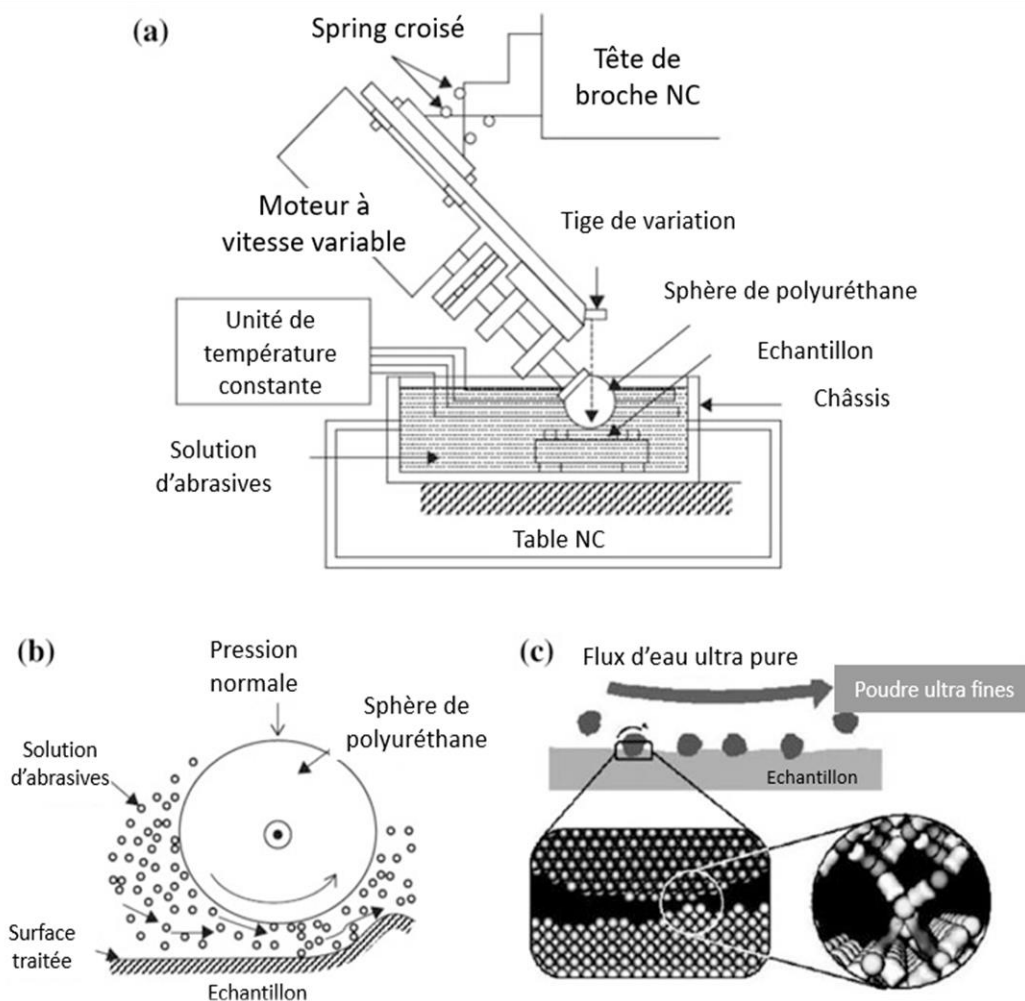


**Figure II-11** : Schéma de polissage d'une surface concave dans l'usinage par jet colloïdal de nanoparticules. [Sidp2014]

#### d. Usinage par émission élastique (EEM)

L'usinage par émission élastique est largement utilisé pour la fabrication du composant optique utilisé dans les systèmes de rayonnement synchrotron. Il s'agit d'un processus de finition d'ultra-précision essentiel pour obtenir une rugosité de surface à l'échelle sub-nanométrique, et une précision de l'état de surface [Zhon2016] [Pich2017]. Dans l'EEM, l'enlèvement de la matière à l'échelle atomique a lieu en utilisant la réaction chimique entre les atomes de surface

et les atomes de particules abrasives. Lorsque deux matériaux solides différents entrent en contact l'un avec l'autre, la force de liaison entre les deux surfaces en interaction se développe en raison de la libération d'énergie de surface [Deng2017]. De plus, la région d'interface des surfaces peut être électriquement polarisée en raison de la charge locale induite par la présence de différents types d'états électroniques des atomes. En conséquence, les atomes de la surface de travail supérieure sont dans une situation différente de celle des atomes de la couche sous-jacente (matériau en vrac). Par conséquent, les atomes de surface peuvent être facilement éliminés par certains moyens externes (particules abrasives) [Zhon2017]. La **Figure II-12** ci-dessous présente le principe de fonctionnement de l'EEM.



**Figure II-12 :** (a) Schéma de principe d'une machine EEM à tête sphérique rotative [Deng2017], (b) Schéma d'une vue rapprochée de la zone de finition [Deng2017], (c) Interaction atomique entre la particule abrasive et la surface de la pièce [Ghos2018].

**e. Finition magnétorhéologique (MRF)**

La finition magnétorhéologique (MRF) est un processus de polissage déterministe d'ultra-précision. Il devient une partie intégrante des industries de fabrication d'optiques pour sa capacité à améliorer avec succès la qualité et la finition de surface des optiques de forme complexe (lentilles et miroirs sphériques, asphériques et de forme libre) sans introduire de dommages de surface ou de sous-surface [Wang2007]. De nombreux types de matériaux optiques différents ont été traités par MRF au niveau souhaité de finition de surface et de figure pour différentes applications industrielles [Ghos2018] [Zhan2009]. Le fluide magnétorhéologique (MR) utilisé dans le procédé MRF se compose de particules abrasives non magnétiques, de particules magnétiques de fer carbonyle (CIP), de liquide porteur et de certains additifs ou stabilisants. La **Figure II-13** est une présentation schématique de la finition de composants optiques par le procédé MRF. Le fluide MR est déposé sur la roue porteuse rotative par un agencement de buse et de pompe [Shin1990]. Lorsqu'un champ magnétique est appliqué dans l'espace de travail à l'aide d'un électroaimant ou d'un aimant permanent, le fluide MR se raidit à mesure que sa viscosité et sa limite d'élasticité augmentent considérablement et se comporte comme un fluide viscoplastique [Jain2001]. Le ruban de fluide MR raidi se dirige vers la zone de finition en faisant tourner la roue porteuse, et il abrase la pièce. La zone de contact est limitée à un point en raison de la formation continue du tour de polissage sous-ouverture conforme qui le rend approprié pour la finition d'une surface complexe.

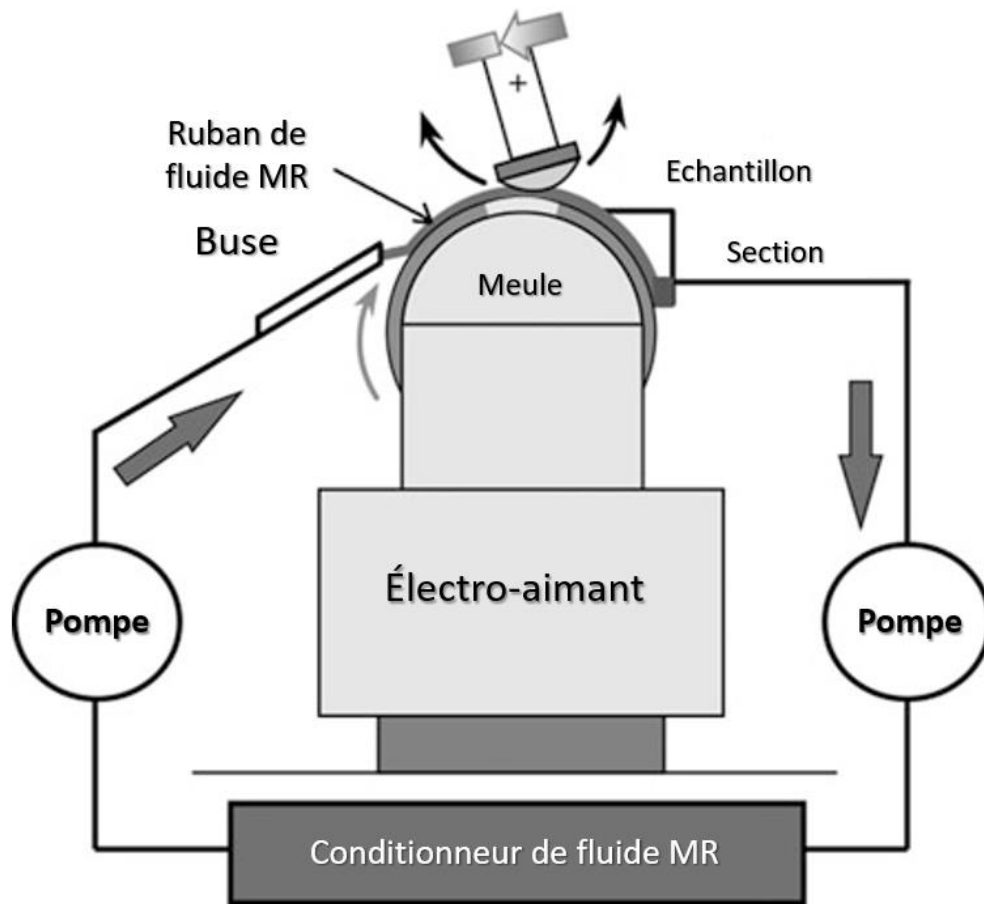


Figure II-13 : Représentation schématique de la finition magnétorhéologique MRF.



*Chapitre*

*III : Finition par*

*abrasifs liés*

De nombreuses techniques de finition des surfaces optiques ont émergé au cours du siècle dernier, en particulier le polissage à bol, le polissage au flotteur, le polissage au plasma, le polissage à abrasifs magnétiques, le polissage par faisceau d'ions, le polissage à bonnet, la finition magnétorhéologique (MRF), le polissage au jet de fluide, etc... [Verm2006] [Li2009] [Wang2009]. La finition des surfaces par abrasifs liés est une technique qui est survenue également pour tenter d'améliorer le processus de doucissage et de polissage, en particulier le taux d'enlèvement de matière et la qualité de la surface. Grâce aux efforts continus des chercheurs, des prototypes d'outils de finition à abrasifs liés sont développés. Dans ce chapitre, nous explorerons et discuterons les outils de finition par abrasifs liés, leur mécanisme d'enlèvement de matière et les différentes théories proposées pour l'expliquer.

### **III.1 Finition des surfaces par disque à abrasifs liés (polissoir chargé)**

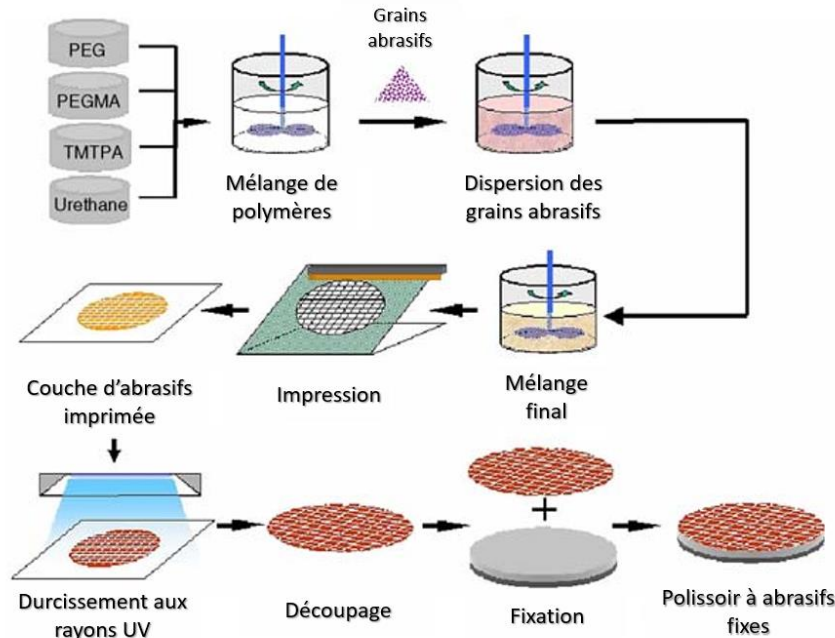
La finition par abrasifs libres se déroule par la rotation d'un disque en contact avec l'échantillon avec une injection continue d'une solution abrasive. Cette technique bien connue sous le nom de CMP conventionnel a été largement utilisée pour doucir, polir et réaliser une planéité des substrats de différentes matières.

Le mouvement des abrasifs est aléatoire, ce qui rend le processus imprévisible et entraîne des caractéristiques non précises du processus. Ce type de processus à abrasifs libres possède des supériorités évidentes : générant une surface ultra-lisse (rugosité de surface  $<1,0$  nm), induisant peu de dommages en surface et en sous-surface. Cependant, certains inconvénients accompagnent le processus, par ex. le manque de précision et de reproductibilité, difficulté d'atteindre une uniformité élevée et une planéité globale, peu d'abrasifs "actifs" ( $<0,5\%$ ), etc.

Par conséquent, la finition des surfaces par abrasifs liés (CMP à abrasifs liés) a été proposée afin de remédier aux défauts du CMP classique. Dans le CMP à abrasifs liés, les abrasifs de doucissage et de polissage sont intégrés dans un disque, généralement constitué de métal pour le cas du doucissage et de composites comme le polyuréthane pour le cas du polissage, afin d'améliorer les performances des processus.

La compagnie IBM a introduit il y a plus de 30 ans un disque à abrasifs liés pour polir les substrats des disques magnétiques [Ottm1983]. Le disque est imprégné d'abrasifs diamantés à plus de 50 % en poids. Les abrasifs sont liés au polyuréthane et peuvent s'user mais pas se détacher du liant pendant les processus de polissage, évitant ainsi l'apparition de rayures profondes et l'éventuelle érosion des métaux.

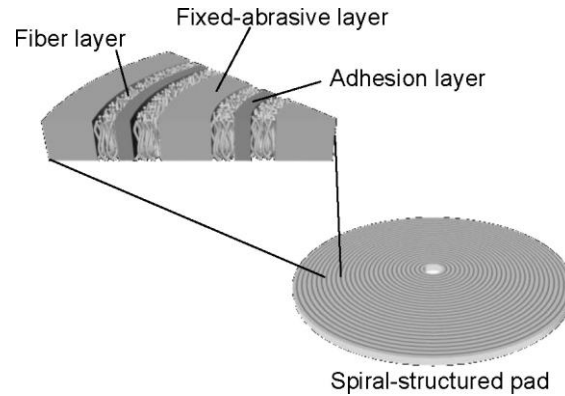
Le matériau du disque de polissage a été encore amélioré pour être auto-conditionné en utilisant des polymères spéciaux pour conserver une stabilité à long terme. La **Figure III-1** représente le processus de fabrication utilisé pour la réalisation de ces disques de polissage [Kim2004] [Choi2004].



**Figure III-1** : Processus de fabrication des polissoirs à abrasifs liés [Choi2004].

Ainsi, Tateishi et al. ont développé une sorte de disque à haute porosité (jusqu'à > vol. 50%) qui peut alléger le chargement du disque et accueillir des abrasifs d'une grosseur de tailles plus larges [Tate2006].

Enomoto et al. ont anciennement proposé un nouvel outil de polissage à abrasifs liés, composé de résine acrylique de fibres et d'abrasifs (voir **Fig.III-2**). Ils ont adopté la résine acrylique au lieu du polyuréthane qui a pour inconvénients une dureté élevée et une capacité potentielle à réduire l'adhésion des abrasifs. Les résultats révèlent que la rugosité de surface obtenue est aussi faible que 1nm pour le verre BK7. [Enom2013].



**Figure III-2** : Illustration schématique du disque à abrasifs liés à structure spirale [Enom2013].

Noritake Inc. ont mis en application un disque de polissage à abrasifs liés qui intègre à la fois les avantages de l'abrasif libre (Taux d'élévation de matière (MRR) élevé, moins de rayures) et du polissage à abrasif lié (polissage lisse). Un type spécial de résine était utilisé comme liant et les abrasifs peuvent être ajoutés en différentes concentrations pour des différents substrats selon les besoins.

Ce type de finition par abrasifs liés est relativement facile à mettre en œuvre et ne nécessite pas beaucoup de modifications par rapport aux machines de finition conventionnelles. Il a démontré plusieurs performances supérieures dans le contrôle des défauts, la planéité, la finition de surfaces ainsi que le contrôle des paramètres du processus en lui-même (vitesse de rotation, pression appliquée et taux de lubrification). Le type de finition par abrasifs liés est un processus qui s'appuie sur un système à 3 corps (outil aggloméré, échantillon et grains abrasifs détachés de l'outil) et à 2 corps (grains liés dans l'outil et l'échantillon) en même temps.

### III.2 Finition des surfaces par des pastilles à abrasifs liés

Si les abrasifs sont fermement liés dans une matrice, en particulier une matrice dure, l'outil de polissage est différent du type précédent car seul le mode à 2 corps est sollicité pendant le processus de finition. La matrice peut être façonnée en forme de pastille, meule, meule boisseau ou en anneau. La compagnie 3M a inventé un disque abrasif lié pour l'application au polissage des plaquettes SOI (Silicon On Insulator Wafer). Le disque est composé de plusieurs couches de divers matériaux et la surface supérieure est caractérisée par des « micro-pastilles » d'abrasifs (voir **Fig.III-3**) [Kula2004] [Van2000]. Étant donné que les abrasifs ont été incorporés dans les "micro-pastilles", il n'y a pas besoin de solution abrasive et seule de l'eau déminéralisée ou une solution basique est utilisée. La possibilité de séchage de la solution

abrasive et la détérioration du disque est réduite, de sorte que le redressement et la rectification du disque n'est pas nécessaire. Il est rapporté que le taux de planéité du polissage à abrasifs liés est d'environ 3 fois celui du processus à abrasifs libres conventionnel et le taux est beaucoup plus stable. De plus, une meilleure planéité peut également être obtenue en utilisant ce type d'outils.

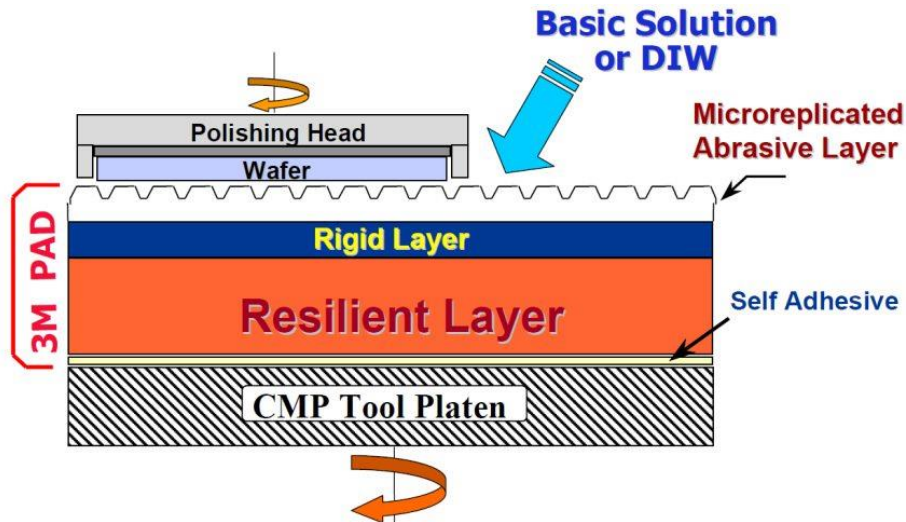


Figure III-3 : Polissoir en micro-pastilles de la compagnie 3M [Kula2004].

Gillman et Jacobs [Gill1998] ont mélangé l'oxyde de cérium et du  $\text{NH}_4\text{Cl}$  ou de l'alumine dans une matrice d'époxy pour fabriquer une sorte d'outils à abrasifs liés sous forme de pastilles et d'anneaux. Le verre BK7 et la silice fondue peuvent être polis jusqu'à une rugosité de surface (RMS) d'environ 1nm et d'environ 1,5nm en 30 min et 60 min, respectivement. Ces outils peuvent être appliqués au polissage des surfaces planes, sphériques ainsi qu'asphériques et sont interchangeables dans la plupart des appareils de polissage conventionnels. Les expériences montrent que le temps de production peut être considérablement réduit grâce à l'utilisation de ces outils.

Bifano et Bierden [Bifa1997] ont traité un substrat de disque dur en céramique pour obtenir une surface de rugosité (RMS) de 8nm et une planéité de  $8\mu\text{m}$ . Dong et Cheng ont étudié le mécanisme d'enlèvement de matière par des pastilles de diamant à abrasif fixe (FADP) pour le doucissage du SiC et de la silice fondue [Dong2014]. Jeong et al. ont proposé à leur tour une nouvelle méthode de transfert de forme précise (concave ou convexe) sur les échantillons à l'aide d'un papier abrasif fixe [Jeon2004]. Luo et al. ont obtenu une surface en saphir avec une

rugosité à l'échelle nanométrique et une planéité sans rayures par un disque de polissage sol-gel [Luo2016].

Par la suite, Zhou [Zhou2002] a élaboré un nouvel outil de polissage à abrasifs liés destiné d'abord au polissage du silicium. Les résultats pour les substrats de silicium valident l'efficacité de la technique de polissage. Puis la technique a été étendue au polissage du verre quartz [Zhou2009]. La surface peut atteindre une rugosité arithmétique de moins de  $< 0,5\text{nm}$  en 10min. Le processus peut fonctionner à la fois avec ou sans lubrification et avec deux types d'outils de polissage sans micropores. Li et al. [Li2012] [Li2012a] ont incorporé des vibrations ultrasonores à l'outil à abrasifs liés où le taux d'enlèvement de matière obtenu peut être considérablement amélioré, la rugosité de surface peut s'étendre jusqu'à 1nm. Outre, la charge exercée vers le bas et la vitesse relative, la tension appliquée et la différence de phase ont également un impact sur le taux d'enlèvement de matière et la rugosité de surface finale [Li2012b] [Li2012c]. Le mécanisme de polissage à sec dans nos expériences est considéré comme étant dû à la liaison chimique entre l'oxyde de cérium et le verre en conjonction avec l'abrasion mécanique du verre.

Une autre raison de l'ajout des vibrations ultrasonores, c'est leur excellente capacité à décharger ou de décomposer les débris de polissage qui peuvent empêcher la réaction chimique d'avoir lieu entre les abrasifs et le verre [Li2014] [Fu2014]. Le polissage peut être effectué avec ou sans eau ou autres liquides, mais l'utilisation d'eau peut rendre la surface finale plus lisse et peut réduire le taux d'enlèvement de matière dans certains cas [Zhou2014]. Le polissage assisté par vibration peut entraîner des motifs réguliers sur la surface finale de l'ordre du nanomètre en amplitude et détériorer légèrement la rugosité de la surface dans la plupart des situations [Li2012] [Zhou2014]. Ochiai et al. ont produit des blocs de polissage à abrasifs liés en utilisant la technique de dépôt par électrophorèse (EPD). Les outils de polissage EPD fabriqués contiennent de l'oxyde de cérium ou de la silice et ont aboutis à un bon polissage du verre (1,3 nm de rugosité). L'EPD ne peut pas être utilisé sans lubrification mais peut progresser en douceur en présence de l'eau et le taux d'enlèvement de matière est assez élevé [Ochi2008] [Ochi2009]. Bouzid et al. ont fabriqué des pastilles à partir d'un mélange d'oxyde de cérium et d'époxy pour polir le verre BK7 et ont trouvé une réduction rapide de la rugosité (RMS) de surface de 10nm en 5 minutes, très prometteur pour la production rapide d'une surface de verre de précision [Bouz2012].

Une autre technique de polissage à abrasifs liés adopte la glace comme matériau de matrice pour accueillir les abrasifs [Bely1966]. Comparée à la fonte, le cuivre ou encore les

résines, la glace possédait une faible dureté et est capable de produire une surface lisse du verre. Certains matériaux ont été traités par polissage à la glace et montrés qu'une plaquette de silicium peut être très bien polie et peut atteindre une rugosité de surface Ra 0,57nm et Ra 0,37nm avec des abrasifs d'alumine et d'oxyde de cérium respectivement [Zuo2009]. Les pièces en cuivre ont également été évaluées pour montrer l'amélioration significative de la qualité de surface [Moha2011] (voir Fig.III-4). Plus encore, avec cette technique le point de fusion de la glace est de 0°C à pression ambiante, un appareil cryogénique de refroidissement est nécessaire, ainsi le fluide supplémentaire de lubrification n'est plus nécessaire.



**Figure III-4** : Dispositif de polissage par méthode de glace avec des grains abrasifs gelés dans la glace [Moha2011].

Beaucoup de progrès ont été réalisés pour améliorer les performances des techniques de finitions par abrasifs liés et pour transférer la technologie dans des applications industrielles. Un certain succès a été obtenu, par ex. la rugosité de la surface a rivalisé avec celle du polissage à abrasifs libres. De plus, le rodoir ou le polissoir ne sont plus nécessaires. La seule chose est de fournir de l'eau au cours du procédé de finition, ce qui est impérativement écologique.

Il existe cinq **critères** de performance principaux pour le développement réussi d'un outil à abrasifs liés :

- Premièrement, l'outil doit maintenir son intégrité physique pendant l'utilisation à des vitesses modérées à élevées, dans un environnement aqueux et sous une charge légère à modérée.
- Deuxièmement, l'outil doit relâcher les particules d'abrasif à une vitesse qui favorise l'élimination efficace de la rugosité de la surface de la pièce, mais pas assez rapidement

pour provoquer une usure excessive de l'outil, ou si lentement que la surface de l'outil se recouvre d'un film solide du liant.

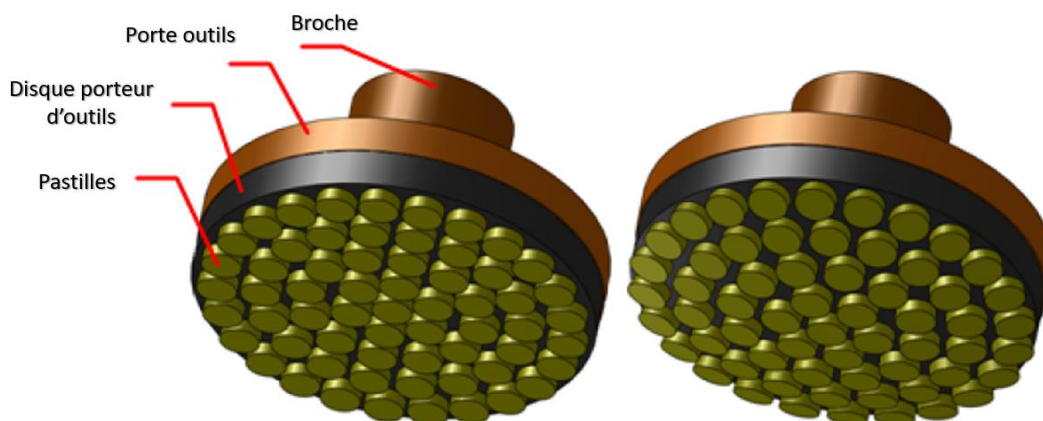
- Troisièmement, les outils doivent être fabriqués de manière à présenter des performances reproductibles dans des conditions de fonctionnement constantes.
- Quatrièmement, les outils doivent être capables d'éliminer les défauts engendrés par le meulage, par exemple : les marques d'outils ou encore les rayures superficielles, pour obtenir une microrugosité de surface efficace dans un délai raisonnable.
- Cinquièmement, les tolérances de rugosité de surface requises doivent être respectées avec ces outils. [Gill1998]

### III.3 Mécanisme d'enlèvement de la matière dans les processus de finition par abrasifs liés

#### III.3.1 Mécanisme d'enlèvement de la matière durant le doucissage

Lors du doucissage, l'enlèvement de matière est réalisé par les grains abrasifs encrés dans des matrices de liant qui forment un outil. La forme à générer est transférée à la pièce par des contreparties de transfert de forme. On distingue ainsi des différents types d'enlèvement de matière.

Le doucissage à abrasif fixe est une technique qui utilise des outils plans ou sphériques, dont la surface utile contient des grains abrasifs en diamant, en alumine ou en oxyde de cérium comme la montre la **Figure III-5**.



**Figure III-5** : Outil plans et sphérique à abrasifs liés [Dong2014].



La forme donnée aux outils dans le doucissage dépend premièrement de la forme des pièces qui doivent être doucis, et deuxièmement du type de la machine utilisée. Les surfaces sphériques sont souvent traitées par des outils à calotte ou par des pastilles [Meye1985]. Les grains utilisés dans les pastilles sont identiques à ceux appliqués dans le doucissage à abrasifs libres. Les grains abrasifs les plus utilisés sont le diamant, l'alumine ou l'oxyde de cérium lié par le bronze et pour des applications spéciales tel que la finition des surfaces de verre optique, des liants vitrifiés ou organiques sont utilisés [Wapl1987].

Le mécanisme d'enlèvement de matière affecte la façon dont la matière est enlevée d'un substrat. Il a des effets notables sur le taux d'enlèvement, la rugosité de surface et la quantité des dommages créés pendant le processus de finition. Il existe trois mécanismes d'élimination possibles pour le doucissage de surface des matériaux fragiles, on cite l'élimination mécanique, l'élimination chimique et la déformation par écoulement [Evan2003].

Le doucissage par abrasifs liés est un processus pendant lequel l'orientation des grains abrasifs vers la surface de l'échantillon est constante. Le lubrifiant utilisé durant le doucissage ne contient pas d'abrasifs, et a pour seule fonction le refroidissement de l'outil et de l'échantillon. Le lubrifiant doit évacuer les débris à l'extérieur de la zone d'usinage.

Un contrôle exact de la profondeur de coupe de chaque grain de diamant sur la surface du verre est la condition préalable pour l'enlèvement de matière en mode de cisaillement. Par conséquent il est évident qu'une haute performance est extrêmement nécessaire dans la construction des machines d'usinage, En particulier en ce qui concerne la précision, le contrôle de l'alimentation et les vibrations.

