

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

Université de Mohamed El-Bachir El-Ibrahimi - Bordj Bou Arreridj

Faculté des Sciences et de la technologie

Département Génie Mécanique

Mémoire

Présenté pour obtenir

LE DIPLOME DE MASTER

FILIERE : Génie Mécanique

Spécialité : Génie des matériaux

Par

- **ABAI SAKINA**
- **BENSEFIA NESRINE**

Intitulé

*Détermination des propriétés physiques des matériaux fragiles:
Applications sur les verres optiques , verres céramiques et les céramiques
polycristallines* □

Soutenu le : ... / ... / 2022

Devant le Jury composé de :

<i>Nom & Prénom</i>	<i>Grade</i>	<i>Qualité</i>	<i>Etablissement</i>
<i>M. DAOUD salah</i>	<i>Pr</i>	<i>Président</i>	<i>Univ-BBA</i>
<i>M. BENTOUMI Mohamed</i>	<i>MCA</i>	<i>Encadreur</i>	<i>Univ-BBA</i>
<i>M. BENAÏSSA Salim</i>	<i>MRA</i>	<i>Co-Encadreur</i>	<i>CDTA</i>
<i>M. DAIRI Walid</i>	<i>MAA</i>	<i>Examineur</i>	<i>Univ-BBA</i>

Année Universitaire 2021/2022

Sommaire :

Liste des Tableaux

Liste des figures

Remerciement

Introduction générale

Chapitre I: Généralités sur les matériaux fragiles

1.1 Définition d'un matériau	1
1.2 Matériaux fragiles	1
1.2.1 Terminologie	1
1.2.2 Classement	2
1.2.3 Comportement fragile	2
1.2.4 Évaluation de la fragilité	2
1.2.5 Facteur affectant la fragilité	3
1.3 Verres et céramiques	4
1.3.1 Historique du verre et céramique	4
1.3.2 Verre optique	5
1.3.2.1 Définition	5
1.3.2.2 Structure et principe du verre optique	5
1.3.2.3 Différents types de verre optique	6
1.3.2.4 Composition du verre optique	7
1.3.2.5 Propriétés physiques du verre	8
1.3.2.6 Fabrication du verre optique	10
1.3.2.7 Applications	10
1.3.3 Céramiques polycristallines	10
1.3.3.1 Définition	11
1.3.3.2 Types de céramique polycristalline	11
1.3.3.3 Propriétés physiques	12
1.3.3.4 Procédé de fabrication d'une céramique polycristalline	12
1.3.3.5 Applications	13
1.3.4 Vitrocéramiques	13
1.3.4.1 Définition	13
1.3.4.2 Procédé de synthèse d'une vitrocéramique	13
a) Dévitrification	13
b) Synthèse par chimie douce:	15
1.3.4.3- Propriétés physiques des vitrocéramiques :	16

1.3.4.4-Applications de la vitrocéramique :.....	18
--	----

Chapitre II :L'indentation

2.1 Historique.....	20
2.2 Techniques d'indentation	21
2.2.1 Notion de dureté	22
2.2.2 Élasticité	31
2.2.3 Principe d'indentation.....	21
2.2.3.1 Indentation conventionnelle	21
a) Mesure de la dureté.....	22
b) Mesure de la ténacité :	30
2.2.3.2 Indentation instrumentée.....	32
1) Introduction.....	32
2) Dispositifs d'indentation instrumentée	33
3) Séquences de l'indentation Vickers :.....	34

Chapitre III :Résultats expérimentaux et discussions

3.1 Introduction	37
3.2 Matériaux et méthodes.....	37
3.2.1 Matériaux utilisés	37
3.2.2 Sable utilisé	39
3.3 Équipements et essais réalisés	39
3.3.1 Nettoyage.....	39
3.3.2 Polissage	40
3.3.3 Caractérisation de la surface à l'aide d'un Profilomètre	41
a) Principe d'un profilomètre	41
3.3.4 Spectroscopie UV-Visible.....	42
3.3.5 Technique d'indentation	43
3.3.5.1 Moyens utilisés	43
A/ Machine macro-indentation	43
B/ Dispositif de sablage	44
C/ Réfractomètre d'Abbé.....	45
3.3.5.2 Caractérisations mécaniques et optiques	45
3.3.5.2.1 Caractérisations mécaniques	45
01/ Mesure de la densité apparente.....	45
02/Dureté	46

04/ Ténacité	47
3.3.5.2.2 Caractérisations optiques	48
01/ Transmission optique en ligne RIT	48
02/ Gap optique.....	48
03/Microscope optique	50
3.3.5.3 Résultats obtenus	51
3.3.5.3.1 État de surface (rugosité)	51
3.3.5.3.2 Densité	51
3.3.5.3.3 Dureté	52
3.3.5.3.4 Module d'Young	53
3.3.5.3.5 Facteur d'intensité de contrainte (Ténacité)	54
3.3.5.3.6 Résultats optique (sablage)	56
3.3.5.3.7 Transmission optique en ligne RIT	59
a)Transmission avant sablage45°	59
b)Transmission après sablage45°	60
c) Coefficient de diffusion optique	60
d)Gap optique	61
e)Indice de réfraction	62
Conclusion.....	64
Perspectives.....	63
Résumé	72
Références :	66

Liste des Tableaux

CHAPITRE I : Généralités sur les matériaux fragiles

Tableau 1.1 : Quelques types de verres optiques et leurs compositions chimiques.....	7
Tableau 1.2 : Quelques propriétés physiques du verre crown et verre flint	10
Tableau 1.3 : Propriétés mécaniques de quelques types des céramiques polycristallines	12
Tableau 1.4 : Caractéristiques mécaniques de verres, céramiques et vitrocéramiques	17

CHAPITRE II :L'indentation

Tableau 2.1 : Description des principaux essais d'indentation	29
Tableau 2.2 : Caractéristiques des appareils d'indentation CSM &Ltd	34

CHAPITRE III: Résultats expérimentaux et discussions

Tableau 3.1 : Composition chimiques des verres utilisé	37
Tableau 3.2 : Analyse de l'alumine selon la fiche technique du fournisseur.	Erreur ! Signet non défini.
Tableau 3.3 : Équations utilisées pour le calcul de la ténacité KIc	47
Tableau 3.4: Rugosité de surface.....	51
Tableau3.5 :Densité de chaque échantillon	52
Tableau 3.6 : Propriétés mécaniques du verre Flint	54
Tableau 3.7 :Propriétés mécaniques du verreCrown.	54
Tableau 3.8 : Propriétés mécaniques du vitrocéramique.....	55
Tableau3.9 : Propriétés mécaniques du céramique polycristallin.	55
Tableau 3.10 : Différentes surfaces d'échantillons avant et après le sablage	56
Tableau 3.11 : Gap optique des échantillons.....	62
Tableau 3.12 : Indice de réfraction des échantillons	61

Liste des figures

CHAPITRE I : Généralités sur les matériaux fragiles

Figure 1.1 : Principales familles de matériaux	1
Figure 1.2 : Faciès de rupture fragile (verre).....	1
Figure 1.3 : Courbe de contrainte en fonction de la déformation en Comportement fragile.....	2
Figure 1.4 : Courbe de traction typique pour un matériau fragile(contrainte en fonction de la déformation	3
Figure. 1.5 : Représentation schématique de la structure du verre de silice	6
Figure. 1.6 : Fiche représentative del'indice de réfraction en fonction du nombre d'Abbe.....	8
Figure. 1.7 : Représentation de la Courbe de transmission du verre optique.....	9
Figure 1.8: Principe d'indentation Vickers	9
Figure 1.9 :Types de céramique polycristalline	11
Figure 1.10: Schéma du procédé de synthèse d'une vitrocéramique.....	14
Figure 1.11:Évolutions des taux de nucléation homogène et de croissance cristalline en fonction de la température pour les vitrocéramiques	14
Figure 1.12: Représentation de la morphologie d'une vitrocéramique résultant :	15

CHAPITRE II :L'indentation

Figure 2.1 : Schéma représentant le principe de la dureté Brinell [.....	24
Figure 2.2 : Schéma du principe de la dureté Rockwell HRB (échelle B, bille en acier).....	25
Figure 2.3 : Schéma du principe de la dureté Rockwell HRC.....	26
Figure 2.4 : Schéma du principe de la dureté Knoop HK.....	27
Figure 2.5 : Schéma représentatif la géométrie de l'indenteur Berkovich	27
Figure 2.6:L'indenteur en diamant de forme pyramidale de 136°	28
Figure 2.7: Schéma du principe de la dureté Vickers.....	29
Figure 2.8 : la géométrie de fissures en indentation Vickers.....	31
Figure 2.9 : Courbe charge – déplacement d'un essai d'indentation instrumentée.	32
Figure 2.10. : Illustration schématique du système d'indentation instrumentée	33
Figure 2.11: Représentation schématique des séquences et des systèmes de fissuresd'un verre induits par indentation Vickers	35

CHAPITRE III:Résultats expérimentaux et discussions

Figure 3.1 : Échantillons des quatres nuances étudiés :	38
Figure 3.2 : Image représentant le sable utilisé	39
Figure 3.3 : Illustration du principe de nettoyage des échantillons	40
Figure 3.4:Machine de polissage et matériel utilisés.....	41
Figure 3.5: ProfilomètreTAYLOR HASON	42
Figure 3.6: Spectrophotomètre UV-Visible utilisé.....	43
Figure 3.7: Machine d'indentation instrumentée Zwick ZHU 2.5	44
Figure 3.8 : Dispositif de sablage utilisé.	44
Figure 3.9: Réfractomètre d'Abbé utilisé.....	45

Figure 3.10: Illustration du montage de mesure de la densité	46
Figure 3.11: Courbes charges-décharges du verre Crown pour les différentes charges d'indentation appliquées.....	54
Figure 3.12 : Courbe charge-décharge d'un essai d'indentation instrumentée sur un matériau.	47
Figure 3.13: Les différentes bandes d'énergie	49
Figure 3.14: Exemple de détermination du gap d'énergie par l'extrapolation	50
Figure 3.15: Microscope optique MEIGI TECHNO MT 8500	51
Figure 3.16: Graphiques de densité.....	52
Figure 3.17 :Variation de la dureté Vickers en fonction de la charge d'indentation.....	53
Figure 3.18 :la variation du module élastique en fonction de la charge d'indentation.....	53
Figure 3.19: Variation de la ténacité en fonction de la charge d'indentation :.....	56
Figure 3.20 : variation du Spectres de transmission optique en ligne (RIT) avant et après sablage 45° des échantillon: (a) Flint ; (b) Crown ;(c) Vitrocéramique; (d) Polycristallin.	58
Figure 3.21 : variation du Spectres de transmission optique en ligne (RIT) avant et après sablage 90° des échantillon: (a) Flint ; (b) Crown ;(c) Vitrocéramique; (d) Polycristallin	59
Figure 3.22 : Spectres de transmission optique en ligne (RIT) avant sablage.....	60
Figure 3.23 : Spectres de transmission optique en ligne (RIT) après sablage 45°.	60
Figure 3.24 :Variation de coefficient de diffusion optique en fonction de la longueur d'onde des échantillons utilisés	61
Figure 3.25 :Largeur de la bande interdite :	62
Figure 3.26 : Évolution de l'indice de réfraction de polycristallin en fonction de la longueur d'onde d'émission	63



Remerciment

REMERCIEMENT

Tout d'abord, Sans l'aide de Dieu le plus puissant et le miséricordieux. Le travail présenté dans ce manuscrit n'aurait pas été accompli.

*Je remercie mon encadreur docteur **BENTOUMI mohamed** et aussi au docteur **BENAISSA Salim** mon Co-encadreur.*

Mes remerciements vont aussi aux membres de jury qui accepté et ont pris le soin d'évaluer ce modeste travail.

Ma gratitude et mes remerciements vont aussi aux techniciens laboratoire d'Optique Appliquée (LOA) de l'Institut d'Optique et Mécanique de Précision et (LMN) de Sétif,

Je remercie toutes les personnes, et chercheurs au sein du laboratoire, qui m'ont accordé leur aide avec beaucoup de compétence.

*Un énorme merci à Mr. **W. DAIRI** pour son aide, et ses conseils.*

Enfin je remercie tous ceux qui de près ou de loin m'ont permis de mener ce travail à son terme.



Introduction générale

Introduction générale

Le verre est un matériau omniprésent dans notre vie quotidienne, il est utilisé dans de nombreux domaines à cause de ces différentes propriétés optiques, mécaniques et chimiques qui sont également très diverses. De nombreuses recherches et travaux ont été publiés sur la caractérisation de ces propriétés pour les matériaux fragiles tels que les céramiques et les verres.

L'indentation est une nouvelle technique utilisée pour déterminer les propriétés mécaniques d'un matériau à savoir : la dureté H , Module d'Young E et la ténacité, KIc .

Pour déterminer les propriétés optiques et mécaniques, l'état de surface d'un matériau exige une surface plane, polie et un équipement expérimental adéquat pour mesurer la taille des fissures formées par différentes relations en fonction des hypothèses faites sur la géométrie des fissures.

En effet, notre recherche a été réalisée dans le laboratoire d'Optique Appliquée (LOA) de l'Institut Optique et Mécanique de Précision et Laboratoire de Mécanique de Normandie (LMN) et Unité de Recherche Matériaux Émergents Université de FERHAT ABBAS de Sétif. Nous avons mené en premier lieu à une étude approfondie sur les matériaux fragiles tels que : Crown, Flint, Vitrocéramiques, Polycristallin. En deuxième lieu, nous déterminons les propriétés avec la comparaison des résultats obtenus sur ces différents verres.

Ce mémoire s'articule autour de trois chapitres :

Le premier chapitre est consacré à une description générale des matériaux fragiles, nous distinguons quelques notions, historiques, définitions, domaine d'application, structures et toutes leurs propriétés physiques.

Le deuxième chapitre consiste à une synthèse bibliographique sur la technique d'indentation instrumentée (principe, aspects théoriques). Connaître les différents types de la dureté (Vickers, Brinell, Rockwell, ...) et ainsi le calcul de la ténacité (relation, géométrie des fissures).

Le troisième chapitre se divise en deux :

- La première partie, décrit les matériaux et les moyens utilisés pour la préparation des échantillons étudiés aux différents procédés de fabrication à savoir : rodage, polissage, sablage, etc. Et détermination des caractéristiques mécaniques (la dureté H_v , d'élasticité E ...) et optiques (transmission lumineuse, l'évolution du gap optique) des matériaux étudiés.

- La deuxième partie, est consacrée à la discussion sur les résultats obtenus comparativement durant la caractérisation mécanique et optique de ces échantillons étudiés.

Et finalement, une conclusion générale soulignera les résultats les plus marquants de ce travail.

Chapitre I

Généralités sur les matériaux fragiles

1.1 Définition d'un matériau

Un matériau est défini comme étant une matière d'origine naturelle ou artificielle que l'homme façonne pour en faire des objets. Il est donc une matière de base sélectionnée en raison de propriétés particulières et mise en œuvre en vue d'un usage spécifique. La nature chimique, la forme physique (phases en présence, granulométrie et forme des particules, par exemple), l'état de surface, des différentes matières premières qui sont à la base des matériaux confère à ceux-ci des propriétés particulières. Il existe quatre grandes familles de matériaux Figure 1.1 [1,2].

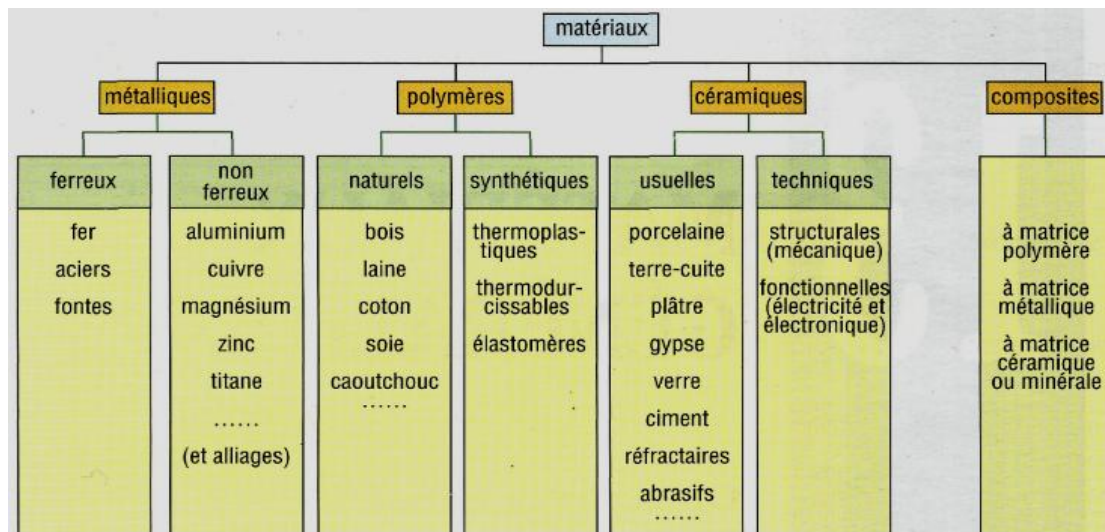


Figure 1.1 : Principales familles de matériaux[1]

1.2 Matériaux fragiles

1.2.1 Terminologie

Le terme fragile fait référence à des matériaux faciles à casser ou à fissurer. Le matériau se brise lorsqu'une contrainte est appliquée. Ce matériau fragile a une tendance à se casser sans aucune déformation. Par conséquent, il ne peut pas être étiré comme le matériau ductile. Les matériaux ductiles se déforment à ce stade tandis que les matériaux fragiles se séparent [3] (Fig 1.2).



Figure 1.2 : Faciès de rupture fragile (verre)[3]

1.2.2 Classement

Les matériaux peuvent être classés en deux catégories : des matériaux malléables déformables avant de se rompent comme les alliages métalliques, les polymères,..etc. et ceux, comme les oxydes, les carbures, les sulfures, les matériaux cimentaires, les verres. qui sont au contraire fragiles [3].

1.2.3 Comportement fragile

Un matériau est dit fragile lorsqu'il se casse brutalement et sans prévenir. La courbe contrainte déformation reste linéaire jusqu'à la rupture car toute l'énergie élastique emmagasinée est libérée en une seule fois. Du point de vue comportement en déformation, un matériau fragile casse dans le domaine élastique, il n'est pas ductile. On a donc un faciès de rupture présentant une surface lisse qui,

- est non plane dans le cas d'un matériau amorphe ;
- se compose de facettes lisses si le matériau est cristallin, soit ce sont les joints de grain (fragilité inter-granulaire), soit ce sont des plans denses du cristal (clivage).

Ainsi, dans les matériaux à liaisons covalentes les angles entre atomes ne peuvent guère varier (liaisons directionnelles), la déformation plastique de ces matériaux est à peu près impossible : ils sont fragiles ; par conséquent un tel matériau soumis à une contrainte se rompt généralement de façon fragile par bris de liaisons, sans qu'il y ait possibilité d'un déplacement permanent des atomes les uns par rapport aux autres. Cette fragilité est aussi une propriété des matériaux à liaisons ioniques[4,6]

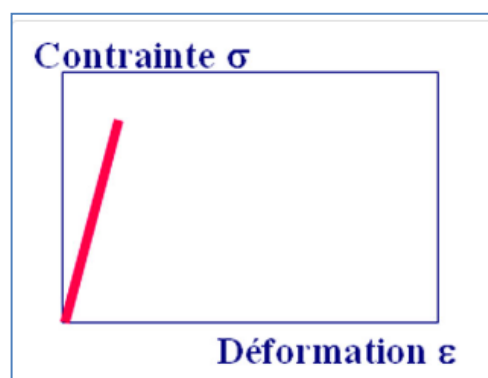


Figure 1.3 : Courbe de contrainte en fonction de la déformation en Comportement fragile[4]

1.2.4 Évaluation de la fragilité

La fragilité d'un matériau peut s'évaluer en plusieurs essais, on cite :

a) Par un essai de traction uni axial

-Dans le cas d'un matériau fragile, la rupture survient en fin de domaine élastique.

La surface de rupture est globalement perpendiculaire à l'axe de traction. L'allongement à la rupture est nul ou très faible.

-On ne peut déduire de la courbe que le module de Young E , et la résistance à la traction R_m .

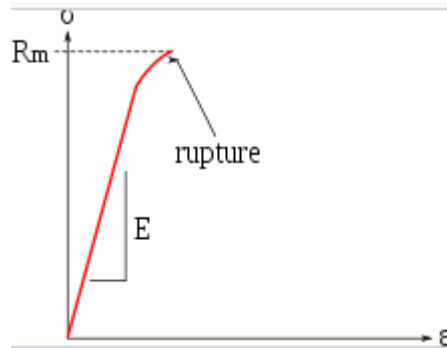


Figure 1.4 : Courbe de traction typique pour un matériau fragile (contrainte en fonction de la déformation) [3]

b) Par un essai de flexion choc Charpy

La connaissance des caractéristiques mécaniques déduites de l'essai de traction peut être insuffisante, puisque des ruptures peuvent être obtenues en dessous de la limite élastique dans des conditions particulières qui rendent le matériau fragile. L'étude élémentaire de la mécanique de la rupture montre que la rupture dépend de deux grandeurs : la contrainte appliquée σ et la dimension l des microfissures. Ces deux grandeurs sont combinées dans le facteur d'intensité des contraintes K . La rupture se produit lorsque l'on atteint la valeur critique KC , le matériau fragile présente une faible énergie de rupture KC [8]

c) Par un essai de ténacité

La ténacité est définie comme étant la capacité d'un matériau à résister à l'initiation et à la propagation des fissures préexistantes.

La ténacité peut être considérée comme l'une des plus importantes propriétés des matériaux fragiles. Le comportement fragile à la température ambiante des verres est attribué à une faible ténacité. Elle dépend de la géométrie de la pièce, de la taille des fissures existantes et du mode de chargement.

La ténacité est quantifiée par le facteur intensité de contrainte critique K_{Ic} [3].

1.2.5 Facteur affectant la fragilité

Le facteur de fragilité ou ténacité dépend non seulement des forces de liaison entre les atomes, mais également de l'apport d'éventuels phénomènes dissipateurs d'énergie : plasticité, microfissuration, transformation de phase, recristallisation dynamique, etc., avec un effet significativement croissant, dans les matériaux cohésifs, l'amplitude du champ à la pointe de la fente, et les liaisons atomiques résistent à son avancement en supportant la

contrainte de traction la plus forte. D'où la température et la vitesse de déformation notamment, surtout :

- Tous les matériaux sont fragiles à une température appelée "température de transition fragile-ductile"
- Certains matériaux sont peu ductiles à faibles vitesses de déformation et très ductiles à hautes vitesses (recristallisation dynamique).
- Certains matériaux sont cassants à des taux de contraintes élevés, mais « pâteux » à des taux de contraintes très faibles ; c'est par exemple le cas de roches normalement cassantes, mais avec convection dans le manteau[7].

