

Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique
Université Ferhat Abbas- Sétif 1
Institut : Optique et Mécanique de Précision
Département : Optique et mécanique de précision
Domaine : Sciences et Technologies
Filière : Optique et Mécanique de Précision
Spécialité : Mécanique des matériaux

Mémoire de Master

Effet du revêtement $\text{SiO}_2\text{-ZrO}_2$ sur les propriétés optiques et mécaniques de différents types de matériaux transparents

Étudié par : Boutahir Hana

Dirigé Par : Dr. A. Zegadi

Devant le jury :

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

Soutenue le : 29/ 06 /2024

Résumé

Les matériaux transparents tels que les verres et les céramiques suscitent un intérêt considérable dans divers domaines en raison de leurs propriétés uniques et polyvalentes. La qualité de la surface de ces matériaux est cruciale car elle influe sur leurs propriétés mécaniques et optiques, en raison de leur contact avec l'environnement. D'où l'importance des traitements de surface, en particulier la déposition de revêtements transparents. L'objectif de ce travail est d'étudier l'effet d'un revêtement transparent $\text{SiO}_2\text{-ZrO}_2$ sur les propriétés de divers matériaux transparents tels que le verre sodo-calcique, le verre crown, le verre flint, le Zerodur et le spinelle transparent MgAl_2O_4 . Pour cela, une caractérisation optique et mécanique des échantillons a été effectuée avant et après le revêtement afin de détecter toutes modifications apportées. De plus, des défauts d'indentation ont été créés pour évaluer le pouvoir correctif de la couche déposée. Les résultats ont montré que le revêtement $\text{SiO}_2\text{-ZrO}_2$ améliore significativement les propriétés optiques et mécaniques, notamment la transmission et la dureté, des matériaux étudiés. Bien que les défauts d'indentation ne soient pas complètement corrigés, ils sont partiellement remplis, ce qui peut améliorer la résistance de la surface et limiter la propagation des fissures.

Mots clés : matériaux transparentes, revêtement sol gel, $\text{SiO}_2 - \text{ZrO}_2$, transmission.

Abstract

Transparent materials such as glass and ceramics take a large interest in various fields due to their unique and versatile properties. The quality of the surface of these materials is crucial as it influences their mechanical and optical properties, owing to their interaction with the environment. Hence, surface treatments, particularly the deposition of transparent coatings, are of paramount importance. The objective of this study is to investigate the effect of a transparent $\text{SiO}_2\text{-ZrO}_2$ coating on the properties of various transparent materials such as soda-lime glass, crown glass, flint glass, Zerodur, and transparent spinel MgAl_2O_4 . To achieve this, optical and mechanical characterization of the samples was conducted before and after coating to detect any improvements. Additionally, indentation defects were intentionally created to evaluate the coating's effect on correcting these flaws. The results showed that the $\text{SiO}_2\text{-ZrO}_2$ coating significantly enhances the optical and mechanical properties, particularly the transmission and hardness, of the materials studied. Although the indentation defects are not completely corrected, they are partially filled and specifically.

Keywords: transparent materials, $\text{SiO}_2 - \text{ZrO}_2$, sol-gel coating, transmittance.

ملخص

تجذب المواد الشفافة مثل الزجاج والسيراميك اهتمامًا كبيرًا في مختلف المجالات نظرًا لخصائصها الفريدة والمتعددة الاستخدامات. تعد جودة سطح هذه المواد أمرًا بالغ الأهمية لأنها تؤثر على خصائصها الميكانيكية والبصرية، وذلك بسبب اتصالها بالبيئة الخارجية. ومن هنا تأتي أهمية المعالجات السطحية، وخاصة ترسيب الطلاءات الشفافة. الهدف من هذا العمل هو دراسة تأثير الطلاء الشفاف $\text{SiO}_2\text{-ZrO}_2$ على خواص مختلف المواد الشفافة مثل الزجاج العادي، زجاج الكراون، زجاج الفلينت، الزيروودور والسبيل الشفاف. ولهذا، تم إجراء بعض الاختبارات البصرية والميكانيكية للعينات قبل وبعد الطلاء من أجل الكشف عن أي تعديلات تم إجراؤها. بالإضافة إلى ذلك، تم إنشاء بعض العيوب لتقييم مدى قابلية الطلاء لمعالجة السطح. وأظهرت النتائج أن طلاء $\text{SiO}_2\text{-ZrO}_2$ يحسن بشكل كبير الخواص البصرية والميكانيكية، بما في ذلك الانتقال البصري وصلابة المواد التي تمت دراستها. على الرغم من أن العيوب المحدثة سالفًا لم يتم تصحيحها بالكامل، إلا أنه تم ملؤها جزئيًا، مما يمكن أن يحسن مقاومة السطح ويحد من انتشار الشقوق.

