

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE  
UNIVERSITE MOHAMED EL BACHIR EL IBRAHIMI BBA  
FACULTE DES SCIENCES ET DE LA TECHNOLOGIE

## THÈSE

Présentée au département des sciences de la matière  
Pour l'obtention du diplôme de

### DOCTORAT LMD

Option : Sciences et génie des matériaux

Par

**CHEBBAH BOUZID**

### Thème

**Influence de l'état de surface d'un verre sur l'adhérence  
des couches minces de silice déposées par voie sol-gel.**

**Soutenu le 02/ 07/2025, devant le jury composé de :**

<b>Président</b>	Z. ROUABAH	Prof.	Univ. MOHAMED EL BACHIR EL IBRAHIMI BBA
<b>Rapporteur</b>	M. BENTOUMI	MCA	Univ. MOHAMED EL BACHIR EL IBRAHIMI BBA
<b>Co-Rapporteur</b>	N. GRAR	MCA	Univ. MOHAMED EL BACHIR EL IBRAHIMI BBA
<b>Examineurs</b>	S. DAOUD	Prof.	Univ. MOHAMED EL BACHIR EL IBRAHIMI BBA
	F. BENKHANAFUO	Prof.	Univ. ABOU BAKR BELKAID TLEMCENE
	C. BOUSBAA	Prof.	Univ. FERHAT ABBAS SETIF 1

## Remerciements

Ce travail a été réalisé au Laboratoire des Matériaux Non Métalliques (LMNM) de l'Université Sétif 1 (Algérie), dans le cadre de la préparation de ma thèse de doctorat.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à mon ancien encadreur, le Professeur N. Bouaouadja (aujourd'hui retraité), ainsi qu'au Dr Rachid Terki, pour leurs précieux conseils, leur expertise et leur soutien tout au long de ce projet.

Un remerciement particulier va au Dr Mohamed Bentoumi, qui a généreusement accepté de reprendre mon encadrement pour la poursuite de mes travaux, faisant preuve d'un engagement et d'une disponibilité remarquables.

Je remercie chaleureusement le Dr Nabila Grar pour son soutien constant, ses encouragements et son accompagnement tout au long de ces années de recherche.

Je souhaite également témoigner ma reconnaissance envers M. Zahir Rouabah, Professeur à l'Université de BBA, pour avoir honoré ma thèse en présidant mon jury.

Mes sincères remerciements s'adressent aux Professeurs Chaabane Bousbaa et Salah Daoud, ainsi qu'au Professeur Fathi Benkhanafou de l'Université de Tlemcen, pour avoir accepté de participer à mon jury malgré les contraintes géographiques.

Je n'oublie pas Messieurs Ahmed Benkhelif et Anouar Rechidi, membres du personnel du LMNM, dont l'assistance technique et la patience ont été indispensables à la réalisation de ce travail.

Enfin, je tiens à exprimer ma gratitude la plus profonde envers ma femme et ma famille pour leur soutien inébranlable et leurs encouragements précieux tout au long de ce parcours exigeant.

## Sommaire

Remerciements .....	i
Sommaire .....	ii
Liste des figures .....	viii
Liste des tableaux .....	xii
<b>Introduction générale</b> .....	<b>1</b>
<b>Chapitre I : Généralités sur l'érosion du verre</b> .....	<b>4</b>
I.1. Introduction.....	4
I.2. Généralités sur le verre .....	4
I.2.1. Structure et familles du verre .....	4
I.2.2. Composition chimique du verre.....	7
I.2.3. Propriétés optiques et mécaniques du verre.....	8
I.2.3.1. Propriétés optiques du verre.....	8
I.2.3.2. Propriétés mécaniques du verre .....	10
I.2.4. Défauts du verre .....	11
I.2.4.1. Défauts surfaciques .....	11
I.2.4.2. Défauts volumiques .....	12
I.2.4.3. Contraintes internes .....	12
I.2.4.4. Particules adhérant à la surface.....	12
I.3. Érosion des verres .....	12
I.3.1. Définition et principe d'érosion du verre.....	12
I.3.2. Comportement des matériaux vis-à-vis de l'érosion.....	14
I.3.3. Mécanisme d'érosion par particule de sable.....	15
1.3.3.1. Erosion abrasive .....	15
1.3.3.2. Fatigue de surface.....	16
1.3.3.3. Déformation plastique .....	16

1.3.3.4. Rupture fragile.....	16
I.3.4. Paramètres d'érosion.....	17
1.3.4.1. Angle d'impact.....	18
1.3.4.2. Vitesse d'impact des particules érosives.....	19
1.3.4.3. Flux des particules.....	20
1.3.4.4. Effet de la masse des particules projetées.....	21
1.3.4.5. Effet de l'énergie cinétique.....	22
1.3.4.6. Dureté des particules.....	22
1.3.4.7. Masse et Taille des particules érosives.....	23
I.4.1.8. Forme des particules érosives.....	24
I. 4.1.9. Résistance mécanique et rugosité associée au matériau cible.....	25
I.4. Historique des travaux sur l'érosion des verres au LMNM.....	26
I.5. Conclusion.....	29
<b>Chapitre II : Techniques de correction des défauts surfaciques.....</b>	<b>30</b>
II.1. Introduction.....	30
II.2. Trempe.....	30
II.2.1. Trempe thermique.....	31
II.2.2 Trempe chimique.....	32
II.2.3. Traitement par l'acide fluorhydrique (HF).....	34
II.3. Revêtement par techniques conventionnelles.....	36
II.3.1. Introduction.....	36
II.3.2. Dépôt Physique en Phase Vapeur (PVD).....	37
II.3.3. Dépôt Chimique en Phase Vapeur (CVD).....	37
II.3.4. Les procédés d'évaporation sous vide.....	38
II.3.5. Pulvérisation Cathodique.....	38
II.3.6. Pyrolyse par pulvérisation.....	38

II.4. Revêtement par méthode sol-gel .....	39
II.4.1. Synthèse de revêtements par procédé sol-gel .....	39
II.4.2. Mécanismes réactionnels de la synthèse Sol-gel .....	40
II.4.2.1. Hydrolyse.....	40
II.4.2.2. Polymérisation .....	40
II.4.3. La transition sol-gel et états du système .....	40
II.4.3.1. Vieillessement du gel.....	42
II.4.3.2. Structures formées .....	42
II.4.4. Procédés de mise en œuvre.....	43
II.4.4.1. Revêtement par pulvérisation .....	44
II.4.4.2. Revêtement par enduction lamellaire .....	44
II.4.4.3. Revêtement par centrifugation.....	44
II.4.4.4. Revêtement par immersion .....	45
II.4.4.5. Relation entre vitesse de retrait et épaisseur du film .....	47
II.4.5. Traitements thermiques et recuits .....	48
II.5. Conclusion .....	48
<b>Chapitre III : Adhérence des revêtements .....</b>	<b>49</b>
III.1. Adhésion et adhérence.....	49
III.1.1. Définitions.....	49
III.1.2. Classification de l'adhésion.....	50
III.1.2.1. Adhésion fondamentale .....	50
III.1.2.2 Adhésion thermodynamique.....	51
III.1.2.3 Adhésion pratique ou adhérence.....	51
III.2. Interactions interfaciales.....	52
III.3. Mesure de l'adhérence.....	53
III.3.1. localisation de la rupture .....	53

III.3.2	Dissipation d'énergie.....	53
III.4.	Techniques de mesures d'adhérence des revêtements.....	54
III.4.1.	Tests de quadriallage .....	55
III.4.2.	Essais de traction.....	56
III.4.3.	L'essai de flexion quatre points .....	57
III.4.4.	Essais de gonflement-décollement.....	58
III.4.5.	Essais de chocs au laser.....	59
III.4.6.	Essais de pelage.....	61
III.4.7.	Essais de pliage .....	62
III.4.10.	Essais d'adhérence dérivés de l'indentation.....	62
III.5.	Essais de rayage.....	64
III.5.1.	Comportement des verres à l'essai de rayage .....	65
III.5.2.	Comportement des dépôts céramiques sur substrats ductiles.....	67
III.5.3	Modélisation des revêtements .....	67
III.6.	Paramètres influents l'adhérence .....	68
III.6.1.	Influence de la dureté du substrat.....	68
III.6.2.	Influence de l'épaisseur du revêtement.....	69
III.6.3.	Influence de la rugosité du substrat.....	69
III.6.4.	Autres paramètres influent l'adhérence des revêtements .....	69
III.6.5.	Paramètres extrinsèques à l'essai de rayage.....	69
III.6.6.	Paramètres intrinsèques à l'essai de rayage .....	70
III.7.	Étude des microrayures .....	71
III.7.1.	Caractérisation des microrayures par l'étude des courbes de forces et de coefficient de frottement .....	70
III.7.2	Signal acoustique pour détecter des microrayures .....	70
III.7.3	Caractérisation par microscopie optique des microrayures.....	70
III.8.	Conclusion.....	75

<b>Chapitre IV : Procédure expérimentale</b> .....	76
IV.1. Introduction .....	76
IV.2. Matériaux utilisés et méthodes expérimentales .....	77
IV.2.1. Matériaux utilisé .....	77
IV.2.1.1. Verre utilisé.....	77
IV.2.1.2 Sable utilisé.....	76
IV.2.1.3 Acide fluorhydrique (HF) .....	77
IV.2.1.4. Précurseurs de silice .....	77
IV.2.2. Méthodes expérimentales .....	77
IV.2.2.1 Sablage.....	77
IV.2.2.2 Traitement chimique par HF .....	81
IV.2.2.3. Nettoyage des échantillons .....	81
IV.2.2.4 Synthèse de la solution de trempage.....	81
IV.2.2.5 Elaboration des couches minces par voie sol-gel.....	82
IV.2.2.6. Traitement thermique.....	83
IV.2.2.7. Dénomination des échantillons.....	83
IV.3. Caractérisation optiques et mécaniques des revêtements .....	84
IV.3.1 Observation par Microscopie optique.....	84
IV.3.2 Rugosité .....	84
IV.3.3 Profilométrie tactile .....	84
IV.3.4 Spectrométrie UV-Visible .....	85
IV.3.5 Résistance mécanique .....	86
IV.3.6 Essai de rayage .....	87
IV.4. Conclusion.....	88
<b>Chapitre V : Résultats et discussions</b> .....	89

V.1 Introduction.....	89
V.2. Taux d'érosion.....	89
V.3 Rugosité surfacique.....	91
V.4 Épaisseurs des revêtements.....	93
V.5 Transmittance.....	95
V.6 Résistance mécanique à la flexion biaxiale .....	97
V.7. Adhérence des couches minces déposées .....	100
V.7.1. Régimes d'endommagement.....	100
V.7.2. Emission acoustique.....	102
V.7.3 Synthèse des résultats de l'essai de rayage .....	103
V.8 Conclusion .....	105
<b>Conclusion générale et perspectives .....</b>	<b>107</b>
<b>References bibliographiques .....</b>	<b>109</b>
<b>Resumé .....</b>	<b>119</b>

## Liste des figures

Figure I.1	(a) Deux tétraèdres de silice reliés par un même atome d'oxygène. (b) Structure de la silice amorphe : empilement désordonné de tétraèdres de silice	P 05
Figure I.2	Les différentes interactions ayant lieu lors de l'impact d'une onde lumineuse sur une lame de verre.	P 10
Figure I.3	Courbe schématique de flexion d'un échantillon de verre	P 11
Figure I.4	Principe de l'essai d'érosion par une particule solide projetée sur une cible.	P 13
Figure I.5	Comportement typique des matériaux vis-à-vis de l'érosion : (a) ductile et (b) fragile.	P 14
Figure I.6	Mécanismes d'érosion par des particules solides selon Meng and Ludema.	P 15
Figure I.7	Principaux mécanismes d'érosion, d'après.	P 16
Figure I.8	Éléments essentiels impliqués dans le processus d'érosion	P 17
Figure I.9	Schéma montrant l'influence de l'angle d'impact sur le taux d'érosion dans le cas des matériaux ductiles et fragiles.	P 18
Figure I.10	Scan optique d'un verre érodé montrant trois degrés d'endommagement à vitesses variables : (a) $C = 8$ m/s, (b) $20 > C > 8$ , (c) $C = 20$ m/s.	P 20
Figure I.11	Évolution de la transmission optique $T$ et de la rugosité arithmétique $R_a$ en fonction des masses de sable projetées $M_p$	P 21
Figure I.12	Illustration des longueurs $D_{max}$ et $d_{max}$ se rapportant à une particule	P 23
Figure I.13	Fissuration schématique de type Vickers	P 24
Figure I.14	Fissuration schématique de type Hertzienne	P 24
Figure I.15	(a) Micrographies montrant l'endommagement de la surface d'un verre impacté avec des grains de sable pendant 30 min et (b) 60 min	P 26
Figure I.16	Variation du taux d'érosion en fonction de la masse érodante pour différents angles d'impact	P 27
Figure I.17	Variation de la transmittance et de la rugosité en fonction du temps de sablage	P 27
Figure I.18	Répartition angulaire de la transmission diffuse en fonction de l'angle d'illumination pour un verre sablé avec 100 g de sable	P 28
Figure II.1	Courbe illustrant la distribution des contraintes dans une plaque de verre ayant subi une trempe thermique	P 29
Figure II.2	Photographies illustrant le type de fracture selon l'état du verre : a) recuit, b) trempe douce, c) trempe sévère.	P 30

Figure II.3	Schéma des échanges ioniques à l'interface verre- bain du nitrate de Potassium.	P 31
Figure II.4	Profil de contraintes dans une plaque de verre traitée par trempe chimique.	P 32
Figure II.5	Représentation des mesures de la résistance mécanique en fonction de la durée de l'attaque dans un bain d'acide.	P 33
Figure II.6	Micrographie de l'état de surface d'un verre sablé et attaqué par HF montrant l'émoussement des bouts de fissures.	P 34
Figure II.7	Principales étapes d'une synthèse d'un matériau par voie sol-gel	P 40
Figure II.8	Gels obtenus à partir de tétralcoxydes de silicium par catalyse basique	P 41
Figure II.9	Gels obtenus à partir de tétralcoxydes de silicium par catalyse acide	P 41
Figure II.10	Illustration du processus de dépôt par centrifugation	P 43
Figure II.11	Processus de dépôt par immersion	P 44
Figure III.1	Portées et forces de liaison associées aux différents types d'interactions	P 47
Figure III.2	Différents processus menant à l'adhésion et mesure de l'adhérence	P 48
Figure III.3	Essais de traction <b>a)</b> Traction par pion collé <b>b)</b> Traction par plots collés <b>c)</b> Essai « Pull-off»	P 52
Figure III.4	Essais d'arrachement par cisaillement	P 53
Figure III.5	Essais de clivage	P 53
Figure III.6	Essai de pelage selon deux incidences à gauche à 90° et à droite à 180°	P 54
Figure III.7	Essai de gonflement-décollement	P 54
Figure III.8	(a) principe de l'essai d'indentation interfaciale à pointe Vickers, (b) : essai d'indentation conique à proximité de l'interface Al/ Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (observation au MEB).	P 55
Figure III.9	Principe de l'essai de rayage	P 56
Figure III.10	Schéma de l'allure d'une rayure modèle obtenue à la suite d'un chargement monotone d'un indenteur sur un verre silico-sodo- calcique. La micrographie correspondante est aussi illustrée.	P 58
Figure III.11	(a): Formation d'une écaille accompagnée des différents endommagements observés [130], (b): écaillage par propagation d'une fissure latérale-Absence de fissure radiale	P 59
Figure III.12	Evolution de la force critique L <sub>C</sub> en relation avec la dureté du substrat	P 62
Figure III.13	Vue de côté é et de dessus des schémas des cinq modes de rupture de revêtement	P 64

Figure III.14	Différents modes de fissurations créés lors de l'essai de rayage	P 65
Figure III.15	Différents types de ruptures à l'interface induits par le test de rayage	P 65
Figure III.16	Cartes des modes illustrant la corrélation entre la nature de la rupture, dureté du substrat et celle de la couche déposée	P 66
Figure IV.1	Spectromètre de fluorescence X de type ZSX Primus IV	P 68
Figure VI.2	échantillon de sable brute utilisé dans les essais d'érosion par sablage	P 69
Figure IV.3	Dispositif d'érosion par sablage utilisé.	P 71
Figure IV.4	Les différentes étapes du procédé trempage tirage	P 74
Figure IV.5	Spectre DRX des couches de Silice déposées	P 75
Figure IV.6	Microscope con-focal utilisé	P 76
Figure IV.7	Profilomètre à stylet Alpha Step D 500	P 76
Figure IV.8	Spectrophotomètre utilisé pour la détermination de la transmittance	P 77
Figure IV.9	Dispositif d'essai de la résistance mécanique en flexion biaxial.	P 78
Figure IV.10	Dispositif d'essai de rayage CSM	P 79
Figure V.1	Évolution de la fraction de dommage, $\tau = \frac{S_D}{S_T}$ en fonction de la masse de sable projetée	P 82
Figure V.2	Observations microscopiques (x10) des échantillons : (a) sablés (100 g), (b) sablés/attaqués, (c) sablés/revêtus, (d) sablés/attaqués/revêtus.	P 83
Figure V.3	Morphologie de surface après différents traitements : (a) sablée, (b) sablée/attaquée, (c) sablée/revêtue, (d) sablée/attaquée/revêtue.	P 84
Figure V.4	Rugosité arithmétique de surface (Sa) en fonction de la masse de sable utilisée pour éroder la surface du verre et pour les différents traitements appliqués.	P 85
Figure V.5	Evolution de l'épaisseur du revêtement et la vitesse de tirage selon (a) l'équation (V.5) et (b) l'équation (V.6).	P 86
Figure V.6	(a) Spectres de transmittance du verre, (b) variation de la transmittance en fonction	P 88
Figure V.7	La résistance mécanique maximale ( $\sigma_{max}$ ) calculée selon l'équation 1 : (a) en fonction de la masse de sable projetée. (b) en fonction de la transmittance.	P 90
Figure V.8	Observation optique des premières fissures sur un sur verre (SC)	P 93
Figure V.9	Observation optique des premiers groupes de fissures sur un verre (SC)	P 94

Figure V.10	Observation optique du délaminage de la matière sur un verre	P 94
Figure V.11	Variation de l'émission acoustique en fonction de la charge normale appliquée sur verre	P 95
Figure V.12	Observations optiques des rayures représentatives pour	P 96
Figure V.13	Charge critique d'apparition des endommagements lors du test de microrayage	P 97

## Liste des tableaux

<b>Tableau I.1</b>	Classification des oxydes d'après Olivier Veron	P 07
<b>Tableau I.2</b>	Composition minéralogique de quelques types de verres	P 08
<b>Tableau IV.1</b>	Propriété physique du verre utilisé	P 69
<b>Tableau IV.2</b>	Composition chimique moyenne du verre utilisé	P 69
<b>Tableau IV.3</b>	Composition et rapports de concentration de la solution préparée.	P 73
<b>Tableau IV.4</b>	Dénomination des substrats	P 75
<b>Tableau V.1.</b>	Charges critiques en (N) mesurées pour les verres (AC), verres (SC) et verres (STC).	P 90

# **Introduction Générale**

## Introduction générale

Il serait inutile de rappeler l'essor et le progrès qu'a connu la technologie des matériaux que ce soit sur le plan conception ou élaboration. Si bien qu'un nombre faramineux de travaux de recherche est consacré à des études de plus en plus complexes pour des matériaux plus performants. Cependant l'un des défis majeurs auxquels fait face la technologie des matériaux reste toujours le phénomène d'usure. Ce dernier est un phénomène qui possède un caractère très complexe et peut se présenter sous différentes formes. On peut distinguer quatre catégories d'usure : l'usure qui est le résultat d'une abrasion, l'usure suite à une fatigue de surface, l'usure par adhésion (frottement) et l'usure par érosion. Cette dernière (l'usure par érosion) possède un caractère intermittent et destructif. Comme son nom l'indique elle est le résultat d'impacts et de chocs répétés sur une surface cible. Cela conduit progressivement à l'altération de la qualité du matériau et à sa détérioration. Un aspect unique à ce mode d'usure et qui est très difficile à maîtriser reste son caractère discontinu, bref et localisé.

Quand une érosion par le biais de particules solide (Solid Particule Erosion - SPE) a lieu, elle peut entraîner sous l'effet de particules projetées à haute vitesse contre une surface, une perte importante de matière. Ce mécanisme d'érosion est très répandu dans la nature et peut affecter gravement de nombreux équipements industriels. Cela peut induire de lourdes conséquences telles que : de la masse qui est perdu, une résistance mécanique diminuée et une rugosité augmentée. Dans le cas spécifique des matériaux transparents tel que le verre, l'érosion s'accompagne aussi par une dégradation significative de la transmission optique. Cela représente une entrave majeure au fonctionnement d'un bon nombre d'instruments. En effet l'état de surface du verre est un facteur clé pour un fonctionnement optimisé d'un ensemble d'applications telles que les pare-brise pour automobiles, les protections en verre pour panneaux solaires, les miroirs solaires ou les vitrages architecturaux. Quand ces derniers sont exposés aux conditions agressives de l'environnement (corrosion, rayures, érosion, etc.) on peut assister à une dégradation accrue des propriétés mécaniques et optiques du verre. Cela est induit par des défauts de surface ou des microfissures qui altère non seulement l'aspect extérieur de verre mais aussi sa fonctionnalité.

Plusieurs techniques et procédés ont été investigués pour essayer de palier l'ensemble de ces problèmes. Le but étant de corriger les défauts de surface créés à la suite des mécanismes d'érosion. On vise par le biais de ces techniques à restaurer partiellement ou totalement les

propriétés du verre en tentant d'améliorer son état de surface. Parmi les techniques classiques fréquemment utilisées, on retrouve :

- Le polissage (par les voies mécanique, chimique ou thermique), qui vise à rétablir une surface lisse en réduisant les aspérités qui est le résultat de l'atténuation de l'amplitude des différences entre les niveaux des creux et des crêtes formés lors des différents chocs.
- Le dépôt de couches minces, une solution qui a connu un grand engouement ces dernières décennies. Il s'agit souvent de revêtements transparents et durables. L'application de ces derniers a conféré au verre des propriétés spécifiques, telles qu'une meilleure résistance aux conséquences de l'érosion ou une transmission optique optimisée.

Pour essayer d'optimiser la technique des couches minces, on doit noter que la silice ( $\text{SiO}_2$ ), composant principal de la plupart des verres, joue un rôle clé dans ces traitements. Contrairement aux polymères à qui on déplore une dégradation rapide sous l'effet des agressions extérieures, les couches à base de silices présentent une amélioration certaine et durable des propriétés chimiques et mécaniques. Cependant l'exploitation à grande échelle des méthodes conventionnelles pour le dépôt de couches minces telles que la déposition physique en phase vapeur (PVD) ou la déposition chimique en phase vapeur (CVD), sont onéreuses et contraignantes de par les conditions opératoires (vide poussé, températures élevées). Ces limitations ont motivé l'émergence de nouvelles alternatives telle que procédé sol-gel. Présentant l'avantage d'être réalisable à température et à pression ambiantes.

La technique sol-gel nous permet d'élaborer des couches de haute pureté et homogénéité avec en plus le fait d'être plus économique et adaptables aux besoins industriels. L'inconvénient majeur cependant concernant cette méthode reste sa faible résistance aux conditions climatiques sévères et sa fragilité face à des essais de re-sablage. La durabilité et la résistance du revêtement restent en deçà des valeurs optimales pour faire face efficacement aux conditions environnementales abrasives auxquelles sont sujettes les surfaces vitrées.

A la lumière de cette problématique ainsi posée, le but assigné à ce projet de thèse vise à améliorer les propriétés optiques et mécaniques des revêtements sol-gel. L'objectif est double : d'une part, on aspire à renforcer la protection et la réparation des surfaces vitrées endommagées, et d'autre part, augmenter l'adhérence des revêtements déposés sur ces surfaces grâce à un traitement chimique adapté préalablement appliqué sur les surfaces défectueuses. Pour cela la technique sol-gel est utilisée pour réaliser des couches minces de silice. Notre objectif est d'établir une optimisation des différents paramètres (conditions du sablage, état de surface, caractéristiques du sol) pour essayer de réaliser un revêtement d'une épaisseur

appréciable tout en améliorant les propriétés mécaniques et optiques du verre endommagé. On cherche aussi à ce que la couche réalisée soit résistante et durable. Le test de rayage est un moyen d'établir les performances de revêtement réalisé à cet égard.

Cette thèse est structurée en cinq chapitres, chacun abordant un aspect spécifique de la recherche :

Les deux premiers chapitres constituent un synthèse d'une revue bibliographique approfondie :

Le premier chapitre est consacré à la présentation du phénomène d'érosion du verre, Il met en exergue une synthèse des études majeures réalisées sur ce sujet, en lumière les mécanismes, les facteurs influents et les conséquences de l'érosion.

Le deuxième chapitre traite des techniques de corrections des défauts surfaciques et se concentre sur les solutions proposées dans la littérature pour lutter contre l'érosion. Une attention particulière est accordée aux méthodes de correction des défauts par revêtement, en essayant de se focaliser sur leurs avantages et leurs limites.

Le troisième chapitre est dédié à une revue bibliographique approfondie sur l'adhésion et les méthodes de mesure de l'adhérence des couches minces et l'accent sur les techniques basées sur l'indentation et le scratch test.

Le quatrième chapitre décrit la méthodologie expérimentale adoptée dans cette étude. Il est divisé en trois parties : La présentation des matériaux utilisés (verre, résine, etc.).La description des techniques et moyens expérimentaux mis en œuvre pour les essais de sablage, de revêtement et de caractérisation. L'explication détaillée de la procédure expérimentale suivie à chaque étape du travail réalisé.

Le cinquième chapitre est consacré à la présentation et à l'analyse des résultats expérimentaux. Les données obtenues sont interprétées et discutées en lien avec les objectifs de l'étude et les travaux antérieurs. Enfin, la thèse se conclut par une synthèse générale des principaux résultats, suivie de perspectives pour des recherches futures.

# **Chapitre I**

## **Généralités sur l'érosion du verre**

## Chapitre I : Généralités sur l'érosion du verre

### I.1. Introduction

L'érosion est un phénomène complexe qui regroupe l'ensemble des mécanismes responsables de la perte et du transport de matière à la surface d'un matériau considéré [1]. D'après la norme ASTM (American Society for Testing and Materials), l'érosion est explicitée comme un processus de détérioration surfacique résultant de l'impact fréquent de particules solides, entraînant une perte de matière [2].

La complexité de ce phénomène peut être expliquée par la multitude de paramètres qui l'influencent, tels que la nature, la forme et la taille des particules érodantes, en plus de leur vitesse et angle d'impact, ainsi que les caractéristiques du matériau cible. Pour étudier la réponse d'un matériau à l'érosion, les chercheurs se concentrent particulièrement sur l'évolution du taux d'érosion. Ce dernier est défini comme étant le rapport entre la perte de masse du matériau érodé et la masse des particules érodantes utilisées [3].

Malgré la disparité des approches utilisées, la majorité des travaux de recherche sur l'érosion distinguent deux comportements principaux, correspondant à deux grandes catégories de matériaux:

- Un comportement fragile, typique des verres, céramiques et autres matériaux durs [4].
- Un comportement ductile, caractéristique des matériaux métalliques et organiques.

Dans ce chapitre, nous nous concentrerons sur les généralités qui se rapportent au verre et aux comportements des matériaux fragiles face à l'érosion. L'objectif est d'essayer de mettre en lumière l'influence des paramètres les plus pertinents sur les mécanismes d'enlèvement de matière, en s'appuyant sur les études existantes.

### I.2. Généralités sur le verre

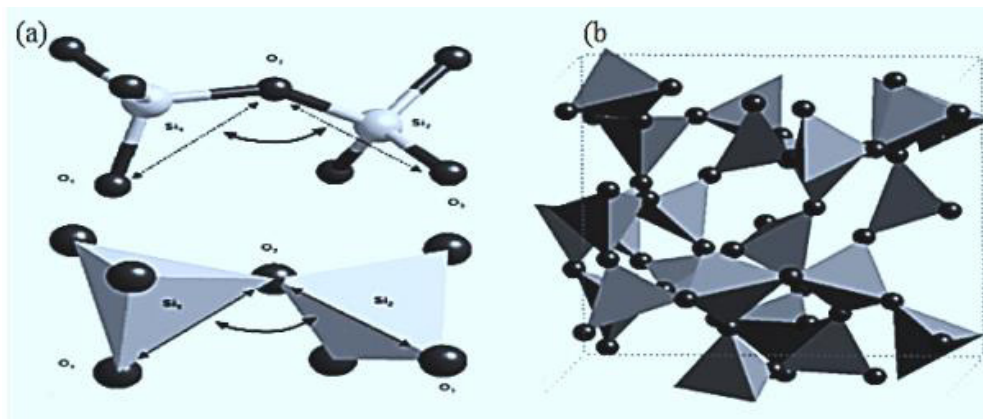
#### I.2.1. Structure et familles du verre

Le verre est défini par Jerzy Zarzycki [5] comme un solide non cristallin présentant une transition vitreuse, une définition qui sera largement utilisée par les experts du domaine, tels que J. Barton et C. Guillemet [6]. La particularité du verre comparé aux autres matériaux cristallins, est que le verre ne possède pas d'ordre atomique à longue distance. Des propriétés

uniques caractérisent le verre : dureté, fragilité, transparence, isolation électrique, imputrescibilité, ininflammabilité et une recyclabilité totale (100 %). La silice ( $\text{SiO}_2$ ), extraite du sable est le composant principal formant le verre, faisant de lui l'un des matériaux les plus abondants et utilisés par l'homme.

Les propriétés uniques du verre découlent de sa structure atomique, qui diffère de celle des matériaux cristallins. Cette structure se caractérise par deux niveaux d'organisation :

- **L'ordre à courte portée** : Il décrit l'arrangement local des atomes, comme la formation de tétraèdres  $\text{SiO}_4$  dans le cas du verre sodocalcique.
- **L'ordre à longue portée** : Il concerne l'organisation globale des tétraèdres  $\text{SiO}_4$  dans le réseau vitreux, sans périodicité ni symétrie à grande échelle



**Figure I.1** : (a) Deux tétraèdres de silice reliés par un même atome d'oxygène. (b) Structure de la silice amorphe : empilement désordonné de tétraèdres de silice [7]

On peut noter que dans un verre de silice, les atomes s'organisent en tétraèdres où le silicium (Si) occupe le centre de tétraèdres alors que les sommets sont occupés par des atomes d'oxygène (O). La liaison entre les tétraèdres  $\text{SiO}_4$  se fait uniquement par leurs sommets, sans partage de faces ou d'arêtes. Contrairement aux cristaux de silice (comme le quartz ou la cristobalite), où les tétraèdres s'organisent de manière périodique et répétitive à longue distance, le verre ne présente aucun ordre à grande échelle. L'agencement des tétraèdres dans le verre est aléatoire, sans motif régulier ou symétrie globale.

Souvent on fait référence au verre comme étant un « liquide figé ». Cela revient à la structure amorphe du verre ressemblant en grande partie à celle d'un liquide. L'explication de l'état solide du verre invoque la tension superficielle qui est un aspect typique des liquides (comme le mercure, dont la tension superficielle façonne la forme des gouttes). Cette tension est

responsable du blocage de la fluidité donnant ainsi son aspect rigide. D'un autre côté cette structure pseudo-liquide est aussi responsable de sa fragilité : lors d'une cassure, la forte tension superficielle fige instantanément les nouvelles surfaces créées, ce qui entraîne la propagation rapide des fractures.

Le verre, qui a la particularité d'être un matériau fragile et transparent à la lumière visible, est principalement composé de silice ( $\text{SiO}_2$ ), extraite du sable, en plus des fondants et de stabilisants. Le verre le plus répandu est le verre sodocalcique. Il est privilégié pour sa facilité de fabrication et son coût réduit. Il est fréquemment utilisé dans la production de verres plats, creux, ampoules électriques, etc. Aujourd'hui, on classe sous le terme « verre » une grande variété de solides amorphes, incluant non seulement les verres minéraux, mais aussi les verres organiques et métalliques [8]. Les verres inorganiques se classent en plusieurs catégories [6], dont la plus connue est le verre sodocalcique. Chacune des catégories de verre est adaptée à des usages spécifiques :

- **Verre sodocalcique**: c'est le verre le plus répandu. Il est surtout utilisé pour les verres plats, creux, ampoules électriques, etc. Il présente une stabilité chimique appréciable grâce à sa composition (environ 70 % de silice, 13 % de soude et 5 % de chaux). Son faible coût a facilité son utilisation massive dans la vie quotidienne (verre plat, miroirs, flacons de laboratoire, etc.). Cependant, à côté des avantages déjà cités, cette catégorie de verre présente une faible résistance aux chocs thermiques.
- **Verre borosilicaté** : connu surtout pour sa thermo-résistance et sa résistance chimique et aux chocs thermiques, c'est un verre de choix pour l'utilisation en laboratoire.
- **Verre au plomb** : comportant une teneur variable en plomb qui détermine sa densité, il est utilisé en cristallerie de luxe, verrerie d'art, pour la protection contre les radiations X et dans les écrans de télévision.
- **Verre de silice** : verre formé exclusivement de silice, il est caractérisé par son coût élevé. Il est utilisé pour les tubes de lampes halogènes, les éléments optiques et les miroirs de télescopes.
- **Verre vitrocéramique** : ce verre est destiné aux utilisations avec des variations brusques de températures (les plaques chauffantes et les ustensiles de cuisine).
- **Verre optique** : il est destiné à la fabrication de composants optiques (lentilles, prismes, loupes, etc.) où un degré de pureté très élevé est requis.

Le verre qui nous intéresse dans le cadre de cette étude est le verre sodocalcique. Il possède les particularités d'être polyvalent, peu coûteux et très facile à intégrer dans des chaînes de production. Il se présente sous différentes formes (opaque, transparent, fin, épais) et est produit à grande échelle ou artisanalement. Ses propriétés modulables et son faible coût de production en font un matériau incontournable dans la vie quotidienne. Ces principales caractéristiques sont énumérées comme suit :

- **Bonne stabilité chimique** : Résistant à de nombreux agents chimiques.
- **Faible résistance aux chocs thermiques** : Moins performant que le verre borosilicaté concernant cette particularité.
- **Utilisations variées** : Verre plat, verre creux, miroirs, ainsi que des applications en laboratoire (flacons, bocaux, lamelles).

### I.2.2. Composition chimique du verre

Zachariasen [9] nous propose une classification des oxydes selon leur rôle dans la formation du réseau vitreux. Selon cette classification, un verre est principalement constitué de formateurs, auxquels peuvent s'ajouter des modificateurs et, dans certains cas, des intermédiaires. Cette classification nous permet de comprendre la contribution des différents oxydes à la structure et aux propriétés du verre.

Formateurs	Modificateurs	Intermédiaires
SiO <sub>2</sub>	Na <sub>2</sub> O	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
GeO <sub>2</sub>	CaO	PbO
B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	BaO	CdO
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Li <sub>2</sub> O	ZnO
AsO <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	TiO <sub>2</sub>

**Tableau I.1** : Classification des oxydes d'après Olivier Veron [10].

- **Les formateurs comme (SiO<sub>2</sub>)** : Ils forment la base du réseau vitreux qui a la particularité d'être aléatoire et tridimensionnel.

- **Les intermédiaires comme ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )** : leur rôle est de modifier partiellement la structure et de stabiliser la phase cristalline.
- **Les modificateurs comme ( $\text{Na}_2\text{O}$ )** : altèrent la structure et cela en rompant les liaisons du réseau modifiant ainsi les propriétés telles que la viscosité, la conductivité, l'expansion thermique et surtout la durabilité chimique.

Selon les types de verre à produire, les compositions des mélanges vitrifiables varient significativement. Dans le tableau 2, on illustre des exemples de pourcentages moyens en poids des principaux constituants pour un verre usuel, de même que des compositions pour des verres spécifiques tels que le cristal au plomb et le verre d'optique. Ces compositions illustrent la diversité des formulations utilisées pour pouvoir réaliser des verres avec des propriétés souhaitées.

Constituants	Verre usuel	Crystal au plomb	Verre optique
Silice	70 à 73%	55 à 60%	40 à 70%
Alumine	0,2 à 2%	/	0 à 2%
Oxyde de fer	0,02 à 2,5%	/	/
Soude	13 à 16%	10 à 12%	8 à 15%
Chaux	8 à 13%	/	3 à 12%
Magnésie	0 à 4%	/	0 à 2%
Oxyde de plomb	/	24 à 30%	10 à 70%
Acide borique	/	/	5 à 15%

Tableau I.2 : Composition minéralogique de quelques types de verres [11]

### I.2.3. Propriétés optiques et mécaniques du verre

#### I.2.3.1. Propriétés optiques du verre

Le verre présente la particularité d'être un matériau transparent. Cette propriété est le résultat de deux caractéristiques principales :

- Sa structure amorphe dénuée d'ordre atomique à grande distance.
- La taille des défauts ne dépasse pas une fraction de micron (tels que les poussières ou les poches de gaz), ces défauts qui, dans d'autres matériaux comme les produits frittés, provoquent une diffusion de la lumière et donc une transparence moindre.

Pour caractériser les propriétés optiques du verre, l'indice de réfraction est la grandeur la plus fondamentale. Il quantifie les phénomènes de transmission et de réflexion de la lumière. La combinaison de ces effets avec ceux de l'absorption, de la diffusion et de la dispersion nous procure une description détaillée des interactions entre le verre et la lumière.

- **Facteur de transmission (T) :**

Il représente le rapport entre le flux lumineux émergent (sortant) ( $F_e$ ) et le flux incident ( $F_i$ ) :

$$T = \frac{F_e}{F_i} \quad (\text{I.1})$$

- **Facteur d'absorption (A) :**

Il correspond au rapport entre le flux lumineux absorbé ( $F_a$ ) et le flux incident ( $F_i$ ) :

$$A = \frac{F_a}{F_i} \quad (\text{I.2})$$

- **Facteur de réflexion (R) :**

La réflexion est une propriété optique importante qui se produit à l'interface entre un matériau dense (comme le verre) et l'air. Elle est définie comme le rapport entre le flux lumineux réfléchi ( $F_r$ ) et le **flux incident** ( $F_i$ ) :

$$R = \frac{F_r}{F_i} \quad (\text{I.3})$$

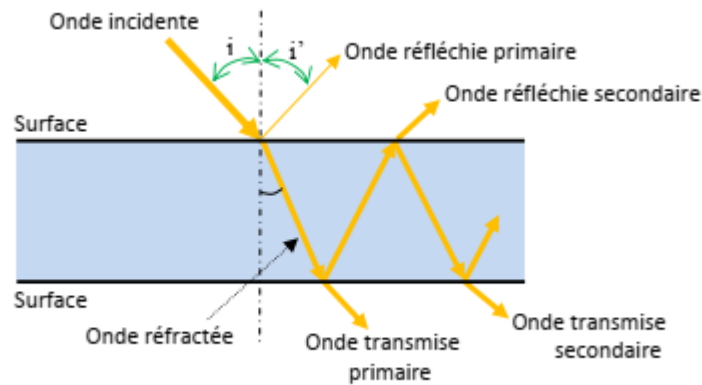
Certains composants spéciaux du verre peuvent absorber sélectivement des longueurs d'onde spécifiques de la lumière visible, ce qui leur confère une couleur. Cette coloration est la conséquence de plusieurs facteurs clés :

- La nature de l'élément ajouté à la composition du verre.
- Son état chimique, notamment le degré d'oxydation des ions ou la présence de précipités.
- Les interactions entre les différents éléments présents dans le verre.