1.3 Verres et céramiques

1.3.1 Historique du verre et céramique

Le verre est considéré comme l'un des plus anciens matériaux façonnés par les hommes remonte à la plus haute antiquité, la naissance du verre n'est pas facile à fixer avec précision, car elle varie avec le degré de sévérité adopté pour définir le verre. Les plus anciennes pâtes vitreuses étaient connues depuis environ 1200 ans avant Jésus-Christ, le verre pur date de 7000 avant Jésus-Christ ont été trouvés en Égypte et ils ont été probablement ramenés d'Asie. Le début de l'industrie artisanale du verre qui correspondait à l'utilisation de soufflage se situe au début de notre 15^{ème} siècle. Au 17^{ème} siècle avec le développement des connaissances dans le domaine de l'optique, sont apparus les premières instruments optiques (lunette télescope ...) [8].

Les lunettes de vue auraient été décrites en 1299 par Sandro diPopozo. Cependant, à cette époque, les « verres » sont en fait fabriqués avec du béryl ou du quartz. En 1609, les premiers instruments d'optique complexes, tels que la lunette de Galilée, utilisent des verres ordinaires sodocalciques (premiers verres crowns), composés de sable, de soude, de potasse, et parfois de chaux qui, bien qu'adaptés aux vitrages ou aux bouteilles, ne le sont que très peu au domaine de l'optique (distorsion, effet flou, des irrégularités, etc.) [9].

Par rapport au verre, la vitrocéramique est un matériau relativement moderne, En 1954, le scientifique américain Stookey a découvert par accident des monocristaux. Corning Glass Works. Stookey travaille sur un verre photosensible à base de silicate Lithium avec de petites quantités de cuivre, d'or ou d'argent. En chauffant l'un des Dans un verre à 900°C, contrairement aux 700°C habituels, il observe non pas un verre ramolli, mais un Matériau opaque polycristallin : ce fut la première vitrocéramique. Elle est par Dévitrification du verre, les cristaux métalliques agissent comme germes pour cette cristallisation. Depuis sa découverte, les propriétés de la vitrocéramique ont été étudiées Mécaniques, thermo-mécaniques... puis à partir de 1975, en raison de leurs propriétés optiques [10].

Ainsi que les céramiques transparentes par cristallisation complète d'un verre a été répertoriée pour la première fois par Rosenflanz et. al. dans le cas d'aluminates de terres rares. Ce procédé innovant est composé de seulement deux étapes : une première étape de

vitrification et une seconde étape de cristallisation contrôlée du verre. Néanmoins, les verres parents furent ici obtenus par projection thermique, un procédé coûteux et permettant d'obtenir des microbilles. La transparence des matériaux synthétisés est principalement due à la taille nanométrique des grains. Par la suite, l'équipe (Vitrocéramiques transparentes et structure du CEMHTI) a développé ce procédé en l'appliquant à des verres massifs. Celui-ci a été employé pour diverses compositions en vue d'obtenir des céramiques polycristallines transparentes et innovantes [11].

1.3.2 Verre optique

1.3.2.1 Définition

Le verre n'est pas seulement un solide transparent, mais un matériau très homogène parmi de nombreux matériaux solides, avec des propriétés isotropes dues à sa structure aléatoire. De plus, en tant que matériau inorganique, il a une grande durabilité, ce qui le différencie des autres matériaux transparents. Les propriétés peuvent être ajustées en continu en concevant sa composition, c'est-à-dire en modifiant les proportions des différents éléments. Le verre optique est un matériau en verre développé en tirant pleinement parti de ces propriétés et est utilisé dans divers composants optiques. Le verre optique est un verre de haute qualité adapté à la production de systèmes optiques tels que des lentilles optiques, des prismes ou des miroirs. Les verres produits pour l'optique utilisent des matériaux variés, allant de la silice et des borosilicates classiques à des éléments comme le germanium, le phosphore ou la fluorite, et la plupart du temps de l'arsenic sous forme d'oxydes importants [12,13].

L'ajout de matériaux tels que les métaux alcalins, les métaux alcalino-terreux ou les terres rares peut modifier les propriétés physico-chimiques du composant, permettant au verre d'avoir des qualités propres à sa fonction. En conséquence, certains verres optiques utilisent jusqu'à vingt compositions chimiques différentes pour obtenir les propriétés optiques souhaitées, et ces additifs sont conçus pour modifier certaines des propriétés optiques ou mécaniques du verre : indice de réfraction, dispersion, transmittance et dilatation thermique. Les verres optiques se caractérisent par leur pureté et leur qualité, nécessaires du fait de leur utilisation dans des instruments de précision. Les défauts sont quantifiés et classés selon des normes internationales : bulles, inclusions, rayures, défauts d'indice, coloration, etc [12,13].

1.3.2.2 Structure et principe du verre optique

Le verre est un matériau amorphe non cristallin. Il présente un désordre structural important. Sa structure microscopique est telle qu'il n'existe aucun ordre à longue distance dans un verre. Un verre peut même être vu comme un «réseau» tridimensionnel, comparable à celui d'un cristal, mais dans lequel seul l'ordre à courte distance est conservé. Les éléments constitutifs du verre de silice sont les tétraèdres SiO_4 qui sont assemblés par les sommets par des ions O^{2-} . Dans le cas de la structure cristalline (quartz), l'angle Si-O-Si est constant et égale à 140° , alors qu'il peut varier dans le cas de silice vitreuse autour d'une

valeur moyenne de 145° . Cela suffit pour que le réseau de silice vitreuse soit désordonné. [8 ,14]

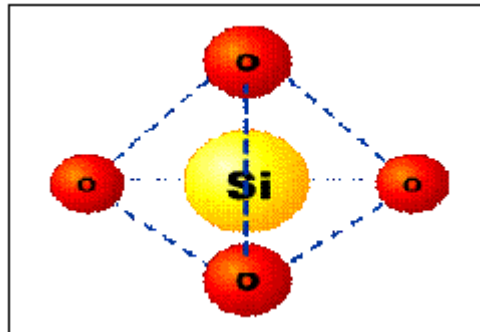


Figure. 1.5 : Représentation schématique de la structure du verre de silice [8]

1.3.2.3 Différents types de verre optique

Généralement , les verres sont séparés en deux grandes familles : Crowns et les Flints.

*Les verres Crown sont des verres optiques avec un nombre d'Abbe supérieur à 55 ou plus - il n'y a pas de consensus général sur cette limitation. Un nombre d'Abbe élevé indique une faible dispersion et un indice de réfraction temporairement faible, mais pas toujours inférieur à celui du verre flint.

Le terme verre Crown n'implique pas une certaine composition chimique. Temporairement, le verre Crown contient des niveaux inférieurs de métaux lourds (par exemple, le plomb, le zinc ou le baryum) que le verre flint, et des niveaux relativement plus élevés de métaux alcalins (par exemple, le sodium et le potassium). Il s'agit généralement de verre sodocalcique (verres silicates) ou de verre phosphaté. Leur densité est relativement faible. Le verre Crown a une énergie de bande interdite plus grande que le verre flint, ce qui se traduit par un bord d'absorption UV de longueur d'onde plus courte. Leurs pertes dues à l'absorption et à la diffusion parasites peuvent être très faibles[14].

* Le verre flint est un mélange de dioxyde de silicium (SiO_2) et de plomb ou de potassium. Il donne un indice de réfraction relativement élevé et une capacité de diffusion de la lumière élevée par rapport aux autres types de verre. Le verre flint est arbitrairement défini comme ayant un nombre d'Abbe de 50 à 55 ou moins. Les verres Flint ont un indice de réfraction compris entre 1,45 et 2,00. Cette propriété rend le verre silex particulièrement populaire dans la production de lentilles, d'instruments optiques et de prismes. Dans le verre blanc moderne, l'oxyde de plomb est remplacé par d'autres oxydes métalliques tels que le dioxyde de titane et le dioxyde de zirconium sans modifier de manière significative les propriétés optiques du verre[15].

1.3.2.4 Composition du verre optique

Tableau 1.1 : Quelques types de verres optiques et leurs compositions chimiques[12]

Type de verre	Composition	Type de verre	Composition
R désigne un alcalin et M un alcalino-terreux			
Borosilicate crown	SiO ₂ -B ₂ O ₃ -R ₂ O-BaO	Flint dense Flint dense spécial	SiO ₂ -R ₂ O-MO-TiO ₂
Phosphate crown	P ₂ O ₅ -B ₂ O ₃ -R ₂ O-BaO	Baryum flint léger Baryum flint Baryum flint dense	SiO ₂ -B ₂ O ₃ -BaO-PbO-R ₂ O
Phosphate crown dense	P ₂ O ₅ -(B,Al) ₂ O ₃ -R ₂ O-MO	Lanthane flint Lanthane flint dense	(SiO ₂ ,B ₂ O ₃)-La ₂ O ₃ -PbO-MO
Fluorocrown	SiO ₂ -B ₂ O ₃ -K ₂ O-KF	Fluoroberyllate	BeF ₂ -AlF ₃ RF-MF ₂
Crown	SiO ₂ -R ₂ O-(Ca,Ba)O	Fluoroaluminate	AlF ₃ RF-MF ₂ -(Y,La)F ₃
Zinc crown	(SiO ₂ ,B ₂ O ₃)-ZnO	Fluorophosphate	P ₂ O ₅ -AlF ₃ -RF-MF ₂
Baryum crown	(SiO ₂ ,B ₂ O ₃)-BaO-R ₂ O	Fluorozirconate	ZrF ₄ -RF-MF ₂ -(Y,La)F ₃
Baryum crown dense Baryum crown extra dense	SiO ₂ -B ₂ O ₃ -BaO	Fluoroindate	InF ₃ -MF ₂ -ZnF ₂ -ZrF ₄ -(Ga,Yb)F ₃
Lanthane crown Lanthane crown dense	(SiO ₂ ,B ₂ O ₃)-La ₂ O ₃ -ZnO-MO	Titane crown Titane flint Titane flint dense	SiO ₂ (B ₂ O ₃)-TiO ₂ -Al ₂ O ₃ -KF
Crown long spécial	B ₂ O ₃ -Al ₂ O ₃ -MF ₂	Tantale crown Tantale flint Tantale flint dense	B ₂ O ₃ -La ₂ O ₃ -(Gd,Y) ₂ O ₃ -(Ta,Nb) ₂ O ₅
Flint court	SiO ₂ -B ₂ O ₃ -R ₂ O-Sb ₂ O ₃	Niobium flint	B ₂ O ₃ -La ₂ O ₃ -ZnO-Nb ₂ O ₅
Flint court dense	(B ₂ O ₃ ,Al ₂ O ₃)-PbO-MO	Niobium flint dense	(B ₂ O ₃ ,SiO ₂)-La ₂ O ₃ -ZnO-(Ti,Zr)O ₂
Crown flint Flint extra léger Flint léger Flint	SiO ₂ -R ₂ O-PbO-MO		

1.3.2.5 Propriétés physiques du verre

a) Indice de réfraction

On appelle indice de réfraction n d'un milieu le rapport des vitesses de propagation de la lumière dans le vide et dans ce milieu,

L'indice de réfraction est la caractéristique la plus importante d'un matériau optique utilisé dans la fabrication d'éléments travaillant en transmission [16].

$$n = \frac{c}{v} \quad (1.1)$$

c : La vitesse de la lumière égale à 3.108 m.s^{-1}

v : La vitesse dans un matériau exprimée par même unité

Le nombre d'Abbe ou contingence d'un verre optique permet de déterminer la dispersion, c'est-à-dire la variation de l'indice de réfraction en fonction de la longueur d'onde [17].

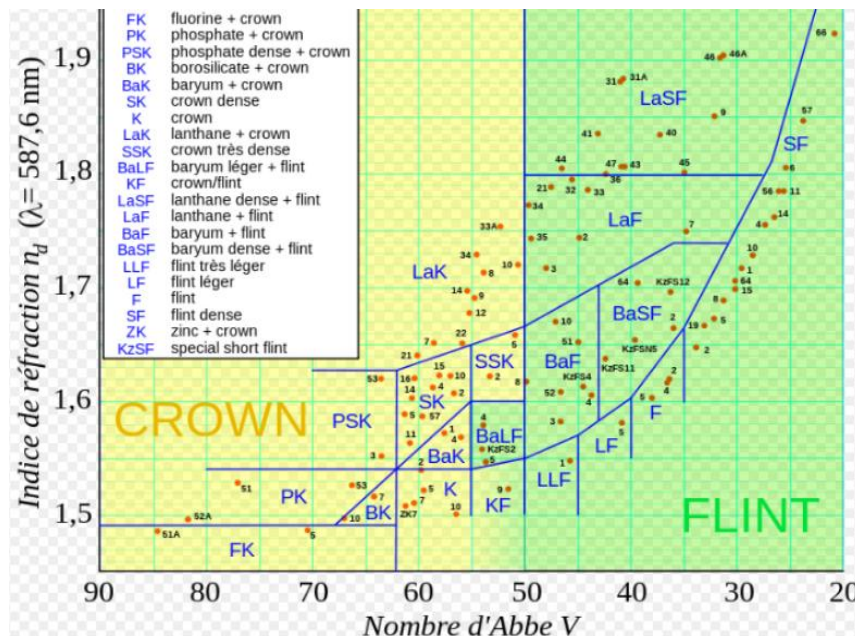


Figure. 1.6 : Fiche représentative de l'indice de réfraction en fonction du nombre d'Abbe [8]

b) Transmission

Les verres optiques standards offrent une haute transmission sur la globalité du spectre visible et au delà dans les gammes du proche UV et proche IR. Les verres Crown tendent d'avoir une meilleure transmission dans le Proche UV que les verres Flint. Les verres Flint, du fait de leurs indices élevés, offrent de plus grandes pertes de réflexion Fresnel et devraient par conséquent toujours être spécifiés avec un traitement antireflet [18].

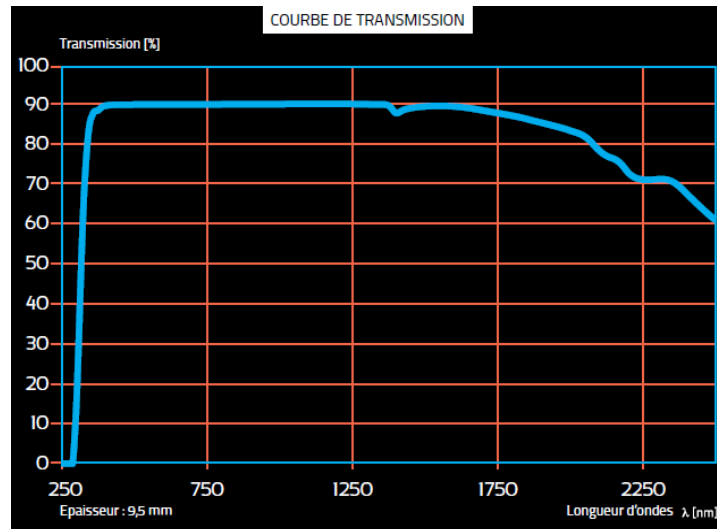


Figure. 1.7 : Représentation de la Courbe de transmission du verre optique[8]

c) Gap optique ou band gap

La chute de transmission d'un verre aux basses longueurs d'ondes a lieu du fait des transitions électroniques de certains éléments composant le verre : les électrons peuplant les bandes de valence absorbent les photons de longueurs d'onde telle que leur énergie :

$$\lambda = \frac{hc}{\nu E} \tag{1.2}$$

(h, la constante de Plank ; ν : la fréquence du photon ; c : la vitesse de la lumière dans le vide et λ : la longueur d'onde du photon) [19].

d) Dureté :

Définie comme étant la résistance à la pénétration d'un corps par un autre corps plus dur. Il existe plusieurs méthodes pour déterminer la dureté par pénétration des matériaux fragiles. Parmi eux on cite: Berkovitch, Vickers, Rockwell ou Knoop [16].

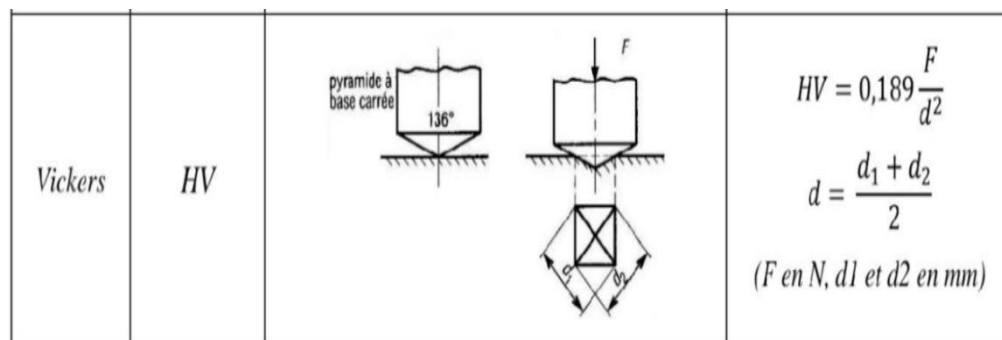


Figure 1.8: Principe d'indentation Vickers [16]

Tableau 1.2 :Quelques propriétés physiques du verre Crown et verre Flint [16]

Propriétés physiques	verre crown	verre flint
Transmission	91.5	200 nm à 2.5 µm
Indice de réfraction	n=1,5 à 1.55µm	n=1,45 à 2 µm
Masse volumique(g/cm ³)	2.51	3.86
Dureté (GPa)	8.9	5.6
Module d'Young (GPa)	96.2	58.7
nombre d'Abbe	>55	50 à 55
Dispersion	Haute; de 50 à 70	Bas; verre clair : de 47,5 à 40 ; verre normal : de 40 à 35 ; verre lourd : moins de 34

1.3.2.6 Fabrication du verre optique

Les matériaux de base utilisés pour fabriquer le verre optique doivent être particulièrement purs, car toute impureté ou impureté, d'une part, réduit les propriétés, mais également provoque des dommages importants au verre (fissures, noircissement, coloration, etc.). Par exemple, le sable utilisé pour fabriquer du verre à base de silice doit avoir de très faibles niveaux d'oxyde de fer (Fe₂O₃) (jusqu'à 10 ppm) et des niveaux beaucoup plus faibles d'autres oxydes et éléments (cobalt, cuivre, nickel, etc.). La plupart du verre est fondu dans des fours à pot, qui permettent de fondre des quantités limitées de verre, et certains verres optiques produits en série, comme le verre borosilicate, sont fondus dans des fours à bassin, qui permettent une production de verre en continu.

Le verre est fabriqué en plusieurs étapes, d'abord la fusion de la pâte de verre, puis l'affinage pour réduire la teneur en bulles, après le matériau fondu s'écoule dans la chambre de mélange. Un agitateur mécanique homogénéise la masse fondue par mouvement de rotation. La diminution de la température dans la chambre de mélange et le dispositif d'alimentation augmente la viscosité de la masse fondue afin de permettre un formage à chaud correct pendant la coulée. Le fabricant produit une bande sans fin (largeur ~160 mm, hauteur ~40 mm); parfois le verre fabricant utilise des moules pour produire un bloc après l'autre (longueur ~200 mm, largeur ~200 mm, et enfin la trempe ou le recuit [8-21].

1.3.2.7 Applications

Le verre optique est le matériau le plus couramment utilisé pour une grande variété d'applications optiques, notamment :

- Objectifs photographiques
- Lentilles pour équipements analytiques et médicaux
- Verres anti-rayonnement au plomb
- Fenêtres pour systèmes optiques et instruments
- Substrats en verre
- Capteurs de pression
- Verres de précision [22].

1.3.3 Céramiques polycristallines

1.3.3.1 Définition

Les céramiques transparentes polycristallines sont des matériaux fabriqués à partir de matières premières moulées et frittées en poudre. Selon leurs propriétés et le procédé de fabrication utilisé, les céramiques transparentes associent les propriétés des monocristaux (densité, pureté, homogénéité) à celles des céramiques (facilité de moulage, grandes pièces, souplesse de composition). Ils permettent également d'améliorer les propriétés thermomécaniques (Ténacité, résistance aux chocs thermiques). Le polycristallin est un groupe de grains monocristallins, c'est-à-dire composé de nombreux grains ou cristallites, dont la structure atomique a un ordre à longue portée [23,24].

1.3.3.2 Types de céramique polycristalline

Les céramiques polycristallines sont des céramiques industrielles, la phase cristalline est prépondérante dans ce type de céramique et il en existe deux types principaux: l'alumine pure Al_2O_3 et la zircone ZrO_2 . L'alumine pure est une céramique semi-translucide avec d'excellentes propriétés mécaniques telles que la dureté, l'inertie chimique, la stabilité à haute température, l'isolation électrique et thermique. L'alumine Al_2O_3 , est un composé naturel présent dans la bauxite, mélangé avec la silice et l'oxyde (ou hydroxyde) de fer sous forme d'alumine hydratée (40 % à 60 %). Alors que la zircone pure, ou oxyde de zirconium est inutilisable en tant que céramique structurale : le refroidissement de la zircone après frittage induit une expansion de volume de 3 à 4%, entraînant des fissures et un risque de fracture à température ambiante [23,25].

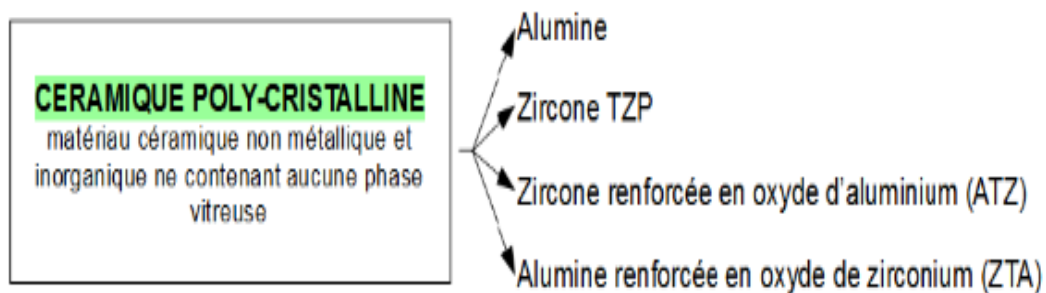


Figure 1.9 :Types de céramique polycristalline [26]

1.3.3.3 Propriétés physiques

Tableau 1.3 : Propriétés mécaniques de quelques types des céramiques polycristallines [24]

PROPRIETES	Alumine 97.6 % Al ₂ O ₃	Alumine 99.5 % Al ₂ O ₃	Zircone ZrO ₂
Densité (g/cm ³)	3.6	3.85	5.65
Porosité (%) Absorption d'eau)	0	0	0
Résistance à la flexion (MPa)	295	310	545
Résistance à la compression (MPa)	1750	2100	1700
Ténacité (MPa.m ^{1/2})	/	/	6
conductivité thermique (w.mk)	26.8	29.3	2.5
coefficient de dilatation thermique linéaire 25–1000 °C (10-6 /C)	9	9.4	10
Température d'utilisation maximale (°C)	1650	1725	1000

1.3.3.4 Procédé de fabrication d'une céramique polycristalline

Céramique polycristalline uniquement formée à base d'alumine(98,92%), d'oxyde de chrome (1,02%) et d'oxyde de magnésium (0,06%). Les procédés de fabrication d'une céramique polycristalline sont :

- a)Former un mélange sous forme de poudre comportant entre 0,5 mol% et 0,8 mol% de cations de chrome, entre 0,04 mol% et 0,12 mol% de cations de magnésium et le reste en cations d'aluminium sous forme d'alumine ;
- b)Broyer la poudre ;
- c)Réaliser une atomisation de la poudre broyée afin d'obtenir des granulats ;
- d)Mettre en forme les granulats afin d'obtenir un corps ;
- e)Transformer le corps[27].

