



HAL
open science

Matériaux et procédés de la micro- et macro- texturation de surface de revêtements de sols : propriétés optiques et tribologiques

Benoît Wittmann

► To cite this version:

Benoît Wittmann. Matériaux et procédés de la micro- et macro- texturation de surface de revêtements de sols : propriétés optiques et tribologiques. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université Paris sciences et lettres, 2020. Français. NNT : 2020UPSLM079 . tel-03919930

HAL Id: tel-03919930

<https://pastel.hal.science/tel-03919930>

Submitted on 3 Jan 2023

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

THÈSE DE DOCTORAT
DE L'UNIVERSITÉ PSL

Centre de mise en forme des matériaux, Mines Paris

**Matériaux et procédés de la micro- et macro-
texturation de surface de revêtements de sols :
propriétés optiques et tribologiques.**

Soutenance prévue par

Benoît Wittmann

Le 17 décembre 2020

Ecole doctorale n° 364

**Sciences fondamentales
et appliquées**

Spécialité

**Mécanique numérique
et matériaux**

Composition du jury :

Marie-Christine BAIETTO Directrice de recherche, CNRS	<i>Présidente</i>
Gaël OBEIN Maître de conférences, CNAM	<i>Rapporteur</i>
Marie-Ange BUENO Professeur, Université de Haute Alsace	<i>Rapporteuse</i>
Marie-Christine BAIETTO Directrice de recherche, CNRS	<i>Examinatrice</i>
Christian GAUTHIER Professeur, Université de Strasbourg	<i>Examineur</i>
Alain CASOLI Docteur, Tarkett	<i>Examineur</i>
Pierre MONTMITONNET Directeur de recherche, MINES Paris	<i>Directeur de thèse</i>

Remerciements

Ce travail de thèse est le fruit d'une collaboration entre Tarkett, le centre de mise en forme des matériaux de Mines ParisTech et l'institut Charles Sadron. De ce fait, ce projet a fait intervenir de nombreuses personnes que j'aimerais remercier ici.

Pour commencer, je remercie Pierre Montmitonnet, mon directeur de thèse. Son expertise ainsi que sa bienveillance m'ont permis de mener ce projet dans des conditions optimales, tant sur le plan humain que scientifique. Merci également à Jean-François Agassant et Alain Burr, mes co-encadrants, dont les conseils, suggestions et remarques, m'ont été d'une aide précieuse.

Côté Tarkett, merci à Alain Casoli et Richard Peres pour la confiance qu'ils m'ont accordée tout au long de ce travail de thèse. Leur regard industriel sur les résultats scientifiques établis au fur et à mesure des travaux ont conduit à des discussions passionnantes lors de nos nombreuses réunions. Merci également à Guillaume Fascella pour avoir apporté son expertise sur la formulation des polyuréthanes. J'aimerais aussi remercier toute l'équipe du pilote de Wiltz, et en particulier Philippe Caseau et Jonathan Thiry pour m'avoir largement aidé dans la préparation des nombreux échantillons.

Un grand merci à Christian Gauthier pour m'avoir suivi et conseillé tout au long de la thèse. Merci également à son équipe pour m'avoir accueilli à plusieurs reprises dans leur laboratoire de l'Institut Charles Sadron. Je remercie tout particulièrement Damien Favier, sans qui de nombreux résultats présentés ici n'auraient pas vu le jour.

Enfin, je tiens à remercier chaleureusement mes parents, pour le soutien sans faille qu'ils m'ont apporté durant ces 8 années d'études.

Sommaire

1	Introduction	11
1.1	Qu'attend-on d'un revêtement de sol?	12
1.2	Problématiques abordées dans ce travail de thèse	12
1.2.1	Problématique générale	12
1.2.2	Relation rugosité-brillance	13
1.2.3	Mesurer la brillance	13
1.2.4	Evolution temporelle de l'aspect visuel par l'usure	14
1.2.5	Résistance à la rayure	15
1.3	Les matériaux étudiés	16
1.3.1	Structure du matériau	16
1.3.2	La «couche d'usure» en PVC	18
1.3.3	Le vernis anti-rayure en polyuréthane	19
2	Influence de la rugosité sur la brillance : mesure et modélisation de la BRDF	21
2.1	Bibliographie	22
2.1.1	La brillance	22
2.1.2	Bidirectional reflectance distribution function (BRDF)	23
2.1.3	Mesure de BRDF	23
2.1.3.1	Gonio-spectrophotométrie	24
2.1.3.2	Par optique de Fourier	25
2.1.4	Modèles de BRDF	27
2.1.4.1	Les différentes approches	27
2.1.4.2	Modèles empiriques	28
2.1.4.3	Modèles d'optique physique	30
2.1.4.4	Modèles d'optique géométrique	32
2.2	Matériels et méthodes	35
2.2.1	Echantillons étudiés	35
2.2.2	Rugosimétrie confocale	35
2.2.3	Brillancemètre	36
2.2.4	Goniospectrophotomètre 2D (CEMEF)	36
2.2.5	Goniospectrophotomètre 3D (Lighttec)	37
2.3	Evaluation de l'indice de réfraction du vernis par une simple mesure au brillancemètre	37
2.3.1	Que signifie la valeur affichée par le brillancemètre?	37
2.3.2	Conséquence sur la dépendance à l'angle d'incidence de la mesure	38
2.3.3	Déduction d'un indice de réfraction approché	39
2.4	Le modèle de BRDF	41
2.4.1	Mesure de la fonction de distribution des pentes	41

2.4.2	Réflexion par une facette	41
2.4.3	Proportion de la lumière réfléchie par une facette	43
2.4.4	Calcul de la BRDF	44
2.5	Influence de la rugosité et des propriétés physiques	45
2.5.1	Mesures de la rugosité des échantillons	45
2.5.2	Calculs numériques	48
2.5.2.1	Hauteur des BRDF	48
2.5.2.2	Largeur des BRDF dans le plan spéculaire	49
2.5.2.3	Relation entre BRDF et perception visuelle	49
2.5.3	Etude expérimentale	51
2.5.3.1	Mesures au goniospectrophotomètre 2D	51
2.5.3.2	Comparaison modèle/expérience	52
2.5.3.3	Incertitude sur la mesure	54
2.6	Influence de l'angle d'incidence	55
2.6.1	Influence de l'angle d'incidence sur matériaux polymères	56
2.6.2	Influence de l'angle d'incidence sur matériaux métallisés	56
2.6.3	Qu'en est-il du brillancemètre ?	60
2.7	Comparaison aux mesures faites au brillancemètre	61
2.7.1	Méthode de calcul	61
2.7.2	Résultats	62
2.8	Mesures tridimensionnelles de la BRDF	67
2.8.1	Objectif	67
2.8.2	Résultats	67
2.9	Conclusions	71
3	Une démarche d'analyse de la résistance à la rayure	73
3.1	Bibliographie	74
3.1.1	L'essai de rayure	74
3.1.1.1	Principe de l'essai	74
3.1.1.2	Déformation et vitesse de déformation représentatives	74
3.1.2	Matériaux massifs	76
3.1.2.1	Les différents comportements à la rayure	76
3.1.2.2	Conditions d'apparition des différents endommagements	77
3.1.2.3	Apport de la vision in-situ du contact	79
3.1.2.4	Simulations numériques de l'essai de rayure	81
3.1.3	Matériaux revêtus	84
3.1.3.1	Modes d'action d'un vernis anti-rayure	85
3.1.3.2	Modes d'endommagement d'un système substrat/vernis	87
3.1.3.3	Caractérisation de l'adhésion substrat/vernis	90
3.1.3.4	Simulations numériques sur matériau revêtu	94
3.2	Matériaux étudiés	97
3.2.1	La «couche d'usure» en PVC	98
3.2.1.1	Analyse mécanique dynamique	98
3.2.1.2	Essais de traction	98
3.2.2	Le vernis anti-rayure en polyuréthane	99
3.2.2.1	Analyse mécanique dynamique	99
3.2.2.2	Essais de traction	100
3.2.3	Relaxation viscoélastique du matériau revêtu	101
3.3	Méthode d'analyse	102