Durant le doucissage par abrasifs liés (pastilles), l'activité chimique entre les grains abrasifs en diamant ou en alumine et la surface du verre traité est relativement faible. On considère alors, que l'enlèvement de la matière réalisé par ces pastilles est un enlèvement mécanique. Par conséquent, le doucissage peut être considéré comme une interaction d'un système à trois composants impliquant la pièce, les abrasifs et le lubrifiant.

Rupp [Rupp1972] a étudié l'action de ces outils sur l'état de surface d'un dioptre en verre, il a montré que le mode d'action des grains abrasifs en diamants fixes est plus compliqué que celui d'un abrasif libre. Si l'outil est neuf ou raviver, les grains de diamant pénètrent profondément dans le verre et produisent des petites écailles et fissures. Quand les grains de

diamant sont usés, et si de plus la vitesse de rotation de l'outil est grande et la pression est faible, il peut se produire un coupage plastique du verre semblable à celui provoqué par l'outil de coupe classique. Si la pression monte, il apparaît alors un fluage du verre.

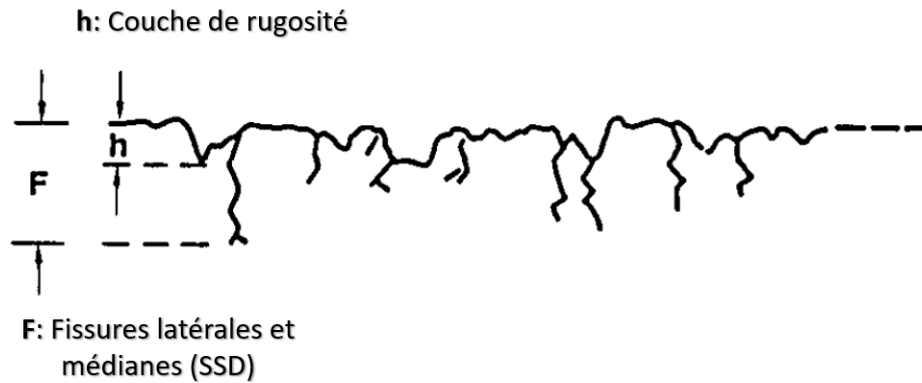
Rupp a également étudié l'influence de quelques paramètres sur le comportement d'usure d'un outil diamanté. Il a montré que l'usure dépend de la dureté du verre et également de son état de surface initial. Quand la surface du verre est ébauchée, les craquelures superficielles diminuent la résistance du dioptre et facilitent son abrasion. Après quelques instants, cette couche étant éliminée, la vitesse d'usure prend alors une valeur constante. L'étude microscopique a montré qu'il se forme sur chaque grain un méplat, qui diminue remarquablement l'efficacité et le rendement de l'outil. Pour que l'outil ai une bonne efficacité, il faut que les grains abrasifs usés se détachent du liant laissant la place à de nouveaux grains plus actifs. Cette usure de l'outil dépend de la dureté du liant utilisé et de l'état de surface du verre, elle est plus grande pendant les premiers instants du traitement où le verre à une surface rugueuse. Si les grains sont trop gros, l'outil s'use mal et les particules de grains abrasifs altérés ne sont pas évacuées et provoquent une détérioration de l'état de surface. Par contre, si les grains sont trop petits pour un état de surface donné, les particules ne fonctionnent pas dans de bonnes conditions. Pour une bonne utilisation des outils à abrasifs liés, il faut prendre en considération la rugosité initiale du verre, la dureté du liant et la grosseur des grains abrasifs [Rupp1972].

Rupp avait plus tard aussi étudié le mécanisme de doucissage par des outils diamantés à abrasifs liés, ainsi que l'efficacité du meulage, l'usure de l'outil par rapport au liquide de refroidissement, l'élimination des particules de diamant émoussées et la taille de l'abrasif [Rupp1974].

Des études ont montré que dans les mêmes conditions de doucissage, les micro cratères engendrés par les abrasifs libres sont plus importants que ceux laissés par les abrasifs liés. Ce qui montre que le taux d'enlèvement de matière dans le cas des abrasifs liés est plus faible que celui dans le cas des abrasifs libres [Hed1987]. D'autres études ont dévoilé par la suite que les abrasifs liés peuvent travailler aussi bien par rupture fragile du verre que par enlèvement viscoplastique [Edwa1987].

Dans tous les procédés de finition conventionnels, les irrégularités de la surface en contact avec l'outil sont éliminées par fracture fragile. La matière est écrasée puis enlevée sous

forme de coupeaux microscopiques, la surface restante est caractérisée par une couche de rugosité (couche relief) et des fissures latérales ou même médianes comme le montre la **Figure III-6** [Shin1983].



**Figure III-6** : Schéma de la structure de surface du verre résultant de l'action abrasive [Hed1987].

La profondeur de la couche sous-surface endommagée (SSD) peut aller d'environ 3 micromètres jusqu'à 100 micromètres. Khodakov a montré que lors du doucissage fin du verre optique par l'outil en diamant, la profondeur de la sous-surface endommagée est de 1,4 jusqu'à 2,6 fois moindre que celle obtenue par le doucissage à abrasifs libres. C'est-à-dire que la valeur de **K** (constante de proportionnalité) varie entre 1,5 et 2,7 [Khod1980]. Hed et Edward ont étudié le phénomène pour des pastilles en diamant de granulométrie allant de 53 jusqu'à 250 micromètres concentré à 7,5% de volume dans un agglomérant de bronze. Les résultats indiquent une valeur moyenne de **K** varie entre 6,2 et 6,4 pour de verre BK7, du zérodur ou de la silice fondue [Hed1987].

En comparaison avec les matériaux ductiles, tel que le cuivre, la fragilité des verres est gouvernée par son niveau minuscule de plasticité et son énergie à la fracture extrêmement basse. [Shin1984] [Bash1968] [Shin1987] ont prouvé que la fissure du verre usiné peut être réalisée sous un ensemble limité de condition. [Putt1989] suppose que l'empreinte est dû à la contrainte de la compression longitudinale le long de la trajectoire de l'outil, [Taka1982] a trouvé que le seuil du commencement de la fissure augmente avec l'accroissement de l'alimentation en eau, il a supposé que dû à une dissolution de grande quantité d'eau dans le verre, le fluage est favorisé.

Buijs et al. [Buij1993] ont trouvé que la qualité de la surface est liée aux propriétés mécaniques des segments optiques, et que la microrugosité est proportionnelle à :  $\frac{E^{1/2}}{H_v}$  et le taux d'élimination est proportionnel à :  $\frac{E^{5/4}}{(K_c \cdot H_v)^2}$  ;

Où **E** désigne le module d'Young, **K<sub>c</sub>** est la ténacité à la rupture et **H<sub>v</sub>** est la micro-dureté Vickers.

Contrairement au doucissage par abrasifs libres, les abrasifs en diamants ou en alumine immergés dans la résine ou une matrice métallique peuvent être usés puis emportés par le liquide de refroidissement si leurs épaisseurs ne dépassent pas une valeur critique. Cette hauteur critique est supposée être la hauteur de saillie critique, elle peut être déterminée approximativement en comparant la dureté de la matrice de la liaison et la dureté de la pièce (car la hauteur de saillie est basée sur la rupture de la matrice de liaison). Ici, la dureté de la résine **H<sub>résine</sub>**=2.0 GPa, si la taille du diamant est **D**, alors la hauteur d'usure critique des particules de diamant pour le SiC et la silice fondue (**h<sub>SiC</sub>** et **h<sub>SF</sub>**) peut être exprimée sous la forme des équations (4) et (5) respectivement :

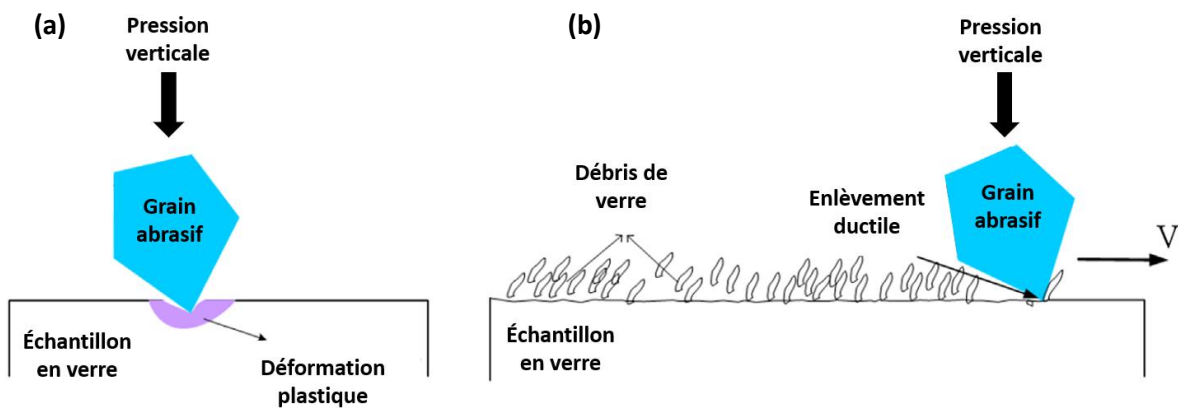
$$h_{SiC} = \frac{H_{résine}}{H_{SiC}} D = \frac{2.0}{30.0} D = 0.067D \quad \text{(III.1)}$$

$$h_{SF} = \frac{H_{résine}}{H_{SF}} D = \frac{2.0}{7.4} D = 0.27D \quad \text{(III.2)}$$

Également Wang et al., ont montré que le mode de contact entre l'abrasif en diamant et le liant en résine est élastique. Alors, la hauteur de saillie de l'abrasif au diamant est davantage enfoncée dans la résine, car le module d'élasticité de la résine est bien inférieur à celui du SiC et de la silice fondue [Wang2009] [Wang2009a].

On peut déduire alors que les petites particules favoriseraient une élimination ductile pour les matériaux fragiles, car la profondeur de coupe est susceptible d'être inférieure à la profondeur critique de rupture fragile (voir **Fig.III-7**). Cependant, le doucissage est un processus complexe qui n'a pas été exactement modélisé mathématiquement, et il est plus largement accepté comme un processus d'élimination statistique. Par conséquent, l'enlèvement de la matière ne constitue pas une rupture fragile complète ou un enlèvement ductile complet, qui est plus susceptible d'être un enlèvement en mode mixte. Pour une condition de travail spécifiée, l'enlèvement de matière peut être dominé par une rupture fragile, semi-ductile

(enlèvement en mode mixte) ou dominé par un enlèvement ductile. Au fur et à mesure que la taille de l'abrasif diminue et que la matrice de liaison se transforme en résine, le mécanisme d'élimination peut être progressivement modifié de la rupture fragile dominée à semi-ductile, puis être dominée par l'élimination ductile, avec une meilleure rugosité de surface, moins de taux d'élimination et moins de dommages aux sous-surfaciques.

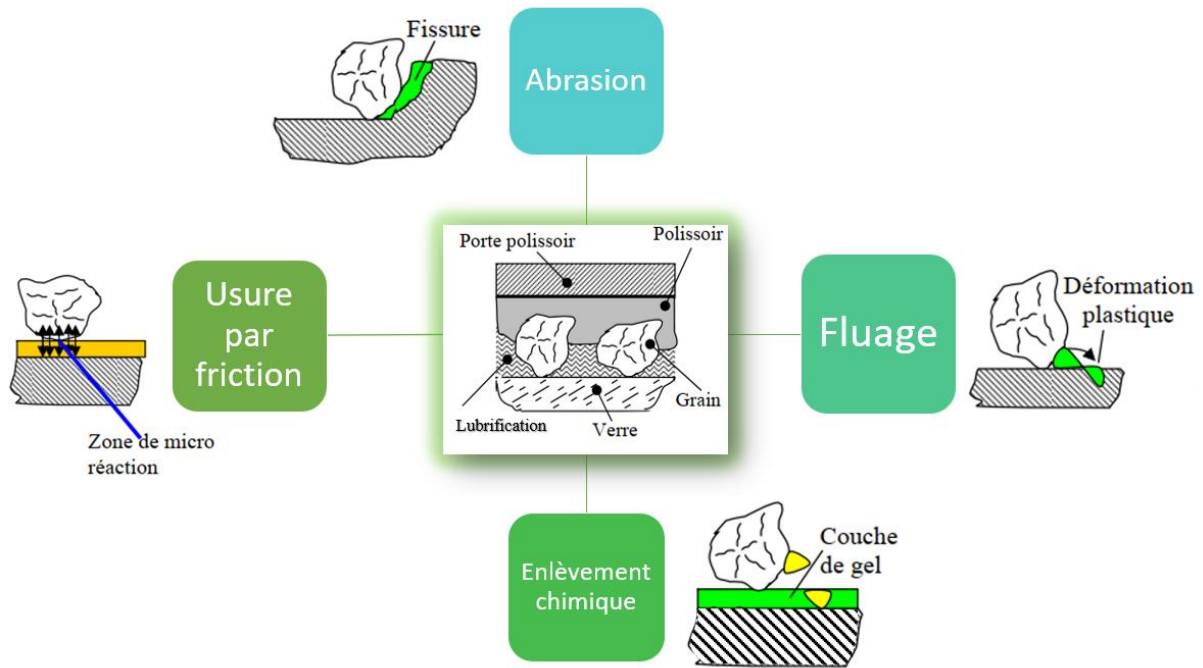


**Figure III-7** : Représentation du mécanisme d'enlèvement de matière pour : (a) : Vue de face d'un retrait ductile, et (b) : Vue latérale d'un retrait ductile [Dong2014].

### III.3.2 Mécanisme d'enlèvement de matière durant le polissage

Le polissage du verre optique est un procédé très complexe vu les nombreux paramètres qui rentrent en jeu. En effet, plusieurs théories ont été proposées pour expliquer le mécanisme d'enlèvement de matière lors de ce procédé (voir **Fig.III-8**), on cite :

- La théorie de micro abrasion, qui considère l'action mécanique comme le processus prédominant.
- La théorie du fluage.
- La théorie chimique, qui considère la réaction chimique entre les composants comme responsable de l'enlèvement de matière.
- La théorie hybride.
- La théorie cinétique.



**Figure III-8** : Représentation schématique des différentes théories d'enlèvement de matière durant le polissage.

#### a. Théorie de micro-abrasion

D'après [Rayl1903], le doucissage du verre optique est produit par abrasion uniforme des aspérités se trouvant à la surface du verre au contact de l'outil de finition. Thomson [Thom1922] en revanche, suppose que les particules insérées dans la poix se trouvent dans un même plan et découpent la même quantité de matière lors de leur mouvement. Les travaux réalisés par Sakata [Saka1973], ont confirmé que le polissage du verre consiste essentiellement en une abrasion mécanique superficielle opérée à l'échelle sub-moléculaire par les grains abrasifs, alors que dans le cas d'un verre de silice, le polissage comporte une composante submicroscopique favorisée par la formation d'une couche due à l'hydrolyse.

Les travaux [Bruc1957] et [Izum1979] réunies aux travaux précédents confirment que l'enlèvement de matière par micro-abrasion améliore l'état de surface.

#### b. Théorie de fluage

[Beil1904] pense que le frottement entre le verre et le polissoir chargé en grains abrasifs provoque un écoulement visqueux à la surface du verre qui s'étale en bouchant les trous et rayures permettant ainsi d'obtenir une surface lisse. Ce concept est confirmé pour les matériaux métalliques, cependant, il a été difficile de l'appliquer au verre et aux cristaux. Sakata

[Saka1973] estime qu'il est difficile d'atteindre un fluage plastique superficiel pour le verre de silice au moment de son polissage, il a supposé que le fluage plastique superficiel soit obtenu, soit pour les verres moins durs, soit dans le polissage sous forte pression. La microscopie électronique de la surface vitreuse, presque polie, met à peine en évidence un fluage ou un déplacement superficiel de matière [Saka1973].

Sur la base de cette théorie, des techniques de polissage ont été développées telle que le polissage par laser où le polissage est réalisé par un écoulement visqueux à la surface du verre qui est causé par des températures élevées dépassant la température de ramollissement du verre.

### c. La théorie chimique

La théorie chimique suppose qu'au court du polissage, une réaction chimique s'établie entre le verre et l'eau, une couche se forme alors sur la surface du verre. Cette couche appelée couche de gel de silice est ensuite retirée par la friction exercée par les grains abrasifs de l'outil, donc il en résulte un enlèvement de matière mais sans pour autant attaquer la surface du verre en lui-même. Cette hydrolyse démontre que le pH du lubrifiant est un facteur agissant sur la vitesse du polissage [Pres1930] [Kats1946]

[Kats1946] considère que les réactions du verre avec le lubrifiant et du verre avec l'outil de polissage jouent un rôle important dans le processus d'enlèvement de matière durant le polissage.

### d. La théorie hybride

La théorie hybride suppose que durant le polissage du verre, l'enlèvement de matière est provoqué mécaniquement tant dis que l'action chimique (fluage) aide mutuellement au retrait de la matière. Des observations par MEB ont confirmé cette théorie [Bruc1957] [Gotz1967]. Ainsi, les études mené par [Gotz1967] ont démontré que durant le polissage par abrasifs liés, si l'on exerce de faible pression l'enlèvement de matière se fera uniquement par action mécanique, tant dis que pour de haute pression, le fluage est introduit et aide ainsi au retrait de la matière par les abrasifs. D'autre part, Kaller pense que les agents polissant (lubrifiant et grains abrasifs liés) ont pour rôle de fournir un matériau ayant des propriétés chimiques activées, en s'introduisant dans les microfissures de la surface du verre et entraînent un arrachement de matière au cours du mouvement de l'outil de polissage [Kall1956].

Les travaux menés par Fu et al. supposent que le processus d'enlèvement de matière est le suivant : premièrement, l'oxyde de cérium réagit avec la silice en phase solide dans des circonstances de pression extrêmement élevées pour former de nouvelles substances avec une

dureté inférieure à celle du verre et de l'oxyde de cérium sur le dessus de silice fondue. Deuxièmement, les substances plus molles qui en résultent sont éliminées mécaniquement et plastiquement par les grains abrasifs d'oxyde de cérium ; alternativement, le **Ce** dans les abrasifs à base d'oxyde de cérium se lie au **Si** dans le verre, enfin, le matériau de silice est arraché du verre sous forme de masse en raison de la plus grande force de la liaison **Ce-O** que de la liaison **Si-O** et enfin la masse est dégagée et ainsi la matière du verre est retirée [Fu2014].

#### e. La théorie cinétique

Cette théorie se base sur le concept d'une interaction d'adsorption entre les particules de grains abrasifs destinés pour le polissage et les sites actifs qui se situent à la surface du verre pendant le processus du polissage. Cette théorie est valable aussi bien pour le processus à abrasifs liés qu'au processus à abrasifs libres [Kouc1984]. Le polissage du verre par outil à abrasifs liés peut être résumé ainsi :

- La vitesse d'enlèvement de matière du verre, à une vitesse périphérique donnée de l'outil, est toujours proportionnelle à la pression exercée pendant le polissage.
- La vitesse d'enlèvement de matière du verre, à une pression de polissage connue, dépend de la vitesse périphérique de l'outil.

### III.4 Type d'outils à abrasifs liés

Les outils destinés pour la finition des surfaces optiques existent sous différentes formes. La forme de l'outil est choisie et élaborée en lien avec la fonction pour la quelle est désigné cet outil.

Les trois types les plus connus et utilisés pour la finition des surfaces optiques sont :

#### III.4.1 Polissoirs chargés

Les grains abrasifs sont intégrés dans une résine spéciale lors du doucissage ou du polissage, et seuls les abrasifs dépassant du polissoir chargé entrent en contact avec la pièce à usiner pour participer au processus de finition.

L'enlèvement de matière pour l'usinage par polissoir chargé est basé sur un mécanisme d'abrasion à 2 corps, avec une efficacité d'usinage élevée et une excellente planéité [Hu2014] [Hu2015]. Les polissoirs chargés en résine thermodurcissable ont été développés par la société 3M pour le doucissage et le polissage des matériaux fragiles tels que le verre, le saphir, les céramiques, etc. (voir Fig III-9), ce qui a permis d'obtenir une efficacité de traitement plus



élevée à comparer au processus conventionnel par abrasifs libres. Kim et al. [Kim2004], en utilisant un polissoir chargé, ils ont ajouté des particules d'alumine dans la suspension pour améliorer l'efficacité du doucissage du saphir, et un taux d'élimination de 1  $\mu\text{m}/\text{min}$  a été atteint. Une surface plus lisse et une profondeur d'endommagement sous la surface (SSD) inférieure ont été atteintes lors du doucissage d'une plaquette de saphir avec un polissoir chargé [Guch1976] [Camp1986]. La relation entre la taille des particules d'abrasifs incorporés dans le polissoir et la profondeur de pénétration des abrasifs lors du processus affectent l'efficacité du traitement et la rugosité de la surface traitée.

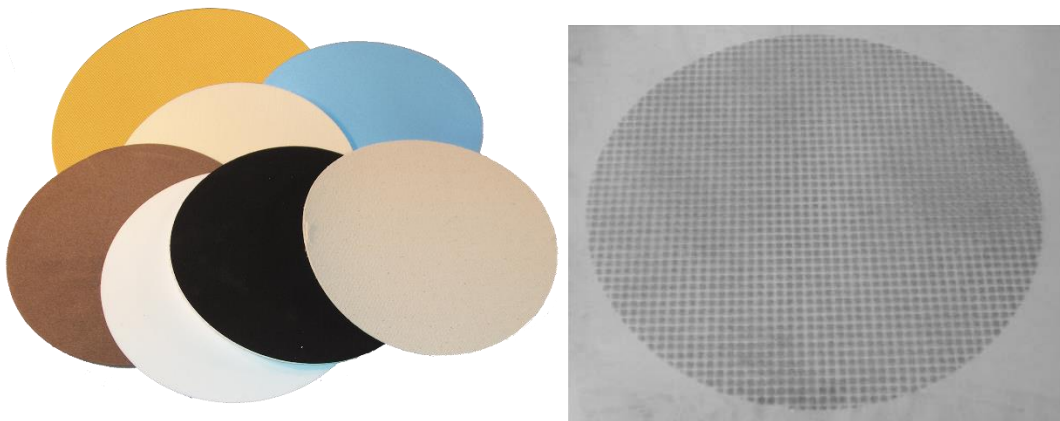
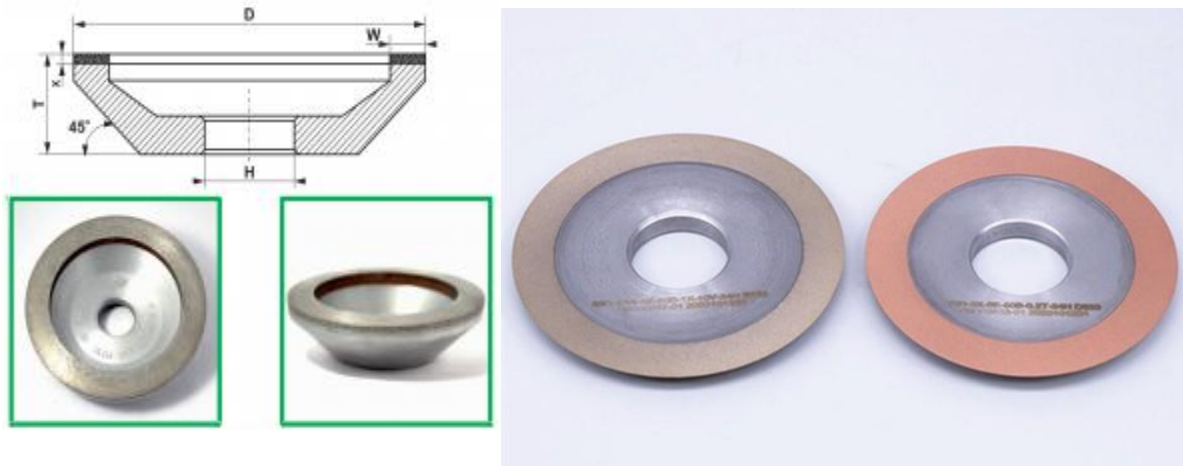


Figure III-9 : Polissoir chargé de grains abrasifs en diamant [Choi2004].

#### III.4.2 Meule à abrasifs liés

Les meules traditionnelles incorporent des grains abrasifs individuels dans la structure, avec l'intention de les séparer également de manière homogène. Cependant, les développements récents dans la production des abrasifs agglomérés (voir Fig.III-10) ont conduit à des structures hautement perméables utilisant ces grains abrasifs préformés [Jose2002], qui sont liés les uns aux autres pour former une roue. Ces structures peuvent utiliser soit des liants organiques [Bonn2003] soit des liants vitrifiés [Bonn2003]. Les tests de meulage décrits par Bonner et al. montrent que les meules à base d'agglomérats présentent des taux d'enlèvement de matière plus élevés, avec une finition de surface acceptable.

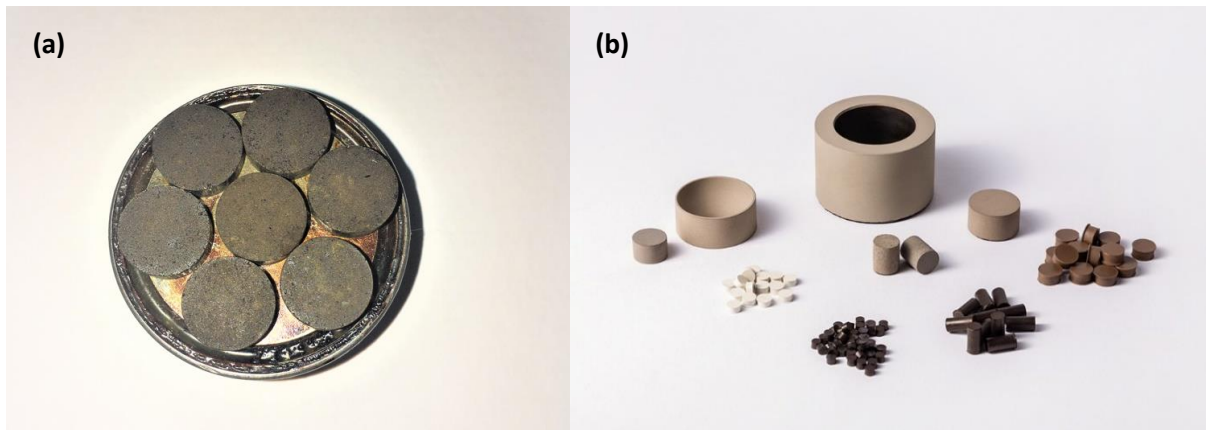


**Figure III-10** : Meule à abrasifs liés en diamants de type 3A1 de la compagnie MORESUPERHARD [Www1].

### III.4.3 Pastilles à grains abrasifs liés

Les outils sous forme de pastilles à abrasives liées sont essentiels pour automatiser le processus de polissage et faciliter la reproductibilité. De même, le processus de doucissage et de polissage a un bien meilleur rendement que le processus conventionnel avec abrasifs libres [Li2014]. En raison de leur efficacité, d'enlèvement de matière et du contrôle relativement aisé de l'état de surface par rapport aux procédés à abrasifs libres, les abrasifs liés trouvent des applications de plus en plus larges dans la finition des verres optiques, des céramiques, etc. [Li2012] [Hitc2006]. Le taux d'élimination s'est avéré plus élevé que le procédé conventionnel et la qualité de surface est plus fine [Gill1998].

Les outils à abrasifs liés sont formés de grains abrasifs (alumine, oxyde de cérium, diamant...) liés dans une matrice sous forme cylindrique (pastilles) par des liants organiques vitrifiés ou encore métalliques (voir **Fig.III-11**), ils peuvent avoir une surface plane, concave ou convexe selon la forme de la surface à traiter.



**Figure III-11 :** (a) Pastilles élaborées d'alumine de fraction P12 pour le doucissage du verre optique, (b) Pastilles de grains en diamants de la compagnie Allemande DOPAdiatool [Www2].

# ***Chapitre IV :***

*Elaboration des pastilles  
destinées pour la finition des  
surfaces optiques*

La technique de finition par abrasifs liés (pastilles) adoptée pour la réalisation des surfaces optiques de très haute qualité présente de très nombreux avantages techniques, économiques et écologiques à l'inverse du processus de finition par grains abrasifs libres (solution abrasive).

En effet, cette technique se base sur plusieurs paramètres à savoir le type et la grosseur des grains abrasifs utilisés, la nature du liant, le mode d'élaboration (pression de compactage, temps de maintien, temps de cuisson) ou encore la vitesse de rotation des pastilles. Ces paramètres influent largement sur le rendement de ces outils de finition.

Dans ce travail, des outils agglomérés ont été élaborés en combinant les paramètres cités. Les propriétés déterminées durant cette étude (la rugosité de la surface des échantillons, le taux d'enlèvement de matière du verre, l'usure et la durée de vie des outils) nous ont permis d'évaluer ces outils en matière de rentabilité et de durée de vie durant le processus de finition et de comparer les résultats avec le processus conventionnel.

#### **IV.1 Objectif du travail**

Ce travail a pour objectif de réaliser et d'élaborer des outils de finitions (pastilles) destinés au doucissage et au polissage du verre optique à partir de grains abrasifs en alumine et oxyde de cérium liés dans une matrice de liant organique (la poix). Dans ce qui suit, nous présenterons le protocole adapté pour la réalisation de ces pastilles en déterminant les matériaux utilisés ainsi que leurs caractéristiques (granulométrie, densité, composition chimique, structure cristalline, surface spécifique, température de fusion et structure micrographique). Nous citerons également les principales caractéristiques du verre optique traité et les paramètres essentiels du processus de doucissage et polissage du verre optique.

L'élaboration de ces outils a été réalisée au niveau de deux laboratoires, laboratoire d'optique appliquée de l'institut d'optique et mécanique de précision (IOMP) au sein de l'université de Ferhat Abbas- Sétif et le laboratoire de matériaux au sein de l'institut de céramique et verre (ICV) à Madrid.