Les polycristaux sont élaborés selon trois procédés soit par : CVD, par PVD et par frittage. Les deux premiers sont utilisés pour le dépôt de couches minces. Le procédé CVD (Déposition Chimique en phase Vapeur) consiste à déposer le ou les constituants en phase gazeuse réagissent sur le substrat. Le deuxième procédé PVD (Déposition Physique en phase Vapeur) consiste à évaporer sous vide le matériau en phase solide contenu dans un creuset en le chauffant à haute température. Ce dernier est déposé par condensation sur le substrat [24].

1.3.3.5 Applications

Les principales applications connues de l'alumine sont :

l'électronique (substrats isolants);

les prothèses biomédicales;

les outils de coupes;

les pièces résistantes à l'usure (guides fils , roulements , buses...);

la protection balistique et la gestion des fluides (vannes à billes, pièces de soupape en céramique[28].

1.3.4 Vitrocéramiques

1.3.4.1 Définition

La vitrocéramique est un matériau polycristallin biphasé composé de phase amorphe dans laquelle se répartissent des particules cristallines appelées cristallites. Au moment de leur découverte, seulement plus de 50% du matériau en volume cristalliserait dite "vitrocéramique"[30]. Mais aujourd'hui, toutes les particules cristallines sont appelées vitrocéramiques. La taille de ces cristallites est de 5 nm et 200 µm dépendent de la composition et de la préparation de la vitrocéramique. Devrait être noté Contrairement à la céramique, ces matériaux n'ont pas de pores frittage (Vitrocéramique oxyfluorées transparentes dopées par des ions lan). Le verre est en fait traité thermiquement, ce qui provoque la nucléation et la croissance d'une ou plusieurs phases cristallines dans une matrice vitreuse. Selon le traitement thermique appliqué, la matrice vitreuse est partiellement ou Conversion complète en un matériau polycristallin à deux phases. Le contrôle de la cristallisation (contrôle de la nucléation) est plus important et croissance de phase cristalline) pour obtenir des vitrocéramiques Transparent et non poreux. Idéalement, ces vitrocéramiques transparentes contiennent des nanoparticules cristallines de taille comprise entre 0,02 et 1 µm, Réparti uniformément dans tout le volume de la matrice vitreuse; Les vitrocéramiques transparentes produites de cette manière sont presque transmissives Identique au verre, avec des propriétés thermomécaniques relatives Des caractéristiques intéressantes, telles qu'une faible dilatation thermique ou une dureté élevée, font Ensuite, il y a les vitrocéramiques qui résistent à la chaleur ou aux chocs mécaniques [31].

1.3.4.2 Procédé de synthèse d'une vitrocéramique

la préparation selon deux méthodes : par dévitrification contrôlée des verres et par chimie douce.

a) Dévitrification

La figure 1.10 montre la dévitrification ou la cristallisation du verre est considéré comme un processus en deux étapes : nucléation et croissance. Taux La nucléation et la croissance en fonction de la température figure 1.11, Cette En raison de paramètres thermodynamiques

concurrents, deux montrent des maxima et cinétique; le sous-refroidissement représente la force motrice thermodynamique. La nucléation, tandis que la viscosité à l'état fondu représente une barrière cinétique augmenter à une température suffisamment basse. Région métastable surfondue en dessous de la température de fusion d'équilibre d'un verre où la nucléation ne se produit pas. Les produits sont également représentés [32].

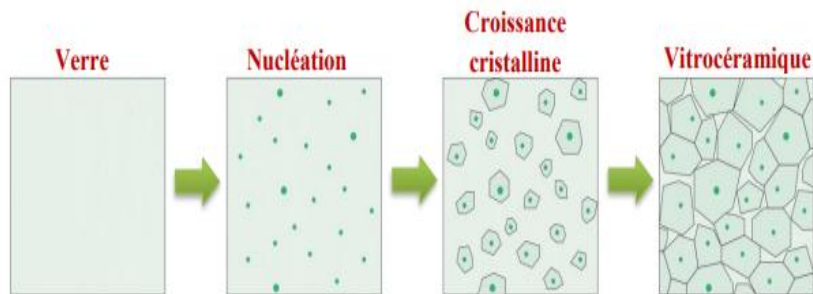


Figure 1.10: Schéma du procédé de synthèse d'une vitrocéramique [32].

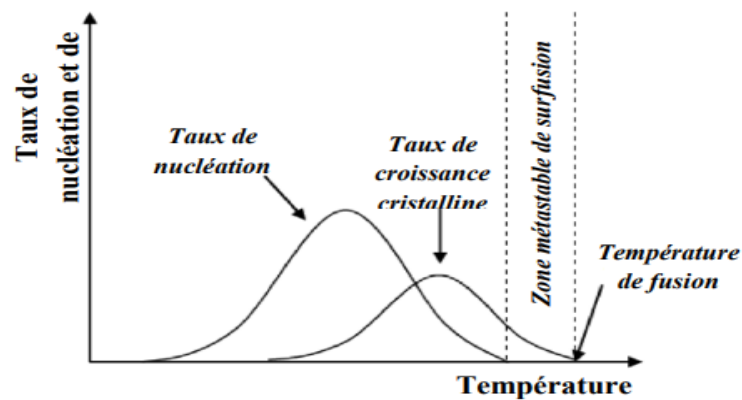


Figure 1.11: Évolutions des taux de nucléation homogène et de croissance cristalline en fonction de la température pour les vitrocéramiques [32]

La cristallisation d'un verre céramique s'effectue par deux processus distincts: Processus de nucléation / croissance et Processus de décomposition spinodale

1/ Nucléation :

La nucléation peut être homogène ou hétérogène selon l'énergie libre de la matrice de verre.

La nucléation est homogène lorsqu'elle se produit de manière aléatoire dans le matériau. Elle est dite hétérogène lorsqu'elle a lieu à partir de la surface ou autour de centres de nucléation tels que les impuretés. De plus, des études thermodynamiques ont montré que l'énergie minimale à fournir au système pour que la germination ait lieu est plus importante dans le cas

d'une nucléation homogène [33].

la thermodynamique statistique et la théorie de la diffusion, Il peut être prédit en dérivant la nucléation du profil de température, comme le montre la figure 1.11. La nucléation homogène pure est impossible car Facteurs externes comme sites de nucléation hétérogènes [32].

2/ Croissance cristalline

La seconde étape du processus est la phase décroissance (ou coalescence), où les germes stables grossissent au détriment des petits, instables. On parle de mûrissement d'Ostwald. La croissance des germes dépend de la vitesse de diffusion des atomes dans le verre et de la manière dont ils traversent l'interface verre / cristallite. Il est possible de contrôler les phénomènes de nucléation et croissance, en maîtrisant la composition du verre, ainsi que sa température et sa durée de recuit [34].

3/ Processus de dévitrification spinodale

La dévitrification des verres peut également se faire par décomposition spinodale. Pour minimiser son énergie, le verre modifie légèrement et continûment sa composition, jusqu'à se séparer en deux phases distinctes. Puis, après la séparation de phase, il y a cristallisation spontanée de l'une des deux phases. La partie cristallisée représente généralement plus de 70 du volume aggregate du matériau, elle a généralement une forme dendritique et les cristallites sont interconnectées [35]. Les deux processus de dévitrification d'un verre sont bien distincts et conduisent à des vitrocéramiques de morphologie différente, ce qui est illustré figure 1.12

(a) Mécanisme de nucléation/croissance (b) Mécanisme de décomposition spinodale



Figure 1.12: Représentation de la morphologie d'une vitrocéramique résultant :

a) d'un processus de nucléation/croissance, (b) d'une décomposition spinodale. [35]

b) Synthèse par chimie douce:

la technique sol-gel est un procédé permettant la synthèse de verres, de céramiques et de composés hybrides organo-minéraux, à partir de précurseurs en solution. Ce procédé s'effectue dans des conditions dites de chimie douce, à des températures nettement plus basses que celles des voies classiques de synthèse. Il est principalement utilisé pour des applications telles que l'encapsulation, l'élaboration de matériaux poreux ou encore pour les dépôts de couches minces. Ce procédé fait appel à des précurseurs moléculaires en solution (essentiellement des alcoxydes métalliques). Ces derniers sont polymérisés en deux

étapes : une réaction d'hydrolyse dans un premier temps, conduisant à une solution appelée sol, puis une réaction de condensation conduisant à la formation d'un gel. Selon le mode de séchage, la transition sol-gel peut donner des poudres, des matériaux denses, des aérogels, des fibres ou des couches minces [36].

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

- températures de synthèse plus basses (pas de fusion des éléments)
- mise en forme des vitrocéramiques : réalisation de couches minces pour former des guides d'ondes notamment [37].

1.3.4.3- Propriétés physiques des vitrocéramiques

a) Propriétés mécaniques des vitrocéramiques

La nette amélioration des propriétés mécaniques d'une vitrocéramique par comparaison au verre de départ était à l'origine de ses premières utilisations. Sa ténacité et sa dureté sont supérieures à celles du verre, du fait que la propagation des fissures, très rapide dans un matériau fragile comme le verre, sera stoppée ou déviée par les cristallites ; Donnons quelques exemples de leur application et Caractéristiques mécaniques de(verre et vitrocéramique):Tableau 1.4

- ✓ Les verres à base de $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-P}_2\text{O}_5\text{-CaO-CaF}_2$ donnent après dévitrification des vitrocéramiques dont la phase cristallisée est de type fluoro-apatite $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$, composant les dents et les os des mammifères. [38]. Ce sont des matériaux de choix grâce à leurs bonnes propriétés mécaniques et à leur porosité nulle.
- ✓ Des vitrocéramiques à base de $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-CaO-ZrO}_2\text{-TiO}_2$ sont étudiées pour le stockage de déchets radioactifs, grâce à leur bonne résistance mécanique ; Ces vitrocéramiques ont une phase cristallisée de composition $\text{CaZrTi}_2\text{O}_7$ (zirconolite), qui incorpore très bien certains ions radioactifs tels que les actinides mineurs (Np, Am, Cm). Outre l'amélioration des propriétés mécaniques des vitrocéramiques par rapport aux verres, le second avantage de ce type de vitrocéramiques est qu'elles offrent une double barrière de confinement aux radionucléides. En effet, ces radionucléides, incorporés dans les cristallites, sont confinés par la phase cristalline d'accueil et par le verre résiduel.[39]

Tableau 1.4 : Caractéristiques mécaniques de verres, céramiques et vitrocéramiques [16]

	vitrocéramique
Indice de réfraction	1,542
Nombre d'Abbe	56
Coefficient de dilatation (10 ⁻⁶ /°C)	0.01
Conductivité thermique (W/m°C)	1.46
Capacité thermique (J/g°C)	0.82
Masse volumique (g/cm ³)	2.53
Module de Young (GPa)	80-92
Ténacité (MPa.m ^{1/2})	0.8-1.7
Coefficient de Poisson	0.24

b) Propriétés thermomécaniques des vitrocéramiques

La résistance aux chocs thermiques dépend du rapport : coefficient de dilatation thermique / conductivité thermique du matériau. Un matériau à forte dilatation thermique et mauvais conducteur se rompra s'il est chauffé trop fort localement : en effet la zone chauffée se dilate et exerce alors une pression sur la zone plus froide. Cette pression, si elle est trop forte, entraîne alors la rupture du matériau.

Des vitrocéramiques à très faible coefficient de dilatation thermique dans une gamme de température (voire nul : cas du Zerodur®) auront donc une excellente résistance aux chocs thermiques (dans cette même gamme de température). Cette caractéristique est obtenue en générant des cristaux aux coefficients de dilatation négatifs (une augmentation de la température induit une contraction de la structure cristalline) compensant la dilatation de la matrice vitreuse (coefficient de dilatation positif).[40].

Une céramisation bien contrôlée peut donc conduire à l'obtention de matériaux à coefficient de dilatation ajustable en fonction de l'utilisation désirée, comme par exemple pour le scellage avec des métaux. Les vitrocéramiques sont en effet les matériaux possédant le plus large domaine de valeurs possibles du coefficient de dilatation [40].

c) Propriétés optiques des vitrocéramiques

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

✓ Transparence

L'atténuation de l'intensité d'une onde lumineuse par un milieu est régie par trois phénomènes : la réflexion aux surfaces d'entrée et de sortie du milieu traversé, l'absorption, et la diffusion. Nous nous intéresserons en particulier au phénomène de diffusion qui est prépondérant dans les matériaux que sont les vitrocéramiques [41].

La lumière qui se propage dans un milieu transparent peut être diffusée par tout défaut s'y trouvant. Il existe deux types de diffusion élastique (avec conservation de la longueur d'onde) de la lumière dans un matériau transparent : la diffusion de type Mie et la diffusion de type Rayleigh qui n'est en fait qu'un cas limite de la première [42].

-c'est-à-dire la taille des cristallites doit être beaucoup plus petite que la longueur d'onde λ de la lumière envoyée sur l'échantillon; En raison de la taille des cristallites, du traitement thermique et composition, il est nécessaire d'ajuster le temps et la température de recuit pour éviter Turbidité de la vitrocéramique

✓ La ségrégation des ions dopants dans les nanocristaux

Dans certaines vitrocéramiques, les ions dopants (ions de transition ou lanthanides) semblent être au moins partiellement incorporés dans la phase cristalline de la vitrocéramique. Par conséquent, ces ions passent de l'environnement amorphe du verre dans l'environnement cristallin de la vitrocéramique, faisant ainsi des propriétés optiques de l'approche vitrocéramique celle d'un monocristal. En particulier, les largeurs non uniformes des raies d'absorption et d'émission sont réduites, et les sections efficaces d'absorption et d'émission sont augmentées [43].

1.3.4.4 Applications de la vitrocéramique

L'importance de la vitrocéramique dans de nombreuses applications (tels que les télécommunications, le radar et la navigation...)[, Certaines applications de la vitrocéramique comprennent :

- Optique (ultra-précise) ; Substrats miroirs pour grands télescopes astronomiques;
- Substrats pour télescopes à rayons X; Applications du gyroscope laser annulaire;
- Éléments optiques pour sondes cométaires; Optique plate et plats optiques; Technologie spatiale;
- Radômes, fabriqués à partir de Corning 9606 ($2\text{MgO} \cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3$, système de cordiérite);
- Ustensiles de cuisine, ustensiles de cuisson et tables de cuisson ;
- Miroirs télescopiques , fabriqués à partir d'Owens-Illinois Cer-vit ;
- Isolateurs , fabriqués à partir de General Electric Re-X (système $\text{Li}_2\text{O} \cdot 2\text{SiO}_2$);
- Verre bioactif pour biomatériaux , Le bioverre 45S5 (46,1 % en moles de SiO_2 , 26,9 % en moles de CaO , 24,4 % en moles de Na_2O et 2,5 % en moles de P_2O_5) a été approuvé par la FDA et de nombreuses variantes différentes de cette composition en ont résulté [44].

Chapitre II



Indentation

2.1 Historique

L'indentation est la technique la plus utilisée pour mesurer les propriétés mécaniques des matériaux en raison de la facilité et de la vitesse avec lesquelles elle peut être effectuée. Historiquement, une des premières tentatives de l'indentation a été faite en 1722 par REAMUR qui a examiné la dureté de l'acier par rayage, l'indentation instrumentée fut apparaitre en 1880. Cette technique conduit au développement de caractérisation mécanique de surface de différents matériaux. Au début du 20ème siècle, des essais d'indentation ont été réalisés par BRINELL qui a employé des billes à roulements comme indenteur pour mesurer les propriétés plastiques des matériaux. L'essai Brinell, peu après son introduction, a été rapidement adopté comme une technique d'essai industrielle. Ce qui a permis le développement de divers essais de macro et micro indentation. En 1957, PALMQVIST a constaté qu'il y a propagation des fissures à partir des coins des indentations VICKERS et KNOOP réalisées sur la surface d'un carbure de tungstène (WC6Co). Dix ans plus tard, EVANS a indenté une variété de verres et il a prouvé l'existence de contraintes résiduelles autour de l'indentation Vickers. Pendant les deux dernières décennies, la portée de l'essai d'indentation a été prolongée à la gamme des nanomètres. Ceci a été réalisé principalement grâce au développement des dispositifs capable de tracer continuellement la variation Charge-Pénétration durant les deux cycles (chargement et de déchargement). Ces dispositifs appelés « appareils d'indentation instrumentée » ; Aujourd'hui, elle devient un outil indispensable et largement utilisée, à cause de sa simplicité de mise en œuvre et de son coût relativement faible. Il peut également analyser et caractériser les propriétés mécaniques de diverses surfaces de matériaux, telles que : la dureté H, le module d'Young E et/ou le facteur d'intensité de contrainte[45,46].

La technique d'indentation est utilisée généralement pour estimer la ténacité, K_{Ic} , par différentes méthodes, mesurant la longueur de la fissure en fonction de la contrainte appliquée au matériau, mais avec une incertitude allant jusqu'à 50 %. Il peut être utilisé pour étudier le comportement et les systèmes de fissuration des matériaux fragiles et métalliques lors de l'indentation classique et/ ou cyclique. Dans ses travaux sur le carbure de tungstène, Palmqvist a tenté d'établir une corrélation empirique entre l'énergie nécessaire pour générer des fissures et la ténacité. Lawn et al ont montré une corrélation entre la taille de la fissure formée par indentation et la ténacité mesurée par les techniques mécaniques classiques. Par contre, Evans et al ont montré l'effet de la contrainte résiduelle, qui peut être estimée par des tests d'indentation[46].

Les tests d'indentation instrumentés mettent en évidence des instabilités, appelées Pop-insur la courbe de chargement, qui correspondent à la formation de fissures et peuvent être liées à la ténacité du matériau [47].

2.2 Techniques d'indentation

2.2.1 Principe d'indentation

L'essai d'indentation consiste à appliquer une charge à la surface d'un matériau à l'aide d'un indenteur qui peut prendre différentes formes géométriques suivant la méthode d'essai. le pénétrateur (indenteur) plus dur que le matériau à tester. Pendant l'indentation le matériau sous l'indenteur se déforme de manière élasto-plastique, la déformation, plus ou moins prononcée suivant le matériau, pouvant s'accompagner ou non d'une fissuration. Après le retrait de l'indenteur on observe une empreinte résiduelle que l'on peut mesurer et étudier. Pour le grand public, l'essai d'indentation est essentiellement utilisé pour caractériser la dureté d'un matériau[51].

Le nombre de dureté que l'on déduit de l'essai est obtenu par le rapport de la charge d'indentation appliquée P à une aire représentative A de l'empreinte obtenue après le retrait de l'indenteur. La dureté est définie par la relation suivante :

$$H=P/A \quad (2.1)$$

H : La dureté exprimée en MPa

P : La charge exprimée en Newton (N)

A : L'aire de l'empreinte exprimée en mm^2

Les deux techniques expérimentales qui existe pour mesurer la dureté soit par l'indentation conventionnelle (analyse de l'empreinte après le retrait de l'indenteur), soit par l'indentation instrumentée (à partir de l'analyse de la courbe charge-pénétration après le test d'indentation) [16].

2.2.1.1 Indentation conventionnelle

La technique conventionnelle d'indentation repose sur la mesure de la résistance opposée à la pénétration d'un indenteur en diamant. Le duromètre génère dans le matériau à tester une empreinte résiduelle dont les dimensions sont corrélées à la valeur de la dureté. Son estimation passe soit par la mesure de la diagonale de l'empreinte soit par le diamètre de celle-ci (dureté Brinell). Dans l'indentation conventionnelle, sous des charges discrètes, la mesure de la diagonale de l'empreinte se fait par microscopie optique ou électronique. Un calcul qui tient compte de la géométrie de l'indenteur permet de déterminer l'aire représentative de l'empreinte et permet donc de calculer la dureté et la ténacité. Par contre, dans l'indentation instrumentée, l'aire représentative de l'empreinte est déterminée à partir de la profondeur d'indentation et des lois développées par Sneddon [52].

a) Notion de dureté

Il existe plusieurs méthodes pour la détermination de la dureté des matériaux fragiles. Parmi ces nombreuses méthodes, il y a la dureté par pénétration d'un micro-indenteur diamanté ou «microdureté » qui s'est imposée avec la pyramide Vickers ou Knoop.

La dureté des matériaux est un concept facilement saisi intuitivement. En général, elle est définie comme étant la résistance à la pénétration d'un corps par un autre corps (appelé pénétrateur) plus dur. Elle est comprise entre 6 et 7 sur l'échelle de Mohs et vaut environ 5 à 6 GPa pour les verres sodo-calciques bruts de livraison . Elle est fortement influencée par la composition chimique et l'état du matériau[48]. Cette notion de dureté, dite par pénétration, a été introduite par Brinell . Ce dernier l'a développée pour vérifier la qualité de deux séries de lingots de fer. Pour cela, il prit des lingots de chaque type, les écrasa avec une sphère en imposant la même charge et mesura la taille de l'empreinte. Il s'avéra alors que les deux empreintes n'avaient pas la même taille ce qui signifie que la qualité des lingots n'était pas similaire pour les deux séries[49].

b) Mesure de la dureté

Différentes type de Les mesures de dureté sont développées indépendamment les unes des autres et doivent être considérées comme correspondant à des caractéristiques non pertinentes. à toute heure Pour éviter toute comparaison illégale entre les valeurs de dureté, certains tests sont recommandés les autres gens. Citons par exemple les matériaux très durs (carbure, acier trempé,...)[53].