3.4	Essai de rayure instrumenté avec vision in situ	103
3.4.1	Appareil utilisé	103
3.4.2	PVC non revêtu	104
3.4.3	PVC revêtu	105
3.5	Profondeur des sillons résiduels	107
3.6	Caractérisation tridimensionnelle des fissures par tomographie RX	108
3.6.1	Principe	108
3.6.2	Appareil utilisé	110
3.6.3	Résultats	110
3.7	Simulations numériques de l'essai de rayure	114
3.7.1	Présentation du modèle	114
3.7.2	Taille du domaine : effets de bords, régime stationnaire	117
3.7.3	Validation du modèle	119
3.7.4	Influence du vernis sur la déformation du matériau	121
3.7.5	Analyse des mécanismes de fissuration	122
3.7.6	Evaluation de la contrainte de rupture du vernis	124
3.8	Conclusions	125
4	Effet de l'échelle de sollicitation sur la réponse du matériau à la rayure	127
4.1	Objectif	128
4.2	Appareil : Nano-scratch	129
4.3	Expériences	129
4.3.1	Indenteur de rayon de pointe $2, 1\mu m$	129
4.3.2	Indenteur de rayon de pointe $22\mu m$	131
4.3.3	Comment la structure est-elle sollicitée suivant l'échelle à laquelle elle est rayée ?	133
4.4	Simulations numériques	134
4.4.1	Le modèle	134
4.4.2	Résultats	135
4.5	Conséquences sur l'optimisation du matériau	139
4.6	Échelle de caractérisation des tests d'usure accélérée de revêtements de sols	140
4.6.1	Les différents essais	140
4.6.2	Analyse des rayures formées	140
4.7	Conclusions	142
5	Visibilité des rayures	143
5.1	Objectif	144
5.2	Bibliographie	144
5.2.1	Visibilité des rayures suivant l'échelle	144
5.2.2	Influence de la morphologie des rayures	145
5.2.3	Influence de la brillance du matériau	149
5.2.4	Influence de la texture du matériau	151
5.2.5	Le mar	152
5.2.6	Liens avec les travaux effectués dans ce travail de thèse	153
5.3	Visibilité des micro-rayures (indenteur de $100\mu m$)	154
5.3.1	Rayures parallèles	154
5.3.2	Rayures résiduelles	155
5.3.3	Mesure des BRDF au goniospectrophotomètre	156
5.3.4	Discussions	156

5.4	Application du modèle de BRDF à la visibilité des nano-rayures (indenteur de $2\mu m$)	158
5.4.1	Rayures parallèles	158
5.4.2	Visibilité à l'oeil	159
5.4.3	Morphologie des rayures formées	159
5.4.4	Rugosité des échantillons	160
5.4.5	Différence optique... ou mécanique?	165
5.4.6	Calcul de la BRDF	165
5.4.7	Mesure de la BRDF au goniospectrophotomètre	167
5.4.8	Critère de visibilité	168
5.5	Conclusions	168
6	Optimisation de la résistance à la rayure du matériau revêtu	171
6.1	Objectif	172
6.2	Méthodes	173
6.2.1	Essais de rayure	173
6.2.2	Modèle numérique	173
6.3	Influence de la rigidité du substrat	174
6.3.1	Matériaux étudiés	174
6.3.2	Essais de rayure	175
6.3.3	Simulations numériques	176
6.3.4	Discussions	178
6.4	Influence de la rigidité du vernis	180
6.4.1	Matériaux étudiés	180
6.4.2	Essais de rayure	181
6.4.3	Simulations numériques	182
6.4.4	Discussions	184
6.5	Influence de l'épaisseur du vernis	186
6.5.1	Fabrication des matériaux	186
6.5.2	Essais de rayure	186
6.5.3	Simulations numériques	188
6.5.4	Discussions	190
6.6	Conclusions	190
7	Conclusion générale	193
A	Généralisation des résultats du chapitre 6 : modèle analytique d'indentation d'un matériau revêtu	207
A.1	Objectif	208
A.2	Le modèle	208
A.2.1	Fondation élastique	208
A.2.2	Application de la théorie des poutres au vernis	209
A.2.3	Résolution de l'équation différentielle	211
A.3	Simulation numérique de l'essai d'indentation	212
A.3.1	Le modèle numérique	212
A.3.2	Détermination de L_c par analyse inverse	213
A.4	Résultats du modèle analytique	214
A.4.1	Influence de la rigidité du substrat	214
A.4.2	Influence de la rigidité du vernis	215
A.4.3	Influence de l'épaisseur du vernis	216

SOMMAIRE

A.5 Limites du modèle, discussions	218
A.6 Conclusions	219

Chapitre 1

Introduction

1.1 Qu’attend-on d’un revêtement de sol ?

Le revêtement de sol fait partie intégrante du design d’une pièce. L’ambiance de cette pièce est donc fortement liée au matériau choisi (carrelage, plancher, linoleum...). Ainsi, l’aspect visuel de ces matériaux est une question fondamentale pour l’industrie du revêtement de sol. Différents paramètres ont une influence sur cet aspect visuel : la couleur, la texture, la transparence, la brillance ou encore le scintillement¹. Contrôler ces différents paramètres est donc un enjeu important.

Par ailleurs les revêtements de sol sont des matériaux soumis quotidiennement à des sollicitations mécaniques (marche, glissement de chaise, nettoyage, fluage sous des pieds de meubles...) susceptibles de provoquer l’usure du produit. Or, cette usure dégrade l’aspect visuel du produit, et il n’est évidemment pas intéressant de produire un matériau d’une grande qualité visuelle, si celle-ci se retrouve dégradée après quelques semaines d’usage. On comprend alors l’intérêt d’optimiser les propriétés mécaniques ainsi que la structure des produits de manière à prévenir au maximum ces différents modes d’usure.

Autre rôle joué par le revêtement de sol : l’isolation acoustique. Suivant les matériaux utilisés et leur structure, le revêtement de sol diffuse plus ou moins les ondes sonores. Bien sûr, l’enjeu est de maximiser cette isolation acoustique pour limiter les nuisances sonores susceptibles de traverser les étages (chutes d’objets, marche avec chaussures à talons, aspirateur...). Enfin, puisque les revêtements de sol sont des matériaux avec lesquels on interagit quotidiennement, ils doivent remplir de nombreux critères de sécurité. Quelques exemples : la résistance au feu (pour ralentir la propagation d’un incendie), l’adhérence en contact sec (pour éviter les chutes), l’adhérence en contact humide (particulièrement important pour les salles d’eau) etc.

La conception d’un revêtement de sol est donc complexe et à la croisée de nombreuses disciplines scientifiques (chimie, optique, mécanique, acoustique...), d’où l’intérêt d’étudier ces questions en détails.

1.2 Problématiques abordées dans ce travail de thèse

1.2.1 Problématique générale

Ce travail de thèse se focalise sur la brillance et son évolution temporelle avec l’usure. En effet, la brillance constitue un facteur majeur de la manière dont on perçoit un matériau. Suivant l’application et le marché visé, on peut être amené à produire des matériaux très brillants, semi-brillants, mats, très mats etc. Toutefois, comme nous le verrons par la suite, il n’y a pas de difficulté industrielle à produire des matériaux très brillants (entendons bien, brillant pour un revêtement de sol, on ne vise pas ici la brillance d’un miroir de télescope), l’enjeu est surtout du côté des matériaux mats. Si on produit un revêtement imitation bois en PVC par exemple, il faut qu’il soit très mat, sinon on voit qu’il s’agit de plastique et l’effet est manqué. Autre raison de fabriquer des matériaux mats : il a été rapporté que dans les maisons de retraite, lorsque le revêtement de sol est trop brillant dans des longs couloirs, les personnes âgées sont déséquilibrées par les reflets des lampes sur le sol. Il est donc important de contrôler la brillance, tant pour des raisons esthétiques que techniques. Les deux questions principales autour desquelles a tourné ce travail de thèse sont les suivantes :

- Quels sont les paramètres du matériau qui contrôlent la brillance, et comment relier quantitativement ces paramètres à cette brillance ?