Lorsqu'un rayon lumineux traverse un verre, il subit des réfractions à chaque interface entre le verre et l'air. Ces réfractions dépendent de plusieurs facteurs :

- L'angle d'incidence de la lumière.
- L'indice de réfraction du verre (environ 1,5 pour la plupart des verres).
- L'état des surfaces [12].

La présence de particules adhérentes ou de défauts surfaciques provoque une diffusion et une absorption de la lumière, ce qui entraîne une réduction de la transparence du verre [12, 13]. Dans des conditions idéales, avec des surfaces propres et parfaitement lisses, la perte de lumière par réflexion à travers une lame de verre est d'environ 8 % [14].



**Figure I.2 :** Les différentes interactions ayant lieu lors de l'impact d'une onde lumineuse sur une lame de verre [14].

### I.2.3.2. Propriétés mécaniques du verre

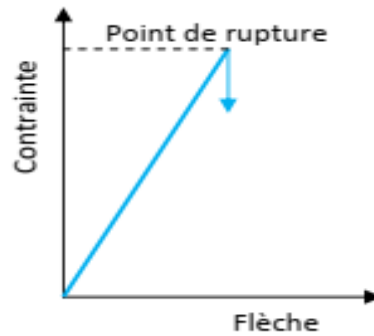
Concernant le volet mécanique, le verre est un matériau caractérisé par une fragilité importante. Cette propriété limite son utilisation dans certaines applications. Afin de comprendre son comportement sous contrainte, il est important d'analyser les paramètres clés suivants :

#### a) Module d'élasticité

Ce paramètre exprime la rigidité du verre avant sa rupture. Pour les verres sodocalciques courants, il se situe généralement entre 70 et 75 GPa.

#### b) Contrainte de rupture

Elle correspond à la force par unité de surface nécessaire pour provoquer la rupture du verre. En mode de flexion, la résistance moyenne varie entre 70 et 100 MPa. La figure I.3 illustre une courbe typique contrainte-flèche, montrant une relation linéaire jusqu'à la rupture.



**Figure I.3** : Courbe schématique de flexion d'un échantillon de verre [14]

### c) Corrosion sous contrainte

Ce phénomène décrit la propagation accélérée des fissures dans le verre en présence d'eau, qui altère sa structure et réduit sa résistance mécanique.

### d) Fatigue du verre

Elle correspond à la dégradation progressive du verre due à l'augmentation des défauts internes sous l'effet de sollicitations mécaniques ou thermiques répétées.

### e) Dureté

La dureté mesure la capacité d'un matériau à résister aux rayures. Sur l'échelle de Mohs, le verre a une dureté de 6, se situant entre le talc (dureté de 1) et le diamant (dureté de 10). Ainsi, le verre peut être facilement rayé par un diamant. La dureté du verre est généralement mesurée par indentation Vickers, avec une valeur moyenne comprise entre 5 et 6 GPa [15]

## I.2.4. Défauts du verre

### I.2.4.1. Défauts surfaciques

Les défauts de surface est un paramètre déterminant dans l'étude de la résistance mécanique et de la qualité optique du verre. Ils peuvent être classés en deux catégories principales [16] :

- **Grandes fissures** : Ce sont des fissures qui peuvent aller jusqu'à plusieurs centièmes de millimètre de profondeur. Elles sont visibles à l'œil nu ou au microscope optique.
- **Fissures microscopiques** : Ces défauts apparaissent lors de la fabrication du verre ou lors de son contact avec d'autres objets. Leur densité peut atteindre plusieurs milliers par centimètre carré.

#### **I.2.4.2. Défauts volumiques**

Les défauts volumiques du verre [17] peuvent être généralement négligeables par rapport aux défauts de surface. Cependant, certaines inclusions, comme celles de sulfure de nickel (NiS), peuvent avoir des conséquences dramatiques. Dans le cas du verre trempé, ces inclusions peuvent provoquer une rupture spontanée. En effet, lors d'un chauffage (par exemple, sous l'effet du soleil), le sulfure de nickel subit un changement de phase, entraînant une expansion qui provoque une rupture brutale du verre.

#### **I.2.4.3. Contraintes internes**

Lors d'un refroidissement mal maîtrisé, des contraintes résiduelles et réparties irrégulièrement, peuvent influencer la résistance mécanique du verre. Dans certains cas l'amplitude de ces contraintes en présence de défauts de surface peuvent entraîner une destruction spontanée du verre. Il est important de souligner qu'un refroidissement non contrôlé lors de la fabrication peut générer des contraintes internes importantes qui peuvent mener à la fragilisation du matériau.

#### **I.2.4.4. Particules adhérant à la surface**

A haute température et lors particulièrement des procédés de fabrication des particules microscopiques (poussières et impuretés) peuvent adhérer à la surface du verre. Ces particules constituent des points d'affaiblissement de la résistance mécanique. Ces particules peuvent agir comme des concentrateurs de contraintes qui peuvent initier des micro-fissures menant à des fractures. Ces défauts sont particulièrement critiques pour les produits de haute résistance, qu'ils affaiblissent de manière significative.

### **I.3. Érosion des verres**

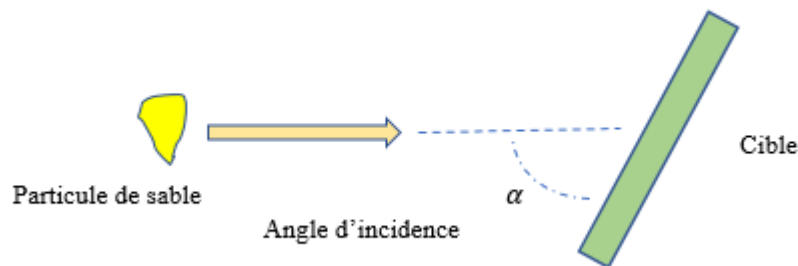
#### **I.3.1. Définition et principe d'érosion du verre**

Les vents chargés de particules de sable représentent un défi important dans les régions sahariennes, avec un impact certain sur des secteurs clés comme l'environnement, l'industrie, les transports et l'aviation. Ce phénomène naturel affecte particulièrement les matériaux fragiles et des équipements faisant face aux conditions climatiques, réduisant ainsi leur durée de vie. Des dommages tels que des fissures, des cratères, des rayures ou de des écaillages apparaissent sur les surfaces fonctionnelles conduisant à l'altération des propriétés mécanique et optique.

Cela induit une résistance à la rupture qui devient moindre ainsi qu'une baisse de la transmission lumineuse. Ces dégâts apparents ont fait le sujet de plusieurs études qui mettent l'accent sur la nécessité de développer des solutions pour y remédier.

Marshall et al. [21] montrent dans leurs travaux que l'érosion possède un caractère elasto-plastique. Cela induit la formation d'une déformation plastique au niveau du point d'impact accompagné par des fissures complexes en surface. La perte de masse est surtout le résultat de fissures latérales alors que la réduction de la résistance mécanique est le résultat des fissures radiales. Plusieurs travaux [22,23] ont été développés pour établir une relation claires entre les dommages causés et les caractéristiques des particules (forme, taille, vitesse). Cela a contribué à une meilleure compréhension des processus de fissuration. Néanmoins la formation des défauts de surface reste un phénomène complexe à cause de la diversité des grains ainsi que la corrélation qu'il y a entre impacts successifs.

En laboratoire l'érosion est simulée par le sablage qui consiste à créer un endommagement en projetant des particules solide sur une cible fixe dans des conditions bien contrôlées (angle, vitesse, etc.). Cela permet ainsi d'étudier l'impact des chocs de particules sur le matériau. La figure I.4 est une illustration de ce processus de sablage ou d'essai d'érosion réalisé en laboratoire pour l'analyse des endommagements enregistrés.



**Figure I.4** : Principe de l'essai d'érosion par une particule solide projetée sur une cible

L'effet de l'érosion, en d'autres termes l'ampleur de la dégradation que subit la cible, est généralement donné par le taux d'érosion  $E_r$ . Ce taux est défini comme le rapport entre la perte de masse ( $\Delta m$ ) de la cible et la masse totale des particules projetées lors du sablage ( $M_p$ ):

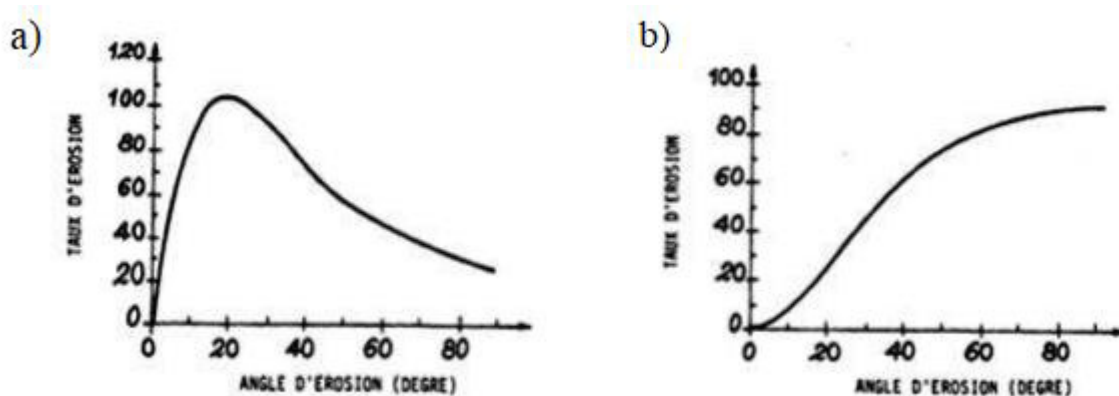
$$E_r = \frac{\Delta m_{cible}}{M_p} \quad (I.4)$$

De nombreuses études [24,25] ont été élaborées pour analyser le taux d'érosion. On démontre, notamment, qu'une estimation de la perte de masse peut être donnée en considérant que le taux d'érosion est proportionnel à la somme totale de matière enlevée lors de chaque impact individuel. Cette approche permet de quantifier l'effet cumulatif des impacts successifs et de générer des modèles pouvant éventuellement prédire la dégradation des matériaux soumis à des conditions érosives bien contrôlées.

### I.3.2. Comportement des matériaux vis-à-vis de l'érosion

Le comportement d'un matériau lors d'un essai d'érosion par impact de particules solides peut généralement être classé selon leur réponse à l'impact en deux catégories : ductile ou fragile (figure I.5).

- Comportement ductile : Ce type de comportement se caractérise par un enlèvement de matière résultant d'un écoulement plastique (par labourage ou coupe). Il présente généralement un taux d'érosion maximal pour des angles d'incidence faibles, typiquement entre  $15^\circ$  et  $30^\circ$ . Ce comportement est observé dans la plupart des matériaux métalliques et plastiques.
- Comportement fragile : En revanche, les matériaux fragiles montrent un taux d'érosion maximal lorsque l'angle d'incidence est proche de la normale ( $90^\circ$ ). Dans ce cas, l'énergie cinétique des particules est principalement transférée à la cible et dissipée sous forme d'initiation et de propagation de microfissures superficielles. Ce comportement est typique qui caractérise des verres, des céramiques et de certains matériaux composites fragiles [26-27].



**Figure I.5 :** Comportement typique des matériaux vis-à-vis de l'érosion : (a) ductile et (b) fragile [28]

### I.3.3. Mécanisme d'érosion par particule de sable

Les actions mécaniques et thermiques jouent un rôle central dans la perte de la matière, entraînant à la fois sa fissuration et sa fragmentation en débris d'érosion. Quatre mécanismes principaux sont généralement établis pour expliquer l'érosion par impact de particules solides : la coupe, la fatigue, la rupture fragile et la fusion. La figure 1.6 présente une hiérarchisation de ces processus [29].

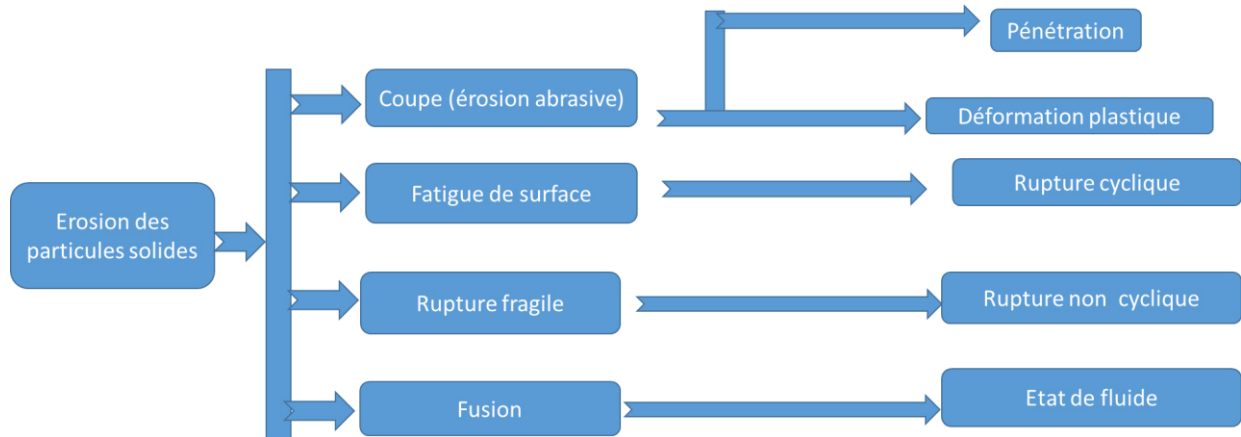


Figure I.6 : Mécanismes d'érosion par des particules solides selon Meng and Ludema, [29].

Selon Stachowiak et Batchelor [30], les mécanismes d'érosion par impact de particules solides sont éventuellement plus nombreux. Ils introduisent notamment : l'érosion abrasive, la fatigue de surface, la rupture fragile, la déformation ductile, la fusion de surface, l'érosion macroscopique et l'érosion atomique. Cette variété de mécanismes est une indication claire de la complexité des phénomènes d'érosion et leur dépendance vis-à-vis des propriétés des matériaux et des conditions d'impact.

#### 1.3.3.1. Érosion abrasive (coupe)

Lorsque des particules entrent en contact avec une surface à un angle d'impact faible, le mécanisme dominant est appelé érosion abrasive figure (I.7.a). Ce phénomène est principalement observé dans les matériaux métalliques. Lorsque des particules abrasives, comme le sable, frappent la surface, elles roulent ou glissent, provoquant une érosion par frottement ou par découpage. La matière est alors éliminée par griffures ou par l'action des arêtes vives des particules, laissant derrière elles de petites cicatrices caractéristiques à la surface.

### 1.3.3.2. Fatigue de surface

Ce mécanisme d'érosion est similaire à l'usure par fatigue observée dans les surfaces soumises à des contacts répétés. Lorsque des particules impactent la surface avec un angle d'impact élevé et à faible vitesse (figure I.7.b), la surface ne subit pas de déformation plastique immédiate. En revanche, elle s'affaiblit progressivement sous l'effet de la fatigue, et des microfissures se développent après des impacts répétés. Au fil du temps, ces fissures entraînent le détachement de fragments de la surface, résultant d'une dégradation progressive par accumulation de dommages

### 1.3.3.3. Déformation plastique

Concernant principalement les matériaux métalliques, elle se caractérise par une déformation plastique au point d'impact pour des vitesses moyennes de particules autour de 20m/s (Figure I.7.c).

### 1.3.3.4. Rupture fragile

Elle résulte de l'impact d'une particule avec grande vitesse et un grand angle d'impact contre une surface fragile. Dans ce cas l'endommagement se fait par rupture fragile (figure I.7.d).

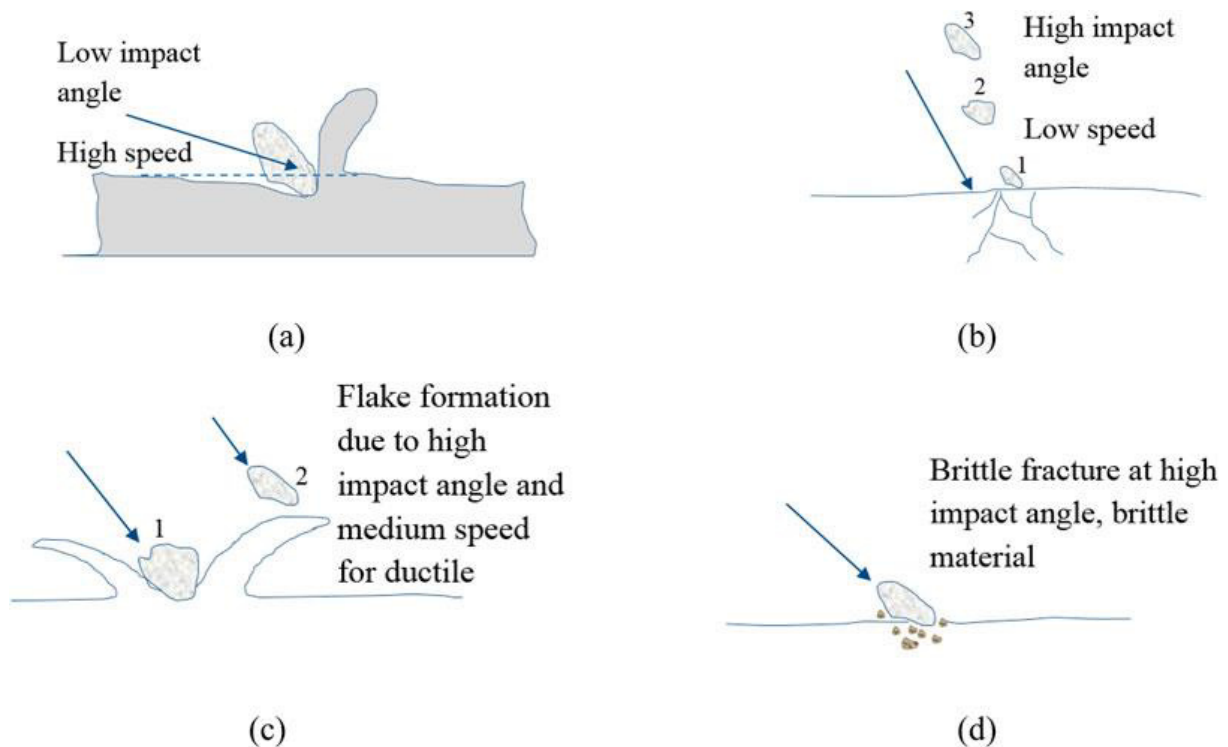


Figure I.7 : Les mécanismes responsables de l'usure par érosion : (a) usure abrasive, (b) usure érosive due à la fatigue, (c) usure érosive due à la déformation plastique et (d) usure érosive due à la rupture fragile [31].

Dépendamment de la forme de particule et pour des particules aigues la rupture s'accompagne d'arrachement de matière.

### I.3.4. Paramètres d'érosion

Les mécanismes d'érosion et le taux d'érosion d'un matériau sont influencés par plusieurs facteurs, qui peuvent être regroupés en trois catégories principales :

- Conditions d'érosion : Temps d'exposition, vitesse des particules, angle d'impact et débit des particules. Ces paramètres déterminent l'intensité et la nature de l'érosion.
- Caractéristiques des particules érodantes : Taille, forme, densité, dureté, ténacité et matière. Ces propriétés influencent la capacité des particules à endommager la surface.
- Propriétés du matériau cible : Composition chimique, propriétés mécaniques (dureté, ténacité) et état de surface. Ces caractéristiques définissent la résistance du matériau à l'érosion.

Ces facteurs interagissent pour déterminer le mécanisme d'érosion et son intensité, affectant ainsi la dégradation du matériau. Les conditions environnementales (comme la température) et les paramètres d'essai (vitesse des particules, angle d'impact) jouent également un rôle crucial dans l'évaluation du taux d'érosion.

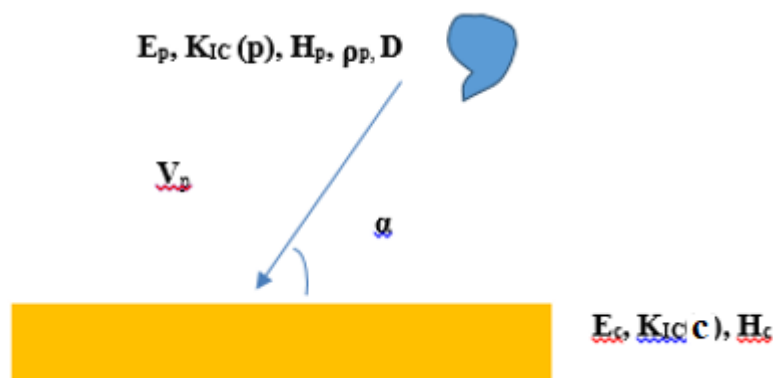
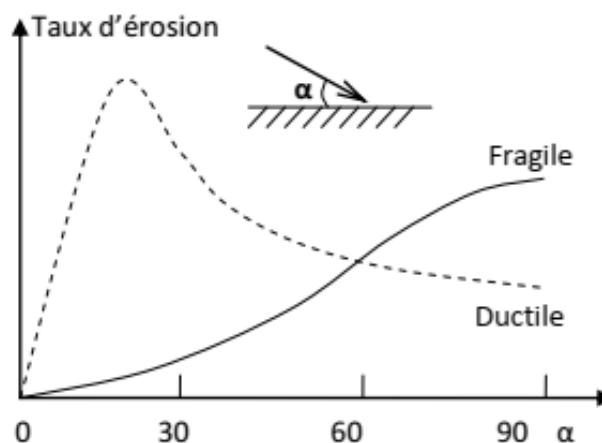


Figure I. 8 Eléments essentiels impliqués dans le processus d'érosion [20]

- $E_c$  et  $E_p$  sont respectivement le module de Young du matériau cible la particule érodante.
- $K_{Ic}(c)$  et  $K_{Ic}(p)$  sont respectivement la ténacité à la rupture du matériau cible et la ténacité du à la rupture des particules érodante.
- $H_c$  et  $H_p$  sont respectivement la dureté du matériau cible et la dureté des particules érodante.
- $D$  : Rayon de la particule érodante.
- $\rho_p$  densité des particules érodantes.
- $V_p$  : Vitesse d'érosion
- $\alpha$  : Angle d'impact

#### 1.3.4.1. Angle d'impact

L'angle d'impact est l'angle formé entre la trajectoire des particules érosives et la surface du matériau (figure I.8). Cet angle joue un rôle crucial dans les processus d'érosion, influençant l'intensité et la nature des dommages causés à la surface. Chaque matériau possède un angle d'impact optimal qui maximise l'érosion. Pour les matériaux ductiles, tels que les alliages métalliques, cet angle se situe généralement entre  $15^\circ$  et  $30^\circ$ . Alors que pour les matériaux fragiles, comme les céramiques et le verre, l'angle d'impact maximal est proche de  $90^\circ$ . Ces différences sont liées aux propriétés mécaniques des matériaux, notamment leur ductilité ou leur fragilité, comme illustré dans la figure I.9 [32-34].



**Figure I.9** : Schéma montrant l'influence de l'angle d'impact sur le taux d'érosion dans le cas des matériaux ductiles et fragiles [35]

### 1.3.4.2. Vitesse d'impact des particules érosives

La vitesse d'impact des particules joue un rôle déterminant dans le taux d'érosion des matériaux. À faible vitesse, les forces d'impact sont insuffisantes pour endommager directement la surface, et l'érosion ne se produit que par fatigue après des impacts répétés au même endroit. En revanche, à haute vitesse, les forces d'impact sont suffisamment importantes pour créer des cratères et de l'écaillage en surface [36].

La relation entre le taux d'érosion (exprimé en perte de masse par unité de temps) et la vitesse des particules est décrite par plusieurs modèles. Par exemple, [37] propose la relation mathématique suivante :

$$\frac{dm}{dt} = kc^n \quad (1.5)$$

où :

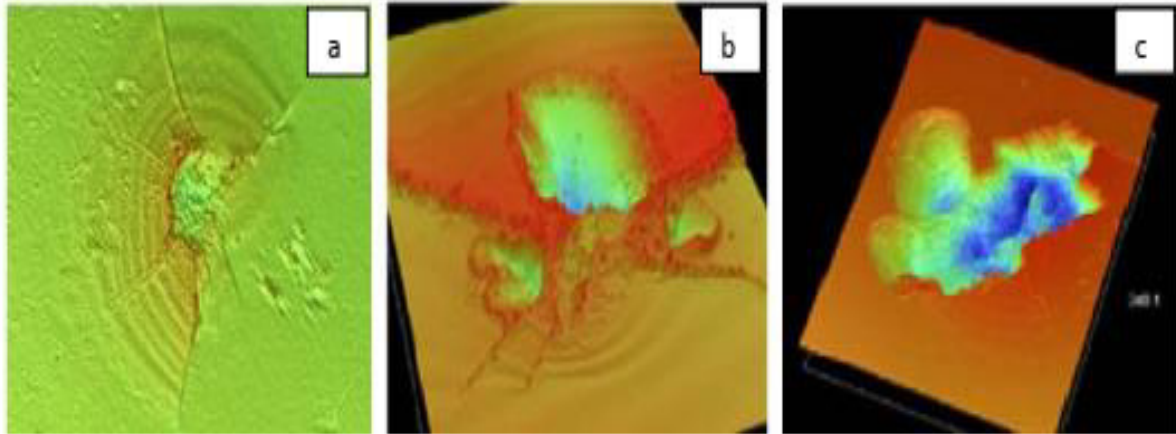
- m: masse de la cible [kg],
- t: temps d'exposition [s],
- k: constante empirique,
- c : vitesse des particules [m/s],
- n : exposant de la vitesse (généralement entre 2 et 3 pour les particules solides).

Cette équation montre que le taux d'érosion augmente significativement avec la vitesse. Par exemple, une augmentation de la vitesse par un facteur 10 peut entraîner une augmentation du taux d'érosion de 100 à 1000 fois [38].

Une étude menée par Ismail et al. [39] a examiné l'impact de particules d'alumine sur du verre sodocalcique à des vitesses variant de 8 à 20 m/s. Les résultats montrent que (figure I.10):

- À faible vitesse (8 m/s), aucun écaillage n'est observé.
- À des vitesses modérées, des fragments commencent à se former.
- À des vitesses plus élevées, l'écaillage et la formation de cratères devient significative, avec une augmentation de la taille des écailles et de la perte de masse.

Le comportement du verre face à l'érosion dépend fortement de la vitesse des particules érodâtes. Bujis et al [40] ont révélé une transition critique autour de 100 m/s, marquant le passage d'un comportement ductile à un comportement fragile.



**Figure I.10 :** Scan optique d'un verre érodé montrant trois degrés d'endommagement à vitesses variables : **(a)**  $C = 8$  m/s, **(b)**  $20 > C > 8$ , **(c)**  $C = 20$  m/s [39].

Ils ont également observé que la fragmentation des particules augmentait avec la vitesse, réduisant par exemple leur taille moyenne de 10 % à 200 m/s. Ces résultats soulignent l'impact majeur de la vitesse sur les mécanismes d'érosion et la dégradation des matériaux

#### 1.3.4.3. Flux des particules

Le flux moyen des particules, défini comme la masse de particules projetées par unité de surface et de temps, joue un rôle central dans le processus d'érosion. Initialement, l'érosion augmente de manière proportionnelle au flux moyen, mais cette relation atteint un seuil au-delà duquel l'érosion diminue. Cette réduction s'explique par les interactions entre les particules incidentes et celles ayant rebondi, qui perturbent le processus. Par ailleurs, la concentration des particules, généralement exprimée en masse ou volume de particules par unité de masse ou volume de fluide, est un autre facteur déterminant. L'érosion est généralement considérée comme linéairement proportionnelle à cette concentration. Les travaux de Bjordal [41] ont mis en évidence une relation entre l'érosion moyenne et la concentration, caractérisée par un exposant variant entre 0,25 et 1,27.

$$\text{Erosion moyenne} \propto \text{Concentration}^{(0.25 - 1.27)} \quad (\text{I.6})$$

Cet exposant tend vers 1 pour des tests de longue durée, indiquant une proportionnalité directe dans ces conditions. Ces études confirment que l'érosion est fortement influencée par l'énergie

cinétique des particules projetées, mettant ainsi en exergue l'importance critique de ces paramètres dans la dégradation des matériaux.

#### 1.3.4.4. Effet de la masse des particules projetées

La masse des particules projetées est directement liée à leur densité, un paramètre clé dans l'étude de l'érosion. Elle correspond à la masse de particules de sable projetées sur une cible par kilogramme d'air comprimé (ou de gaz). L'analyse de ce paramètre permet d'optimiser la dispersion des particules dans le jet, minimisant ainsi les collisions à la sortie de la buse. La distance moyenne entre les particules,  $D_p$ , est déterminée par la relation suivante :

$$D_p = \left( m \cdot C_p \cdot \frac{r^2}{Q_0} \right)^{1/3} \quad (I.7)$$

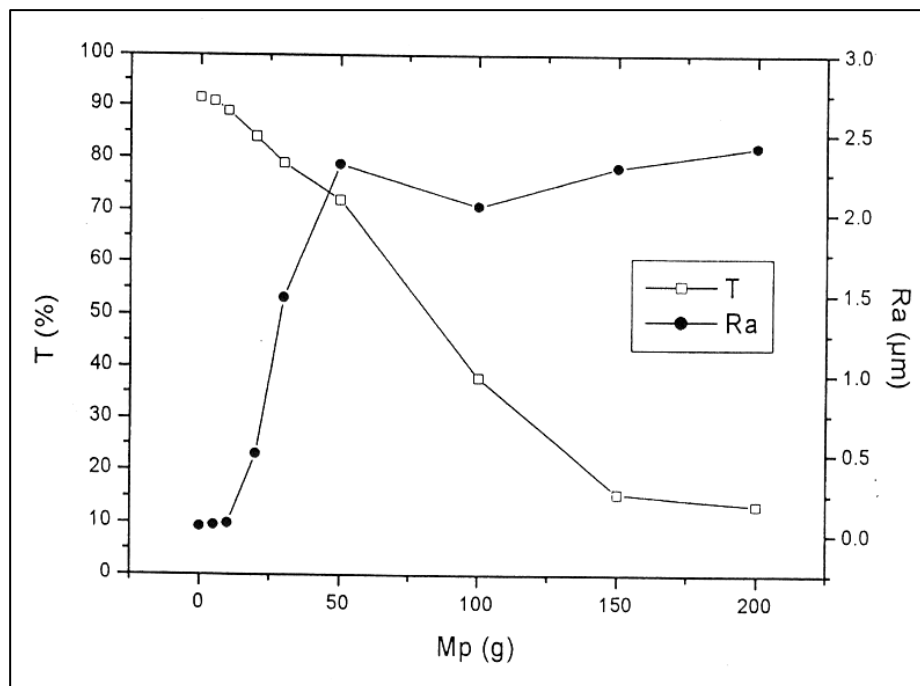
$D_p$ : Distance moyenne entre les particules.

$m$  : Masse moyenne des particules.

$C_p$  : Vitesse des particules.

$r$  : Rayon de la buse.

$Q_0$  : Débit massique de l'écoulement



**Figure I.11** : Evolution de la transmission optique  $T$  et de la rugosité arithmétique  $R_a$  en fonction des masses de sable projetées  $M_p$  [43]

Lorsque le débit de particules augmente, cette distance diminue, réduisant le nombre d'impacts et la vitesse des particules en raison des pertes d'énergie cinétique lors des collisions [42].

L'évolution de la transmittance  $T$  et de la rugosité arithmétique  $R_a$  en fonction de la masse de sable projetée  $M_p$  sont illustrées à la figure I.11.

#### 1.3.4.5. Effet de l'énergie cinétique

L'énergie cinétique joue un rôle clé dans les mécanismes d'érosion, mais son impact varie selon les propriétés des matériaux cibles. Les recherches menées dans plusieurs laboratoires se concentrent sur les paramètres les plus pertinents pour simplifier l'analyse. Parmi ces paramètres, l'énergie cinétique des particules incidentes est essentielle. Feng et al. [44] ont montré que :

- **Pour les matériaux fragiles** (comme le verre et l'alumine), le taux d'érosion dépend principalement de l'énergie cinétique, de la taille, de la dureté et de la ténacité de la cible.
- **Pour les matériaux ductiles**, seules la taille et l'énergie des particules érosives influencent significativement l'érosion, tandis que la dureté et la ténacité n'ont pas d'effet notable.

Wiederhorn et Lawn [45] ont étudié l'érosion du verre, montrant que l'énergie nécessaire pour initier et propager une fissure est liée à la ténacité et à la dureté donnée par la relation suivante :

$$E_c \propto K_c^6 H^{-\left(\frac{9}{2}\right)} \quad (I.8)$$

Pour optimiser cette énergie, il faut maximiser la ténacité et minimiser la dureté, ce qui souligne l'importance de la ténacité par rapport à la dureté.

Enfin, Slikkerveer et al. [46] ont démontré que l'énergie cinétique est le paramètre central expliquant l'effet d'impact des particules solides. Ils définissent le taux d'érosion comme la quantité de matière arrachée par les particules dotées d'une énergie cinétique suffisante.

#### 1.3.4.6. Dureté des particules

Le processus d'érosion est influencé par la dureté de la particule mais cela dépend aussi de la forme de la particule. Ainsi l'endommagement avec une particule dure ayant un contour émoussé n'est pas aussi sévère qu'avec des particules aigues. Les particules douces ont tendance à s'arrondir plus rapidement après quelques impacts légers. Cependant les particules dures possèdent généralement des arêtes aigues. L'érosion est particulièrement marquée lorsque les particules sont plus dures que le matériau cible. Les particules molles n'affectent que les

matériaux à faible résistance mécanique. En somme l'ampleur de dégât est déterminée par le rapport entre la dureté du projectile et celle de la cible.

#### 1.3.4.7. Masse et Taille des particules érosives

Pour une vitesse donnée, l'énergie cinétique des particules est directement proportionnelle à leur masse. Pour des particules sphériques, la masse est proportionnelle au cube du diamètre ( $D^3$ ). Ainsi, en théorie, l'érosion est proportionnelle à  $D^3$  [47]. Sheldon et Finnie [48] ont observé que l'augmentation de la taille des particules implique une transition du mode d'érosion ductile à fragile. De plus, lors d'expériences utilisant des particules de différentes tailles, l'angle d'impact provoquant une érosion maximale passe de  $30^\circ$  (pour les petites particules) à  $80^\circ$  (pour les grandes particules).

##### a) Angularité des particules

L'angularité peut être évaluée en projetant la particule sur un plan en 2D et en mesurant son périmètre ( $p$ ) et son aire ( $A$ ). Le facteur de sphéricité ( $F$ ) est donné par la relation :

$$F = \frac{4\pi A}{p^2} \quad (\text{I.9})$$

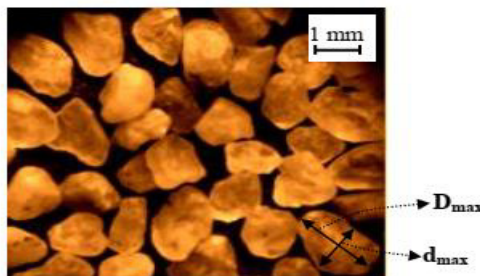
Lorsque  $F=1$ , la projection est parfaitement circulaire [49].

##### b) Indice d'allongement

( $E_i$ ) est défini comme le rapport entre la plus grande dimension ( $D_{\max}$ ) et la plus grande dimension perpendiculaire ( $d_{\max}$ ), soit

$$E_i = \frac{D_{\max}}{d_{\max}} \quad (\text{I.10})$$

La figure I. 12 donne un exemple de longueurs  $D_{\max}$  et  $d_{\max}$  se rapportant à une particule [49].



**Figure I.12 :** Illustration des longueurs  $D_{\max}$  et  $d_{\max}$  se rapportant à une particule [49].

#### I.4.1.8. Forme des particules érosives

La forme des particules est un facteur clé influençant l'érosion, bien que les études sur cette relation restent limitées. Les conditions de formation des fissures lors de l'impact peuvent être comparées à celles observées en mécanique d'indentation. Par exemple, les dommages causés à la surface d'un verre érodé par des particules de sable ressemblent aux défauts générés par une indentation de type Vickers. Les particules érosives peuvent être classées selon leur forme : angulaire ou sphérique. Pour une même masse, un grain anguleux est plus destructeur qu'une particule sphérique [50].

##### a) Grains anguleux

les grains anguleux génèrent un réseau de fissures similaire à celui produit par une indentation Vickers comme indiqué sur la figure I.13.



**Figure I.13** : Fissuration schématique de type Vickers [50]

##### b) Grains arrondis

Les impacts des grains arrondis peuvent être modélisés par une indentation de type Hertzienne (figure I.14). Lorsque l'impact est causé par des particules sphériques, le diamètre du cratère est relié à plusieurs facteurs : la vitesse d'impact, le rayon et la densité de la particule, ainsi que la dureté Vickers du matériau cible. La profondeur du cratère augmente dans les cas suivants :

- Si la dureté du matériau cible est inférieure à celle de la particule.
- Plus la vitesse des particules est grande, plus la profondeur du cratère est importante.

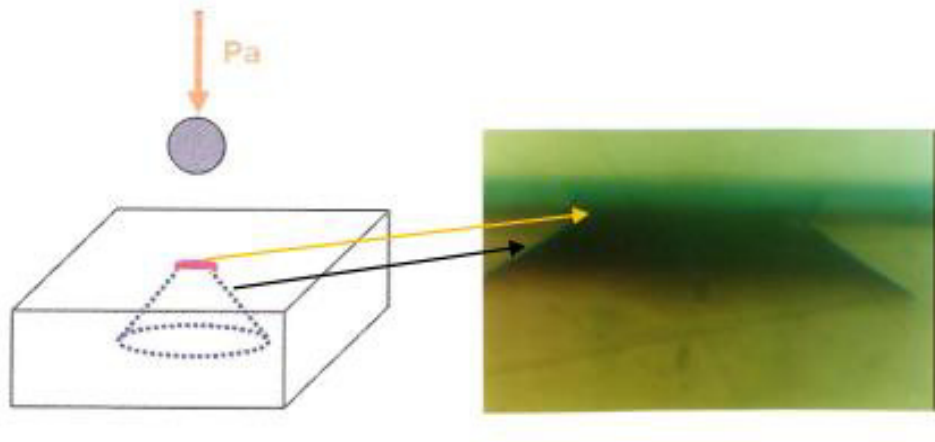


Figure I. 14 : Fissuration schématique de type Hertzienne [50]

#### I. 4.1.9. Résistance mécanique et rugosité associée au matériau cible

##### a) Résistance mécanique

La surface du verre est un élément crucial dans la plupart de ses applications, car elle influence ses propriétés physiques, chimiques et mécaniques. Elle est souvent exposée à des agressions externes comme la corrosion, les attaques chimiques et les dommages mécaniques. Les principales caractéristiques de la résistance mécanique du verre sont [45]:

- Rupture par contraintes de tension : La rupture du verre est toujours causée par des contraintes de traction.
- Résistance en compression : Elle est environ 10 fois supérieure à la résistance en tension.
- Dispersion des résultats : Pour des échantillons identiques, la résistance peut varier de 10 à 30 %.
- Facteurs influençant la résistance : La résistance du verre dépend du temps de chargement, de l'environnement, de la température et de son état physico-chimique.