Habituellement, un duromètre comprend un support de pénétrateur, un système de propulsion et Réglage électronique et système optique. Les charges sont appliquées à l'aide d'un système Levier et poids fixe. La plage de mesure est limitée et discrète. Le système comprend un Le moteur intégré assure le positionnement du pénétrateur avant l'application force. La lentille est ensuite inclinée pour projeter l'empreinte résiduelle sur le verre dépoli. Le système optique se compose d'un dispositif de projection et d'une lampe d'éclairage, et l'empreinte est projetée sur le Verre gelé. Compte tenu de la charge appliquée et du grossissement, le système est capable de La taille de l'indentation est évaluée pour déterminer la dureté [49].

Meyer, et par la suite Tabor , suggèrent de définir la dureté des matériaux comme le rapport entre la charge appliquée et la surface projetée de contact sous charge. La dureté est alors la pression moyenne sous charge (ou pression moyenne de contact). Il justifie son approche en remarquant que pour les indentateurs dit "pointus " (Vickers, Berkovitch, Rockwell, Cône...) et lorsque les matériaux testés sont élasto-plastiques, la pression moyenne de contact est indépendante de la charge appliquée. La notion de dureté est alors directement reliée à la notion de résistance à la pénétration d'un indenteur et est ainsi une mesure des propriétés mécaniques du solide indenté. Une des principales difficultés de cette définition est la mesure sous charge de la surface de contact. Remarquons que cette définition de la dureté est similaire à celle de

Brinell lorsque les matériaux sont infiniment rigides (pas de retour élastique lors de la décharge) [49].

Les duromètres conventionnels diffèrent du point de vue gamme de la charge. Contrairement aux matériaux ductiles qui peuvent être testés avec de grandes charges (macro dureté), les matériaux fragiles tels que les verres peuvent subir des microfissures au delà d'un seuil de charge. Dans ces cas (matériaux fragiles), on est contraint d'utiliser des indenteurs pointus (Vickers, Knoop, Berkovich) pour pouvoir obtenir facilement des empreintes et se limiter, à des petites charges (micro dureté ou nano dureté) pour éviter la présence de fissures [54].

1) Le choix de la méthode adaptée de vérification de la dureté dépend des valeurs d'influence suivantes[55]

A. Vérification de la dureté selon Brinell

- Pour les pièces moyennement grandes à grandes avec une dureté faible ou moyenne, p.ex. acier doux, trempés, fonte de fer, alliages d'aluminium, alliages de cuivre

B. Vérification de la dureté selon Vickers

- Pour les très petites pièces aux grandes pièces avec une trempe allant de très faible à très élevée
- Pour les vérifications de la dureté des surfaces de pièces nitrurées et d'outils dotés d'une zone de trempe fine
- Pour des mesures de l'allure du processus de trempe, en vue de déterminer les profondeurs de trempe

C. Vérification de la dureté selon Rockwell

- Pour les pièces moyennement grandes à grandes avec une trempe moyenne ou élevée, p.ex. matériaux trempés à cœur ou ayant subi une trempe superficielle ou une cémentation suffisamment profonde

D. Vérification de la trempe à l'aide de systèmes mobiles

- Pour les pièces particulièrement grandes ou lourdes qui, en raison de leur taille ou de leur poids, ne peuvent être testées avec des machines d'essais fixes
- Pour les vérifications sur place

E. Vérification de la trempe selon la méthode d'essai de pénétration instrumenté:

- Pour les fines couches de matériaux durs[55]

2) Dureté Brinell

En 1900, l'ingénieur suédois Johan August Brinell (1849-1925), a proposée cette technique en travaillant sur la transformation de l'acier selon la température, La norme Brinell a été éditée dès 1924.

L'échelle de Brinell mesure la dureté de matériaux, par la compression d'une bille, généralement en acier, sur le matériau que l'on désire tester[56](fig 2.1).

La méthode consiste à appliquer sur la surface du matériau, mesurée en kilogramme-force selon les conventions de notation pendant une durée t . Après retrait, on veut mesurer la dureté une bille en matériau dur d'un certain diamètre D avec une force m , et on mesure la taille de l'empreinte laissée, une calotte sphérique de diamètre d .

La dureté Brinell ou nombre de Brinell est notée **HB** ou **BH**, le sigle complet est **BHN** pour Brinell Hardness Number [49,57]. Les formules permettant d'obtenir une valeur sur l'échelle de Brinell sont les suivantes :

$$HB = \frac{2.F}{g.\pi.D.(D-\sqrt{D^2-d^2})} \quad (2.2)$$

HB = Dureté Brinell.

F = Force appliquée [N]

D = Diamètre de la bille. [mm]

d = Diamètre de l'empreinte laissée par la bille. [mm]

g = Accélération terrestre [-] (9,80665)

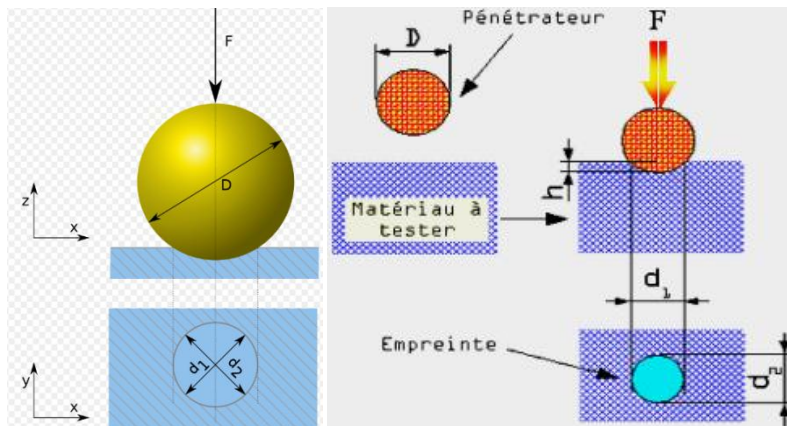


Figure 2.1 : Schéma représentant le principe de la dureté Brinell [56]

La dimension de HB est celle d'une pression : F/S une force divisée par une surface. C'est la force appliquée rapportée à la surface de la calotte sphérique de la déformée, c'est-à-dire la pression de contact hors déformation élastique comme dans les autres essais[56].

3) Dureté Rockwell

Les essais de dureté Rockwell sont des essais de pénétration en mécanique. Il existe en fait plusieurs types de pénétrateurs qui sont constitués d'un cône en diamant ou d'une bille en acier trempé polie. Pour obtenir une valeur de dureté Rockwell, on mesure une pénétration rémanente du pénétrateur sur lequel on applique une faible charge. Il existe plusieurs essais de dureté Rockwell, Les deux échelles les plus utilisées sont les échelles B et C les principaux étant les essais Rockwell HRC et les essais Rockwell HRB[58].

Le principe de L'essai se déroule en trois phases :

- ✓ Application sur le pénétrateur d'une charge initiale $F_0 = 98 \text{ N}$ (soit 10 kgf). Le pénétrateur s'enfonce d'une profondeur initiale I . Cette profondeur étant l'origine qui sera utilisée pour mesurer la dureté Rockwell
- ✓ Application d'une force supplémentaire F_1 . Le pénétrateur s'enfonce d'une profondeur de P
- ✓ Relâchement de la force F_1 et lecture de l'indicateur d'enfoncement.

La valeur de r étant l'enfoncement rémanent obtenu en appliquant puis en relâchant la force F_1 . La valeur de dureté est alors donnée par la formule suivante :

$$\text{Échelle B} \quad \quad \quad HRB = 130 - r \quad \quad \quad (2.3)$$

La figure 2.2 montre le principe d'un essai de dureté Rockwell HRB . Elle consiste à mesurer une profondeur de pénétration, le pénétrateur étant une bille en acier trempé de 1,5875 mm de diamètre. La charge appliquée est de 883 N[59].

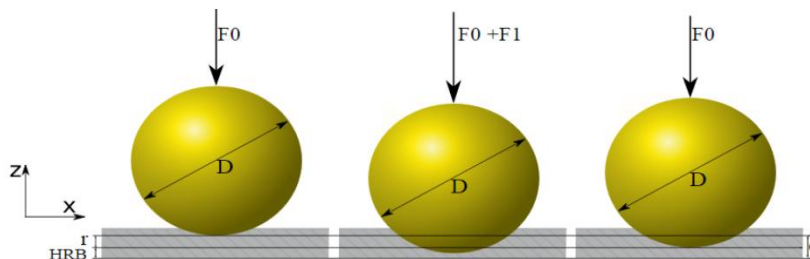


Figure 2.2 : Schéma du principe de la dureté Rockwell HRB (échelle B, bille en acier)[59]

$$\text{Échelle C :} \quad \quad \quad HRC = 100 - r \quad \quad \quad (2.4)$$

La figure 2.3 montre le principe de la dureté Rockwell. Cette méthode consiste à mesurer la profondeur de pénétration. Le pénétrateur a une forme conique diamanté de 120° et arrondi de 0,2 mm, La charge appliquée est de 1370N[60].

$$e = e_3 - e_1 ; \quad 1 \text{ division} = \frac{0,2}{100} = 0,002 ; \quad HRC = (1 - e) = 100 - \frac{(e_3 - e_1)(\text{mm})}{0,002}$$

F_0 = charge initiale(référence de la mesure) ;
 F_1 = surcharge ;
 F = charge totale ;
 e = accroissement rémanent de la profondeur de pénétration [59].

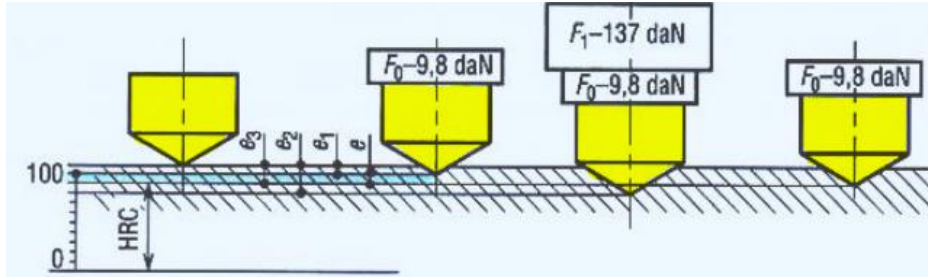


Figure 2.3 : Schéma du principe de la dureté Rockwell HRC [59]

4) Dureté Knoop

La dureté Knoop est utilisée pour déterminer la dureté du verre et des vitrocéramiques. Selon cette échelle, comme l'échelle de Mohs, le diamant est le matériau naturel le plus dur que l'on connaisse. Celui qui vient en deuxième rang est le corindon. Viennent ensuite, dans un ordre décroissant, la topaze (pierre précieuse plus dure que l'acier au tungstène), le quartz, etc.....

Le principe de dureté Knoop figure 2.4. La nature du pénétrateur est en diamant, de forme géométrique pyramidal à base losange. L'angle au sommet dans le sens de la grande diagonale est de $172^{\circ}.30''$ et l'angle transversal est de 130° .

L'avantage du pénétrateur Knoop permet de donner une empreinte suffisamment grande pour une très faible charge, en sollicitant donc un volume très réduit de matière [59].

La dureté Knoop HK s'exprime par le rapport de la charge appliquée F à la surface projetée A de l'empreinte. Si on mesure la longueur et la largeur de l'empreinte à l'aide d'un microscope, la dureté Knoop HK est donnée par la formule suivante :

$$HK = \frac{F}{A_p} \quad HK = \frac{F}{L^2 \cdot \text{tg}(\frac{\theta}{2}) / 2 \cdot \text{tg}(\frac{\theta}{2})} \quad (2.5)$$

$$HK = \frac{14.229 F}{L^2} \quad (2.6)$$

Avec :

F : la charge exprimée en kgf ;

L^2 : l'aire de l'empreinte exprimée en mm^2 .

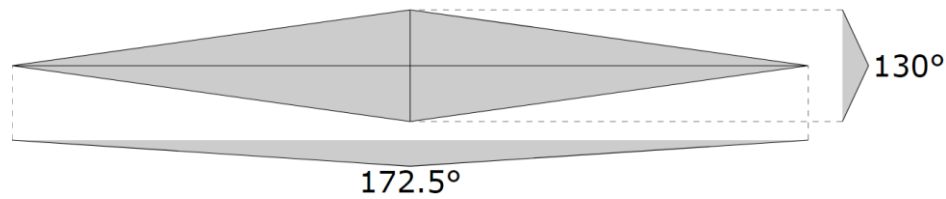


Figure 2.4 : Schéma du principe de la dureté Knoop HK [60]

5) Dureté Berkovich

La dureté Berkovich est utilisée couramment dans les essais de nano-indentation, où la profondeur de l'empreinte peut se limiter à quelques dizaines de nanomètres. Le principe consiste à pénétrer dans le matériau à tester un pénétrateur en diamant de forme géométrique pyramidal à base triangulaire. Les angles qui caractérisent la géométrie de l'indenteur Berkovich sont :

- Angle entre la hauteur de la pyramide et une de ses faces, cet angle est égal à 65.27° , soit environ 65.3° .
- Angle entre la hauteur et une arête de la pyramide, cet angle est égal à 76.9° .

La figure 2.5 montre la dureté Berkovich avec ses angles caractéristiques et les différentes empreintes obtenues après l'essai de nano-indentation.

Le nombre de dureté Berkovitch HBch s'obtient par le rapport de la charge à la profondeur d'empreinte par la relation [59] :

$$HBch = \frac{P}{(4.95 d)^2} \quad (2.7)$$

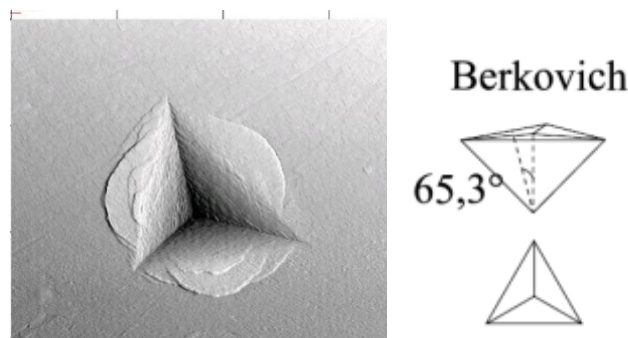


Figure 2.5 : Schéma représentatif la géométrie de l'indenteur Berkovich avec ses angles caractéristiques et des empreintes pyramidales à base triangulaire [61]

6) Dureté Vickers

La mesure de dureté Vickers se fait avec un indenteur en forme de pyramide normalisée en diamant de base carrée et d'angle au sommet entre faces égal à 136° sur lequel on applique une force. L'empreinte que laisse le pénétrateur peut être utilisée pour calculer la dureté du matériau. La force et la durée de l'appui sont normalisées. Cette mesure est très utilisée en laboratoire pour sa précision, un peu moins dans les milieux de production où l'on préférera soit des méthodes plus rapides comme la

Dureté Rockwell soit qui ne demande pas autant de soin dans la préparation de l'échantillon comme la dureté Brinell[62,63].

L'avantage d'un pénétrateur pyramidal réside durant la variation de la charge par l'obtention des empreintes géométriquement semblables entre elles, donc des valeurs identiques pour la dureté. Comme inconvénient, l'essai est long à mettre en œuvre : polissage miroir d'une face (les rayures résiduelles ne doivent pas gêner la mesure des dimensions), temps de lecture (mesure des dimensions à la loupe graduée et vis micrométrique)[64].

L'empreinte a la forme d'un carré. On mesure donc les deux diagonales d_1 et d_2 de ce carré à l'aide d'un appareil optique. On obtient la valeur d en effectuant la moyenne de d_1 et d_2 . C'est d qui sera utilisé pour le calcul de la dureté [63].



Figure 2.6: Indenteur en diamant de forme pyramidale de 136° [63]

L'expression de la dureté VICKERS HV est définie par [64]

$$HV = \frac{2F \cdot \sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right)}{9.80665 \cdot d^2} \cong 0.1891 * \frac{F}{d^2} \quad (2.8)$$

HV = Dureté Vickers [kgf mm^{-2}]

F = Force appliquée [N]

d = Moyenne des diagonales de l'empreinte [mm]

9,80665 : facteur de conversion entre newton et kilogramme-force

Le degré de dureté est souvent lu sur un abaque (une table) pour éviter de faire le calcul ; il y a un abaque par force d'appui. Notons que la dureté est le rapport entre la force appliquée et une surface. Dans la dureté Vickers, cette surface n'est pas l'aire du carré de diagonale d_1 et d_2 , mais l'aire de contact entre l'indenteur en forme de pyramide et le matériau juste avant de retirer la force. C'est la raison pour laquelle on retrouve dans la formule du HV l'angle entre deux faces de la pyramide (136°) qui permet de déduire cette aire depuis la longueur des diagonales [63].

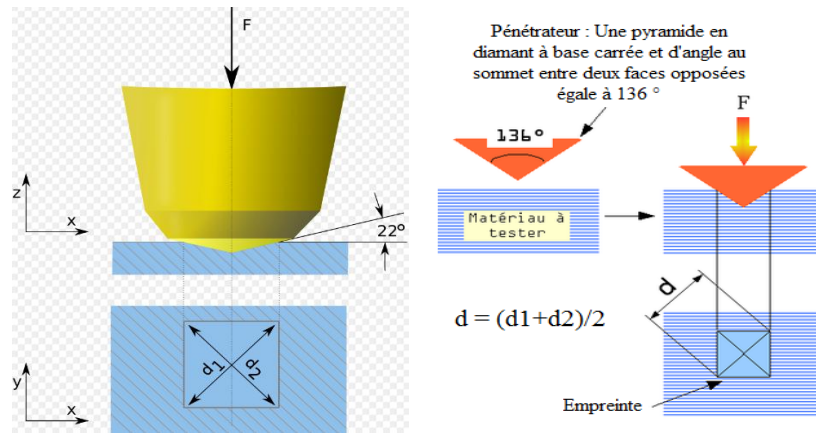
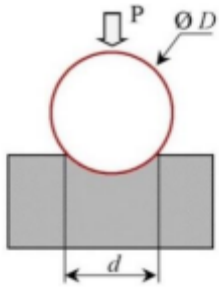


Figure 2.7: Schéma du principe de la dureté Vickers [64]

Tableau 2.1 : Description des principaux essais d'indentation[65]

Type d'indenteur	Géométrie	Nombre de dureté	Surface représentative
Vickers : Pyramide à base carrée d'angle entre faces de 136°		$HV = 2 \cdot \sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right) \cdot \left(\frac{P}{d^2}\right)$ $= 1,854 \frac{P}{d^2}$ HV en MPa, P en N et d en mm	Aire réelle de contact
Knoop : Pyramide à base losange de grande diagonale L et de petite diagonale b		$HK = \frac{2 \cdot \tan\left(\frac{172^\circ30' / 2}{2}\right) \cdot P}{\tan\left(\frac{130^\circ / 2}{2}\right) \cdot L^2}$ $= 14,228 \frac{P}{L^2}$ HK en MPa, P en N et L en mm	Aire de contact projetée en surface
Berkovich : Pyramide à base triangulaire d'angle entre faces 65,3°		$H = \frac{P}{(4,95 \times d)^2}$ H en GPa, P en mN et d en mm	Aire réelle de contact

Brinell : sphère de diamètre D		$HB = \frac{2P}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})}$ HB en MPa, P en N et d en mm	Aire réelle de contact
--------------------------------	---	--	------------------------

c) Mesure de la ténacité

La ténacité est la résistance d'un matériau à la propagation d'une fissure préexistante.

Pour mesurer la ténacité, il suffit de créer artificiellement une fissure (dont les dimensions sont connues) proche de la fissure naturelle et de charger par la suite l'éprouvette jusqu'à la rupture. La ténacité est quantifiée par le facteur d'intensité de contrainte critique K_{Ic} [66], plusieurs techniques ont été utilisées pour évaluer la ténacité des matériaux, chacun d'eux s'articule sur une pré fissuration de l'échantillon en appliquant l'effort par chargement, parmi ces techniques

*On utilise l'indentation Vickers comme technique simple pour l'évaluation de la ténacité en criant une empreinte Vickers [66]. la détermination de la ténacité par indentation offre plusieurs avantages: la simplicité de mise en œuvre, faible coût, la possibilité de répéter rapidement un grand nombre d'essais et de travailler sur des échantillons de taille réduite.[67] Plusieurs équations ont été proposées dans la bibliographie [66]. Elles tiennent compte en générale des facteurs suivants : Module élastique, Dureté, Dimensions de l'empreinte et des fissures radiales.

La formule la plus utilisée est celle qu'Antis et al[68]. qui est proposée pour le système de fissuration médian/radial, ont obtenue par corrélation avec des essais de mécanique de la rupture classiques (DCB) pour 16 matériaux (verres, céramiques, silicium, alumine, carbure de tungstène) de facteurs d'intensité de contrainte critique compris entre 0,74 et 12 MPa \sqrt{m} [67]

$$K_{Ic} = 0.016 \sqrt{(E/Hv)} \cdot F \cdot c^{-1.5} \quad (2.9)$$

Et la formule de Laugier [18] proposée pour le système de fissuration Palmqvist [69]

$$K_{Ic} = 0.0143 \left(\frac{E}{Hv}\right)^{\frac{2}{3}} \cdot \left(\frac{l}{a}\right)^{-0.5} \cdot F \cdot c^{-1.5} \quad (2.10)$$

Et la formule de Niihara et al :[70]

$$K_{Ic} = 0.0089 (E/Hv)^{0.4} \cdot (F/a) \cdot l^{-0.5} \quad (2.11)$$

où : F : Charge d'indentation

K_{Ic} : Facteur d'intensité de contrainte critique

$2c$: Longueur de deux fissures radiales adjacentes plus la diagonale de l'empreinte.

$2a$: Diagonale de l'empreinte Vickers. H_v : Dureté Vickers.

Les formules utilisées peuvent considérer également la forme des fissures formées pendant l'indentation ainsi que la dureté et le module d'Young. Les fissures radiales qui se forment aux coins de l'indenteur à cause des concentrations de contrainte peuvent être de type Médian (M) ou Half-Penny si elles se développent en arc de cercle au-dessous de l'empreinte. Quatre fissures partent des coins de l'empreinte de dureté pour un diamant Vickers, et sont visibles en surface. Si elles se développent uniquement aux coins de l'empreinte et ne se propagent pas sous cette dernière, elles sont dites de type Palmqvist (P). La forme des fissures dépend également de la charge appliquée. Généralement les fissures de type Palmqvist se transforment en type Médian quand la charge augmente. D'après Niihara et al. [32] les fissures sont de type M si $c/a \geq 2,5$ et de type P si $l/a \leq 2,5$ ou $c/a \leq 3,5$.

a : étant la distance entre le centre et l'extrémité d'une arête de l'empreinte.