## IV.2 Matériaux utilisés

Les pastilles fabriquées sont constituées de grains abrasifs d'alumine  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (ABRALOX, Quality E, Pieplow & Brandt Supplier, Henstedt-Ulzburg Deutschland) et d'oxyde de cérium CeO<sub>3</sub> (fournisseur des technologues et ingénieurs des matériaux LOGITECH, Écosse, Royaume-Uni) (voir Fig.IV-1). Les principales caractéristiques des grains abrasifs d'alumine et d'oxyde de cérium sont regroupées dans le **Tableau IV-1**. Le liant organique choisi est connu sous le nom de PITCH (poix) type MEDIUM 73 (GUGOLZ, MELLER OPTICS, Inc. Suisse). Les échantillons qu'on va traiter avec ces pastilles sont de type verre crown FK5HTi (SCHOTT France SAS) (voir Tab.IV-2).

On note que les différentes fractions des poudres abrasives utilisées durant ce travail vont être abrégées comme suit : F12, F10, F03, F01 pour la poudre de l'alumine et F0.5 pour la poudre de l'oxyde de cérium et cela est en fonction de leur taille moyenne de grains mentionner dans les fiches techniques associées. (Fraction de 12 $\mu$ m =F12).

Grains abrasifs par fraction	F12	F10	F03	F01	F0.5
Formule chimique	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CeO <sub>2</sub>
Type de cristal	Alpha	Alpha	Alpha	Alpha	-
Processus	Fondue	Calcinée	Calcinée	Calcinée	-
Couleur	Blanche	Brune	Blanche	Blanche	Blanche
Pureté (%)	98%	95.96%	95.96%	95.96%	98%
Dureté Mohs	9	9	9	9	4

**Tableau IV-1** : Caractéristiques des grains abrasifs.



**Figure IV-1** : Poudres abrasives d'alumine et d'oxyde de cérium.

Type de l'échantillon	Crown FK5HTi
Indice de réfraction	1.48748
Nombre d'ABBE	70,49
Densité (g/cm <sup>3</sup> )	2.45
Dureté Vickers	5.3 HV
Module d'élasticité E (10 <sup>3</sup> N/mm <sup>2</sup> )	62

Tableau IV-2 : Caractéristiques du verre optique.

#### IV.2.1 Caractérisation des grains abrasifs (alumine et oxyde de cérium)

##### a. Granulométrie

Les poudres d'alumine et d'oxyde de cérium ont été caractérisées par granulométrie (Granulomètre laser MALVERN MASTERSIZER 2000) voir (**Fig.IV-2**) afin de déterminer la distribution granulométrique de toutes les fractions. Cet essai a pour but de confirmer la taille moyenne de nos poudres citée dans les fiches techniques du fabricant. Également, cet essai va nous permettre de spécifier le domaine d'application pour chaque grosseur de grains abrasifs. Plus la grosseur des grains abrasifs est importante, les fractions sont destinées pour le doucissage, de même, plus la grosseur est faible les grains sont alors utilisés pour le polissage.



Figure IV-2: Granulomètre laser MALVERN MASTERSIZER 2000.

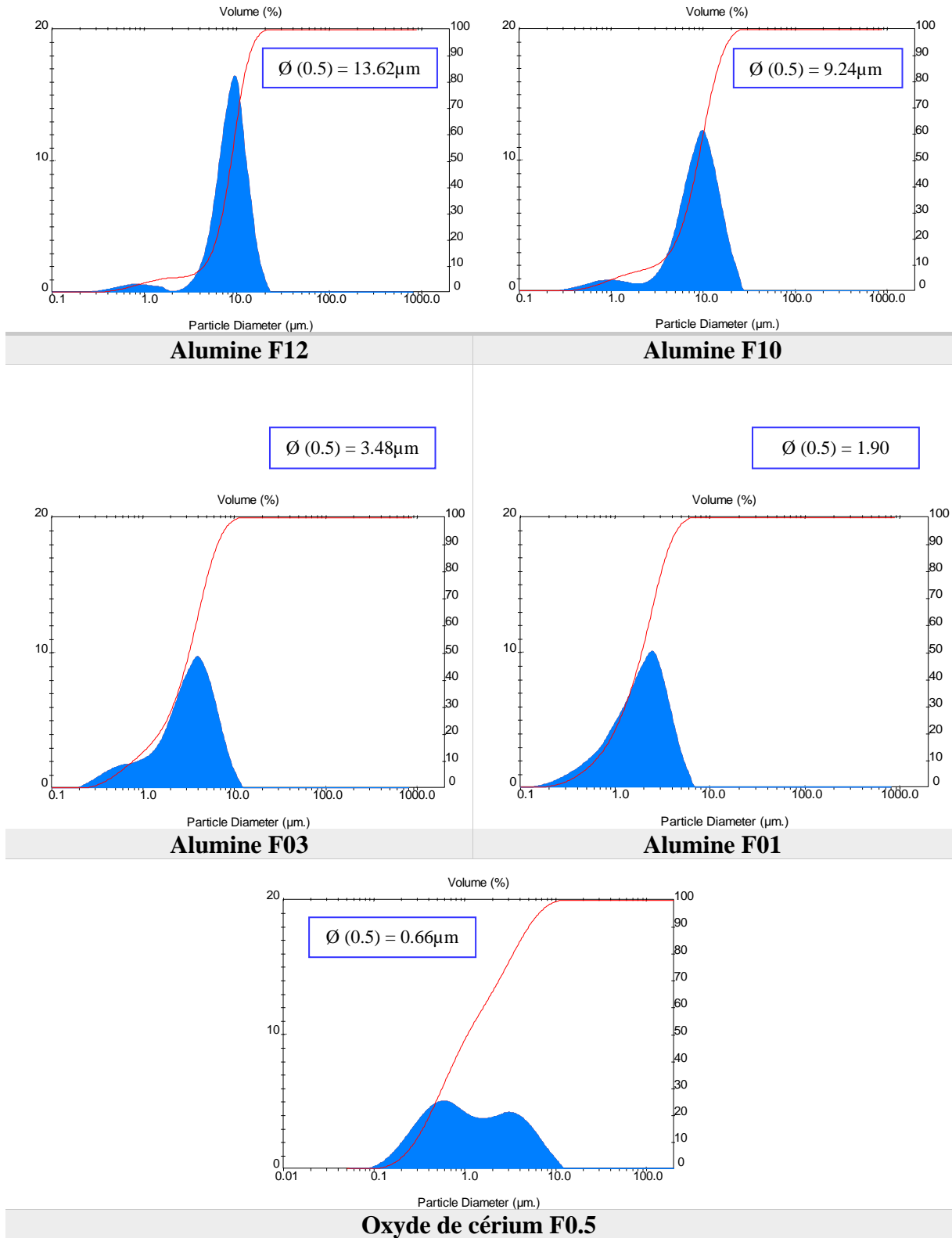


Figure IV-3 : Distribution granulométrique des grains abrasifs utilisés.

La Figure IV-3 présente la distribution granulométrique des différentes fractions de poudre. D'après les courbes, on remarque que toutes les poudres sont constituées de deux



familles de taille de grains sauf pour l'alumine F01 qui contient une seule famille. Les diamètres moyens  $\bar{\phi}$  (0.5) de chaque fraction de poudre sont 13.62, 9.24, 3.48, 1.90 et 0.66 $\mu\text{m}$  pour les fractions F12, F10, F03, F01 et F0.5 respectivement. On peut conclure alors que les résultats du granulomètre se concorde bien avec les données présentées dans les fiches techniques. D'autre part, ces résultats nous permettent de classer les grains selon leur domaine d'application ; soit F12 et F10 pour le doucissage du verre optique et F03, F01 et F0.5 pour le polissage.

### **b. Densité et surface spécifique des grains abrasifs**

Les mesures de densité des poudres abrasives ont été réalisées avec un densitomètre de type (Pycnomat ATC, THERMO SCIENTIFIC supplier, Milan, Italy) au niveau du laboratoire d'ICV. La surface spécifique des poudres abrasives a également été mesurée en utilisant un analyseur de surface et de porosimétrie de type (TriStar<sup>TM</sup> 3000 serial 353) par la technique de BET au niveau du même laboratoire. Le **Tableau IV-3** ci-dessous regroupe les caractéristiques les plus pertinentes des grains abrasifs (alumine et oxyde de cérium) utilisés pour le doucissage et le polissage du verre optique.

<b>Grains abrasifs</b>	<b>F12</b>	<b>F10</b>	<b>F03</b>	<b>F01</b>	<b>Oxyde de cérium (F0.5)</b>
<b>Densité (g/cm<sup>3</sup>)</b>	3.947	3.97	3.935	3,889	6,4884
<b>Surface spécifique (m<sup>2</sup>/g)</b>	0,3284 $\pm$ 0,0091	0,8868 $\pm$ 0,0076	1,0775 $\pm$ 0,0225	2,1617 $\pm$ 0,0275	2,8422 $\pm$ 0,0167

**Tableau IV-3** : Propriétés physiques de l'alumine et l'oxyde de cérium.

### **c. Structure cristalline et nature chimique des grains abrasifs**

La diffraction des rayons X est une technique de caractérisation des matériaux cristallisés, massifs, sous forme de poudre ou de dépôts. On a fait appel à cette technique afin de confirmer la nature chimique de nos poudres abrasives. Un diffractomètre à rayons X (voir **Fig.IV-4**) a été employé afin de réaliser cette caractérisation. Les résultats sous forme de spectres ont été analysés par le logiciel HIGHSCORE et présentés dans la **Figure IV-5**.



Figure IV-4 : Diffractomètre RX D8 Advance.

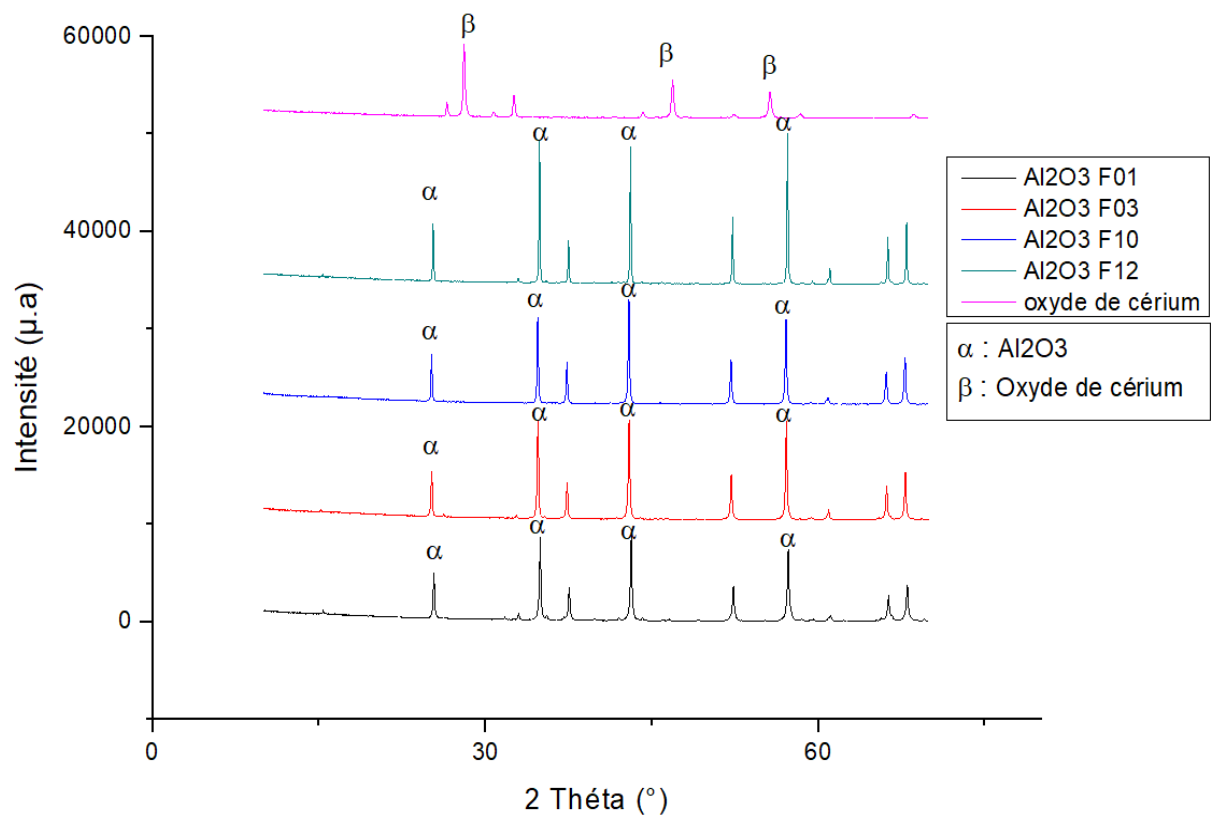
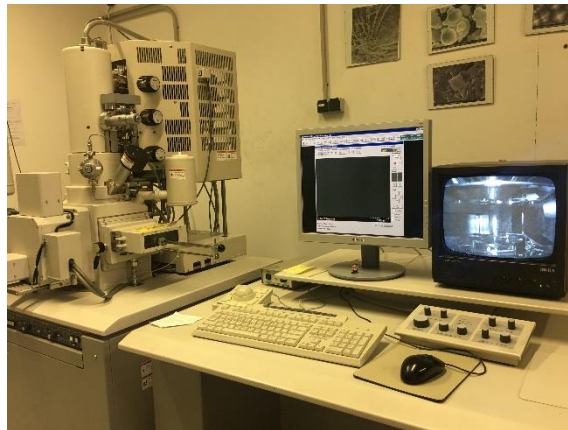


Figure IV-5 : Courbes DRX des poudres abrasives d'alumine et d'oxyde de cérium

Après avoir analysé les spectres par le logiciel de traitement, il a été déduit que les pics de diffraction des quatre premiers spectres « alpha » correspondent exactement aux pics de diffraction de l'alumine (JCPDS : 96-900-9784) et que ceux du dernier spectre « Beta » aux pics de l'oxyde de cérium (JCPDS :34-0394). Nous remarquons qu'aucune autre phase cristalline n'est présente avec ces deux phases uniques pour les différentes fractions des grains abrasifs analysés, ce qui confirme les résultats de l'analyse élémentaire suggérant la pureté élevée de celles-ci présentés dans les fiches techniques.

#### **d. Forme et taille des grains abrasifs utilisés**

La micrographie MEB est une technique qui permet d'observer la structure des matériaux à de très faibles échelles. Nous avons employé un microscope électronique à balayage de type (Hitachi S-4700 FE-SEM) pour cette caractérisation (voir **Fig.IV-6**). Dans notre cas, cette technique a été utilisée pour observer la forme des arêtes des grains abrasifs et de différencier les différentes tailles des grains abrasifs utilisés et celles du liant organique, la **Figure IV-7** présentent les différents résultats.



**Figure IV-6** : Microscope électronique à balayage MEB Hitachi S-4700 FE-SEM.

En effet, on observe sur les images MEB que la taille des grains abrasifs est différente et que la taille des grains décroît en fonction de la fraction correspondante, on observe également que les grains abrasifs comportent des arêtes vives qui seront responsables de l'élévation de matière lors des processus de finition.

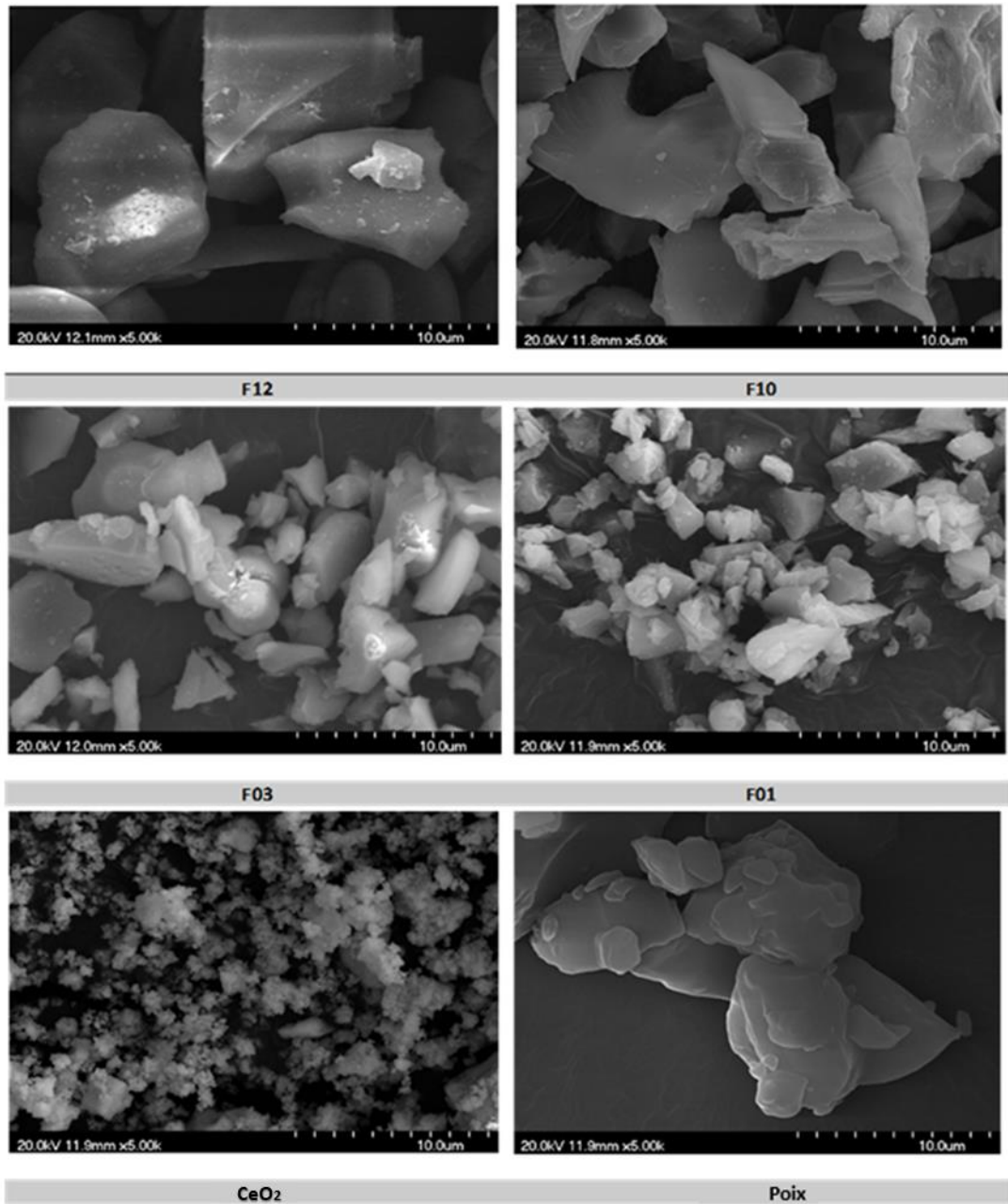


Figure IV-7 : Micrographie MEB des grains abrasifs d'alumine, d'oxyde de cérium et du liant organique.

### IV.2.2 Liant organique (poix)

#### a. Principales caractéristiques

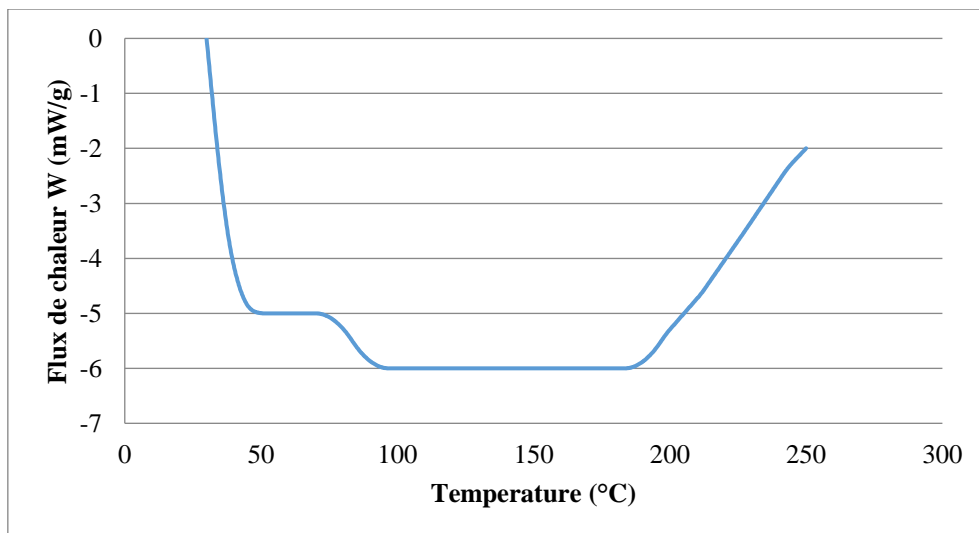
Le liant utilisé durant cette élaboration est de type organique nommé POIX, ce liant a été largement utilisé dans la finition des verres optiques en tant que polissoir avec des grains abrasifs en solution, dans notre cas ce liant aura pour but de lier et d'agglomérer les grains abrasifs sous forme de pastilles. Il est principalement composé de ROSIN et d'ASPHALTE. Le **Tableau IV-4** ci-dessous regroupe les principales caractéristiques de ce liant.

Type du liant	Poix (medium 73)
Nature du liant	Organique
Composition chimique	
Rosine (%)	50-100
Asphalte (%)	0-50
Diamètre moyen des grains de poix broyés	20µm
Densité (g /cm 3)	1,049

**Tableau IV-4** : Principales caractéristiques du liant.

#### b. Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

Afin de déterminer la température de ramollissement du liant organique et d'éviter sa fusion totale, une caractérisation par calorimétrie différentielle à balayage a été réalisée sur le liant organique de type Poix. Le graphe dans la **Figure IV-8** présente le comportement de la poix en fonction de la température.

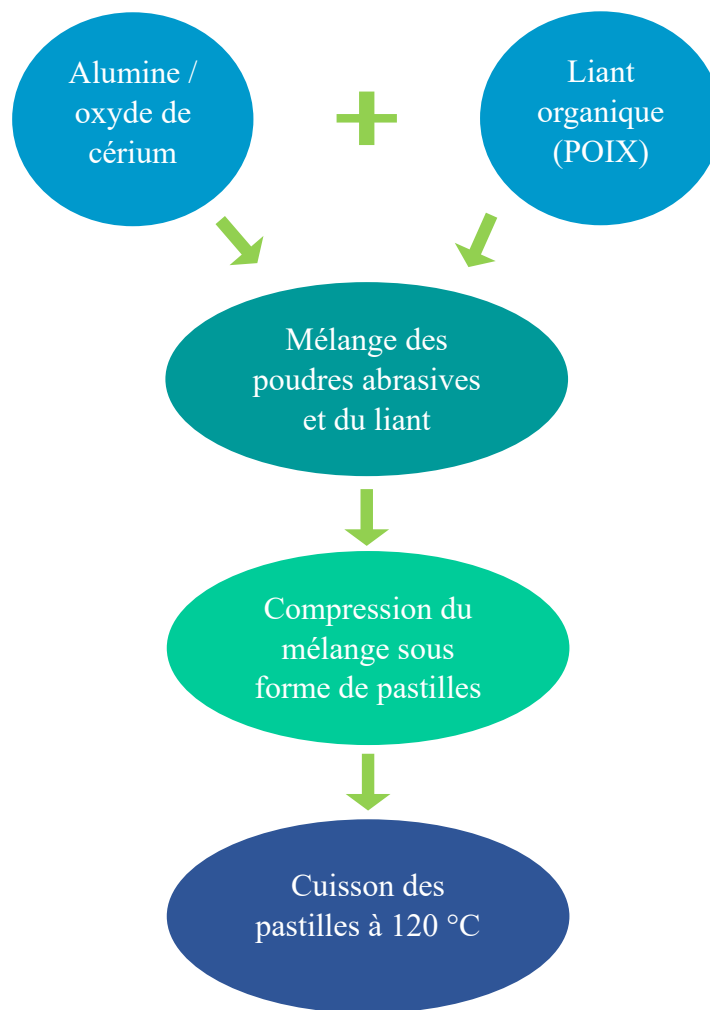


**Figure IV-8** : Comportement du liant organique en fonction de la température.

D'après la **Figure IV-8**, nous observons que la température de ramollissement de la poix se situe entre 100 et 200 °C. De ce fait, nous avons fixé la température de cuisson des pastilles d'alumine et d'oxyde de cérium à 120 °C après de multiples essais préliminaires.

### **IV.3 Elaboration des pastilles de doucissage et de polissage**

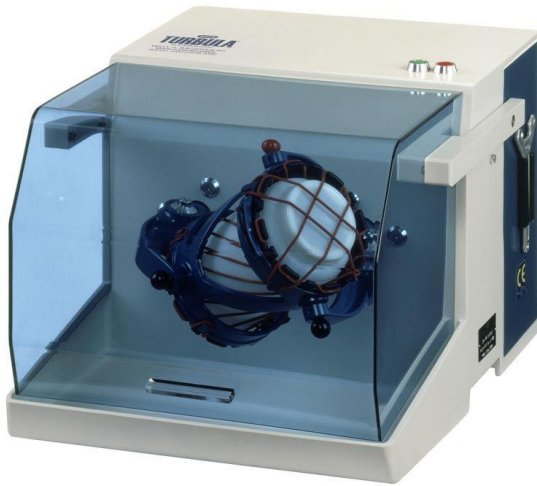
La méthode d'élaboration utilisée permet d'obtenir des pastilles compactées de poudre abrasives et de liant organique. Ces pastilles seront utilisées ensuite pour le doucissage et le polissage du verre optique. L'organigramme présenté dans la **Figure IV-9** décrit les principales étapes suivies pour la réalisation de nos pastilles.



**Figure IV-9** : Principales étapes de réalisation des pastilles en alumine et en oxyde de cérium.

### **IV.3.1 Préparation du mélange grains abrasifs-liant**

En premier lieu, les grains abrasifs d'alumine (F12, F10, F03 et F01), d'oxyde de cérium (F0.5) et le liant organique sous forme de poudre ont été pesés à l'aide d'une balance de précision (voir **Fig.IV-11**), puis mélangés. Le pourcentage des poudres et du liant a été fixé après plusieurs essais préliminaires. Les poudres ont été soigneusement mélangées en utilisant un agitateur de poudres de type (TURBULA T2F : moteur 0.18 kW, maxi 2 L, charge maxi 10 kg) (voir **Fig.IV-10**) pendant 45min afin d'assurer une homogénéité optimale et éviter les agglomérats de grains abrasifs ou du liant organique.



**Figure IV-10** : Agitateur de poudres.



**Figure IV-11** : Balance de précision.

### **IV.3.2 Procédé de compactage**

La deuxième étape se résume au compactage des mélanges obtenus en utilisant une presse hydraulique uni axiale de type (semi-automatic press NANNETTI, Italy) (voire **Fig.IV-12**) sous une pression de 20KN, cette pression a été fixée après plusieurs essais préliminaires. Cette valeur de pression permet d'avoir des pastilles assez compactes qui ne s'effritent pas lors de leur fonctionnement, aussi qui permet le détachement des grains abrasifs après leur usure.



**Figure IV-12** : Presse hydraulique uni axiale.



**Figure IV-13** : Poinçon et matrice.

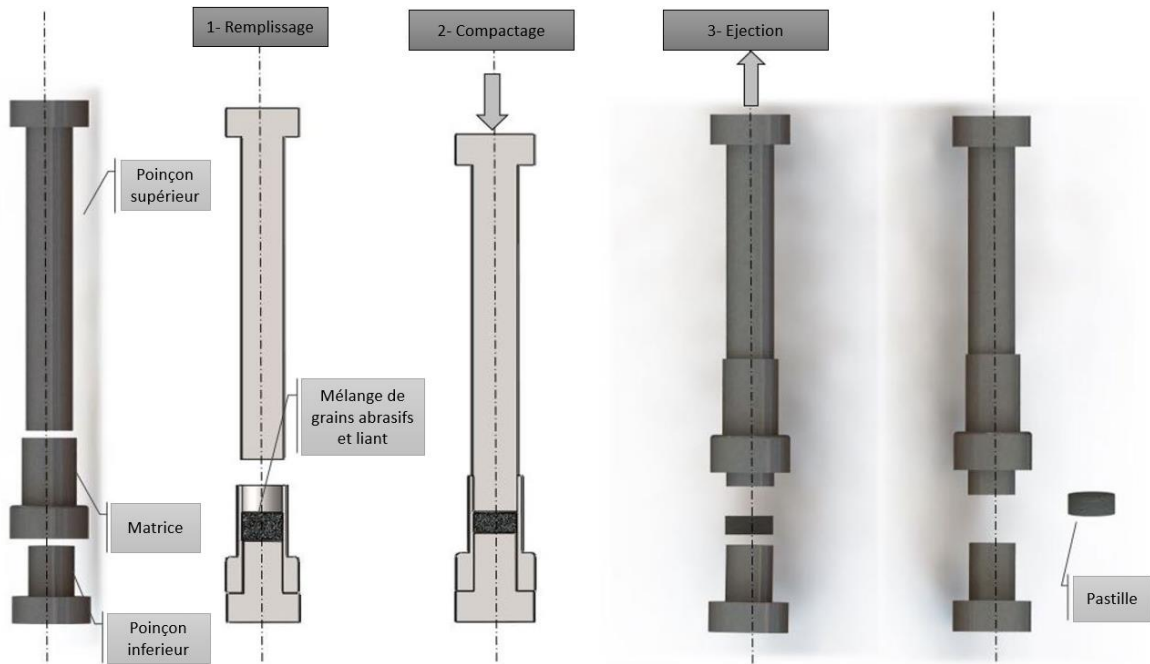
#### **a. Outil de compactage**

Pour le compactage des poudres, nous avons utilisé un poinçon-matrice comme la montre la **Figure IV-13**, le diamètre du poinçon-matrice est de 12mm.

Le processus du compactage des pastilles se réalise en trois étapes comme on l'observe sur la **Figure IV-14** :

- On introduit le mélange dans la matrice qui est placée sur le poinçon inférieur ;
- On place le poinçon supérieur délicatement pour ne pas introduire de l'air à l'intérieur du mélange, puis on place le poinçon-matrice dans la presse et on exerce la pression ;
- On retire le poinçon inférieur et on exerce une pression légère sur le poinçon supérieur afin d'éjecter la pastille sans l'endommager.





**Figure IV-14** : Principales étapes de compactage uni axiale des grains abrasifs d'alumine et d'oxyde de cérium avec le liant organique pour l'obtention des pastilles du doucissage et du polissage.