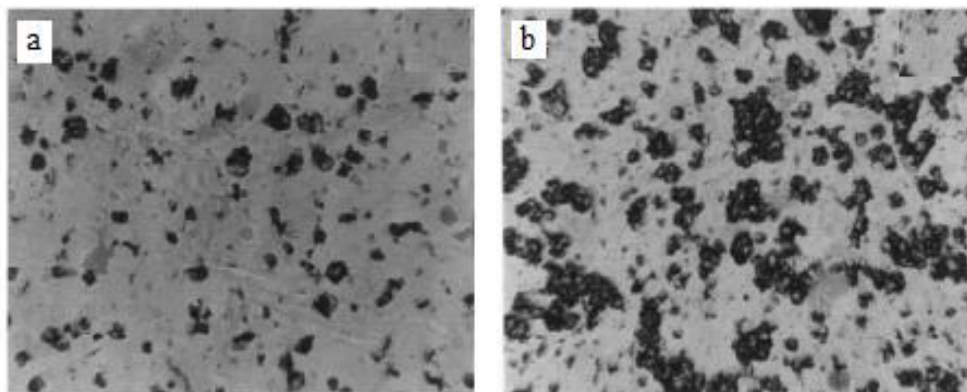
## b) Rugosité

La rugosité est un critère géométrique très important dans l'étude de la résistance du verre à l'érosion, car elle donne une idée très nette sur l'état de l'endommagement de la surface. Par conséquent pour un matériau comme le verre, elle donne des renseignements précieux concernant la qualité optique [45].

### I.4. Historique des travaux sur l'érosion des verres au LMNM

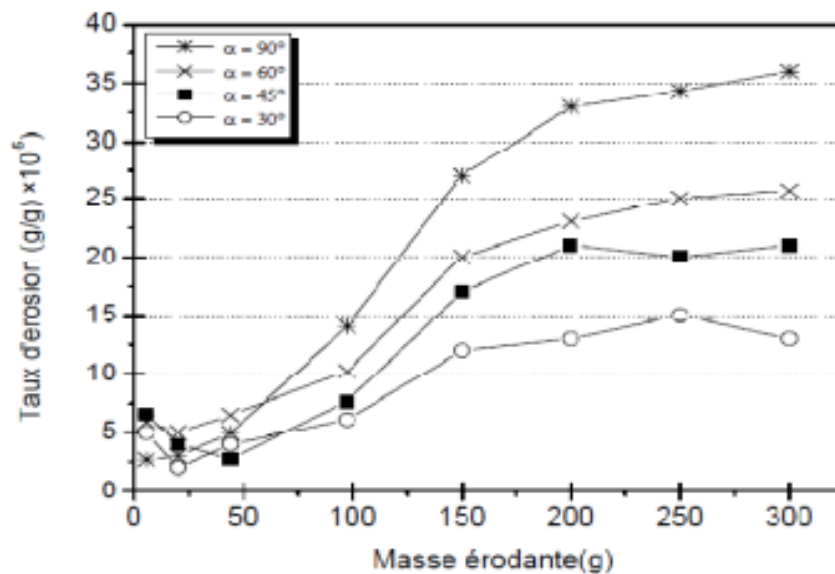
Au Laboratoire des Matériaux Non Métalliques (LMNM) de l'université Ferhat Abbas à Sétif, plusieurs études ont été menées pour caractériser l'impact de l'érosion par particules de sable sur les propriétés mécaniques et optiques du verre sodocalcique. Ces travaux ont permis d'élucider les mécanismes d'endommagement superficiel et leurs conséquences.

Madjoubi et al. [51] ont analysé l'effet du sablage sur la résistance mécanique du verre en utilisant le modèle de Weibull. Leur étude révèle une diminution de la résistance, passant de 76 MPa à 66 MPa après 30 minutes de sablage, puis se stabilisant à 64 MPa après 60 minutes, avec une dispersion réduite. Les observations microscopiques (Fig. I.15) montrent une évolution des défauts superficiels : initialement isolés, ils s'étendent et s'uniformisent, couvrant presque toute la surface après une heure, expliquant ainsi la stabilisation des propriétés mécaniques.



**Figure I. 15 :** (a) Micrographies montrant l'endommagement de la surface d'un verre impacté avec des grains de sable pendant 30 min et (b) 60 min [51]

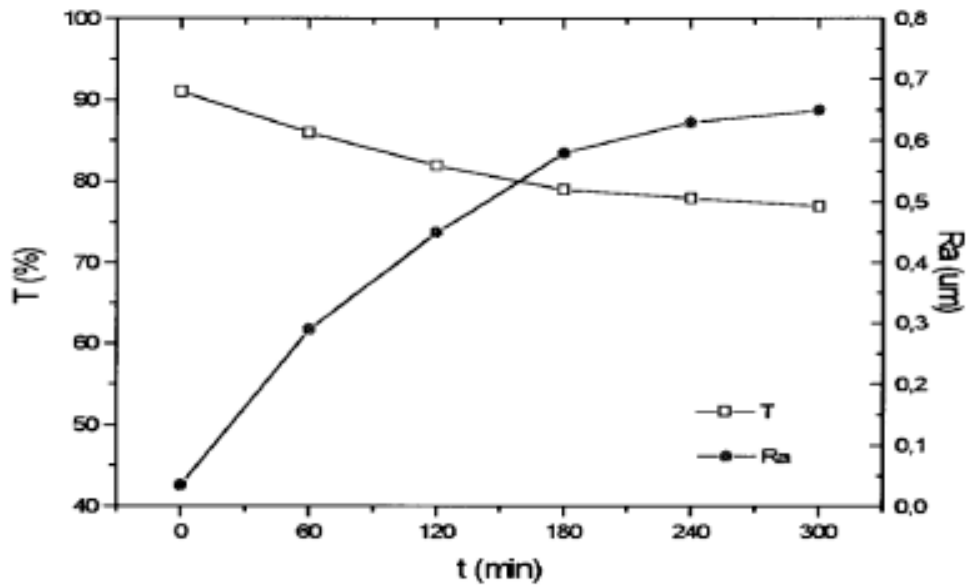
Mahdaoui et al. [52] ont quantifié l'influence de la masse de sable (10–300 g) et de l'angle d'impact ( $30^\circ$ – $90^\circ$ ) sur le taux d'érosion. Le taux minimal est observé à  $30^\circ$ , tandis que l'endommagement maximal survient à  $90^\circ$  en raison du comportement fragile du verre. Pour des masses inférieures à 100 g, l'érosion reste faible, mais elle augmente significativement au-delà de ce seuil avant de se stabiliser (Fig. I.16).



**Figure I. 16 :** Variation du taux d'érosion en fonction de la masse érodante pour différents angles d'impact [52]

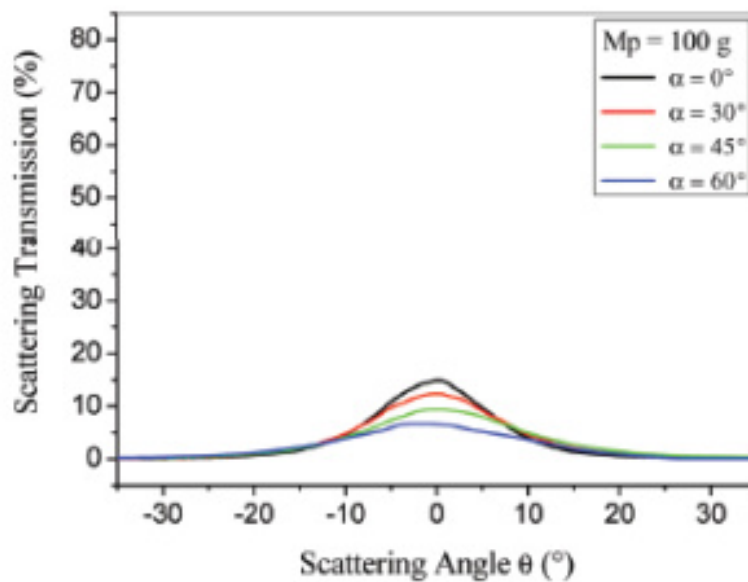
Bouaouadja et al. [53] ont corrélié la rugosité ( $R_a$ ) et la transmission optique avec le temps de sablage. La rugosité augmente linéairement jusqu'à se stabiliser après deux heures, tandis que la transmission chute de 92 % à 76 % en 300 minutes (Fig. I.17). Cette baisse est attribuée à la diffusion lumineuse induite par les dommages superficiels.

Adjouadi et al. [54] ont identifié un seuil critique à  $R_a = 1,5 \mu\text{m}$  et 73 % de transmission, séparant un domaine de vision nette ( $R_a < 1,5 \mu\text{m}$ ) d'un domaine de vision floue ( $R_a > 1,5 \mu\text{m}$ ), conforme aux normes internationales.



**Figure I. 17 :** Variation de la transmittance et la rugosité en fonction du temps de sablage [53].

Benterki et al. [55] ont complété ces résultats en étudiant l'effet de l'angle d'illumination sur la diffusion. Ils ont établi une relation semi-empirique entre Ra et l'indice de diffusion (SLI), fixant la limite de transparence à  $Ra = 0,67 \mu\text{m}$  et  $SLI = 1,44 \text{ cd m}^{-2} \text{ lux}^{-1}$  (Fig. I.18). La divergence avec les résultats d'Adjouadi s'explique par des différences méthodologiques.



**Figure I. 18 :** Répartition angulaire de la transmission diffuse en fonction de l'angle d'illumination pour un verre sablé avec 100 g de sable [55]

#### **I.4. Conclusion**

Ce premier chapitre a permis d'introduire les notions fondamentales liées à l'érosion du verre, en mettant en lumière ses mécanismes de base et ses principaux facteurs influençant. Bien que succinct, cette overview jette les bases pour une compréhension plus approfondie des processus d'altération du verre, qui seront développés dans les chapitres suivants. L'étude de l'érosion du verre s'avère essentielle pour des applications pratiques, notamment dans les domaines de la durabilité des matériaux et de la préservation du patrimoine.

**Chapitre II**  
**Techniques de correction**  
**des défauts surfaciques**

## Chapitre II : Techniques de correction des défauts surfaciques

### II.1. Introduction

Les verres se distinguent par des propriétés remarquables telles que la transparence, la durabilité chimique et la dureté. Cependant, leur fragilité, principalement due aux défauts de surface, limite souvent leur utilisation. Ces défauts agissent comme des concentrateurs de contraintes, influençant la résistance mécanique du verre. La rupture survient lorsque la contrainte au niveau d'un défaut devient suffisante pour provoquer une propagation instable de fissures [56, 57].

Pour réduire les risques de rupture, l'industrie verrière a développé diverses techniques visant à protéger, guérir ou renforcer la surface du verre. Ces méthodes se classent en trois catégories principales :

- Prévention des défauts de surface : utilisation de films polymères pour protéger la surface.
- Élimination des défauts existants : régénération de la surface du verre.
- Renforcement de la résistance : mise en compression de la surface ou cicatrisation des défauts par revêtements [58-61].

Dans ce chapitre, nous décrivons les différentes techniques permettant d'améliorer la résistance mécanique des objets en verre, en mettant l'accent sur la correction des défauts de surface par déposition de couches transparentes.

### II.2. Trempe

Selon divers travaux [58-61], la fracture du verre est souvent déclenchée par l'activation d'une faille superficielle sous l'effet d'une contrainte d'extension. Pour neutraliser l'impact de ces failles, il est nécessaire de mettre les couches superficielles du verre en état de précontrainte de compression.

Deux techniques principales sont couramment utilisées :

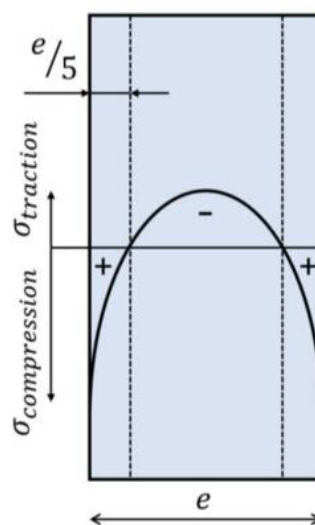
- **Trempe thermique** : Le verre est chauffé au-dessus de sa température de transition vitreuse ( $T_g$ ), puis refroidi rapidement à l'aide de jets d'air comprimé, induisant ainsi une compression de surface.

- **Trempe chimique** : Des ions sodium à la surface du verre sont remplacés par des ions potassium plus volumineux, via diffusion dans un bain de sels fondus, créant également une compression superficielle.

Ces méthodes visent à renforcer la résistance mécanique du verre en compensant les défauts de surface.

### II.2.1. Trempe thermique

La trempe thermique consiste à induire des contraintes de compression en surface du verre en le refroidissant rapidement à partir d'une température supérieure à sa température de transition vitreuse. Ce refroidissement est généralement réalisé par des jets d'air dirigés sur la surface chaude du verre. Sous l'effet de l'air froid, les couches superficielles se solidifient rapidement, tandis que les couches internes (le "cœur") restent visqueuses. En refroidissant à son tour, le cœur se contracte, mais cette contraction est limitée par les couches superficielles déjà durcies, créant une distribution parabolique des contraintes : compression maximale en surface et tension dans le cœur (figure II.1).

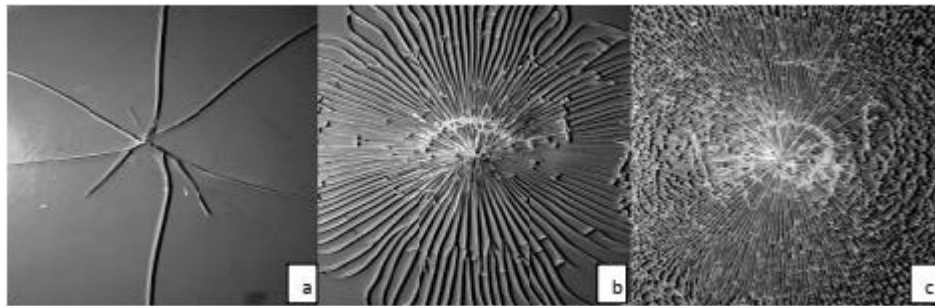


**Figure II.1** : Courbe illustrant la distribution des contraintes dans une plaque de verre ayant subi une trempe thermique [62]

La trempe thermique présente l'avantage de ne pas altérer la composition chimique du verre et peut être appliquée à différents types de verres (sodocalcique, verre au plomb, etc.), à condition que leur coefficient de dilatation thermique ne soit pas trop faible (excluant la silice et certains borosilicates). Cependant, cette méthode est limitée aux objets de forme simple, ayant une

épaisseur supérieure à 1,5–2 mm et une dilatation thermique modérée. Les contraintes de compression maximales atteintes sont de l'ordre de 350 à 400 MPa, soit trois à cinq fois supérieures à celles d'un verre non trempé [62].

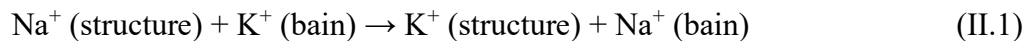
La rupture d'un verre trempé thermiquement se caractérise par la formation de petits morceaux aux arêtes émoussées et non coupantes, contrairement à un verre recuit qui se brise en grands éclats aux arêtes tranchantes (figure II.2). Ce traitement renforce donc la sécurité lors de l'utilisation d'objets en verre, réduisant les risques de blessures [63-65].



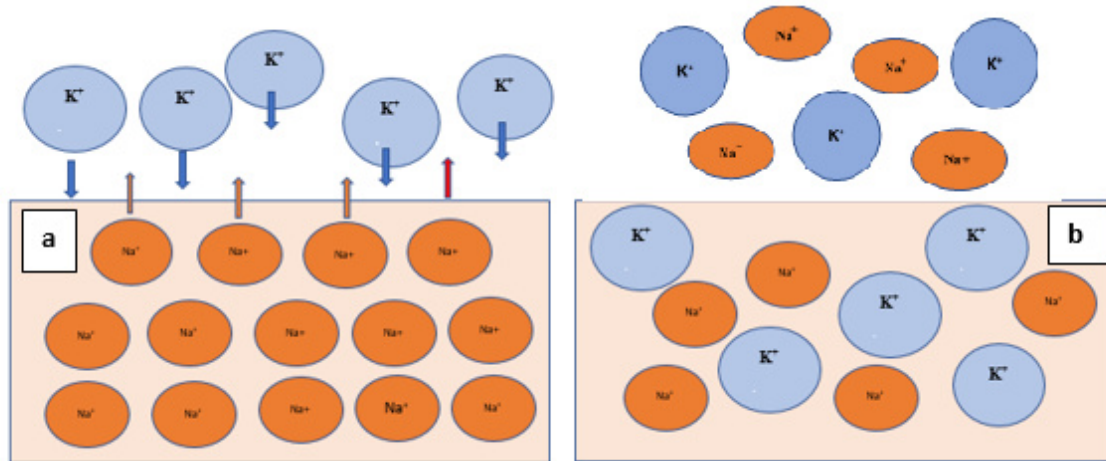
**Figure II.2** : Photographies illustrant le type de fracture selon l'état du verre : a) recuit, b) trempe douce, c) trempe sévère [65]

### II.2.2 Trempe chimique

La trempe chimique, également appelée renforcement du verre par échange ionique, consiste à modifier la composition chimique des couches superficielles du verre en échangeant des ions avec un milieu externe. Par exemple, le verre est immergé dans du nitrate de potassium ( $\text{KNO}_3$ ) fondu, où les ions sodium ( $\text{Na}^+$ ), plus petits, présents dans le verre, sont remplacés par des ions potassium ( $\text{K}^+$ ), plus volumineux, provenant du bain. Cette réaction s'écrit :



Le mécanisme de cette réaction est illustré dans la figure II.3, qui schématise le processus d'échange ionique.



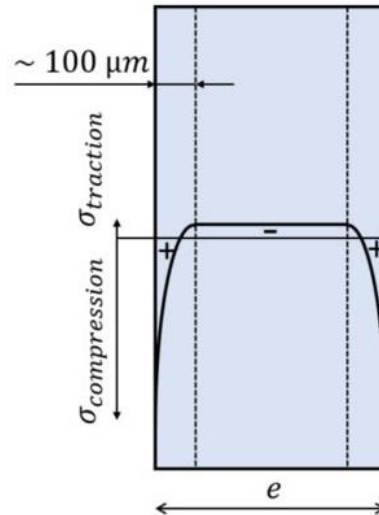
**Figure II.3** : Schéma du processus de l'échange ionique à l'interface verre- bain du nitrate de Potassium : **a)** avant échange et **b)** après échange

La trempe chimique présente plusieurs avantages par rapport à la trempe thermique :

- Elle permet de traiter des géométries complexes et des verres très minces (moins de 2 mm d'épaisseur), car elle ne dépend pas de gradients thermiques [64].
- Elle est applicable à des verres ayant un coefficient de dilatation thermique très faible, voire proche de zéro.
- Le traitement est effectué à des températures inférieures à la température de transition vitreuse ( $T_g$ ), évitant ainsi les problèmes de déformation visqueuse ou permanente [66].

Le renforcement chimique repose sur un échange ionique en surface. Par exemple, pour un verre sodocalcique, les ions sodium sont remplacés par des ions potassium plus volumineux, induisant une compression en surface et une tension d'équilibrage dans le cœur (voir figure II.4 pour le profil de contraintes [62]).

Cette méthode permet d'atteindre des contraintes de rupture en flexion dépassant 800 MPa. L'épaisseur de la couche compressée varie de quelques micromètres à plusieurs centaines de micromètres, selon la composition du verre, mais elle reste généralement inférieure à celle obtenue par trempe thermique.



**Figure II. 4 :** Profil de contraintes dans une plaque de verre traitée par trempe chimique [62].

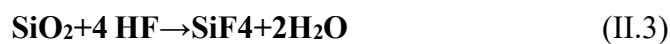
### II.2.3. Traitement par l'acide fluorhydrique (HF)

La résistance mécanique du verre est fortement influencée par les défauts de surface. Pour renforcer les matériaux vitreux présentant des dommages superficiels, un traitement à l'acide fluorhydrique (HF) en solution constitue une méthode efficace. Comme le souligne *Proctor* [67], l'action de l'HF réduit non seulement la longueur des fissures existantes, mais aussi l'acuité de leurs extrémités. Une exposition prolongée à cet acide permet même leur élimination totale, comme le confirment les études [68-71]. Des essais sur des échantillons traités à l'HF ont ainsi révélé des performances mécaniques exceptionnelles [68].

Ce processus repose sur une réaction chimique entre l'acide HF et la silice ( $\text{SiO}_2$ ) présente dans le verre [70], conduisant à la synthèse d'acide hexafluorosilicique ( $\text{H}_2\text{SiF}_6$ ). L'équation bilan s'écrit :

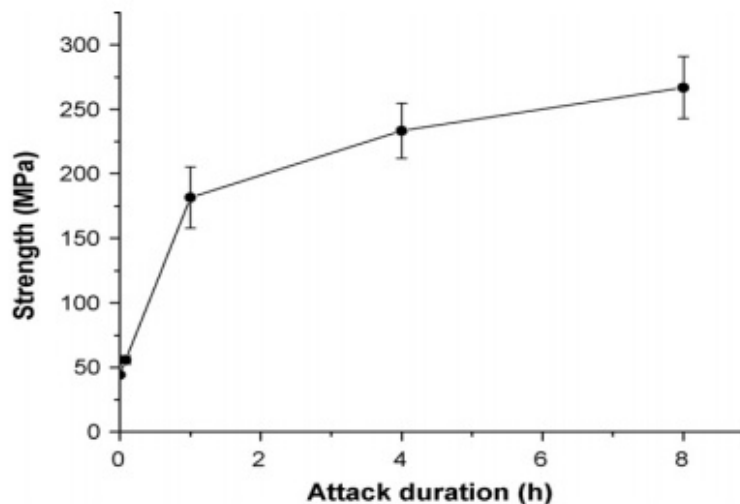


À des températures légèrement élevées (environ  $60^\circ\text{C}$ ), un autre produit de réaction possible est le gaz tétrafluorure de silicium ( $\text{SiF}_4$ ) :



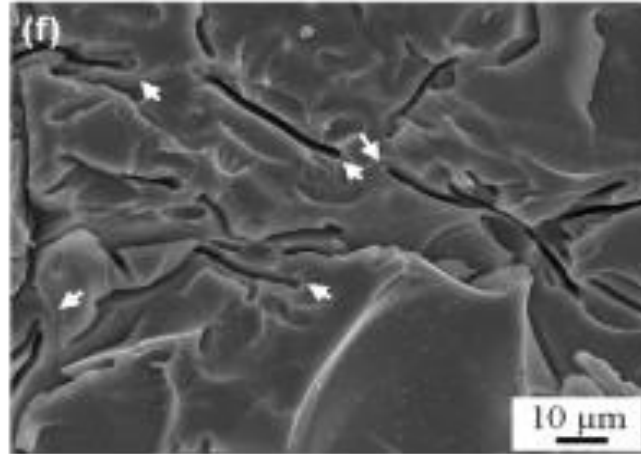
La dissolution s'arrête uniquement lorsque tout l'acide HF est entièrement converti en acide hexafluorosilicique ou en gaz tétrafluorure de silicium [72].

Des études sur le verre de silice [73, 74] et sur des verres silicatés [75] ont montré que la composition chimique du verre influence le mécanisme de l'attaque chimique par HF. Les recherches menées par KOLLI et al. [76,77] sur des verres endommagés par sablage ont démontré l'efficacité du traitement à l'acide fluorhydrique (HF) pour renforcer mécaniquement le verre et restaurer ses propriétés. Dès les premières étapes de l'attaque chimique, la résistance mécanique augmente, passant de  $44,23 \pm 0,91$  MPa (verre sablé) à  $57,73 \pm 1,76$  MPa. Au fil du traitement, cette résistance continue de s'améliorer, dépassant même celle des verres non sablés ( $117,5 \pm 10,48$  MPa), et peut atteindre près du triple de la valeur initiale



**Figure II. 5 :** Représentation des mesures de la résistance mécanique en fonction de la durée de l'attaque dans un bain d'acide [77].

Cette forte augmentation de la résistance mécanique résulte de l'émoussement des fissures, qui réduit la concentration des contraintes à leur extrémité, conduisant ainsi à un renforcement du matériau (figure II.6). Parallèlement, la rugosité de surface augmente initialement en raison du rainurage des fissures médianes et de l'écaillage causé par la propagation des fissures latérales. Elle atteint un pic après environ 2 minutes, puis diminue. La transmission optique chute significativement pendant la phase de forte augmentation de la rugosité, mais s'améliore ensuite grâce à la restauration progressive de l'état de surface.



**Figure II. 6 :** Micrographie de l'état de surface d'un verre sablé et attaqué par HF montrant l'ébouriffement des bouts de fissures [76].

Les méthodes mentionnées précédemment sont souvent difficiles à mettre en œuvre pour des objets aux formes complexes, coûteuses (comme la trempe chimique) et présentant des risques (comme l'attaque chimique). C'est pourquoi une autre approche de renforcement mécanique a émergé, consistant à cicatriser les défauts de surface du verre grâce à un revêtement, qui peut également jouer un rôle protecteur [78].

## II.3. Revêtement par techniques conventionnelles

### II.3.1. Introduction

Les techniques de modification de surface permettent de transformer la structure ou la composition du substrat, ou de déposer une nouvelle couche pour créer des revêtements. Ces derniers visent à préserver, améliorer ou restaurer des propriétés telles que la résistance à l'usure, aux rayures, aux chocs ou à la corrosion [78]. Cependant, le choix d'un revêtement adapté reste complexe, notamment en raison des contraintes environnementales [79].

Ces dernières années, les avancées dans les techniques de dépôt et d'analyse ont permis de développer une grande variété de revêtements, classés en trois catégories principales : métalliques, polymères et céramiques/verres [79]. Les céramiques oxydes, en particulier, se distinguent par leurs propriétés exceptionnelles, comme une haute résistance à l'usure, une faible réactivité chimique et une excellente résistance thermique et électrique, ce qui en fait des candidats idéaux pour des applications protectrices [80]. Cependant, leur production industrielle

via des procédés conventionnels (nécessitant des conditions de vide, des températures élevées et des équipements coûteux) présente des limites.

Une alternative prometteuse est la méthode sol-gel, qui fonctionne à basse température ou à température ambiante. Cette technique utilise des précurseurs chimiques pour produire des céramiques et des verres de haute pureté et homogénéité. Nous présentons d'abord les méthodes conventionnelles de dépôt de revêtements, puis on se concentre sur le procédé sol-gel, utilisé dans nos expérimentations.

Les procédés de dépôt classiques ont prouvé leur efficacité pour synthétiser une grande variété de matériaux sous forme de films minces, répondant à des besoins industriels divers (microélectronique, optique, protection anticorrosion, décoration, etc.) [81]. Le choix de la méthode de dépôt est crucial, car il influence directement les propriétés du film. Parmi les techniques courantes figurent la déposition en phase vapeur, l'électrolyse (comme l'anodisation pour un contrôle précis de l'épaisseur), la pulvérisation cathodique (idéale pour les oxydes métalliques) et l'évaporation sous vide, de plus en plus utilisée dans les technologies modernes [82].

### **II.3.2. Déposition Physique en Phase Vapeur (PVD)**

Les procédés de dépôt physique en phase vapeur (PVD) reposent sur la génération d'une vapeur à partir d'une source solide, qui se condense ou réagit sur/avec un substrat pour former un film mince. Ces techniques, qui incluent des méthodes comme le chauffage ou le bombardement (faisceau d'électrons, pyrolyse laser), sont généralement réalisées sous basse pression. Le matériau est extrait de la source et déposé rapidement sur un substrat froid pour éviter l'agglomération des particules, permettant ainsi un contrôle précis de la formation des couches minces. Chaque méthode PVD présente des avantages et des limitations spécifiques, offrant une grande flexibilité pour synthétiser des films minces adaptés à des applications variées [83, 84].

### **II.3.3. Déposition Chimique en Phase Vapeur (CVD)**

L'élaboration par voie chimique repose sur des réactions en phase vapeur ou en milieu liquide. Dans le cas des réactions en phase vapeur, les précurseurs vaporisés sont introduits dans un réacteur CVD (Chemical Vapor Deposition), où ils sont adsorbés sur un substrat chauffé. Ces molécules se décomposent thermiquement ou réagissent avec d'autres gaz pour former un film solide. Pour les réactions en milieu liquide, la synthèse s'effectue à partir de solutions aqueuses ou organiques, en modifiant les conditions physico-chimiques pour obtenir des dépôts. Ces

méthodes en phase liquide, souvent moins coûteuses, incluent des techniques telles que la synthèse hydrothermale, la précipitation et la pulvérisation par pyrolyse [83, 84].

#### **II.3.4. Les procédés d'évaporation sous vide**

Les procédés d'évaporation sous vide consistent à vaporiser un matériau dans des conditions de basse pression (généralement entre  $10^{-5}$  et  $10^{-7}$  mbar), permettant aux atomes de diffuser jusqu'au substrat sans collisions significatives. Le matériau est chauffé pour atteindre une pression de vapeur suffisante, utilisant des sources de chauffage (tungstène, molybdène, tantale) ou des creusets réfractaires ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$ , BN). Ces procédés permettent de synthétiser une large gamme de matériaux, y compris des composés, via la Co évaporation de plusieurs sources ou l'utilisation d'une atmosphère réactive (comme l'oxygène) pour l'évaporation réactive [85].

Les avantages de ces procédés incluent des vitesses de dépôt élevées (supérieures à  $1 \mu\text{m}/\text{min}$ ) et la capacité à traiter uniformément de grandes surfaces. Cependant, ils nécessitent une enceinte sous vide secondaire et souvent un chauffage du substrat pour garantir une bonne adhésion du revêtement [85].

#### **II.3.5. Pulvérisation Cathodique**

La pulvérisation cathodique est une technique de dépôt assistée par plasma, utilisant généralement un gaz inerte comme l'argon. Elle est couramment employée pour synthétiser des films minces stœchiométriques. Le procédé repose sur le bombardement d'une cible (constituée du matériau à déposer) par des ions positifs issus d'un plasma, générés dans une enceinte sous vide secondaire.

#### **II.3.6. La pyrolyse par pulvérisation**

La pyrolyse par pulvérisation (spray pyrolyse) consiste à vaporiser une solution contenant deux ou plusieurs composés réactifs, puis à la projeter sur un substrat chauffé à l'aide d'un atomiseur. La température du substrat active la réaction chimique entre les composés et le substrat, permettant la formation d'un revêtement. Ce procédé peut être réalisé à l'air libre ou sous atmosphère contrôlée [86]. Cependant, cette technique présente certains inconvénients, notamment la complexité des équipements nécessaires et le coût élevé de la synthèse des couches minces.

## II.4. Revêtement par méthode sol-gel

### II.4.1. Synthèse de revêtements par procédé sol-gel

Les procédés conventionnels pour synthétiser des oxydes métalliques ou des structures polymériques inorganiques reposent sur des techniques verrières ou céramiques, nécessitant des températures élevées et des réactions en phase solide, comme la fusion ou l'interdiffusion des réactifs [87]. En revanche, la méthode sol-gel (solution-gélification) offre une alternative basée sur une chimie douce, permettant de produire des matériaux de haute pureté et stœchiométriques sous diverses formes (monolithes, films minces, fibres, poudres). Cette polyvalence rend le procédé sol-gel particulièrement attractif dans des domaines tels que l'optique, l'électronique et les biomatériaux [87]. Cependant, certaines limitations persistent, notamment une compréhension incomplète des mécanismes réactionnels et le coût des précurseurs, bien que des avancées technologiques pourraient surmonter ces défis [88].

Le procédé sol-gel transforme une solution liquide (sol) en un réseau solide (gel) via des réactions chimiques, atteignant une transition sol-gel lorsque le réseau devient macroscopique [89]. Ce processus se déroule en quatre étapes clés :

- **Préparation de la solution** : Dominée par des paramètres chimiques.
- **Dépôt des couches minces** : Formation du gel, influencée par des facteurs physico-chimiques.
- **Séchage** : La température joue un rôle crucial pour former la couche mince.
- **Densification** : Des traitements thermiques confèrent au matériau ses propriétés finales.

Les facteurs influençant ce procédé incluent l'humidité, la température, la nature et la concentration du catalyseur, ainsi que le pH de la solution [90].

Le procédé sol-gel utilise principalement des alcoxydes métalliques  $M(OR)_n$  comme précurseurs, réagissant à des températures modérées (souvent ambiantes ou inférieures à 150°C), bien plus basses que celles des procédés classiques. Cette méthode repose sur une chimie moléculaire où le contrôle cinétique des réactions est essentiel. Une compréhension approfondie des mécanismes réactionnels permet de maîtriser les paramètres du procédé et d'optimiser les propriétés finales du matériau. Parmi les nombreux précurseurs disponibles, les alcoxydes de silicium sont les plus étudiés en raison de leur stabilité et de leur réactivité contrôlable. Le silicium, composant principal du verre, fait des matériaux sol-gel à base de silicium les mieux connus et les plus utilisés à ce jour, comme l'ont souligné M. A. Aegerter et al. [91] et J. Livage [92].

## II.4.2. Mécanismes réactionnels de la synthèse Sol-gel

Le processus sol-gel, décrit par J. Livage et D. Ganguli [93], repose sur deux étapes principales :

### II.4.2.1. Hydrolyse

Cette étape d'activation commence dès l'ajout d'eau ou d'un mélange eau/alcool dans la solution. Elle est représentée par l'équation :

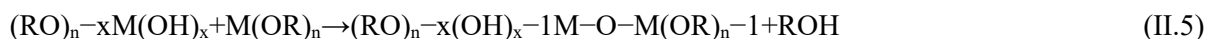


Selon la nature du catalyseur ajouté (acide, basique, organique ou inorganique) cela conduit à l'accélération de la réaction [94].

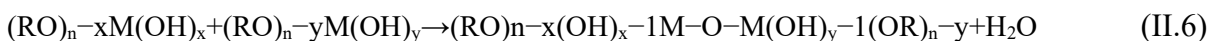
### II.4.2.2. Polymérisation

Cette étape de croissance des chaînes commence souvent avant la fin de l'hydrolyse. Elle implique quatre mécanismes possibles :

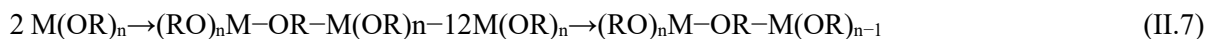
- **Alcoxolation** : Réaction entre un alcoxyde partiellement hydrolysé et un autre alcoxyde.



- **Oxolation** : Réaction entre deux alcoxydes partiellement hydrolysés, formant un pont oxygène.



- **Alcoolation** : Réaction directe entre deux alcoxydes sans hydrolyse préalable.



- **Olation** : Similaire à l'alcoolation, mais nécessitant une hydrolyse préalable, formant un pont hydroxyle.

Dans le cas du silicium, seules l'alcoxolation et l'oxolation sont pertinentes [94, 95].

## II.4.3. La transition sol-gel et états du système

La synthèse sol-gel passe par plusieurs étapes (figure II.7) :

- **Sol** : Solution liquide d'alcoxydes métalliques partiellement dissous dans un solvant.
- **Hydrolyse et polymérisation** : L'ajout d'eau déclenche ces réactions, formant des oligomères et polymères en solution. La viscosité augmente jusqu'à la formation d'un gel.
- **Gel** : Au niveau macroscopique, le gel apparaît comme un solide contenant du liquide interstitiel. Au niveau moléculaire, les réactions (polymérisation, dépolymérisation, greffage) se poursuivent.
- **Vieillessement** : Le gel se densifie par greffages successifs, réduisant la diffusion des molécules. Une synérèse (expulsion du solvant) peut survenir.
- **Séchage** : le séchage peut être réalisé par deux méthodes
  - **Xérogel** : Séchage doux produisant un matériau compact, utilisé pour les verres et céramiques denses.
  - **Aérogel** : Séchage supercritique produisant un gel peu compact.
- **Formation de films minces** : Le sol peut être étalé sur une surface (spin-coating, dip-coating) pour former des films de xérogels.

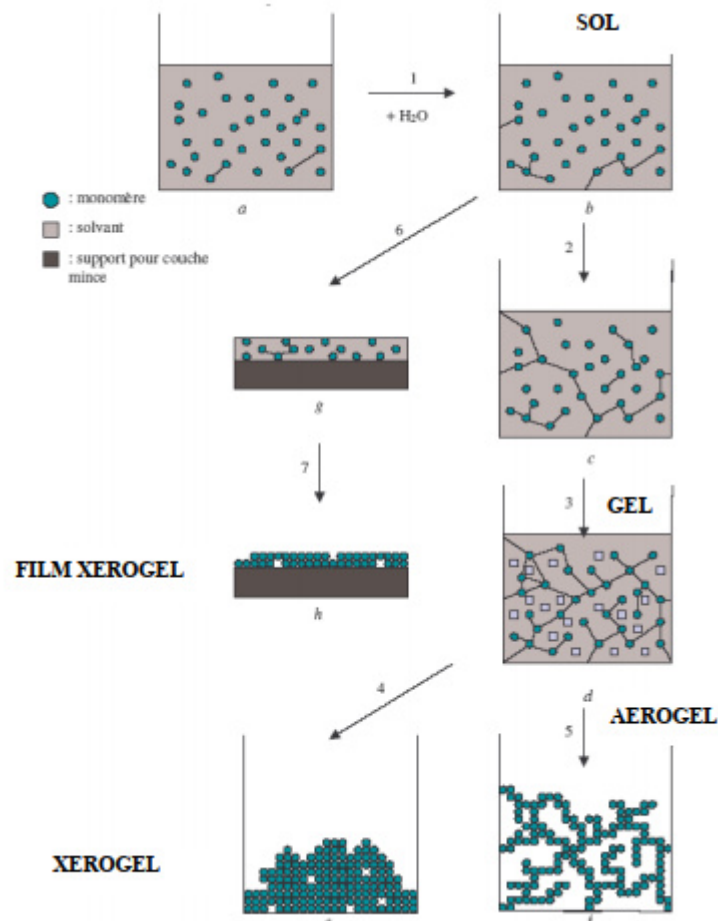


Figure II. 7 : Principales étapes d'une synthèse d'un matériau par voie sol-gel [97].

#### II.4.3.1. Vieillissement du gel

Après la formation du gel, le système continue d'évoluer par fixation progressive des espèces libres. Ce processus, influencé par le pH, la température et la composition, peut durer des mois. Il entraîne un renforcement du réseau et un retrait du gel, expulsant le solvant des pores et transformant le gel en un monolithe solide et compact.

#### II.4.3.2. Structures formées

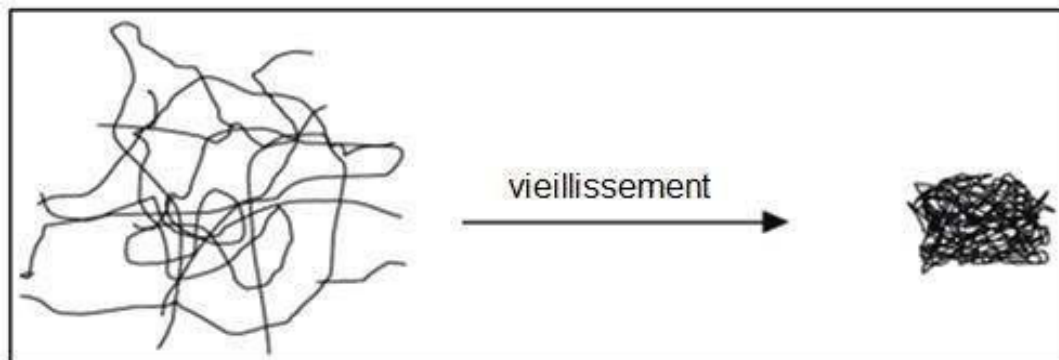
La structure finale du gel dépend des processus décrits ci-dessus. Les gels de silice peuvent être obtenus par catalyse basique ou acide :

- **Catalyse basique** : Les hydrolyses successives forment des clusters ramifiés, rendant le sol opaque. Le gel obtenu ressemble à du polystyrène expansé, avec de larges pores séparant les particules interconnectées (figure II.8).