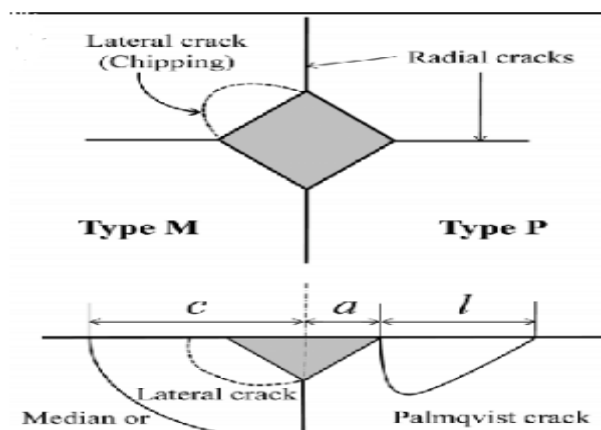


Figure 2.8 : Géométrie de fissures après indentation Vickers [67]

d) Élasticité

Un corps est dit élastique si sous l'action d'une sollicitation, il engendre une déformation réversible dite élastique. Celle-ci disparaît par suppression de cette force appliquée. Le comportement 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; la déformation ε est proportionnelle à la contrainte appliquée loi de Hooke stipule que [50].

M : coefficient de proportionnalité, généralement appelé module d'young.

$$\sigma = M \cdot \varepsilon \quad (2.12)$$

2.2.1.2 Indentation instrumentée

1) Introduction

Afin de caractériser les matériaux fragiles, sensibles à la fissuration, et les couches minces, il est préférable d'appliquer de petites charges d'indentation. Cependant, en indentation conventionnelle, plus l'empreinte est petite plus les erreurs de mesure optique dimensionnelle augmentent. C'est pour répondre à cette problématique que le premier appareil d'indentation instrumentée, permettant d'enregistrer en continu la charge appliquée en fonction du déplacement de l'indenteur, a été mis au point par Martens [67]. Le résultat est une courbe charge - décharge.

– Déplacement comme le montre la figure 2.9. La plus grande avancée dans le domaine a été apportée par le développement des premières méthodes d'analyse de l'essai d'indentation instrumentée (instrumented indentation test – IIT) par Loubet et al. [71] et par Doerner et Nix. Aujourd'hui, l'essai d'indentation instrumentée repose sur l'analyse de la partie de déchargement de la courbe charge

– Décharge, développée par Oliver et Pharr [72]. En se basant sur les équations de contact élastique établies par Sneddon, Oliver et Pharr ont développé une méthode d'analyse permettant de déterminer le module d'élasticité et la dureté du matériau en mesurant la pente au début de la courbe de déchargement (fig 2.8).

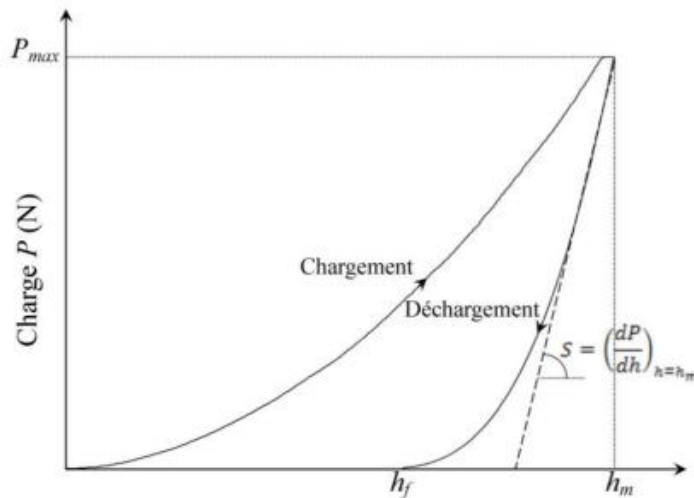


Figure 2.9 : Courbe charge – déchargement d'un essai d'indentation instrumentée [72]

S : représente la pente de la tangente à la courbe au début du déchargement.

L'essai peut être piloté en contrôlant la force ou le déplacement de l'indenteur, même si le pilotage en force est préféré par les opérateurs.

En plus de la dureté et du module d'élasticité, d'autres informations, comme le travail d'indentation élastique et plastique, peuvent être déterminées par mesure des aires sous la courbe. Cette technique permet d'étudier également le comportement au fluage par indentation, de simuler le comportement en fatigue des matériaux par

indentation cyclique ou d'évaluer le profil de propriétés mécaniques des matériaux multi-couches et des surfaces traitées chimiquement [73].

Toutes ces possibilités d'essai font de cet outil d'analyse, un outil très intéressant. Il est parmi les techniques les plus utilisées en caractérisation mécanique [74].

2) Dispositifs d'indentation instrumentée

Beaucoup de systèmes d'indentation instrumentée peuvent être généralisés en termes d'illustration schématique montrée sur la figure 2.10. Les appareils de contrôle instrumenté sont des instruments de précision élevée utilisés pour la détermination des propriétés mécaniques des couches minces, des enduits et des substrats. Des propriétés telles que la dureté et le module élastique peuvent être déterminés sur presque n'importe quel type de matériaux, doux, dur, fragile ductile [75].

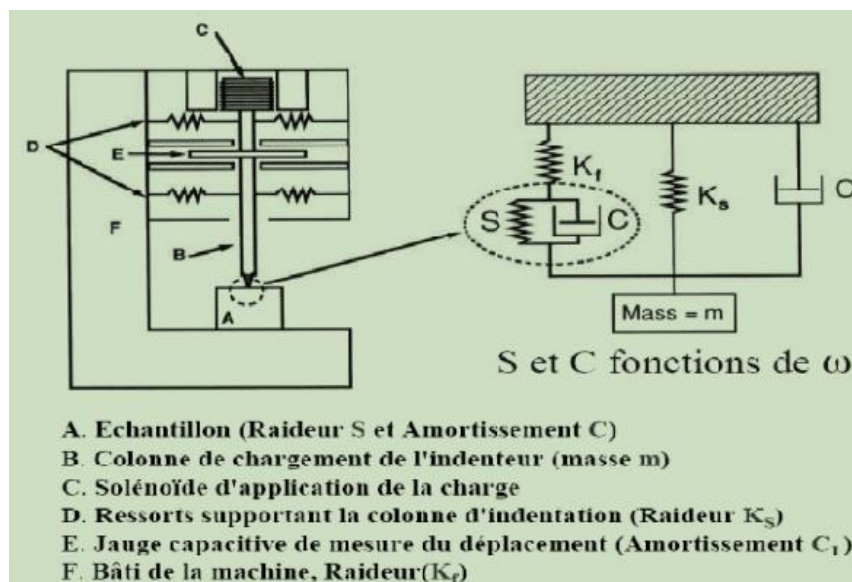


Figure 2.10 : Illustration schématique du système d'indentation instrumentée [79]

-Un appareil CSM nouvellement développée permettant d'éliminer, les erreurs sur la profondeur de pénétration initiale (h_i), la dérive thermique et les erreurs dues à la complaisance de l'instrument de mesure (C_f) [76].

Tableau 2.2 : Caractéristiques des appareils d'indentation CSM & Ltd [77]

	Micro-indenteur CSM	Nano-indenteur Ltd
Charge maximale	10N (30optional)	500mN
Résolution de la charge	100 μ N	100 μ N
Pénétration maximale	0-20,0-200 μ m optionnel	0-200 μ m
Résolution de déplacement	0.04 et 0.3nm	0.1nm
Plage de mesure XY	120mm x 20mm	120mm x 20mm
Résolution suivant XY	0.25 μ m	0.25 μ m
Grossissement microscopique	200x, 2000x	1000x
Axe de l'indenteur	Vertical	Horizontal

3) Séquences de l'indentation Vickers

La figure 2.11 présente les tests effectués sur un verre, les cycles de chargement et de déchargement d'un indenteur pointu peuvent être décrits comme suit:

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

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

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

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

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

(f) **Déchargement complet** : Les deux systèmes continuent à se propager jusqu'à la fin du déchargement tendant vers une forme semi-circulaire [78].

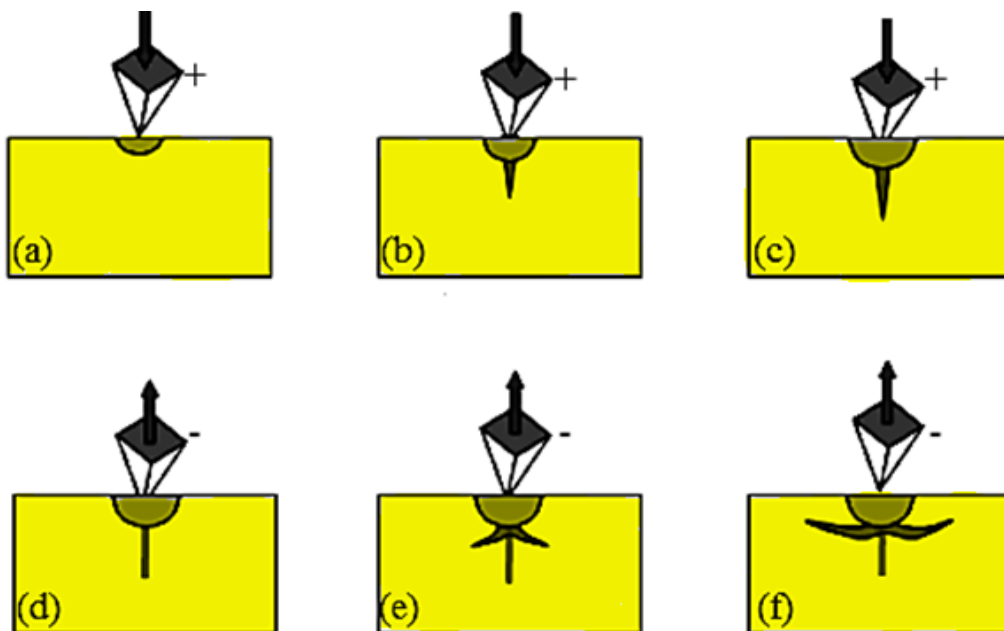


Figure 2.11: Représentation schématique des séquences et des systèmes de fissures d'un verre induits par indentation Vickers [78]

Chapitre III

Résultats expérimentaux et discussions

3.1 Introduction

Ce présent chapitre est divisé en deux parties, la première consiste à étudier expérimentalement les procédés de fabrication des matériaux utilisés à savoir: Crown, Flint, Verre céramique et Céramique polycristalline. Nous présentons des résultats obtenus par (nettoyage, rodage, polissage, mesure de la rugosité, spectrophotomètres UV visible...). L'état de surface ou la rugosité est caractérisé par intermédiaire d'un profilomètre.

Dans la deuxième partie, et en utilisant la méthode d'indentation instrumentée, nous évaluons la ténacité K_{Ic} à partir de la longueur de fissures formées au moyen de différentes formules en fonctions des hypothèses faites sur la géométrie des fissures.

Les résultats trouvés sur ces quatre échantillons sont discutés et comparés.

3.2 Matériaux et méthodes

3.2.1 Matériaux utilisés

Les matériaux utilisés sont des matériaux fragiles. Deux verres optiques les plus répandus, le verre Crown et verre Flint. Le verre Silico-boro-calciques ou vitrocéramique comme le Zerodur et le dernier comme la céramique polycristalline.

Le verre Crown k5 est un type de verre optique qu'on distingue des autres verres d'oxydes par son nombre d'Abbe élevé supérieur à 50. Ce sont des verres à faible dispersion chromatique, Le verre utilisé est de forme rectangulaire avec les dimensions suivants: $26 \times 26 \text{ mm}^2$ et d'épaisseur 4.63mm.

Le verre Flint est un verre lourd et durable caractérisé par sa brillance, sa clarté et sa qualité hautement réfringente. Ce dernier verre contenant du plomb utilisé pour fabriquer des lentilles et des prismes. Le verre utilisé est de forme rectangulaire avec les dimensions suivants : $17 \times 23 \text{ mm}^2$ et d'épaisseur 6.15mm.

Les verres Vitrocéramique de type Zerodur® est une céramique constituée de microcristaux dispersés dans une phase vitreuse. C'est un matériau récent comparativement au verre ordinaire et au polycristaux. Cette structure particulière procure aux vitrocéramiques des propriétés qui manquent aux céramiques cristallines comme la résistance aux chocs thermiques. L'échantillon utilisé se présente sous forme des pastilles cylindriques de dimensions suivants : $25 \times 25 \text{ mm}^2$ et de 4,87 mm d'épaisseur.

Céramique polycristalline (l'alumine), ou oxyde d'aluminium, est une poudre blanche de masse moléculaire 102 très stable. Elle résiste à l'abrasion. C'est pour cette raison elle est utilisé pour des supports de fils en textile. Ce type de céramique est un élément important pour les prothèses soumis aux frottements. De plus, elle est utilisé pour les revêtements des fours à cause de leur bonne réfractrice. L'échantillon utilisé se

présente sous la forme d'une pastille de diamètre 20 mm et d'épaisseur 1.84mm ,et il a été fritté à 1300 °C.

tableau 3.1: Les compositions chimiques de trois nuances

Echantillons	SiO ₂	Na ₂ O	CaO	K ₂ O	Al ₂ O ₃	Pb O	Ti ₂	MgO	LiO ₂	ZrO ₂	Fe ₂ O 3
Crown	71.7	13.5	10.2	0.72	1.10	---	---	2.78	---	---	---
Flint	52.9	---	---	4.27	---	42. 8	---	---	---	---	0.03
Vitrocéramique	56.2	0.8	---	---	27.50	7.3 6	2.5	---	3.72	1.91	0.01

Par contre la composition chimique de l'alumine selon la fiche technique du fournisseur est présentée dans le **tableau 3.2** :

Alumine	Na (ppm)	K (ppm)	Fe (ppm)	Si (ppm)	Ca (ppm)
	8.6	32	4.4	6.3	1.7

La figure 3.1 présente trois types de verres (Crown, Flint et verre céramique), qui sont rodés et polis par des grains abrasifs libres.

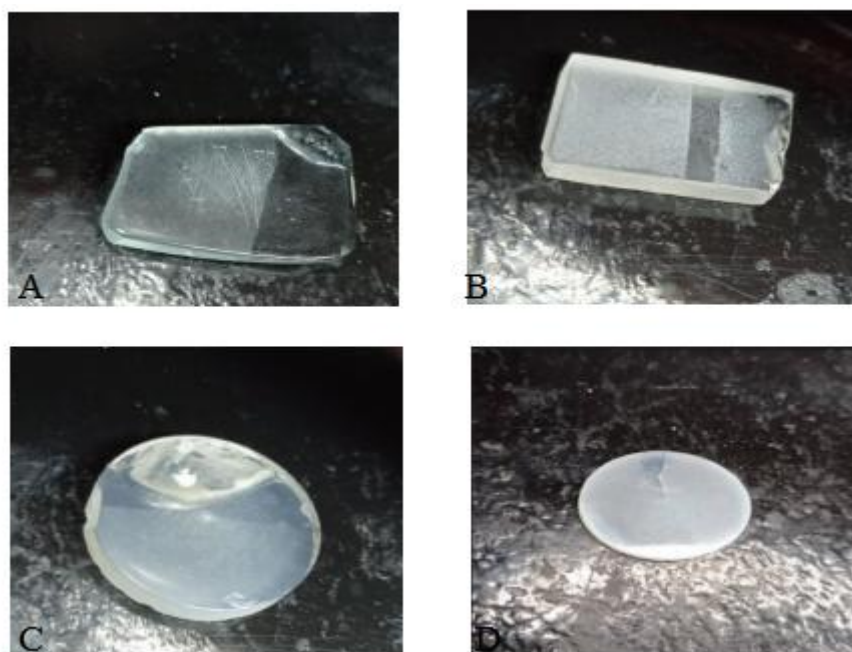


Figure 3.1 : Échantillons des quatre nuances étudiés :

A- Crown

B- Flint

C- Vitrocéramique

D- Céramique polycristallin

3.2.2 Sable utilisé

Le sable utilisé provient de Sud algérien ; la région de Ouargla (ALGERIE). La figure ci-dessous représente le sable utilisé.



Figure 3.2 : Micrographie montrant un échantillon du sable utilisé

Les propriétés physiques du sable utilisé sont :

- ◆ le poids de la quantité utiliser de sable [300g]
- ◆ La taille des grainsde sable utiliser entre: φ [250,500 μ m]

3.3 Équipements et essais réalisés

3.3.1 Nettoyage

A/ Produit utilisé

L'acétone est un produit très efficace pour retirer les taches sur tout type de surface. En plus d'être un très bon détachant qui peut venir à bout des taches de peinture, de colle, etc., il permet aussi de retirer le vernis à ongles. Néanmoins, il est nécessaire d'utiliser ce produit avec précaution puisqu'il est très toxique. L'acétone est un solvant très utilisé dans l'industrie et en laboratoire car il a l'avantage de solubiliser de manière particulièrement rapide de nombreuses espèces organiques et parce qu'il est miscible avec l'eau.

B/ Nettoyage de l'échantillon

L'échantillon doit être nettoyé avant d'être utilisé ; Utiliser de l'acétone ou au moins de l'alcool.

Le nettoyage des échantillons doit se faire en portant des gants ou à l'aide d'une pince. Les étapes de nettoyage sont comme suit:

- Mettez la solution d'acétone dans un récipient (Figure3.3).

- Immerger les échantillons dans le récipient pendant 10 minutes, puis on les retire à l'aide d'une pince.

-Essuyez la surface d'échantillon avec un coton.

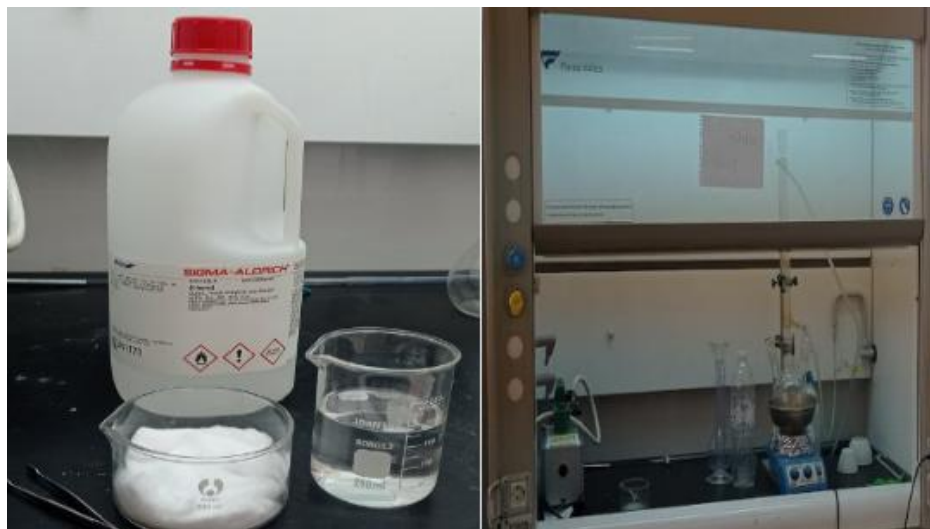


Figure 3.3 : Illustration du principe de nettoyage des échantillons

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

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

3.3.2 Polissage

3.3.2.1 Principe de polissage

Tout d'abord, l'échantillon est nettoyé avec de l'acétone deuxièmement, nous avons chauffé le porte-échantillon et y avons appliqué de la résine pour fixer l'échantillon. Ensuite, nous polissons l'échantillon à l'aide de cérium et d'eau distille, que nous ajoutons progressivement au cours du processus de polissage pendant 15 minutes ou plus, selon l'état de surface de chaque échantillon et sa dureté.



Figure 3.4: Machine de polissage et matériel utilisés

3.3.3 Caractérisation de la surface à l'aide d'un Profilomètre

a) Principe d'un profilomètre

Les profilomètres à contact sont basés sur le contact physique entre une pointe en diamant et la surface à mesurer. Un capteur solidaire de la pointe en mesure la position verticale Z lorsqu'on la déplace horizontalement (axe X) sur la surface, ce qui permet ainsi d'établir le profil $Z=f(X)$ de la surface. Le profilomètre se compose de :

- Capteur PGI.
- Bras contient le palpeur.
- Bille en diamant dont le diamètre $0.2 \mu\text{m}$.

* **Capteur PGI** : Dans des conditions normales de fonctionnement, le capteur PGI qui contient une diode laser de 1 mW maximum, est conforme aux caractéristiques techniques des produits laser de classe 1 telles que définies.

***Palpeur** : Les types de palpeur standard pouvant s'utiliser avec le capteur inductif ont une pointe en diamant dotée d'un bras d'une longueur effective de 60 mm et une bille en saphir dont le diamètre ($0.2 \mu\text{m}$) est d'une longueur effective de 120 mm . Le domaine de mesure dépend de la longueur du bras du palpeur : le domaine de mesure d'un bras de 60 mm est de 1 mm et de 2 mm pour un bras de 120 mm .

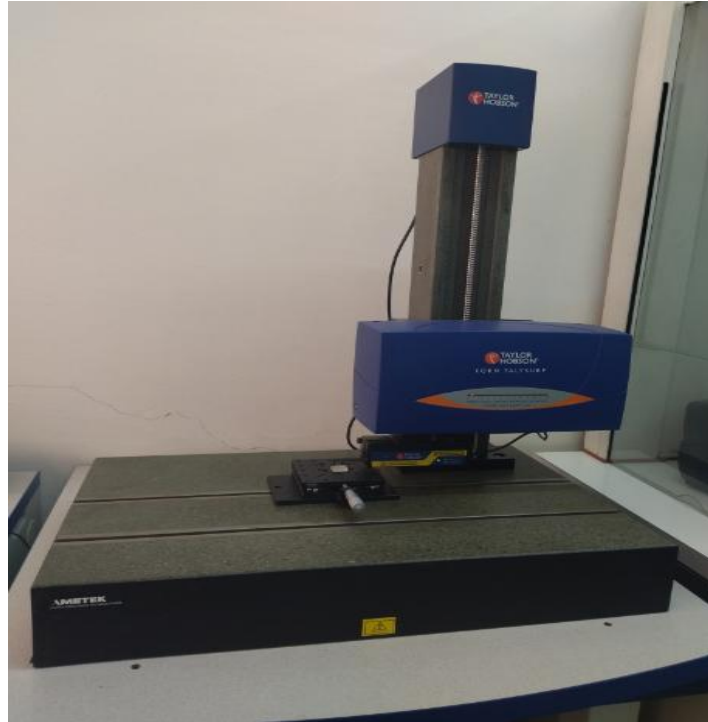


Figure 3.5: Profilomètre TAYLOR HASON

Le profilomètre est un appareil qui sert à contrôler l'état de surface et la morphologie de nos échantillons polis. Il est muni d'une sonde qui permet de détecter et visualiser le profil et la topographie de l'état de surface de notre pastille.