### IV.3.3 La cuisson des pastilles

Après l'étape de compactage, les pastilles élaborées sont ensuite transférées vers une étuve (voir **Fig.IV-15**) pour la cuisson. La température du four a été fixée à 120 °C après plusieurs essais préliminaires afin d'obtenir un enrobage des grains abrasifs optimal. Le temps de la cuisson des pastilles d'alumine et d'oxyde de cérium est de 45 minutes. Cette durée de temps est estimée suffisante pour le ramollissement du liant organique (poix) et pour l'enrobage des grains abrasifs afin d'assurer leur adhésion dans la matrice du liant.



**Figure IV-15** : Etuve de cuisson.

#### **IV.3.4 Pastille finale de doucissage et de polissage**

Après cuisson, on obtient des pastilles de forme cylindrique de 12mm de diamètre et de 5mm d'épaisseur (voir **Fig.IV-16**). Chaque fraction de poudre résulte une pastille identique aux autres. Dans ce qui suit, on va utiliser les abréviations suivantes pour définir chaque type de ces dernières : P12, P10, P03, P01 et P0.5.



**Figure IV-16** : Pastilles finies d'alumine après compactage et cuisson.

#### **IV.4 Préparation des échantillons du verre optique**

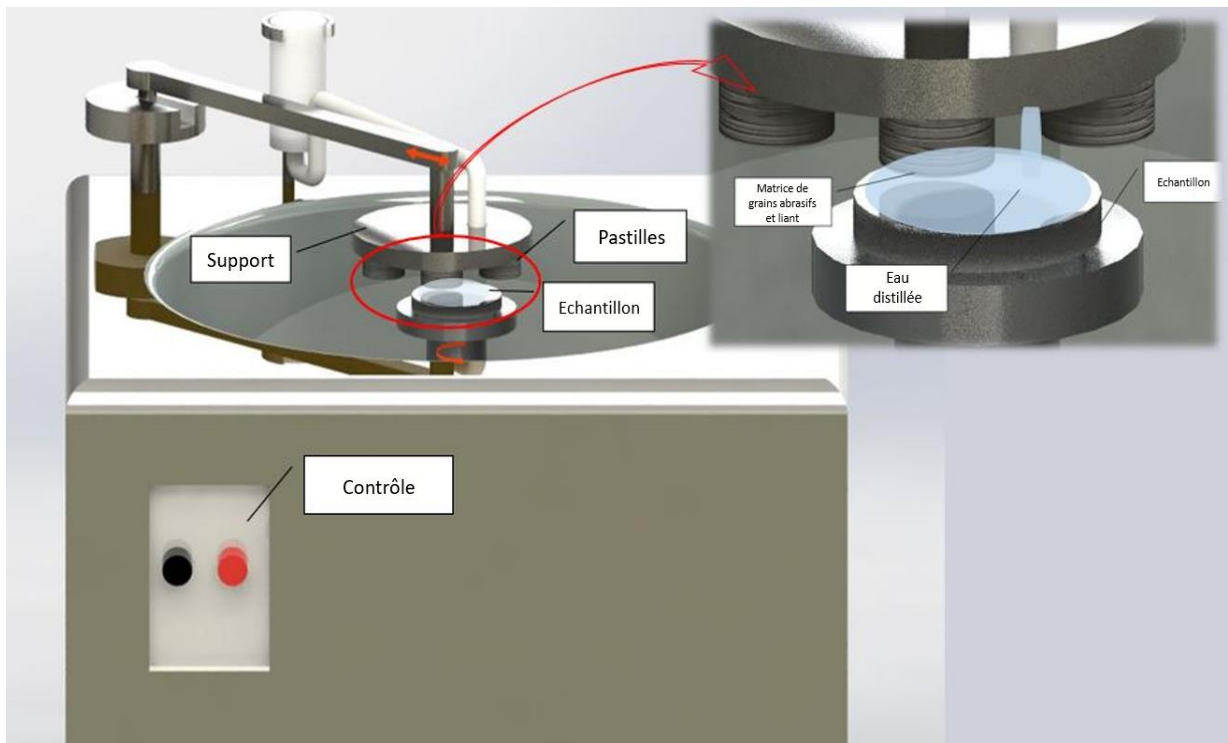
Les échantillons de verre crown font 13mm de diamètre et 6mm d'épaisseur. Ces échantillons ont été doucis et polis d'une face afin de pouvoir mesurer la transmission après le doucissage et le polissage de la deuxième face avec les pastilles élaborées (voir **Fig.IV-17**). Les opérations de doucissage et du polissage sont ensuite effectuées sur les échantillons du verre optique en suivant un ordre bien défini qui commence par les pastilles P12, P10, P03 puis P01 et finalement P0.5, et cela est réalisé sur chaque échantillon.



**Figure IV-17** : Exemple d'un échantillon du verre optique crown.

#### **IV.4.1 Doucissage et polissage du verre optique par les pastilles élaborées**

Afin de mettre en examen les outils élaborés, ces derniers ont été employés pour le doucissage et le polissage du verre optique. En effet, les pastilles sont fixées sur un support métallique monté sur un axe d'une polisseuse. L'échantillon en verre optique est fixé sur le deuxième support de la polisseuse en contact avec les pastilles comme montré sur la **Figure IV-18**.



**Figure IV-18** : Principe de doucissage et de polissage du verre optique par la polisseuse.

Pour démontrer l'efficacité et la qualité des pastilles, deux opérations de finition pour 5 échantillons de verre crown ont été réalisées. Un doucissage avec les pastilles P12 et P10 et un polissage avec les pastilles P3, P1 et P0.5. Ces deux opérations ont été effectuées successivement.

Pendant le processus de doucissage et de polissage, l'échantillon en verre a été fixé sur un support inférieur qui est en mouvement rotatoire, les pastilles d'alumine ou d'oxyde de cérium sont à leur tour fixées sur un disque métallique dans la partie supérieure de la polisseuse qui oscille à une amplitude fixe avec une alimentation continue en eau distillée sur la zone de travail, sous une charge appliquée bien déterminée. Toutes les configurations expérimentales sont résumées dans le **Tableau IV-5**.

<b>Paramètres</b>	<b>Valeurs</b>
<b>Echantillons</b>	Verre crown (FK5HTi Schott)
<b>Pastilles utilisées</b>	P12 ; P10 ; P03 ; P01 ; P0.5
<b>Vitesse de rotation de l'échantillon</b>	128 tr/minute
<b>Amplitude d'oscillation des pastilles</b>	5 mm
<b>Alimentation en eau distillée</b>	500 ml/minute
<b>Charge appliquée</b>	2N
<b>Temps de doucissage/ polissage</b>	5-30 minute

**Tableau IV-5** : Paramètres du processus de doucissage et polissage

# ***Chapitre V :***

*Caractérisation des pastilles élaborées  
destinées pour la finition du verre optique*

Le travail réalisé vise à développer des pastilles pouvant atteindre une faible rugosité, minimiser la quantité de matière enlevée et prolonger la durée de vie de ces outils élaborés. Dans ce chapitre, nous allons présenter les résultats des différentes caractérisations effectuées sur les pastilles d'alumine et d'oxyde de cérium élaborées, ainsi que les résultats de rugosité, de transmittance et d'usure des pastilles obtenus durant le processus de doucissage et de polissage du verre optique crown, puis nous discuterons les résultats obtenus, et nous mettrons en évidence notre contribution dans le domaine.

## **V.1 Effet de la structure interne des pastilles élaborées sur leur efficacité**

La porosité est un paramètre essentiel dans l'estimation de l'efficacité des outils à grains abrasifs liés. En effet, le taux de la porosité fermée et ouverte de l'outil à abrasifs liés affecte sensiblement le détachement des grains abrasifs usés lors du processus de doucissage et de polissage des verres optiques. À cette fin, nous avons observé et étudié la porosité fermée et ouverte des pastilles élaborées pour déterminer son effet sur le rendement des pastilles d'alumine et d'oxyde de cérium lors des processus de finition.

### **V.1.1 Porosité ouverte**

Les mesures de porosité ouverte des pastilles d'alumine et d'oxyde de cérium ont été réalisées à l'aide d'un porosimètre à mercure de type (AutoPore IV 9500 V1.09 porosimètre micrométriques), la **Figure V-1** résume les valeurs de porosité ouverte pour chaque pastille d'alumine et d'oxyde de cérium.

D'après la **Figure V-1**, on remarque que plus la taille des grains abrasifs est faible plus la porosité augmente. Ainsi, plus la taille des grains est faible plus le tassement est important et les particules forment à la surface un lit de poudre qui empêche l'air emprisonné à l'intérieur de la matrice de s'échapper et par conséquent le taux de porosité augmente, étant donné que la perméabilité varie en fonction de la taille des particules. Pour le cas de l'oxyde de cérium on remarque que la valeur de la porosité est faible pour une taille de grains faible, cela est dû à l'agglomération des grains abrasifs entre eux en raison de la présence de l'humidité laissant apparaître des agglomérats de taille importante ce qui laisse place à une infiltration de l'air plus faible que la normale lors du tassement de la poudre et donc une faible formation de pores [Alle1997].

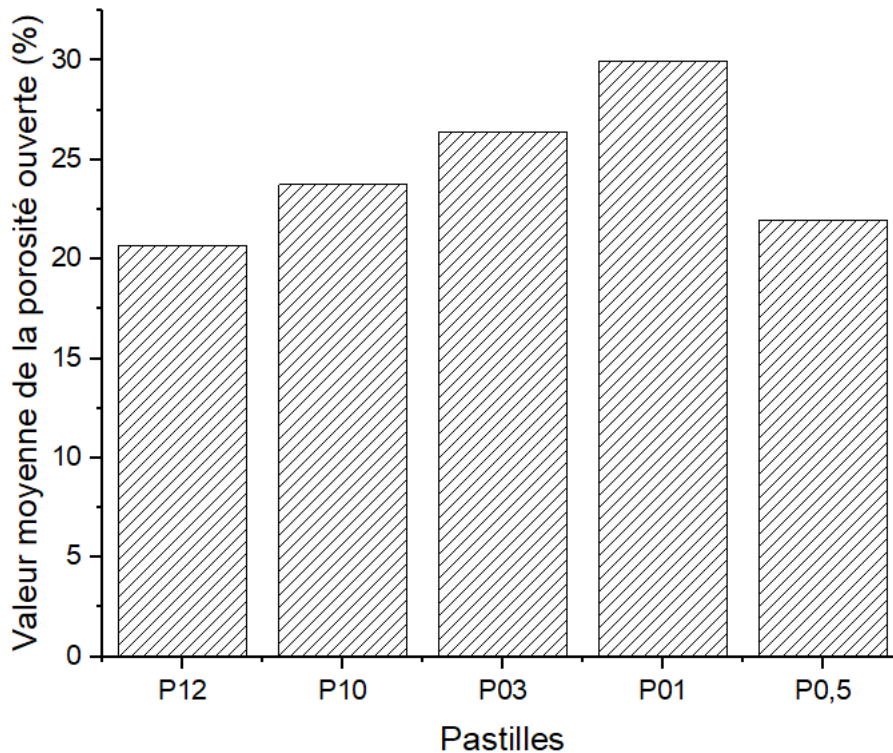
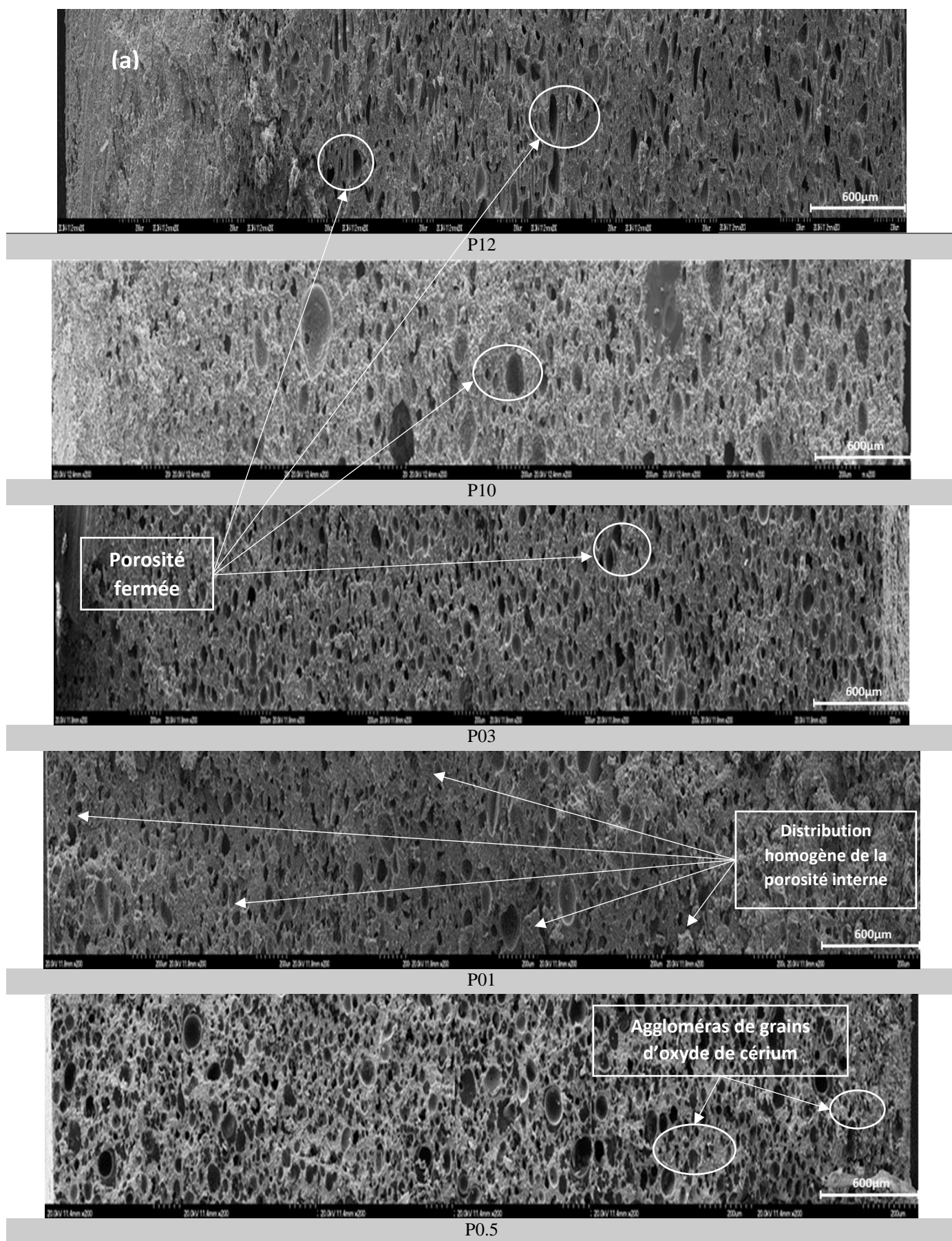


Figure V-1 : Valeur moyenne de la porosité ouverte mesurée par porosimètre à mercure.

### V.1.2 Porosité fermée

La distribution interne de la porosité des pastilles a été calculée par un logiciel de traitement d'image (Image J) à partir des micrographies MEB des coupes transversales des pastilles d'alumine et d'oxyde de cérium (voir Fig.V-2). Les résultats sont présentés dans la Figure V-3. On observe que la porosité fermée est plus élevée au niveau de la première face des pastilles et plus faible de l'autre, alors qu'elle est presque constante dans la masse des pastilles. La taille des grains n'a pas d'influence sur la forme de la courbe de variation mais sur les valeurs de porosité.

Cette distribution de porosité est souhaitable pour ce type d'outil et est étroitement liée au processus de compactage. En effet, dans le compactage uni axial, la face supérieure de la pastille rencontre le poinçon mobile avant la seconde face ; donc, la compression des grains s'est faite plus rapidement et plus fortement du premier côté que du second ceci est largement visible dans la Figure V-4. En effet l'allure des courbes de porosité de toutes les pastilles montrent une augmentation de la porosité au niveau des deux faces ; les résultats sont en concordance avec ceux trouvés dans la littérature [Trai1956].





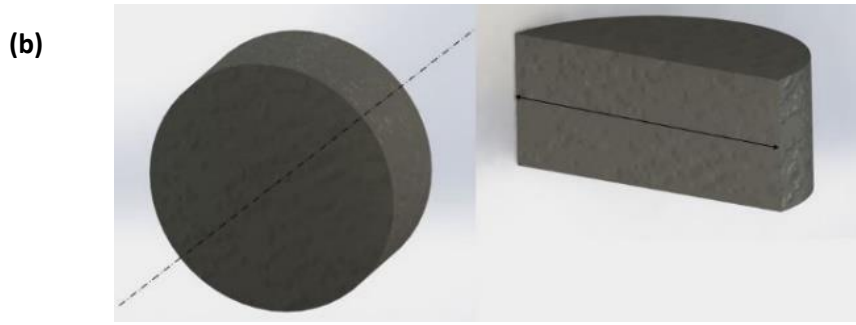


Figure V-2 : (a) : Morphologie interne des pastilles et la distribution des pores, (b) : Coupe transversale de l'outil.

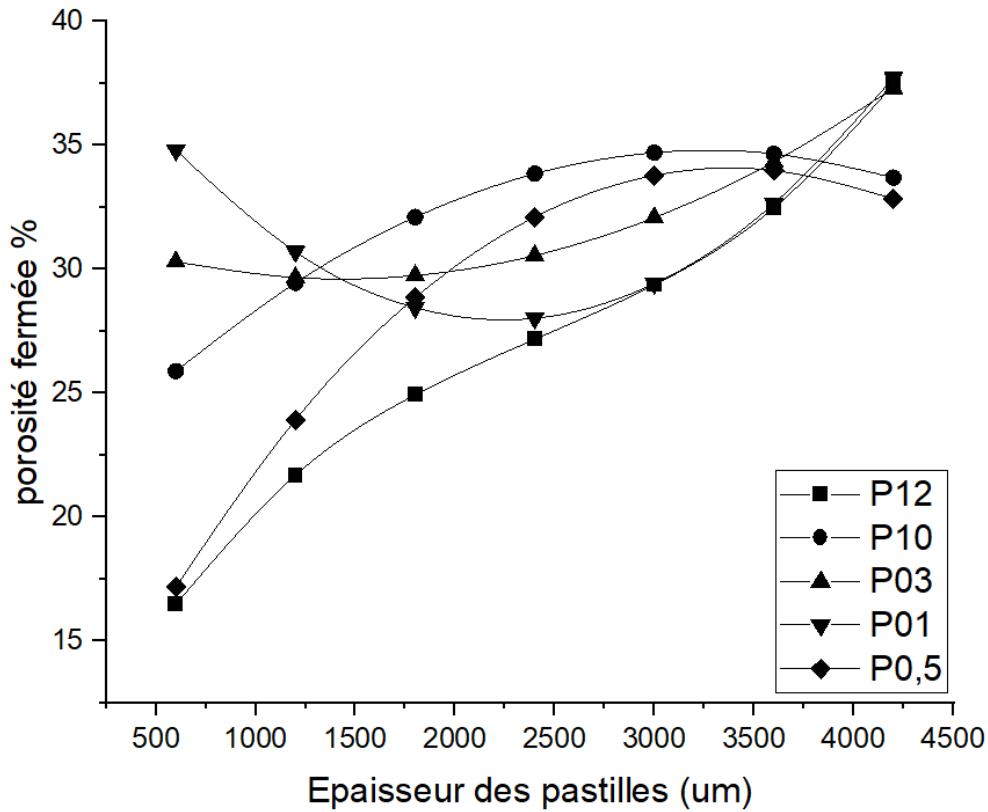


Figure V-3 : Distribution transversale de la porosité fermée dans les pastilles.

### V.1.3 Densité des pastilles

La densité des pastilles a été mesurée par la méthode d'Archimède à l'aide d'un kit de masse volumique qui se monte sur une balance de précision de type (Balance de laboratoire compacte KERN PFB, PRÉCISION 200G/0.001G) et en utilisant l'eau comme fluide. Les résultats sont cités dans le **Tableau V-1**.

<i>Pastilles</i>	<b>P12</b>	<b>P10</b>	<b>P03</b>	<b>P01</b>	<b>P0.5</b>
Densité Archimède des pastilles (densité relative) g.cm <sup>-3</sup>	1,8777	1,8852	1,8761	1,8274	2,6640

**Tableau V-1** : Valeurs de densité des pastilles élaborées.

La distribution des pores à l'intérieur des pastilles reflète des valeurs moyennes appréciables allant de 20% à 30% (voir **Fig.V-2** et **Fig.V-3**) se qui favorisent le détachement des grains abrasifs lors du doucissage et du polissage. Ce phénomène assure le renouvellement des grains actifs, qui induisent un enlèvement de matière. Ce dernier, signifie l'élimination des micros et nano défauts qui contribuent à l'amélioration de la qualité de surface caractérisée par la réduction de la rugosité.

## **V.2 Durée de vie des pastilles élaborées**

### **V.2.1 Usure des pastilles**

L'usure des outils est liée au détachement des grains abrasifs lors du processus de finition. En effet, dans le doucissage et le polissage, l'action mécanique provoque l'usure des grains puis leur détachement de la pastille, qui induit une diminution de l'épaisseur. De plus, la vitesse d'usure est fonction de la nature du liant, qui permet une séparation rapide ou lente des grains de la matrice. L'usure des pastilles constatée est différente selon la nature, la forme et la taille des grains.

L'usure des pastilles a été caractérisée en fonction de deux paramètres, à savoir : **1)** la perte d'épaisseur en fonction du temps, qui a été calculée à partir de l'équation suivante :

$$\mathbf{Perte\ en\ épaisseur\ (Usure)\ (\mu m) = E_i - E_f} \quad \mathbf{(V-1)}$$

Où :  $E_i$  est l'épaisseur initiale de chaque pastille ;  $E_f$  est l'épaisseur finale de chaque pastille.

Et **2)** la perte en masse : soit le taux d'enlèvement qui est illustré par l'équation suivante :

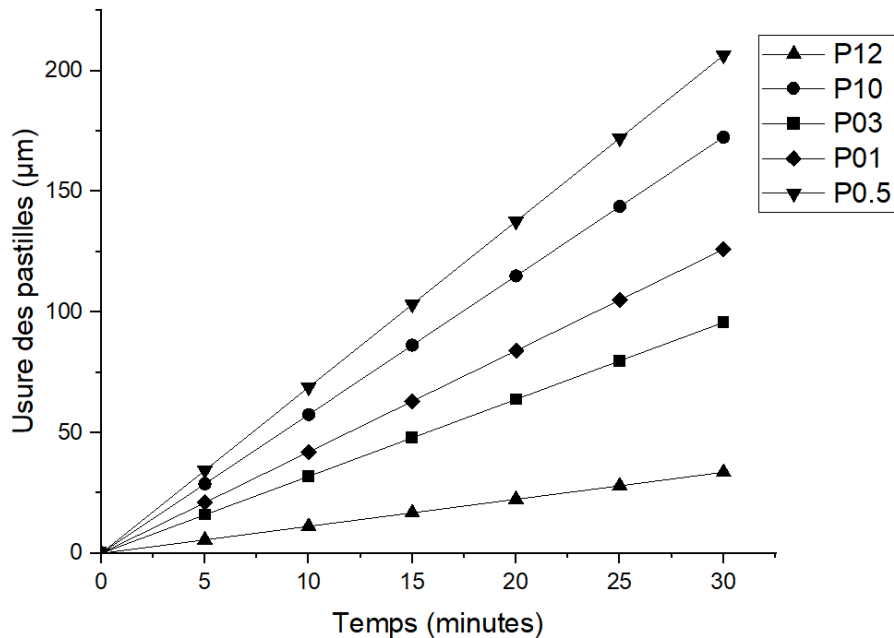
$$\mathbf{Perte\ en\ masse\ (taux\ d'usure)\ (\%) = \frac{m_i - m_f}{S} \times 100} \quad \mathbf{(V-2)}$$

Où :  $m_i$  est la masse initiale de la pastille ;  $m_f$  la masse finale de la pastille et  $S$  est la surface de la pastille.

L'usure des pastilles a été calculée à partir de la perte en épaisseur et les résultats sont représentés dans la **Figure V-4**. Cependant, le calcul de l'usure par la perte en masse va être exploité prochainement dans le but d'étudier l'évolution de l'état de surface du verre optique lors du doucissage et du polissage par les pastilles élaborées.

On remarque sur la **Figure V-4** que l'usure des pastilles varie entre 33,6 et 206,4  $\mu\text{m}$  par rapport à l'épaisseur initiale des pastilles pendant 30 min. Cette perte d'épaisseur reflète la résistance des outils lors de son fonctionnement et la durée de vie qui peut s'étendre à plusieurs cycles de doucissage et de polissage.

On note que le nombre des cycles atteignable par les pastilles P12 est de 123 cycle de 20 min (temps optimal) correspondant à 41 heures de travail.



**Figure V-4** : Usure des pastilles en fonction du temps de doucissage pour P12 et P10 et du temps de polissage pour P03, P01 et P0.5

Ainsi, l'efficacité des pastilles P10 utilisées dans cette étape se traduit par l'amélioration de l'état de surface des échantillons ; nous avons noté en 25 min de temps de travail, une perte d'épaisseur de 143.75 $\mu\text{m}$ . Une pastille P10 peut réaliser jusqu'à 35 cycles de 25 min (temps optimal) jusqu'à l'usure totale de l'outil, une durée de vie appréciable pour la finition des surfaces optiques de 14 heures.

## *Chapitre V : Caractérisation des pastilles élaborées destinées pour la finition du verre optique.*

D'autre part, la perte d'épaisseur des pastilles P03 correspond à 15 min de temps de polissage (temps optimal) et a été de 16,8  $\mu\text{m}$ . Une très faible perte qui rend l'efficacité des pastilles appréciables et leur usure minimale. Une durée de vie de 74 heures ou 296 cycles a été enregistrée pour ce type de pastilles d'alumine.

On note aussi que la perte d'épaisseur des pastilles P01 était d'environ 68,8 $\mu\text{m}$  après 10 min de travail. Ensuite, leur durée de vie était d'environ 12 heures soit 73 cycles de polissage pour un temps optimal de 15 minutes, où 7nm de rugosité peuvent être obtenus en un cycle.

Enfin, 84 $\mu\text{m}$  de perte d'épaisseur a été enregistrée pour les pastilles P0,5 ; cette forte valeur de perte d'épaisseur peut être due à la faible taille des grains d'oxyde de cérium, ce qui a permis l'agglomération des grains lors du processus d'élaboration. Ensuite, lors du polissage, lorsque les grains d'agglomérat se détacheront, l'usure de l'outil sera considérable. Ces pastilles d'oxyde de cérium ont une capacité à effectuer 59 cycles pour un temps optimal propre à cette fraction de 20 minutes, soit une durée de vie de 19 heures.

Cette usure semble très faible, elle varie pour l'ensemble des pastilles utilisées de 33,6 et 206,4  $\mu\text{m}$ , ce qui est expliqué par l'effet des différents paramètres technologiques dans le processus d'élaboration des pastilles. En effet, la nature du liant, la pression, les tailles des grains abrasifs peuvent influencer considérablement la qualité des pastilles et leur comportement à l'usure.

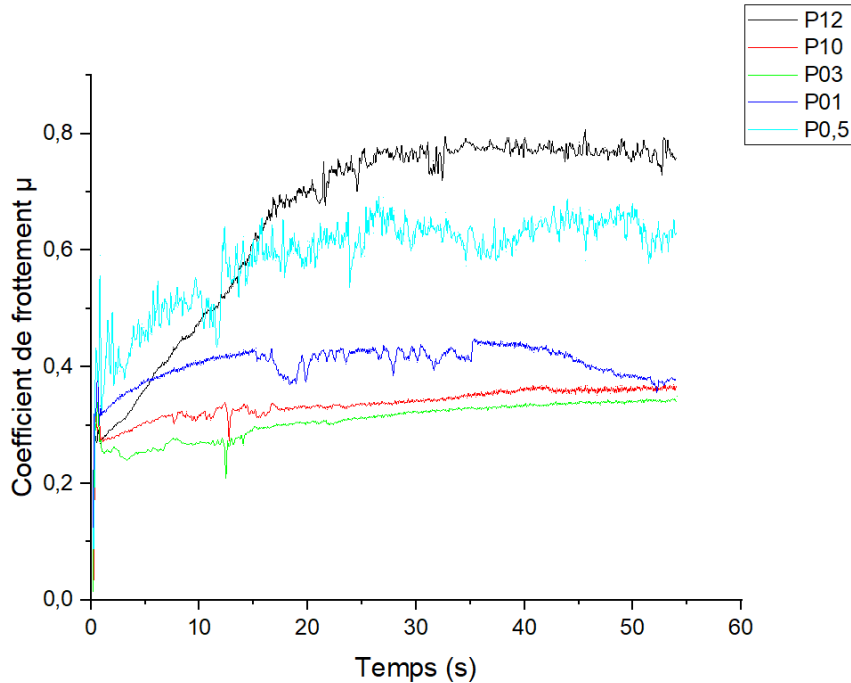
La perte d'épaisseur évolue presque linéairement avec la diminution de la rugosité, ce qui implique le bon fonctionnement des grains abrasifs et l'enlèvement de matière efficace.

La qualité et la vitesse d'usure des pastilles augmentent leur durée de vie et permettent de les réutiliser plusieurs fois dans les cycles de finition. Il est à noter que la durée de vie de nos pastilles est plus longue par rapport à d'autres pastilles réalisées dans des travaux antérieurs [Bouz2014] [Bouz2001].

### **V.2.2 Coefficient de frottement des pastilles élaborées**

Le coefficient de frottement entre l'outil et verre est un paramètre qui reflète l'évolution de l'usure des outils et l'amélioration de l'état de surface du verre par l'accroissement du contact entre l'outil et la surface du verre. De ce fait, nous avons mesuré le coefficient de frottement pour chaque pastille par le dispositif de Pin on Disk et les résultats obtenus sont représentés dans la **Figure V-5**.

D'après la **Figure V-5**, le coefficient de frottement varie exponentiellement en fonction du temps, comme il a été prouvé par l'approximation théorique où le coefficient augmente rapidement au début du processus puis il tend à se stabiliser vers la fin [**Belk2008**].