**Figure II.8 :** Gels obtenus à partir de tétralcxydes de silicium par catalyse basique [98]

- **Catalyse acide :** Le gel forme un réseau isotrope de fils emmêlés, devenant translucide et dense après vieillissement. Cependant, sa résistance mécanique est inférieure à celle du verre en raison d'un réseau polymérique moins régulier (figure II.9).



**Figure II. 9 :** Gels obtenus à partir de tétralcxydes de silicium par catalyse acide [98].

#### II.4.4. Procédés de mise en œuvre

Plusieurs méthodes industrielles sont utilisées pour élaborer des couches minces par voie sol-gel, avec des épaisseurs allant de quelques nanomètres à plusieurs dizaines de micromètres. Le choix de la méthode dépend des caractéristiques du substrat (géométrie, taille, etc.) et des propriétés souhaitées pour le matériau final [99]. Les techniques les plus couramment employées sont : le spray-coating, le roll-coating, le spin-coating et le dip-coating.

#### II.4.4.1. Revêtement par pulvérisation

Le revêtement par pulvérisation (spray-coating) consiste à pulvériser un liquide directement sur un support, en effectuant un balayage pour assurer une couverture uniforme. Plusieurs paramètres influencent la qualité du dépôt :

- Viscosité du sol : Détermine la quantité de matière déposée.
- Vitesse de balayage : Affecte la durée de pulvérisation sur une même zone.
- Débit de gaz (pression) : Contrôle la quantité de sol pulvérisée.
- Géométrie de la buse et distance buse-support : Influencent la surface couverte et l'épaisseur du dépôt.
- Un exemple notable est celui de Tim Olding et al. [100], qui ont utilisé le spray-coating pour déposer des films isolants électriques (à base de silicium-aluminium) sur des échantillons en acier de forme complexe. Les films obtenus étaient homogènes, sans fissures, avec une bonne adhérence et une épaisseur de 100 à 300  $\mu\text{m}$ , offrant une isolation électrique comparable à celle de la porcelaine utilisée pour les hautes tensions. Cette méthode a été initialement décrite par F.A. Bailey et al. [101] et appliquée par C.M. Browne et al. [102] pour le revêtement de surfaces en verre, notamment les pare-brises.

#### II.4.4.2. Revêtement par enduction lamellaire

Le revêtement par enduction lamellaire (roll-coating) est une technique industrielle adaptée aux revêtements en continu sur des supports enroulés. Un rouleau, partiellement immergé dans un bac contenant le sol, dépose une quantité contrôlée de sol sur le support en mouvement. L'épaisseur du film humide, et donc du revêtement final, est ajustée en modifiant :

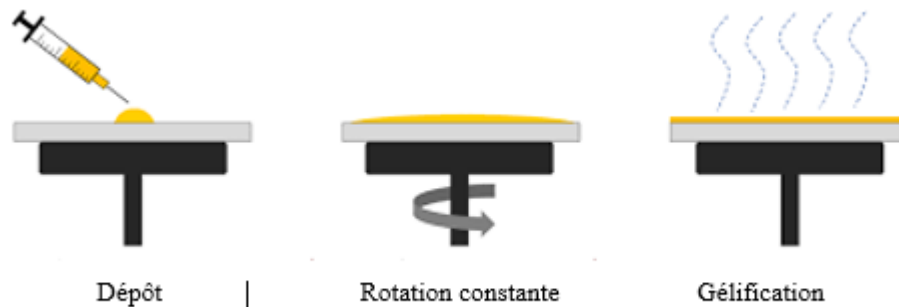
- La vitesse de rotation du rouleau.
- Le sens de rotation.
- L'écart entre le rouleau et le substrat.

Cette méthode est particulièrement efficace pour les applications nécessitant un traitement rapide et uniforme de grandes surfaces.

#### II.4.4.3. Revêtement par centrifugation

La centrifugation (spin-coating) est une méthode essentielle de dépôt par voie sol-gel, principalement utilisée pour des supports circulaires de petite taille. Cette technique consiste à

déposer une quantité de sol au centre d'un substrat en rotation. Sous l'effet de la force centrifuge, l'excédent de sol est expulsé, formant un film continu et uniforme. L'épaisseur du film dépend de deux paramètres clés : la quantité de sol déposée et la vitesse angulaire de rotation. Le procédé se décompose en quatre étapes (figure II.10) :



**Figure II. 10** : Illustration du processus de dépôt par centrifugation

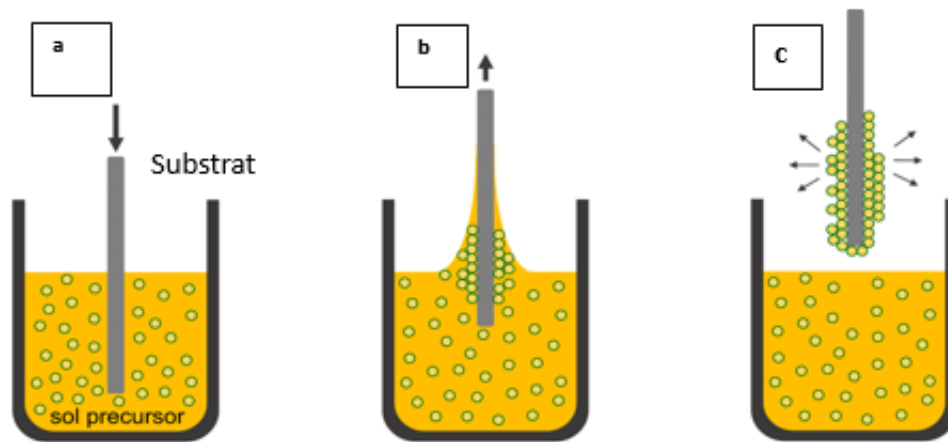
- **Dépôt** : Un excès de liquide est déposé sur le substrat, qui commence à s'étaler lentement.
- **Accélération radiale** : La force centrifuge générée par la rotation étale le liquide radialement, recouvrant toute la surface du substrat.
- **Rotation constante** : Le film liquide s'homogénéise en épaisseur, et l'excès de liquide est évacué par la force centrifuge.
- **Gélification** : L'évaporation du solvant active les réactions d'hydrolyse et de condensation, conduisant à la formation d'un film gélifié. L'évaporation peut commencer dès les étapes précédentes. Cette méthode est largement utilisée dans des domaines tels que la microélectronique et l'optique, où une précision élevée et une uniformité des couches minces sont requises [103, 104].

#### II.4.4.4. Revêtement par immersion

Le Revêtement par immersion (dip-coating) est l'une des méthodes les plus simples pour élaborer des revêtements par voie sol-gel. Ce procédé se déroule en deux étapes principales (figure II.11) :

- **Immersion** : L'échantillon est plongé dans le sol (solution précurseur).
- **Retrait** : L'échantillon est retiré à une vitesse contrôlée, ce qui détermine l'épaisseur et la régularité du revêtement.

Ces paramètres doivent être soigneusement contrôlés pour obtenir un film uniforme et de haute qualité [105].



**Figure II.11** : Processus de dépôt par immersion : a) immersion, b) retrait et c) drainage et évaporation

La qualité du film dépend de plusieurs paramètres, notamment :

- La vitesse de retrait.
- La viscosité du sol.
- Les conditions environnementales (température, humidité).

Plusieurs phénomènes physico-chimiques se produisent simultanément pendant le dip-coating, influençant les caractéristiques finales du film déposé. Ces phénomènes incluent [106] :

- Drainage du sol : Écoulement du sol sous l'effet de la gravité.
- Évaporation du solvant : Perte de solvant pendant et après le retrait.
- Hydrolyse et condensation : Réactions chimiques formant le réseau sol-gel.
- Forces capillaires : Forces de tension superficielle agissant à l'interface sol-substrat.

L'épaisseur finale du revêtement ( $h$ ) dépend de plusieurs forces et paramètres :

- La viscosité du sol
- La vitesse de retrait
- Les forces de tension superficielle et le gradient de tension de surface.
- La pression, la force de traction et la gravité.

#### II.4.4.5. Relation entre vitesse de retrait et épaisseur du film

L'épaisseur du revêtement est directement liée à la quantité de sol entraînée pendant le retrait. Une vitesse de retrait plus élevée entraîne une plus grande quantité de matière déposée, car le sol n'a pas le temps de s'écouler complètement. Cette relation est décrite par la loi de Landau et Levich [107], qui s'applique aux liquides newtoniens (fluides dont la viscosité reste constante sous l'effet de forces extérieures) et à des vitesses de retrait modérées [96]. La loi s'exprime comme suit :

$$h = 0.94 \frac{(\eta \cdot U)^{2/3}}{\gamma^{1/6} \cdot \rho \cdot g^{1/2}} \quad (\text{II.8})$$

Avec :

**h**: Epaisseur du film (mm)

**$\eta$** : Viscosité du sol (kg.m.s<sup>-1</sup>)

**U**: Vitesse de retrait (m/s)

**$\rho$** : Densité du sol (kg/m<sup>3</sup>)

**$\gamma$** : tension superficielle (kg.s<sup>-2</sup>)

**g** : Accélération due à la gravité.

Cette loi est particulièrement applicable lorsque la viscosité du sol est proche de celle de l'eau. Pour des faibles vitesses de retrait, l'effet de la gravité entraîne un écoulement du sol, limitant ainsi l'épaisseur du film sur le substrat. Cette étape doit être soigneusement contrôlée pour éviter les contraintes internes et obtenir un revêtement cohérent, adhérent et sans fissures [40]. Les propriétés de cohésion et d'adhérence dépendent principalement de la nature des précurseurs et des additifs du sol, ainsi que des conditions de mise en œuvre [108].

Pour tenter de réduire la courbure du ménisque dans le cas où le retrait est rapide ou que la viscosité est élevée, la loi simplifiée de G.W. Scherer [96] peut être utilisée :

$$h = 0.8 \sqrt{\frac{\eta \cdot U_0}{\rho \cdot g}} \quad (\text{II.9})$$

Cette équation permet d'ajuster l'épaisseur du film en modulant la vitesse de retrait, faisant du dip-coating une méthode simple, reproductible et efficace pour le dépôt de couches minces.

### **II.4.5. Traitements thermiques et recuits**

Après le dépôt, quelle que soit la méthode utilisée, le revêtement doit subir un traitement thermique (séchage et recuit) pour éliminer le solvant et consolider le film. Ce traitement est également essentiel pour :

- Accélérer les réactions de polymérisation inorganique (et organique dans le cas de films hybrides).
- Promouvoir la réticulation du réseau et améliorer l'adhérence sur le substrat [109].

La durée et les conditions du traitement thermique varient selon l'application visée.

### **II.5. Conclusion**

Ce chapitre a exploré diverses méthodes pour améliorer la résistance mécanique du verre en corrigeant ses défauts de surface. Les techniques de trempe thermique et chimique ont été présentées comme des solutions efficaces pour induire des contraintes de compression en surface, tandis que le traitement à l'acide fluorhydrique (HF) a démontré son efficacité pour éliminer ou réduire les fissures existantes. Les revêtements conventionnels (PVD, CVD, etc.) et la méthode sol-gel ont également été discutés, mettant en lumière leurs avantages et leurs limites dans des contextes industriels et expérimentaux.

Ces approches offrent des solutions adaptées à différents besoins, qu'il s'agisse de renforcer la durabilité du verre, d'améliorer ses propriétés optiques ou de préserver son intégrité structurelle.

## **Chapitre III**

# **Adh rence des rev tements**

## Chapitre III : Adh rence des rev tements

### III.1. Adh sion et adh rence

#### III.1.1. D finitions

L'exploitation des techniques de rev tement avec la meilleure optimisation possible n'assure cependant pas la durabilit  de ce dernier. On veut faire r f rence ici au probl me d'adh rence de la couche d pos e au substrat. Cette grandeur d pend fortement des caract ristiques de l'interface couche-substrat [110]. La zone de l'interface est g n ralement un point faible   partir du quel peut s'amorcer un endommagement du rev tement. La tenue m canique est principalement d termin e par les caract ristiques de l'interface. Pour une durabilit  optimale du rev tement, celui-ci doit rester adh rent au substrat sous l'effet de sollicitations m caniques externes ou de contraintes r siduelles ( $\sigma_r$ ). L'adh rence d terminant la r sistance que manifeste l'interface   la rupture, est le r sultat de la liaison macroscopique des composants via diff rents ph nom nes et m canismes. Plus g n ralement, la coh sion est assur e par le lien plus au moins intense entre mol cules ou ions du substrat et du rev tement. Roche [111] d finit l'adh sion, notamment pour les d p ts polym res,   travers plusieurs processus :

- **Processus m canique** : Le film p n tre dans les porosit s du substrat conduisant   une fixation m canique. Dans ce cas de figure on s'attend   ce que la rugosit  ait un r le important mais n'est cependant pas d terminante, comme le montre l'adh sion correcte d'un verre sur une surface peu rugueuse [112]
- **Processus thermodynamique** : Elle repose sur la mouillabilit  de la couche sur le substrat c'est dire la capacit  du substrat   recevoir un liquide en lui permettant de s' taler.   cet  gard les tensions superficielles sont d terminantes. Les tensions superficielles ( $\sigma_{LV}$  et  $\sigma_{SV}$ ) doivent notamment satisfaire la condition  $\sigma_{LV} \leq \sigma_{SV}$ . L'angle de contact d'une goutte sur le substrat permet d'estimer l' nergie d'adh sion.
- **Processus de la diffusion** : L'adh sion entre polym res s'op re dans ce cas par diffusion des mol cules   l'interface.
- **Processus de l'adsorption** : les atomes ou mol cules adh rent   la surface et cela r sulte en film assurant la liaison entre surfaces.
- **Processus chimique** : La liaison dans ce cas est expliqu e par des liaisons chimiques (covalentes, ioniques..) entre le film et le substrat.

Maugis [113], repris par Laval et Felder [114],  tablit la relation entre l'adh sion et l'adh rence pour les  lastom res, avec diff rentes grandeurs telles que de l' volution des fissures   l'interface, les  nergies d'adh sion, de la vitesse de l' volution et de la temp rature. Rickerby [115] reprend la d finition de l'adh sion selon l'A.S.T.M. : « l' tat dans lequel deux surfaces sont li es par des forces interfaciales, incluant des liaisons de valence ou des forces d'ancrage ». Cette d finition met en lumi re la complexit  de distinguer adh sion et adh rence, termes souvent utilis s de mani re interchangeable.

### III.1.2. Classification de l'adh sion

Mittal [116] propose une classification de l'adh sion en trois cat gories : fondamentale (interactionnelle), thermodynamique (li e   l' nergie mise en jeu) et adh sion pratique (c. .d mesurable appel e aussi adh rence).

#### III.1.2.1. Adh sion fondamentale

On entend par l'adh sion fondamentale l'ensemble des forces d'interaction qui ont lieu entre la couche et le substrat. Elle d pend de la nature des forces qui lie les constituants ainsi que de leur r partition   l'interface. Ces forces sont multiples et incluent notamment les forces de longue port e de Van der Waals, les liaisons chimiques assur es par exemple par l'hydrog ne, les liaisons covalentes ainsi que les liaisons ioniques. Comparativement les liaisons ioniques sont les plus  nerg tiques. La figure III.1 illustre les port es d'interaction et les forces de liaison des diff rents types d'interaction.

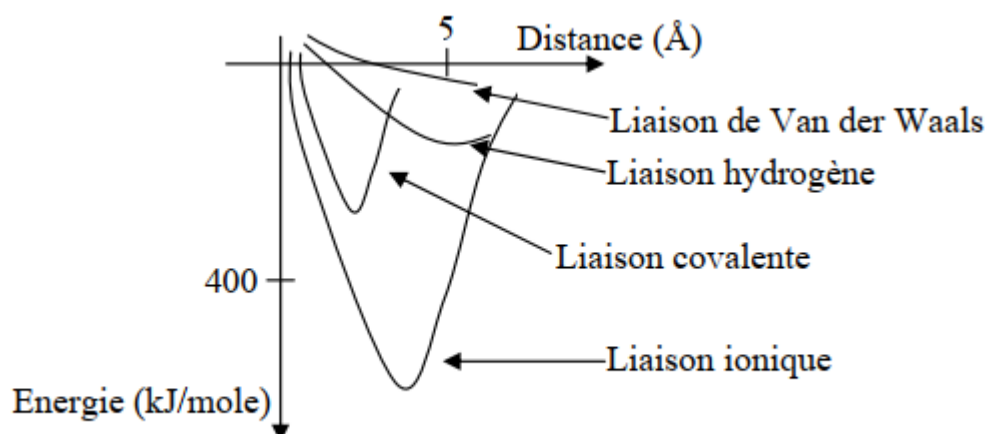


Figure III.1 : Port es et forces de liaison associ es aux diff rents types d'interactions [117].

### III.1.2.2 Adhésion thermodynamique

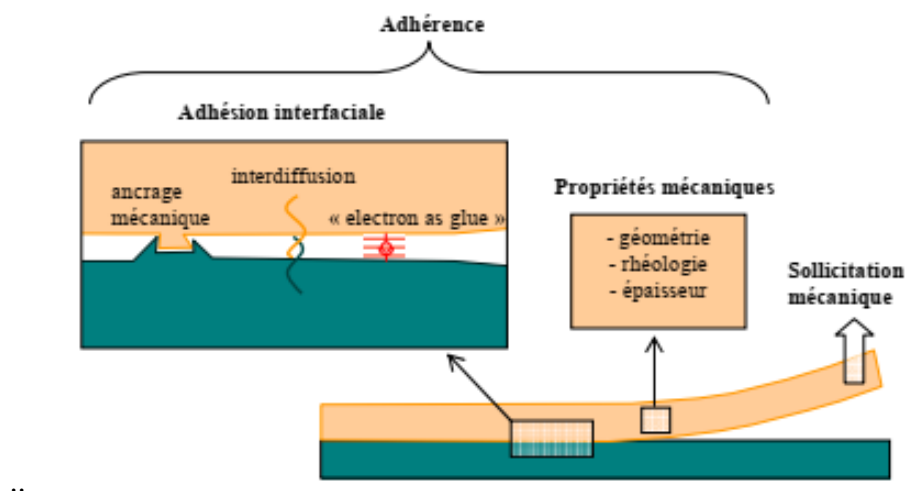
L'adhésion thermodynamique correspond à la variation d'énergie associée à la formation d'une interface entre deux corps. Lorsque deux surfaces, A et B, entrent en contact, les forces de liaison non saturées à leur surface permettent leur interaction mutuelle. L'adhésion dans la cas thermodynamique se réduit à la diminution de l'énergie libre de l'ensemble A+B quand A se lie à B. Dupré définit l'énergie d'adhésion, notée  $W_{AB}$  (en  $J/m^2$ ), par la relation suivante :

$$W_{AB} = \gamma_A + \gamma_B + \gamma_{AB} \quad (III.1)$$

- Où  $\gamma_A$  et  $\gamma_B$  représentent respectivement les énergies libres de surface excédentaires des corps A et B.
- $\gamma_{AB}$  correspond à l'énergie dépensée pour la réorganisation des constituants de A et B lors de la formation de l'interface.
- Les forces d'interaction entre A et B sont quantifiées par la donnée de  $W_{AB}$ . Cependant, la mesure en laboratoire de cette grandeur reste complexe à réaliser.

### III.1.2.3 Adhésion pratique ou adhérence

Les variantes de l'adhésion déjà exposées illustrent clairement la nécessité de proposer une façon pratique et quantifiable de mesurer l'adhésion. Cela a conduit à l'élaboration de protocole expérimental pour la mesure de l'adhérence. Elle revient à mesurer la résistance à la rupture d'une liaison couche-substrat entre deux corps A et B (figure III.2).



**Figure III.2** : Différents processus menant à l'adhésion et mesure de l'adhérence

Pour ce faire, une force ou un chargement  $F$  est appliqué afin de séparer mécaniquement les deux corps, et la valeur critique  $F_R$  provoquant la séparation est mesurée. Cette approche, qui permet de caractériser les forces d'adhésion (d'origine mécanique, thermique, acoustique, etc.) à travers  $F_R$  ou une contrainte moyenne de rupture  $\sigma_R$ , suppose plusieurs défis expérimentaux. En effet il est notamment difficile de localiser exactement l'occurrence de la rupture et la dissipation de l'énergie (mécanique, thermique, etc.) lors du processus de séparation. Cela illustre le caractère complexe de cette mesure qui pour des résultats probants nécessite une analyse approfondie pour une interprétation fiable des résultats.

### III.2. Interactions interfaciales

Nous nous rendons compte dorénavant et déjà que les termes « adhésion » et « adhérence » prêtent à confusion. Il devient alors important pour un bon nombre de domaines de définir clairement les deux concepts. En français, le terme « adhérence » ou « mechanical adhesion » en anglais désigne la mesure expérimentale par des essais mécaniques de la grandeur correspondante. D'un autre côté « l'adhésion » ou « adhesion » en anglais se réfère à l'ensemble des interactions qui ont lieu à l'interface et qui chacune contribue à l'adhérence. Il est à noter cependant que ces interactions ne suffisent pas à elle seules à expliquer l'énergie enregistrée lors de la rupture d'un assemblage comme le reporte clairement Darque-Ceretti et Felder [118].

On peut identifier trois principaux types d'interactions interfaciales :

- La fixation mécanique : Il résulte de l'interpénétration macroscopique entre deux surfaces en contact, le cas quand un adhésif pénètre dans les irrégularités et les pores d'un substrat avant de se solidifier. La rugosité et le profil des surfaces favorisent cette fixation mécanique, augmentant ainsi la surface de contact et le nombre de liaisons chimiques potentielles.
- La diffusion mutuelle : Ce phénomène s'observe dans le cas des polymères par un enchevêtrement des chaînes moléculaires, et dans le cas des métaux par la formation d'une composition chimique évoluant graduellement, voire même la formation d'un alliage d'interface. Il conduit à la création d'une phase intermédiaire d'épaisseur non nulle, dépendant de la compatibilité et de la structure des matériaux en contact.

- Les liaisons interatomiques ou intermoléculaires : les interactions électromagnétiques donnent naissance à des liaisons interatomiques formant des liaisons covalentes, ioniques ou métalliques. Ces liaisons entre atomes ou molécules incluent aussi les interactions de longue portée de Van der Waals et les liaisons hydrogène. Ces interactions, souvent désignées par l'expression anglo-saxonne « électron as glue », sont étudiées macroscopiquement sous l'approche acide-base. L'intensité de ces liaisons est caractérisée par l'énergie d'adhésion de Dupré  $w$ , qui correspond à l'énergie libre perdue par unité de surface lors de la formation de l'interface. Par exemple, pour une interface métal/métal,  $w$  est de l'ordre du  $J/m^2$ , tandis que pour une interface polymère/polymère, elle est de l'ordre de quelques dizaines de  $mJ/m^2$ .

Ces mécanismes d'interaction, bien que distincts, contribuent collectivement à la cohésion et à la résistance des interfaces. Ils jouent un rôle clé dans la performance des assemblages.

### III.3. Mesure de l'adhérence

#### III.3.1. localisation de la rupture

- **Rupture cohésive** : La rupture peut survenir à l'intérieur de l'un des deux matériaux plutôt qu'à l'interface.
- **Rupture adhésive** : La contrainte appliquée peut rompre les liaisons entre A et B et induire aussi une déformation irréversible dans l'un ou les deux matériaux, notamment dans des cas tels que les alliages métalliques, les polymères ou les céramiques. Ce phénomène est particulièrement marqué lorsque les interstices de l'un des matériaux favorisent une fixation mécanique.
- **Interdiffusion** : Lors de diffusion mutuelle des éléments de A et B sans formation d'un composé défini, la rupture ne peut plus être qualifiée d'adhésive, mais correspond plutôt à celle d'un matériau compacte présentant une évolution graduelle de la concentration, revenant ainsi à une rupture cohésive au niveau d'une interphase.

#### III.3.2 Dissipation d'énergie

La dissipation d'énergie est un paramètre clé qui modifie et complexifie la mesure de l'adhérence, en ajoutant une composante supplémentaire à l'énergie nécessaire pour séparer les deux corps. Cela explique pourquoi l'adhérence est souvent supérieure à l'adhésion fondamentale et pourquoi sa caractérisation expérimentale reste un défi.

Ces observations soul vent deux probl matiques majeures : la localisation de la rupture et la dissipation d' nergie (m canique, thermique, etc.) dans les mat riaux. Pour aborder la seconde, une relation entre adh rence et adh sion fondamentale peut  tre  tablie : L'adh rence est en relation avec l'adh sion fondamentale en plus d'autres facteurs influents.

L'adh rence int gre non seulement le travail n cessaire pour rompre les interactions interfaciales, mais aussi celui requis pour d former les mat riaux et l' nergie dissip e sous forme de chaleur lors de l'essai. Les autres facteurs incluent les contraintes internes du d p t, les propri t s m caniques des mat riaux, le type de rupture, le type de chargement appliqu  et les param tres sp cifiques   chaque mesure.

De nombreuses m thodes existent pour  valuer l'adh rence d'un d p t sur son substrat, comme en t moignent les synth ses [110, 115, 116]. Ces derniers recensent plus de 300 essais destructifs. Les principales m thodes de sollicitation m canique d'une interface mat riaux-couche [110] incluent :

- **M thodes qualitatives** : Pelage ou arrachement par ruban adh sive apr s rayure, abrasion.
- **M thodes quantitatives** : Il s'agit d'essais m caniques destructif qui op re par : arrachement de la zone d'interface (normal ou tangentiel apr s encollage), pelage du rev tement par diff rents processus tels que utilisation d'un laser, effet d'une force centrifuge, s paration par effet de flexion-traction, indentation conventionnelle ou   l'interface, rayage, d collement spontan  par d p t additionnel (effet de  $\sigma_R$ ).

Ces m thodes permettent d' valuer l'adh rence selon des crit res vari s, tout en respectant les sp cificit s des mat riaux et des conditions d'essai.

### III.4. Techniques de mesure d'adh rence des rev tements

K.L. Mittal [116] met en  vidence l'existence de plus de 355 techniques pour caract riser l'adh sion des rev tements. Toutefois, la majorit  de ces m thodes, initialement con ues pour les joints coll s, pr sentent des limites lorsqu'elles sont appliqu es aux couches minces ( paisseur  $< 10 \mu\text{m}$ ), en raison de la dissym trie mati rielle entre le film et le substrat. Cette h t rog n it  g n re des contraintes m caniques et des modes de rupture sp cifiques, non pris en compte par les protocoles standard.

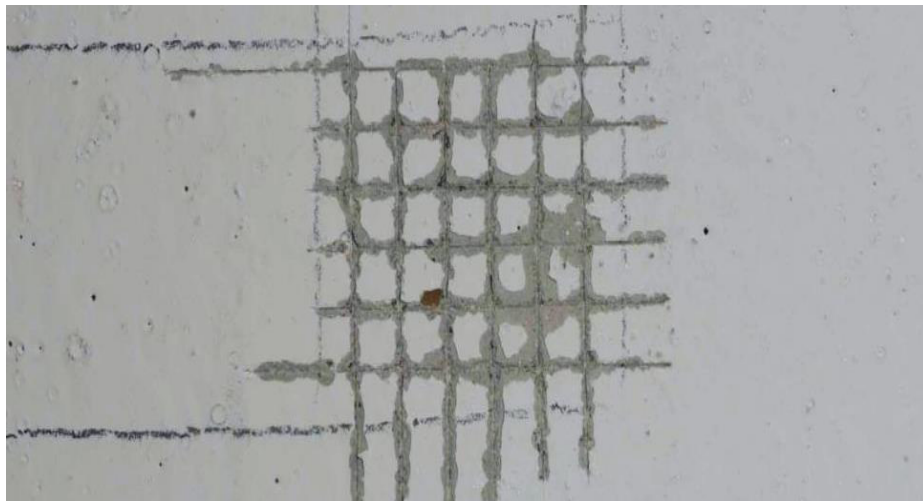
Par ailleurs, les contraintes op rationnelles (temps, co ts, complexit  instrumentale) limitent souvent l'approfondissement des analyses par les praticiens. Face   ces d fis, cet article

propose une revue critique des essais d'adhésion adaptés aux systèmes couche-substrat, en ciblant leur cadre d'application pratique (précision, résolution, domaines de validité).

Enfin, les auteurs soulignent que les progrès récents en contrôle non destructif (imagerie haute résolution, techniques ultrasonores) permettent désormais de détecter et de quantifier des défauts interfaciaux à l'échelle micrométrique, offrant une analyse plus fiable des mécanismes de délaminage. Cette avancée ouvre des perspectives pour optimiser les procédés de dépôt et la durabilité des revêtements fonctionnels [119]

#### III.4.1. Test de quadrillage

Le test de quadrillage (normes NF A 91-101 pour les dépôts électrolytiques de nickel/chrome et NF T 30-038 pour les peintures et vernis) est une méthode qualitative d'évaluation de l'adhésion des revêtements. Il consiste à inciser un réseau de lignes perpendiculaires à travers la couche à l'aide d'un outil tranchant. La présence de zones détachées après cette opération indique une adhérence déficiente comme illustré dans la figure III.3.

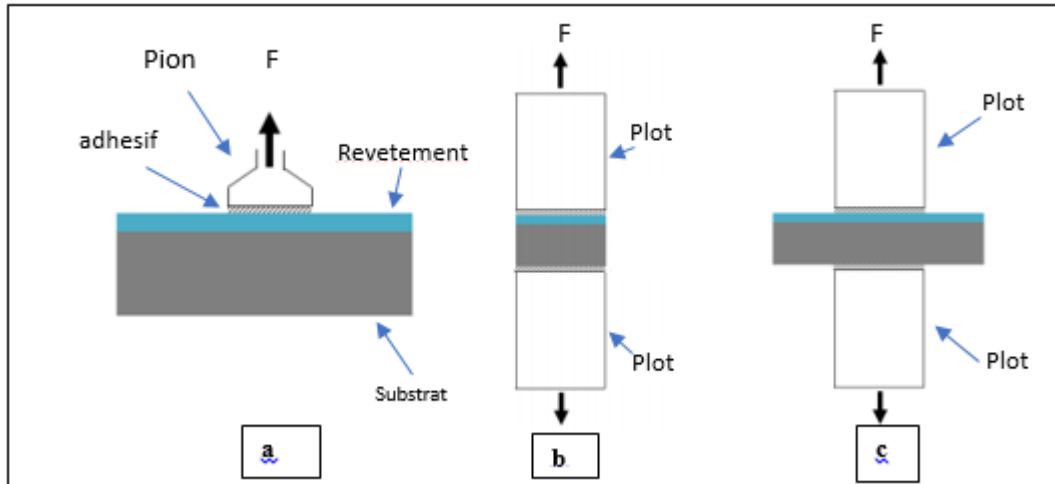


**Figure III.3** : Test de quadrillage

La mesure de l'adhésion repose sur le rapport entre la surface décollée ( $S_d$ ) et la surface totale testée ( $S$ ), exprimant ainsi le degré de défaillance interfaciale. Bien que principalement qualitatif, ce test permet une évaluation rapide et standardisée, largement utilisée dans l'industrie pour les contrôles de routine.

### III.4.2. Essai de traction

L'essai de traction est une méthode industrielle courante pour mesurer l'adhésion des revêtements. Il se décline en trois configurations principales illustré sur la figure III.4:



**Figure III.4** : Essais de traction a) Traction par pion collé b) Traction par plots collés c) Essai « Pull-off » [120].

- **Traction par pion collé**

Un pion unique est fixé sur le revêtement à l'aide d'une colle époxy (Figure III.3a). Un dispositif portatif applique une pression d'air pour générer un effort de traction axial, converti en contrainte à rupture via la norme ISO 4624 ou ASTM D4541. Adapté aux structures de grandes dimensions, cet essai exige un substrat rigide et une préparation minutieuse de la colle, limitant son utilisation pour les revêtements fortement adhérents [118].

- **Traction par plots collés**

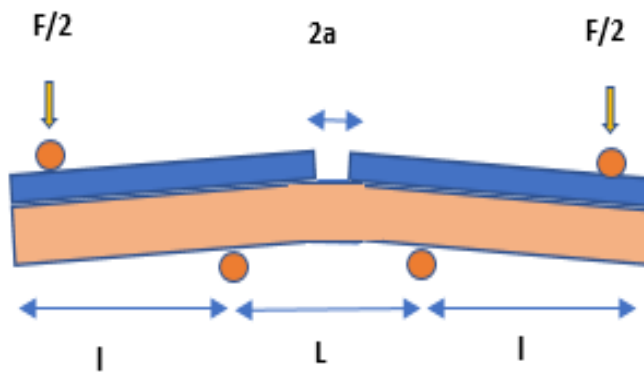
Deux plots cylindriques (diamètre 25,4–40 mm) sont collés ou soudés sur le substrat et le revêtement (Figure III.3b). Normalisé (NF EN 582, ASTM C633), cet essai est spécifique aux revêtements par projection thermique, avec un minimum de trois essais par cycle de projection pour garantir la reproductibilité.

- **Essai « Pull-off »**

Similaire à la traction par plots collés, mais avec des plots de diamètre inférieur à celui de l'échantillon (Figure III.3c). Cette configuration minimise les effets de bord en sollicitant uniquement la zone centrale de l'interface [121].

### III.4.3. Essai de flexion quatre points

Un substrat rectangulaire (hauteur  $e_s$ , largeur  $b$ , module d'Young  $E_s$ , coefficient de Poisson  $\nu_s$ ) est revêtu d'une couche mince (hauteur  $e_r$ , module d'Young  $E_r$ , coefficient de Poisson  $\nu_r$ ). L'ensemble, posé sur deux supports distants de  $L$ , est soumis à une force  $F$  appliquée symétriquement à une distance  $l$  des appuis (Figure III.7).



**Figure III.7** : Essai de flexion quatre points

Sous charge  $F$ , des fissures apparaissent dans le revêtement. Si l'énergie de rupture interfaciale  $G_i$  est inférieure à 1/4 de l'énergie de rupture en Mode I du substrat  $G_t$  [122], la fissure progresse à l'interface sur une longueur  $2a_f$

Selon Evans et al. [122, 123], en régime élastique :

$$G_i = \left(\frac{1}{I_s} - \frac{\lambda}{I_c}\right) M^2 (1 - \nu_s^2) / (2bE_s) \quad (\text{III.2})$$

Avec :

- $\lambda = \left[ \frac{E_s}{1-\nu_s^2} \right] / \left[ \frac{E_r}{1-\nu_r^2} \right]$  est le rapport de rigidités,
- $M = \frac{Fl}{2}$  est le moment de flexion,
- $I_s = be_s^3/12$  est le moment d'inertie du substrat.

- $I_c = f(b, E_s, E_r, \lambda)$  moment d'inertie composite et fonction de  $b, e_s, e_r$  et  $\lambda$ .

#### III.4.4. Essai de gonflement-décollement

La technique d'analyse mécanique des substrats revêtus repose sur la création d'une membrane par enlèvement sélectif de matière du substrat, tout en conservant le revêtement d'épaisseur  $e_{sub}$ . Cette membrane est soumise à une pression  $P$  appliquée côté substrat par un fluide gazeux, induisant une déformation caractérisée par la flèche  $\delta$ . La relation pression-déformation est déterminée par interférométrie optique [124], révélant deux régimes distincts (Fig. 4) :

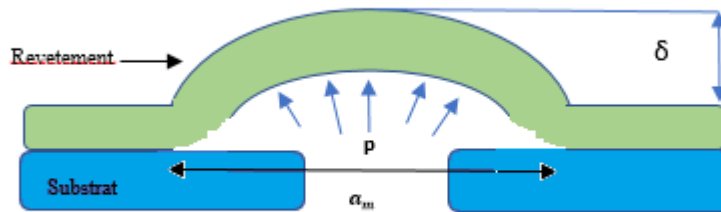


Figure III.7 : Essai de gonflement-décollement

- Régime élastique (faibles déformations) :

La réponse mécanique est décrite par l'équation :

$$P = [\sigma_0 \cdot e_r \cdot c_1] \cdot \frac{\delta}{a_m^2} + \left[ \frac{e_r c_2 E_r}{1 - \nu_r} \right] \cdot \delta^3 / a_m^4 \quad (\text{III.3})$$

Avec :

- $\sigma_0$  contraintes internes biaxiales.
- $c_1$  et  $c_2$  coefficients géométriques
- $a_m$  : rayon de membrane
- $\delta$  : hauteur de flèche
- $\frac{E_r}{1 - \nu_r}$  : bimodale de revêtement.

On posant :  $k_1 = \sigma_0 \cdot e_r \cdot c_1$  et  $k_2 = \frac{e_r c_2 E_r}{1 - \nu_r}$  alors, l'équation (III.3) devient :

$$P = k_1 \cdot \frac{\delta}{a_m^2} + k_2 \cdot \frac{\delta^3}{a_m^4} \quad (\text{III.4})$$

Des modèles étendus intègrent l'anisotropie des matériaux et des géométries non axisymétriques [124, 125].

- Rupture interfaciale (fortes déformations) :

La propagation d'une fissure à l'interface revêtement-substrat suit la relation :

$$P = \frac{G_i}{C \cdot \delta} \quad (\text{III.5})$$

Avec :

$G_i$  : Partie restituée de l'énergie de rupture interfaciale

$C$  : Constante en fonction des grandeurs  $k_2/k_1$  et  $\delta/a_m$ . [125,126].

#### III.4.5. Essai de choc au laser (laser spallation technique)

Cette méthode non invasive permet d'appliquer une contrainte de tension à l'interface entre un revêtement mince (épaisseur < 10  $\mu\text{m}$ ) et son substrat, en générant une onde de choc via un faisceau laser pulsé dirigé perpendiculairement à l'interface [127].

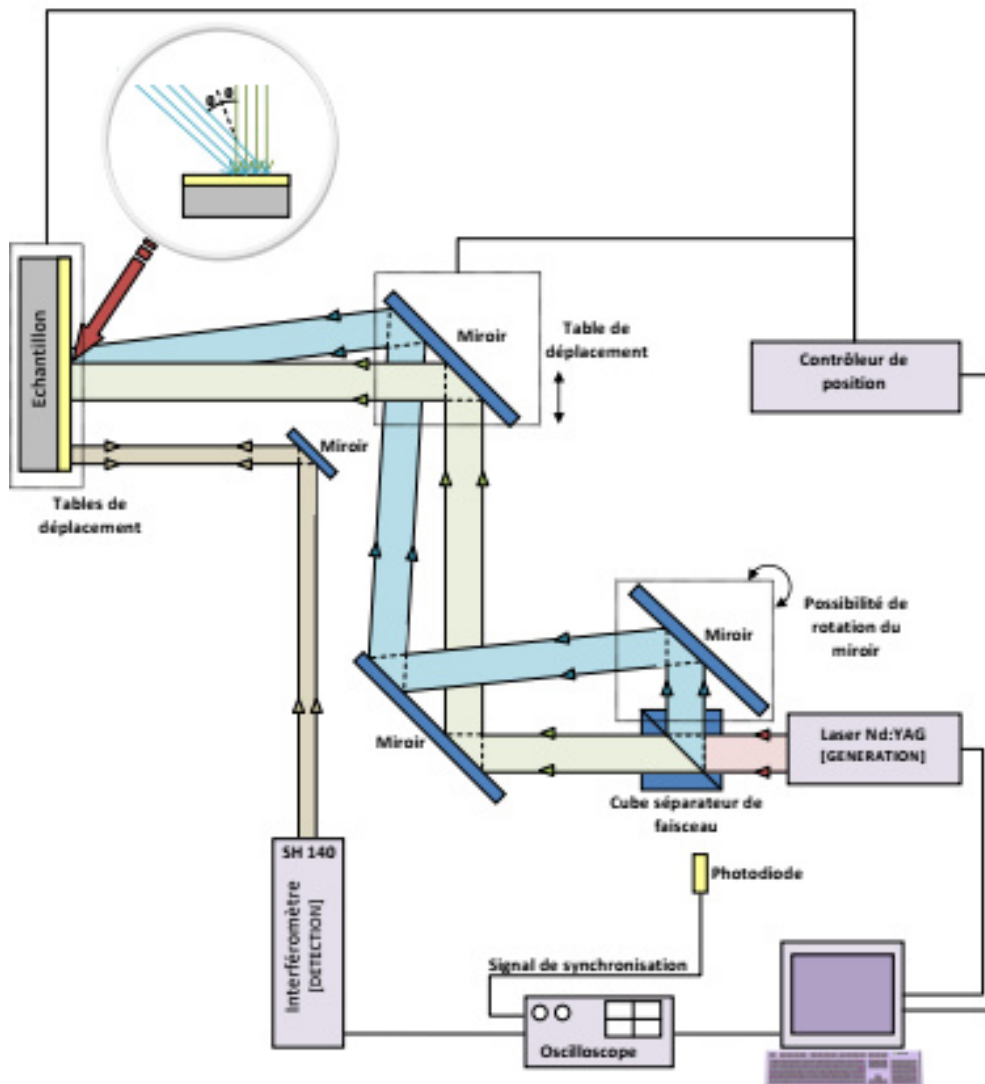


Figure III.7 : Schéma du dispositif d'essai au choc laser [128]

Lorsque la densité de puissance laser dépasse  $0,1 \text{ GW/cm}^2$ , l'interaction avec la face arrière du substrat produit un plasma dense. La détente rapide de ce plasma entre deux impulsions crée une onde de choc : d'abord compressive (dirigée du substrat vers le revêtement), puis tractive après réflexion sur la surface libre du revêtement [128]. Cette dynamique induit des vitesses de déformation extrêmes proches de  $10^6 \text{ s}^{-1}$ .