Le profilomètre permet aussi de mesurer la valeur de rugosité R_a et la racine carrée moyenne de rugosité (R_q). Les fonctions R_q et R_a sont définies comme suit [16]:

$$R_a = \frac{1}{L} \cdot \int_0^L |Z(x)| dx \quad (3.1)$$

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{L} \int_0^L |Z^2(x)| dx} \quad (3.2)$$

R_a : la moyenne arithmétique.

R_q ou R_{ms} : c'est l'écart quadratique moyen.

Avec $Z(x)$ la fonction qui décrit le profil de la surface analysée en termes de hauteur (Z) et la position (x) de l'échantillon sur une longueur d'évaluation "L".

3.3.4 Spectroscopie UV-Visible

Le spectrophotomètre est un appareil conçu pour être pratique et facile à utiliser pour pratiquement toutes les applications de recherche photométrique, telles que la transmission et l'absorption de la lumière et la réflexion optique.

Le spectrophotomètre UV/visible à une résolution de l'ordre de 0.1 nm dans un instrument compact à double faisceau extrêmes polyvalent avec toutes les fonctionnalités de 200 à 1100 nm , L'appareil est connecté au PC et utilisé pour contrôler l'appareil ; lorsque le faisceaux traversée l'échantillon on obtenir des résultats dans un tableauet grâce auquel on peut tracer la courbe de transmission en fonction de la longueur d'onde qui affiché sur l'écran de l'ordinateur.



Figure 3.6: Spectrophotomètre UV-Visible utilisé.

3.3.5 Technique d'indentation

3.3.5.1 Moyens utilisés

A/ Machine macro-indentation

La technique d'indentation instrumentée est utilisée pour déterminer les propriétés mécaniques d'un matériau tels que, la dureté H et le module d'élasticité E des matériaux en fonction de certains paramètres comme la charge.

Nous avons utilisé l'indentation Vickers [Zwick/Roell Z 2.5.] sur la surface polie des échantillons, avec un indenteur sous forme d'une pyramide normalisée en diamant de base carrée et d'angle au sommet entre faces égal à 136° sur lequel, on applique des charges de 5 à 11 N avec un pas de 2N: (5 ,7, 9 et 11N).Le pénétrateur est maintenu en place pendant 10 à 15 secondes avant d'être relâché complètement,avec une vitesse de chargement 0.5 mm/min et de déchargement 0.1 mm/min .

Avec un logiciel menu avec la courbe de la charge en fonction la pénétration est affiché directement sur écran. Afin de visualiser l'empreinte et prendre la mesure [la diagonale de l'empreinte (2a), la longueur de la fissure (2c),la dureté (Hv), module de Young(E)...], on déplace l'objectif de l'appareil.



Figure 3.7: Machine d'indentation instrumentée Zwick ZHU 2.5

B/ Dispositif de sablage

Les échantillons sont soumis à un flux d'incidence perpendiculaire de particules de sable. Le dispositif de sablage est présenté dans la figure 3.8, il est composé d'un ventilateur à vitesse variable, canalisation de flux d'air, buse, trémie d'alimentation en sable à débit variables et porte échantillons orientable (0-90°).



Figure 3.8 : Dispositif de sablage utilisé.

Nous avons choisis les conditions d'essai suivantes:

- Vitesse de sablage est 25 m/s.
- Distance buse échantillon est 7 mm.
- Angles d'attaque sont 45° et 90°.
- Masse de sable projetée est $MP=300g$.
- Essais sont réalisés en atmosphère ambiante : 25°C et 42% taux d'humidité.

Le principe de fonctionnement de ce simulateur consiste à projeter des particules de sable, dans une buse à travers une trémie à débit variable, sur un échantillon fixe.

L'angle d'impact est obtenu par l'orientation de l'échantillon dans son plan normal à la direction de la buse.

C/ Réfractomètre d'Abbé

La réfractométrie est une technique qui vise à déterminer la partie réelle de l'indice de réfraction d'un matériau. L'instrument utilisé est le réfractomètre de type (NOVEX 98,490) , Une solution de bromo-naphtalène a été utilisée pour assurer un bon contact entre l'échantillon et l'instrument afin d'éliminer toute couche.



Figure 3.9: Réfractomètre d'Abbé utilisé

3.3.5.2 Caractérisations mécaniques et optiques

3.3.5.2.1 Caractérisations mécaniques

01/ Mesure de la densité apparente

Selon le principe de la poussée d'Archimède, tout corps plongé entièrement ou partiellement dans l'eau est soumis à une poussée ascendante. Cette force est équivalente au poids du liquide déplacé par ce corps. La masse volumique de l'échantillon a été calculée selon la relation suivante :

$$\rho_{ech} = \frac{m_{a,peau}}{m_{ia} - m_{ie}} \quad (3.3)$$

à l'aide d'une balance d'une précision de 10^{-4} g; on mesure le poids de l'échantillon à l'air libre (**ma**) puis on immerge l'échantillon dans l'eau distillée et on mesure la masse (**mie**) comme l'illustre la figure 3.10, finalement on retire l'échantillon de l'eau distillée et on essuie bien avec du coton sur les deux surfaces et on mesure (**mia**), ensuite on mesure la température de l'eau utilisée.

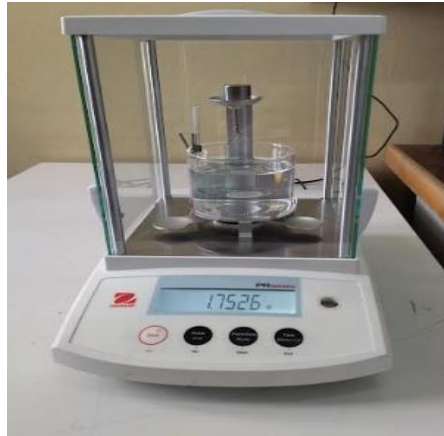


Figure 3.10: Illustration du montage de mesure de la densité

02/Dureté

La dureté Vickers a été calculée selon la relation suivante :

$$H_v = 1.854 \times F / (2a)^2 \quad (3.4)$$

Avec :

H_v : Dureté Vickers [GPa]

F : la charge appliquée [N].

$2a$: la diagonale de l'empreinte [μm].

03/ Module d' Young

Le module élastique E déduit à partir de l'essai d'indentation a été calculé par la formule suivante [24]:

$$E_{it} = (1 - \nu_s^2) \left[\frac{5.66(h_{\max} - 0.64 \frac{F_{\max}}{S})}{S} - \frac{1 - \nu_d^2}{E_d} \right]^{-1} \quad (3.5)$$

ν_s : coefficient de poisson de l'échantillon.

$S = dF/dH$ pour une charge maximale F_{\max} .

H_{\max} : Déplacement (pénétration de l'indenteur) maximale.

ν_d : coefficient de poisson de l'indenteur en diamant est égale 0.1.

E_d : Module élastique de l'indenteur est égale 1000 GPa.

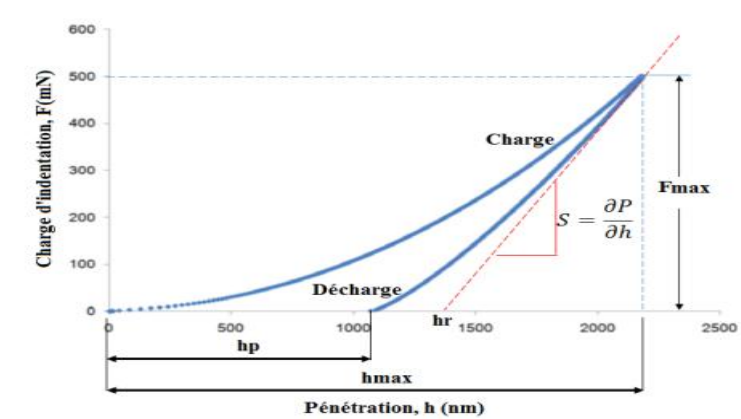


Figure 3.11 : Courbe charge-décharge d'un essai d'indentation instrumentée sur un matériau. [16]

04/ Ténacité

La ténacité est la capacité d'un matériau à résister à la propagation d'une fissure cela s'oppose à la fragilité, qui est quantifiée par le facteur d'intensité de contrainte critique K_{Ic} . La détermination de ce facteur est effectuée par le test d'indentation Vickers. Le principe est d'utiliser en même temps la dureté Vickers (HV), la longueur de fissure radiale moyenne ($2c$), le module d'élasticité et la charge appliquée obtenus lors de l'essai précédent. La détermination de la ténacité par indentation nécessite un matériau avec une surface plane, polie et un équipement expérimental adéquat pour mesurer la taille des fissures formées.

La ténacité K_{Ic} est calculée en utilisant les trois équations regroupées dans le Tableau 3.3

N°	Équations	Références
1	$K_{Ic} = 0.016 \cdot \sqrt{(E/Hv)} \cdot F \cdot c^{-1.5}$	[68]
2	$K_{Ic} = 0.0089 \cdot (E/Hv)^{0.4} \cdot (F/a) \cdot l^{0.5}$	[70]
3	$K_{Ic} = 0.0143 \cdot \left(\frac{E}{Hv}\right)^{\frac{2}{3}} \cdot \left(\frac{l}{a}\right)^{-0.5} \cdot F \cdot c^{-1.5}$	[69]

La limite entre les deux types de fissure correspond à une valeur critique du rapport c/a . En règle générale, si $c/a \geq 2.5$, le modèle de fissuration est considéré comme type Médian (d'Anstis), et si $c/a < 2.5$, le modèle de fissuration est considéré comme étant de (Niihara), et si $0.25 \leq (l/a) \leq 2.5$ à 3 le modèle de fissuration est considéré comme étant de (Laugier).

Avec : F : la charge appliquée [N]

Hv : dureté Vickers [GPa]

E : module de Young [GPa].

C : la longueur de la fissure [m].

a : la diagonale de l'empreinte et $l=c-a$

3.3.5.2.2 Caractérisations optiques

01/ Transmission optique en ligne RIT

En général, les domaines spectraux sont différenciés selon l'intervalle. La longueur d'onde à laquelle la mesure a été effectuée. Nous pouvons distinguer les domaines Ci-dessous :

-Ultraviolet visible.

- Infrarouge et micro-onde.

Dans notre cas, nous travaillons dans le premier domaine, nous avons utilisé la spectroscopie à double enregistrement faisceaux, le premier est pris comme référence et le second est passé à travers l'échantillon mesure. Dans le domaine spectral qui varie entre 200 nm et 1100 nm, nous avons suivre variation de transmission en ligne RIT ou IIL (mesurée à angle ouvert $\sim 0,5$) en fonction de la longueur d'onde.

Nous avons utilisé la loid'Apetz pour pouvoir comparer les échantillons à la fois entre eux et avec la littérature avec la même épaisseur d_2 :**[24]**

$$RIT = (1 - R_S) \left(\frac{RIT(d_1)}{1 - R_S} \right)^{\frac{d_2}{d_1}} \quad (3.6)$$

Avec :

-**R6**($\sim 0,14$) facteur de réflexion totale de la surface normale;

- **RIT (d1)** la transmission en ligne de l'épaisseur réelle de l'échantillon.

Le coefficient de diffusion γ (**m-1**) a été calculé selon la relationsuivante:

$$\gamma = \frac{\ln\left(\frac{1-R_S}{RIT(d_2)}\right)}{d_2} \quad (3.7)$$

02/ Gap optique

Les bandes correspondent à des niveaux d'énergie autorisés ou interdits les électrons d'un élément ou d'un composé qui forment un matériau solide. dernier groupe le rempli est appelé la bande de valence, la bande immédiatement supérieure à bande de valence conduction. La bande d'énergie entre ces deux bandes d'énergie est appelée la bande interdite ou "gap" plus simple. De cette définition, on peut conclure que le gap **Eg** est la différence d'énergie entre les bandes de conduction et de valence

$$(E_g = E_c - E_v) \quad (3.8)$$

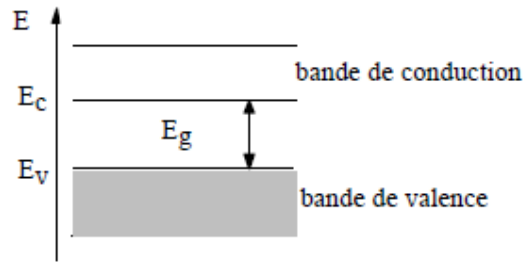


Figure 3.12: Les différentes bandes d'énergie

Pour déterminer le gap optique de nos pastilles, nous devons tout d'abord calculer le coefficient d'absorption à partir des spectres de transmission donnés par le spectrophotomètre.

Ces spectres nous permettent d'obtenir le coefficient d'absorption à l'aide de la relation suivante :

$$\alpha = \frac{1}{d} \ln \frac{100}{RIT(\%)} \quad (3.9)$$

Où :

RIT(%) : la transmission optique en ligne.

d: l'épaisseur de l'échantillon.

Pour un gap direct et pour un domaine de forte absorption, le coefficient d'absorption α s'exprime en fonction du gap (**Eg**) par la relation suivante : [24]

$$(\alpha h\nu) = A[h\nu - E_g]^{1/2} \quad (3.10)$$

Avec :

A : constante.

Eg : gap optique [eV].

hν : énergie d'un photon [eV].et énergie de photon

$$E_g = h\nu(\text{eV}) = \frac{hc}{\lambda} = \frac{1240}{\lambda(\text{nm})} \quad (3.11)$$

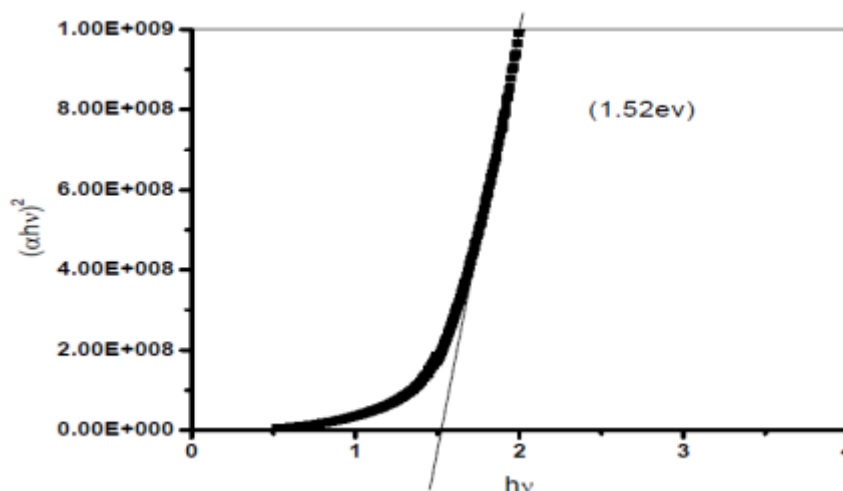


Figure 3.13: Exemple de détermination du gap d'énergie par l'extrapolation à partir de la variation de $(\alpha hv)^2$ en fonction de hv . l'axe

On trace l'énergie dans tout le domaine $(\alpha hv)^2$ en fonction de l'énergie d'un photon $E(hv)$, puis on extrapole la partie linéaire de $(\alpha hv)^2$ jusqu'à l'axe des abscisses, on obtient finalement la valeur de E_g .

03/Microscope optique

Le microscope optique ou microscope photonique est un instrument d'optique muni d'un objectif et d'un oculaire qui permet de grossir l'image d'un objet de petites dimensions et de séparer les détails de cette image afin qu'il soit observable par l'œil humain

-Microscopes métallurgiques série MT8500

Le nouveau microscope métallurgique vertical incident et à lumière transmise de MEIJI Techno avec fond clair/fond noir est la nouvelle série MT8500 économique. La série MT8500 utilise tout le nouveau système optique plan épiscopique amélioré. L'ICOS™ (système optique corrigé à l'infini) de MEIJI Techno rend l'observation et l'évaluation des échantillons métallurgiques rapides et faciles tout en offrant un excellent rapport coût/performance. Les fonctionnalités de la série MT8500 incluent :

- Conception assistée par ordinateur.
- Commandes positionnées de manière ergonomique.
- Tête de visualisation Siedentopf confortable.
- Illuminateur vertical Koehler de 50 W avec alimentation à détection de tension automatique.
- Illuminateur Koehler transmis de 30 W avec alimentation à détection de tension automatique.

- Modes d'observation Brightfield, Darkfield et Simple Polarized Light.
- Tête de visualisation binoculaire ergonomique disponible en option.



Figure 3.14: Microscope optique MEIGI TECHNO MT 8500

3.3.5.3 Résultats obtenus

3.3.5.3.1 État de surface (rugosité)

La rugosité est étudiée au moyen d'un Profilomètre optique TAYLOR HASON. Après le processus de polissage, La technique de polissage offre la meilleure qualité de surface pour les quatre échantillons étudiés. En effet, d'après le tableau 3.4, on constate que les valeurs de rugosité semblent proches les unes par rapport aux autres. La rugosité verre vitrocéramique est minimale comparée à celle du verre Flint, Crown k5 et Alumine. Ceci peut être expliqué par les différentes dimensions de grains utilisés, la nature de l'échantillon utilisé et les condition du travail.

Les valeurs de rugosité Ra et Rq des quatre verres étudiés sont présentées dans le tableau ci-dessous :

Tableau 3.4: Rugosité de surface.

Rugosités (µm)	Crown k5	Flint	Polycristalline	Vitrocéramique
Rq	0.0482	0.0722	0.0252	0.0141
Ra	0.0162	0.0282	0.0144	0.0078

3.3.5.3.2 Densité

Les valeurs de la densité des quatre verres étudiés sont représentées dans le Tableau 3.5. La densité relative de l'échantillon vitrocéramique est plus élevée comparée aux autres verres. Elle est de l'ordre de 99.9 %, de l'ordre de 99.7 % pour le verre

céramique polycristalline, de l'ordre 99.6 % pour le verre Crown et elle est de l'ordre 93% pour le verre Flint.

Tableau3.5 :Densité de chaque échantillon

Échantillons	Crownk5	Flint	Polycristallin	Vitrocéramique
Densité théorique	2,51	2,86	3,99	2,53
Densité (%)	99,6%	93,05%	99,78%	99,9%
Masses	Ma=5,6003g	Ma=5,8391g	Ma=2,3397g	Ma=4,94g
	Mie=3,3656g	Mie=3,6498g	Mie=1,7529g	Mie=2,9901g

avec la température 22° et la masse volumique ρ d'eau(0,99780).

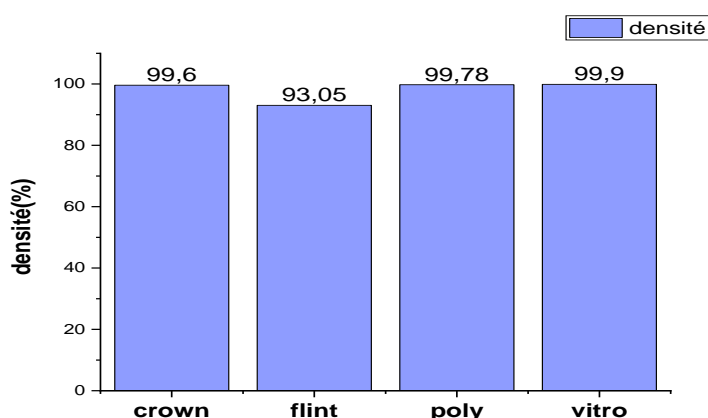


Figure 3.15: Graphiques de densité

La figure 3.15 présente la variation de la densité en fonction de type d'échantillons, nous remarquons que la densité du verre Flint est inférieure à celle des autres échantillons car nous supposons qu'il existe un autre élément dans l'échantillon qui affecte la densité.

3.3.5.3.3 Dureté

La figure 3.17 représente l'évolution de la dureté en fonction de la charge d'indentation des quatre échantillons utilisés. Nous remarquons que l'échantillon polycristallin présente une dureté très élevée comparée à celle des autres verres. Elle commence à diminuer pendant l'augmentation de la charge d'indentation. D'autre part, la dureté du verre céramique, présente une légère augmentation. En plus, nous avons observé que la dureté du verre Crown et du verre Flint est quasiment stable, ce qui s'explique par la différence de microstructure et de propriétés de nos échantillons. Et de là nous concluons que la céramique polycristallin est plus dur que la vitrocéramique et le verre optique.

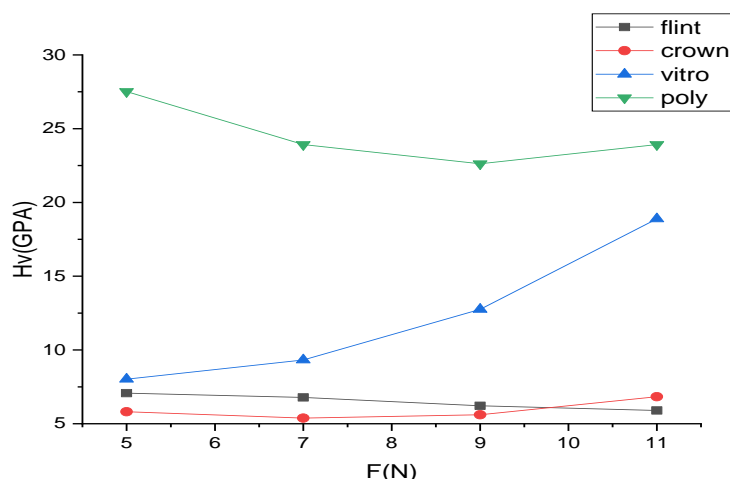


Figure 3.16 :Variation de la dureté Vickers en fonction de la charge d'indentation.

3.3.5.3.4 Module d'Young

La figure ci-dessous représente la variation du module d'élastique (module d'Young) en fonction de la charge d'indentation pour chaque échantillon étudié. Nous avons observé que le module d'élasticité du verre Crown, Flint et Vitrocéramique est quasiment constant dès la première charge sectionnée, par contre, le module d'élasticité du polycristallin est très important et commence à se diminuer à partir de la charge 7N.

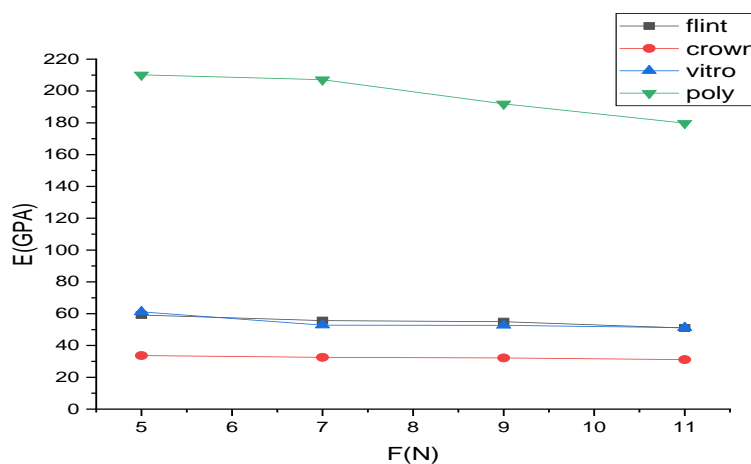


Figure 3.17 : la variation du module élastique en fonction de la charge d'indentation.