**Figure V-5** : Variation du coefficient de frottement en fonction du temps durant les processus de finition.

En effet on observe sur la **Figure V-5** que l'allure des courbes correspondantes au coefficient de frottement des cinq types de pastilles (P12, P10, P03, P01 et P0.5) augmente considérablement durant les premiers instants de contact avec l'échantillon en verre optique, puis il tend à se stabiliser après quelques secondes du début du processus du doucissage ou du polissage.

Effectivement, on observe une augmentation brusque des valeurs du coefficient de frottement pour toute les pastilles (**P12** de 0 à  $0,76\mu$ , **P10** de 0 à  $0,34\mu$ , **P03** de 0 à  $0,32\mu$ , **P01** de 0 à  $0,41\mu$  et **P0.5** de 0 à  $0,64\mu$ ) dans un intervalle de temps de 30 secondes, puis les courbes tendent à se stabiliser au fur et à mesure que le temps du processus se prolonge.

On remarque également que pour le cas de **P12** le coefficient de frottement est relativement plus élevé par rapport autres pastilles, ceci peut s'expliquer par le fait que plus la taille des grains est importante plus le frottement est important. En revanche, pour le cas de la pastille **P0.5** les agglomérés des grains d'oxyde de cérium présents dans la matrice de la pastille

jouent le rôle de grains abrasifs de grande taille, ainsi le coefficient de frottement a le même comportement qu'avec la pastille **P12**.

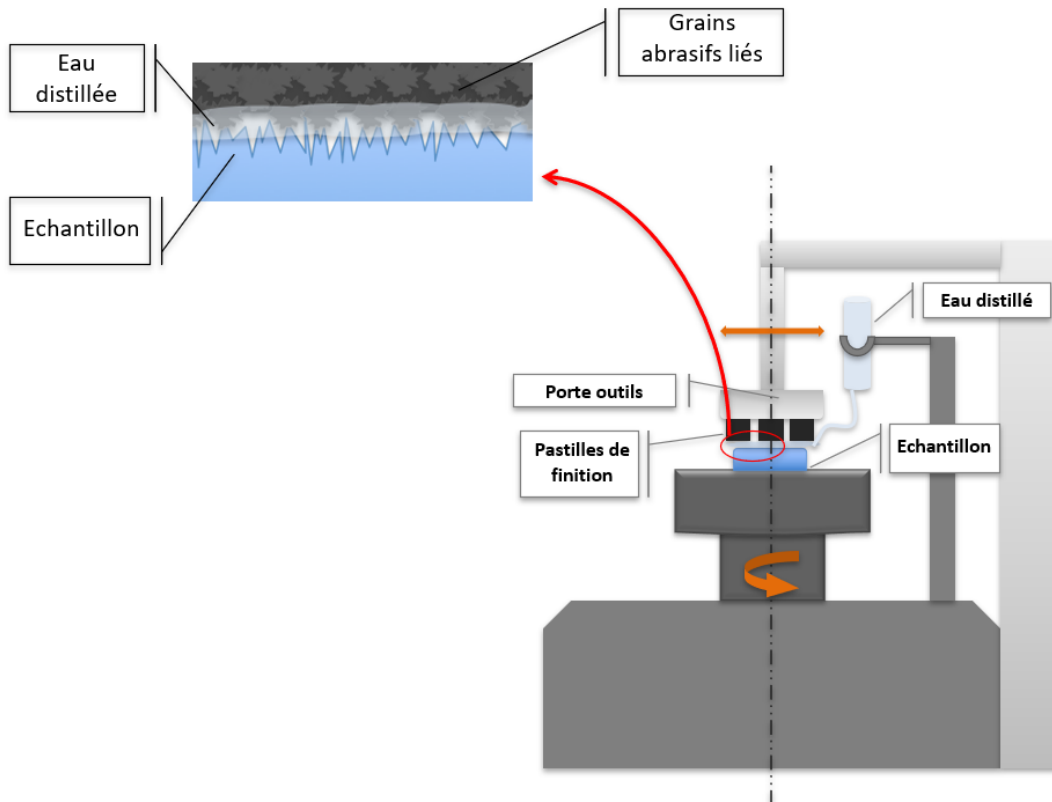
Cette variation des coefficients de frottement des pastilles peut être interprétée par le fait qu'au début du test de rayure, la croissance de la force tangentielle est relativement plus rapide que la force normale engendrant ainsi un rapport de force de plus en plus grand en fonction du temps [Belk2008].

Au début de surfaçage du verre, la croissance du rapport des forces devient de plus en plus identique pour les deux forces tangentielle et normale, permettant ainsi la stabilisation de leurs rapports. D'un autre point de vue, l'évolution du coefficient de frottement peut être expliqué en trois phases : La première phase est le début du processus où la force du frottement est faible expliquée par la faible surface de contact. Au fur et à mesure que la force augmente, les rayures sont créées et les aspérités de la surface du verre sont de plus en plus éliminées dû à l'application des forces supérieures à la force critique, ce qui engendre la croissance rapide et considérable de la surface de contact et par conséquent la croissance rapide du coefficient de frottement. En dernière phase, l'augmentation des charges supérieures à la force critique n'est pas accompagnée par une augmentation considérable de la surface de contact, ce qui résulte une variation très faible du coefficient de frottement et donc, il tend à se stabiliser. Les résultats obtenus se concordent avec ceux trouvés dans la littérature [Belk2008].

### **V.3 Evaluation du rendement des outils à abrasifs liés (pastilles)**

#### **V.3.1 Paramètres des processus de finition par les pastilles élaborées**

Le doucissage et le polissage du verre optique par les pastilles d'alumine et d'oxyde de cérium ont été réalisés sous les mêmes conditions de travail (charge appliquée, oscillation, vitesse de rotation et alimentation en lubrifiant) à savoir : La même polisseuse a été employée pour les deux processus. Les pastilles d'alumine pour le doucissage et les pastilles d'oxyde de cérium pour le polissage ont été montées sur le support supérieur de la machine qui oscille à une amplitude de 5mm, l'échantillon en verre optique a été monté sur le support inférieur qui tourne à une vitesse de 128tr/minutes. Le débit de lubrification en eau distillée est de 500 ml/minutes et une charge de 2N a été appliquée sur le support supérieur de la polisseuse. La **Figure V-6** montre le principe de fonctionnement des processus.



**Figure V-6.** Dispositif de doucissage et de polissage du verre optique.

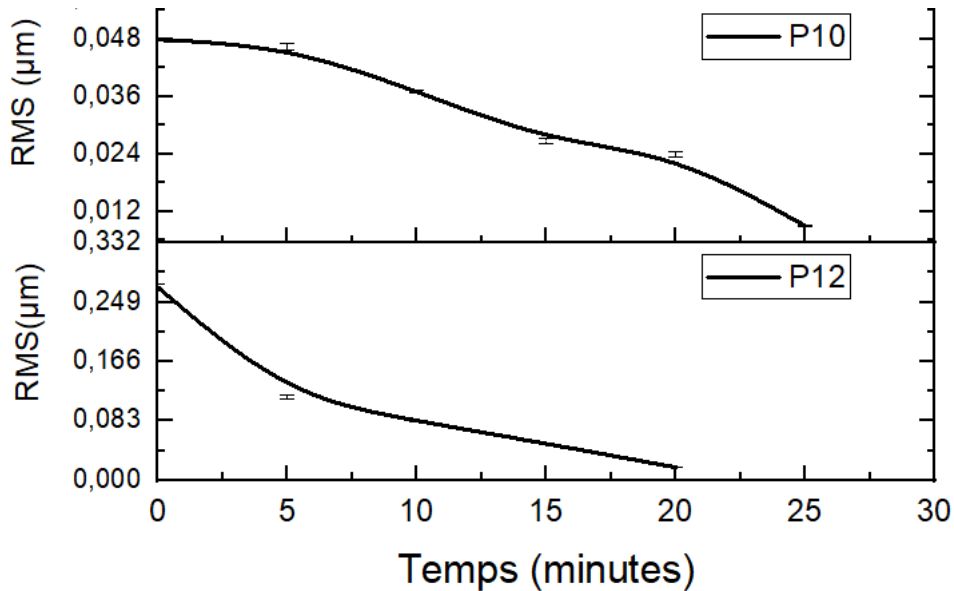
### **V.3.2 Processus de doucissage par pastilles à grains abrasifs liés**

Le verre optique crown a été doucis pour une première période par les pastilles d'alumine P12 et P10 respectivement, la surface de l'échantillon de verre a été traitée par chaque pastille pendant une durée de 30 minutes, dans le but de déterminer le temps optimal correspondant à l'obtention d'une valeur de rugosité quadratique la plus faible pour chaque pastille.

#### **a. Mesure de la rugosité quadratique et contrôle de l'état de surface lors de doucissage**

Les mesures de rugosité quadratique (RMS) ont été réalisées par profilomètre de type (Taylor-Hobson PIG optics profilometer, Germany), les mesures ont été prélevées chaque 5 minutes durant le processus de doucissage pour une durée de temps de 30 minutes. La **Figure V-7** représente la variation de la rugosité quadratique mesurée pendant les temps optimaux de chaque pastille d'alumine utilisée. On remarque que les courbes de rugosité ont tendance à décroître plus que le temps de doucissage se prolonge jusqu'à ce qu'elles atteignent une valeur optimale correspondante à un temps précis pour chaque pastille. Pour la pastille P12 la rugosité

a diminué de la valeur  $0.2\mu\text{m}$  jusqu'à atteindre une valeur de  $0.018\mu\text{m}$  pour un temps optimal de 20 minutes, puis la rugosité a continué à décroître pour atteindre une valeur de  $0.009\mu\text{m}$  pour un temps optimal de 25 min pour la pastille P10.



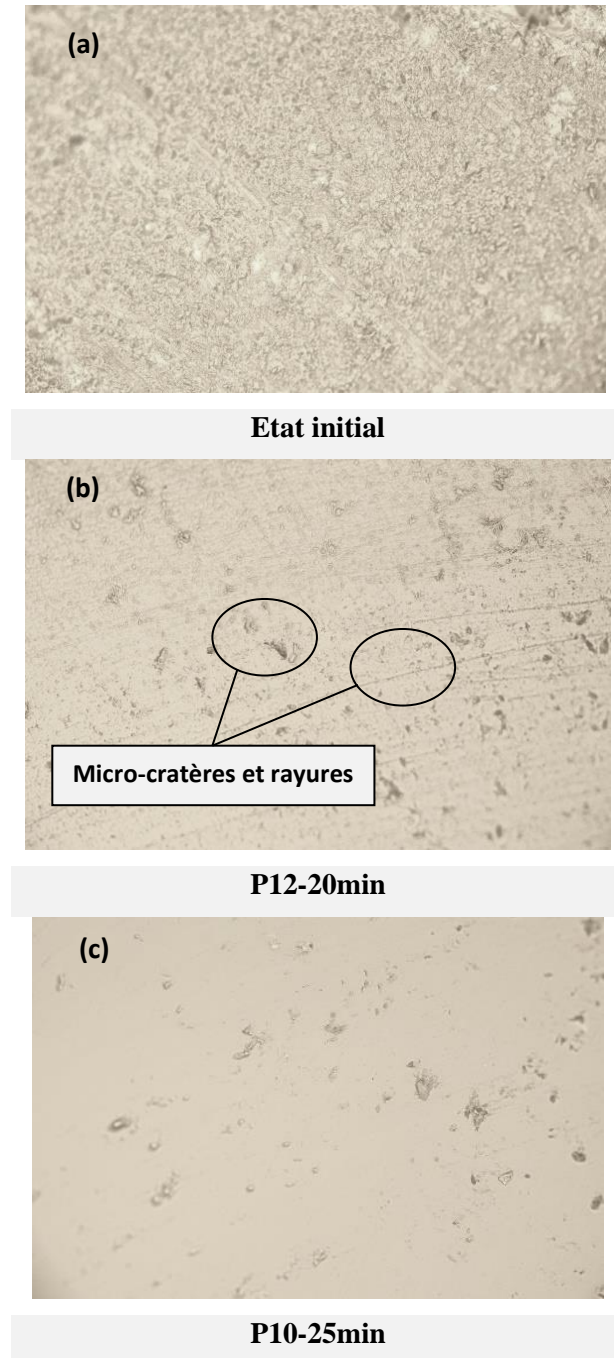
**Figure V-7** : Variation de la rugosité Quadratique moyenne RMS correspondante aux temps optimaux des pastilles de doucissage.

La **Figure V-8** représente des images microscopiques qui montrent l'évolution de la surface du verre crown à différentes étapes de finition ; chaque image a été prise pendant le temps optimal correspondant à chaque pastille utilisée. En effet, les image **(b)** et **(c)** correspondent à l'état de surface du verre traité par les pastilles de doucissage P12 et P10 respectivement. On observe une amélioration remarquable à comparer avec l'état initial de la surface du verre montré sur l'image **(a)**.

Cette évolution de l'état de surface est également présente et remarquée dans les profils de rugosité de la surface du verre après traitement avec les pastilles d'alumine de doucissage P12 et P10 (voir **Fig.V-9**). En effet, on remarque une nette amélioration du profil de la surface réalisé par profilomètre, à comparer à l'état initial de la surface du verre. On note aussi que la valeur  $R_t$  qui désigne la distance entre le plus haut pique dans le profil de la surface et le plus bas creux, diminue considérablement. À l'état initial, nous avons prélevé la valeur de  $10.27\mu\text{m}$ , puis elle s'est réduite pour atteindre la valeur de  $2.92\mu\text{m}$  après un doucissage de 20 minutes



avec les pastilles d'alumine P12. Enfin, après un doucissage de 25 minutes avec les pastilles P10 on atteint la valeur de  $0.036\mu\text{m}$ . Ceci reflète l'efficacité des pastilles durant le procédé de doucissage du verre optique.



**Figure V-8** : Images microscopiques de la surface d'un échantillon de verre optique crown doucis : **(a)** Etat initial de la surface du verre ; **(b)** Surface du verre traitée avec la pastille P12 pendant un temps optimal de 20 minutes ; **(c)** Surface de l'échantillon du verre rodée avec une pastille de P10 pendant un temps optimal de 25 minutes. (Grossissement x20)

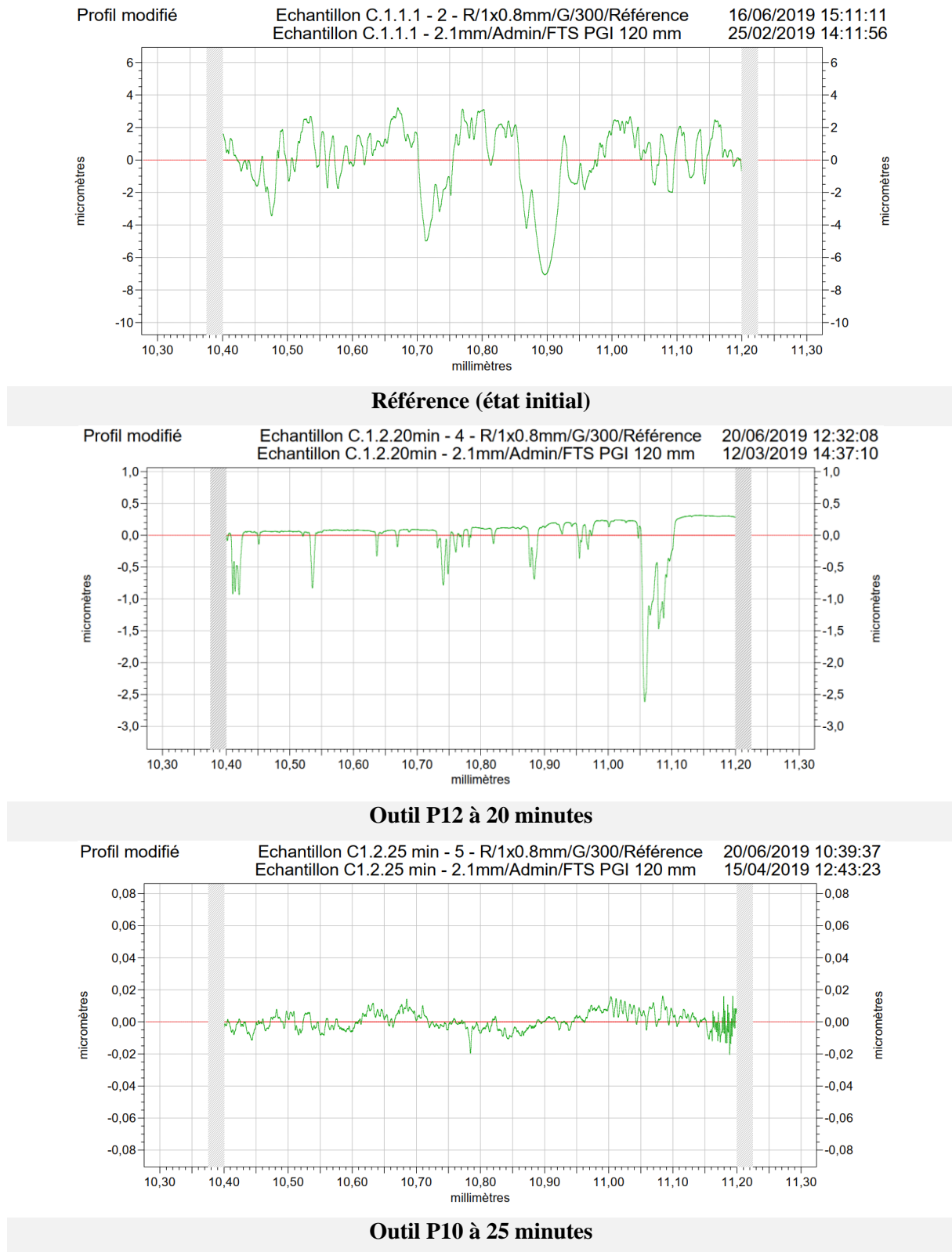


Figure V-9 : Profil de la surface du verre optique traitée avec les pastilles P12 et P10 pour un temps optimal correspondant, durant le processus de douçissage.

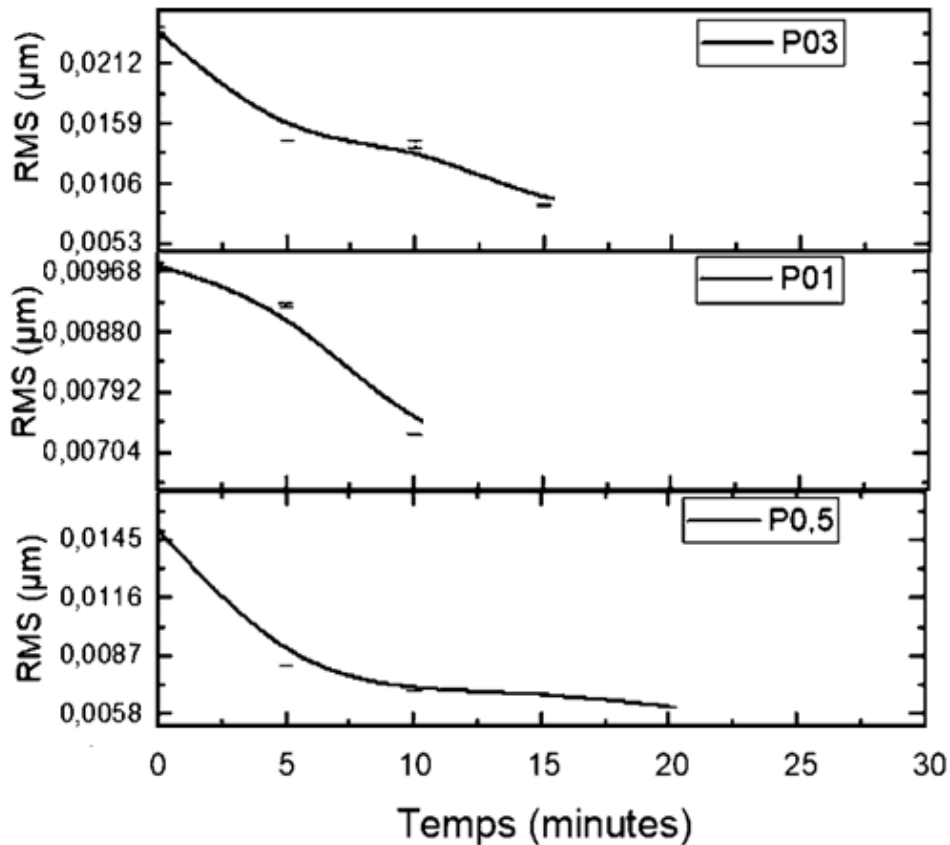
### **V.3.3 Processus de polissage pastilles à grains abrasifs liés :**

Après l'opération du doucissage par les pastilles d'alumine P12 et P10, un polissage du verre optique crown a été réalisé comme dernière étape de finition. Les pastilles P03, P01 en alumine et P0.5 en oxyde de cérium ont respectivement été utilisées pour une durée de 30 minutes en respectant les mêmes conditions de travail. Ces pastilles sont caractérisées par des faibles tailles de grains abrasifs étant donné que le processus de polissage est une étape de finition qui exige des grains de faibles grosseurs.

#### **a. Mesure de la rugosité quadratique et contrôle de l'état de surface lors de polissage**

L'évolution de la rugosité quadratique durant le processus du polissage avec les pastilles P03, P01 et P0.5 a été prélevée chaque 5 minutes pendant un intervalle de 30 minutes afin de suivre l'état de surface du verre optique en contact avec les pastilles de polissage et de déterminer avec précision le temps optimal propre à chaque pastille. Les résultats vont être résumés dans la **figure V-11**.

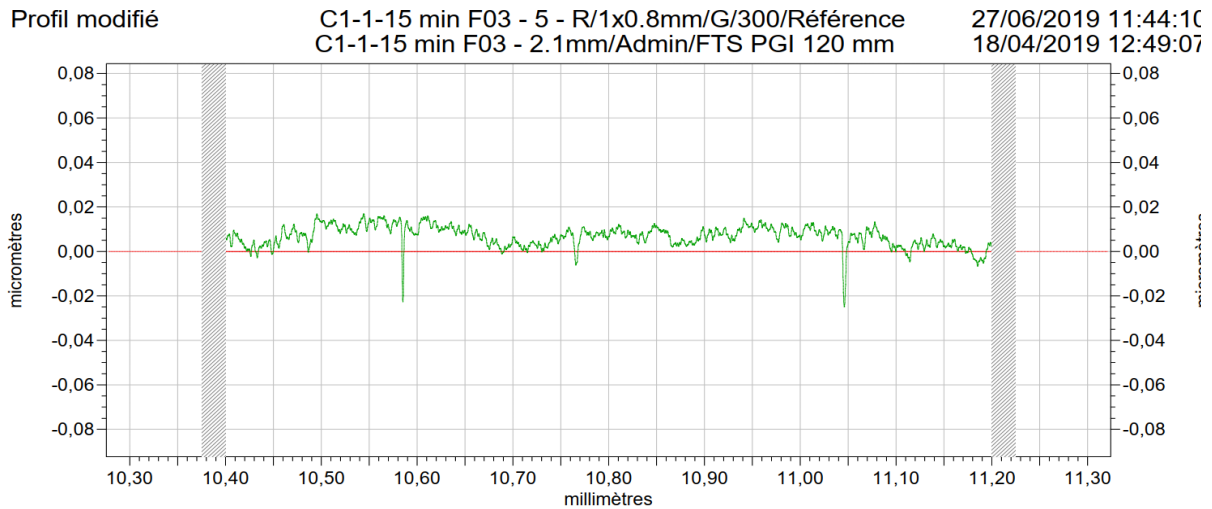
On remarque que la rugosité de la surface du verre continue à diminuer au fur et à mesure que la taille des grains abrasifs utilisés diminue. En effet, sur les courbes d'RMS (**Fig.V-10**) on observe une diminution de la rugosité de la surface traitée par la pastille d'alumine P03 qui nous conduit à une valeur de 8.7nm après 15 minutes de polissage puis par la pastille d'alumine P01 pour atteindre une valeur de 7,3nm pour un temps optimal de 10 minutes pour achever enfin la valeur de 6 nm après une période optimale de 20 minutes avec la pastille d'oxyde de cérium P0.5.



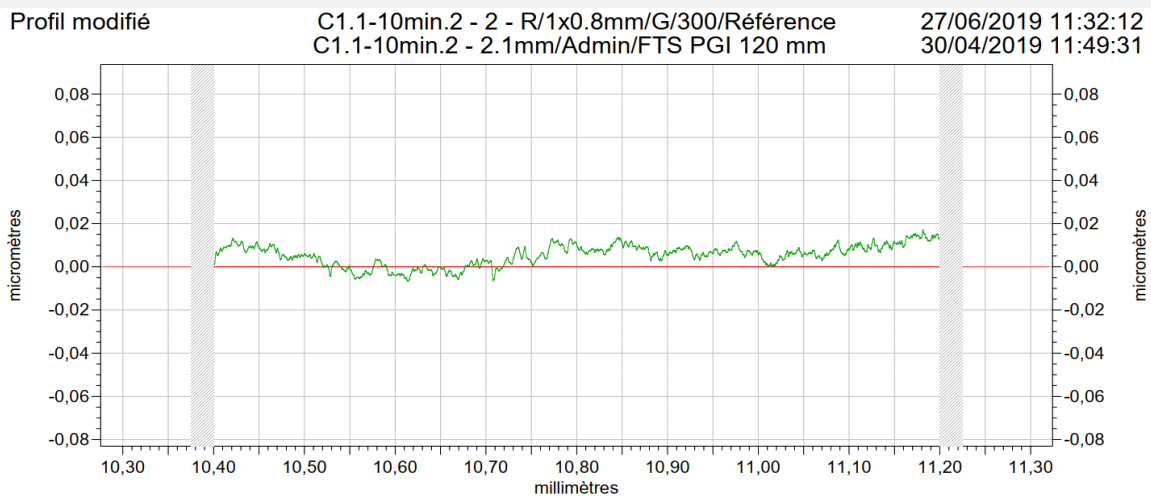
**Figure V-10** : Variation de la rugosité quadratique de l'échantillon du verre optique polis en fonction des temps optimaux de chaque pastille.

La diminution de la rugosité de la surface du verre se reflète dans le profil de la surface montré sur la **Figure V-11**. En effet, on remarque que l'état de surface s'améliore et les aspérités tendent à se réduire. Nous avons aussi noté une baisse de la valeur de  $R_t$  en fonction de la fraction des grains des pastilles utilisées durant le polissage, allant de  $0.025\mu\text{m}$  pour la pastille P03 jusqu'à  $0.023\mu\text{m}$  pour la pastille P01 et enfin  $0.021\mu\text{m}$  pour la pastille P0.5. Cette diminution affirme encore une fois l'efficacité des pastilles à grains abrasifs liés dans la finition des surfaces optiques.

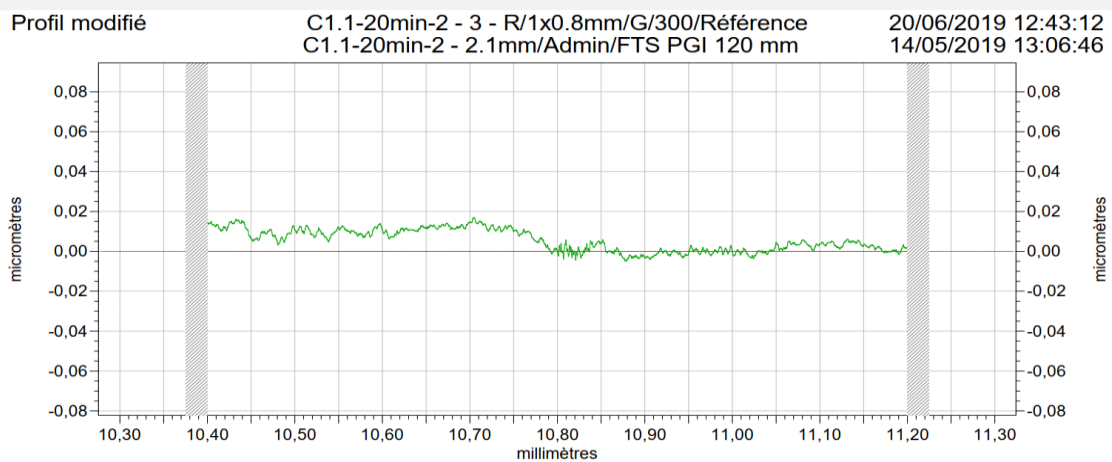
Les image microscopiques (voir **Fig.V-12**) montrent également la nette amélioration de la surface traitée par les pastilles de polissage et la disparition progressive des défauts de surface. Effectivement, on note une nette diminution des micro-cratères et piqures après polissage avec les pastilles P03 et P01, ce qui a permis à la pastille d'oxyde de cérium de bien finaliser le traitement de la surface pour obtenir ensuite une surface avec le minimum possibles de défauts visibles.