الكلمات المفتاحية: المواد الشفافة، $\text{SiO}_2 - \text{ZrO}_2$ ، طلاء سول جل، الانتقال البصري.

Sommaire

Résumé

Introduction générale	1
Chapitre I : Matériaux transparents	3
I.1 Les verres	3
I.1.1 Généralité	3
I.1.2 Transparence du verre	3
I.1.3 Propriétés mécaniques du verre	4
I.2 Les verres optiques	4
I.2.1 Définition	5
I.2.2 Les types des verres optiques	5
I.2.2.1 Le verre flint	6
I.2.2.2 Le verre crown	6
I.2.3 Les propriétés des verres optiques	6
I.2.3.1 Les propriétés optiques	7
I.2.3.1.1 La réfraction	7
I.2.3.1.2 La dispersion et le nombre d'Abbe	7
I.2.3.1.3 La transmission optique	8
I.3 Le zerodur	9
I.3.1 Définition	9
I.3.2 Propriétés du zerodur	9
I.3.3 Applications du zerodur	10
I.4 Le spinelle transparent	11
I.4.1 Définition	11
I.4.2 Propriétés du spinelle MgAl_2O_4	12
I.4.3 Domaines d'application	12
Chapitre II : Les revêtements	14
II.1 L'état de surface des matériaux transparents	14
II.2 Les défauts de surface	14
II.3 Les couches minces	15
II.3.1 Généralités sur les couches minces	15
II.3.2 Techniques de dépôt de couche minces	16
II.3.2.1 Elaboration des dépôts par voie physique	17
II.3.2.2 Elaboration par voie chimique	17

II.3.2.3 La Méthode Sol-Gel.....	17
II.3.2.3.1 Le spin-coating.....	19
II.3.2.3.2 Le dip-coating ou « trempage-tirage ».....	19
II.4 Les revêtements SiO ₂ -ZrO ₂	20
II.4.1 Les propriétés et les applications des revêtements SiO ₂ -ZrO ₂	20
II.4.1.1 La zircone ou oxyde de zirconium (ZrO ₂) :	21
II.4.1.2 La silice ou oxyde de silicium (SiO ₂)	22
II.5 Les modes de réparation des défauts par les revêtements Sol-Gel	22
Chapitre III : Procédure expérimentale	24
III.1 Objectif du travail.....	24
III.2 Matériaux utilisés	24
III.3 Préparation des échantillons	25
III.3.1 Rodage des échantillons	25
III.3.2 Polissage des échantillons.....	26
III.4 Caractérisations des échantillons	27
III.4.1 Observations microscopiques	27
III.4.2 Spectroscopie UV-Visible	28
III.4.3 Profilomètre tactile	29
III.4.4 Dureté Vickers	29
III.4.5 Ellipsomètre spectroscopique	30
III.5 Procédé de revêtement.....	31
III.5.1 Préparation de la solution	31
III.5.2 Caractérisation de la solution par FTIR.....	32
III.5.3 Nettoyage des échantillons	33
III.5.4 Dépôt de la couche mince	34
Chapitre IV : Résultats et discussion.....	36
IV.1 Effet du revêtement sur les propriétés optiques des échantillons	36
IV.1.1 La Transmission optique	36
IV.1.1.1 L'effet du revêtement sur la transmission optique des échantillons	37
IV.1.2 L'effet du revêtement sur l'indice de réfraction des échantillons.....	38
IV.2 Effet du revêtement sur la morphologie de la surface.....	39
IV.3 Effet du revêtement sur les propriétés mécaniques des échantillons	40
IV.4 Effet du revêtement sur les défauts	42
Conclusion générale	44
Références bibliographiques	