La courbe d'indentation permet d'obtenir la valeur du module de Young (E) pour différents échantillons à partir des courbes de charge et de décharge obtenues.

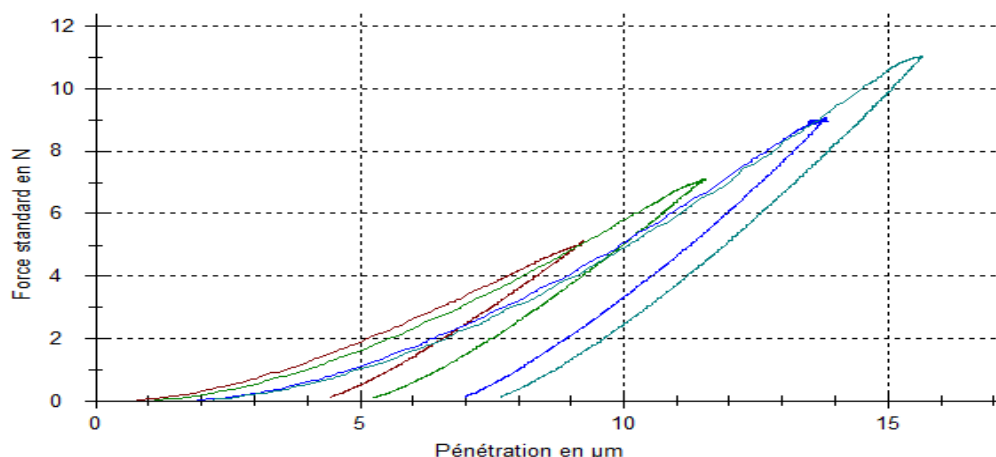


Figure 3.18: Courbes charges-décharges du verre Crown pour les différentes charges d'indentation appliquées.

3.3.5.3.5 Facteur d'intensité de contrainte (Ténacité)

La ténacité K_{Ic} de quatre échantillons étudiés a été calculée en utilisant les trois relations mentionnées dans le tableau précédent 3.3. Les valeurs obtenues des propriétés mécaniques (H_v , E et K_{Ic}) des quatre échantillons sont regroupés dans les tableaux ci-dessous :

A/ Verre Flint

Tableau 3.6 : Propriétés mécaniques du verre Flint

F(N)		5	7	9	11
Hv(GPA)		7.07	6.78	6.22	5.90
E(GPA)		59.16	55.68	54.96	50.97
K _{Ic} (MPa.√m)	Anstis	0.4751	0.5124	0.5397	0.5220
	Niihara	0.844	0.9139	0.9488	0.9355
	Laugier	0.3993	0.4235	0.4598	0.4362
c/a		3.29	3.33	3.27	3.34

B/ Verre Crown

Tableau 3.7 : Propriétés mécaniques du verre Crown

F(N)		5	7	9	11
Hv(GPA)		5.81	5.38	5.61	6.83
E(GPA)		33.68	32.54	32.2	31.13
K _{Ic} (MPa.√m)	Anstis	0.5949	0.6784	0.5594	0.5057
	Niihara	0.8578	0.9471	0.8732	0.8824
	Laugier	0.6244	0.7437	0.6401	0.4096
c/a		2.33	2.21	2.63	2.97

C/ Vitrocéramique

Tableau 3.8 : Propriétés mécaniques du vitrocéramique.

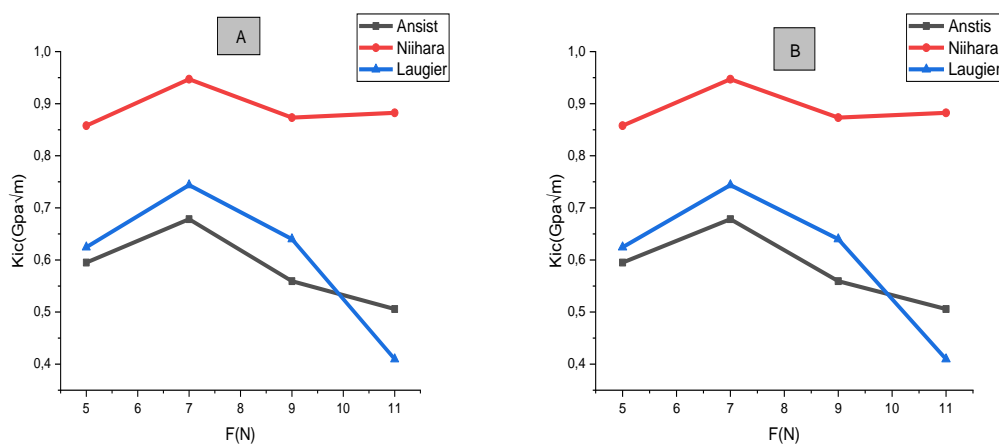
F(N)		5	7	9	11
Hv(GPA)		8.02	9.32	12.75	18.89
E(GPA)		61.16	52.79	52.65	51.21
K _{Ic} (MPa.√m)	Anstis	1.118	1.1198	0.7731	0.5410
	Niihara	1.4271	1.4957	1.3398	1.2273
	Laugier	1.4187	1.3113	0.6408	0.3363
c/a		1.97	2.03	2.86	3.88

D/ Polycristallin

Tableau 3.9 : Propriétés mécaniques du céramique polycristallin.

F(N)		5	7	9	11
Hv(GPA)		27.52	23.92	22.62	23.92
E(GPA)		210.15	207.10	191.92	179.76
K _{Ic} (MPa.√m)	Anstis	3.703	4.2567	2.8782	2.2594
	Niihara	4.4180	4.9635	3.6059	3.280
	Laugier	5.7664	7.387	3.5695	2.3694
c/a		1.64	1.54	2.01	2.42

La figure 3.19 représente la variation de la ténacité K_{Ic} en fonction de la charge F respectivement pour le verre Flint, verre Crown, verre Vitrocéramique et Polycristallin. La ténacité diminue lorsque nous augmentons les charges d'indentations pour les quatre échantillons utilisés. On remarque que l'échantillon polycristallin est plus tenace (plus rigide) comparée aux autres échantillons. Globalement, pour les échantillons utilisés, et à travers le calcul de la ténacité, nous remarquons que la relation la plus adoptée correspond à celle de Nihara car nous avons utilisé des faible charge.



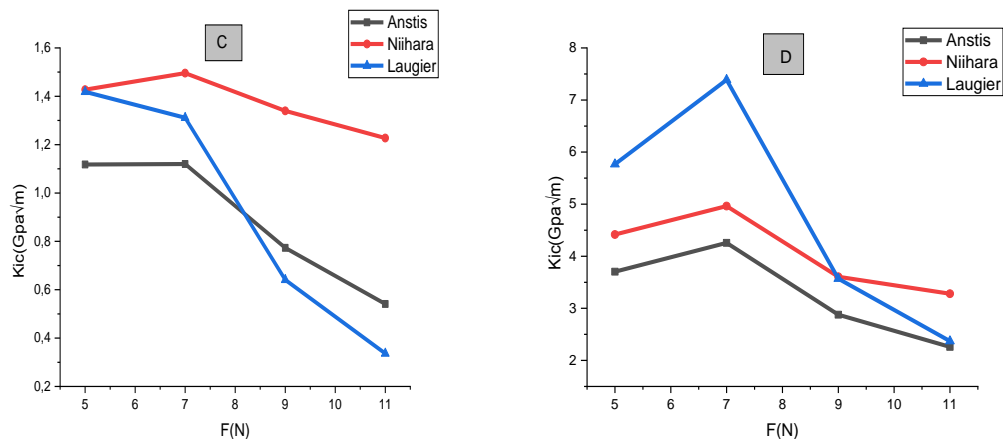


Figure 3.19: Variation de la ténacité en fonction de la charge d'indentation :





- A) Flint B) Crown
 C) Vitrocéramique D) Polycristallin

3.3.5.3.6 Résultats optique (sablage)

Au début, nous avons pris quelques photos sur les échantillons étudiés avant et après le sablage. pendant l'opération, nous avons fixé la masse de sable utilisée $M_p = 300g$ et l'angle d'attaque (45°). Les observations microscopiques des figures sont mentionnées dans le tableau 3.10. La surface du verre Crown et verre Flint est plus érodée. Elle est moins comparée érodée pour le polycristallin et la vitrocéramique.

Tableau 3.10 : Différentes surfaces d'échantillons avant et après le sablage (Grossissement de la surface de l'échantillon 50 fois)

Échantillons	Avant sablage 45°	Après sablage 45°
Crown		
Flint		

Vitrocéramique		
Polycristallin		

D'après les résultats obtenus dans la section (3.3.5.3.7) et illustré dans les figures 3.20-3.21 , qui représente les variations de la transmission optique en fonction de la longueur d'onde des 4 échantillons: verre flint, Crown, vitrocéramique et céramique polycristallin.

On observe que le rapport de transmission optique de ces derniers échantillons à un angle de 45° , respectivement, est d'environ :[62%, 23 %,31% ,13,5%] on note une chute de facteur de transmission du verre flint ,alors on conclut que il est le moins dure par rapport aux autre échantillons par conter le céramique polycristallin le plus dure; Et pour l'angle 90° , le rapport de transmission optique de ces derniers échantillons respectivement est d'environ :[4.75%, 6.8 %, 1.54% , 4.17%].

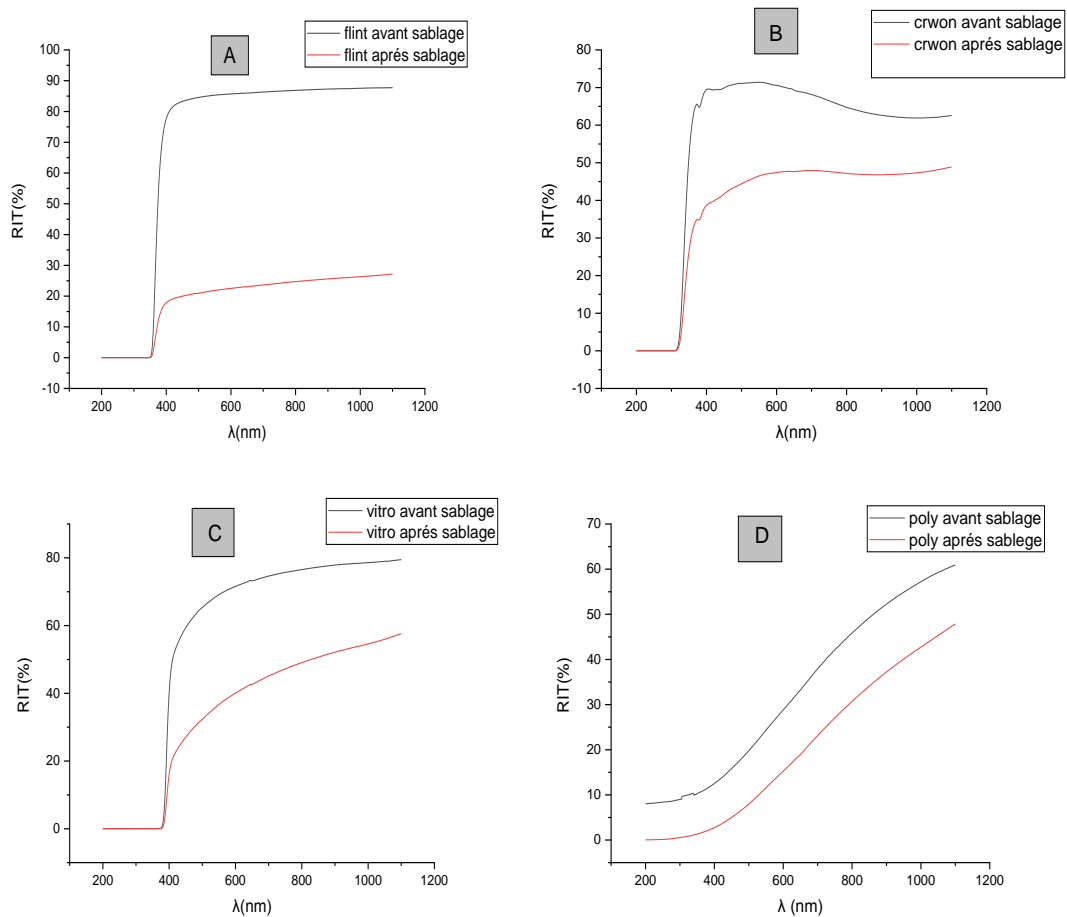
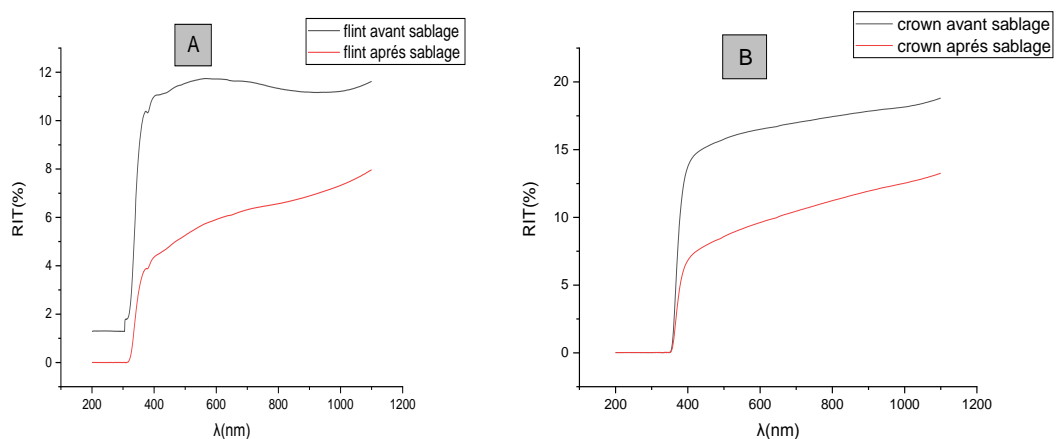


Figure 3.20 : variation du Spectres de transmission optique en ligne (RIT) avant et après sablage 45° des échantillon:

- (a) Flint ;
- (b) Crown ;
- (c) Vitrocéramique
- (d) Polycristallin.



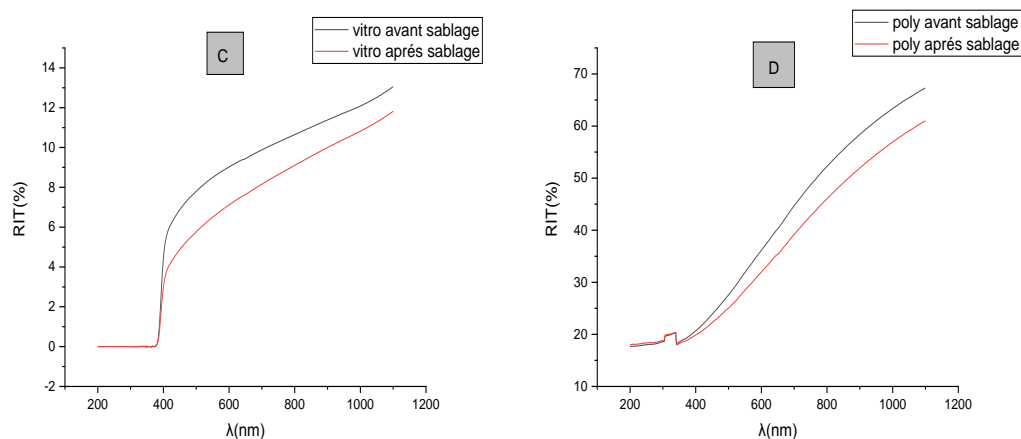


Figure 3.21 : variation du Spectres de transmission optique en ligne (RIT) avant et après sablage 90°des échantillon:

- (a) Flint (b) Crown
(c) Vitrocéramique (d) Polycristallin

Après présentation des résultats, il a été constaté que le rapport de transmission optique à l'angle 45° est supérieur au rapport de transmission optique à l'angle 90° .

Alors on peut négliger l'angle 90° car il n'a pas une grande d'influence sur la dégradation de l'état de surface par rapport à l'angle 45°, donc l'angle 45° est l'angle critique.

3.3.5.3.7 Transmission optique en ligne RIT

a) Transmission avant sablage 45°

Nous avons utilisé la spectrophotométrie ultraviolet-visible pour tracer la courbe de transmission en fonction de la longueur d'onde (fig 3.22). A partir des résultats de spectres d'émission, nous pouvons voir que l'évolution de transmission optique augmente progressivement avec la longueur d'onde [200-1100](μm) et à partir de cet résultat représentant, l'évolution de la transmission optique en fonction de la longueur d'onde, on constate que la transmission optique augmente progressivement avec la longueur d'onde [200-1100](μm). Et à partir des résultats de spectres d'émission, on remarque que le verre Flint représente une bonne transmission optique par rapport aux autres échantillons. En plus, nous observons que la transmission optique des échantillons augmente progressivement et elle commence à stabiliser à partir [400-1100](μm), excepté pour le polycristallin, sa transmission augmente lentement. Par exemple, à 600 nm, le facteur de transmission du verre Flint, Vitrocéramique, Crown et Polycristalline est de l'ordre de 85%, 71%, 70.5% , 28 % respectivement.

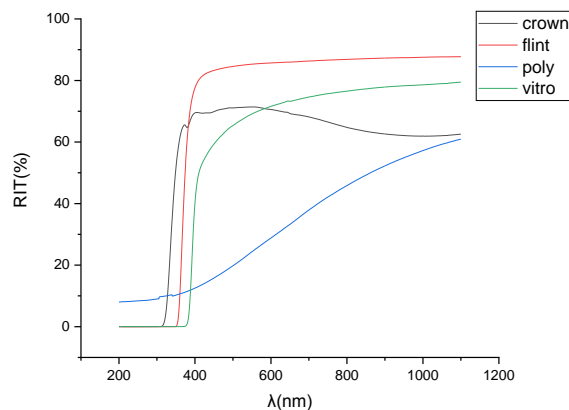


Figure3.22 : Spectres de transmission optique en ligne (RIT) avant sablage.

b) Transmission après sablage 45°

A partir des résultats de spectres d'émission de la figure 3.23 représentant, la variation de la transmission optique en fonction de la longueur d'onde après un sablage de 45°. On remarque que la transmission optique diminue progressivement avec la longueur d'onde à [200-1100](μm). On constate aussi que le vitrocéramique filtrée a une bonne transmission optique par rapport aux autres échantillons pour que le facteur de transmission soit supérieur à 50 % à [750-1100](μm).

Par exemple, à 600 (μm), la transmission optique pour les échantillons Crown , Polycristalline, vitrocéramique et Flint est de l'ordre de 47%; 15% ;40% ;22% respectivement. Nous avons observé aussi que le verre Flint commence à stabilisé rapidement à partir 400 jusqu'à 1100 (μm).

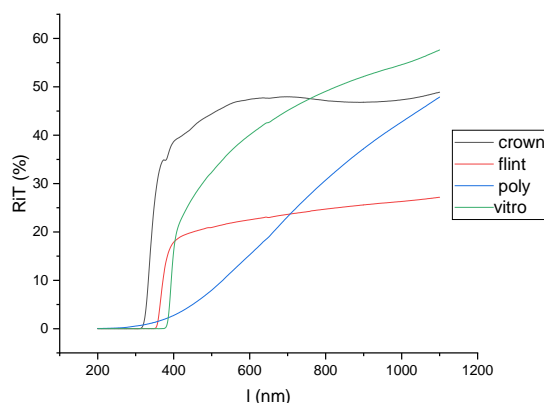


Figure 3.23 : Spectres de transmission optique en ligne (RIT) après sablage 45°.

c) Coefficient de diffusion optique

Le coefficient de diffusion optique de quatre échantillons a été calculé par la relation 3.9 donnée dans la section 3.3.5.2 et pour suivre la variation du coefficient nous avons utilisé l'originpro 2018.

D'après la figure 3.24, on observe que le coefficient de diffusion affiche des grandes valeurs pour une longueur d'onde inférieure à 350 nm, au-delà de cette longueur d'onde, le coefficient τ diminue progressivement pour l'échantillon de polycristallin et les valeurs du coefficient de diffusion pour cet échantillon sont inférieures pour les autres échantillons. Alors que les valeurs du coefficient τ des échantillons Crown, Flint et Vitrocéramique ont fortement diminué puis se sont stabilisées entre [400-1100], et cela est dû probablement à la densité du matériau : plus la densité est élevée, plus la propagation de la lumière est lente.

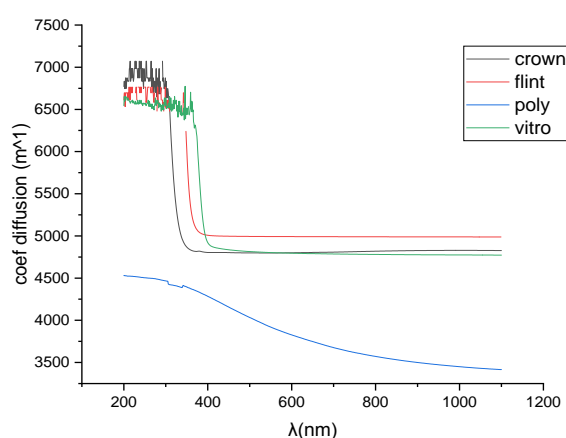


Figure 3.24 :Variation de coefficient de diffusion optique en fonction de la longueur d'onde des échantillons utilisés

d) Gap optique

En premier lieu, nous avons calculé le coefficient d'absorption $\alpha(\lambda)$ des échantillons, avant de calculer le gap optique: on utilise la relation 3.12, ce qui nous permet par la suite de déterminer le gap optique E_g en traçant les courbes de Tauc à partir de la relation 3.14. En effet, l'intersection de la partie linéaire de $(\alpha h\nu)^2$ avec l'axe des abscisses correspond aux valeurs du gap. On remarque sur les courbes obtenues, représentées sur la figure 3.25, que le résultat de gap des échantillons sont également proches sauf le polycristallin qui est le moins par rapport aux autres.