1. Hétérogénéité spatiale de la brillance qui fait apparaître des points brillants localement [1] [2]

- Comment optimiser le matériau et la structure pour augmenter sa résistance à l'usure, de manière à minimiser l'évolution temporelle de la brillance ?

1.2.2 Relation rugosité-brillance

Lorsqu'une surface est lisse, les rayons lumineux qui arrivent à sa surface sont réfléchis dans la direction spéculaire², l'échantillon est brillant. A l'inverse, lorsque l'échantillon est rugueux, la lumière est diffusée dans des directions diverses et variées, l'échantillon est mat. Ceci est illustré sur la FIGURE 1.

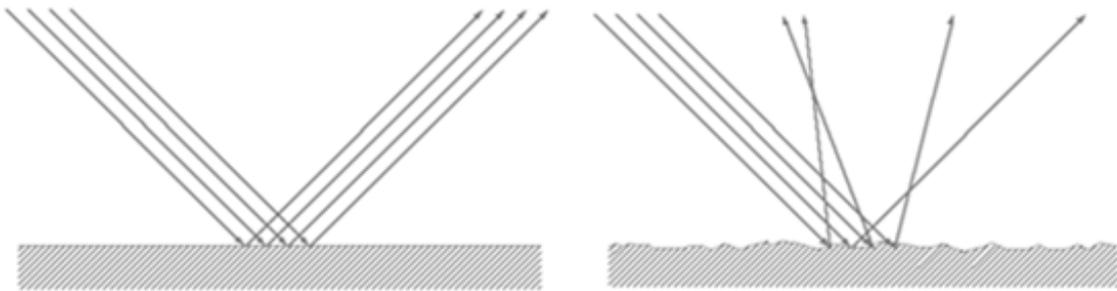


FIGURE 1 – Réflexion spéculaire vs réflexion diffuse

L'objectif est de comprendre comment, géométriquement et physiquement, la rugosité diffuse la lumière pour ensuite relier quantitativement la rugosité mesurée sur un échantillon à la façon dont il diffuse la lumière. C'est l'objet du chapitre 2 de ce mémoire.

1.2.3 Mesurer la brillance

Mesurer rigoureusement une perception sensorielle, par exemple la brillance, est impossible pour au moins deux raisons :

- La perception sensorielle se fait en deux étapes. Premièrement, la mesure par l'organe sensoriel (l'œil pour la mesure de la brillance). La compréhension de cette étape dépend de la compréhension qu'on a de l'organe en question. Admettons qu'en ce qui concerne l'œil, cette compréhension est assez bonne pour que cette étape ne soit pas limitante. Deuxièmement l'information physique (le signal lumineux dans notre cas) qui a été transformé en message électro-chimique par l'organe (l'œil) est traité par le cerveau, et c'est cette étape qui est limitante. Ce qui nous intéresserait serait de décrire par quelques valeurs la façon dont on perçoit le phénomène. Or, le cerveau est un organe bien trop complexe pour pouvoir décrire uniquement par quelques nombres la façon dont il traite et transforme l'information.
- Quand bien même nous serions capables de décrire de manière relativement simple la façon dont le cerveau traite l'information, il se poserait un second problème : comment s'assurer que deux personnes différentes perçoivent un même stimulus de

2. La direction spéculaire correspond à la direction symétrique de la direction incidente, par rapport à la normale à la surface (1^{ère} loi de Snell-Descartes)

la même manière ? A vrai dire il n'en est rien, et pour s'en convaincre, il suffit d'observer la sensibilité aux fortes luminosités qu'ont les personnes aux yeux clairs.

Caractériser la perception n'est donc pas une science exacte pour ces deux raisons. Toutefois, dans de nombreux cas, il est nécessaire de quantifier, ou du moins de discriminer différents niveaux de perception. En ce qui concerne les revêtements de sol, la brillance est un indicateur de qualité, au même titre que l'adhérence ou l'isolation acoustique. Par conséquent, il est nécessaire de décrire la brillance d'une manière ou d'une autre. L'appareil utilisé est le brillancemètre qui permet de mesurer la quantité de lumière réfléchie dans la direction spéculaire pour un angle d'incidence donné. Cette méthode est très répandue dans l'industrie (automobile, peinture, vernis, mobilier...) car elle a l'avantage d'être simple et la mesure est rapide. Toutefois, dans de nombreux cas, elle s'avère insuffisante car la mesure donne des résultats qui vont à l'encontre de la perception visuelle (échantillon mesuré très mat alors qu'il semble brillant à l'œil, et inversement). Un des objectifs de ce travail de thèse est de mettre en évidence les raisons pour lesquelles la mesure au brillancemètre est parfois décorrélée du perçu visuel. On retrouvera cette problématique en filigrane du chapitre 2, en apportant différentes interprétations à ce problème. De plus, une comparaison sera faite avec des mesures par goniospectrophotométrie, mesure plus riche d'information, comme nous le verrons dans le chapitre 2.

1.2.4 Evolution temporelle de l'aspect visuel par l'usure

Comme évoqué plus haut, l'usure est une problématique fondamentale dans l'industrie du revêtement de sol. De nombreux modes d'usure sont susceptibles d'intervenir pendant sa durée de vie. Une thèse a déjà été réalisée par Olivier Buchheit en 2004 [3], pour Tarkett, dans le but d'étudier les différents modes d'usure qui apparaissent en usage et leur fréquence d'apparition. Pour ce faire, l'auteur place des échantillons de revêtements de sol à des endroits où il y a beaucoup de passage (devant la porte d'entrée du laboratoire, devant la porte des WC...) et les laisse tels quels pendant plusieurs mois. A la fin de l'expérience, il récupère les échantillons et observe au microscope les différents modes d'usure engagés. Il en dénombre cinq :

- **"Piqûres"** : il s'agit de trous dont la le diamètre moyen est de l'ordre de la dizaine de micromètres. Ces défauts sont déjà présents en sortie de ligne de production (et ne sont donc pas réellement liés à de l'usure). Cependant, ils sont invisibles à l'œil nu en sortie de production et deviennent visibles avec le trafic par encrassement (des saletés viennent se loger dans les trous, les rendant ainsi visibles).
- **"Fentes"** : ce sont des trous d'un diamètre moyen de l'ordre du millimètre. Contrairement aux piqûres, ces défauts n'existent pas en sortie de ligne de production, et sont donc bien le fruit de l'usure.
- **Transferts permanents** : ce sont les traces de semelles. Il s'agit d'un dépôt de polymère de la semelle des chaussures engendré par leur frottement sur le revêtement de sol.³

3. Ce mécanisme a été étudié en détails quelques années plus tard dans le cadre d'un post doctorat. Il a été montré que lors du frottement d'une semelle en élastomère sur un revêtement de sol polymère, la température de contact monte au-delà de 100 ° C (donc au-dessus de la température de transition vitreuse des polymères qui constituent le sol). Il y a donc un couplage thermo-mécanique fort... bien plus complexe et intéressant qu'un "simple" dépôt de matière.

- **Rayures fines** : il les définit comme les rayures ayant une largeur inférieure à 60 μm
- **Rayures macroscopiques** : il les définit comme les rayures ayant une largeur supérieure à 60 μm

Dans un second temps, il compte les défauts de chaque type et en déduit une densité surfacique. Enfin, il évalue l'impact de ces défauts sur l'esthétique du produit. Cette évaluation est faite visuellement.

Tableau 1 – Densité surfacique des défauts et impact sur l'esthétique, d'après [3].

