

Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique

Université Ferhat Abbas- Sétif 1

Institut : Optique et Mécanique de Précision
Département : Mécanique de précision
Domaine : Sciences et Technologies

Filière : Optique et Mécanique de Précision
Spécialité : Mécanique des matériaux

Mémoire de Master

Etude de l'amélioration de l'état de surface d'un spinelle MgAl_2O_4 transparent par dépôt de couche en oxyde métallique

Etudié par : Mebrouki Afaf

Dirigé Par : Dr .A. Zegadi

Devant le jury

Dr F.keraghel	(Président)
Dr L.Younes	(Examineur)
Dr A.Zegadi	(Encadreur)

Soutenue le : 03/07/2023

Résumé

Les matériaux transparents en contact avec des environnements agressifs tel que les tempêtes de sable sont exposés à l'endommagement de leur surface. Le spinelle MgAl_2O_4 transparent utilisé comme fenêtre de protection, lentille ou orifice de sortie laser etc. fait partie de ces matériaux affectés par ces agressions naturelles. L'impact du sable peut causer des défauts importants sur la surface exposée en affectant son efficacité en termes de propriétés optiques et mécaniques. L'objectif de ce travail est d'étudier l'amélioration de l'état de surface d'un spinelle ayant une surface endommagée par le dépôt d'une couche mince de $\text{SiO}_2\text{-ZrO}_2$ élaborée par voie sol-gel. Pour cela, des échantillons en spinelle de différentes compositions chimiques frittés à différentes températures ont été sablés. Puis, revêtus par des couches minces. Les résultats ont indiqué que le sablage affecte fortement la morphologie de la surface et par conséquent la transmission optique sauf dans le cas des échantillons dont la taille des grains est très petite. Également, il a été reporté que le dépôt d'une couche $\text{SiO}_2\text{-ZrO}_2$ améliore clairement l'état de la surface et les propriétés optiques des échantillons sablés et même les propriétés mécaniques exprimées par la dureté.

Mots clés : spinelle transparente, sablage, revêtement sol gel SiO_2 - ZrO_2 , transmittance.

Abstract

Transparent materials in contact with aggressive environments such as sandstorms are exposed to surface damage. The transparent MgAl_2O_4 spinel used as protective window, lens or laser exit port etc. is one of those materials affected by natural aggressions. The impact of the sand particle can cause significant defects on the exposed surface by affecting its optical and mechanical effectiveness. The aim of this work is to study the improvement of the surface state of a spinel damaged surface by the deposition of a thin layer of $\text{SiO}_2\text{-ZrO}_2$ elaborated by sol-gel process. For this purpose, spinel samples of different chemical compositions sintered at different temperatures was sandblasted. Then, they were coated with thin layers. The results indicated that sandblasting strongly affects the surface morphology and therefore the optical transmission except in the case of samples with a small grain size. Also, it has been reported that the deposition of a $\text{SiO}_2\text{-ZrO}_2$ layer clearly improves the surface state and the optical properties of the sandblasted samples and even the mechanical properties expressed by the hardness.

Keywords: transparent spinel, sandblasting, SiO_2 - ZrO_2 gel floor coating, transmittance.

Sommaire

Résumé

Introduction générale.....	1
----------------------------	---

Chapitre I : Spinelles transparentes

I.1 Définition du spinelle $MgAl_2O_4$	3
I.2 Propriétés du spinelle $MgAl_2O_4$	3
I.2.1 Propriétés optiques.....	4
I.2.2 Propriétés mécaniques :	9
I.3 Domaine d'application de spinelles transparentes	10

Chapitre II : L'érosion par sablage

II.1 Introduction	11
II.2 Processus d'érosion par sablage	11
II.2.1 Paramètres d'érosion	13
A-Paramètres liés au matériau de la cible	13
B-Paramètres liés aux particules érosives	14
C- Paramètres liés aux conditions d'érosion	16
II.3 Dispositifs de sablage	18
II.4 Procédés de revêtement	19
II.4.1 Généralités	19
II.4.2 Méthodes de dépôt de couche minces.....	20

Chapitre III : Procédure expérimentale

III.1 Objectif de travail.....	24
III.2 Spinelles transparentes $MgAl_2O_4$	24
III.2.1 les échantillons de spinelle utilisés	24
III.2.2 Observation microscopique des échantillons	25
III.3 Sable utilisé :	27
III.3.1 Distribution granulométrique :	27
III.3.2 Nettoyage des échantillons :.....	28
III.3.3 Sablage des échantillons :	29
III.3.4 Procédé de revêtement :	30
a.Préparation de solution	29
b. Caractérisation de la solution par FTIR	30