Liste des figures

Chapitre I

Figure I.1 : Interaction d'une onde lumineuse incidente avec une lame de verre.....	4
Figure I.2 : Verres optiques.	5
Figure I.3 : Relation entre l'indice de réfraction et le nombre d'Abbe des verres optiques.	8
Figure I.4 : Le verre zerodur	9
Figure I.5 : Miroir de télescope.	11
Figure I.6 : Céramique transparente en MgAl_2O_4	11

Chapitre II

Figure II.1 : Classification des techniques de déposition des couches minces.	16
Figure II.2 : Description schématique du processus de polymérisation sol-gel.	18
Figure II.3 : Principe du spin-coating.	19
Figure II.4 : Dépôt de couches minces par dip-coating (le substrat est immergé dans la solution et remonté à vitesse constante).	20
Figure II.5 : La fonction de différent type de revêtements.	22

Chapitre III

Figure III. 1 : Matériaux utilisés.	24
Figure III.2 : Polissoir utilisé.	25
Figure III.3 : Grains abrasifs d'oxyde d'alumine classés en trois fractions distinctes de gauche à droite respectivement : F80, F14 et F10.	26
Figure III. 4 : : Poudre d'oxyde de cérium utilisé.	27
Figure III.5 : Microscope optique.	28
Figure III. 6 : Spectroscopie UV-Visible.	28
Figure III.7 : Profilomètre tactile.....	29
Figure III.8 : Le duromètre Vickers.....	30
Figure III.9 : Ellipsomètre spectroscopique.	30
Figure III.10 : Agitation continue durant la préparation de la solution à déposer.	31
Figure III. 11 : Spectre infrarouge de la solution $\text{SiO}_2\text{-ZrO}_2$	32
Figure III.12 : Dispositif du dip-coating utilisé.	34
Figure III.13 : Micrographie de l'échantillon Crown abimé.....	35

Chapitre IV

Figure IV.1 : L'évolution de la transmission des échantillons a l'état brut.....	36
Figure IV.2 : L'évolution de la transmission des échantillons avant et après le revêtement. .	37
Figure IV.3 : L'évolution de l'indice de réfraction des échantillons avant et après le revêtement.	38
Figure IV.4 : L'évolution de la rugosité des échantillons avant et après le revêtement.	40
Figure IV. 5 : Evolution des défauts d'indentation avant et après revêtement.	43

Liste des tableaux

Chapitre I

Tableau I.1 : Propriétés du zerodur.	10
Tableau I.2 : Principales propriétés du spinelle MgAl_2O_4	12

Chapitre III

Tableau III.1 : Temps de rodage spécifique pour chaque échantillon.	26
Tableau III.2 : Temps de polissage pour chaque échantillon.	27
Tableau III.3 : Les Différentes structures dans la solution $\text{SiO}_2\text{-ZrO}_2$ en fonction de nombre d'onde.	33

Chapitre IV

Tableau IV.1 : Les valeurs de l'indice de réfraction obtenue avant et après le revêtement. ...	39
Tableau IV.2 : Les valeurs de la dureté obtenue avant et après le revêtement.	41
Tableau IV. 3 : L'évolution de la profondeur des défauts d'indentation avant et après revêtement.	43