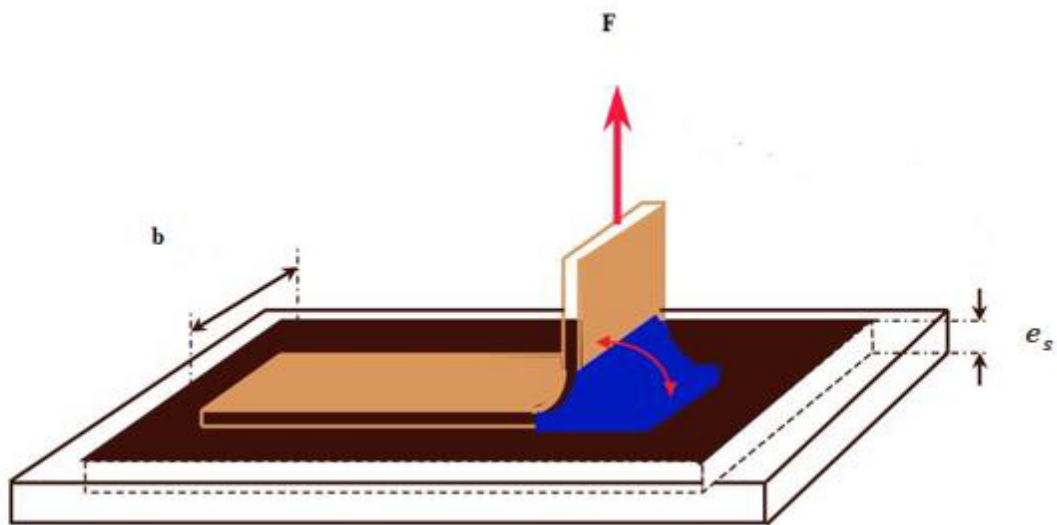
La difficulté majeure réside dans la détermination de la contrainte critique  $\sigma_c$  provoquant la rupture interfaciale [129]. Initialement, l'adhérence était estimée via la fluence laser, mais des modèles numériques de propagation d'ondes couplés à des mesures interférométriques

(D placement des surfaces sous choc) permettent d sormais de calculer  $\sigma_c$  et l' nergie de rupture interfaciale  $G_i$  avec une pr cision accrue [130]. Cette technique est utilis e pour

Caract riser l'adh rence dans les syst mes multicouches (ex. micro lectronique, rev tements fonctionnels).

### III.4.6. Essai de pelage

L'essai de pelage consiste   appliquer une force de traction selon un angle d fini ( $90^\circ$  ou  $180^\circ$ ) pour arracher le rev tement (Figure III.5).



**Figure III.5 : Test de pelage**

L' nergie d'adh sion ( $G_i$ ), calcul e   partir de la force maximale ( $F$ ) et de la largeur de pelage ( $b$ ), suit la relation  $G_i = F/b$ . Cette m thode, adapt e aux rev tements flexibles (polym res, peintures), se d cline en deux approches :

- **Test quantitatif** : Mesure une grandeur physique (ex.  $G_i$ , taux de restitution d' nergie) via une force  $F$  appliqu e perpendiculairement lors de l'arrachement d'un ruban adh sif. Si l'adh sion est faible,  $G_i = F/b$  (o   $b$  est la largeur du ruban).
- **Test qualitatif** : Utilise des m thodes visuelles ou comparatives, comme le test de quadrillage (mesure  $S_d/S$ , surface endommag e apr s arrachage) pour les rev tements tr s adh rents.

### III.4.7. Essai de pliage

L'essai de pliage consiste à appliquer une pression contrôlée sur un mandrin afin de déformer la couche et son substrat selon un angle et un rayon de courbure prédéfinis. Cette déformation permet d'évaluer la résistance mécanique du revêtement en observant l'apparition de fissures ou d'écaillages (figure III.6).

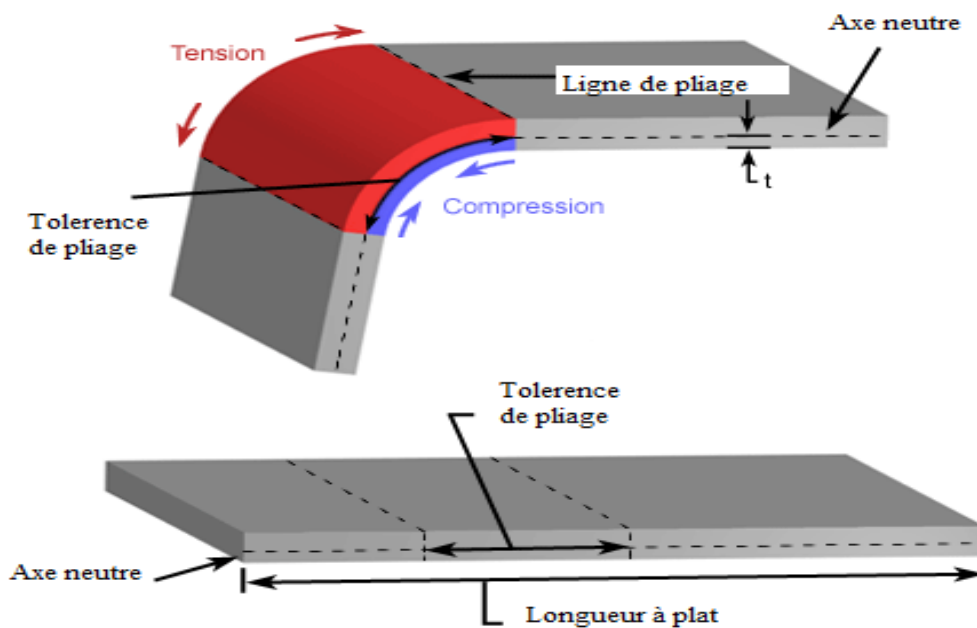


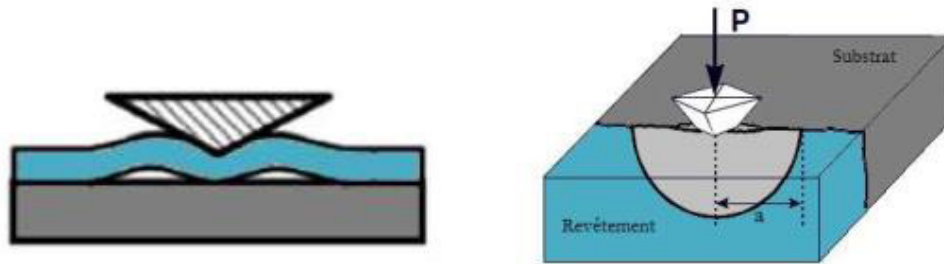
Figure III.6 : Essai de pliage

Contrairement au test de quadrillage, qui repose sur une approche qualitative, la quantification des performances s'appuie généralement sur des essais de flexion standardisés, tels que les essais trois points ou quatre points. Ces derniers offrent une mesure précise de la contrainte critique et de la ductilité du système couche-substrat.

### III.4.8. Essais d'adhérence dérivés de l'indentation

Les essais d'indentation, initialement conçus pour mesurer la dureté des matériaux, ont été adaptés pour évaluer l'adhésion des revêtements minces. Leur principe repose sur la pénétration contrôlée d'un indenteur de géométrie standardisée (pyramidale, conique, sphérique) dans le matériau, générant des contraintes mécaniques localisées permettant d'induire et de quantifier le délaminage interfacial.

Cette méthode, développée par [131, 132], repose sur l'application d'une force croissante perpendiculaire à la surface du revêtement à l'aide d'un indenteur Rockwell. Lorsque la charge critique  $F_c$  est atteinte, une cloque (**blister**) se forme par fissuration interfaciale (Fig. III.8). L'énergie de décohésion  $G_c$  est ensuite calculée à partir du diamètre de la cloque, de la charge critique  $F_c$ , et des propriétés mécaniques du dépôt, telles que le module d'élasticité et les contraintes résiduelles. Pour les revêtements épais ( $\geq 200 \mu\text{m}$ ), cette méthode est adaptée en indentant une coupe transversale de l'échantillon, alignant l'indenteur (pyramide Vickers ou cône) avec l'interface (Fig.III.8). La force critique induisant une fissuration circulaire ou tangentielle est alors corrélée à l'énergie d'adhésion, fournissant une mesure quantitative de la résistance interfaciale. Cette approche permet une caractérisation précise de l'adhésion des revêtements, adaptée à une large gamme d'épaisseurs et de matériaux.



**Figure III.8** : (a) principe de l'essai d'indentation interfaciale à pointe Vickers [133], (b) : essai d'indentation conique à proximité de l'interface Al/ Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (observation au MEB) [134]

Les essais d'indentation offrent une approche polyvalente pour caractériser l'adhésion, mais leur fiabilité dépend étroitement :

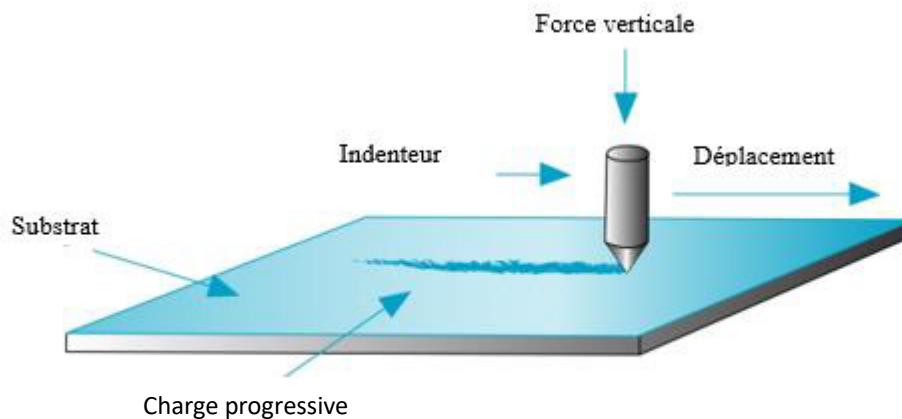
- Des paramètres géométriques (forme de l'indenteur, épaisseur du revêtement).
- Des propriétés mécaniques (ductilité du substrat, fragilité du dépôt).
- De l'analyse post-essai (microscopie électronique, FIB) pour valider les mécanismes de rupture.

Bien que les méthodes à couche supérieure et interfaciale aient élargi le champ d'application, elles restent limitées par leur complexité opérationnelle et leur sensibilité aux artefacts expérimentaux. Leur utilisation est donc privilégiée dans des contextes spécifiques, tels que la

micro lectronique ou les rev tements industriels  pais, o  les essais conventionnels (arrachement, cisaillement) s'av rent inadapt s.

### III.5. Essais de rayage

Le rayage  tant le test utilis  dans notre  tude pour mesurer l'adh rence, nous consacrons cette section plus au moins d taill e   l'expos  de ce test. Cet essai consiste   d placer un indenteur (de g om trie sph rique, pyramidale ou conique)   vitesse constante sur la surface d'un mat riau avec un rev tement, alors que la contrainte normale ( $F_N$ ) est augment e graduellement. Le principe de l'essai de rayage est illustr  dans la figure III.9.



**Figure III.9 :** Principe de l'essai de rayage

Les charges critiques ( $L_c$ ), correspondant aux seuils d'endommagement du rev tement, sont identifi es. Dans le cas d'une interface entre mat riaux c ramiques et mat riaux ductiles et moins durs, on observe g n ralement une fissuration initiale du film   un niveau de force  $L_{fiss}$ , suivie d'un arrachement du rev tement   une force sup rieure  $L_c$ . Ces seuils refl tent les m canismes s quentiels de d gradation : fissuration sous contrainte localis e, puis d laminage induit par la d formation plastique du substrat [135].

Les essais d'adh rence m canique, bien que vari s, pr sentent des limitations intrins ques (pr paration d' chantillons, applicabilit  restreinte   certains mat riaux). Les m thodes empiriques, bien que moins standardis es, offrent une alternative pertinente pour  valuer la performance des rev tements dans des conditions proches de leur utilisation r elle. Le choix du test d pend ainsi des propri t s du d p t, des contraintes op rationnelles et des objectifs d'analyse.

### III.5.1. Comportement des verres à l'essai de rayage

Lors d'un essai d'indentation Vickers sur un verre sodocalcique, la formation de fissures dépend fortement de la charge appliquée, pouvant survenir pendant le chargement ou le déchargement [104]. Des observations similaires ont été rapportées lors de tests de rayage, bien que l'étude approfondie des mécanismes de fissuration et d'endommagement reste à explorer. Une analyse fractographique à l'échelle micrométrique a permis d'identifier plusieurs types de fissures, notamment :

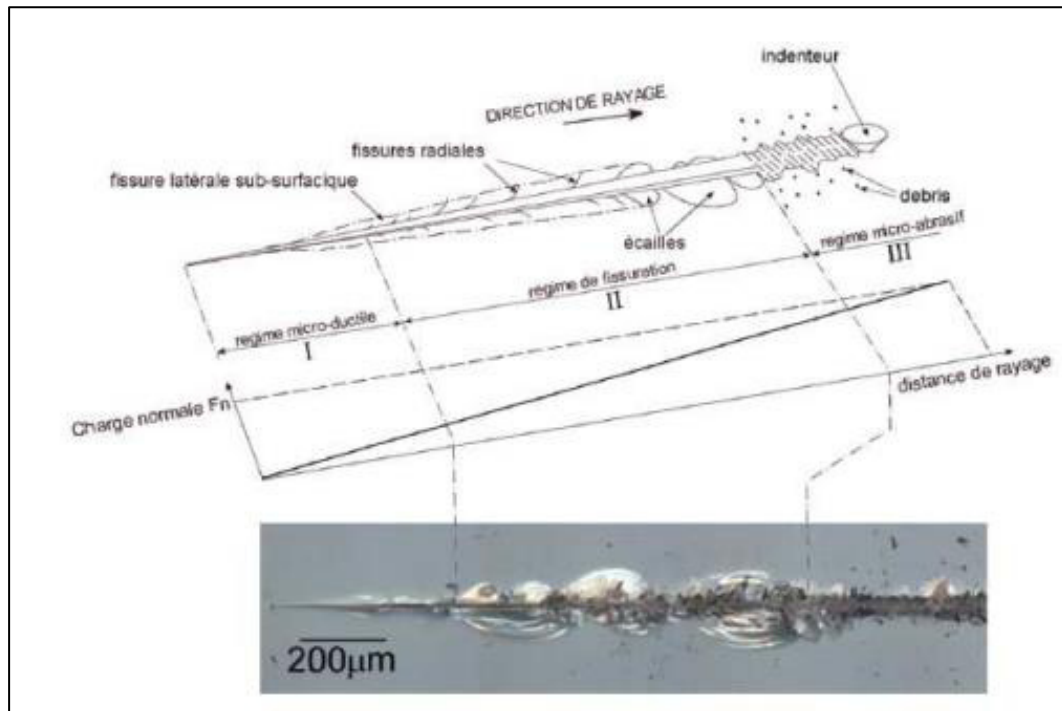
- Les fissures chevrons (définies par Rice *et al.* [134]),
- La propagation des fissures latérales (décrite par Bulsara [136]),
- L'écaillage (observé par Le Houérou *et al.* [137]).

Ces phénomènes nécessitent des investigations supplémentaires pour mieux comprendre leur occurrence et leur interaction.

Pendant un essai de rayage, l'endommagement de surface est fortement influencé par la charge normale appliquée. Trois types de fissures ont été identifiés :

- Fissures médianes.
- Fissures radiales (chevrons).
- Fissures latérales.

Ces observations fournissent des informations précieuses sur les mécanismes de fissuration (radiale, latérale) et d'écaillage, contribuant à une meilleure compréhension du comportement mécanique des verres sous sollicitation. Lors d'un essai de rayure à charge croissante monotone sur un verre, trois régimes distincts d'endommagement sont généralement observés, comme illustré schématiquement sur la figure III.10 :



**Figure III.10** : Schéma de l'allure d'une rayure modèle obtenue à la suite d'un chargement monotone d'un indenteur sur un verre silico-sodo-calcique. La micrographie correspondante est aussi illustrée [137]

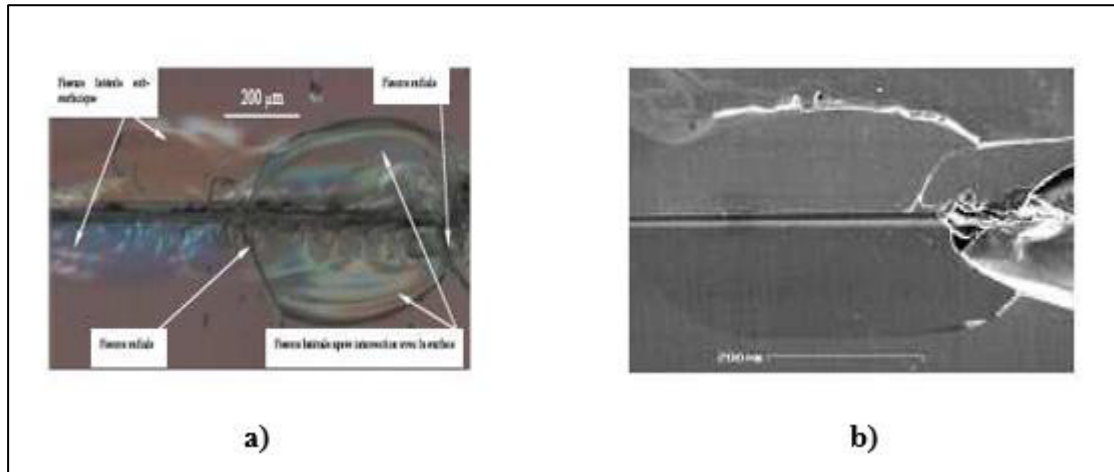
1. Régime micro-ductile (I) : Formation d'un sillon permanent sans dommages visibles à la surface.
2. Régime fragile de fissuration ou d'écaillage (II) : Apparition de dommages significatifs, caractérisés par des fissures latérales atteignant la surface et des fissures radiales.
3. Régime micro-abrasif (III) : Caractérisé par l'apparition de nombreux débris et, éventuellement, l'amorçage de petites fissures latérales débouchantes.

Deux mécanismes distincts de formation d'écailles ont été identifiés :

- **Mécanisme 1** : L'écaillage peut survenir en l'absence de fissures radiales (par exemple, dans des conditions de faible hygrométrie) lorsque l'énergie transmise à la fissure latérale est suffisante pour qu'elle atteigne la surface (figure III.11).
- **Mécanisme 2** : L'écaillage peut résulter de l'interaction entre deux fissures radiales et une fissure latérale qui atteint la surface (figure III.11).

Ces observations mettent en évidence la complexité des mécanismes d'endommagement des verres sous sollicitation mécanique, influencés par des facteurs tels que la charge appliquée,

l'énergie de propagation des fissures et les conditions environnementales. Une meilleure compréhension de ces phénomènes est essentielle pour optimiser la résistance des matériaux vitreux dans des applications critiques.



**Figure III.11 :** (a): Formation d'une écaille accompagnée des différents endommagements observés], (b): écaillage par propagation d'une fissure latérale-Absence de fissure radiale [138]

### III.5.2. Comportement des dépôts céramiques sur substrats ductiles

Concernant les substrats ductiles dont leurs duretés inférieures à celle des couches déposées notamment des dépôts céramiques, on observe généralement deux niveaux de forces critiques :

- $L_{fiss}$  : Niveau de force à partir duquel une fissuration du dépôt se produit.
- $L_c$  : niveau de force supérieur entraînant l'arrachement du film [110].

L'interprétation de la force  $L_c$  est complexe, car elle survient plutôt dans l'intervalle où la déformation du substrat est de nature plastique, ou la perte d'énergie n'est plus confinée donc l'énergie n'est pas conservée. Néanmoins, des études ont montré que cette méthode permet d'établir des comparaisons de l'adhérence en variant le type de revêtement ou celle du substrat.

### III.5.3 Modélisation des revêtements

#### a) Revêtement ductiles ( $\lambda = \frac{H_{Depot}}{H_{Substrat}} < 1$ )

Pour les films ductiles dont la dureté est inférieure à celle du substrat, le modèle simplifié de Benjamin et Weaver [139] permet de déduire la cission de rupture interfaciale  $\tau_{IR}$  à partir de la force critique  $L_c$ . Ce modèle repose sur deux hypothèses principales :

1. La pression de contact est égale à la dureté du substrat  $H_s$ .

2. L' paisseur de la couche d pos e  $e$  est faible par rapport   l' tendue  $a$  de la trace cr e e par l'indenteur de forme sph rique de rayon  $\rho$ . Dans ce cas :

$$a = \sqrt{\frac{2.L}{\pi H.S}} \quad (\text{III.2})$$

er

$$\tau_{iR} = \sqrt{\frac{L_c H_S}{\pi \cdot \rho^2}} \quad (\text{III.3})$$

### b) Rev tement fragiles sur des substrats dur ( $\lambda = \frac{H_{Depot}}{H_{Substrat}} > 1$ )

Pour les d p ts peu durs sur des mat riaux avec des duret s variables ( $\lambda > 1$ ) tels que les aciers trait s, les mesures enregistr es montrent que la valeur de la charge critique  $L_c$ , et donc la valeur de l'adh rence de la couche, d pend de nombreux param tres. Steinman et al. [141] ont class  ces param tres en deux cat gories :

1. Param tres intrins ques : Ceux-ci sont en relation avec l'essai et les conditions de son d roulement (forme d'indenteur, vitesse de d placement, etc.).
2. Param tres extrins ques : ceux-l  sont en relation avec l' chantillon (type du substrat surtout la duret , type de la couche : duret  et  paisseur, etc.).

L'approche de Benjamin et Weaver n'est plus applicable dans ce cas de figure, car il ne prend pas en compte cette complexit  accrue des facteurs influen ant l'adh rence c'est- -dire entre le d p t fragile et le substrat dur.

## III.6. Param tres influents l'adh rence

### III.6.1. Influence de la duret  du substrat

Avec des rev tements d'environ 10 microm tres d' paisseur et des contraintes critiques  $\geq 20$  N, la duret  du substrat   une contribution d terminante. Pour des substrats mous, la d t rioration est principalement de type d formation plastique du substrat. Une diminution de la duret  de ce dernier minimise la d formation que subit le rev tement, retardant les d gradations et augmentant la charge critique  $L_c$ . Cela s'explique par la formation de bourrelets lat raux, qui mettent le rev tement en tension. Pour des substrats durs, la d gradation d pend davantage du rapport de rigidit   $E_d/E_s$  (module d' lasticit  du d p t sur celui du substrat). La d formation se trouve surtout concentr e dans le rev tement.

### III.6.2. Influence de l'épaisseur du revêtement

La plupart des auteurs notent une augmentation de la charge appliquée quand l'épaisseur de la couche est notable, mais cette relation n'est pas linéaire. Selon Hammer [142], au-delà d'une certaine épaisseur et dureté du substrat,  $L_c$  se stabilise. En revanche, Perry [135] ne constate aucune variation de  $L_c$  avec l'épaisseur.

### III.6.3. Influence de la rugosité du substrat

La rugosité moyenne ( $R_a$ ) influence l'adhérence de deux manières opposées :

- Effet positif : Une rugosité accrue augmente la surface de contact et complexifie l'interface, limitant la propagation des fissures et augmentant  $L_c$ .
- Effet négatif : Une rugosité élevée introduit des défauts dans le dépôt et à l'interface, servant de points d'initiation pour les fissures et réduisant  $L_c$ . De plus, elle crée des obstacles pour l'indenteur, diminuant  $L_c$ .

Les études sur la rugosité sont limitées. Steinman et al. [141] enregistrent une forte baisse de l'adhérence quand  $R_a > 0,1 \mu\text{m}$ . Gros [143] note une diminution significative pour des revêtements de plus de  $5 \mu\text{m}$ . Enfin, Valli et al. [144] montrent que  $L_c$  varie de manière aléatoire avec la rugosité, selon la méthode de mesure utilisée (microscopie optique, émission acoustique, force tangentielle).

### III.6.4. Autres paramètres influent l'adhérence des revêtements

Autres paramètres influencent également l'adhérence des revêtements, tels que le facteur de frottement et les tensions internes au revêtement. Plusieurs études ont démontré que :

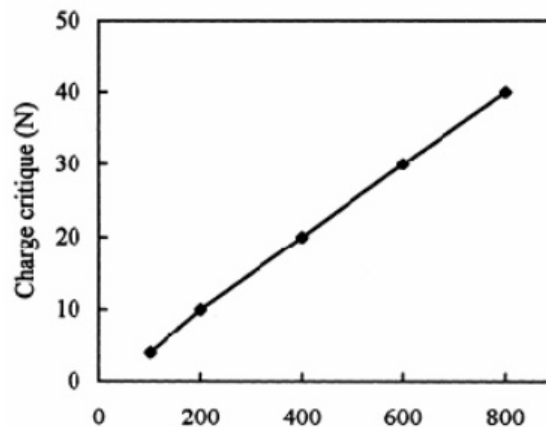
- La force critique  $L_c$  diminue avec l'augmentation du facteur de frottement [121], [135], [139], [145].
- Les contraintes internes du dépôt ont un effet similaire : une augmentation de ces contraintes entraîne une réduction de  $L_c$  [135].

Ces facteurs montrent que l'adhérence des revêtements est influencée par des interactions complexes entre propriétés mécaniques et conditions de surface.

### III.6.5. Paramètres extrinsèques à l'essai de rayage

Les auteurs ne concordent pas en ce qui concerne la définition (quel mode de détérioration?) ainsi que pour la méthode fixant l'occurrence de la force critique  $L_c$  (par enregistrement de signal acoustique, la visualisation par l'utilisation du microscope optique ou pour une meilleure

analyse l'utilisation du microscope électronique à balayage). Cependant une tendance générale se dégage :  $L_c$  augmente avec la dureté du substrat comme illustré dans la figure III.12 [135, 146]. Cette observation s'explique d'une manière satisfaisante si l'on considère que les détériorations les plus importantes, pour des revêtements durs ou fragiles sur des substrats plus mous, résultent de l'amorçage et de la propagation de fissures dans le revêtement et/ou à l'interface. Ces fissures sont causées par une mauvaise accommodation des déformations du substrat



**Figure III.12** : Evolution de la force critique  $L_c$  en relation avec la dureté du substrat [146].

. Cela met en évidence l'inadéquation du modèle de Benjamin et Weaver [139] dans ce contexte : en effet, selon ce modèle, pour une même contrainte de cisaillement de rupture à l'interface, une augmentation de la dureté du substrat entraînerait une diminution de la charge force  $L_c$ , ce qui contredit les observations en laboratoire.

### III.6.6. Paramètres intrinsèques à l'essai de rayage

En ce qui concerne les paramètres intrinsèques à l'essai, la charge critique  $L_c$  varie en fonction de plusieurs facteurs :

- Rayon de courbure de l'indenteur :  $L_c$  augmente avec le rayon de courbure [121], [147].
- Vitesse de chargement et de translation :  $L_c$  est réduite lorsque la vitesse de variation de la charge de la pointe ou la vitesse de translation de l'indenteur augmente [141].

Ces observations montrent que les conditions opératoires de l'essai ont un impact significatif sur la mesure de l'adhérence des revêtements.

### III.7.  tude des microrayures

#### III.7.1. Caract risation des microrayures par l' tude des courbes de forces et de coefficient de frottement

Les moyens pour d tecter la charge critique ainsi que l'occurrence de l' caillage ont connu un progr s notable. Si au d but des moyens simple tels que la microscopie optique  tait utilis , actuellement des moyens plus modernes sont mis en jeu en suivant l' volution de plusieurs signaux :  mission acoustique, coefficient de frottement ou topographie en fond de rayure. L'observation des courbes donnant les forces normale ( $F_n$ ) et tangentielle ( $F_t$ ) concernant des substrats en fonte grise rev tu de couche de NiP-SiC, a montr  deux irr gularit s [38] :

- **Premi re transition** : Oscillations de la force tangentielle, correspondant au d but de la rupture adh sive.
- **Deuxi me transition** : diminution de la charge tangentielle et variation de la force normale, correspondant   la fracture du rev tement. Cette transition ne peut pas  tre toujours enregistrable dans les cas de forte adh sion.

Ces transitions permettent d'identifier les m canismes de rupture adh sive et de fracture du rev tement.

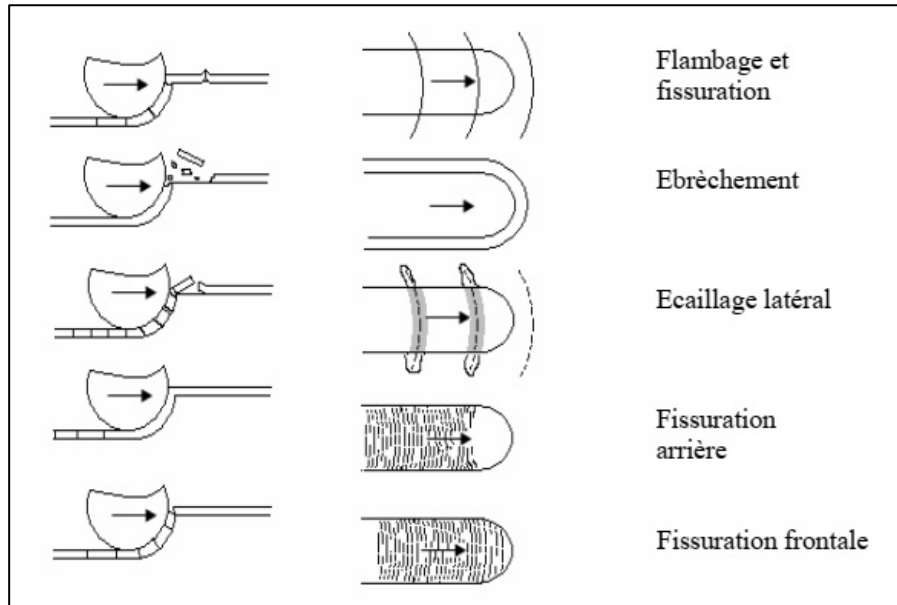
#### III.7.2 Signal acoustique pour d tecter des microrayures

Quand des d gradations apparaissent dans le rev tement, un signal acoustique est enregistr , r sultant de l' vacuation subite d' nergie  lastique emmagasin e pendant la d formation. Pour des charges en dessous de la charge critique, signal acoustique est faible, mais il augmente soudainement   la force critique et se stabilise   un niveau important. Cette m thode est plus sensible que la microscopie optique, permettant de d tecter des endommagements invisibles dans les mat riaux rigides.

#### III.7.3 Caract risation par microscopie optique des microrayures

Bas  sur les cinq mod les de rupture qui sont propos  par Burnett et Rickerby [147], il est possible d' tablir une sch matisation des types de rupture des rev tement dans le test de rayage (figure III.13) [121].

Ces modes varient d pendamment la nature de la couche et de substrat analys s. Bull et al. [147-148] ont compl t  cette  tude en regroupant les modes de fissuration des d p ts durs en trois cat gories principales :



**Figure III.13** : Vue de côté é et de dessus des schémas des cinq modes de rupture de revêtement [141]

1. Fissuration de part et d'autre de l'épaisseur de la couche (figure III.14):
  - Fissuration d'entraînement derrière la tête pénétrante.
  - Fissuration en avant de la tête pénétrante due à l'accumulation du dépôt dans la rayure.
  - Fissuration selon un profile hertzien.
2. Écaillage (figure III.15) :
  - Écaillage d'écrasement à l'avant de la tête pénétrante.
  - Écaillage en ondulation à l'avant de la tête pénétrante.
  - Écaillage induit par le retour élastique à l'arrière de la tête pénétrante.
3. Éraflure dans le revêtement (similaire à une fissuration sur les côtés dans le cas des céramiques).

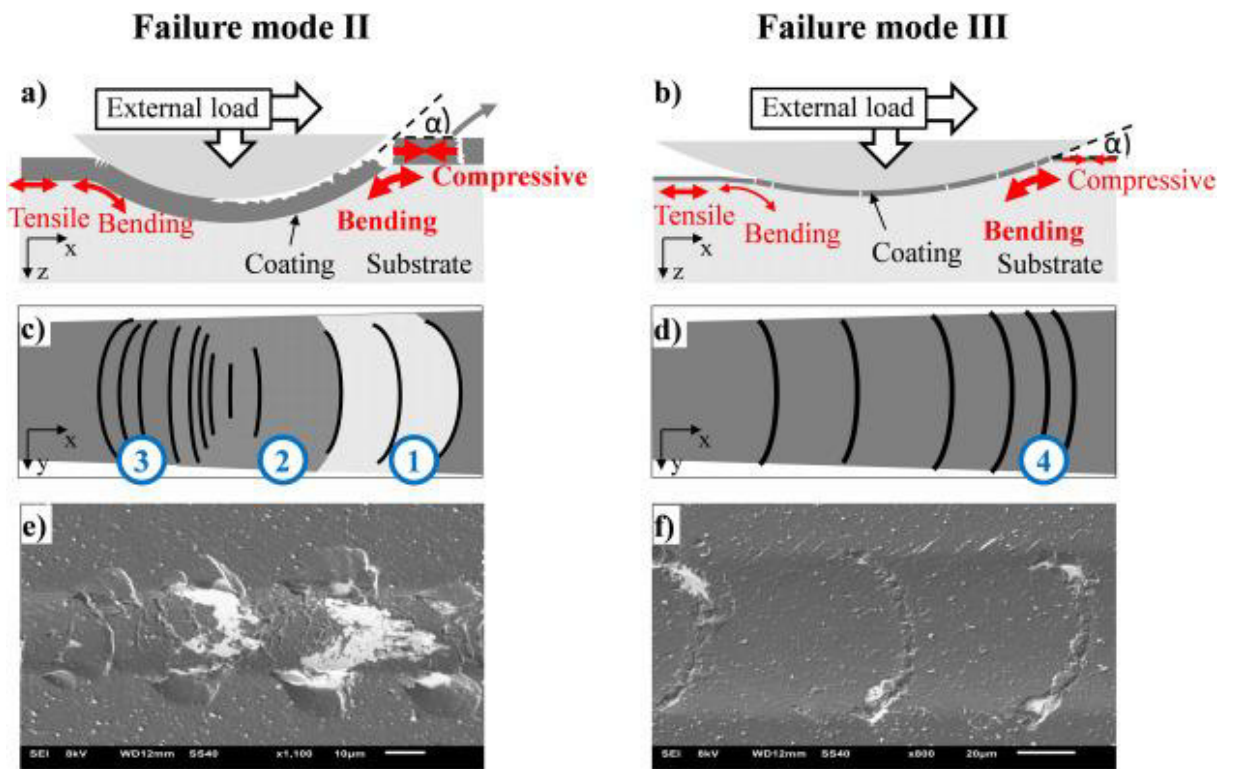


Figure III.14 : Différents modes de fissurations créés lors de l'essai de rayage [149]

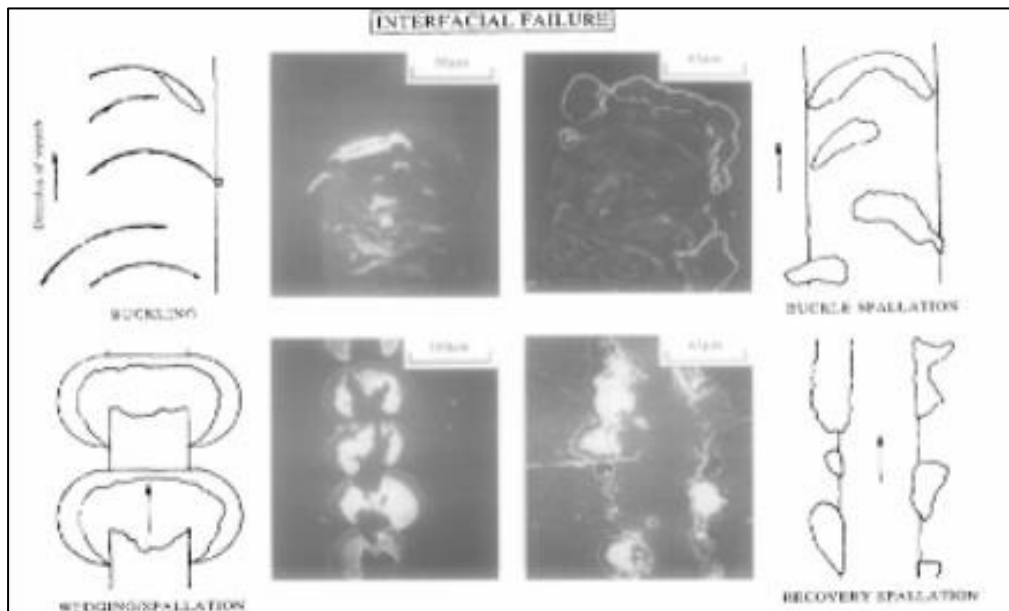
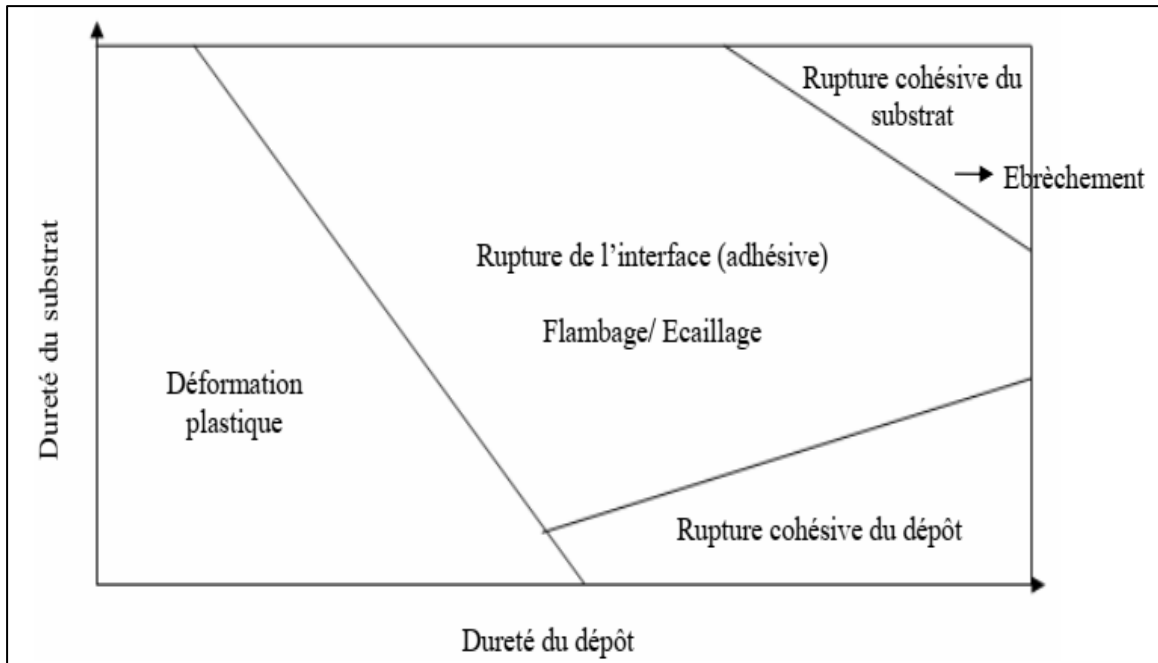


Figure III.15 : Différents types de ruptures à l'interface induits par le test de rayage [149]

Les études ont montré que le mode de rupture détecté après un test de rayage dépend principalement de la nature du substrat et de la couche déposée notamment de leur dureté respectives. On identifie quatre comportements principaux (figure III.16) :



**Figure III.16 :** Cartes des modes illustrant la corrélation entre la nature de la rupture, dureté du substrat et celle de la couche déposée [148].