Chapitre IV : Résultats et discussions

IV.1 Effet du sablage sur les propriétés optiques des échantillons sablés :	34
IV.1.1 Effet de la composition chimique :	34
a. Échantillons frittés à 1290 °C :.....	34

b Échantillons frittés à 1310 °C :	35
c. Échantillons frittés à 1330 °C :	35
IV.1.2 Effet des températures de frittage :	37
IV.2 Morphologie de la surface.....	39
a. Échantillons frittés à 1290 °C.....	40
b. Échantillons frittés à 1310 °C.....	40
c. Échantillons frittés à 1330 °C.....	41
IV.3 Effet du revêtement sur les propriétés optiques des échantillons sablés.....	41
IV.4 Morphologie de la surface.....	44
a. Échantillons frittés à 1290 °C.....	44
b. Échantillons frittés à 1310 °C.....	44
c. Échantillons frittés à 1330 °C.....	45
IV.5 Corrélation entre les propriétés optiques, l'état de surface et le GAP optique	45
IV.6 Effet du revêtement sur les propriétés mécaniques des échantillons sablés	48
Conclusion générale	51
Références bibliographiques	

Liste des figures

Chapitre I

Figure I. 1 : A) Brique réfractaire ; B) Spinelles transparent.	3
Figure I. 2 : Phénomène de diffusion du flux incident : a) illustration du phénomène pour l'échantillon translucide (haut), transparent (en bas) et b) l'échantillon transparent (droite) et translucide (à gauche).	7
Figure I. 3 : Sources d'atténuation de la lumière dans une céramique polycristalline.	8
Figure I. 4: Sélection d'applications des spinelles transparents .	10

CHAPITRE II

Figure II. 1 : Principe d'essai d'érosion par des particules solides projetées sur une cible fixe incliné.	12
Figure II. 2 : Processus d'indentation donnant des microfissures.	12
Figure II. 3 : Influence de l'énergie cinétique des particules anguleuses sur le processus d'érosion.	15
Figure II. 4 : Influence de l'énergie cinétique des particules arrondies Sur le processus d'érosion.	16
Figure II. 5 : Inclinaison α d'une particule incidente durant le processus d'érosion	16
Figure II. 6 : Courbes typiques montrant la variation de l'érosion avec angle d'impact : (a) pour le métal ductile ; (b) pour un matériau fragile.	17
Figure II. 7 : Les différentes techniques de sablage.	19

CHAPITRE III

Figure III. 1 : des échantillons des spinelles frittés à 1290,1310 et 1330°C.	25
Figure III. 2 : Images au MEB des échantillons a) S25CRX12, b) S25CRX14, c) S30CR frittés à 1310 °C.	26
Figure III. 3 : Micrographie des particules de sable utilisé	27
Figure III. 4 : Distribution granulométrique du sable utilisé.	28
Figure III. 5 : Protocole de nettoyage des échantillons.	29
Figure III. 6 : Dispositif de sablage utilisé.	30
Figure III. 7 : Montage de préparation de la solution	30
Figure III. 8 : Organigramme des étapes de la préparation des solutions sol gel $\text{SiO}_2\text{-ZrO}_2$.	31
Figure III. 9 : spectre infrarouge de $\text{SiO}_2\text{-ZrO}_2$	32
Figure III. 10 : l'appareil dip-coating utilisé.	34

CHAPITRE IV

Figure IV. 1 : L'évolution de la transmission de l'échantillon fritté à 1290°C pour les différentes compositions chimiques : (a) S25CRX12, (b) S25CRX14 et (c) S30CR avant et après sablage.	34
Figure IV. 2 : L'évolution de la transmission de l'échantillon fritté à 1310°C pour les différentes compositions chimiques : (a) S25CRX12, (b) S25CRX14 et (c) S30CR avant et après sablage.	35
Figure IV. 3 : L'évolution de la transmission de l'échantillon fritté à 1330°C pour les différentes compositions chimiques : (a) S25CRX12, (b) S25CRX14 et (c) S30CR avant et	

après sablage.	36
Figure IV. 4 : L'évolution de la transmission des différentes températures de frittage pour les différentes compositions chimiques : (a) S25CRX12, (b) S25CRX14 et (c) S30CR avant et après sablage.	38
Figure IV. 5 : L'évolution de la Rugosité arithmétique Ra pour les différentes compositions chimiques : S25CRX12, S25CRX14 et S30CR avant et après sablage.....	41
Figure IV. 6 : l'évolution de la transmission pour différentes températures de frittage à l'état sablé et sablé revêtu.....	43
Figure IV. 7 : L'évolution de la rugosité Ra pour différentes composition chimique à l'état sablé et sablé revêtu.....	45
Figure IV. 8: Variation du GAP optique de l'échantillon S25CRX 12 fritté à 1310 °C à l'état brut.....	47
Figure IV.9 : Variation du GAP optique de l'échantillon S CRX 12 fritté à 1310 °C à l'état revêtu.....	47
Figure IV. 10 : Variation de la dureté en fonction de températures de frittage pour les différentes compositions : a) S25CRX12, b) S25CRX14 et c) S30CR à l'état brut, et revêtu..	48

Liste des tableaux

CHAPITRE I

Tableau I. 1 : Propriétés typiques du spinelle $MgAl_2O_4$	4
Tableau I. 2 : Quelques propriétés du spinelle.	9