**Outil P03 à 15 minutes**

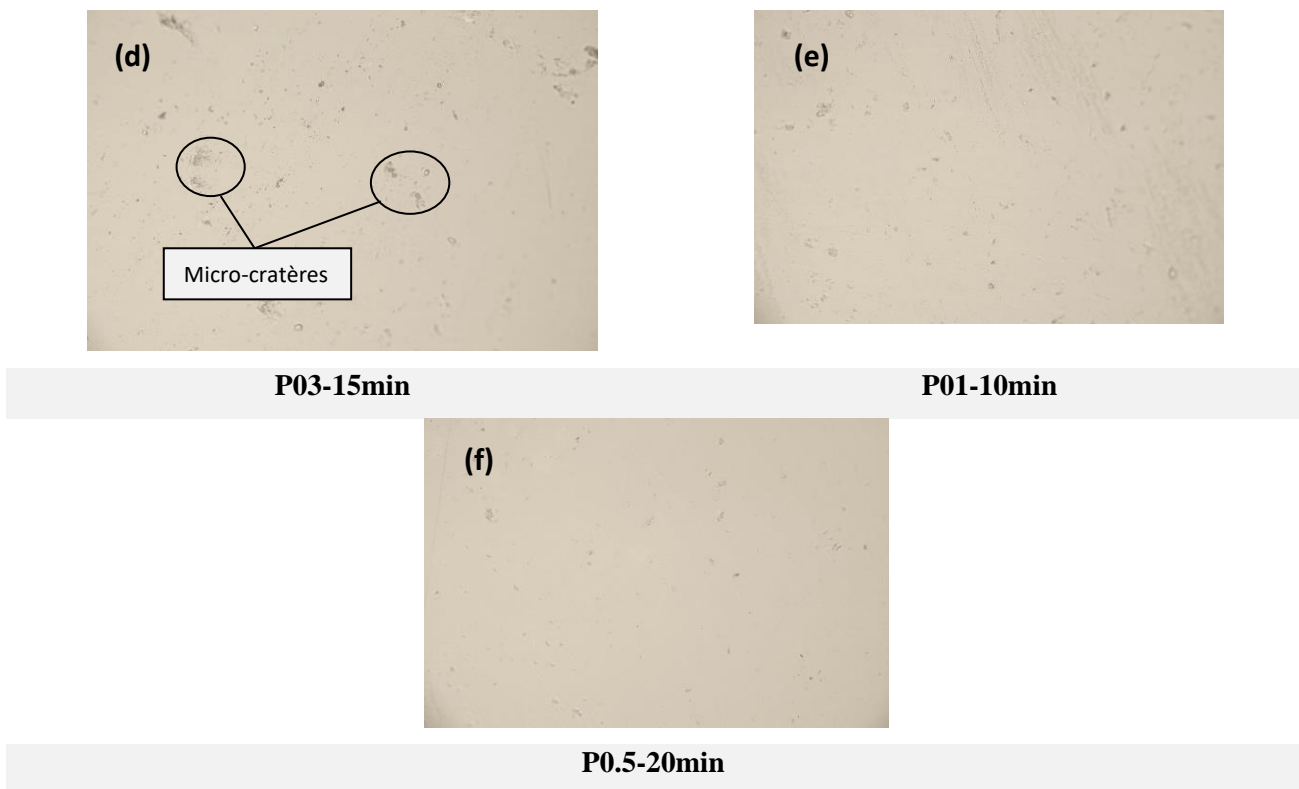


**Outil P01 à 10 minutes**



**Outil P0.5 à 20 minutes**

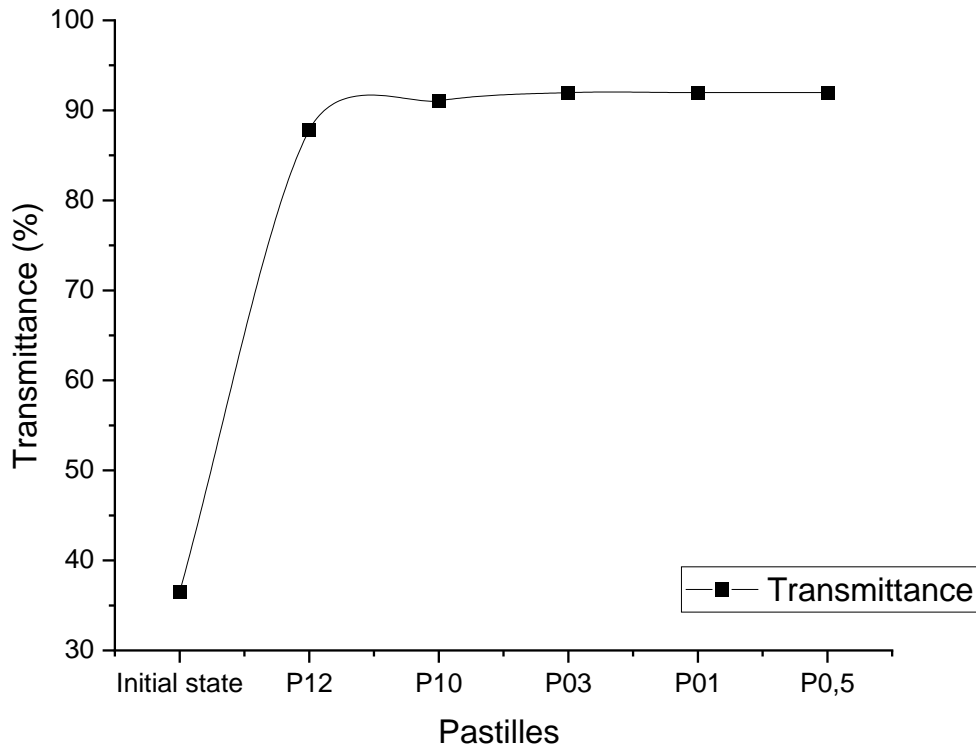
**Figure V-11** : Profil de l'état de surface du verre optique traité avec les pastilles P03, P01 et P0.5 respectivement pour un temps optimal correspondant, durant le processus de polissage.



**Figure V-12** : Images microscopiques de la surface d'un échantillon du verre optique crown polie : **(d)** Surface de l'échantillon de verre polie avec une pastille de P03 pendant un temps optimal de 15 minutes. **(e)** Surface de l'échantillon polie avec la pastille de P01 pendant un temps optimal de 10 minutes ; **(f)** Surface finie de l'échantillon de verre polie avec une pastille de P0,5 pendant une durée optimale de 20 minutes. (Grossissement x20)

### V.3.4 Mesure de la transmittance des verres traités

La transmittance du verre optique crown a été mesurée pendant les temps optimaux correspondants à chaque pastille de doucissage et de polissage par spectrophotomètre (UV-1800 SHIMADZU). Les valeurs ont été prises à une longueur d'onde de 550nm pour tous les échantillons. Les résultats obtenus sont résumés dans la **Figure V-13**.



**Figure V-13** : Variation de la transmittance du verre optique traité par l'ensemble des pastilles d'alumine et d'oxyde de cérium durant le processus de doucissage et de polissage.

En accord avec les résultats de rugosité (RMS) et de l'état de surface du verre obtenus durant le processus de doucissage par les pastilles P12 et P10, on observe une augmentation de la transmittance au fur et à mesure que la fraction des grains abrasifs utilisés pour le doucissage diminue (voir **Fig.V-13**). En effet, lorsque la taille des grains est plus fine, la rugosité de surface est plus faible ; et donc la transmission tend à accroître. Nous observons une variation importante de la transmittance de l'état initial de la surface du verre suite à un doucissage avec la pastille P12 pendant son temps optimal d'une valeur de 50%, puis elle s'améliore plus lentement plus que la fraction des grains abrasifs des pastilles d'alumine diminue.

D'autre part, durant le processus de polissage par les pastilles P03, P01 et P0.5, la transmittance du verre optique continue à évoluer vers des valeurs très prometteuse qui atteignent les 92% pour un cycle de processus complet. La courbe de la **Figure V-13** montre la continuité de l'amélioration de la transmittance durant le polissage.

## *Chapitre V : Caractérisation des pastilles élaborées destinées pour la finition du verre optique.*

L'augmentation de la transmittance est liée à l'état de surface du verre. Effectivement, plus la rugosité est faible plus les aspérités à la surface sont atténuées et donc la lumière est moins diffusée et elle est transmise tout le long de l'épaisseur du verre optique. Ce paramètre est primordial dans le fonctionnement et l'efficacité des composants optiques.

Aussi, la qualité de la surface du verre est étroitement liée à l'efficacité de nos outils. Cette dernière est reflétée par plusieurs paramètres notamment, la rugosité et la transmittance qui sont les principaux paramètres pour déterminer une bonne surface d'une autre moins bien. Au début du doucissage, l'état de surface est caractérisé par une forte rugosité et des défauts de surface assez présents comme nous l'avons observé dans les **Figures V-7, V-8, V-9 et V-13**, ceci est due à l'étape qui précède le doucissage et qui engendre des défauts de surface importants et une rugosité très élevée, étant donné que les grains abrasifs utilisés durant cette étape ont une taille importante et altère fortement la surface du verre.

Par la suite, le traitement de la surface du verre a été effectué par des pastilles d'alumine de doucissage de faible fraction ce qui a permis d'avoir une nette amélioration de l'état de surface, cette amélioration est causée par les grains abrasifs liés dans la matrice de la poix qui engendrent un enlèvement de matière par rupture fragile et par enlèvement viscoplastique [Edwa1987]. Ce qui s'est reflété sur la diminution de la rugosité qui a atteint une valeur de  $0.03\mu\text{m}$  à la fin du processus de doucissage et qui s'est accompagnée d'une élévation de la transmittance qui a atteint une valeur de 91.04%.

Le polissage est un procédé moins agressif que le doucissage, l'enlèvement de matière se fait moins brutalement et considéré comme un enlèvement ductile. Au fur et à mesure que la taille des grains abrasif diminue, le mécanisme d'élimination peut être progressivement modifié de la rupture fragile dominée pendant le doucissage à semi-ductile, puis être dominée par l'élimination purement ductile, avec une meilleure rugosité de surface [Dong2014].



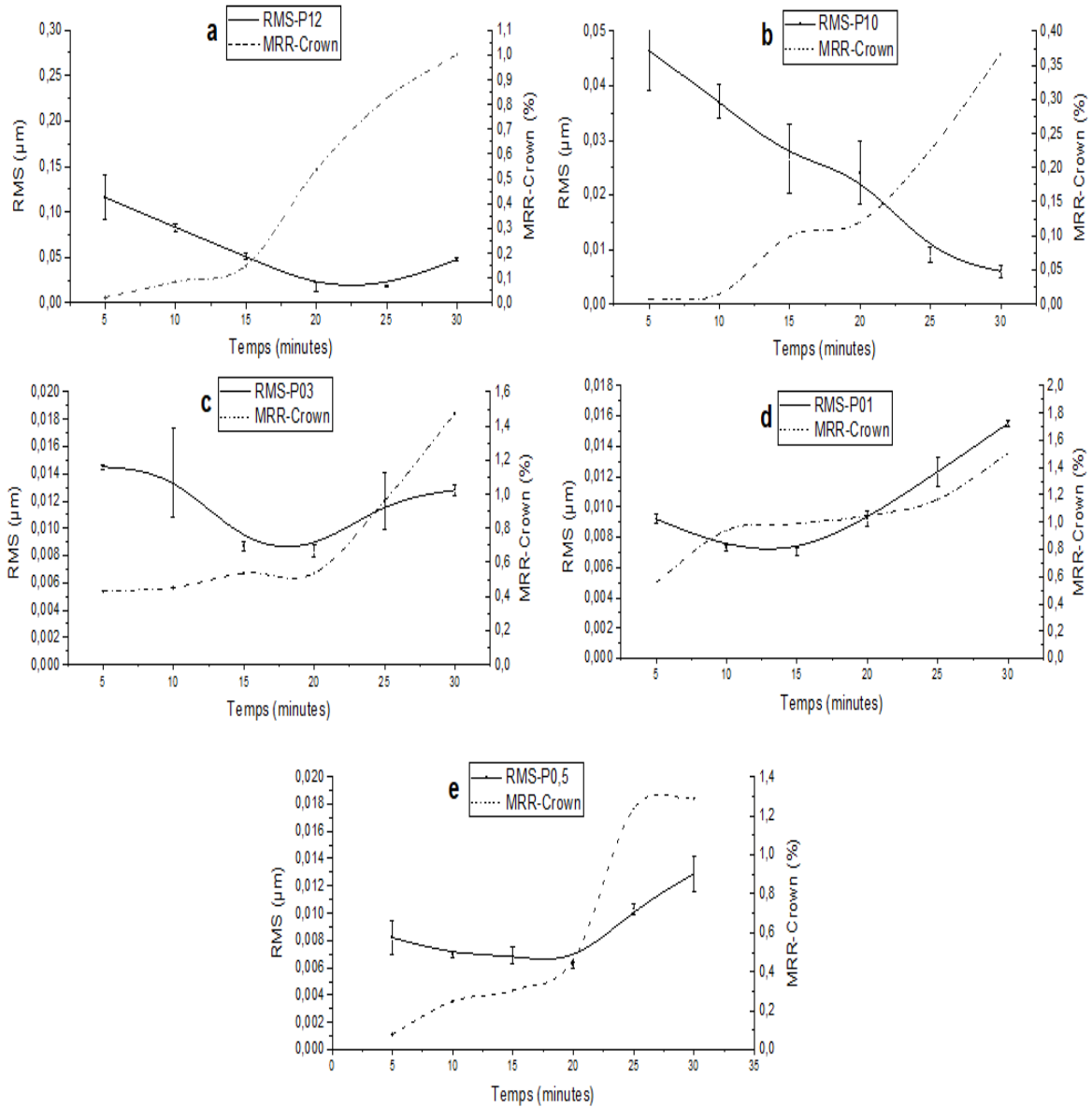
## **V.4 Corrélation entre la rugosité, l'usure des pastilles et le taux d'enlèvement de matière du verre optique**

### **V.4.1 Efficacité des pastilles d'alumine et d'oxyde de cérium**

L'efficacité des pastilles a été étudiée à partir du suivi de l'évolution de l'état de la surface du verre optique RMS et en calculant le taux d'enlèvement de la matière (MRR) du verre Crown traité. Les résultats d'MMR ainsi que du RMS sont représentés dans la **Figure V-14**.

D'après les courbes présentés, les résultats du MRR sont proportionnels à celle de la rugosité (RMS) dans le cas de toutes les pastilles utilisées. Lorsque la rugosité est plus faible, cela signifie que les grains abrasifs des pastilles ont été efficaces pendant le processus et que la grande partie des défauts de surface ont été éliminés, alors le MRR augmente.

Cependant, le taux d'enlèvement MRR est estimé d'environ 2.1%, un pourcentage très faible par rapport à celui obtenu par le processus à abrasifs libres sur des surfaces en verre [Cho2013] [Neau2010]. Les résultats de la **Figure V-14** prouvent l'efficacité de nos pastilles pour achever une finition satisfaisante de la surface en obtenant une valeur de 6nm de rugosité avec une perte de matière minimale.



**Figure V-14** : Evolution de la rugosité (RMS) et du taux d'enlèvement de matière (MRR) du verre optique durant le processus de doucissage et de polissage par les différentes pastilles d'alumine et d'oxyde de cérium.

La courbe (a) de la **Figure V-14** montre la corrélation entre la rugosité quadratique (RMS) et le taux d'enlèvement de matière de l'échantillon du verre doucis par les pastilles d'alumine (P12). Une diminution rapide de la rugosité (250μm à 0,018μm après 20 minutes de doucissage) puis elle a tendance à augmenter significativement après un long doucissage. En outre, le MRR correspondant est d'environ 0,53%, cette faible valeur avec la rugosité minimale reflète l'efficacité des pastilles d'alumine pour obtenir une faible rugosité sans perte de matière.

On remarque que les pastilles P12 ont une grande capacité à réduire plus rapidement la rugosité de surface.

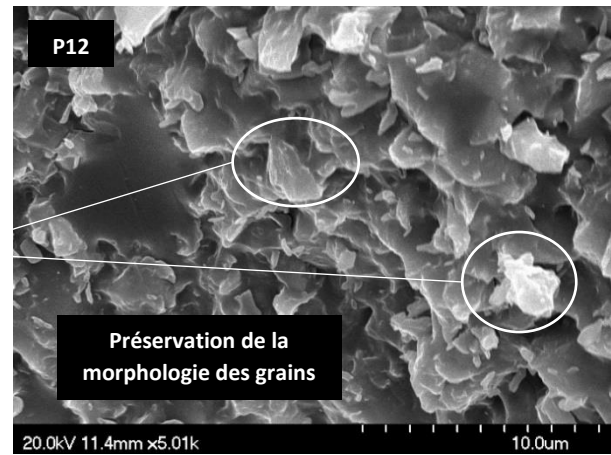
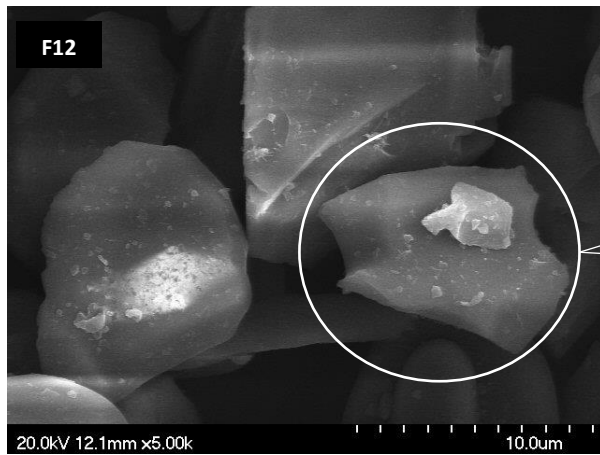
La variation de la rugosité et le taux d'enlèvement de matière des échantillons doucis par la pastille d'alumine P10 sont représentés sur la courbe **(b)**, **Figure V-14**. On note que la courbe RMS a un taux décroissant, elle décroît jusqu'à atteindre une valeur de 0.009 $\mu$ m après 25min de doucissage, puis elle a tendance à augmenter au fur et à mesure que le temps de doucissage augmente. Cependant, la perte de masse des échantillons correspondantes à 25 minutes de doucissage est de 0,22% de la masse totale des échantillons, soit une perte de masse très faible pour une valeur de rugosité optimale.

La variation de la rugosité et du MRR des échantillons après polissage avec les pastilles P03 sont représentés sur la courbe **(c)** de la **Figure V-14**. La rugosité a tendance à diminuer après 15 minutes de polissage pour atteindre sa valeur optimale de 8,7nm. Le MRR du verre correspondant au temps de polissage est de 0,76%, une très faible rugosité peut donc être atteinte en un temps court sans perte de matière importante.

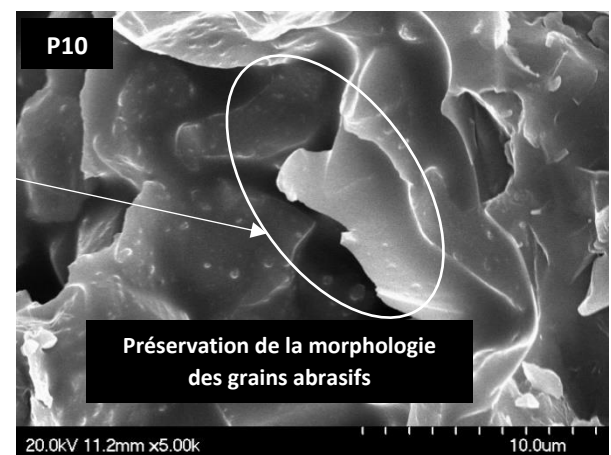
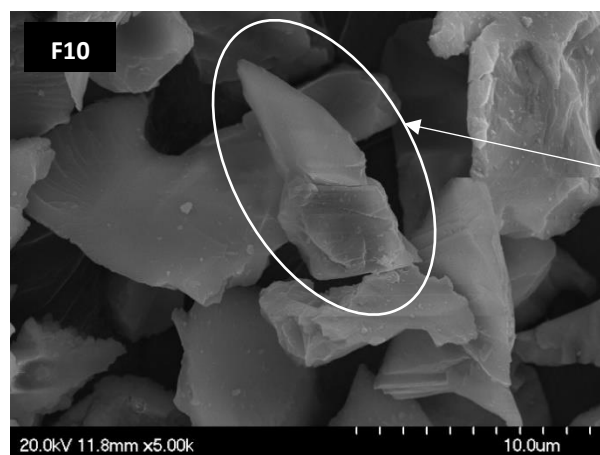
La courbe **(d)** de la **Figure V-14** illustre la variation de la RMS des verres crown lors du polissage effectué par les pastilles d'alumine P01. On note qu'après 10 minutes de polissage, la valeur du RMS est de 7,3nm, puis elle augmente sensiblement. A ce stade, la taille des grains abrasifs devient supérieure à la rugosité obtenue, cela va créer des défauts et des dommages sur la surface de l'échantillon le long du temps de polissage, ce qui augmente la rugosité.

Après avoir finalisé l'étape précédente, les échantillons ont été finement polis par les pastilles d'oxyde de cérium P0. Les résultats obtenus de RMS et MRR sont illustrés dans la courbe **(e)** de la **Figure V-14**. La rugosité atteinte était d'environ 6nm après 20 minutes de polissage. Dans le même temps de polissage, un très faible taux d'enlèvement de matière a été obtenu de la valeur de 0,8 %. On peut dire que les résultats obtenus sont meilleurs que ceux obtenus dans des études antérieures [**Bouz2014**] [**Bouz2001**].

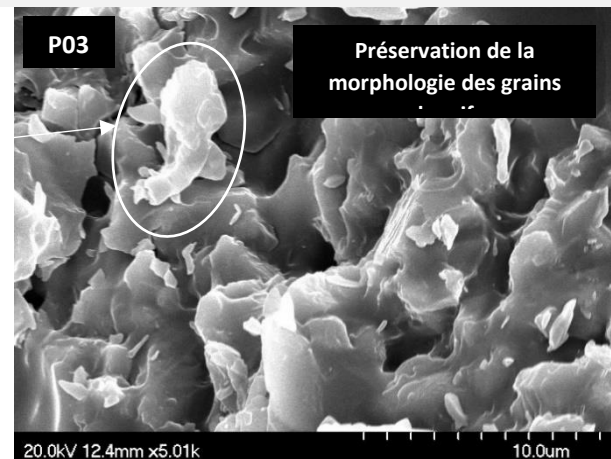
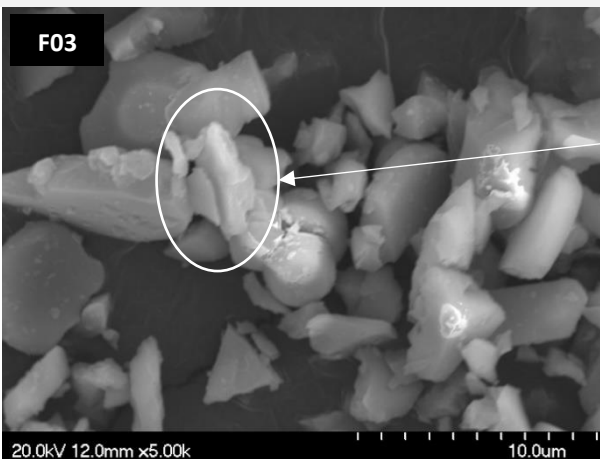
L'efficacité des pastilles de finition et leur qualité sont étroitement reliées à leur structure et à leur processus et paramètres d'élaboration. Il est évident qu'étant donné que la distribution des grains dans le processus à grains abrasifs libre et à grains abrasifs liée n'est pas la même, donc leur comportement lors du processus de finition se diffère aussi. Les grains abrasifs libres comme le montre la **Figure V-15** ont des angles différents et des arêtes vives qui leur permettent d'enlever la matière dans toutes les positions, ce qui induit probablement un MRR élevé et des défauts de surface relativement élevés.



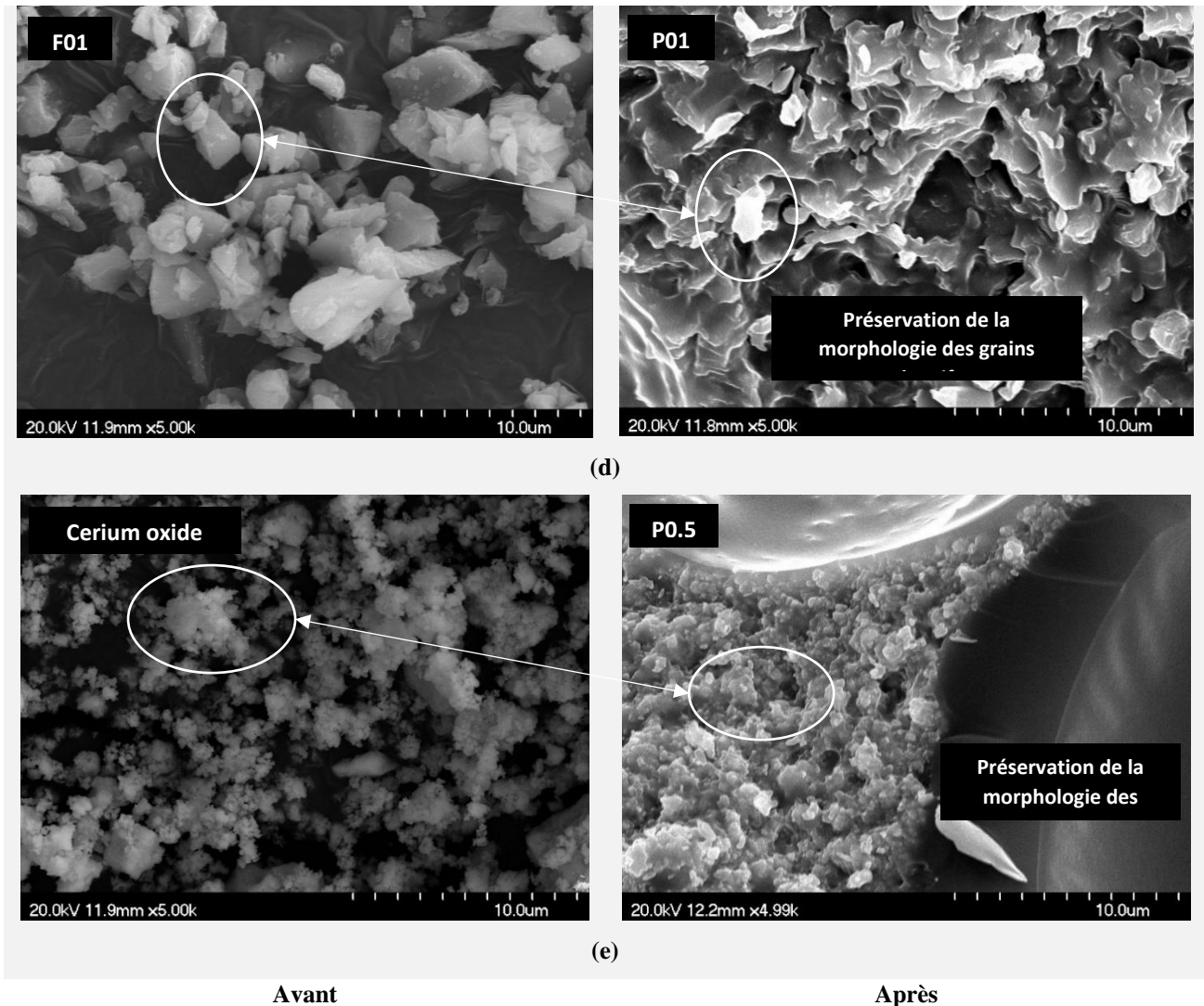
(a)



(b)



(c)

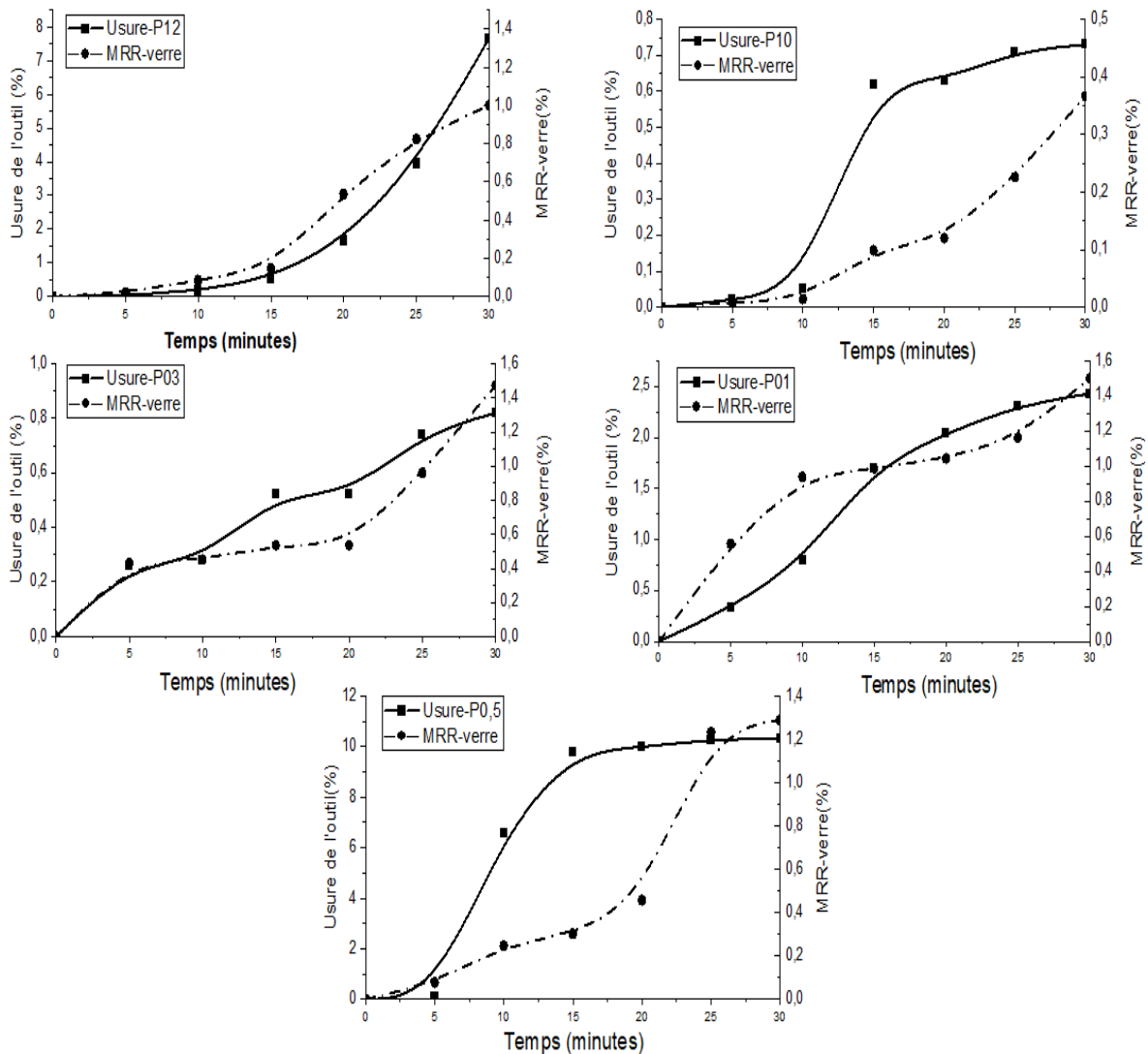


**Figure V-15** : Observation MEB des pastilles et des grains abrasifs : (a), (b), (c), (d), (e) morphologie des poudres avant et après élaboration pour F12-P12, F10-P10, F03-P03, F01-P01 et oxyde de cérium - P0.5 respectivement.