**a) Couche et substrats de faible dureté**

- La déformation plastique et la formation de sillons dominant.
- Peu ou pas de fissures sont observées, sauf à des charges très élevées.

**b) Couche de faible dureté sur substrats durs**

- Le revêtement se déforme plastiquement, avec une abrasion due au contact entre l'indenteur et le substrat.
- Un amincissement notable de la couche a lieu avant que la déformation du substrat ne devienne significative.

**c) Couches dures sur substrats de faible dureté**

- Le substrat se déforme principalement d'une manière plastique, alors que le dépôt se déforme d'une manière élastique ou rompt sous la contrainte.
- Des ruptures par éraflure ou flambage sont observées, résultant du détachement de l'interface.

**d) Couches dures sur substrats durs**

- Une  raflure similaire   la fissuration lat rale d'une c ramique est observ e.

**III.8. Conclusion**

Ce chapitre a permis d'aborder les principes fondamentaux de l'adh rence des rev tements sur le verre, en mettant en lumi re les m canismes physico-chimiques qui r gissent cette propri t  essentielle. L'adh rence d pend de multiples facteurs, tels que la pr paration de la surface, la nature des mat riaux utilis s, et les conditions de d p t et de traitement thermique.

Une bonne adh rence est cruciale pour garantir la durabilit  et les performances des rev tements, qu'ils soient destin s   renforcer m caniquement le verre,   am liorer ses propri t s optiques ou   le prot ger contre des environnements agressifs. Les m thodes d' valuation de l'adh rence, comme les tests de traction ou de rayure, fournissent des outils pr cieux pour valider l'efficacit  des rev tements.

## **Chapitre IV**

### **Procédure expérimentale**

## Chapitre IV : Procédure expérimentale

### IV.1. Introduction

Le verre est soumis à de multiples agressions au cours de son utilisation. Certaines applications entraînent une dégradation de son état de surface, ce qui se traduit par une réduction de la transmission optique et de la résistance mécanique. L'objectif de cette thèse est de corriger les défauts induits par le sablage du verre grâce à l'application de revêtements acryliques organiques transparents. Ces revêtements visent à restaurer les propriétés de surface, en particulier la transmission optique et la résistance mécanique. Ce travail inclut également la caractérisation de ces revêtements afin d'évaluer leur durabilité et leurs performances finales. La démarche expérimentale se décompose en quatre étapes principales :

- **Première étape : Préparation des surfaces**

Des échantillons de verre sodocalcique sont sablés avec différentes masses pour créer divers états de surface (présentant des défauts de type pointus). Une partie des échantillons sablés est ensuite traitée chimiquement à l'acide fluorhydrique (HF) afin d'obtenir un profil émoussé. Ces différents profils de surface permettent d'étudier l'adhérence des revêtements sur des états de surface variés.

- **Deuxième étape : Synthèse de la solution de trempage**

Une solution de trempage est synthétisée à partir de précurseurs de silice, qui servira de base pour l'application des revêtements.

- **Troisième étape : Application des revêtements**

Les revêtements de silice sont appliqués par la méthode de dip coating (trempage) afin de réparer les dommages causés par le sablage et d'améliorer les propriétés du verre.

- **Quatrième étape : Caractérisation optique, mécanique et tests d'adhérence**

Une caractérisation optique et mécanique des échantillons est réalisée avant et après le sablage pour quantifier les dommages subis. Après l'application des revêtements, les échantillons sont à nouveau caractérisés pour évaluer les améliorations apportées. Plusieurs techniques de caractérisation sont utilisées :

- Microscopie optique.
- Spectroscopie UV-Visible,
- Profilométrie tactile,
- Essais de flexion,

- Tests de rayure instrumentée (scratch test)

## IV.2. Matériaux utilisés et méthodes expérimentales

### IV.2.1. Matériaux utilisés

Les matériaux employés dans cette étude comprennent :

- Le verre, utilisé à la fois comme cible pour le sablage et comme substrat pour le revêtement.
- Le sable, servant de projectiles solides lors du sablage.
- L'acide fluorhydrique (HF), utilisé comme agent d'attaque chimique.
- Les précurseurs de la silice, appliquée en tant que revêtement.

#### IV.2.1.1. Verre utilisé

Les échantillons de verre utilisés dans cette étude ont été fabriqués par Méditerranéen Float Glass (MFG), une entreprise algérienne spécialisée dans la production de verre. Les feuilles de verre, d'une épaisseur standard de 3 mm, ont été livrées dans leur état brut, sans traitement supplémentaire. Des échantillons de forme carrée, mesurant  $50 \times 50 \text{ mm}^2$ , ont été découpés à partir de la même feuille de verre afin de garantir une homogénéité des propriétés. La composition chimique moyenne des échantillons a été analysée par la méthode des paramètres fondamentaux de diffusion SQX, à l'aide d'un spectromètre de fluorescence X de type ZSX Primus IV (figure IV.1)



**Figure IV.1** Spectromètre de fluorescence X de type ZSX Primus IV

Les propriétés physiques, ainsi que Les résultats de l'analyse des échantillons sont présentées dans les Tableaux 1 et 2.

Matériau	fabriquant	Caractéristiques	Symbole	Valeur	Unité
Verre	Compagnie MFG Algérie	Transmittance	T	91	%
		Dureté Vickers	HV	5.40	GPa
		Module d'Young	E	72	GPa
		Coefficient de poisson	$\nu$	0.22	-
		Température de Transition	T <sub>g</sub>	510	°C
		Index de Réfraction	N	1.52	-

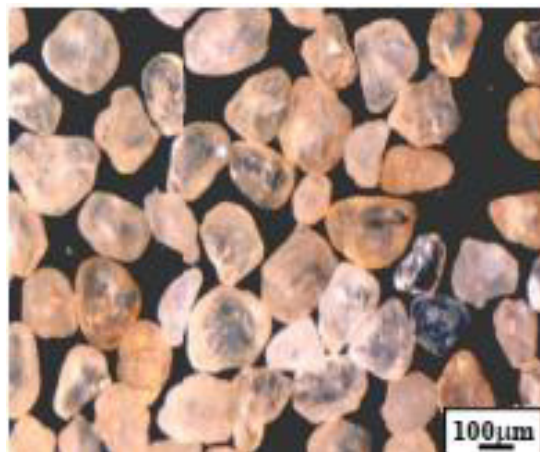
**Tableau IV.1 :** Propriété physique du verre utilisé

Oxides	SiO <sub>2</sub>	Na <sub>2</sub> O	CaO	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Wt. (%)	73	11.9	9.26	4.17	0.79	0.629	0.08
Mol (%)	72.21	11.33	9.54	5.96	0.53	0.35	0.02

**Tableau IV.2 :** Composition chimique moyenne du verre utilisé

#### IV.2.1.2 Sable utilisé

Le sable utilisé provient de la région saharienne d'Ouargla, située dans le sud de l'Algérie. Les particules de sable présentent généralement une forme arrondie, bien que certaines particules angulaires soient également observées. La granulométrie moyenne de ces particules se situe entre 250 et 400  $\mu\text{m}$  [150] (Figure VI.1).



**Figure VI.2** échantillon de sable brute utilisé dans les essais d'érosion par sablage

La micro dureté Vickers des grains de sable a été mesurée sous une charge de 0,8 N. Pour ce faire, les grains ont été encapsulés dans une résine thermodurcissable, puis polis afin de préparer les échantillons. Dix essais ont été réalisés sur des grains de taille moyenne pour obtenir des empreintes de dureté nettes et précises. La valeur moyenne de la microdureté Vickers obtenue est de  $12,43 \pm 2,27$  GPa [150]. Cet écart peut s'expliquer par la composition chimique hétérogène des grains de sable, qui contiennent des quantités variables d'oxydes métalliques et d'impuretés.

#### **IV.2.1.3 Acide fluorhydrique (HF)**

L'acide fluorhydrique (HF) est l'un des agents chimiques les plus agressifs pour la structure vitreuse du verre. Dans le cadre de cette étude, l'acide HF utilisé est commercialisé dans des bouteilles en plastique adaptées, d'une capacité de 1 litre et d'une concentration initiale de 42,5 %. Pour les besoins expérimentaux, une solution diluée à 5 % en HF a été préparée en mélangeant l'acide concentré (42,5 %) avec de l'eau distillée. Cette dilution permet de contrôler l'agressivité de l'acide tout en adaptant sa concentration aux conditions requises pour les essais.

#### **IV.2.1.4. Précurseurs de silice**

Les procédés sol-gel reposent principalement sur l'utilisation de précurseurs moléculaires, notamment des composés métallo-organiques tels que les alcoxydes de formule générale  $M(OR)_z$ , où **M** représente un métal et **R** un groupement alkyle (par exemple,  $CH_3$ ,  $C_2H_5$ ). Ces précurseurs jouent un rôle clé dans la formation de réseaux d'oxydes.

Parmi les éléments essentiels à la formation de ces réseaux, la silice colloïdale de nanoparticules Ludox 40 % occupe une place importante. Il s'agit d'une suspension aqueuse de nanoparticules de silice ( $SiO_2$ ), stabilisée en milieu liquide, avec une concentration en silice de 40 %. Ses propriétés remarquables en font un matériau polyvalent, largement utilisé dans des applications scientifiques et industrielles. Dans la présente étude nous avons utilisé Tetra-Ethyl-Ortho-Silicate (TEOS), Methyltriethoxysilane (MTES) et une suspension colloïdale de nano particule LUDOX 40 %.

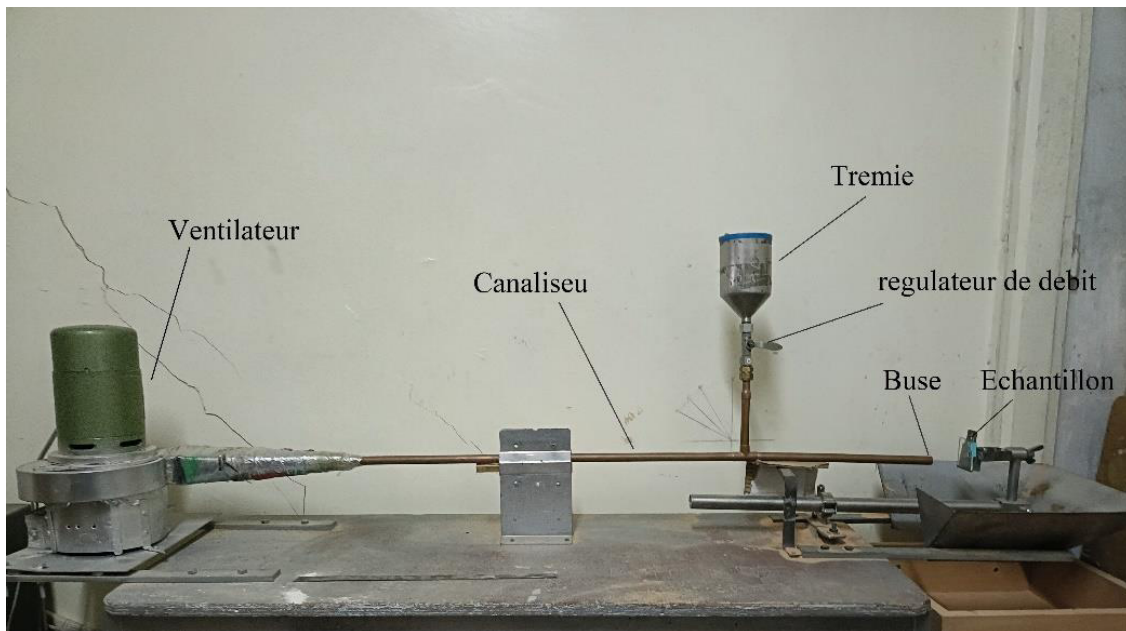
### **IV.2.2. Méthodes expérimentales**

#### **IV.2.2.1 Sablage**

Le sablage consiste à exposer des échantillons de verre à un flux de particules de sable. Afin de reproduire des conditions proches de celles rencontrées dans les environnements désertiques du Sahara, un sablage à sec a été réalisé à l'aide d'un dispositif souffleur de sable de type

horizontal. Ce dispositif a été conçu et mis en œuvre au sein du laboratoire des Matériaux Non Métalliques (Institut d'Optique et Mécanique de Précision), en conformité avec les normes **DIN 50 332** et **ASTM G76** [DIN 84, ASTM 89]. Le dispositif de sablage utilisé est illustré dans La figure III.2 , il est composé des éléments suivants :

- Un moteur de ventilation à vitesse variable.
- Une trémie de sable à débit réglable.
- Une buse.
- Un canaliseur
- Un porte-échantillon pilotable, permettant une inclinaison réglable entre  $0^\circ$  et  $90^\circ$ ,



**Figure IV.3** : dispositif d'érosion par sablage utilisé.

Les échantillons de verre sont placés dans le porte-échantillon, positionné à une distance définie de la buse du canaliseur. La masse de sable est introduite dans la trémie, dont le débit a été préalablement réglé. Le sable est ensuite acheminé le long du canaliseur par le flux d'air généré par le ventilateur, puis projeté sur la surface du verre selon un angle prédéfini.

Dans le cadre de cette étude, les échantillons sont sablés sur une seule face en utilisant quatre masses de sable différentes : 50 g, 100 g, 150 g et 200 g. Les échantillons sont positionnés perpendiculairement au flux de sable (angle de  $90^\circ$ ), et la vitesse de projection est fixée à 25 m/s, mesurée à l'aide d'un anémomètre. Cette vitesse correspond à une valeur moyenne des

vents de sable rencontrés dans les conditions réelles du Sahara. La distance buse-échantillon est fixée à 80 mm et le débit du sable : 1,25 g/s.

#### **IV.2.2.2 Traitement chimique par HF**

Comme mentionné précédemment, une attaque acide à l'aide d'une solution contenant de l'acide fluorhydrique (HF) à 5 % a été utilisée pour obtenir un relief émoussé sur la surface du verre. La moitié des échantillons sablés a été soumise à ce traitement chimique pendant 2 minutes, afin d'étudier l'effet de l'attaque acide pour chaque masse de sable utilisée.

Une autre série d'échantillons, sablée avec une masse de 200 g de sable, a été traitée à l'acide HF pendant des durées variables (30 et 60 minutes). Ces échantillons ont été spécifiquement préparés pour les essais de résistance mécanique.

Pour limiter l'attaque chimique à la seule face endommagée, la face non sablée des échantillons a été protégée à l'aide d'un ruban fortement adhésif. La réaction a été conduite à température ambiante sous agitation magnétique. Après traitement, les échantillons ont été soigneusement rincés afin d'arrêter l'action de l'acide sur le verre.

#### **IV.2.2.3. Nettoyage des échantillons**

Pour garantir la réussite du dépôt final, des mesures et précautions spécifiques doivent être prises. Avant la déposition, il est essentiel de procéder à un nettoyage rigoureux des échantillons sablés afin d'éliminer toute trace d'impuretés (débris, poussière, graisse, etc.) qui pourraient compromettre l'adhérence du revêtement.

Le protocole de nettoyage couramment utilisé comprend les étapes suivantes :

- Nettoyage par ultrasons : Les échantillons sont placés dans un bécher contenant de l'eau distillée, puis soumis à une agitation par ultrasons pendant 30 minutes [150].
- Rinçage : Les échantillons sont ensuite rincés à l'éthanol commercial pour éliminer les résidus.
- Séchage : Un jet d'air est utilisé pour sécher les échantillons.
- Étuve : Les échantillons sont placés dans une étuve à une température d'environ 80°C pendant 30 minutes pour éliminer toute trace d'humidité résiduelle.

#### **IV.2.2.4 Synthèse de la solution de trempage**

Un mélange de 80 g de tétraéthoxyorthosilicate (TEOS, obtenu auprès de Sigma-Aldrich (pureté de 99 %, formule chimique  $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ ), et de 20 g de méthyltriéthoxysilane (MTES), également fourni par Sigma-Aldrich (pureté de 98 %, formule chimique  $\text{CH}_3\text{-Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$ ), a été

préparé sous agitation vigoureuse. Une suspension colloïdale de nanoparticules de SiO<sub>2</sub> (Ludox, 40 % ; Sigma-Aldrich) a ensuite été ajoutée au mélange. De l'acide fluorhydrique (HF) a été utilisé comme catalyseur pour maintenir le pH à 1,68. La solution a été laissée au repos pendant 15 minutes avant utilisation. Le taux d'hydrolyse du mélange a été calculé à 6,5, avec une concentration totale en SiO<sub>2</sub> de 309,21 g/L. Après 8 minutes de mélange, la solution a été refroidie sur de la glace à 0 °C, puis filtrée [151].

Le tableau 3 résume la composition et les rapports de concentration de la solution préparée.

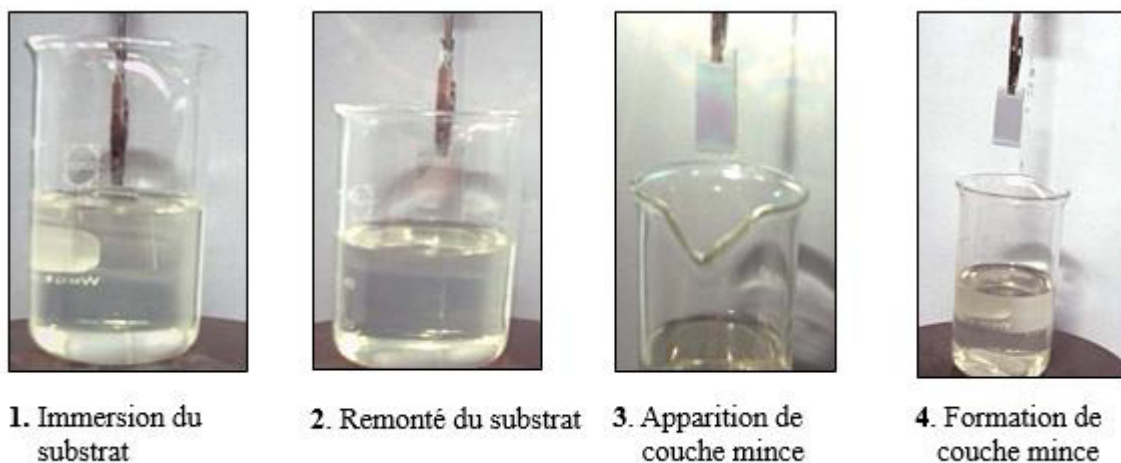
Composition	Concentration
MTES/TEOS	342
HCl/(MTES + TEOS)	0.042
H <sub>2</sub> O/(MTES + TEOS)	1.5
Concentration total de SiO <sub>2</sub> (g/L)	309.21
Suspension colloïdal de nanoparticules SiO <sub>2</sub> (g/L)	9

**Tableau IV.3** Composition et rapports de concentration de la solution préparée.

#### IV.2.2.5 Elaboration des couches minces par voie sol-gel

Le substrat, soigneusement préparé, est positionné verticalement au-dessus du récipient contenant la solution de dépôt. Un mécanisme mobile, fixé au substrat, immerge la lame de verre dans la solution à une vitesse constante (phase de trempage). Le substrat reste immergé pendant quelques minutes pour assurer une bonne imprégnation, puis est retiré à une faible vitesse de tirage (phase de tirage) jusqu'à son extraction complète.

Il est essentiel que l'agitation de la solution soit arrêtée pendant la phase de tirage. En effet, même une agitation modérée peut générer des vaguelettes, provoquant la formation de stries sur le substrat. Pour garantir un dépôt uniforme et exempt de défauts, la solution doit rester parfaitement stable lors du retrait. Une fois retiré, le substrat imprégné est maintenu immobile au-dessus de la solution, permettant aux solvants volatils de s'évaporer progressivement. Cette étape favorise la formation d'une couche homogène et stable. Le processus est illustré sur la figure IV.4, offrant une visualisation claire des étapes et des conditions nécessaires pour obtenir un revêtement de haute qualité, adapté aux applications envisagées.



**Figure IV.4 :** Les différentes étapes du procédé trempage tirage

#### IV.2.2.6. Traitement thermique

À l'issue du processus de dépôt, les échantillons sont soumis à une étape de séchage à 50 °C pendant une durée de 30 minutes, dans le but d'éliminer les espèces volatiles piégées au sein de la couche mince, principalement des résidus alcooliques issus des précurseurs chimiques [8]. À ce stade, le revêtement présente une cohésion mécanique limitée et une épaisseur non stabilisée, caractéristiques d'un état structural transitoire.

Afin d'optimiser les propriétés mécaniques et structurales du dépôt, un recuit thermique est ensuite appliqué. Les échantillons sont traités dans un four à atmosphère contrôlée selon un protocole incluant une rampe de chauffage de 10 °C/min jusqu'à une température de 500 °C, maintenue pendant une heure. Ce traitement conduit à une consolidation marquée du revêtement, se traduisant par une augmentation de la dureté et une stabilisation de l'épaisseur à sa valeur finale.

#### IV.2.2.7. Dénomination des échantillons

Avant toute caractérisation, tous les substrats ont été identifiés par une dénomination spécifique, dont les détails sont présentés dans le **tableau IV.4**. Cette nomenclature permet une organisation claire et systématique des échantillons, facilitant leur suivi et leur analyse ultérieure.

Verre	Brute	Sablé	Sablé et traité	Sablé et revêtu	Sablé, traité et revêtu
<b>Symbole</b>	<b>A</b>	<b>S</b>	<b>SE</b>	<b>SC</b>	<b>SEC</b>

**Tableau IV.4** Dénomination des substrats

### IV.3. Caractérisation optiques et mécaniques des revêtements

#### IV.3.1 Observation par Microscopie optique

L'observation des échantillons a été réalisée à l'aide d'un microscope optique de haute précision (Carl Zeiss Axiophot).

#### IV.3.2 Rugosité

La rugosité surfacique moyenne arithmétique ( $S_a$ ) et total ( $S_t$ ) ont été déterminée conformément à la norme internationale ISO 25178, utilisons un microscope con-focal LEICA DCM8 (figure IV.6).



**Figure IV.6** Microscope con-focal utilisé

Cet appareil a été conçu pour optimiser votre efficacité en combinant les atouts de la microscopie confocale haute définition et de l'interférométrie au sein d'un système polyvalent à double cœur. Grâce à une sélection de mode en un seul clic, un logiciel avancé et une numérisation confocale à haute définition.

#### IV.3.3 Profilométrie tactile

L'épaisseur des couches a été mesurée par un profilomètre à stylet Alpha Step D500 (un appareil de précision reconnu pour sa fiabilité dans l'analyse des microreliefs de surface).



**Figure IV.7** Profilomètre à stylet Alpha Step D 500

#### IV.3.4. Spectrométrie UV-Visible

Les spectromètres UV-visible sont composés d'une source lumineuse, d'un monochromateur, d'un compartiment pour échantillons et d'un système de détection couplé à un dispositif de traitement des données.



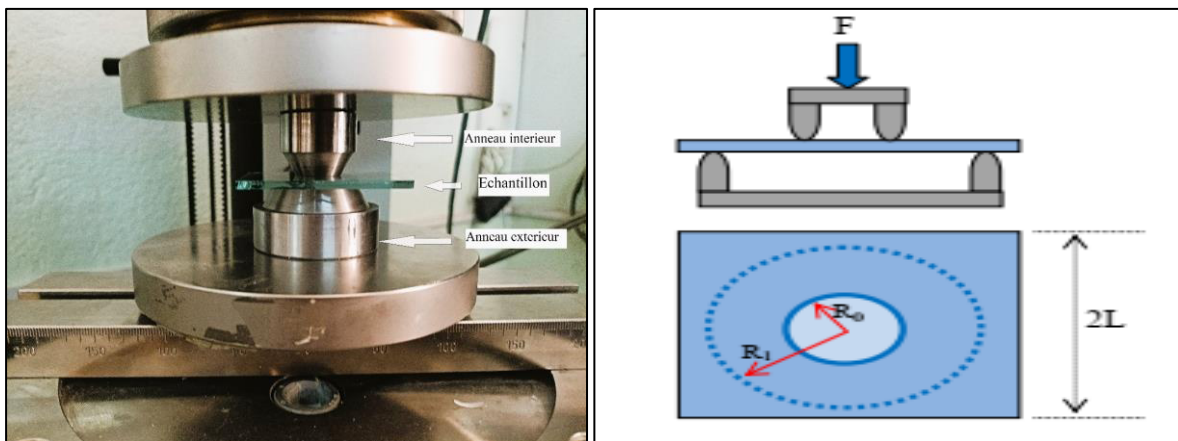
**Figure IV.8** spectrophotomètre utilisé pour la détermination de la transmittance

Ces instruments permettent d'obtenir des spectres représentant la transmittance ou l'absorbance de l'échantillon en fonction de la longueur d'onde ou du nombre d'onde. Pour

caractériser la transmittance (T) les échantillons de verre dans leurs différents états (sablés, sablés et attaqués chimiquement, sablés et revêtus, sablés attaqués et revêtus), un spectrophotomètre SHIMADZU UV 1800. Cet appareil couvre une plage de longueurs d'onde de 200 à 1200 nm, permettant une analyse optique précise et complète.

### IV.3.5 Résistance mécanique

L'essai de résistance en flexion biaxiale a été mené selon la méthode anneau sur anneau (figure IV.7), couramment employée pour caractériser les matériaux fragiles sous sollicitations multiaxiales.



**Fig. IV.9 (a)** Dispositif d'essai de la résistance mécanique en flexion biaxial, **(b)**: Schémas du dispositif

Le dispositif expérimental, composé de deux anneaux concentriques, applique une charge uniforme sur l'échantillon, garantissant une répartition symétrique des contraintes et minimisant les artefacts liés aux concentrations locales.

La contrainte de rupture ( $\sigma$ ) est calculée à partir du modèle théorique de plaque mince en appui circulaire [153] :

$$\sigma = \frac{3F_R}{2\pi h^2} \left[ (1 + \nu) \text{Ln} \frac{R_1}{R_0} + (1 - \nu) \frac{R_1^2 - R_0^2}{2R_2^2} \right] \quad (\text{IV.1})$$

Avec :

$F_R$  : force de rupture en flexion biaxiale.

$\nu$  : coefficient de poisson.

$h$  : épaisseur de l'échantillon.

$2L$  : largeur d'échantillon.

$R_0$  : rayon d'anneau intérieur (8mm).

$R_1$  : rayon d'anneau extérieur (18mm).

$R_2 = 1,2 L$

### IV.3.6 Essai de rayage

L'adhésion entre le revêtement et le substrat est évaluée par un test de rayure (scratch test), qui consiste à appliquer une force progressive sur la surface du revêtement à l'aide d'une pointe rigide (sphérique, conique ou pyramidale). Cette méthode simule une rayure, provoquant des déformations locales élastiques et plastiques, influencées par la rigidité du matériau. Les dommages sont ensuite analysés par microscopie optique, et la charge critique est définie comme la force induisant le premier endommagement (fissuration ou écaillage).



**Fig. IV.10** Dispositif d'essai de rayage CSM

Les essais de rayages ont été appliqués sur des revêtements appliqués sur trois états de surface de verres, à l'aide d'un indenteur Rockwell (rayon de 200  $\mu\text{m}$ ) intégré à un dispositif CSM Instrument (figure IV.8). Les paramètres mesurés comprenaient la force tangentielle, le coefficient de frottement apparent, la profondeur de pénétration résiduelle, la charge critique de rupture et le déplacement. Les dommages générés et les sillons résiduels ont été observés grâce aux objectifs optiques de l'appareil CSM. Les conditions expérimentales appliquées étaient les suivantes :

- Une force normale croissante, variant de 0,1 N (charge initiale) à 30 N (charge finale),
- Une vitesse de chargement de 23,2 N/min.
- Une vitesse de balayage de 8 mm/min.
- Une longueur de rayure de 10 mm.

- Une sensibilité de l'émission acoustique (AE) ajustée pour détecter les micro-endommagements.

Pour assurer la reproductibilité des résultats, chaque condition expérimentale a été répétée cinq fois. Dans cette étude, cinq rayures de 10 mm ont été réalisées sur chaque revêtement sous une charge croissante, à une vitesse de 2,5 mm/min, optimisant la détection des contributions élastiques, plastiques et de rupture. Les courbes obtenues ont permis d'identifier les charges critiques pour différents types d'endommagement : première fissure, groupe de fissures, délamination et arrachement sous la pointe. Une analyse microscopique a complété l'évaluation des dommages.

#### **IV.4. Conclusion**

Ce chapitre a détaillé la méthodologie expérimentale mise en œuvre pour étudier la réparation des défauts de surface du verre induits par le sablage, à travers l'application de revêtements acryliques organiques transparents. Les étapes clés comprenaient la préparation des surfaces (sablage et traitement chimique à l'acide fluorhydrique), la synthèse de la solution de trempage, l'application des revêtements par dip-coating, et leur caractérisation optique et mécanique.

Les techniques de caractérisation employées (microscopie optique, spectroscopie UV-Visible, profilométrie, essais de flexion et tests de rayure) ont permis d'évaluer l'efficacité des revêtements à restaurer les propriétés du verre endommagé. Les résultats préliminaires suggèrent que ces revêtements pourraient améliorer significativement la transmission optique et la résistance mécanique des échantillons sablés

## **Chapitre V**

### **Résultats et discussions**

## Chapitre V : Résultats et discussions

### V.1 Introduction

Après avoir introduit dans le chapitre précédent les procédés ainsi que les caractéristiques des outils utilisés pour réaliser cette étude, nous consacrons ce dernier chapitre à la présentation de l'essentiel des résultats obtenus. Nous nous sommes particulièrement intéressés dans un premier temps à la mesure de la transmission optique et de la résistance mécanique pour différents types d'échantillons (sablé uniquement, sablé traité à l'acide, sablé/revêtu, et sablé/traité à l'acide/revêtu). Notre souci dans cette partie est d'établir les états de surfaces qui jouent des rôles déterminant pour une meilleure transmission optique et résistance mécanique. Une fois les performances établies il est important d'établir quantitativement la durabilité des solutions proposées : C'est le but de la deuxième partie par la détermination de l'adhérence. Cette mesure est déterminée par le test de micro rayage où les résultats sont établis en lien avec l'état de surface considéré. Les différentes mesures obtenues dans les deux parties sont commentées et expliquées à la lumière des modèles théoriques et classifications présentés précédemment.

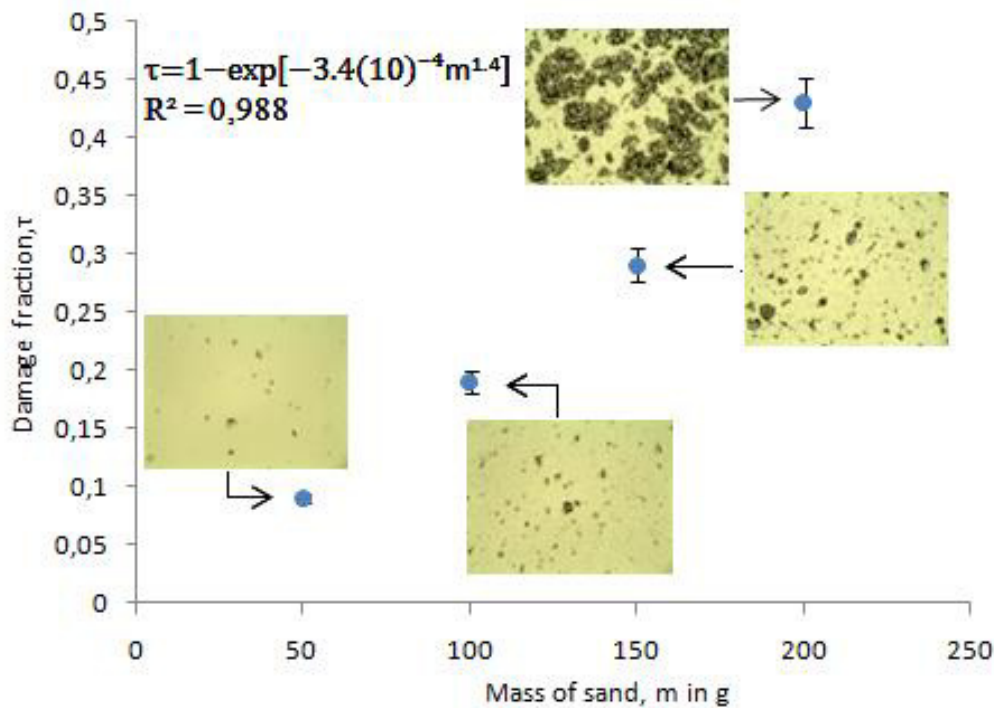
### V.2. Taux d'érosion

Afin d'évaluer systématiquement l'impact du sablage sur l'intégrité superficielle du verre, une métrique adimensionnelle, la fraction de dommage ( $\tau$ ), est introduite. Celle-ci correspond au rapport entre la surface endommagée ( $S_D$ ) et la surface totale ( $S_T$ ) :

$$\tau = \frac{S_D}{S_T} \quad (\text{V.1})$$

La Figure V.1 illustre l'évolution du taux d'endommagement  $\tau$ , représentant la fraction de dommage à la surface du verre, en fonction de la masse de sable projetée. Les expériences, réalisées avec des masses de sable variant entre 50 g et 200 g, révèlent des fractions de dommage comprises entre **9 %** et **45 %**, respectivement. Ces résultats mettent en évidence une corrélation croissante entre la masse de sable et l'étendue des dommages ce qui concorde avec les travaux de Bousbaa e al [154]

Théoriquement, la fraction de dommage  $\tau$  est bornée entre **0** (surface intacte) et **1** (surface entièrement endommagée).



**Figure V.1** Évolution de la fraction de dommage,  $\tau = \frac{S_D}{S_T}$  en fonction de la masse de sable projetée

Pour décrire cette évolution, une équation de type sigmoïde a été retenue, adaptée aux phénomènes de saturation progressive. L'équation proposée s'écrit :

$$\tau = 1 - \exp[-k \cdot m^p] \quad (\text{V.2})$$

où  $k=3.4 \cdot 10^{-4}$ ,  $p = 1.4$  avec un coefficient détermination  $R^2=0,988$ .

Ainsi, l'équation (V.2) peut être ré exprimée pour faire apparaître une masse caractéristique  $m_0=300$  g, liée au seuil de saturation des dommages :

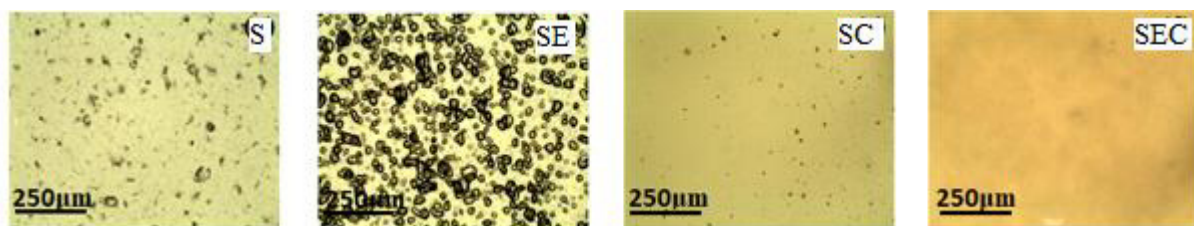
$$\tau = 1 - \exp\left[-\left(\frac{m}{300}\right)^{1.4}\right] \quad (\text{V.3})$$

Cette formulation équivalente (V.3) met en lumière l'influence relative de la masse projetée par rapport à  $m_0$ . Elle décrit avec précision l'évolution sigmoïdale observée, où l'augmentation de la masse de sable projeté accélère initialement les dommages avant de tendre vers un plateau de saturation. Le modèle sigmoïdal de l'équation (V.3), validé par un  $R^2$  élevé, constitue un outil prédictif robuste pour estimer l'endommagement du verre en fonction de la masse de sable.

La valeur de  $m_0=300$  g suggère qu'au-delà de cette masse, l'augmentation des dommages devient marginale, reflétant une couverture complète de la surface exposée.

### V.3 Rugosité surfacique

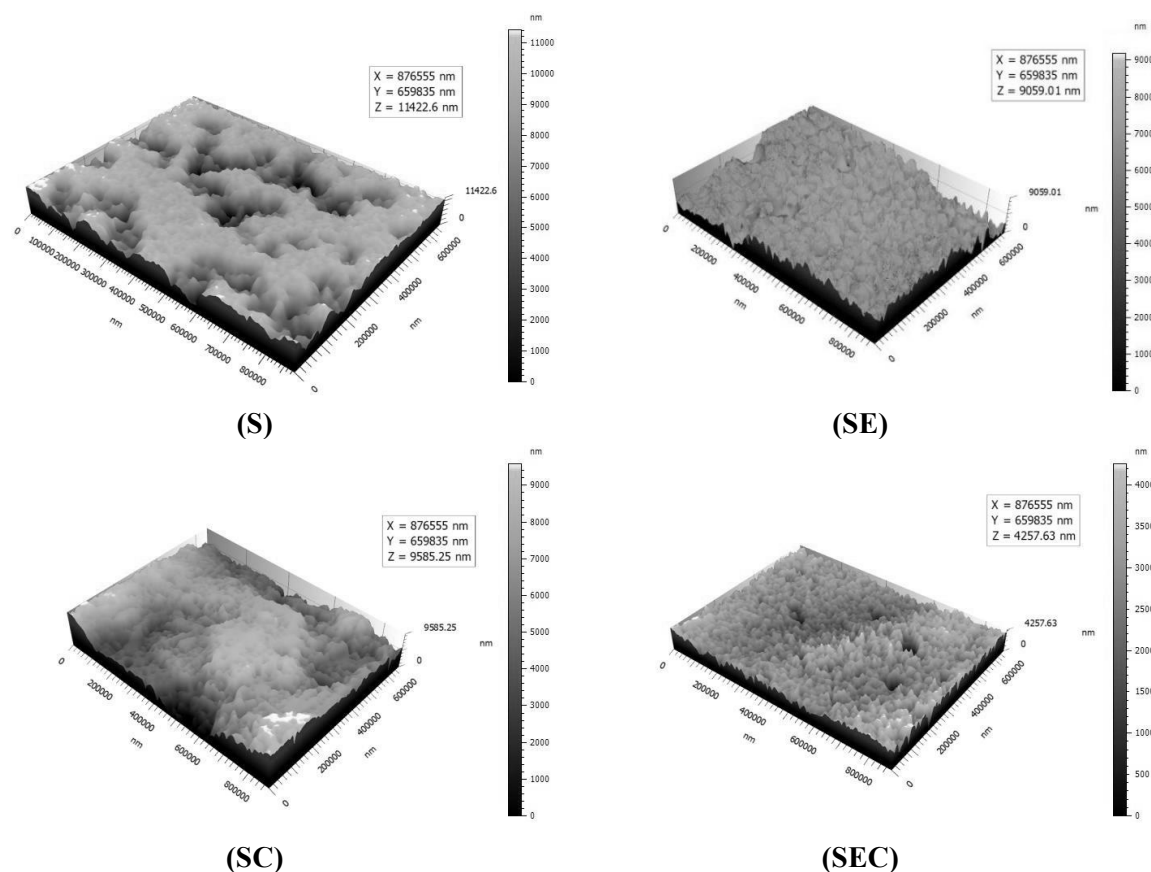
Après le sablage, les défauts causés par les impacts sont répartis de manière aléatoire sur la surface du verre. Un exemple est donné dans la figure (V.2.a) pour une masse de sable de 150 g. Dans la figure (V.2.b), le traitement chimique a modifié la morphologie des défauts, révélant une structure de type cellulaire. Lors du dépôt de silice par sol-gel sur la surface du verre, la solution de silice comble partiellement les trous et/ou les défauts provoqués par les impacts (figure (V.2.c)).