Introduction générale

Introduction générale

Les matériaux transparents, tels que les verres et les céramiques, suscitent un intérêt considérable dans une multitude de domaines en raison de leurs propriétés de transparence. Cette caractéristique est appréciée non seulement pour des considérations esthétiques, mais également pour des applications optiques (lentilles, écrans, fenêtres) et photoniques (milieux amplificateurs laser). Par exemple les verres optiques jouent un rôle crucial dans la miniaturisation des appareils tels que les lentilles optiques pour les objectifs d'appareils photo. Le verre sodo-calcique, quant à lui, est largement employé dans la fabrication de pare-brise pour véhicules et avions ainsi que dans diverses applications architecturales en raison de sa transparence et de sa résistance aux chocs [1]. Le Zerodur, utilisé dans les miroirs de télescopes, est essentiel pour des applications optiques de haute précision [12]. De même, la spinelle, une céramique transparente, utilisée dans des applications de sécurité, comme le blindage transparent et les dômes de missiles transparents aux rayons infrarouges, grâce à sa capacité à transmettre la lumière tout en offrant une résistance mécanique élevée [2]. Outre leur capacité à laisser passer la lumière, ces matériaux doivent également répondre à des exigences de performance mécanique pour garantir leur durabilité et leur efficacité dans des environnements variés [3].

La qualité de la surface des matériaux transparents est particulièrement importante, car elle influence leurs propriétés de base, notamment leur résistance mécanique, leurs propriétés optiques et leur interaction avec l'environnement. Les défauts de surface, tels que les microfissures et les rugosités, peuvent considérablement altérer la transmission optique et la résistance mécanique des matériaux, compromettant ainsi leur fonctionnalité. Pour relever ces défis, différentes méthodes de renforcement ont été développées, parmi lesquelles le dépôt des couches minces transparentes se distingue par sa capacité à améliorer les propriétés de surface des matériaux transparents. La méthode sol-gel, en particulier, permet de produire des revêtements homogènes et adhérents à basse température sur une grande variété de substrats. Grâce à des techniques comme le spin-coating et le dip-coating, un contrôle précis de l'épaisseur et de la composition des couches est permis, améliorant à la fois les propriétés optiques et mécaniques des surfaces [4].

Les revêtements composés de $\text{SiO}_2\text{-ZrO}_2$ ont suscité un intérêt croissant en raison de leurs propriétés uniques et de leurs vastes applications potentielles. Plusieurs études [4], [5] ont démontré que ces revêtements peuvent améliorer les propriétés optiques et mécaniques des surfaces endommagées par le sablage, corrigeant ainsi les défauts de surface sur le verre

sodo-calcique, et le spinelle. Cependant, il existe encore peu d'études sur l'effet de ces revêtements sur l'amélioration des propriétés optiques et mécaniques du verre sodo-calcique à l'état brut comme les résultats obtenu par Z. He et al [6]. De plus, l'utilisation de ces revêtements pour corriger d'autres types de défauts, comme les défauts d'indentation, reste largement inexplorée. Cette étude se concentre donc sur l'effet du revêtement $\text{SiO}_2\text{-ZrO}_2$ sur les propriétés optiques et mécaniques de différents types des matériaux transparents à l'état brut, tels que les verres optiques (flint et crown), le verre sodo-calcique, la vitrocéramique (zerodur) et le spinelle transparent. L'objectif est d'explorer comment ces revêtements peuvent optimiser les performances de ces matériaux tout en cherchant à corriger les défauts d'indentation.

Ce mémoire est structuré en deux parties principales : une partie bibliographique et une partie expérimentale.

La partie bibliographique est composée de deux chapitres. Le premier chapitre explore les matériaux transparents tels que le verre optique, la vitrocéramique (Zerodur) et le spinelle (MgAl_2O_4), ainsi que leurs propriétés et applications. Le second chapitre présente les revêtements, les différentes méthodes de dépôt, et examine en détail la méthode sol-gel, en mettant particulièrement l'accent sur les revêtements $\text{SiO}_2\text{-ZrO}_2$. La partie expérimentale est également structurée en deux chapitres. Le premier chapitre décrit les matériaux utilisés, les dispositifs expérimentaux, ainsi que les différentes techniques de caractérisation. Le second chapitre est consacré à la présentation des résultats expérimentaux et à leur interprétation.

Ce mémoire se conclut par une conclusion générale.