Défaut	Densité surfacique (défaut/ m^2)	Impact sur l'esthétique
Piqûres	Innombrables	Faible
Fentes	500	Faible
Transferts permanents	55	Moyen
Rayures fines	510	Moyen
Rayures macroscopiques	180	Fort

Comme le montre le Tableau 1, les rayures (fines et macroscopiques) sont nombreuses et visibles. C'est donc un mécanisme d'usure particulièrement sensible qu'il convient de comprendre et de prévenir. C'est pour cette raison que ce travail de thèse se focalise principalement sur la rayure comme mode d'usure ayant une influence sur l'aspect visuel.

1.2.5 Résistance à la rayure

La résistance à la rayure est une problématique inhérente à de nombreux secteurs industriels (peintures, vernis, automobiles, écrans, cosmétiques, meubles, lunettes etc). Or, la formation des rayures est directement liée à la façon dont le matériau est sollicité. Prenons l'exemple d'une peinture de voiture : la première sollicitation à laquelle on pense dans ce cas est la rayure par une clé, formant une grosse rayure de l'ordre du millimètre de largeur, visible à l'œil nu. Mais il existe d'autres scénarios dans lesquels des rayures peuvent se former sur cette peinture. C'est notamment l'objet de la thèse de Patricia Bertrand-Lambotte [4] en 2001, pour PSA, qui s'intéresse aux rayures formées sur la peinture d'une voiture par des brosses de lavage automatique. Ces rayures ont une largeur de l'ordre de la dizaine de micromètres. Elles sont invisibles à l'œil nu mais nuisent à l'aspect de la peinture en faisant diminuer sa brillance⁴. Intuitivement, on conçoit que suivant l'échelle à laquelle est sollicité le matériau, ni sa réponse mécanique ni l'influence visuelle de la rayure ne seront les mêmes.

Qu'en est-il des revêtements de sol ?

Au vu de l'exemple automobile décrit ci-dessus, il convient de se demander avant toute considération technique, de quelle manière peuvent apparaître des rayures sur un revêtement de sol. Quelques exemples :

- En déplaçant un meuble : le pied de meuble soumis à un fort chargement peut déformer et rayer le sol. Il s'agira alors de grosses rayures visibles à l'œil nu.

4. Cette problématique est donc extrêmement proche de la nôtre.

- A cause d'une aspérité coincée sous la semelle de la chaussure : il suffit alors de marcher en trainant les pieds pour rayer le sol. A priori, ce mode de rayage peut former des rayures à toutes les échelles suivant la taille de l'aspérité (rayure de l'ordre du millimètre pour un caillou, de la centaine de micromètres pour un grain de sable, inférieur à dix micromètres pour une poussière).
- Par une machine de nettoyage de sol : on retrouve un mode de sollicitation proche des brosses de lavage automatique pour voiture. A priori, de cette manière on forme principalement des rayures de largeur inférieure à dix micromètres.

Ainsi, les revêtements de sol peuvent être rayés à toutes les échelles. Dans le chapitre 3 de ce mémoire, nous nous intéresserons à la résistance du matériau aux "grosses rayures". Puis, dans le chapitre 4, nous verrons comment l'échelle de sollicitation influence la réponse mécanique du matériau. Dans le chapitre 5, un lien entre la morphologie des rayures et leur visibilité est dressé. Enfin, fort de ces enseignements, nous aborderons dans le chapitre 6 différentes voies d'optimisation du matériau.

1.3 Les matériaux étudiés

1.3.1 Structure du matériau

Historiquement, les revêtements de sol étaient composés principalement de bois (plancher), céramique (carrelage), tissus (moquette) ou linoléum. Toutefois, depuis la seconde moitié du $XX^{\text{ème}}$ siècle, des revêtements de sols en PVC sont développés et commercialisés, à la fois pour des raisons économiques et techniques. Deux familles de revêtements PVC existent :

- **Les revêtements homogènes** : Ils sont constitués d'une seule couche de PVC. Malgré leur simplicité de mise en œuvre et leur bonne résistance à l'usure, ils offrent peu de degrés de liberté sur le design (impossible de créer des motifs complexes). On retrouve ces matériaux dans des zones à fort trafic (écoles, aéroports, hôpitaux...).
- **Les revêtements hétérogènes** : Ils sont constitués de plusieurs couches de compositions différentes. Chaque couche assure une ou des fonction(s) précise(s). De plus, ces revêtements peuvent assurer des designs bien plus complexes (motifs, couleurs) que les revêtements homogènes. On retrouve principalement ce type de revêtement en milieu résidentiel.

Tous les travaux présentés dans ce manuscrit de thèse ont été réalisés sur des matériaux hétérogènes, dont la structure est illustrée sur la FIGURE 2.

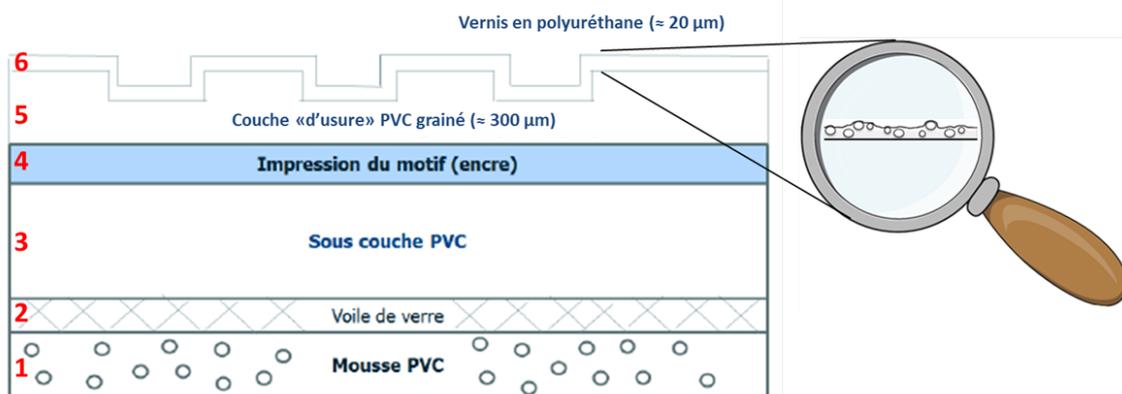


FIGURE 2 – Structure multicouche d'un revêtement de sol hétérogène

Chaque couche joue un rôle précis. Sur la FIGURE 2, de bas en haut :

1. Une mousse PVC : elle remplit deux fonctions. Premièrement elle permet d'amortir les chocs. Ceci est utile notamment dans les gymnases, de manière à ce que la mousse encaisse une partie des sauts à la place des articulations des sportifs. Deuxièmement, elle assure une certaine isolation acoustique. Cette mousse n'est pas présente systématiquement sur les produits.
2. Un voile de verre : il assure la stabilité dimensionnelle du matériau. En effet, la température dans une pièce peut varier de -10°C à 35°C suivant la saison, impliquant des rétractions et dilatations du matériau. Le voile de verre permet de les limiter.
3. Une "sous couche" PVC : elle constitue le principal de l'épaisseur du matériau.
4. L'impression du motif : il s'agit du décor du revêtement. Ce décor est imprimé soit par héliogravure, soit par jet d'encre, ce qui permet une grande liberté dans le design des produits.
5. Une "couche d'usure" : cette couche protège l'impression du décor. Elle est donc très sollicitée mécaniquement. De plus, elle doit être la plus transparente possible pour ne pas le masquer le décor. Cette couche est texturée pour augmenter le réalisme du matériau. Par exemple, si on produit un revêtement en PVC imitation bois, la texture appliquée (de l'ordre de la centaine de microns de profondeur) imitera la texture des noeuds et des veines présents sur le vrai bois.
6. Un vernis polyuréthane : il joue différents rôles. Premièrement, il améliore les propriétés physico-chimiques du matériau (nettoyabilité, résistance aux taches). Deuxièmement il permet de contrôler la brillance du produit en incorporant des charges dans la formulation. Ces charges créent une rugosité qui diffuse la lumière pour donner un aspect mat (cf FIGURE 1). Enfin, il joue le rôle de vernis anti-rayure, afin de protéger la couche "d'usure" en PVC.