**Figure V.2** Observations microscopiques (x10) des échantillons (100g): (S), (SE), (SC) et (SEC)

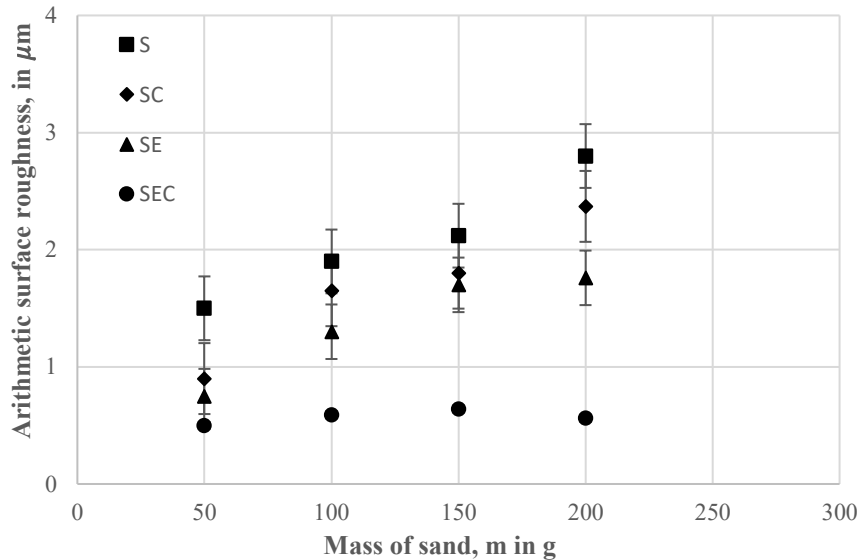
Cependant, lorsque la silice sol-gel est déposée sur une surface sablée après immersion dans un bain d'acide fluorhydrique (HF), les trous sont quasi totalement comblés, annulant ainsi les irrégularités initialement présentes sur la surface érodée du verre (figure (V.2.d)).

Pour confirmer les observations tirées de la figure V.2, une analyse topographique détaillée est proposée dans la figure V.3. La figure V.3.a illustre l'échantillon sablé, montrant une surface significativement irrégulière. Cette observation est confirmée par les profils mesurés, qui présentent des fluctuations allant jusqu'à ( $S_z = 11,42 \mu\text{m}$  et  $S_a = 1,94 \mu\text{m}$ ), avec des zones plus sombres (creux) et plus claires (pics). Comme prévu, le traitement de la surface du verre sodocalcique érodé dans un bain d'acide fluorhydrique (HF) a réduit l'amplitude du profil ( $S_z = 9,05 \mu\text{m}$  et  $S_a = 1,39 \mu\text{m}$ ), c'est-à-dire la distance entre les creux et les pics des défauts, comme le montre la figure V.3.b. La figure V.3.c montre que l'érosion a créé un relief très prononcé, tandis que la couche déposée a atténué les irrégularités de surface ( $S_z = 9,58 \mu\text{m}$  et  $S_a = 1,50 \mu\text{m}$ ). La figure V.3.d indique que les pics produits par l'érosion ont été réduits par le traitement chimique, puis encore diminués par le revêtement ( $S_z = 4,25 \mu\text{m}$  et  $S_a = 0,51 \mu\text{m}$ ).



**Figure V.3 :** Morphologie de surface après différents traitements : (S), (SE), (SC) et (SEC).

Pour compléter ces observations, la rugosité arithmétique surfacique ( $S_a$ ) a été mesurée pour les différentes situations. Les résultats sont présentés dans la figure V.4. La première observation est que la rugosité arithmétique ( $S_a$ ) augmente avec la masse de sable utilisée pour éroder la surface du verre. Pour le verre sodocalcique brut, la rugosité est de  $0,08 \mu\text{m}$ , correspondant à l'état initial. La dégradation maximale de la surface par sablage est obtenue avec la plus grande masse de sable projetée (200 g), où  $S_a$  atteint  $2,8 \mu\text{m}$ . Cette rugosité est 3,5 fois supérieur à celle l'état brute. Après le traitement chimique à l'acide fluorhydrique pendant 1 heure (triangles noirs sur la figure 5), l'écart entre les creux et les pics se réduit dans le même ordre de grandeur, quelle que soit la masse de sable utilisée. Cet écart est d'environ  $0,75 \mu\text{m}$ .



**Figure V.4 :** Rugosité arithmétique de surface ( $S_a$ ) en fonction de la masse de sable utilisée pour éroder la surface du verre et pour les différents traitements appliqués.

Lorsque la couche de silice sol-gel est déposée directement sur le verre sablé, la rugosité arithmétique ( $S_a$ ) est réduite à environ  $0,5 \mu\text{m}$ , contre  $0,75 \mu\text{m}$  après immersion dans un bain d'acide fluorhydrique (HF). Cette amélioration est due au lissage partiel de la surface par la couche de silice. Lorsque le revêtement est appliqué sur une surface sablée et préalablement traitée à l'acide HF, la rugosité chute à  $0,5 \mu\text{m}$ , devenant indépendante de la masse de sable utilisée. Cela s'explique par le fait que la couche de silice comble facilement les irrégularités sur une surface prétraitée, plus lisse.

Le prétraitement chimique joue un rôle clé dans la réduction de la rugosité, grâce à l'effet d'émoussement des défauts, facilitant le comblement des irrégularités par la couche de silice. Cette étape est essentielle pour optimiser la qualité de surface, comme le confirme l'étude [76, 150].

#### V.4 Épaisseurs des revêtements

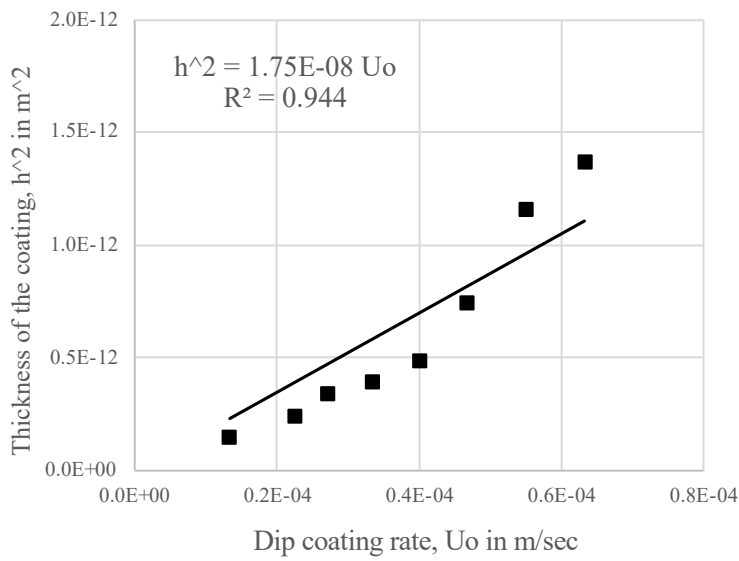
Une vitesse de retrait de  $38 \text{ cm/min}$  a été optimisée pour produire une couche de silice sol-gel d'une épaisseur de  $3,6 \mu\text{m}$ , représentant l'épaisseur maximale du film sans formation de fissures. Ces revêtements ont été obtenus avec succès en utilisant une méthode d'immersion simple, tandis qu'une épaisseur allant jusqu'à  $5 \mu\text{m}$  a été atteinte avec un processus à deux immersions.

Cependant, au-delà de cette épaisseur, des fissures apparaissent à la surface, limitant l'intégrité structurelle du revêtement.

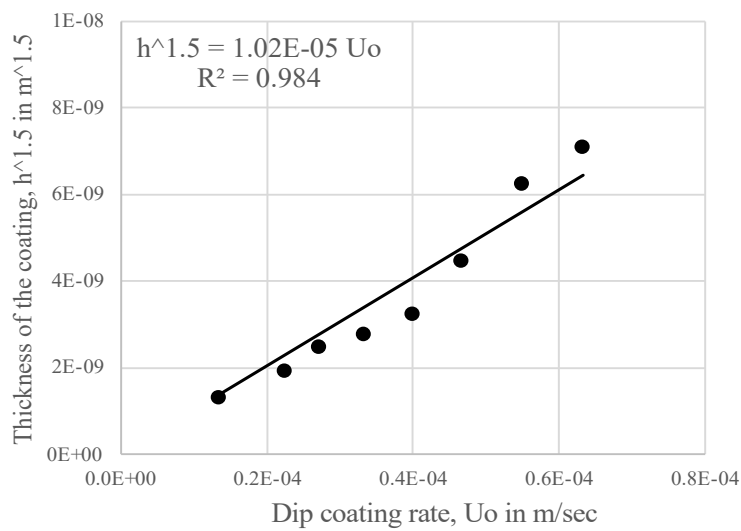
La figure V.5 représente la relation entre les données expérimentales, l'épaisseur du revêtement en fonction de la vitesse de trempage (vitesse de retrait), selon les équations 3 et 4, où l'épaisseur du revêtement est exprimée en mètres et la vitesse de trempage en  $m \cdot sec^{-1}$ .

$$h^2 = 1.75 e^{-08} U_0 \quad (V.4)$$

$$h^{1.5} = 1.02 e^{-05} U_0 \quad (V.5)$$



a)



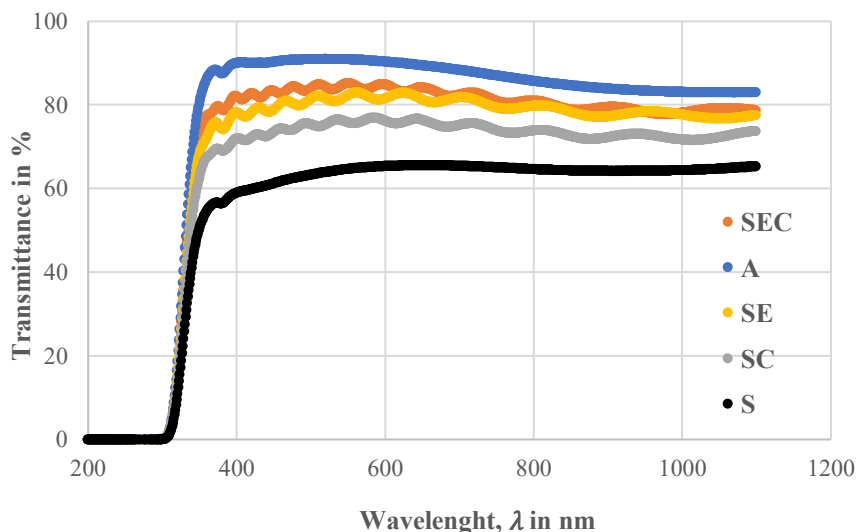
b)

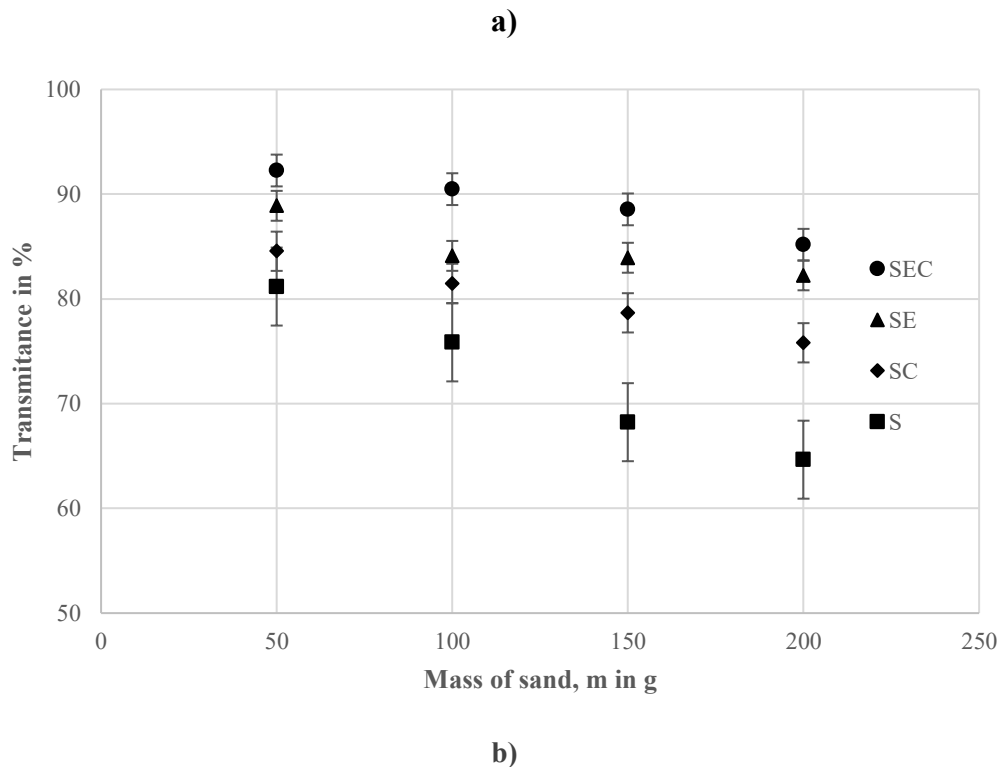
**Figure V.5** évolution de l'épaisseur du revêtement en fonction de la vitesse de tirage : **(a)** selon l'équation (V.4) et **(b)** selon l'équation (V.5).

Comme prévu et clairement illustré dans la figure V.5.a, l'équation (V.4) n'est pas la plus appropriée pour représenter de manière adéquate la variation de l'épaisseur du revêtement en fonction de la vitesse de tirage, car la représentation n'est pas linéaire et le coefficient de détermination,  $R^2$ , est loin de 1 (V.5.a). En revanche, les données expérimentales de l'épaisseur du revêtement peuvent être bien ajustées par l'équation (V.5) avec une fidélité raisonnable, car le coefficient de détermination,  $R^2$ , est supérieur à 0,98 (Fig. V.5 b). Ce résultat confirme le fait que la vitesse de trempage et la viscosité ont des valeurs faibles, conformément à [29]. Dans ce travail, la viscosité, la densité et la tension superficielle liquide-vapeur n'ont pas été mesurées. Cependant, la figure V.5.b confirmé la pertinence de l'équation (V.5) avec un facteur de proportionnalité de  $1,02 \times 10^{-5} \text{ m}^{1/2} \cdot \text{sec}$  entre l'exposant 1,5 de l'épaisseur du revêtement,  $h^{3/2}$ , et la vitesse de trempage,  $U_0$ . Ce résultat valide la relation proposée par Brinker et al. [96].

## V.5 Transmittance

La figure V.6. (a) représente les spectres de transmittance des verres en fonction de la longueur d'onde pour les différents traitements de surface appliqués. Elle montre que tous les spectres sont parallèles, indépendamment des traitements mécaniques et/ou chimiques appliqués au verre. On observe notamment que la transmittance commence à s'écarter de zéro entre 300 et 400 nm, ce qui correspond à la limite entre la lumière visible et ultraviolette, souvent fixée à 400 nm. Cependant, on note un décalage d'une valeur de transmittance élevée pour le verre non traité (pristine) vers la valeur la plus faible pour le verre sablé.





**Figure V.6. (a)** Spectres de transmittance du verre, **(b)** variation de la transmittance en fonction de la masse de sable utilisée à 550 nm

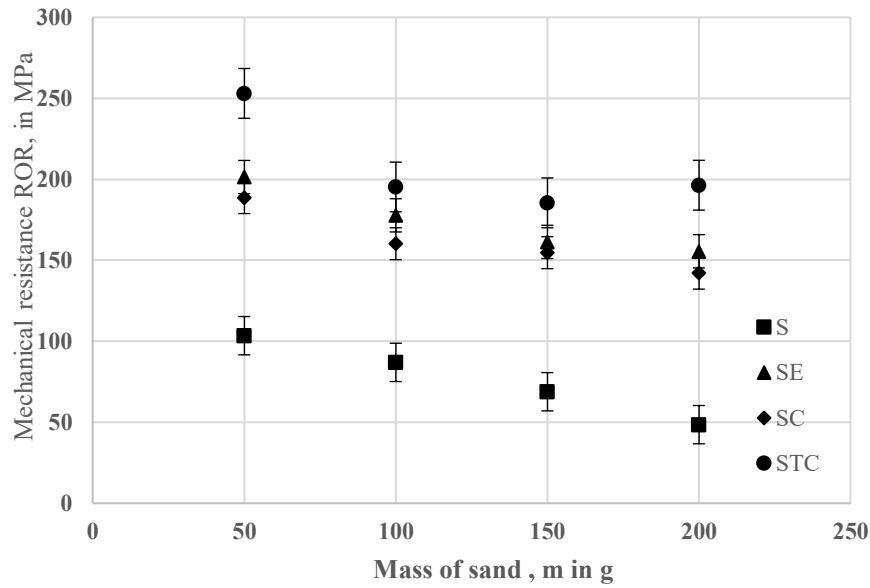
Pour mieux évaluer l'influence des conditions de sablage sur la transmittance, nous avons tracé, sur la figure V.6 (b), la transmittance maximale en fonction de la masse de sable utilisée pour éroder la surface du verre, en tenant compte des traitements mécaniques et/ou chimiques appliqués. La figure montre clairement que plus la quantité de sable utilisée pour éroder la surface est élevée, plus la transmittance diminue, indépendamment du traitement de surface appliqué. Ce résultat était attendu, car une plus grande quantité de sable endommage davantage la surface. L'étude se concentre sur le cas où 200 g de sable sont utilisés, ce qui représente la situation la plus défavorable en termes de dommages à la surface du verre sodocalcique. La transmittance de référence pour un verre neuf sans défaut est d'environ 91 %. Après sablage, la transmittance chute à 65 % avec 200 g de sable, tandis que l'ensemble des traitements permet d'atteindre une valeur proche de 82 %. Cette perte de transmittance est attribuée à l'étendue des dommages causés par la quantité de sable utilisée.

Pour les faibles quantités de sable, la perte de transmittance est principalement due à la réflexion de la lumière, tandis que pour les quantités plus importantes, elle est causée par la diffusion due aux défauts de surface. Le traitement chimique dans un bain d'acide fluorhydrique (HF) augmente significativement la transmittance de la surface érodée, la faisant passer de 65 % à

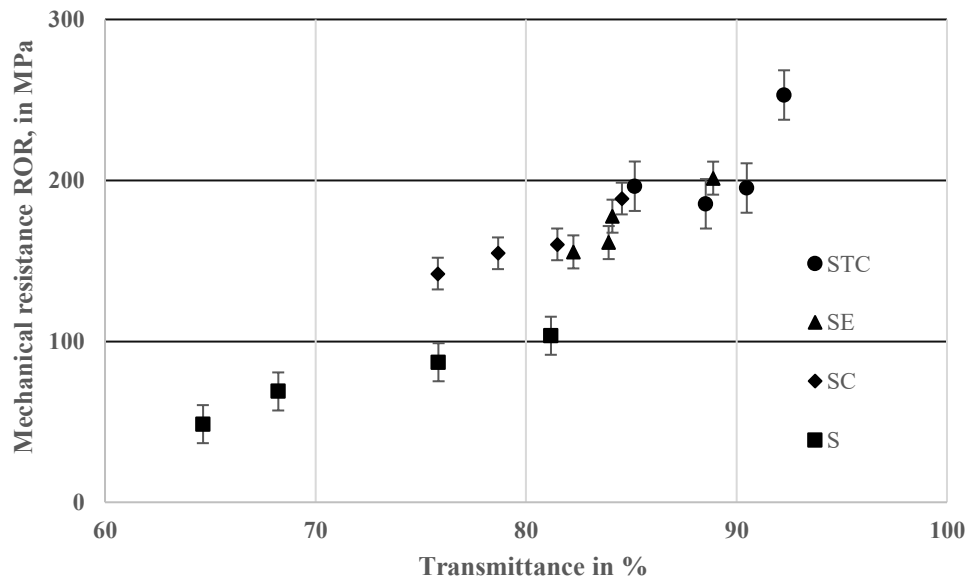
82 %. Cette augmentation s'explique par le fait que l'acide attaque préférentiellement les crêtes de la surface ondulée, réduisant ainsi la distance entre les sommets et les creux, ce qui diminue la diffusion de la lumière. Lorsque le revêtement sol-gel est déposé directement sur la surface érodée (sans traitement chimique), la transmittance passe de 65 % à 76 %, grâce à la couche déposée qui limite la diffusion de la lumière due aux défauts du sablage. Lorsque le revêtement est appliqué après traitement au HF, la transmittance atteint 85 %, une valeur proche de la référence. Ce résultat est confirmé par Kolli et al. [76], qui ont démontré l'effet bénéfique de ce prétraitement chimique. Cependant, la durée de traitement par HF est un paramètre crucial : une durée trop courte ne réduit pas suffisamment la rugosité, tandis qu'une durée trop longue risque de détériorer les propriétés mécaniques du verre. Dans cette étude, une durée d'une heure a été choisie comme compromis optimal, conformément aux recommandations de Kolli et al. [76].

## V.6 Résistance mécanique à la flexion biaxiale

La figure V.7. (a) représente la résistance maximale à la flexion,  $\sigma_{\max}$ , mesurée en flexion biaxiale par la méthode "ring-on-ring" (RoR) et calculée à l'aide de l'équation (IV.1), en fonction de la masse de sable utilisée pour éroder la surface du verre et pour les différents traitements appliqués. La résistance maximale à la flexion RoR du verre tel que reçu, c'est-à-dire sans aucun dommage, est de 110 MPa. Cette valeur servira de référence pour discuter des effets des traitements chimiques et/ou mécaniques appliqués au verre. On observe que, de la même manière que pour la transmittance, la résistance maximale à la flexion RoR diminue avec la masse de sable utilisée. En ce qui concerne l'influence du sablage, on constate que le sablage avec 50 g de sable n'a pas d'effet significatif sur la résistance mécanique, puisque celle-ci ne diminue que de 110 MPa à 100 MPa. Ce n'est pas le cas pour 200 g de sable, où la résistance diminue d'environ 50 %, atteignant une valeur de 50 MPa. Cette perte de résistance mécanique est attribuée à la présence de défauts de surface générés par les impacts des grains de sable sur la surface vierge du verre, où des fissures peuvent être facilement initiées.



a)



b)

**Figure V.7** La résistance mécanique maximale ( $\sigma_{max}$ ) calculée selon l'équation 1 :**(a)** en fonction de la masse de sable projetée. **(b)** en fonction de la transmittance.

Après le traitement chimique, la résistance maximale à la flexion RoR augmente de manière significative, atteignant 160 MPa pour 200 g de sable et même 210 MPa pour 50 g de sable. Ce renforcement mécanique est attribué à l'émoussement des extrémités des fissures.

Le verre revêtu après le sablage montre également une amélioration, bien que légèrement inférieure à celle observée après traitement chimique, soit 150 MPa pour 200 g de sable et 170 MPa pour 50 g de sable. Cette amélioration est considérée comme insuffisante car la couche déposée n'a pas complètement comblé les irrégularités de surface.

Enfin, le verre revêtu après traitement présente les meilleures performances mécaniques. En effet, le revêtement déposé sur un verre préalablement sablé puis traité a permis, d'une part, d'éliminer les défauts de surface en comblant presque totalement les ondulations et, d'autre part, d'augmenter l'épaisseur du verre. La résistance maximale en flexion bi-axiale RoR, d'un verre sablé par 200 g a atteint 210 MPa, ce qui correspond à une amélioration de 300 % par rapport à l'état sablé et de 90 % par rapport au verre vierge exempt de défauts.

En comparant les figures V.7 (a) et V.7 (b), on observe les mêmes tendances pour la variation de la transmittance et de la résistance à la flexion en fonction de la masse de sable utilisés. C'est pourquoi nous avons tracé la résistance maximale à la flexion RoR en fonction de la transmittance (Fig. V.7.a). Cette figure confirme qu'il existe une relation entre la résistance mécanique et la transmittance. D'un point de vue général, pour chaque type de traitement chimique et/ou mécanique, la résistance maximale à la flexion RoR augmente avec la transmittance. Nous proposons de calculer une valeur moyenne pour la transmittance et la résistance mécanique en prenant en compte toutes les valeurs de ces paramètres pour chaque masse de sable. Ces valeurs n'ont clairement aucun sens physique, mais elles nous permettent de confirmer que la résistance mécanique et la transmittance augmentent conjointement avec les traitements chimiques et/ou mécaniques. Afin d'expliquer cette relation apparente entre la transmittance et la résistance à la flexion, il est d'abord nécessaire de discuter des principaux paramètres physiques qui peuvent conduire à une perte de transmittance et de propriétés mécaniques. Par exemple, la transmittance est un paramètre qui décrit la capacité d'un matériau à transmettre la lumière à travers son épaisseur. Les défauts physiques tels que les pores et/ou les vides à l'intérieur du matériau, les fissures et/ou les stries sur sa surface créent des surfaces supplémentaires qui peuvent dévier le rayon lumineux de sa trajectoire initiale et, par conséquent, diminuer la quantité de lumière traversant la matière. C'est pourquoi la transmittance diminue. De la même manière, la présence de ces mêmes défauts, les pores internes et les fissures en surface, agissent comme des concentrateurs de contraintes. En d'autres termes, les propriétés mécaniques, telles que la résistance maximale à la flexion, diminuent également. Enfin, plus le nombre de défauts n'est élevé, plus la transmittance et la résistance à

la flexion sont faibles. Cette observation explique la relation entre ces deux paramètres, illustrée dans la figure V.7 (b).

## V.7. Adhérence des couches minces déposées

D'après les travaux fondateurs de S.J. Bull [148] sur la mécanique des interfaces dans les systèmes revêtement/substrat, l'adhésion d'un revêtement à haute dureté (par exemple la silice, SiO<sub>2</sub>) sur un substrat rigide (tel que le verre sodocalcique) est fortement influencée par la compatibilité mécanique et chimique entre les deux matériaux, ainsi que par la distribution des contraintes interfaciales sous sollicitation. Au cours d'essais de rayure en mode de charge progressive, trois régimes d'endommagement distincts ont été identifiés, correspondant à des transitions critiques dans la réponse mécanique du système revêtement-substrat

### V.7.1. Régimes d'endommagement

Les charges critiques associées aux modes d'endommagement ont été déterminées par observation microscopique (Tableau V.1). Ces charges correspondent à :

- Lc<sub>1</sub> : Initiation de la première fissure.
- Lc<sub>2</sub> : Coalescence des fissures en réseaux.
- Lc<sub>3</sub> : Délaminage complet accompagné d'arrachement de matière.

Échantillon	Fc <sup>I/II</sup> (AC)	Fc <sup>II/III</sup> (AC)	Fc <sup>I/II</sup> (SC)	Fc <sup>II/III</sup> (SC)	Fc <sup>I/II</sup> (SEC)	Fc <sup>II/III</sup> (SEC)
Scratch 1	1,10	6,20	2,20	8,00	3,40	9,10
Scratch 2	1,20	6,10	2,30	8,10	3,50	9,40
Scratch 3	0,90	5,90	2,40	7,90	3,60	9,30
Scratch 4	1,00	6,00	2,00	8,30	3,00	8,90
Scratch 5	0,80	6,40	1,90	7,80	3,10	8,90

**Tableau V.1.** Charges critiques en (N) mesurées pour les verres (AC), verres (SC) et verres (STC).

- **Régime micro-ductile I**

Ce régime marque la phase initiale du rayage, caractérisée par la formation de sillons permanents sans dommages macroscopiques apparents. L'observation optique révèle des déformations plastiques résiduelles, typiques d'un processus de labourage plastique (Figure V.8).



**Figure V.8** Observation optique des premières fissures sur un sur verre (SC) (100g)

Les premières fissures surviennent à une charge critique moyenne de 0,84 N pour les revêtements sur substrats (AC), 1,20 N pour les substrats (SC), et 2,10 N pour les substrats (STC). Ces résultats soulignent l'influence du prétraitement du substrat sur la résistance à l'initiation de fissures. Dominé par des sillons plastiques, ce stade reflète la résistance initiale à l'initiation de fissures ( $L_{c1}$ ), liée à la qualité de l'interface.

- **Régime fragile II**

Lorsque la charge normale atteint  $F_{c1/II}$ , des fissures circulaires fermées (anneaux) se forment à l'arrière de la zone de contact, le long de l'axe de la rayure. Ce stade s'accompagne de dommages structuraux prononcés, incluant des fissures latérales atteignant la surface et des fissures radiales en chevron (Figure V.9). Les charges critiques moyennes pour l'apparition de ces fissures sont respectivement de 1,10 N (AC), 2,20 N (SC) et 3,40 N (SEC), confirmant la hiérarchie de performance mécanique entre les substrats.



**Figure V.9** Observation optique des premiers groupes de fissures sur un verre (SC)  
(Fissures circulaires et radiales en régime fragile).

- **Régime micro-abrasif III**

Au-delà de  $Fe^{II/III}$ , le système évolue vers un comportement micro-abrasif, dominé par la génération de débris et de fissures latérales débouchantes, résultant d'un phénomène d'écaillage (Figure V.10).

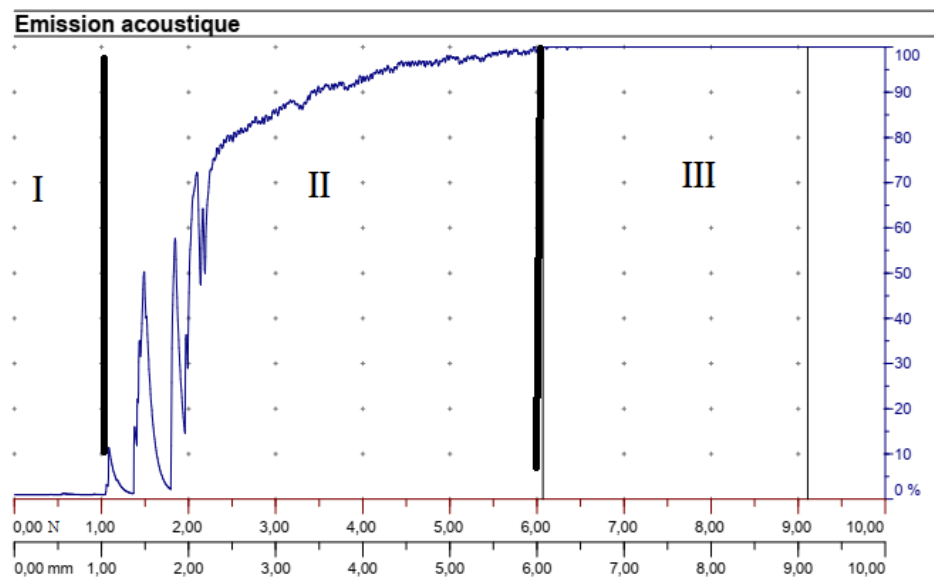


**Figure V.10** Observation optique du délaminage de la matière sur un verre  
(SC), (écaillage et arrachement en régime micro-abrasif).

### V.7.2. Emission acoustique

La rupture ou l'écaillage de la surface du verre génère une émission acoustique (EA) d'amplitude élevée, résultant du dégagement brutal de l'énergie élastique accumulée. Le

système de mesure enregistre cette émission acoustique, permettant de localiser de manière fiable les points critiques correspondant à la rupture du matériau (figure V.11).



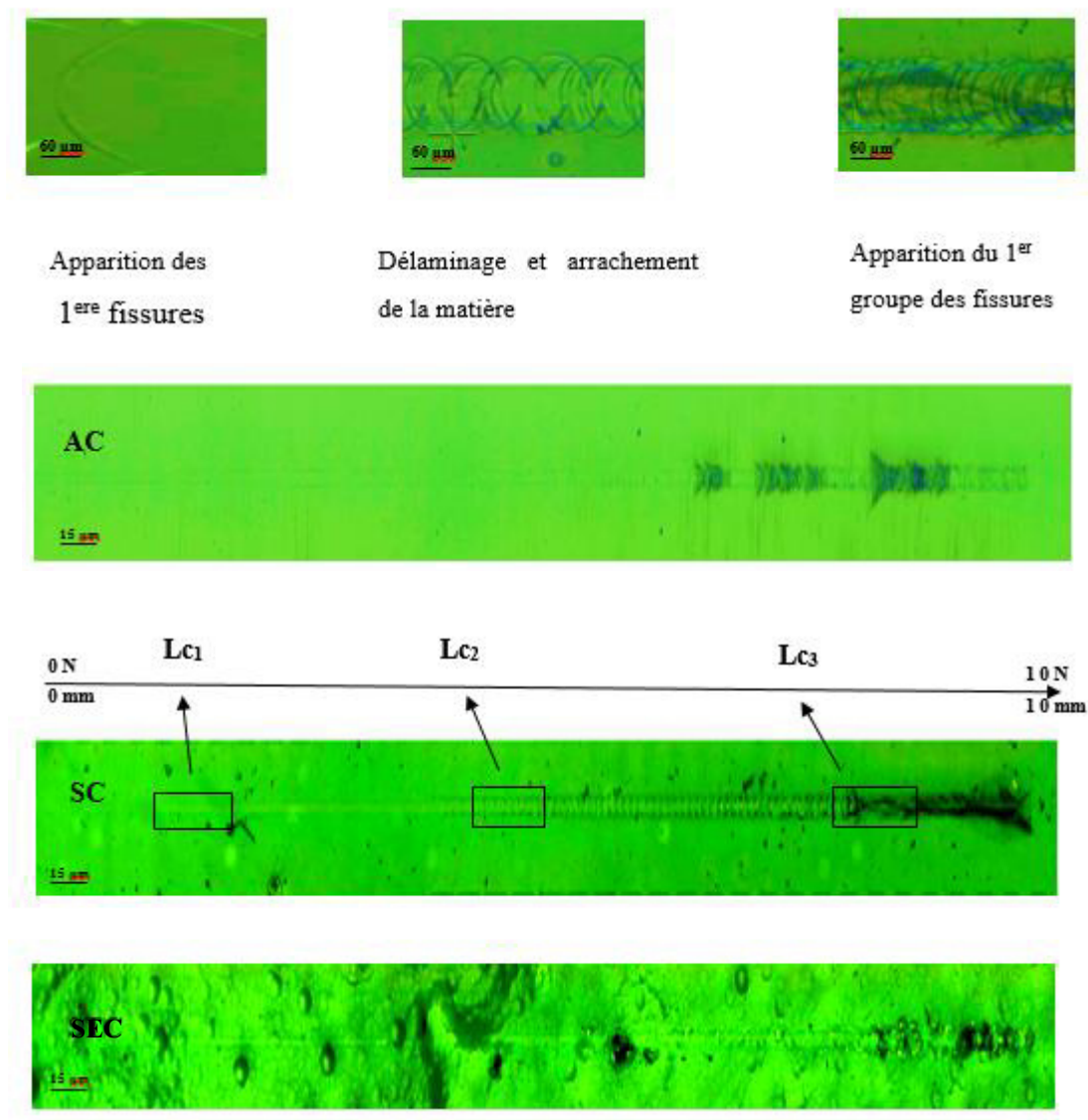
**Figure V.11:** Variation de l'émission acoustique en fonction de la charge normale appliquée sur verre

Cette figure illustre une augmentation brutale de l'émission acoustique à une charge critique  $F_{cI/II} = 1,10$  N, marquant le début de la rupture et la transition vers le régime fragile II. La charge critique peut également être déterminée par observation microscopique des premières fissures radiales et de la charge correspondante. Avec l'augmentation de la charge normale, les dommages s'intensifient. À la charge critique  $F_{cII/III} = 6,20$  N, l'émission acoustique atteint son maximum (99,5 %), indiquant la rupture complète de la surface du verre. Les pics d'EA à  $F_{cI/II}$  et  $F_{cII/III}$  (Figure V.11) valident les transitions entre régimes, servant de marqueurs fiables pour identifier les charges critiques.

### V.7.3 Synthèse des résultats de l'essai de rayage

La Figure V.12 met en évidence une corrélation entre les morphologies de rayures et les charges critiques pour trois substrats (AC, SC, SEC), confirmant l'impact de l'état de surface sur la résistance à l'endommagement. Ces résultats s'alignent avec l'approche multi-échelle de Louamri et al. [19], intégrant modifications chimiques (traitement HF) et ajustements topographiques pour optimiser les revêtements optiques.

- Un revêtement déposé sur une surface lisse limite l'ancrage mécanique, entraînant une adhésion faible et une propagation rapide des fissures ( $Lc_1 = 0,84 \text{ N}$ ). L'absence de micro-texture favorise le délaminage sous contrainte.
- Un revêtement déposé sur une surface de rugosité accrue ( $Sa = 2,8 \mu\text{m}$ ) améliore l'adhésion mécanique ( $Lc_1 = 1,20 \text{ N}$ ) mais génère des concentrations de contraintes locales, initiant des fissures précoces.

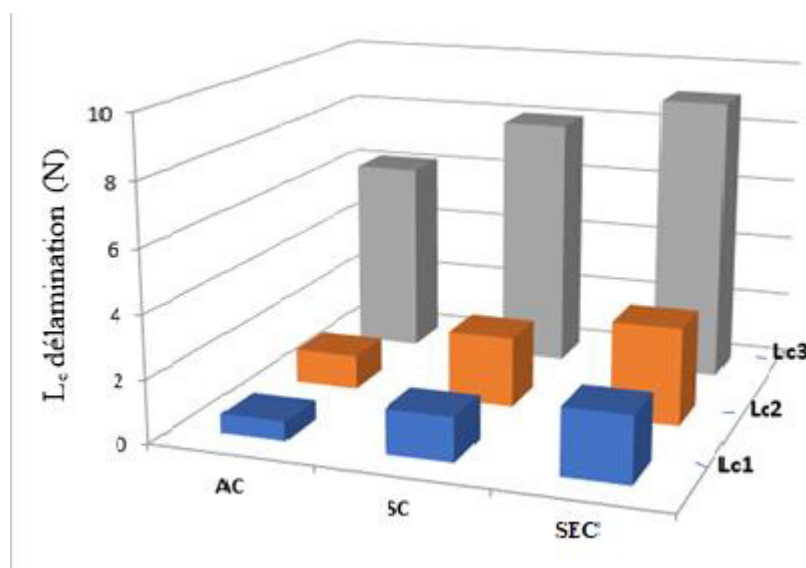


**Figure V.12** observations optiques des rayures représentatives pour différents revêtements appliqués sur un verre sablé (200g)

Un prétraitement par acide fluorhydrique par HF d'un verre sablé crée une micro-texture optimisée ( $S_a = 0,51 \mu\text{m}$ ), combinant ancrage mécanique et réduction des défauts. Cette dualité explique les performances supérieures ( $L_{c1} = 3,40 \text{ N}$ ,  $L_{c3} = 9,10 \text{ N}$ ), retardant les transitions vers les régimes fragile et micro-abrasif. Les charges critiques moyennes pour le délaminage complet atteignent  $6,20 \text{ N}$  (AC),  $8,00 \text{ N}$  (SC) et  $9,10 \text{ N}$  (SEC), illustrant l'efficacité des traitements de surface dans le report de l'endommagement final.