Tandis que les grains abrasifs liés sont efficaces sur un seul côté et cela engendre un enlèvement de matière régulier et des défauts des surfaces réduits produisant une bonne qualité de surface avec une efficacité élevée. La faible usure des pastilles est peut-être liée au bon processus d'élaboration et au choix adéquat des paramètres de fabrication, en particulier la nature, le taux du liant et le processus de mélange qui assurent une bonne répartition des deux substances (grains et liant organique) dans les pastilles (voir **Fig.V-15**).

### V.4.2 Relation entre l'usure des pastilles d'alumine et d'oxyde de cérium et le taux d'enlèvement de matière du verre optique

La corrélation entre l'usure des pastilles et le taux d'enlèvement de matière (MRR) de l'échantillon peut être établie. Les résultats illustrés sur la **Figure V-16** montrent clairement cette variation de l'usure des pastilles et la variation du taux d'enlèvement de matière du verre optique qui ont tendance à augmenter au fur et à mesure que le temps des processus augmente. On observe également que pour la plupart des pastilles, l'usure augmente d'une manière exponentielle semblable à l'augmentation du taux d'enlèvement de matière du verre optique.



**Figure V-16 :** Usure des pastilles et taux d'enlèvement de matière du verre optique crown en fonction du temps des processus de doucissage et de polissage.

Bien évidemment, La proportionnalité entre l'usure des pastilles et le taux d'enlèvement de matière existe. D'après la **figure V-16**, l'enlèvement de matière du verre est toujours accompagné du détachement des grains de la pastille. Par conséquent, le principe du processus de finition peut s'expliquer par l'élimination des défauts via la génération des grains induite de l'usure des pastilles. D'autre part, la corrélation entre la rugosité de la surface du verre et le MRR étudiée dans le point précédent peut expliquer davantage les phénomènes liés au processus de finition. En effet, l'amélioration de la rugosité ne peut être obtenue que lorsque les grains abrasifs enlèvent les micros et nano défauts de la surface ce qui augmente le MRR. En revanche, ce dernier ne peut être distingué que si les grains ne sont pas régénérés après l'usure des pastilles.

## **Conclusion générale**

Le processus de finition par les pastilles de doucissage et de polissage a été étudié après l'élaboration de nouveaux types de pastilles à partir de grains abrasifs d'alumine de fraction 12,10,03 et 01 $\mu$ m et d'oxyde de cérium de fraction 0.5 $\mu$ m liés dans une matrice de résine organique en poix. Les pastilles sont fabriquées sous différentes compositions pour atteindre une combinaison idéale. Ainsi, plusieurs paramètres ont été mis en jeu pour aboutir à des pastilles avec les performances souhaitables lors des processus de doucissage et de polissage du verre optique à savoir la teneur en grains abrasifs dans la matrice du liant organique en poix, la pression de compactage des pastilles et enfin la température et le temps de cuisson.

Aussi, le choix du verre optique crown s'est appuyé sur sa large utilisation dans la fabrication des composants optiques et son emploi dans les systèmes optiques. Ses caractéristiques lui donnent la particularité d'être facilement usiné et traité.

Les résultats obtenus durant ce travail permettent de tirer les conclusions suivantes :

- Tout d'abord, le procédé de fabrication de nos outils en forme de pastilles a été un succès, en raison de sa simplicité, sa rapidité, la précision de son protocole et la fixation des paramètres technologiques nécessaires pour sa reproductibilité. De plus, les pastilles sont facilement exploitables durant le processus de doucissage et de polissage.
- La porosité des pastilles dont les valeurs ont varié de 20 à 30% a grandement contribué à leur efficacité. Les pores présents sur la surface des pastilles lors des opérations de doucissage ou de polissage aident à garder et emprisonner les grains abrasifs qui ont été détachés plus tôt et qui restent toujours fonctionnels pour les exploiter à nouveau dans le processus d'enlèvement de la matière.
- La durée de vie des pastilles élaborées varie de 12 à 74 heures selon le type de pastille. Pour le processus de doucissage avec les pastilles de type P12, on a pu atteindre une durée de vie de 41 heures jusqu'à épuisement maximal de l'outil, ce qui a permis d'effectuer 123 cycles de doucissage. Pour les pastilles de type P10, leur durée de vie était de 14 heures, ce qui correspond à 35 cycles de doucissage. D'autre part en ce qui concerne le polissage, les pastilles de type P03 ont présenté une durée de vie de 74 heures, l'équivalent de 269 cycles de polissage. Celles de type P01 avaient une durée de vie de 12 heures soit 73 cycles de polissage. Enfin les pastilles de type P0.5, ont pu accomplir un fonctionnement de 19 heures ce qui est l'équivalent de 59 cycles de polissage. Ces durées de vie renvoient la capacité de nos outils à réaliser un nombre



important de surface optique exprimé par les nombreux cycles de travail. Cela, reflète leur efficacité tout en minimisant les quantités de grains usés.

- Les résultats de rugosité (RMS) et de transmittance optique obtenus avec le verre optique crown sont très appréciables. Une très faible rugosité de l'ordre de 6 nm après un traitement complet avec les pastilles P12, P10, P03, P01 et P0.5 respectivement a été obtenue pendant de courtes durées. Également, la transmittance a été amélioré de 37% à l'état initial pour atteindre à la fin du processus les 92%. Ces résultats sont obtenus dans un temps court par rapport au processus à abrasifs libres, indiquant une grande efficacité des pastilles produites.
- Une qualité supérieure de la surface du verre traité a été obtenue avec une très faible usure des pastilles. En utilisant une évaluation par la perte en épaisseur, nous avons atteint pour l'ensemble des pastilles une usure qui varie de 33,6 à 206,4 $\mu$ m pour un processus complet. Cela représente en moyenne 2.24% de l'usure complète des pastilles. Par rapport au processus de finition par abrasifs libres, le doucissage et le polissage par nos pastilles sont considérés moins coûteux en raison de la conservation des grains abrasifs plus longtemps.
- Les pastilles de finition présentent l'avantage d'assurer le fonctionnement et l'usure d'une très grande partie des grains abrasifs immergés dans la matrice du liant, par rapport au procédé à abrasifs libres, dans lequel seuls 0.5% des grains abrasifs présents dans la suspension sont utilisés. De plus, la reproductibilité de l'élaboration de ces pastilles et la reproductibilité des processus de doucissage et de polissage dans des conditions similaires sont facilement réalisable, ce qui permet d'envisager une utilisation économique et industrielle de ces pastilles.
- L'utilisation des pastilles en alumine et en oxyde de cérium peut être étendue non seulement à plusieurs types de verres optiques, mais également aux céramiques transparentes et aux polymères transparents. Il est également possible d'étendre l'élaboration de ces pastilles avec une très grande variétés de grosseurs de grains présente sur le marché.

En perspective de ce travail, nous envisageons d'optimiser les caractéristiques des pastilles réalisées et d'accomplir des traitements de surface pour une plus grande variétés de verres optiques mais aussi pour des céramiques transparentes pour étudier le comportement de ces outils avec d'autre matériaux que le verre optique. Nous entrevoyons également de produire

d'autres types de pastilles avec différentes compositions de grains abrasifs qui serait capables d'assurer les deux processus de doucissage et de polissage simultanément.

## Références bibliographiques

- [**Adam2001**] ADAM J.L (2001), Évolution des verres optiques non-oxydes, Verre 7 : 56– 60.
- [**Agar1995**] Agarwal A, Davis K.M, Tomozawa M (1995), A simple IR spectroscopic method for determining fictive temperature of silica glasses, Non-Crystal Solids Journal 185: 191-198. [https://doi.org/10.1016/0022-3093\(94\)00676-8](https://doi.org/10.1016/0022-3093(94)00676-8).
- [**Aida2014**] Aida H, Takeda H, Kim S.W, Aota N, Koyama K, Yamazaki T, Doi T (2014), Evaluation of subsurface damage in GaN substrate induced by mechanical polishing with diamond abrasives, Applied Surface Science Journal 292: 531–536. DOI:10.1016=j.apsusc.2013.12.005.
- [**Ajay1988**] Ajayi O.O, Ludema, K.C (1988), Surface damage of structural ceramics: Implications for wear modelling, Wear Journal 124: 237–245.
- [**Alei1957**] Aleinikov F.K (1957), The Effect of Certain Physical and Mechanical Properties on the Grinding of Brittle Materials, Soviet Physics Technology Physics Journal 27: page.2529.
- [**Alle1997**] Allen T (1997), Particle size measurement: powder sampling and particle size measurement. Powder Technology Series: 1: 5ème edition Chapman & Hall, Londres.
- [**Aruj1977**] Arujo R.J (1977), Treatise on Materials Science and Technology, Academic Press, New York 12: Chapter 2.
- [**Aruj1986**] Arujo R.J (1986), Commercial Glasses, Ed. D. C. Boyd and J. F. MacDowell, American Ceramic Society, Chapter 12.
- [**Asah1975**] Asahara Y, Izumitini T (1975), US Patent 3,885,974.
- [**Aubo1986**] Aubourg P.F, Wolf W.W (1986), Commercial Glasses, American Ceramic Society, Inc., Columbus, page.51.
- [**Augi1978**] Augis J.A, Bennett J.E, Therm J (1978), Anal 13 : page.283.
- [**Baaz2014**] Mourad BAAZOUZI M (2014), Elaboration et caractérisation des verres d'oxydes à indice de réfraction complexe pour application dans l'optique non linéaire, thèse de doctorat en : Physique, Option : Sciences des Matériaux, université de Biskra Algérie.
- [**Bach1998**] Bach H, Neuroth N (1998), Schott Series on Glass and Glass Ceramics Science, Technology, and Applications, Editors the Properties of Optical Glass, Chapter 8. DOI 10.1007/978-3-642-57769-7
- [**Bach1998**] Bach H, Neuroth N (1998), Schott Series on Glass and Glass Ceramics - The Properties of Optical Glass, second edition, edition Springer-Verlag Berlin, chapitre 4, DOI 10.1007/978-3-642-57769-7

- [Bamf1977]** Bamford C.R (1977), Color Generation and Control in Glass, Elsevier Scientific Publishing, Amsterdam, Chapters 1: page.11.
- [Bart1991]** Bartholomew R.F (1991), Engineered Materials Handbook, Ceramics and Glasses,ed. S. J. Schneider, ASM International, Materials Park 4: p. 460.
- [Bart2005]** Barton J, Guillemet C (2005), Le verre-Science et technologie, Edition EDP SCIENCES, chapitre 5.
- [Bart2005]** Barton J, Guillemet C (2005), Le verre-Science et technologie, Edition EDP SCIENCES, chapitre 3.
- [Bart2005]** Barton J, Guillemet C (2005), Le verre-Science et technologie, Edition EDP SCIENCES, chapitre 2.
- [Bash1968]** Bash D.M (1968), Ph.d Thesis, Technische universitat Hannover.
- [Baue1991]** Bauer W.C, Bailey J.E (1991), Engineered Materials Handbook, Ceramics and Glasses, ed. S. J. Schneider, Jr., ASM International, Materials Park 4: 378-385.
- [Beau2013]** Beaucamp A, Namba Y (2013), Super-smooth finishing of diamond turned hard X-ray molding dies by combined fluid jet and bonnet polishing, CIRP Annual Manuf Technol 62: 315–318.
- [Beil1904]** Beilby G.T (1904), Surface bow in crystallin solids under mechanical disturbance, Proc. Roy. Soc 72 : 481 : 218-225.
- [Belk2008]** Belkhir N (2008), Contribution À L'amélioration Des Propriétés Optiques Et Mécaniques Des Surfaces Doucies Et Polies, thèse de Doctorat En Science, option : optique et mécanique de Précision, Université Ferhat Abbas, Sétif.
- [Belk2014]** Belkhir N, Aliouane T, Bouzid D (2014) Applied Surface Science Correlation between contact surface and friction during the optical glass polishing. Journal of Applied Surface Science 288:208-214. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2013.10.008>.
- [Bely1966]** Belyshkin D.V (1966), Using ice for polishing glass and crystals, Glass Ceramic Journal 23: 523-525.
- [Bene1987]** Benett J.M, Schaffer J.J, Shibano Y, Namba Y (1987), Float polishing of optical materials, Applied Optics Journal 26: 696-703.
- [Beur2014]** Beurthe C (2014), La fabrication des composants en verre optique, Laboratoire Charles Fabry de l'Institut d'Optique, Journal Photoniques 61 : 40-43. <http://dx.doi.org/10.1051/photon/20146940>.
- [Bifa1991]** Bifano T. G, Dow T. A, Scattergood R. O (1991), Ductile-Regime Grinding: A New Technology for Machining Brittle Materials, ASME Journal of Engineering for Industry 113: N°2: 184-189.

- [Bifa1997]** Bifano T.G, Bierden P.A (1997), Fixed-abrasive grinding of brittle hard-disk substrates, *International Journal of Machining Tools and Manufacturing* 37: 935–946.
- [Bonn2003]** Bonner A (2003), Filed October 2003, Abrasive Articles with Novel Structures and Methods for Grinding, World Patent 03/086703 A1.
- [Borr1991]** Borrelli N.F, Seward T.P (1991), *Engineered Materials Handbook, Ceramics and Glasses*, ed. S. J. Schneider, Jr., ASM International, Materials Park 4: page.439.
- [Bouz2001]** Bouzid D (2001), contribution à l'élaboration et à la caractérisation des outils à abrasifs agglomérés utilisés pour le polissage du verre optique, thèse de doctorat en optique et mécanique de précision, université Ferhat Abbas-Sétif Algérie.
- [Bouz2012]** Bouzid D, Belkhir N, Aliouane T (2012), Optical glass surfaces polishing by cerium oxide particles, *IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering* 28 : 012007.
- [Bouz2014]** Bouzid D, Belkhir N (2014) Investigation of alumina pellets for optical glass grinding. *Archives of Materials Science and Engineering* 67:14–17.
- [Braw1985]** Brawer S.A (1985), *Relaxation in Viscous Liquids and Glasses*, The American Ceramic Society Journal, Columbus.
- [Brin2006]** Brinksmeie E al (2006), Finishing of structured surfaces by abrasive polishing, *Precision Engineering Journal* 30: 325–336.
- [Bruc1957]** Brüche, & Poppa, H. (1957). Das Polieren von Glas. Teil III: Oberflächenschichten beim Polierprozess, *Glastechn. Berichte* 30: N°5: 163-175.
- [Buij1992]** Buijs M, Martens (1992), Effect of indentation interacting on cracking, *Journal of American Ceramic Society* 75: page.10.
- [Buij1993]** Buijs M, Korpel-van Houten K (1993), A model for lapping of glass, *Journal of Material Science* 29: 3014–3020.
- [Buij1993a]** Buijs M, Korpel Van Houten K (1993), Three-body abrasion of brittle materials as studied by lapping, *Wear Journal* 166: N°2: 237-245.
- [Buls1998]** Bulsara V.H, Ahn Y, Chandrasekar S, Farris T.N (1998), Mechanics of polishing, *Trans. ASME: Journal of Applied Mechanics* 65: 410–416. <https://doi.org/10.1115/1.2789069>.
- [Call1887]** Callender (1887), Royal Society, *Trans* 178 : page.161.
- [Call1891]** Callender, Griffiths (1891), Royal Society. *Trans* I82, Page. 123.
- [Camp1986]** Campbell J.H, Edwards G et al. (1986), in *The Eighteenth Annual Symposium on Optical Materials for High Power Lasers* (Academic, Boulder, CO, 1986), page. 19.
- [Chen2015]** Cheng H, Su J, Chen Y, et al (2015), Profile and roughness of electrorheological finishing optical surfaces, *Front Optoelectron* 8: 306–313.

- [Chen2019] Chen J, Zhu Y et al. (2019), Relationship between mechanical properties and processing performance of agglomerated diamond abrasive compared with single diamond abrasive, *Diamond & Related Materials Journal* 100: 107595 :1-10. <https://doi.org/10.1016/j.diamond.2019.107595>.
- [Cho2013] Cho BJ, Kim HM, Manivannan R, Moon DJ, Park JG (2013) On the mechanism of material removal by fixed abrasive lapping of various glass substrates. *Wear Journal* 302:1334–1339. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2012.11.024>.
- [Choi2004] Choi J, Jeong H (2004), A study on polishing of molds using hydrophilic fixed abrasive pad, *International Journal of Machining Tool and Manufacturing* 44: 1163-1169.
- [Ci2009] Ci S, Dai Yifan PX, Shengyi L, et al (2009), Deterministical magnetorheological finishing of optical aspheric mirrors, *Proc SPIE* 7282: 72820I.
- [Cook1990] Cook L.M (1990), Chemical processes in glass polishing. *Journal of Non-Crystalline Solids* 120: (1–3): 152–171. DOI:10. 1016=0022-3093(90)90200-6.
- [Cook1990] Cook R.F, Pharr G.M (1990), Direct observation and analysis of indentation cracking in glasses and ceramics. *Journal of American Ceramic Society* 73: page.4.
- [Dag1970] Daglish H.N (1970), Light scattering in selected optical glasses, *Glass Technology Journal* 11: 30-35.
- [Deng2017] Deng J, Peng X, Hu H, et al (2017). Study on combined polishing process of aspherical aluminum mirrors, *Proc SPIE* 10460: 104600A.
- [Diet1966] Dietz R.W, Bennett J.M (1966), Bowl Feed Technique for Producing Supersmooth Optical Surfaces, *Applied Optics Journal* 5: 881-882.
- [Ding2004] Dinger U, Seitz G, Schulte S, Eisert F, Muenster C, Burkart S, Stacklies S, Bustaus C, Hoefer H, Mayer M, Fellner B (2004), Fabrication and metrology of diffraction limited soft x-ray optics for the EUV microlithography, *Optical science and technology, SPIE's 48th annual meeting, International Society for Optics and Photonics Journal*, 18–28.
- [Dong2014] Dong Z.C, Cheng H.B (2014), Study on removal mechanism and removal characters for SiC and fused silica by fixed abrasive diamond pellets, *International Journal of Machining Tools and Manufacturing* 85: 1–13, <https://doi.org/10.1016/j.ijmachtools.2014.04.008>.
- [Doyle1979] Doyle P.J (1979), *Glass-Making Today*, Portcullis Press, Ltd. Chapters 1, 4: page.6.
- [Dumb1986] Dumbaugh W.H, Danielson P.S (1986), *Commercial Glasses*, ed. D. C. Boyd and J. F. MacDowell, The American Ceramic Society Inc, Columbus, page.115.

- [Dumb1991]** Dumbaugh W.H (1991), Engineered Materials Handbook, Ceramics and Glasses, ed. S. J. Schneider, ASM International Materials Journal Park 4: page.423.
- [Ebin2014]** Yutaro Ebina Y, Libo Zhou L, Jun Shimizu L, Teppei Onuki T, Hirotaka Ojima H (2014), Wafer Grinding of Using Fixed Abrasive Diamond Wheel- Evaluation of cutting-edge distribution in Diamond Wheels, Advanced Materials Research Journal 1017: 255-260. doi: 10.4028/www.scientific.net/AMR.1017.255.
- [Edge1986]** Edge C.K (1986), Commercial Glasses, American Ceramic Society Journal, Columbus, page. 43.
- [Edwa1987]** Edward F.F, Hed P.P (1987), Optical glass fabrication technology.1: fine grinding mechanism using bound diamond abrasives, Applied Optics 26: 21: page.4670.
- [Elme1991]** Elmer T.H (1991), Engineered Materials Handbook, Ceramics and Glasses, 4: page. 427.
- [Enom2013]** Enomoto T, Satake U, Fujita T, Sugihara T (2013), Spiral-structured fixed-abrasive pads for glass finishing, CIRP Ann. Manufacturing Technology Journal 62: 311-314.
- [Evan2003]** Evans C.J, Paul E, Dornfeld D, et al. (2003), Material removal mechanisms in lapping and polishing, CIRP Annual Manufacturing Technology 52: 2: 611–633.
- [Ever1996]** Eversheim W, Schuh H.G (1996), Betriebshutte. Produktion und Management. T. 2. Berlin, Heidelberg, New York: Springer-Verlag.
- [Faeh1999]** Faehnle O.W, Brug H.H (1999), Novel approaches to generate aspherical optical surfaces, Optical manufacturing and testing III, Proc SPIE 3782: 170–180.
- [Fand1983]** Fanderlik (1983), Optical Properties of Glass, Elsevier, Amsterdam.
- [Fand1989]** Fanderlik (1989), Structure et caractéristiques optiques de verres, Rivista Staz. Spero Vetro, 65-71.
- [Fang2018]** Fang C.F, Liu C, Zhao Z.X, Lin Y.F, Hu Z.W, Xu X.P (2018), Study on geometrical patterns of textured fixed-abrasive pads in sapphire lapping based on trajectory analysis, Precision Engineering Journal 53: 169–178, <https://doi.org/10.1016/j.precisioneng.2018.03.008>.
- [Fila2011]** Filatov Y.D, Filatov O.Y, Monteil G, Heisel U, Storchak M (2011), Bound-abrasive grinding and polishing of surfaces of optical materials, Journal of Optics Engineering 50: 063401.
- [Flem1986]** Fleming J.W (1986), Glasses, CRC Handbook of Laser Science and Technology 4, Part 2: Optical Materials Journal, CRC, Boca Raton, FL.
- [Fu2014]** Fu Y, Li Y (2014), Glass polishing with bound-abrasive vibrating polishing tools, Journal of Optoelectronics Advanced Material 16: 70–75.

- [Fuxi1990]** Fuxi G (1990), New glass-forming systems and their practical application, *Non-Crystal Solids journal* 123, 385-399.
- [Gagl2007]** Gagliardi J, Zagrebely A, Joseph B, Zazzera L (2007), NCCAUS CMP Users Group at Semiconductors West Moscone Center, San Francisco, C.A., USA.
- [Ghos2017]** Ghosh G, Ajay Sidpara A, Bandyopadhyay P.P (2017), Fabrication of Optical Components by Ultraprecision Finishing Processes, K. Gupta (ed.), *Micro and Precision Manufacturing, Engineering Materials*, Springer International Publishing, [https://doi.org/10.1007/978-3-319-68801-5\\_5](https://doi.org/10.1007/978-3-319-68801-5_5).
- [Ghos2018]** Ghosh G, Sidpara A, Bandyopadhyay P.P (2018), Review of several precision finishing processes for optics manufacturing, *Journal of Micromanufacturing*, page 1-19, DOI: 10.1177/2516598418777315.
- [Ghos2018]** Ghosh G, Sidpara A, Bandyopadhyay PP (2018), Fabrication of optical components by ultraprecision finishing processes, In: Gupta K (eds) *Micro and precision manufacturing: Engineering materials Journal*, Springer, page.87–119.
- [Gill1998]** Gillman B.E, Jacobs S.D (1998), Bound-abrasive polishers for optical glass, *Applied Optics Journal* 37: 3498-3505. <https://doi.org/10.1364/ao.37.003498>.
- [Gill2005]** Gilliss S.R et al (2005), Electron energy-loss spectroscopic study of the surface of ceria abrasives, *Applied Surface Science Journal* 241: 61–67.
- [Gotz1967]** Gotz J (1967), *Glastechn ber* 30: page.4.
- [Grif1920]** Griffith A.A (1920), The phenomena of rupture and flow in solids, *Phil. Trans. Royal Society. (London)* 221 : page.163.
- [Guch1976]** Guch S (1976), Parasitic suppression in large aperture disk lasers employing liquid edge claddings, *Journal of Applied Optics* 15: 1453-1457. <https://doi.org/10.1364/AO.15.001453>.
- [Harr1998]** Harris S.J and al (1998), Effects of nanoscale morphology on the abrasion of steel by diamondlike carbon, *wear Journal* 219: 98-104.
- [Hed1987]** Hed P.P, Edwards D.F (1987), Optical glass fabrication technology. 2: Relationship between surface roughness and subsurface damage, *Applied Optics Journal* 26: N°21: page. 4677.
- [Henc1972]** Henc L. L, Splinter R. J, Allen W.C, Greenlee T.K. Jr (1972), Bonding mechanisms at the interface of ceramic prosthetic materials, *Biomedical Materials Researches Journal* 2 (1) : 117–141.
- [Henc1993]** HENCH L.L, WILSON J (1993), Eds., *An introduction to bioceramics*, Singapore, World scientific publishing.



- [Hitc2006]** Hitchiner M, Uhlmann E, Rowe WB, Inasaki I (2006) Handbook of machining with grinding wheels, First Edition, CRC Press.
- [Hoff1982]** Hoffmann C, Norwig W (1982), Zu den Anforderungen der Optik an die Entwicklung optischer Medien, *Wiss. Z. Padagogische Hochschule Erfurt* 18, 5-18.
- [Hoop2015]** Hooper A.R, Boffa C.C, Sarkas H.W, Cureton K (2015), Improving profitability through slurry management: A look at the impact of slurry pH on various glass types, In *Proceedings of the Optical Manufacturing and Testing XI*, Eds SPIE: San Diego, California, United States.
- [Hu2014]** Hu L, Chen Set al. (2014), High Power Laser, *Science Engineering* 2, e1 (2014).
- [Hu2015]** Hu J (2015), Researches on Several Key Engineering Problems of Edge Cladding Technology for Large Aperture Nd:Glass, PhD. Thesis, SIOM.
- [Hutc1992]** Hutchings I. (1992) *Tribology Friction and Wear of Engineering Materials*. 2<sup>nd</sup> ed. Ed. Edward Arnolds, Butterworth and Heinmann, United Kingdom.
- [Iga1984]** Iga K, Misawa S, Oikawa M (1984), Stacked planar optics by the use of planar microlens array, *Proc. 10th European Conference on Optical Communication*, Stuttgart, VDE, Berlin, Offenbach, 30-31.
- [Iman1966]** Imanaka O (1966), Lapping mechanics of glass-especially on roughness of lapped surface. *Annual CIRP* 23: page.227.
- [Izum1979]** Izumitani T, Harada SH (1979), polishing mechanism of optical glasses, *wiss.ztschr Friedrich-Shiller University* 28: N°2/3 : 389-413.
- [Izum1984]** Izumitani T.S (1986), *Optical Glass*, Lawrence Livermore National Laboratory, American Institute of Physics, New York.
- [Jain2001]** Jain VK, Kumar P, Behera PK, et al (2001), Effect of working gap and circumferential speed on the performance of magnetic abrasive finishing process, *Wear Journal* 250: 384–390.
- [Jain2012]** Jain VK, Sidpara A, Sankar MR, Das M (2012), Nano-finishing techniques: A review, *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part C: Journal of Mechanical Engineering Science* 226: 327-346. <https://doi.org/10.1177/0954406211426948>.
- [Jain2014]** Jain VK, Sidpara A, Balasubramaniam R, et al (2014), Micromanufacturing: A review-Part I. *Proceeding Instrumental Mechanic Engineering B* 228: 973–994.
- [Jeon2004]** Jeong H.W, Aoki T, Hatsuzawa T (2004), High-efficiency fixed abrasive polishing method for quartz crystal blanks, *International Journal of Machining Tools and Manufacturing* 44: 167–173. <https://doi.org/10.1016/j.ijmachtools.2003.10.012>.