Dans ce travail de thèse, nous nous sommes intéressés exclusivement aux deux couches superficielles (la couche d'usure en PVC et le vernis polyuréthane). En effet, en ce qui concerne la brillance, seule la couche la plus superficielle (le PU) est concernée. De plus, comme nous le montrerons dans le chapitre 3, seuls le vernis en polyuréthane et la couche d'usure sont sollicités mécaniquement lors d'un essai de rayure⁵.

5. Du moins aux échelles auxquelles nous nous sommes intéressés

1.3.2 La «couche d'usure» en PVC

Cette couche est constituée d'un plastisol⁶ PVC déposé sur le substrat puis gélifié. Ce dépôt peut être réalisé par deux familles de procédés différents (chacune ayant ses variantes), illustrés sur la FIGURE 3 :

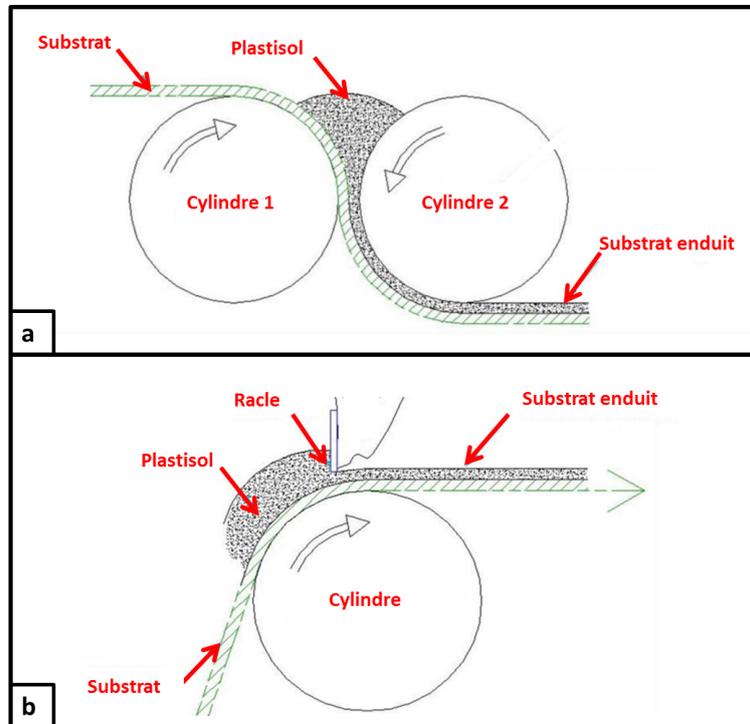


FIGURE 3 – Procédés de calandrage (a) et d'enduction (b), d'après [5]

- Le calandrage : le plastisol forme un bourrelet entre les deux cylindres. Un différentiel de vitesse entre les deux cylindres permet le décollement de la feuille enduite sur le cylindre le plus rapide ($\approx 10\%$ plus rapide pour le cylindre 2). La forte pression qui règne entre les deux cylindres permet une bonne imprégnation [5].
- L'enduction : le plastisol qui forme un bourrelet avant le passage dans la racle, est entraîné par le mouvement du substrat. L'épaisseur de PVC déposée est liée à l'entrefer entre la racle et le substrat.

Suivant les usines, on retrouve ces différents procédés, le choix étant souvent un héritage datant de la construction de l'usine. Une limite tout de même : l'enduction à la racle ne peut pas déposer de PVC très rigide car la faible concentration de plastifiant implique une hausse de la viscosité du plastisol avant gélification. Or, si le PVC est trop visqueux, il devient difficile de l'entraîner sous la racle avec le substrat. Ce problème se pose moins en calandrage car la forte pression imposée par les deux rouleaux permet d'entraîner le plastisol, même s'il est très visqueux.

Tous les matériaux étudiés dans ce manuscrit sont constitués d'une couche d'usure en PVC produite par calandrage à l'exception de la partie 6.3 (chapitre 6) dans laquelle les PVC ont été fabriqués par enduction.

6. Dispersion d'un polymère dans un plastifiant

1.3.3 Le vernis anti-rayure en polyuréthane

Ce vernis est au coeur de tous les travaux présentés dans ce manuscrit. En effet, comme évoqué dans la partie 1.3.1, la brillance et la résistance à la rayure du matériau final en dépendent.

Il s'agit d'un vernis polyuréthane acrylique réticulé par voie radicalaire. La formulation totale étant confidentielle, elle ne sera pas donnée en détail. Toutefois, on y retrouve les éléments principaux suivants [6] :

- **Photo-initiateur** : espèce chimique qui génère un radical libre sous excitation UV. Ce radical libre amorce la réaction de polymérisation.
- **Résine** : prépolymère qui constitue la structure du vernis. La fonction uréthane est déjà présente dans la résine. Elle contient plusieurs doubles liaisons C=C et ce sont ces fonctions qui réagissent durant la réticulation UV. Ayant plusieurs liaisons C=C, les molécules de résine constituent les noeuds de réticulation du vernis. Les propriétés physiques du vernis final sont principalement conditionnées par la structure chimique de cette résine.
- **Monomère** : petites molécules contenant une liaison C=C. Durant la réticulation, ces molécules permettent de "relier" les molécules de résine entre elles.
- **Charges** : elles sont ajoutées à la formulation, notamment pour contrôler la brillance via la rugosité. L'influence des charges sur la brillance (géométrie, taille, proportions) est largement étudiée dans le chapitre 2.

Cette formulation est déposée sur le substrat par roll coating, puis réticulée par lampe UV. Il existe différentes géométries et variantes du roll coating, la plus courante est illustrée sur la FIGURE 4. L'épaisseur de PU déposée est contrôlée par l'entrefer entre les deux rouleaux.

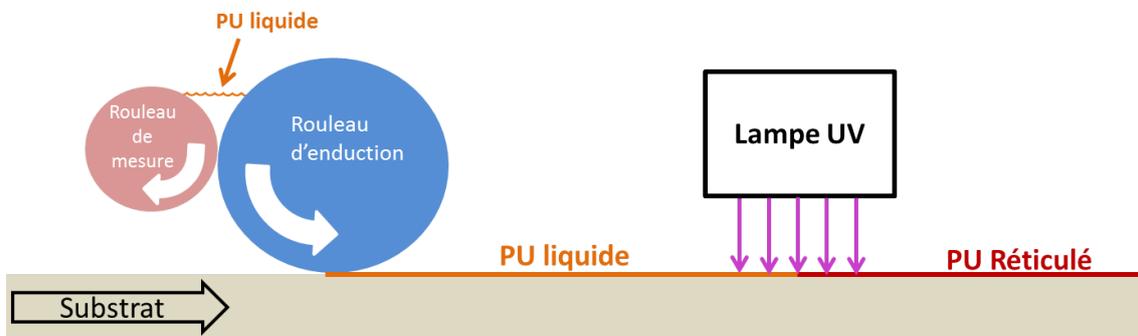


FIGURE 4 – Procédé de dépôt et réticulation du vernis polyuréthane

Chapitre 2

Influence de la rugosité sur la brillance : mesure et modélisation de la BRDF

2.1 Bibliographie

2.1.1 La brillance

La brillance peut être définie comme la quantité de lumière réfléchiée dans la direction spéculaire [7] [8]. Sa mesure se fait avec un brillancemètre normé [9]. Un schéma de l'appareil est présenté FIGURE 5.