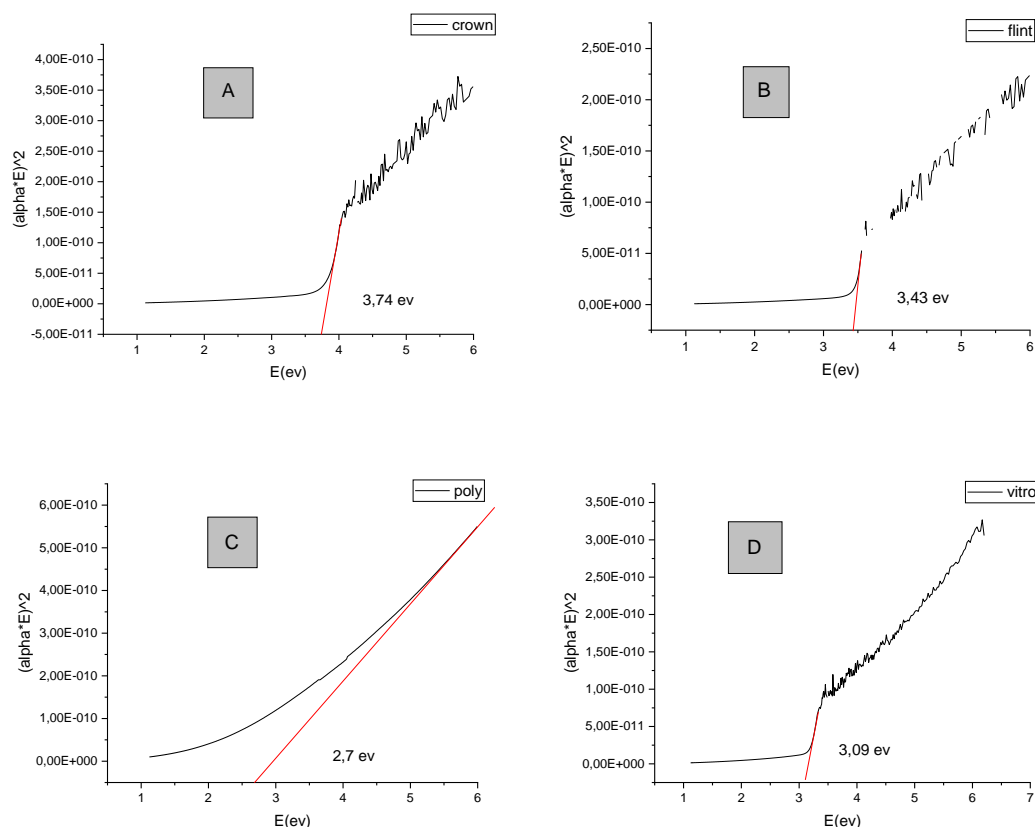


Figure 3.25 :Largeur de la bande interdite :

- A) Crown B) Flint
- C) Polycristallin D) Vitrocéramique

Les résultats du gap optique sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau 3.11 : Gap optique des échantillons.

	Crown	Flint	Polycristallin	Vitrocéramique
Gap optique	3.74	3.43	2.7	3.09

e)Indice de réfraction

Nous avons mesuré l'indice de réfraction à l'aide d'un réfractomètre d'Abbé. Les résultats obtenus sont illustrés sur le **Tableau3.12**:

	Crown	Flint	Vitrocéramique
Indice de réfraction	1.5105	1.4905	1.5425

Après l'obtention des résultats, les valeurs d'indice de réfraction du verre Crown et de la Vitrocéramique sont identiques par rapport aux résultats théoriques, Par contre

l'indice de réfraction du verre Flint ne correspond pas à le résultat théorique car il aura pas un bon contact avec la surface d'échantillons et le liquide utilisé le (bromonaphthalène)

La visualisation de l'échantillon polycristallin sur un réfractomètre d'Abbe ne produira pas de résultats très précis car l'échantillon d'alumine polycristalline est translucide et la gamme de l'appareil de mesure ne dépasse pas 1,73. Pour calculer l'évolution de l'indice de réfraction théorique en fonction de la longueur d'onde, nous avons utilisé la formule suivante : [24]

$$n = \sqrt{1 + \frac{1.4313493\lambda^2}{\lambda^2 - 0.0726631^2} + \frac{0.65054713\lambda^2}{\lambda^2 - 0.1193242^2} + \frac{5.3414021\lambda^2}{\lambda^2 - 18.028251^2}} \quad (3.12)$$

Avec : n : indice de réfraction de l'alumine.

λ : longueur d'onde du spectre d'émission (μm).

Les résultats obtenus sont illustrés sur la Figure 3.26 qui représente la variation d'indice de réfraction théorique d'Alumine en fonction de spectre d'émission (0.2 – 3 μm).

D'après cette dernière nous constatons que l'indice de réfraction de polycristallin varie de façon inversement proportionnelle à la longueur d'onde d'émission.

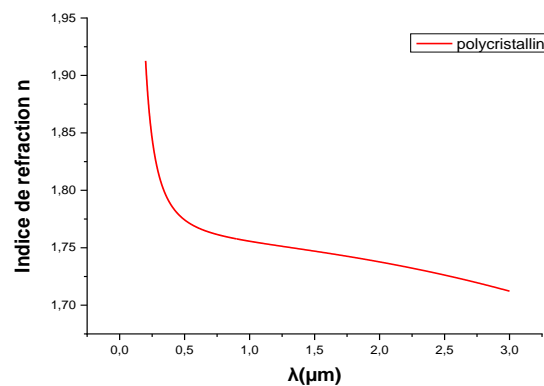


Figure 3.26 : Évolution de l'indice de réfraction de polycristallin en fonction de la longueur d'onde d'émission



Conclusion

Conclusion

Le verre et la céramique existent depuis des centaines de milliers d'années et ils continuent à améliorer et occuper une place importante dans notre vie quotidienne. De la fabrication des lames préhistoriques et des outils tranchants à l'utilisation des fibres du verre optique pour les télécommunications.

Le verre céramique peut être utilisé à la fois comme support pour le grand miroir du télescope et comme pièce mécanique. Son principal avantage par rapport aux autres verres optiques est que le matériau peut être produit dans de très grandes tailles. Il résiste aux chocs thermiques très élevés, et il est également connu pour son coefficient de dilatation thermique presque nul.

Dans notre recherche, nous avons mené à une étude comparative et expérimentale sur le verre optique (Flint, Crown), la vitrocéramique et la céramique polycristalline. Les résultats ont montré que ces propriétés mécaniques dépendent des structures des matériaux (la structure du verre optique est amorphe, la vitrocéramique a une structure amorphe-cristalline, et la céramique polycristalline a une structure cristalline pure).

D'après les essais mécaniques et optiques, les résultats trouvés peuvent être résumés par les points suivants:

- La vitrocéramique est le matériau moins rugueux et de bonne densité
- La dureté Vickers et la ténacité (le facteur d'intensité de contraintes KIC) plus élevée pour la céramique polycristalline et la vitrocéramique par rapport au verre optique utilisé mais la céramique polycristalline a surpassé les autres échantillons à cause de sa structure cristalline pure; puis en terme de ténacité nous avons choisi la relation de Niihara, car elle est la plus appropriée comparée aux autres relations utilisées.
- Concernant les résultats optiques (sablage), on a constaté que l'influence sur la dégradation de l'état de surface à l'angle 45° (l'angle critique) est supérieure à l'angle 90° donc, on peut négliger l'angle 90°
- En plus, on remarque que les spectres d'émission, des vitrocéramiques donnent une bonne transmission en ligne (RIT), après l'attaque de sable pour l'angle 45° mais avant sablage le verre flint possède de bonne transmission en ligne (RIT).
- En fin, les polycristallins ont un faible coefficient de diffusion optique et faible absorption par rapport aux autres échantillons et ce dernier présente de bonnes propriétés mécaniques par contre il a de faibles propriétés optiques.

Globalement, on peut classer la vitrocéramique comme meilleur matériau, puisqu'il a des propriétés mécaniques et optiques à la fois très importantes.

Perspectives

- On demande une amélioration du travail effectué sur les différents échantillons étudiés
- Étude expérimentale sur d'autres matériaux fragiles et en les comparant aux résultats trouvés actuels.
- Études prochainement sur plusieurs et différents matériaux fragiles, faire des essais d'indentations à plusieurs échelles à savoir: nano, micro et macroindentation

Références

- [1] http://www.zpag.net/Tecnologies_Industrielles/Materiaux_Generalite.htm
- [2] Michaël F. Ashby, «Choix des matériaux en conception mécanique», Dunod.
- [3] Helmenstine, Anne Marie. «Définition et exemples ductiles». ThoughtCo, 2016.
- [4] Dr. B. JACQUOT, « Propriétés mécaniques des Biomatériaux utilisés en Odontologie», Société Francophone des Biomatériaux Dentaires (SFBD), 2010.
- [5] <https://fr.wikipedia.org/wiki/Fragilit%C3%A9>
- [6] Jean-Paul Bailon et Jean-Marie Dorlot, Des matériaux, 3e éd. (ISBN 2-553-007701) , 2001.
- [7] A.BENZAAMA, «ANALYSE DES PARAMETRES DE RUPTURE AU VOISINAGE DES DEFAUTS EN TROIS DIMENSIONS», thèse de doctorat, USTOMB, 2020.
- [8] <http://chimiedrsahar.blogspot.com/2014/08/generalites-sur-les-verres.html>
- [9] F.Surcouf, «Les lunettes en mettent plein la vue !» PressReader, 2019.
- [10] F. Auzel, D. Pecile, D. Morin, J. Electrochem. Soc.: Solid-state science and technology 122(1) (1975) 101
- [11] A. Rosenflanz, M. Frey, B. Endres, T. Anderson, E. Richards, and C. Schardt, "Bulk glasses and ultrahard nanoceramics based on alumina and rare-earth oxides," Nature, vol. 430, no. 7001, pp. 761–764, Aug. 2004
- [12] <http://www.verrehaget.fr/les-verres-optiques/#:~:text=On%20appelle%20verre%20OPTIQUE%20un,r%C3%A9fraction%2C%20dispersion%2C%20transmittance%2C%20dilatation>
- [13] https://fr.wikipedia.org/wiki/Verre_optique
- [14] R. Paschotta, article sur les 'crown glasses' dans l' Encyclopedia of Laser Physics and Technology , 1. édition octobre 2008, Wiley-VCH, ISBN 978-3-527-40828-3
- [15] R. Paschotta, article sur les 'verres à silex' dans l' Encyclopedia of Laser Physics and Technology , 1. édition octobre 2008, Wiley-VCH, ISBN 978-3-527-40828-3
- [16] M. BENTOUMI, «Etude comparative du polissage du verre optique par des particules en oxyde de cérium libres et fixes », thèse de doctorat, IOMP, 2017.
- [17] J. P. Pérez, Optique. Fondements et applications, p. 81, 5e édition, Masson, 1996
- [18] <https://www.edmundoptics.fr/knowledge-center/application-notes/optics/optical-glass/#:~:text=0%2C8%20%25.-,Transmission,UV%20que%20les%20verres%20Flint.>

[19] Anthony Bertrand, «Verres, vitrocéramiques et céramiques à base de TeO₂ pour l'optique », thèse de doctorat, SPCTS, 2015.

[21] U. Petzold, «Optical Glass: A High-Tech Base Material as Key Enabler for Photonics», CHAPTER METRICS OVERVIEW, 2018.

[22] Sheila Reynolds, «Whats is Optical Glass ? », SWIFT GLASS ,2020.

[23] R. Boulesteix, A. Maitre, «Céramiques transparentes - Caractéristiques générales et procédés de fabrication», Technique de l'ingénieur, 2018.

[24] S. BENAÏSSA, « élaboration et caractérisation d'une nanocéramique à usage optique », thèse de doctorat, IOMP, 2016.

[25] Alexandre Macario. Assemblage des céramiques : analyse au travers de la littérature actuelle et d'un cas clinique. Médecine humaine et pathologie. 2016. ffdumas-01360326

[26] S.BENARIOUA, «Etude Comparative Des Propriétés Mécaniques De Surface Des Céramiques Monocristallines Et Polycristallines », mémoire de Master, IOMP, 2021.

[27] P. M. Lira, «Étanchéité de l'assemblage d'une céramique usinée avec un système de collage : étude in vitro », 2017.

[28] H. Luebbe, R. Kubrin, G. Blugan, J. Kuebler, «CERAMIQUE POLYCRISTALLINE ROUGE OPTIQUE» *My Science Work*, 2017.

[29] <https://www.google.com/url?sa=t&source=web&rct=j&url=https://ceramique-technique.com/matieres/alumine&ved=2ahUKEwjI55KTx9D3AhUXgP0HHVgSDZY4ChAWegQIERAB&usg=AOvVaw2FhXz6eaPr7M8FelofNnVO>

[30] P.W. McMillan, "Glass-ceramics", Academic Press - Londres (1964)

[31] G.Leng Ward, M.H. Lewis, "Oxynitride glasses and their glass-ceramics derivatives," *Glasses and Glass-Ceramics*, Ed. Chapman and Hall, 1986.

[32] B. Rangarajan, *Dissertation in Engineering Science and Mechanics*, Pennsylvania State University, 2009.

[33] A.K. Varshneya, "Fundamentals of Inorganic glasses," Edition Academic Press, London, 1994.

[34] W. Ostwald, *Z. Phys. Chem.* 34 (1900) 495

[35] D.R. Uhlmann, A.G. Kolbeck, *Phys. Chem. Glasses* 17(5) (1976) 146

[36] S. Fujihara, C. Mochizuki, T. Kimura, *J. Non Cryst. Solids* 244 (1999) 267

- [37] S. Fujihara, S. Koji and T. Kimura, *J. Mater. Chem.* 14 (1331), 2004.
- [38] W. Höland, V. Rheinberger, M. Schweiger, *Adv. Eng. Mater.* 3(10) (2001) 768
- [39] Thèse de P. Loiseau, Université P. et M. Curie, Novembre (2001).
- [40] M. Mortier, A. Monteville, G. Patriarche, G. Mazé, F. Auzel, *Opt. Mater.* 16 (2001) 255
- [41] S. Hendy, *Appl. Phys. Letters* 81(7) (2002) 1171 [67] G.H. Beall, D.A. Duke, *J. Mater. Sc.* 4 (1969) 340
- [42] F. Auzel, D. Pecile, D. Morin, *J. Electrochem. Soc.: Solid-state science and technology* 122(1) (1975) 101
- [43] D.U. Tulyaganov, S. Agathopoulos, J.M. Ventura, M.A. Karakassides, O. Fabrichnaya, J.M.F. Ferreira, *J. Eur. Ceram. Soc.* 26 (2006) 1463–1471
- [44] D.W. Richardson, «Modern Ceramic Engineering», Marcel Dekker Inc, 1992.
- [45] A. Chorfa, «ETUDE DE LA FISSURATION DU VERRE PAR L'INDENTATION INSTRUMENTEE», thèse de doctorat, IOMP, 2010.
- [46] E. Barthel, D. Chicot, J.P. Guin, E. Le Bourhis, G. Mauvoisin, “L'indentation : un outil de caractérisation multi-échelle des matériaux,” Commission thématique Indentation France, SF2M, 2014.
- [47] M.J. Reece, F. Guiu, “Repeated indentation method for studying cyclic fatigue in ceramics,” *J. A. Cer. Soc.*, Vol 73, N°4, pp.1004-1013, 1990.
- [48] J. R. Varner, “The particle strength of glass, strength of inorganic glass”, Plenum Press, New York (1985), P. 643
- [49] D. Tabor., *The hardness of solids., Review of Physics in Technology.*, 1 : p.145, 1970.
- [50] A. P. Harsha, Avinash A. Thakre, “Investigation on solid particle erosion behavior of polyetheraramide and its composites.” Department of mechanical engineering, Institute of Technology, Banaras Hindu University, Varanasi 221005, India (2005), pp. 1-12 [51] J. Lesage, D. Chicot, « L'indentation appliquée à la caractérisation des matériaux ».
- [52] I.N. Sneddon, The relation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile, *Int. J. Eng. Sci.* 3 (1965), pp. 47–57
- [53] M.L. Zani., *Les appareils de mesure de dureté., Mesures.*, 766: p.70, 2004.

[54] A. Cornet and J.P. Deville., Physique et ingénierie des surfaces., EDP Sciences, 1998.

[55]<https://www.rubig.com/fr/centre-de-competences/analyses-des-materiaux/mesure-de-la-durete/>

[56][https://fr.wikipedia.org/wiki/Indentation_\(mat%C3%A9riau\)#:~:text=Principe,que%20l'on%20peut%20mesurer.](https://fr.wikipedia.org/wiki/Indentation_(mat%C3%A9riau)#:~:text=Principe,que%20l'on%20peut%20mesurer.)

[57] D. François, "Essais mécaniques des métaux : Essais de dureté," Technique de l'ingénieur.

[58]https://fr.wikipedia.org/wiki/Duret%C3%A9_Rockwell

[59] P.L.Larsson, A.E.Giannakopoulos, E.Söderlund, D.J.Rowcliffe., R. Vestergaard, "Analysis of Berkovich Indentation," Int. Jour. Solids Structures, Vol. 33, N° 2, pp. 221- 248, 1996

[60] JR. Tuck, AM. Korsunsky, SJ. Bull, R. Davidson, "On the application of the work-of-indentation approach to depth-sensing indentation," Surface and coatings technology, Vol.137, N° 2, pp.217-224, 2001.

[61] D. Chicot, A. Pertuz, "Indentation Vickers et Knoop, conversion des duretés," B.P. 179-59653 France-Nice, pp. 1-5, 2003.

[62] P. Kempe, "Nanoindentation et microrayage en environnement contrôlé

Colloque, SF2M Section-Ouest," Surfaces et Interfaces, indentation, rayage et abrasion, Angers, 16 et 17 mars 2005.

[63]https://fr.wikipedia.org/wiki/Duret%C3%A9_Vickers#:~:text=La%20mesure%20de%20duret%C3%A9%20Vickers,calculer%20la%20duret%C3%A9%20du%20mat%C3%A9riau.

[64] Y. T. Cheng, C.M. Cheng, "Relationships between hardness, elastic modulus, and the work of indentation," Ap.phy. Let, Vol.73, N° 5, p.614, 1998.

[65] A.Pertuz, "Indentation Vickers et Knoop des matériaux massifs ou revêtus: dureté ; ténacités et adhérence," Thèse de Doctorat, Université de Lille 1(France), 2003.

[66]A.Chorfa, «ETUDE DE LA FISSURATION DU VERRE PAR L'INDENTATION INSTRUMENTEE», thèse de doctorat, IOMP, 2010.

[67] L. Alain, «Détermination de la ténacité de matériaux fragiles ou ductiles à partir de l'essai d'indentation », ResearchGate, 2013.

[68]G. ANSTIS, R. P. CHANTIKUL, B. R. LAWN, D. B. MARSHALL, A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: I, Direct Crack Measurements, Journal of Am. Ceram. Soc, 64(1981) 533–538.

- [69] M.T. Laugier, "New formula for indentation in ceramics", *J. Mater. Sci. Letts.*, Vol. 6, pp. 355-356, 1987.
- [70] K. Niihara, R. Morena, D.P.H. Hasselman, "Evaluation of KIC of brittle solids by the indentation method with low crack-to-indent ratios", *J. Mater. Sci. Letts.*, Vol. 1, pp.13-16, 1982.
- [71] J.L. Loubet, M. Bauer, A. Tonck, S. Bec and B. Gauthier-Manuel, Nanoindentation with a surface force apparatus, in *Mechanical Properties and Deformation Behavior of Materials Having Ultra-Fine Microstructures*, Springer, 1993, pp. 429-447.
- [72] W.C. Oliver and G.M. Pharr, An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, *J. Mater. Res.* 7 (1992), pp. 1564-1583.
- [73] Y.W. Bao, W. Wang and Y.C. Zhou, Investigation of the relationship between elastic modulus and hardness based on depth-sensing indentation measurements, *Acta Mater.* 52 (2004), pp. 5397-5404.
- [74] J. Lesage, M.H. Staia, D. Chicot, C. Godoy and P.E.V. De Miranda, Effect of thermal treatments on adhesive properties of a NiCr thermal sprayed coating, *Thin Solid Films* 377-378 (2000), pp. 681-686.
- [75] G. Kermouche., Contribution à la modélisation théorique et numérique des essais d'indentation et de rayure., Thèse de doctorat, L'école centrale de lyon, 2005.
- [76] Applications Bulletin, CSM instruments: The ultra Nanoindentation tester: new generation of thermal drift free indentation, N°: 31 Février 2010.
- [77] Overview of mechanical testing standards., Advanced mechanical surface testing., CSM instruments, Septembre 2002. Fischer-Cripps AC., Nanoindentation., 2nd ed, Springer, New York, 2004.
- [78] K. Vincent, "Contribution à l'étude des mécanismes de déformation et de fissuration des verres," Mémoire pour l'obtention de l'Habilitation à diriger des recherches, Volume1 :Présentation de l'activité scientifique, Laboratoire de Recherche en Mécanique Appliquée de l'Université de Rennes I, 2008.
- [79] E. BERNARD, Adhérence, mécanique et tribologie de revêtements comp
- [80] <http://refractive index.info>.

Résumé

Le verre est un matériau qui a une grande importance dans de nombreux domaines (optique, électronique, ...). Le verre céramique peut être utilisé à la fois comme un support pour des grands miroirs télescopique et comme pièce mécanique; malgré sa fragilisation.

Dans ce travail, nous avons effectué des tests simultanés sur quatre type du matériaux fragiles à savoir : Deux verres optiques, verre céramique et céramique polycristallin. Afin d'extraire le matériau qui a de bonnes propriétés optiques et mécaniques.

Enfin, nous avons pris des notes nécessaires pour clarifier quel matériau se caractérise par les meilleurs résultats par rapport aux autre échantillons étudiés.

abstract

Glass is a material that is of great importance in many fields (optics, electronics, ...). Ceramic glass can be used both as a support for large telescopic mirrors and as a mechanical part; despite its weakness.

In this work, we carried out simultaneous tests on four types of fragile materials, namely: Two optical glasses, ceramic glass and polycrystalline ceramic. In order to extract the material which has good optical and mechanical properties.

Finally, we took the necessary notes to clarify which material is characterized by the best results compared to the other samples studied.

ملخص

الزجاج مادة ذات أهمية كبيرة في العديد من المجالات (البصريات، الإلكترونيات، ...). يمكن استخدام زجاج السيراميك كدعم للمرايا التلسكوبية الكبيرة وكجزء ميكانيكي؛ رغم ضعفها.

في هذا العمل، أجرينا اختبارات متزامنة على أربعة أنواع من المواد الهشة، وهي: زجاجان بصريان، زجاج خزفي وسيراميك متعدد البلورات. من أجل استخراج المواد التي لها خصائص بصرية وميكانيكية جيدة..

أخيراً، أخذنا الملاحظات اللازمة لتوضيح المادة التي تتميز بأفضل النتائج مقارنة بالعينات الأخرى التي تمت دراستها