CHAPITRE III

Tableau III. 1 : Composition chimique moyenne (en ppm en poids) fournie par la compagnie	24
Tableau III. 2 : Taille des grains (nm) pour les différents échantillons.....	27
Tableau III. 3 : Paramètres de la distribution granulométrique de sable.....	28
Tableau III. 4 : Les Différentes structures dans la solution SiO_2-ZrO_2 en fonction de nombre d'onde.....	33

CHAPITRE IV

Tableau IV. 1 : Les valeurs de la transmission avant et après sablage.	38
Tableau IV. 2 : Les valeurs de la Rugosité arithmétique Ra avant et après sablage.....	41
Tableau IV. 3 : Les valeurs de la transmission des échantillons sable et revêtu.	43
Tableau IV. 4 : Les valeurs de la rugosité Ra des échantillons sable et revêtu.	45
Tableau IV. 5 : Les valeurs de la dureté des échantillons brut et revêtu.	49

Introduction générale

Introduction générale

Les céramiques transparentes, en particulier le spinelle MgAl_2O_4 , ont un fort potentiel grâce à leur utilisation comme céramiques transparentes de blindage et comme fenêtres de protection pour les capteurs [2] et les dispositifs infrarouges [14] car ces types d'applications exigent des niveaux élevés de performances optiques et mécaniques. De plus, dans un environnement potentiellement agressif (dans les régions sahariennes par exemple), ces caractéristiques doivent être préservées le plus longtemps possible afin de conserver le bon fonctionnement des dispositifs équipés de ce type de matériaux.

Lors des tempêtes de sable, l'érosion des objets en spinelle provoque la formation de défauts répartis aléatoirement sur la surface exposée. Par conséquent, la résistance à la rupture est réduite en raison des défauts de surface et des microfissures ; la rugosité augmente et la transmission optique diminue à cause de la diffusion de la lumière. Malheureusement, il n'y a eu que quelques études dans la littérature traitant le comportement d'érosion des céramiques transparentes [2] et le phénomène restent toujours sombres. Néanmoins, les études sur les autres matériaux fragiles tels que le verre existent et elles sont nombreuses. En effet, les recherches [20],[23],[28] ont montré que l'érosion des matériaux fragiles est affectée par de nombreux facteurs, y compris les propriétés des particules incidentes (propriétés des matériaux cibles (c'est-à-dire leur dureté, leur ténacité à la rupture et leur état de surface) et les conditions d'essai (c'est-à-dire la vitesse d'impact, l'angle d'impact et la température). Lors des tempêtes de sable, tous ces paramètres interviennent en même temps et de façon aléatoire (large gamme de granulométrie, forme variable des grains de sable, vitesses variables au cours d'une même tempête, angles d'impact variables, etc.), Généralement, l'impact du sable peut endommager la surface jusqu'à former des cratères entourés de quelques écailles de tailles variables qui réduisent considérablement à la fois la résistance à la rupture et la transmission optique.

Afin de limiter les effets indésirables causés par l'érosion avec du sable, différentes techniques de renforcement ont été proposées [41] pour corriger les fissures superficielles préexistantes à la surface du spinelle et celles créées par le sablage. Parmi les techniques les plus prometteuses, le dépôt d'une couche mince transparente sur la surface endommagée, améliorant ainsi la transmission optique et la résistance mécanique. Diverses techniques ont été utilisées pour préparer ces couches de dépôt tel que le dépôt chimique en phase vapeur CVD, le dépôt physique en phase vapeur PVD et le dépôt de couche atomique ALD etc. Cependant, ces méthodes ont des coûts élevés et les revêtements produits sont assez cassants. La technique sol-gel est une bonne approche pour obtenir des revêtements homogènes sur une grande variété de substrats, avec un bon contrôle stœchiométrique du processus de synthèse.

L'objectif de ce travail est d'étudier l'amélioration de l'état de surface d'un spinelle transparent par dépôt de couche $\text{SiO}_2\text{-ZrO}_2$ après l'avoir sablé. Cette étude s'intéresse aux propriétés mécaniques et optiques du spinelle transparent revêtu ainsi qu'à son comportement vis-à-vis de l'érosion.

Ce mémoire comporte deux parties principales : partie bibliographique et partie expérimentale.

La partie bibliographique comporte deux chapitres, le premier chapitre a été consacré aux généralités sur le spinelle transparent MgAl_2O_4 , ses propriétés et ses applications, tandis que le deuxième chapitre présente le phénomène de l'érosion, son mécanisme ainsi que ses paramètres. La partie expérimentale est constituée de deux chapitres où le premier est consacré à la description des matériaux, des dispositifs expérimentaux, des différentes techniques de mise en œuvre et de caractérisation. Cependant, le deuxième est réservé à la présentation des résultats expérimentaux et leurs interprétations.

Ce mémoire est couronné par une conclusion générale.