Caractérisé par un délaminage complet ( $L_{c3}$ ), ce régime est retardé sur les substrats STC grâce à une meilleure dissipation des contraintes. La Figure V.11 synthétise l'évolution des charges critiques en fonction des substrats.

Les revêtements sur verre brut (AC) présentent des seuils d'endommagement significativement plus bas que ceux déposés sur substrats sablés (SC) ou traités chimiquement (SEC). Cette différence s'explique par l'amélioration de l'adhérence et de la rugosité induite par les prétraitements, qui retardent l'initiation et la propagation des fissures. Ainsi, le traitement chimique (SEC) confère la résistance la plus élevée, suivi du sablage (SC), tandis que le substrat nu (AC) reste le plus vulnérable.



**Figure V.13** Charge critique d'apparition des endommagements lors du test de microrayage

## V.8 Conclusion

Dans les conditions les plus sévères de sablage, la transmittance chute à 65 %, la résistance à la flexion diminue à 48 MPa et la rugosité augmente jusqu'à  $2,8 \mu\text{m}$ . Des revêtements de silice

par procédé sol-gel, avec une concentration élevée en nanoparticules de SiO<sub>2</sub> (328,14 g/L), ont été déposés sur des substrats sablés et sablés puis gravés chimiquement.

Les films minces de silice déposés par procédé sol-gel sur du verre sablé permettent d'augmenter la transmittance (T) à 91 %, la résistance à la flexion (RoR) à 110 MPa et de réduire la rugosité arithmétique de surface (Sa) à 0,08 µm. Dans un premier temps, le bain d'acide fluorhydrique (HF) a permis d'améliorer ces paramètres, aboutissant à une transmittance de 82 %, une résistance à la flexion de 150 MPa et une rugosité de surface de 1,76 µm.

Le processus complet, incluant un bain acide suivi d'une déposition par sol-gel, permet d'obtenir des propriétés équivalentes, voire supérieures. En effet, si la transmittance se rapproche de celle du verre initial, la résistance à la flexion est améliorée de près de 100 %, atteignant une valeur d'environ 200 MPa, tandis que la rugosité arithmétique de surface est réduite à 0,56 µm.

Ces résultats démontrent clairement que l'ensemble du processus permet au verre de retrouver sa transmittance d'origine et d'améliorer sa résistance à la flexion biaxiale. Le revêtement de silice par sol-gel déposé sur la surface gravée présente les meilleurs résultats en termes de transmittance et de résistance mécanique. Il est intéressant de noter que la résistance mécanique est deux fois plus élevée que celle du verre initial.

L'augmentation de la concentration en SiO<sub>2</sub> a permis d'atteindre une épaisseur d'environ 3,6 µm. Il est à noter que les meilleures conditions de dépôt par sol-gel permettent d'obtenir un revêtement de 3,6 microns en une seule couche et près de 5 microns en deux couches.

L'adhérence de la couche déposée a été évaluée par des essais de microrayage, révélant une tenue mécanique supérieure pour les revêtements appliqués sur des surfaces sablées et prétraitées à l'acide fluorhydrique (HF) par rapport à celles déposées sur des surfaces uniquement sablées. Les charges critiques mesurées lors des essais de rayure mettent en évidence l'impact des prétraitements sur l'adhérence. Les substrats STC présentent les valeurs de délaminage des revêtements les plus élevées (9,10 N), grâce à une rugosité optimisée favorisant l'ancrage mécanique sans introduire de discontinuités. À l'inverse, les substrats AC (Lc<sub>1</sub> = 1,20 N) montrent une vulnérabilité accrue aux fissures, confirmant le compromis entre rugosité et résistance. Ces observations s'accordent avec le modèle de Bull [149], où l'adhésion dépend de la compatibilité mécanique entre le revêtement rigide (SiO<sub>2</sub>) et le substrat.

## **Conclusion générale et perspectives**

## Conclusion générale et perspectives

L'industrie moderne des matériaux ne concerne pas uniquement l'élaboration de nouveaux matériaux avec des caractéristiques optimales et des performances de plus en plus élevées. Elle inclut nécessairement des méthodes pour récupérer des matériaux à la suite de leur utilisation. Ceci représente un impact économique certain mais aussi des retombées écologique et environnementale. C'est pour cette raison que nombre d'études ont été consacrées à développer des méthodes pour remédier aux dommages qui touchent les verres au cours de différentes exploitations à la suite des effets des facteurs d'érosion. Le verre étant un matériau présent dans la quasi-totalité des produits utilisés au quotidien, les méthodes de récupération sont censées agir sur une échelle non négligeable de l'industrie des matériaux.

Dans le cadre de cette thèse, les défauts induits par le sablage du verre ont été corrigés grâce à l'application d'un revêtement acrylique, visant à améliorer simultanément la résistance mécanique et la transmission optique. Les propriétés optiques, mécaniques ainsi que l'adhésion du revêtement ont été étudiées en fonction de l'état de surface, évoluant au cours du sablage et après une attaque chimique à l'acide fluorhydrique (HF).

Une optimisation de la concentration en  $\text{SiO}_2$  dans un revêtement sol-gel, élaboré à partir de précurseurs d'alcoxydes de silice, notamment le tétraéthylorthosilicate (TEOS) et le méthyltriéthoxysilane (MTES), et combiné à une suspension de silice colloïdale (Ludox 40 %), a été appliquée sur un substrat de verre sodocalcique préalablement sablé (200 g) puis traité chimiquement à l'acide fluorhydrique (5 %). Cette approche a permis d'obtenir des films homogènes et exempts de fissures, atteignant une épaisseur de 3,5  $\mu\text{m}$  en une seule immersion et jusqu'à 5  $\mu\text{m}$  en deux immersions. Ces résultats marquent une avancée significative par rapport aux études antérieures similaires.

En outre, ce revêtement a conduit à une amélioration notable des propriétés optiques et mécaniques du verre traité. La transmittance a été augmentée, passant de 64,65 % à 86 %, tandis que la rugosité arithmétique a été réduite de 2,8  $\mu\text{m}$  à 0,56  $\mu\text{m}$ . Parallèlement, la résistance à la flexion a été multipliée par près de quatre, démontrant ainsi une nette amélioration des performances mécaniques.

D'après ces résultats, il apparaît que le traitement par HF est très efficace pour le renforcement mécanique, tandis que le revêtement permet une restitution quasi totale de la transmission optique. L'amélioration simultanée de la résistance mécanique et de la transmission optique nécessite l'application combinée des deux traitements.

Les essais de rayure révèlent une hiérarchie claire des performances : **STC > SC > AC**. Les charges critiques de délaminage ( $Lc_3 = 9,10$  N pour STC) confirment l'efficacité d'une rugosité optimisée ( $S_a \approx 0,5 \mu\text{m}$ ) pour équilibrer l'ancrage mécanique et la réduction des concentrations de contraintes, conformément au modèle de Bull. L'émission acoustique, corrélée aux transitions de régime ( $Fc^{I/II}$ ,  $Fc^{II/III}$ ), émerge comme une méthode fiable pour le monitoring en temps réel de l'endommagement.

En Perspectives, nous recommandons de compléter ce travail en :

- Explorant l'impact de nanoparticules fonctionnelles sur la tenue en fatigue et l'adaptation à des substrats flexibles (ex : polymères renforcés).
- La stabilité du revêtement face aux agressions chimiques (eau, acides, etc.) ou physiques (rayonnements UV).

La substitution de l'acide fluorhydrique (hautement toxique et corrosif) par des alternatives éco compatibles (acide citrique, acide tartrique) mérite une exploration prioritaire. Cette transition alignerait le procédé avec les principes de la chimie verte, réduisant les risques sanitaires et environnementaux tout en garantissant une efficacité comparable.

## **Références bibliographiques**

## Références bibliographiques

- [1] Preece CM, Macmillan NH. Erosion. *Annu Rev Mater Sci.* 1977; 7:95-121.
- [2] Hutchings IM. Introduction to the microscopy of erosion. *J Microsc.* 1983;130(3):331-8.
- [3] Pawlowski AG. Développement et étude d'une technique de micro sablage à haute résolution, thèse de doctorat en science. Lausanne: École Polytechnique Fédérale de Lausanne; 2006.
- [4] Hutchings IM. *Tribology.* Cambridge: Edward Arnold; 1992.
- [5] Zarzycki J. *Les verres et l'état vitreux.* Paris: Masson; 1982.
- [6] Barton J, Guillemet C. *Le Verre : Science et Technologie.* Les Ulis: EDP Sciences; 2005.
- [7] R. M. Van Ginhoven, H. Jónsson L. R. Corrales, "The glass samples G1 and G2 used in this work are the structures labeled Glass 4 and 9, respectively," *Physical Review B*, Vol.71, pp.204-208, 2005
- [8] Kauzmann W. The Nature of the Glassy State and the Behavior of Liquids at Low Temperatures. *Chem Rev.* 1948; 43(2):219-256.
- [9] Zachariasen WH. The atomic arrangement in glass. *J Am Chem Soc.* 1932; 54:3841-51.
- [10] Oliver V. Etude des mécanismes de coloration de verre obtenue par échange ionique  $Ag^+/Na^+$  et précipitation de nano agrégats métalliques, thèse de doctorat. Orléans: Université d'Orléans; 2010.
- [11] Bouaouadja N. Cours post graduation : Verres minéraux. Sétif: Institut d'Optique et de Mécanique de Précision; 2006.
- [12] Lombardo T. Mécanismes d'altération du verre calco-sodique en atmosphère urbaine polluée thèse de doctorat. Paris: Université Paris XII-Val de Marne; 2002.
- [13] Rao PV. Characterization of optical and surface parameters during particle impact damage. *J Eng Mater Technol.* 1986; 108:296-301.
- [14] Scholze H. *Glass, Nature, Structure and Properties.* New York: Springer-Verlag; 1991.
- [15] Bouaouadja N. Verre. Cours de Magister. Institut d'optique et mécanique de precision Université Sétif; 1998.
- [16] Mencik J. Strength and fracture of glass and ceramics. *Glass Sci Technol.* 1992; 12:357.
- [17] Wegner R. Inclusions de sulfure de Nickel dans le verre. *Glasstech Ber.* 1977; 50(11):296-300.
- [18] Kleis I, Kulu P. *Solid Particle Erosion : Occurrence, Prediction and Control.* London: Springer; 2008.
- [19] Adjouadi N, Laouar N, Bousbaa C, Bouaouadja N, Fantozzi G. Study of light scattering on a soda lime glass eroded by sandblasting. *J Eur Ceram Soc.* 2007; 27:3221-9.
- [20] Bousbaa C, Iferroudjene N, Sayah B, Bouaouadja N. Effects of duration of sandblasting on the

- properties of window glass. *Glass Technol.* 1998; 39(1):24-6.
- [21] Marshall DB, Lawn BR, Evans AG. Elastic/plastic indentation damage in ceramics: The lateral crack system. *J Am Ceram Soc.* 1982; 65:561-6.
- [22] Ritter JE, Strezepa P, Jakus K, Rosenfeld L, Beckman KJ. Erosion damage in glass and alumina. *J Am Ceram Soc.* 1984; 67:769-74.
- [23] Finnie I. Some reflections on the past and future of erosion. *Wear.* 1995; 186-187:1-10.
- [24] Shipway PH, Hutchings IM. The Role of Particle Properties in the Erosion of Brittle Materials. *Wear.* 1996; 193:105-13.
- [25] Wiederhorn SM, Hockey BJ. Effect of material parameters on the erosion resistance of brittle materials. *J Mater Sci.* 1983;18:766-80.
- [26] Adjouadi N. Influence de l'État de Surface des Pare-Brises sur la Visibilité des Conducteurs, thèse de doctorat. IOMP, UFA Sétif; 2015.
- [27] Sundararajan G. The Solid Particle Erosion of Metals and Alloys. *Trans Indian Inst Met.* 1983;36(6):474-95.
- [28] Mital P., Smith S. The Effects of Windshield Pitting on Driver Visibility and Fatigue. *Accident Analysis & Prevention*, 2010; 42(3):876-882.
- [29] Meng HC, Ludema KC. Wear models and predictive equations: their form and content. *Wear.* 1995; 181-183:443-57.
- [30] Stachowiak GW, Batchelor AW. *Engineering Tribology.* Amsterdam: Elsevier; 1993.
- [31] Stachowiak GW. Abrasive erosion and cavitations wear engineering. *Tribology.* Oxford: Butterworth-Heinemann; 1993.
- [32] Shipway PH, Hutchings IM. The role of particle properties in the erosion of brittle materials. *Wear.* 1996; 193:105-13.
- [33] Belloy E, Sayah A, Gjs MA. Powder blasting for three-dimensional microstructuring of glass. *Sens Actuators A.* 2000; 86:231-7.
- [34] Oka YI, Okamura K, Yoshida T. Practical estimation of erosion damage caused by solid particle impact Part 1: effects of impact parameters on a predictive equation. *Wear.* 2005; 259:95-101.
- [35] Bhushan B. *Introduction to Tribology.* New York: Wiley; 2002.
- [36] Lindsay BA, Marder BA. The effect of velocity on the solid particle erosion rate of alloys. *Wear.* 1999; 225-229:510-6.
- [37] Goodwin JE, Sage W, Tilly GP. Study of Erosion by Solid Particles. *Proc Inst Mech Eng.* 1969; 184:279-92.
- [38] Stachowiak GW, Batchelor AW. *Engineering Tribology.* Oxford: Butterworth-Heinemann; 1966.

- [39] Ismail J, Zaïri F, Naït-Abdelaziz M, Bouzid S, Azari Z. Experimental and numerical investigations on erosion damage in glass by impact of small-sized particles. *Wear*. 2011; 271:817-26.
- [40] Buijs M, Pasmans JM. Erosion of glass by alumina particles: transition and exponents. *Wear*. 1995; 184:61-5.
- [41] Bjordal M. Erosion and corrosion of ceramic-metallic coatings and stainless steel, These de doctorat. Trondheim: Université NTNU; 1995.
- [42] Sheldon GL. Erosion of brittle materials by solid particle impact. *J Eng Ind*. 1966; 88:387-90.
- [43] Bousbaa C. Effet des traitements sur l'érosion du verre érodé par impact de sable, thèse de doctorat. IOMP, UFA Sétif ; 2004.
- [44] Fang Q, et al. Erosion of ceramic materials by a sand/water slurry jet. *Wear*. 1999; 224:183-93.
- [45] Wiederhorn SM, Lawn BR. Strength degradation of glass impacted with sharp particles: I, Annealed surfaces. *J Am Ceram Soc*. 1979; 62(1-2):66-70.
- [46] Slikkerveer PJ, et al. Model of patterned erosion. *Wear*. 1999;233-235:377-86.
- [47] Alhussein A. Transport et stockage des dérivés pétroliers. Problématique d'endommagement des pipes par érosion de sable et par hydrogène, thèse de doctorat. 2005.
- [48] Sheldon GL, Finnie I. On the ductile behavior of nominally brittle material during erosive cutting. *J Eng Ind*. 1966;88:387-92.
- [49] Hamidouche M, Chevalier J. Etude et recherche des moyens de renforcement des Verres sodocalciques contre l'érosion par vent de sable, la fatigue et le choc thermique. Rapport final, Projet CMEP : N03MDU580. Sétif: LMNM. IOMP; 2007.
- [50] Soualem A. Effet de la vitesse de projection de sable et de la taille des grains sur l'érosion du verre sodo-calcique, thèse de Magister. Sétif: IOMP; 1997.
- [51] Madjoubi MA, Bousbaa C, Hamidouche M, Bouaouadja N. Weibull statistical analysis of the mechanical strength of a glass eroded by sandblasting. *J Eur Ceram Soc*. 1999;19:2957-62.
- [52] Mahdaoui T. Etude des défauts générés par impact de sable et leur influence sur la lumière parasite : application aux pare-brise, thèse de doctorat. Sétif: Université Sétif; 2007.
- [53] Bouaouadja N, Bouzid S, Hamidouche M, Bousbaa C. Effect of sandblasting on the efficiencies of solar panels. *Appl Energy*. 2000; 65:99-105.
- [54] Adjouadi N, Laouar N, Bousbaa C, Bouaouadja N, Fantozzi G. Study of light scattering on a soda lime glass eroded by sandblasting. *J Eur Ceram Soc*. 2007; 27:3221-9.
- [55] Benterki S, Laouar N, Bousbaa C, Bouras N, Bouaouadja N. Influence of illuminating angle on scattered light caused by a sandblasted soda lime glass. *Glass Technol Eur J Glass Sci Technol A*. 2012; 53(2):53-9.
- [56] Lawn BR. *Fracture of Brittle Solids*. 2nd ed. Cambridge: Cambridge University Press; 1993.

- [57] Nourry E. Comportement des vitrages feuilletés sous impact perforants, thèse de doctorat. Bordeaux: École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers; 2005.
- [58] Wang FH, Hand RJ, Ellis B, Seddon AB. Glass strengthening using epoxy coatings. *Phys Chem Glasses*. 1995; 36(5):201-5.
- [59] Chen XM, Ellis B, Wang FH, Seddon AB. Strengthening of glass rods with Ormosil polymeric coatings. *J Non Cryst Solids*. 1995;185(1):1-17.
- [60] Le Bourhis E. Le verre et les propriétés mécaniques. Les Ulis: EDP Sciences; 2013. 210 p.
- [61] Hajji P, Vigier G, Pelletier JM, Pascault JP. Amélioration de la résistance mécanique superficielle de verre par des revêtements à base de polymère. *Verre*. 2000; 6(2):9-19.
- [62] Donald IW. Review: Methods for improving the mechanical properties of oxide glasses. *J Mater Sci*. 1989;24:4177-208.
- [63] Carre H. Etude du comportement à la rupture d'un matériau fragile précontraint : le verre trempé, thèse de doctorat. Paris : École Nationale des Ponts et Chaussées ; 1996.
- [64] Deboucq J. Caractérisation ultrasonore de structures à couches et à gradient de contraintes par ondes de surface haute fréquence générées par capteurs MEMS de type IDT-SAW, thèse de doctorat. Valenciennes: Université de Valenciennes; 2012.
- [65] Haldimann M. Fracture strength of structural glass elements-analytical and numerical modeling, testing and design, thèse de doctorat. Lausanne: École Polytechnique Fédérale de Lausanne; 2006.
- [66] Glass SJ, Abrams M, Matalucci RV. New glass for enhanced architectural surety engineered profiles (ESP) in soda-lime-silica glass. SAND2000-3001. Albuquerque: Sandia National Laboratories; 2000.
- [67] Protocor BR. The effect of flaw shape on strength of glasses. *Phys Chem Glasses*. 1920; 3(1):7-27.
- [68] Dabbs TP, Lawn BR. Acid-enhanced crack initiation in glass. *J Am Ceram Soc*. 1982; 65(3):C37.
- [69] Sglavo VM, Maschio RD, Sorari GD. Effect of etch depth on strength of soda lime glass rods by a statistical approach. *J Eur Ceram Soc*. 1993;11:341-6.
- [70] Ruggero SA. Quantitative fracture analysis of etched soda lime silica glass: evaluation of the blunt crack hypothesis [Master's thesis]. Florida: University of Florida; 2003.
- [71] Johnson LM, Gupta RK. Hydrofluoric acid etching and mechanical strengthening of silicate glasses: a combined experimental and statistical analysis. *J Mater Sci Eng*. 2021;45(4):1123-35.
- [72] Stephan TT, Pask JA. Reaction of glasses with hydrofluoric acid solution. *J Am Ceram Soc*. 1982; 65(7):360-2.
- [73] Kern N. Wet chemical etching of SiO<sub>2</sub> and PSG films, and an etching induced defect in glass

passivated integrated circuits. RCA Rev. 1986; 47:349-65.

[74] Monk DJ, Soane DS, Howe RT. A review of the chemical reaction mechanism and kinetics for hydrofluoric acid etching of silicon dioxide for surface micromachining applications. Thin Solid Films. 1993; 232:1-12.

[75] Spierings GACM. Review: Wet chemical etching of silicate glasses in hydrofluoric acid based solutions. J Mater Sci. 1993; 28:6262-73.

[76] Kolli M, Hamidouche M, Bouaouadja N, Fantozzi G. HF etching effect on sandblasted soda-lime glass properties. J Eur Ceram Soc. 2009;29:2697-704.

[77] Kolli M, Madjoubi MA, Hamidouche M, Bouaouadja N, Fantozzi G. Amélioration de la résistance mécanique et de la transmission optique d'un verre sablé par traitement chimique à l'acide fluorhydrique. Ann Chim Sci Mat. 2010; 35(2):129-36.

[78] Duran A, Conde A, Gomez Coedo A, Dorado T, Garcia C, Ceré S. Sol-Gel Coatings for Protection and Bioactivation of Metals Used in Orthopaedic Devices. J Mater Chem. 2004;14:2282-90.

[79] Pech SD. Etude du Comportement Anti-Corrosion de Revêtements Amorphes Base Si Elaborés par Dépôt Chimique en Phase Vapeur Assisté Plasma, thèse de doctorat. Lyon: INSA; 2006.

[80] Klein LC. Sol-Gel Technology for Thin Films, Fibers, Preforms, Electronics, and Specialty Shapes. New Jersey: Noyes Publications; 1998.

[81] Daniel A. Revêtements Minces Zn-Si-O et Ti-Si-O : Elaboration au Moyen d'un Procédé Plasma Hybride Pulvérisation Cathodique-PECVD et Caractérisation, thèse de doctorat. Nancy: INPL; 2006.

[82] Ohring M. The Materials Science of Thin Films. London: Academic Press; 1992.

[83] Hamd W. Elaboration par voie sol gel et étude microstructurale de gels et de couches minces de SnO<sub>2</sub>, thèse de doctorat. Limoges: Université de Limoges; 2009.

[84] Krishna S. Handbook of Thin Film Deposition Processes and Techniques: Principles, Methods, Equipment and Applications. 2nd ed. New Jersey: Noyes Publications; 2002.

[85] Aumaille K. Étude Comparative des Procédés de Dépôt de Couches Minces par Plasma d'organosiliciés : TEOS, HMDSO et HMDSN, thèse de doctorat de. Université de Nantes; 2000.

[86] Mattox DM. The Foundation of Vacuum Coating Technology. New York: William Andrew Publishing; 2003.

[87] Corriu R, Anh NT. Molecular Chemistry of Sol-Gel Derived Nanomaterials. Chichester: Wiley; 2009.

[88] Sallard S. Etudes Electrochimiques de Cinétiques de Polycondensation Sol-Gel et de la Fractalité des Xérogels, Ecole Normale Supérieure de Cachan, Sud de Paris, 2004.

[89] Akssas A. Elaboration des Nanocristaux Semiconducteurs et Etude de Leurs Propriétés

Structurales et Optiques, thèse de doctorat. Béjaïa: Université A. Mira; 2011.

[90] Bouachiba Y. Synthèse de Films TiO<sub>2</sub> et Etude Structurale et Optique [mémoire]. Constantine: Université Mentouri; 2010.

[91] Aegerter MA, Mennig M, Muller P, Schmidt H. Functional Coating Obtained on Glass by Sol-Gel Process. *Rev Verre*. 2000; 6(5):1-12.

[92] Livage J. The Sol-Gel Process. *Rev Verre*. 2000; 6(5):1-8.

[93] Livage J, Ganguli D. Sol-Gel Electrochromic Coatings and Devices - A Review. *Sol Energy Mater Sol Cells*. 2001;68:365-81.

[94] Errotabehere X. Nouveaux Revêtements Hybrides Elaborés par Voie Sol-Gel pour la Protection de Substrats Ligno-Cellulosiques, Etude des Microstructures et des Propriétés Mécaniques de Surface, thèse de doctorat. Bordeaux: Université Bordeaux 1; 2012.

[95] Benachour M. Elaboration et Caractérisation des Couches Minces de TiO<sub>2</sub> Dopées à l'Erbium, à Différentes Températures et Epaisseurs, mémoire de Magister, Département de Physique, Université Mentouri-Constantine, 2011.

[96] Brinker CJ, Scherer GW. *Sol-Gel Science: The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*. San Diego: Academic Press; 1990.

[97] Cahier technologique sol-gel. Centre de Ressources Technologiques en Chimie.

[98] Dossier Technique: Le Procédé Sol-Gel. Centre Technologique RESCOLL.

[99] N.V.M. Gutierrez, «Protection Contre la Corrosion d'alliages de Magnésium par des Revêtements Issus de la Voie Sol-Gel», thèse de Doctorat, Ecole doctorale Sciences de la Matière, Université de Toulouse, 2014.

[100] T. Olding, M. Sayer, D. Barrow, «Ceramic Sol-Gel Composite Coatings for Electrical Insulation», *Thin Solid Films* 398 – 399 (2001) 581–586.

[101] Bailey FA, Hills O. Spray Coating Machine. US Patent 2,293,881. 1942.

[102] Browne CM, Beckham RR. Method and Apparatus for Forming a Film on a Glass Surface. US Patent 3, 305,336. 1967.

[103] Meiffren V. Développement de Nouveaux Revêtements Anti-Corrosion sur Alliages de Zinc par des Voies Sol-Gel en Milieu Aqueux ou Faiblement Solvanté, thèse de doctorat. Toulouse: Université Paul Sabatier; 2011.

[104] Houmard M. Revêtement Sol-Gel TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> Naturellement Super Hydrophiles Visant à Développer des Surfaces à Nettoyabilité Accrue, thèse de doctorat. Grenoble: INP; 2009.

[105] Fedel M, Deflorian F, Rossi S. Corrosion protection properties of silane pre-treated powder coated galvanized steel. *Progress in Organic Coatings*. 2009;64(4):327-335.

[106] Fenech J. Nouvelles Compositions de Revêtements de Zircone Substituée (Y, La, Sm, Er) Elaborés par la Voie Sol-Gel : Application aux Barrières Thermiques Multicouches, thèse de

doctorat. Toulouse: Université de Toulouse; 2010.

[107] Brinker CJ, Hurd AJ. Fundamentals of Sol-Gel Dip-Coating. *J Phys III France*. 1994;4:1231-42.

[108] Zheludkevich ML, Salvado IM, Ferreira MGS. Sol-gel coatings for corrosion protection of metals. *Journal of Materials Chemistry*. 2005;15(48):5099-111.

[109] Zheludkevich ML, Serra R, Montemor MF, Yasakau KA, Salvado IMM, Ferreira MGS. \*Nanostructured sol-gel coatings doped with cerium nitrate as pre-treatments for AA2024-T3\*. *Electrochimica Acta*. 2005;51(2):208-217.

[110] Felder E, Angelis C, Ducarroir M, Ignat M, Mazot P. Propriétés mécaniques de films minces : problématiques et moyens de mesure. *Ann Chim Sci Mat*. 1998;23(5-6):791-819.

[111] Roche A. Les théories de l'adhésion et mesure de l'adhérence des couches minces. *Vide Couches Minces*. 1991;257:197-230.

[112] Bigot R. Caractérisation des surfaces et interfaces à l'aide de l'essai de dureté Vickers, thèse de doctorat. Lille: Université Lille 1; 1995.

[113] Maugis D. Review: Subcritical crack growth, surface energy, fracture toughness, stick-slip and embrittlement. *J Mater Sci*. 1985;20:3041-73.

[114] Laval P, Felder E. Caractérisation de l'adhérence des revêtements par indentation normale. *Matériaux Tech*. 1993; 1-2-3:93-105.

[115] Rickerby DS. A review of methods for the measurement of coating-substrate adhesion. *Surf Coat Technol*. 1988; 36:541-57.

[116] Mittal KL. Adhesion measurement of films and coatings: a commentary. In: Mittal KL, editor. *Adhesion Measurement of Films and Coatings*. 1995. p.1-13.

[117] Darque-Ceretti E, Felder E. *Adhésion et adhérence*. Paris: CNRS Éditions; 2003.

[118] Jacobson R, Kruse B. Measurement of adhesion of thin films on glass substrates by means of direct pull method. *Thin Solid Films*. 1973;15:71-7.

[119] Benayoun S, Hantzpergue JJ. Adherence tests for coatings on substrates. *Matériaux & Techniques*. 2004; 92(10-11-12):23-32.

[120] Pons E. Propriétés d'adhérence de revêtements projetés plasma sur substrats fragiles : caractérisation et identification de lois d'interface par Modèles de Zones Cohésives [PhD thesis]. Grenoble: Université de Grenoble; 2016 Feb.

[121] Espinosa HD, Prorok BC, Fischer M. A methodology for determining mechanical properties of freestanding thin films and MEMS materials. *J Mech Phys Solids*. 2003;51(1):47-67.

[122] Charalambides PG, Lund J, Evans AG, McMeeking RM. A test specimen for determining the fracture resistance of bimaterial interfaces. *J Appl Mech*. 1989;56:77-82.

- [123] Cao HC, Evans AG. An experimental study of the fracture resistance of bimaterial interfaces. *Mech Mater.* 1989;7:295-304.
- [124] Bonnotte E, Delobelle P, Bornier L, Trolard B, Tribillon G. Mise en œuvre de deux méthodes interférométriques pour la caractérisation mécanique des films minces par l'essai de gonflement. Applications au cas du silicium monocristallin. *J Phys III France.* 1995;5:953-83.
- [125] Hohlfelder RJ, Vlassak JJ, Nix WD, Luo H, Chidsey CED. Blister test analysis methods. *Mat Res Soc Symp Proc.* 1995;356:585-90.
- [126] Jensen HM. Blister test for interface toughness measurement. *Eng Fract Mech.* 1991;40(3):475-86.
- [127] Aroux E, Boustie M, Romain JP, Bertheau D, Peyre P, Berthe L, et al. Debonding study of Ni-base substrate/Pt coatings interfaces using laser shock waves: characterization of the targets and experimental study. *Surf Coat Technol.* 2001;138(2-3):269-77.
- [128] Fourez S. Caractérisation de couches minces par ondes de surface générées et détectées par sources lasers [PhD thesis]. [Place unknown]: [Publisher unknown]; [Year unknown].
- [129] Gupta V, Yuan J, Pronin A. Recent developments in the laser spallation technique to measure the interface strength and its relationship to interface toughness with applications to metal/ceramic, ceramic/ceramic and ceramic/polymer interfaces. In: Mittal KL, editor. *Adhesion measurement of films and coatings.* Utrecht: VSP; 1995. p. 367-401.
- [130] Pronin A, Gupta V. Measurement of thin film interface toughness by using laser-generated stress pulses. *J Mech Phys Solids.* 1998;46(3):389-410.
- [131] Choulier D. Contribution à l'étude de l'adhérence de revêtements projetés à la torche à plasma. Modélisation et utilisation d'un test d'indentation à l'interface, thèse de doctorat. Compiègne: UTC; 1989.
- [132] Chiang SS, Marshall DB, Evans AG. A simple method for adhesion measurements. In: *Surfaces and Interfaces in Ceramic and Ceramic-Metal Systems.* New York: Plenum; 1981. P.603-17.
- [133] Chicot D, Démarécaux P, Lesage J. Apparent interface toughness of substrate and coating couples from indentation tests. *Thin Solid Films.* 1996; 283:151-7.
- [134] Rice RW, Mecholsky JJ. Special publication 562. Washington: National Bureau of Standards; 1965. p.351.
- [135] Perry AJ. Scratch adhesion testing of hard coatings. *Thin Solid Films.* 1983; 107:167-180.
- [136] Bulsara VH. Scratch formation in brittle solids and its application to lapping, these de

doctorat. Purdue: Purdue University; 1997.

[137] Le Houérou V, Sangleboeuf JC, Dériano S, Rouxel T, Duisit G. Surface damage of soda-lime-silica glasses: Indentation scratch behavior. *J Non Cryst Solids*. 2005;344:44-53.

[138] Le Houérou V. Rayabilité des verres silico-sodo-calciques, thèse de doctorat. Rennes: Université Rennes 1; 2005.

[139] Benjamin P, Weaver C. Measurement of adhesion of thin films. *Proc R Soc Lond A*. 1960; 254:163-76

[140] Burnett PJ, Rickerby DS. The relationship between hardness and scratch adhesion. *Thin Solid Films*. 1987; 154:403-16.

[141] Steinmann PA, Tardy Y, Hintermann HE. Adhesion testing by the scratch test method: the influence of intrinsic and extrinsic parameters of the critical load. *Thin Solid Films*. 1987; 154:333-49.

[142] Hammer B, Perry AJ, Laeng P, Steinmann PA. The scratch test adhesion of TiC deposited industrially by chemical vapour deposition on steel. *Thin Solid Films*. 1985;96:45-51.

[143] Gros R. Essais d'adhérence par rayure appliqués aux revêtements de nitrure de titane déposés par PVD sur acier rapide en relation avec la préparation initiale des substrats, thèse de doctorat. Nancy: INPL; 1986.

[144] Valli L, Makela U, Matthew A. TiN coating adhesion studies using the scratch test method. *J Vac Sci Technol A*. 1985;3(6):2411-4.

[145] Bulychev SL, Alekhin VP, Shorshorov MK, Ternovskii AP, Shnyrev GD. Determination of Young's modulus according to the indentation diagram. *Ind Lab*. 1975; 41:1409-12.

[146] Tangenna AG, Franklin S, Franse J. Scratch tests on hard layers. In: *Proceedings of the 16th Leeds-Lyon Symposium*. Lyon; 1989.

[147] Burnett PJ, Rickerby DS. The relationship between hardness and scratch adhesion. *Thin Solid Films*. 1987; 154:403-16.

[148] Bull SJ, Berasetegui EG, Sinha KS. An overview of the potential of quantitative coating adhesion measurement by scratch testing. *Tribol Int*. 2006; 39:99-114.

[149] Bull SJ. Failure mode maps in the thin film scratch adhesion test. *Tribol Int*. 1997; 30:491-498.

[150] Chebbah B. Enhancement of optical and mechanical properties of silica coatings deposited on sandblasted glass. *Ceram Int*. 2021;47 (12):17845-52.

[151] Wang D, Bierwagen GP. Sol-gel coatings on metals for corrosion protection. *Progress in Organic Coatings*. 2009;64(4):327-335.

[152] Brinker CJ, Hurd AJ, Schunk FR, Frye GC, Ashley CS. *Sol-Gel Thin Film Formation*. Albuquerque: Sandia National Laboratories; 1990.

[153] Timoshenko SP, Woinowsky-Krieger S. Theory of Plates and Shells. 2nd Ed. New York: McGraw-Hill; 1959.

[154] Bousbaa C, Iferroudjene N, Sayah B, Bouaouadja N. Effects of durations of sandblasting on the properties of window glass. Glass Technol. 1998; 39:24-6.

## ملخص

يهدف هذا العمل إلى تعزيز وحماية وإصلاح الأسطح الزجاجية المرملة من خلال تثبيت طبقات رقيقة مشتقة من مواد السيليكا باستخدام تقنية الغطس من جهة، ومن جهة أخرى زيادة التصاق هذه الطبقات على هذه الأسطح الزجاجية عبر معالجة كيميائية مسبقة بحمض الهيدروفلوريك المُطَبَّق على الأسطح المعيبة. سمحت هذه الطريقة بالحصول على طلاءات متجانسة وخالية من التشققات، بلغ سمكها 3.5 ميكرومتر في عملية غمر واحدة، ووصلت إلى 5 ميكرومتر بعد غمرتين. تمثل هذه النتائج تقدمًا ملحوظًا مقارنة بالدراسات السابقة المشابهة. أدت الطلاءات إلى تحسين كبير في الخواص البصرية والميكانيكية للزجاج المعالج. حيث زادت النفاذية الضوئية من 64.65% إلى 86%، بينما انخفضت خشونة الحسابية من 2.8 ميكرومتر إلى 0.56 ميكرومتر. في نفس السياق، تضاعفت المقاومة الميكانيكية أربع مرات تقريبًا، مما يؤكد تحسنًا واضحًا في الأداء الميكانيكي. تُظهر اختبارات الخدش تحسنًا في التصاق الطلاءات على الأسطح المرملة والمعالجة مسبقًا بحمض الهيدروفلوريك، مقارنةً بالأسطح المرملة فقط. حيث سجلت الطلاءات المثبتة على الزجاج المرمل والمعالج بأعلى ثقل حرج (9.10 نيوتن)، نتيجة خشونة سطحية مُحسَّنة تضمن تنبنيًا ميكانيكيًا فعالًا دون الإضرار بسلامة البني التحتية للزجاج.

## Abstract

The aim of this work is to reinforce, protect, and repair sandblasted glass surfaces through the deposition of silica precursor-based thin films using the sol-gel technique. Additionally, it seeks to enhance the adhesion of coatings applied to these surfaces via a hydrofluoric acid (HF) pre-treatment on sandblasted glass.

This approach yielded homogeneous, crack-free films, achieving a thickness of 3.5  $\mu\text{m}$  with a single immersion and up to 5  $\mu\text{m}$  with two immersions. These results mark a significant advancement compared to previous similar studies.

The coatings led to notable improvements in the optical and mechanical properties of the treated glass. Transmittance increased from 64.65% to 86%, while arithmetic roughness decreased from 2.8  $\mu\text{m}$  to 0.56  $\mu\text{m}$ . Concurrently, bending resistance nearly quadrupled, demonstrating a clear enhancement in mechanical performance.

Scratch tests revealed superior adhesion of coatings on sandblasted glass pretreated with HF compared to solely sandblasted surfaces. Coatings deposited on sandblasted and pretreated glass achieved the highest critical load (9.10 N), attributed to optimized surface roughness that ensures effective mechanical anchoring without compromising structural integrity.

## Résumé

L'objectif du présent travail est le renforcement, la protection et la réparation des surfaces vitrées sablées par dépôt de couches minces à base de précurseurs de silice par technique sol-gel, d'une part, et d'autre part, augmenter l'adhérence des revêtements déposés sur ces surfaces grâce à un traitement chimique par acide fluorhydrique adapté préalablement appliqué sur les surfaces défectueuses.

Cette approche a permis d'obtenir des films homogènes et exempts de fissures, atteignant une épaisseur de 3,5  $\mu\text{m}$  en une seule immersion et jusqu'à 5  $\mu\text{m}$  en deux immersions. Ces résultats marquent une avancée significative par rapport aux études antérieures similaires.

Les revêtements ont conduit à une amélioration notable des propriétés optiques et mécaniques du verre traité. La transmittance a été augmentée, passant de 64,65 % à 86 %, tandis que la rugosité arithmétique a été réduite de 2,8  $\mu\text{m}$  à 0,56  $\mu\text{m}$ . Parallèlement, la résistance à la flexion a été multipliée par près de quatre, démontrant ainsi une nette amélioration des performances mécaniques.

Les tests de rayage montrent une meilleure adhérence des revêtements sur substrats sablés et prétraités à l'acide fluorhydrique (HF), comparés aux surfaces sablées seules. Les revêtements déposés sur verres sablés traités atteignent la charge critique la plus élevée (9,10 N), grâce à une rugosité optimisée assurant un ancrage mécanique efficace sans compromettre l'intégrité structurale.