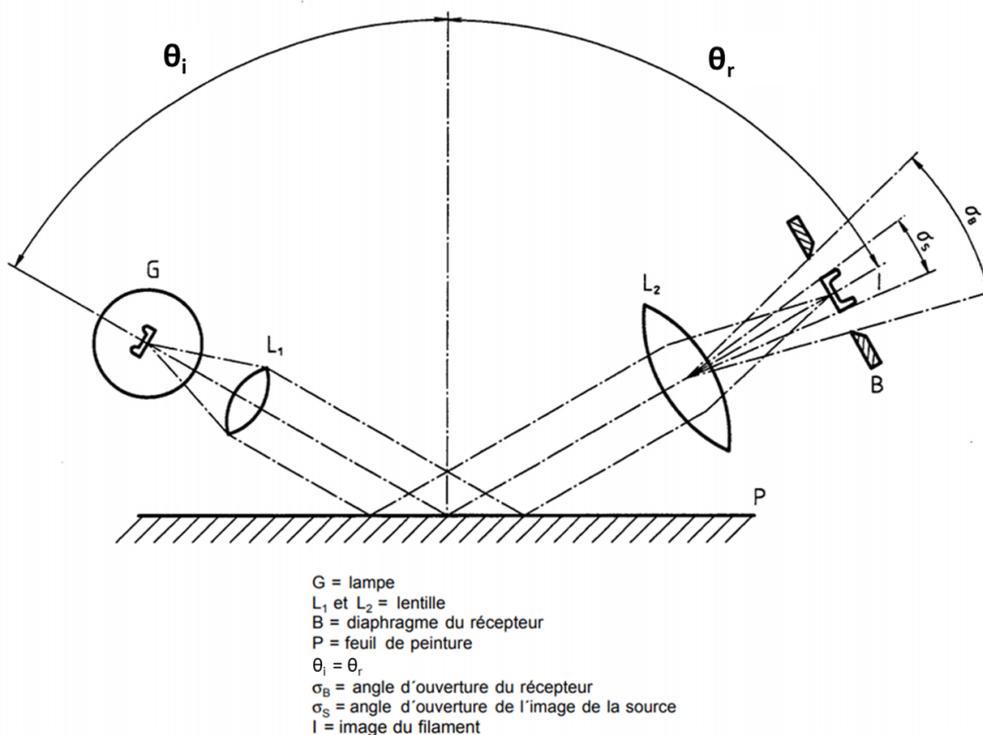


FIGURE 5 – Schéma d'un brillancemètre, d'après [9].

Le flux lumineux réfléchi dans la direction spéculaire est mesuré pour des angles d'incidence de 20°, 60° et 85°. Ce flux mesuré est rapporté à la même mesure faite sur un étalon de verre noir poli d'indice de réfraction 1,567. En résumé, la brillance est définie comme :

$$G = 100 \times \frac{\Phi_{ech}}{\Phi_{et}} \quad (1)$$

avec G la brillance en pourcent, Φ_{ech} le flux lumineux réfléchi par l'échantillon (en lumens) et Φ_{et} le flux lumineux réfléchi par l'étalon en verre noir poli (en lumens).

De nombreuses études reposent sur des mesures faites au brillancemètre. Souvent, l'objectif est de dresser des corrélations entre la rugosité de matériaux et leur brillance [10] [11] [12]. Cette méthode a l'avantage d'être simple et rapide, mais donne souvent des résultats qui ne correspondent pas au perçu visuel. Pour certains auteurs, la raison en est que la brillance est un phénomène multidimensionnel, et qu'un seul scalaire est insuffisant pour la décrire correctement [13] [14] [15] [16]. Par conséquent, il est nécessaire de décrire le brillant par une fonction plus complexe : une fonction de distribution spatiale de la réflectance.

2.1.2 Bidirectional reflectance distribution function (BRDF)

Contrairement à la brillance, qui est un scalaire, la BRDF est une fonction de distribution qui décrit la façon dont la lumière est réfléchiée par un matériau dans tout le demi-espace [17]. Elle est définie comme le ratio entre la luminance réfléchiée dans une direction donnée et l'éclairement incident à la surface, pour une incidence donnée. En utilisant les notations de la FIGURE 6 :

$$BRDF(\theta_i, \phi_i, \theta_r, \phi_r, \lambda) = \frac{dL_r(\theta_i, \phi_i, \theta_r, \phi_r, \lambda)}{dE_i(\theta_i, \phi_i, \lambda)} \quad (2)$$

avec L_r la luminance réfléchiée, E_i l'éclairement incident, et λ la longueur d'onde de la lumière⁷.

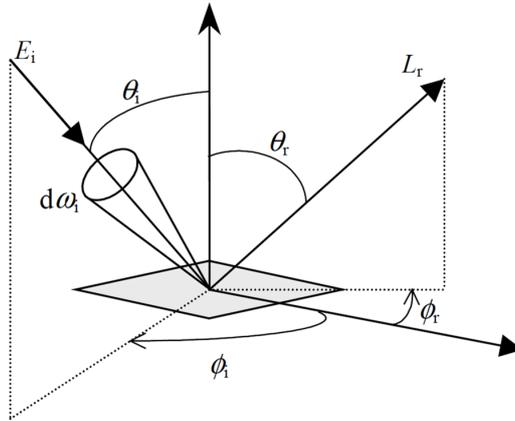


FIGURE 6 – Géométrie de réflexion d'une surface, d'après [18].

La mesure de la BRDF offre une description plus complète des propriétés de réflectance d'un matériau qu'une simple mesure au brillancemètre [19] [20] [21]. En revanche, elle est bien sûr plus complexe à mesurer.

2.1.3 Mesure de BRDF

Il existe deux familles d'instruments permettant de mesurer une BRDF : les goniospectrophotomètres et des appareils reposant sur des optiques de Fourier.

⁷. Par définition, la BRDF dépend de la longueur d'onde. Dans notre cas, nous ne nous intéressons pas à l'influence de la couleur sur la brillance. Toutes les mesures sont faites en lumière blanche, aucun calcul ne fait intervenir la longueur d'onde.

2.1.3.1 Gonio-spectrophotométrie

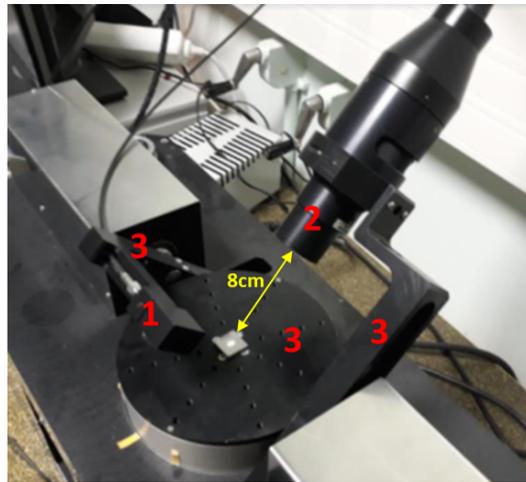


FIGURE 7 – Goniospectrophotomètre du CEMEF.

Un goniospectrophotomètre est constitué de trois parties (les numéros correspondent à ceux de la FIGURE 7) :

1. Une source : c'est la lampe qui éclaire l'échantillon. Elle contrôle le flux incident, le spectre (monochromatique, halogène, mercure etc...), et la géométrie du faisceau (lumière parallèle, faisceau convergent ou divergent).
2. Un capteur : l'appareil qui mesure le flux lumineux⁸ dans une direction donnée. Le point délicat du capteur est l'ouverture de son diaphragme (i.e. l'angle solide sur lequel il intègre la mesure). A première vue, on est tenté de penser qu'il vaut mieux avoir une ouverture minimale pour avoir une résolution maximale (et se rapprocher au mieux de la "vraie" valeur de la BRDF, sans avoir à intégrer la mesure sur un angle solide donné). C'est vrai, mais souvent en goniospectrophotométrie la lumière fait défaut, et il est nécessaire d'augmenter l'ouverture du diaphragme afin d'augmenter la quantité de lumière mesurée. Il y a donc un compromis à trouver entre une fine résolution (faible ouverture du diaphragme) et une quantité de lumière mesurée suffisante (grande ouverture du diaphragme). Pour des échantillons très brillants pour lesquels la BRDF a une largeur inférieure à 1° , on choisit une ouverture très fine car une grande résolution est nécessaire. Puisque toute la lumière est diffusée finement autour de la zone spéculaire, la quantité de lumière y est suffisante. Pour les échantillons mats (très diffusants), on opte plutôt pour une ouverture large car la lumière étant diffusée dans tout l'espace, le flux dans une direction donnée est faible.
3. Une partie mécanique : c'est elle qui permet de déplacer la source lumineuse et le capteur afin de balayer l'espace et mesurer la valeur de la BRDF dans différentes directions. Dans le cas du goniospectrophotomètre présenté dans la FIGURE 7, le capteur et la source sont montés sur des bras permettant de balayer l'angle zenithal dans le plan spéculaire. Un autre moteur permet la rotation de l'échantillon sur lui-même. Ici, nous n'avons donc pas accès à la composante de la BRDF en dehors du

8. La grandeur physique que mesure un capteur est toujours un flux lumineux, homogène à une puissance. Si un appareil de mesure donne une autre grandeur en sortie, c'est qu'il a effectué un traitement sur la valeur mesurée.

plan spéculaire (on ne peut pas balayer suivant l'angle azimutal). Certains goniospectrophotomètres le permettent, comme par exemple celui de la FIGURE 8 [22]. En effet, sur celui-ci, la source et le capteur peuvent balayer l'angle azimutal indépendamment l'un de l'autre, grâce à un second moteur sur lequel est attaché chaque bras.