- [Jin2014]** Jin X.L, Zhang L.C (2014), Predicting the material removal in polishing: The applicability of two types of statistical models, *Machining Science and Technology Journal* 18: N°2: 199–220. DOI:10.1080=10910344.2014.897838.
- [Jose2002]** Joseph W (2002), 3M Company, filed 2002, Agglomerate Production by Firing Spray Dried Mixture of Abrasive Particles and a Solution Formed of Oxide and Water, World Patent 200238338.
- [Kall1956]** Kaller A (1956), Zur Poliertheorie des Glasses, *Silikattechnik* 7: 380-390.
- [Kang2005]** Kang J, Hadfield M (2005), Examination of the material removal mechanisms during the lapping process of advanced ceramic rolling elements, *Wear Journal* 258: 2-12.
- [Kao1982]** Kao C.K (1982), *Optical Fiber Systems*, Mc Graw-Hill, New York.
- [Karo1993]** Karow H.H (1993), *Fabrication Methods for Precision Optics*, Wiley New York, Chapitre 5, page. 334.
- [Kats1946]** Katschalov M.N (1946), *Principes des processus de doucissage et de polissage du verre*, Academic Science. URSS.
- [Kers1983]** Kersten R.T(1983), *Optische Nachrichtentechnik*, Springer, Berlin, Heidelberg.
- [Khod1980]** Khodakov G.S et al. (1980), physical principles of fine grinding of optical glass with a diamond tool, *Soviet Journal technology* 47: 12.
- [Kim2004]** Kim H, Park B, Lee S, Jeong H, Dornfeld D.A (2004), Self-conditioning fixed abrasive pad in CMP, *Journal of Electrochemical Society*. 151: 858-862.
- [Kitt1971]** Kittel C (1971), *Introduction to solid state physics*, 4th ed., Wiley, New York.
- [Klem1960]** Klement W, Willems R.H, Duwez P (1960), *Nature* 187 : page.869.
- [Koma1997]** Komanduri R et al (1997), Technological advances in fine abrasive processes, *Annuel CIRP* 46 : N°2 :545-596.
- [Koni1996]** König W, Klocke F (1996), *Fertigungsverfahren, Band 2. Schleifen, Honen, Lappen*. Düsseldorf: VDI-Verlag.
- [Kouc1984]** Koucky J , Matusek M (1984), A kinetic interpretation of the glass polishing process, *Glass Technology Journal* 25 : N°5 : 240-243.
- [Kula2004]** Kulawski M, Luoto H, Henttinen K, Suni I, Weimar F, Makinen J (2004), Advances in the CMP process on fixed abrasive pads for the polishing of SOI-substrates with high degree of flatness, *Material Researches Society. Proc* 816: 721-726.
- [Kuma2016]** Kumar P.R, Garg H, Sarepaka R.V, Karar V (2015), Experimental Investigation of Material Removal and Surface Roughness during Optical Glass Polishing, *Materials and Manufacturing Processes Journal* 31: N°12 :1613–1620. DOI: 10.1080/10426914.2015.1103867

- [Kuri2015]** Kuriyagawa T, Saeki M and Syoji K (2002), Electrorheological fluid-assisted ultra-precision polishing for small three-dimensional parts, *Precising Engineering Journal* 26: 370–380.
- [Kurk1995]** Kurkjian C.R, Kammlott G.W, Chaudhri M.M (1995), Indentation behavior of soda-lime silica glass, fused silica and single-crystal quartz at liquid nitrogen temperature, *Journal of American Ceramic Society*, 78 (3) : 737–744.
- [Kwon2013]** Kwon T, Ramachandran M, Park J (2013) Scratch formation and its mechanism in chemical mechanical planarization (CMP). *Friction Journal* 1:279–305. <https://doi.org/10.1007/s40544-013-0026-y>.
- [Lamb1997]** Lambropoulos J.C, Xu S, Fang T(1997), Loose abrasive lapping hardness of optical glasses and its interpretation , *Applied optics Journal* 36, : No.7 :1501-1516
- [Land2006]** Landis A.C (2006), Factors influencing material removal and surface finish of the polishing of silica glasses, M.Sc. Thesis, Charlotte University of North Carolina, page.106.
- [Lath1991]** Lathabai S, Rödel J, Lawn B.R, Dabbs T(1991), Fracture mechanics for subthreshold indentation flaws, *Journal of Materials Science* 26 : 2157–2168.
- [Lawn1975]** Lawn B, Wilshaw R (1975), Review indentation fracture: Principles and applications. *Journal of Material Science* 10 : 1049–1081. <https://doi.org/10.1007/BF00823224>.
- [Lawn1979]** Lawn B.R, Marshall D.B, Chantikul P (1979), Residual stress effects in sharp contact cracking, *Journal of Materials Science* 14 : 2225–2235.
- [Lawn1986]** Lawn B.R (1968), Hertzian fracture in single crystals with the diamond structure, *Journal of Applied Physics* 39 : page.10.
- [Lawn1993]** Lawn B (1993), *Fracture of Brittle Solids*, 2nd ed, Cambridge: Cambridge University Press.
- [Li1985]** Li T (1985), *Fiber Fabrication Optical Fiber Communications*, first edition, Vol. 1: Academic Press, Orlando, FL.
- [Li2009]** Li Y, Wang J (2009), Surface characteristics of an optical component manufactured with a polyurethane pad, *Applied Optics Journal* 48 : 737-742.
- [Li2011]** Li Y, Zheng N, Li H, Hou J, Lei X, Chen X, et al (2011) Morphology and distribution of subsurface damage in optical fused silica parts: Bound-abrasive grinding. *Journal of Applied Surface Science* 257: 2066–2073. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2010.09.051>.
- [Li2012]** Li Y, Wu Y et al. (2012), Chemo-Mechanical Manufacturing of Fused Silica by Combining Ultrasonic Vibration with Fixed-Abrasive Pellets, *International Journal of Precision Engineering Manufacturing*. 13 : 2163-2172.

- [Li2012a]** Li Y, Wu Y, Wang J, Yang W, Guo Y, Xu Q (2012) Tentative investigation towards precision polishing of optical components with ultrasonically vibrating bound-abrasive pellets. *Optics Express* 20:568-575. <https://doi.org/10.1364/oe.20.000568>.
- [Li2012b]** Li L, Wu Y, Zhou L et al. (2012), Investigation into chemo-mechanical fixed abrasive polishing of fused silica with the assistance of ultrasonic vibration, *Key Engineering Materials* 523 : 155-160.
- [Li2012c]** Li Y, Wu Y (2012), Hybrid polishing of fused silica glass with bound-abrasive polishers in conjunction with vibration, *Proc. SPIE* 8486, 84860N.
- [Li2012d]** Li Y, Wu Y, Wang J et al. (2012), Tentative investigation towards precision polishing of optical components with ultrasonically vibrating bound-abrasive pellets, *Optic Express* 20: 568-575.
- [Li2014]** Li Y, Wu Y, Zhou L, Fujimoto M (2014), Vibration-assisted dry polishing of fused silica using a fixed-abrasive polisher, *International Journal of Machine Tools Manufacture* 77:93–102. <https://doi.org/10.1016/j.ijmachtools.2013.10.005>.
- [Lo2007]** Lo V.H.Y, Huang G.Q, Cheng K.C, Tsang Y.M (2007), The use of Taguchi methods in polishing for quality optimization. *International Journal of Reliability, Quality and Safety Engineering Journal* 14 : N°03 : 297-309. DOI:10.1142=s0218539307002660.
- [Lorm2015]** Lormeau JP, Supranowitz C, Dumas P, et al (2015), Field proven technologies for fabrication of high-precision aspheric and freeform optical surfaces, *Proc SPIE* 9442 : 944203.
- [Luo2003]** Luo J (2003), Integrated modeling of chemical mechanical planarization /polishing (CMP) for integrated circuit fabrication: from particle scale to die and wafer scales, Doctorate Thesis, University of California, Berkeley, page.1-12.
- [Luo2016]** Luo Q.F, Lu J, Xu X.P (2016), Study on the processing characteristics of SiC and sapphire substrates polished by semi-fixed and fixed abrasive tools, *Tribology International Journal* 104 :191–203, <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2016.09.003>.
- [Luo2022]** Luo Q, Wen H, Lu J (2022), Technologie de polissage sol-gel pour substrats semi-conducteurs extrêmement durs. *International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 120 :1415–1432. <https://doi.org/10.1007/s00170-022-08771-7>
- [Maim1960]** Maiman T.H(1960), Stimulated optical radiation in ruby, *Nature* 187 : 493-494.
- [Malo2016]** Maloney C, Lormeau JP and Dumas P (2016), Improving low, mid and high-spatial frequency errors on advanced aspherical and freeform optics with MRF, *Proc SPIE* 10009 : 100090R.
- [Mari2000]** Marioge J.P (2000), *Surface optique : Méthodes de fabrication et de contrôle, recherches*, Edition EDP Sciences France, page 26-33.

- [**Mari2006**] Marinescu I. D, Uhlmann E, Doi T.K (2006), Handbook of Lapping and Polishing, First edition, CRC Press, Taylor & Francis Group.
- [**Mari2007**] Marinescu I.D, Uhlmann E, Doi T.K (2007), Handbook of Lapping and Polishing, CRC Press Taylor & Francis Group: London, page.491.
- [**Mark1991**] Marker III A.J (1991), Optical Properties: a trip through the glass map, Proc. SPIE 1535, 60-77.
- [**Meng1995**] Meng H.C, Ludema K.C (1995), Wear models and predictive equation: their form and their content, Wear Journal 181-183 : N°2 : 443-457.
- [**Meye1985**] Meyer H.R (1985), Precision Grinding Of Optical Glasses, Precision Engineering & Metrology Journal 93 : page.5.
- [**Moha2011**] Mohan R, Babu N.R (2011), Design, development and characterization of ice bonded abrasive polishing process, International Journal of Abrasive Technology 4 : 57-76.
- [**Moha2015**] Mohammadi H, Ravindra D, Kode SK, et al (2015), Experimental work on micro laser-assisted diamond turning of silicon (111), Journal of Manufacturing Process 19: 125–128.
- [**Moor1974**] Moor MA (1974) A review of two-body abrasive wear. Wear Journal 27:1–17. [https://doi.org/10.1016/0043-1648\(74\)90080-5](https://doi.org/10.1016/0043-1648(74)90080-5)
- [**More1954**] G.W. Morey G.W (1954), The Properties of Glass, Reinold, New York, 221-262.
- [**Mori1991**] Morian H.F (1991), New glasses for optics and optoelectronics, Proc. SPIE 1400: 146-157.
- [**Mori1992**] Morita N, Wu T.C, Yoshida Y (1992), The effect of interaction of abrasive grains on the deformation and fracture behavior of brittle materials, Proceedings of the ASPE Annual Meeting, Grenelefe, FL.
- [**Mori2014**] Mori Y, Yamauchi K, Endo K, Ide T, Toyota H, Nishizawa K, et al (2014) Evaluation of elastic emission machined surfaces by scanning tunneling microscopy, Journal of Vacuum Science & Technology A 621: 3–7. <https://doi.org/10.1116/1.576357>.
- [**Mott1979**] Mott N.F, Davis E.A (1979), Electronic processus in non cristalline materials, Clarendon Press, Oxford.
- [**Mpag2013**] Mpagazehe J.N, Higgs C.F (2013), A Comparison of active particle models for chemical mechanical polishing. ECS Journal of Solid State Science and Technology 2 : N°3 :87-96. <https://doi.org/10.1149/2.019303jss>.
- [**Musi1985**] Musikant S (1985), Optical Materials, Optical Engineering journal, ed. by B.J. Thomson, Dekker, New York 6 : Chap.2 :23-58.

- [**Naja1992**] S.L Najafi S.L (1992), Introduction to Glass Integrated Optics, first edistion, Artech House, Boston,MA.
- [**Neau2010**] Neauport J, Destribats J, et al (2010), Loose abrasive slurries for optical glass lapping, Journal of Optics A: Pure and Applied Optics, IOP Publishing Journal 49: 5736-5745. <https://doi.org/10.1364/AO.49.005736>
- [**Ochi2008**] Ochiai K, Nanbu Y et al. (2008), Study on mirror grinding of high-performance glass, Research report of Saitama Industrial Technology Center: 6.
- [**Ochi2009**] Ochiai K, Nanbu Y et al. (2009), Study on high-remocal-rate mirror grinding of optical glass, Research report of Saitama Industrial Technology Center: 7.
- [**Ohmo1990**] Ohmori H, & Nakagawa T (1990) Mirror Surface Grinding of Silicon Wafers with Electrolytic In-Process Dressing. CIRP Annals 39:329–332. <https://doi.org/10.1116/1.576357>.
- [**Ottm1983**] Ottman J.C, Shen J.C.S (1983), Fixed abrasive polishing method and apparatus, US Patent No. 4393628, Jul. 19.
- [**Pash2015**] Pashmforoush F, Rahimi A (2015), Nano-finishing of BK7 optical glass using magnetic abrasive finishing process. Journal of Applied Optics 54: N°9: 2199-2207. <https://doi.org/10.1364/AO.54.002199>.
- [**Peng2013**] Peng W, Guan C, Li S (2013), Ultrasmooth surface polishing based on the hydrodynamic effect, Applied Optics Journal 52(25) :6411–6416.
- [**Pete1920**] Peters C.G, Cragoe C.H (1920), Measurements on The Thermal Dilatation of Glass at High Temperatures, Washington D. C.
- [**Petz1993**] Petzoldt J, Lentes F.TH (1993), Glasses and glass ceramic materials for modern optical application, Prom Galileo's "Occhialino" to Optoelectronics, ed. by P.Mazzoldi, World Scientific, Singapore, 229-246.
- [**Phil1977**] Phillips K, Crimes G.M, Wilshaw T.R (1977), On the mechanism of material removal by free abrasive grinding of glass and fused silica, Wear Journal 41: 327-350.
- [**Pich2017**] Piché F, Maloney C, VanKerkhove S, et al (2017), New high-precision deep concave optical surface manufacturing capability, Proc SPIE 10448. DOI: 10.1117/12.2279809.
- [**Pinc1964**] Pincus A.G (1964), Glass compositions and methods of making same, US Patent No. 2 359 789.
- [**Poli1991**] Policove H, Moore T.M (1991), Optics manufacturing technology moves towards automation, Laser Focus World 27 : 145–149.

- [Poul1975]** Poulain M, Lucas J (1975), Verres fluorés au tétrafluorure de zirconium. Propriétés optiques d'un verre dopé au Nd<sup>3+</sup>, *Material Research Bulletin*. 10 (4) : 243–246.
- [Pres1921]** Preston F.W (1921), The Structure of abraded glass surfaces, *Transactions of the Optical Society Journal* 22 : page.141.
- [Pres1927]** Preston F.W (1927), The theory and design of plate glass polishing machine, *Journal of Society Glass Technology* 11 : N°44 : 214–256.
- [Pres1930]** Preston F. W (1930), Discussion on The Strength of Glass Containing Cracks, *Journal of Society of Glass Technology* 14 : N°3 : 37-38.
- [Putt1989]** Puttick K.E et al. (1989), Single point diamond machining of glasses, *Proc. R. Soc. London*. 426: 19-30.
- [Ravi2012]** Ravindra D, Ghantasala MK, Patten J (2012), Ductile mode material removal and high-pressure phase transformation in silicon during micro-laser assisted machining, *Precising Engineering Journal* 36:364–367.
- [Raws1980]** Rawson H (1980), Properties and application of glass, *Glass Science and Technology journal* : 3, Elsevier, Amsterdam.
- [Rayl1903]** Rayleigh Lord J.W.S (1903), *Scientific papers*, University Press, Cambridge 4 : 54-74.
- [Reit1972]** Reitmayer F, Schuster E (1972), Homogeneity of optical glasses, *Applied Optics* 11 :1107-1111.
- [Rob1989]** Rob L (1989), Integrated optical components in substrate glasses, *Glastechn. Ber* 62 : 285-297.
- [Rupp1972]** Rupp I (1972), loose abrasive grinding of optical surfaces, *Journal of Applied Optics* 11 : page.2797.
- [Rupp1974]** Rupp W.J (1974), Mechanism of the diamond lapping process, *Applied Optics Journal* 13 : 6 :1264–1269.
- [Saka1973]** Sakata (1973), Effect des différents facteurs sur le processus de polissage des verres, *Verres Réfractifs* 27 : 481 : 218-225.
- [Sang1987]** Sanger GM. The precision machining of optics. *Applied Optics Optical Engineering Journal* 1987; 10: 251–390.
- [Schi2004]** Schindler A, Haensel T, Nickel A, et al (2004), Finishing procedure for high-performance synchrotron optics, *Proc SPIE* 64–72.
- [Schi2004]** Schindler A, Haensel T, Nickel A, Thomas H.J, Lammert H, Siewert F (2004), Finishing procedure for high-performance synchrotron optics, *Optical science and technology, SPIE's 48th annual meeting, International Society for Optics and Photonics* 5180 : 64–72.

- [Scho1979]** Schroeder J (1979), Light scattering of glass, Treatise on Materials Science and Technology Journal, Academic Press, New York 17: 115-172.
- [Scho1988]** Scholze H (1988), Glas, Natur, Struktur und Eigenschaften, Springer, Berlin, Heidelberg, 181-199.
- [Scho1991]** Scholze H (1991), Glass Nature, Structure, and Properties, edition Springer-Verlag New York.
- [Scho1992]** Schott O (1992), Catalogue of Optical Glasses, Optical Glass, Mainz 23 : N° 10.
- [Shan1958]** Shand E.B (1958) , Glass Engineering Handbook , McGraw-Hill, New York, 22-23.
- [Shar1951]** Shartsis L, Spinner S (1951) , Viscosity and Density of Molten Optical Glasses, Journal of Research of the National Bureau of Standards 46 :No.3: page.2190.
- [Shel2005]** Shelby J.E (2005), Introduction to Glass Science and Technology, Second Edition, edition The Royal Society of Chemistry (RSC Paperbacks Series), New York State College of Ceramics at Alfred University School of Engineering, Alfred, NY, USA chapitre : 3.
- [Shi2013]** Shi F, Shu Y, Dai Y, et al (2013), Magnetorheological elastic supersmooth finishing for high-efficiency manufacturing of ultraviolet laser resistant optics, Journal of Optics Engineering 52: 075104–075104.
- [Shin1983]** Shinker M.G, Doll W (1983), Basic investigation into the high-speed processing of optical glasses with diamond tool, Pro. SPIE 381: 33-38.
- [Shin1984]** Shinker M.G, Doll W (1984), Investigation Of The Removal Processes And Mechanisms In Diamond Tools, Industrie Diamanten Rundschau 18 : 4 : 3-11.
- [Shin1987]** Shinker M.G, Doll W (1987), turning of optical glass at room temperatures, Proc. SPIE802:70-80.
- [Shin1990]** Shinmura T, Takazawa K, Hatano E, et al (1990), Study on magnetic abrasive finishing, CIRP Annual of Manufacturing Technology 39 :325–328.
- [Sidp2014]** Sidpara A (2014), Magnetorheological finishing: A perfect solution to nanofinishing requirements, Optics Engineering 53: 092002.
- [Snit1961]** E. Snitzer E (1961), Optical laser action of Nd<sup>3+</sup> in a barium crown glass, Physics Reviw Letters 7 : 444-446.
- [Spur1980]** Spur G, Stoferle T (1980), Handbuch der Fertigungstechnik. Spanen, Band 3=2: Munchen: Hanser-Verlag.
- [Stah2001]** Stahli A.W (2001), Die Lapp-Technik. Firmendruckschrift der A.W. Stahli AG.Schweiz: Pieterlen.



- [Steinert1984]** Steinert J, Tittelbach G (1984), Streulichtuntersuchungen an optischen farblosen Glasern, Silikattechnik Journal 35: 186-190.
- [Su2016]** Su J, Cheng H, Wen Y, et al (2016), Investigation into the mechanism for ultra smooth electrorheological finishing using wheel-like finishing tool, Journal of Material Process Technology 238 : 124–131.
- [Sura2010]** Suratwala T.I, Feit M.D, Steele W.A (2010), Toward deterministic material removal and surface figure during fused silica pad polishing, Journal of the American Ceramic Society 93 : N°5 : 1326–1340. DOI:10.1111=j.1551-2916.2010.03607.x.
- [Sura2014]** Suratwala T, Feit M, Steele W, Wong L, Shen N, Dylla-Spears R, Desjardin R, Mason D, Geraghty P, Miller P, Baxamusa S (2014), Microscopic removal function and the relationship between slurry particle size distribution and workpiece roughness during pad polishing, Journal of the American Ceramic Society 97 : N°1 : 81–91. DOI:10.1111=jace.12631.
- [Sura2015]** Suratwala T, Steele W, Wong L, Feit M.D, Miller P.E, Dylla-Spears R, Shen N, Desjardin R (2015), Chemistry and formation of the Beilby layer during polishing of fused silica glass, Journal of the American Ceramic Society 98 : N°8 : 2395–2402. DOI:10.1111=jace.13659.
- [Taka1982]** Takata M et al. (1982), Effect of water content on mechanical proprieties of Na<sub>2</sub>O-SiO<sub>2</sub> glasses, Communication American ceramic society : page.156-157.
- [Tate2006]** Tateishi T, Gao Q, Tani Y, Yanagihara K, Sato H (2006), Development of a high-porosity fixed-abrasive pad utilizing catalytic effects of TiO<sub>2</sub> on polyurethane matrix, Annal. CIRP 55 : 321-324.
- [Thom1922]** Thomson E (1922), The mechanics of optical polishing, Journal of American Society of Optics 6 : 843-847.
- [Tian2013]** Tian Y.B, Zhong Z.W, Lai S.T, Ang Y.J (2013), Development of fixed abrasive chemical mechanical polishing process for glass disk substrates, International Journal of Advanced Manufacturing Technology 68: 993–1000. DOI 10.1007/s00170-013-4890-4.
- [Trai1956]** Train D (1956) An investigation into the compaction of powder. Journal of Pharmacal 8:745–761. <https://doi.org/10.1111/j.2042-7158.1956.tb12206.x>
- [Uhlmann1983]** Uhlmann D.R, Kreidl N.J (1983), Edition: Glass Science and Technology, Vol. 1: Glass Forming Systems, Academic Press, New York.
- [Vaclavik2013]** Vaclavík J, Doleček R, Lédl V, et al (2013), Experimental study on SPDT machining of Gallium Phosphide, Proc SPIE 8884: 88842.

- [**Van2000**] Van der Velden P (2000), Chemical mechanical polishing with fixed abrasives using different subpads to optimize wafer uniformity, *Microelectronics Engineering Journal* 50 : 41-46.
- [**Vand1982**] Vander Voort G.F (1982), *Metallography Principles and Practice*, Mc Graw Hill Inc, page.100.
- [**VanV1992**] Van Vingerden J, H.J. Frankena H.J, Van der Zwan B.A (1992), Production and measurement of superpolished surfaces, *Optics Engineering Journal* 31 : 1086-1092.
- [**Verm2006**] Verma Y, Chang A.K, Berrett J.W, Futtere K, Gardopee G.J, Kelley J, Kyler T et al. (2006), Rapid damage-free shaping of silicon carbide using Reactive Atom Plasma (RAP) processing, *Proc. SPIE* 6273, 62730B.
- [**Voge1992**] Vogel W (1992): *Glaschemie*, 3rd edition, Springer, Berlin, Heidelberg, page.467.
- [**Wang2007**] Wang H, Zhang F, Zhao H, et al (2007), Study on optical polishing of optical glass by means of ultrasonic-magnetorheological compound finishing, *Proc SPIE* 6722 : 67221P1–67221P5.
- [**Wang2009**] Wang X, Zhang X.J (2009), Theoretical study on removal rate and surface roughness in grinding an RB-SiC mirror with a fixed abrasive, *Applied Optics Journal*: 48 :5: 904-910.
- [**Wang2009a**] Wang X, Zhang X.J (2009), Study on experiment of grinding SiC mirror with fixed abrasive, *Proc. SPIE* 7282 :72820K-1.
- [**Wang2018**] Wang J, Li Z, Zhu Y et al. (2018), Effect of Abrasive Particle Size on Lapping of Sapphire Wafer by Fixed Abrasive Pad, *Key Engineering Materials Journal* 764 : 106-114. doi:10.4028/www.scientific.net/KEM.764.106.
- [**Wapl1987**] Wapler H, Juchem H.O (1987), *Diamond Abrasives For Machining Glass*, *Indian Diamond Review* 4 : 159-162.
- [**Warr2008**] Warren M (2008) *Diamond-Turned Optics Manufacturing and Precision Mechanical Metrology*. *Optics and Photonics News* 19: 18–21. <https://doi.org/10.1364/OPN.19.3.000018>.
- [**Webe1991**] M.J. Weber M.J (1991), Optical properties of glasses, *Materials Sciences and Technology Journal, Glasses and Amorphous Materials*, VCH, Weinheim 9: 619-664.
- [**Webs2004**] Webster J, Tricard M (2004), Innovations in Abrasive Products for Precision Grinding, *CIRP Annals* 53: Issue 2:597-617. [https://doi.org/10.1016/S0007-8506\(07\)60031-6](https://doi.org/10.1016/S0007-8506(07)60031-6).

- [**Wink1894**] Winkelmann A, Schott O (1894), Über die thermischen Widerstandskoeffizienten verschiedener Glaser in ihrer Abhängigkeit von der chemischen Zusammensetzung, *Annal Physics* 51: 730-746.
- [**Www1**] <https://www.moresuperhard.com/superabrasive-grinding-wheels>
- [**Www2**] <https://www.dopa-diatools.com/project/schleif-und-polierpellets>
- [**Xie1996**] Xie Y, Bhushan B (1996) Effects of particle size, polishing pad and contact pressure in free abrasive polishing. *Wear Journal* 200:281–295. [https://doi.org/10.1016/S0043-1648\(96\)07275-4](https://doi.org/10.1016/S0043-1648(96)07275-4).
- [**Yan1993**] Yan M.F (1993), Optical fiber processing: Science and Technology, *American Ceramic Society Journal* 72 : No.5, 107-119.
- [**Yin2009**] Yin S, Ohmorib H, Ueharab Y, et al (2009), Ultra-precision finishing process integrated ELID-grinding and MRF for BK glass, *Proc SPIE* 7282: 72821X.
- [**Yosh1969**] Yoshikawa H (1969), Brittle–ductile behaviour of crystal surface in finishing. *Journal Japan Soc Prec Eng* 35: 662–667.
- [**Yu2015**] Yu J, Yuan W, Hu H, Zang H, Cai Y, Ji F (2015), Nanoscale friction and wear of phosphate laser glass and BK7 glass against single CeO<sub>2</sub> particle by AFM, *Journal of the American Ceramic Society* 98 :N°4 : 1111–1120. DOI:10.1111=jace.13356.
- [**Yuan2003**] Yuan J.L and al (2003), Lapping and polishing process for obtaining super-smooth surfaces of quartz crystal, *Journal of Materials Processing Technology* 138 : 116–119.
- [**Yuan2016**] Yuan W, Lee WB, Chan CY and Li LH (2016), Force and spatial profile analysis of surface generation of single point diamond turning, *Proceeding of 16th International Conference of the European Society of Precision Engineering and Nanotechnology, EUSPEN*.
- [**Zhan2008**] Zhang L, Zhao YW, He XS, et al (2008), An investigation of effective area in electrorheological fluid-assisted polishing of tungsten carbide, *International Journal of Machining Tools Manufacturing* 48: 295–306.
- [**Zhan2009**] Zhang Y, Zhang F, Zhang G, et al (2009), Research on NC interpolation algorithm for rotary symmetric aspheric ultrasonic-magnetorheological compound finishing. *Journal Vacuum Science Technology* 27: 1509–1513.
- [**Zhan2015**] Zhang SJ, To S, Zhu ZW, Zhang GQ (2015), A review of surface roughness generation in ultra-precision machining, *International Journal of Machining Tools and Manufacturing* 91:76–95.
- [**Zhon2016**] Zhong X, Hou X and Yang J (2016), Super-smooth processing x-ray telescope application research based on the magnetorheological finishing (MRF) technology, *Proc SPIE* 9963:99630M.

- [Zhon2017]** Zhong X, Fan B and Wu F (2017), High precision processing CaF<sub>2</sub> application research based on the magnetorheological finishing (MRF) technology, Proc SPIE 10448: 104481Y.
- [Zhou2002]** Zhou L, Kawai S, Honda M, Shimizu J, Eda H, Yakita K (2002), Research on Chemo-Mechanical-Grinding (CMG) of Si wafer 1st report: development of CMG wheel, J. Jpn. Soc. Prec. Eng 68 : 1559-1563.
- [Zhou2009]** Zhou L, Shiina T et al. (2009), Research on chemo-mechanical grinding of large size quartz glass substrate, Prec. Eng. 33 : 499-504.
- [Zhou2014]** Zhou C, Zhang Q, He C, Li Y (2014), Function of liquid and tool wear in ultrasonic bound-abrasive polishing of fused silica with different polishing tools, Optik - International Journal for Light and Electron Optics 12: N°15: 4064-4068. Doi: 10.1016/j.ijleo.2014.01.113
- [Zuo2009]** Zuo D, Sun Y et al. (2009), Basic research on polishing with ice bonded nanoabrasive pad, Journal of Vacuum Science Technology B 27: 1514-1519. The Society of Glass Technology 14 : N°3 : 37-38.

## Résumé

Ce travail vise à produire des pastilles à base de grains abrasifs d'alumine et de grains d'oxyde de cérium liés dans une matrice de liant organique (Poix) à haute résistance à l'usure et longévité, pour améliorer la qualité des surfaces optiques et atteindre une transmittance élevée. La combinaison de matières premières utilisées et le protocole expérimental suivi nous ont permis de produire des pastilles en grande quantité de manière répétitive, à moindre coût et avec un impact environnemental réduit par rapport au procédé conventionnel avec des grains abrasifs libres. Les résultats indiquent que ces pastilles ont une structure interne homogène et une porosité appréciable ; ceci contribue au prolongement de leur durée de vie qui varie entre 12 et 74 heures selon le type de pastilles. Le processus de doucissage et de polissage avec les pastilles fabriquées est effectué sur des échantillons de verre optique crown. Une valeur finale de rugosité quadratique moyenne (RMS) de 6 nm a été obtenue ; de plus, un taux d'enlèvement de matière de 2,69 % pour les échantillons de verre a été obtenu conduisant à une transmittance de 92 %, ce qui est relativement très satisfaisant.

**Mots clés :** Usure des pastilles, Finition, Grains abrasifs d'alumine, Verre optique

## Abstract

This work aims to produce pellets based on alumina abrasive grains and cerium oxide grains bonded into a pitch organic binder matrix with high wear resistance and longevity, to enhance the quality of optical surfaces having a high transmittance. The used combination of raw materials and the followed experimental protocol allowed us to produce pellets in large quantities repeatedly, at a lower cost, with a reduced environmental impact compared to the conventional process with loose abrasive grains. The results indicate that these pellets have a homogeneous internal structure and an appreciable porosity; this contributes to the increase in their lifetime to 74 h in the instance of the 3- $\mu$ m pellet. The lapping and polishing process with the manufactured pellets is carried out on crown optical samples. A final mean square roughness (RMS) value of 6 nm was achieved; also, 2.69% material removal rate for the glass samples was obtained leading to a transmittance of 92% which is relatively very satisfactory.

**Key words:** Pellet, Pellet wear, Finishing, Alumina abrasive grains, Optical glass

## ملخص

يهدف هذا العمل إلى إنتاج اقراص تعتمد على حبيبات الألومينا الكاشطة وحبيبات أكسيد السيريوم المترابطة بمادة عضوية ذات مقاومة عالية للتآكل وطول العمر، لتحسين جودة الأسطح الزجاج البصري ذات النفاذية العالية. سمح لنا الجمع بين المواد الخام والبروتوكول التجريبي المتبع بإنتاج اقراص بكميات كبيرة بشكل متكرر وبتكلفة أقل مع تأثير بيئي أقل مقارنة بالعملية التقليدية باستخدام الحبوب الكاشطة المنفردة. تشير النتائج إلى أن هذه الاقراص لها بنية داخلية متجانسة ومسامية ملحوظة؛ هذا يساهم في زيادة عمرها إلى 74 ساعة في حالة القرص ذو الحبيبات ذات الحجم 3 مايكرومتر. يتم إجراء عملية الصقل والتلميع باستخدام الكريات المصنعة على عينات من الزجاج البصري. تم تحقيق قيمة نهائية متوسطة لخشونة السطح تبلغ 6 نانومتر؛ أيضًا، تم الحصول على 2.69% من معدل إزالة المواد لعينات الزجاج مما أدى إلى نفاذية او شفافية السطح بقيمة 92% وهي نسبة مرضية نسبيًا.

**الكلمات المفتاحية:** الاقراص، التآكل الحبيبي، الصقل والتلميع، حبيبات الألومينا الكاشطة، الزجاج البصري