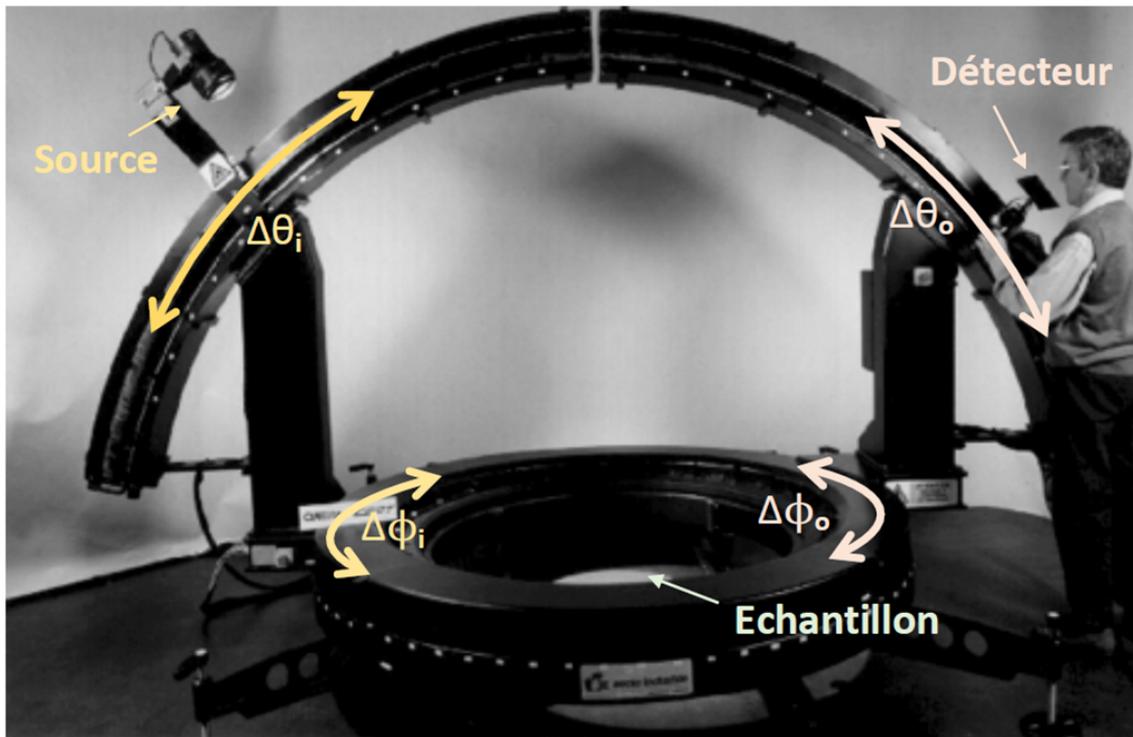


FIGURE 8 – Goniospectrophotomètre ayant un degré de liberté suivant l'angle azimutal pour le capteur et la source, d'après [22].

Pour plus de détails concernant la conception d'un goniospectrophotomètre, j'invite à lire le chapitre 4 du livre *Quand la matière diffuse la lumière* [23], dans lequel Gaël Obein décrit toutes les problématiques qui y sont liées, ainsi que les arbitrages à effectuer suivant l'application.

Une limite importante de ce type d'appareil est le temps que prend une mesure. En effet, si on veut mesurer la BRDF sur l'intégralité du demi-espace, avec une résolution suffisante pour bien observer le pic spéculaire (disons 0.1° par exemple), il faut faire $(360 \div 0.1) \times (90 \div 0.1) = 3240000$ mesures. Par conséquent, la caractérisation d'un seul échantillon peut facilement prendre plusieurs journées. Côté industriel, impossible alors de développer un contrôle qualité de routine avec une mesure aussi longue. Pour remédier à ce problème, certains appareils reposant sur une conception différente ont été développés afin d'effectuer une mesure de BRDF quasiment instantanément.

2.1.3.2 Par optique de Fourier

Il est possible de mesurer la BRDF d'un échantillon beaucoup plus rapidement en passant par une combinaison astucieuse de lentilles. L'idée, illustrée par la FIGURE 9, est la suivante :

Une source lumineuse émet un faisceau qui traverse une série de lentilles, le focalisant au centre de l'échantillon. L'angle d'incidence θ_i sur l'échantillon est fonction de la position de la source sur le plan de Fourier, suivant l'axe x . Puis, l'échantillon diffuse ce faisceau incident dans toutes les directions de l'espace. Chaque rayon diffusé traverse, dans l'autre sens, la série de lentilles et ressort du système parallèlement à l'axe optique. L'astuce est ici : la distance x à l'axe optique est fonction de l'angle de réflexion θ_r . Par conséquent, il suffit de placer un capteur imageur en sortie, de mesurer le flux suivant la position sur le plan de Fourier, et via un calcul d'optique géométrique (dépendant du système de lentilles utilisé et de la géométrie de l'appareil), on peut relier le flux à l'angle de réflexion en une seule mesure. Ainsi, la mesure pour un angle d'incidence donné est quasiment instantanée (plus besoin de balayer tout l'espace suivant l'angle zenithal et azimutal comme sur un goniospectrophotomètre classique). Une limite tout de même à ce type d'appareil : il est difficile de faire des mesures pour des angles d'incidence ou de réflexion rasants car, au vu de la conception, il faudrait que la source soit très loin de l'axe optique et que le capteur imageur soit très grand⁹. Pour plus de détails concernant la conception de ce type d'appareil, j'invite à lire le chapitre 6 du livre *Quand la matière diffuse la lumière* [23]. Désormais, il est courant de trouver des études dont les mesures ont été faites sur ce type d'appareil [18] [24]. La FIGURE 10 montre une mesure de BRDF faite sur une feuille de blé par un appareil à optique de Fourier [25].

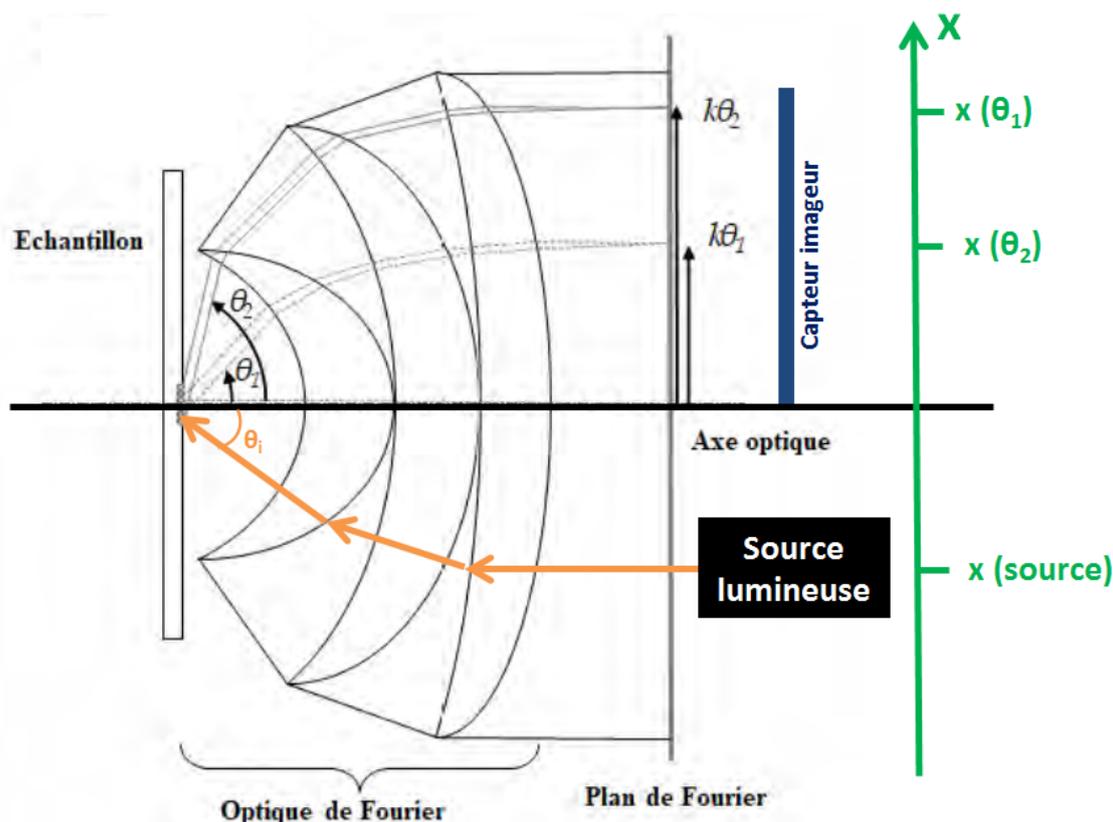


FIGURE 9 – Schéma d'un goniospectrophotomètre reposant sur une optique de Fourier, d'après [23].

9. $\lim_{\theta_i \rightarrow 90^\circ} x_{source} = -\infty$ et $\lim_{\theta_r \rightarrow 90^\circ} x_r = +\infty$

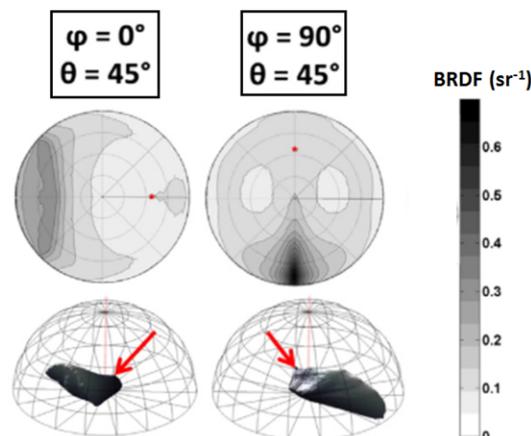


FIGURE 10 – Mesure de BRDF réalisée sur une feuille de blé, avec un appareil à optique de Fourier pour deux directions d’incidence, d’après [25]. Les images du haut sont des vues du dessus des représentations 3D du bas. Les points rouges correspondent aux flèches rouges (directions d’incidence).

2.1.4 Modèles de BRDF

2.1.4.1 Les différentes approches

Modéliser la BRDF a un grand intérêt dans deux domaines :

- La synthèse d’image : que ce soit pour des jeux vidéo ou des effets spéciaux de films il est nécessaire de décrire correctement la manière dont la lumière est diffusée dans l’espace. Par exemple, les aspects visuel d’une surface métallique et d’une surface en matière plastique sont très différents. Comment construire une fonction mathématique capable de reproduire de manière réaliste ces deux matériaux, avec uniquement quelques variables d’ajustement¹⁰ ? De nombreux travaux portent sur la modélisation de BRDF à des fins de synthèse d’image [26] [27] [28] [29]. Deuxième problématique pour la synthèse d’image : le temps de calcul. En ce qui concerne les effets spéciaux de films ce n’est pas vraiment un problème limitant. Pour les jeux vidéos en revanche, c’est le cœur du problème. L’image doit être synthétisée en temps réel et la latence doit être minimale¹¹. Par conséquent les modèles de BRDF, dans ce cas, doivent être suffisamment simples pour être peu gourmands en temps de calcul afin de sortir un résultat instantanément.
- La compréhension de l’aspect visuel des matériaux réels : contrairement à la synthèse d’image où le but est "uniquement" de reproduire un rendu visuel, l’objectif ici est de comprendre l’aspect du matériau, en reliant la BRDF aux propriétés physiques, chimiques, géométriques etc. Le but ultime est donc d’être capable de prédire l’aspect visuel d’un matériau à partir de ses propriétés intrinsèques, sans avoir à faire une mesure. Ce travail de thèse s’inscrit complètement dans cette logique. En effet, l’objectif est de comprendre le lien entre la rugosité du vernis polyuréthane et sa brillance. L’objectif final est de développer un outil prédictif, permettant une bonne

10. Par exemple : une variable qui décrit la transparence, une qui décrit la couleur, une qui décrit la brillance etc. En fait la problématique centrale est de définir rigoureusement un espace dans lequel on peut décrire l’aspect de n’importe quel matériau. Les variables évoquées constituent alors une base de cet espace.

11. Imaginez un jeu de football dans lequel le personnage tire dans le ballon 10 secondes après que le joueur ait appuyé sur le bouton de tir.

compréhension de la façon dont il faut formuler le vernis pour arriver à la propriété visée. A nouveau, de nombreux auteurs développent des modèles qui tentent de relier les propriétés d'un matériau à sa BRDF [18] [21] [25] [30] [31] [32] [33].

Comme l'illustre la FIGURE 11 extraite de [34], il existe de très nombreux modèles de BRDF. Beaucoup reposent sur des modèles précédents en y apportant des améliorations. Certains sont isotropes, d'autres anisotropes.

On compte principalement trois familles de modèles : les modèles empiriques, les modèles reposant sur l'optique physique et les modèles reposant sur l'optique géométrique. Dans la suite de ce paragraphe, nous verrons les caractéristiques, avantages et inconvénients, de ces grandes familles en développant quelques exemples typiques de chacune d'entre elles.

2.1.4.2 Modèles empiriques

Les modèles empiriques ont pour objectif de décrire l'allure d'une BRDF, sans tenir compte d'une quelconque réalité physique. Il s'agit généralement de fonctions relativement simples et donc peu gourmandes en puissance de calcul. C'est donc une méthode tout à fait adaptée à la synthèse d'image.

Le modèle de Lambert

Le modèle empirique le plus simple est le modèle de Lambert [35]. Il décrit la BRDF d'un diffuseur idéal (i.e. un échantillon extrêmement mat) :

$$BRDF(I, R) = \frac{K_d}{\pi} \quad (3)$$

Avec I la direction d'incidence, R la direction de réflexion et K_d , le seul paramètre du modèle, une constante de réflectance diffuse telle que $0 \leq K_d \leq 1$ (composante lambertienne de la surface). Cette fonction est bien indépendante de I et de R (i.e. caractérise un diffuseur idéal, sans direction préférentielle). Toutefois, cette approche est trop simple car elle ne permet en aucun cas de décrire la brillance d'un matériau puisque, par définition, le brillant fait intervenir une direction préférentielle de diffusion.

Le modèle de Blinn-Phong

Le modèle de Blinn-Phong [36] [37] ajoute une composante spéculaire (empirique) à la composante lambertienne :

$$BRDF(I, R) = \frac{K_d}{\pi} + \frac{n+2}{2\pi} K_s (S.R)^n \quad (4)$$

Avec S la direction spéculaire. Le modèle compte trois paramètres : K_d , K_s une constante de réflexion spéculaire ($0 \leq K_s \leq 1$), et n un paramètre qui décrit la forme du pic spéculaire (plus n est grand, plus le pic est haut et fin, plus l'échantillon est brillant). Par

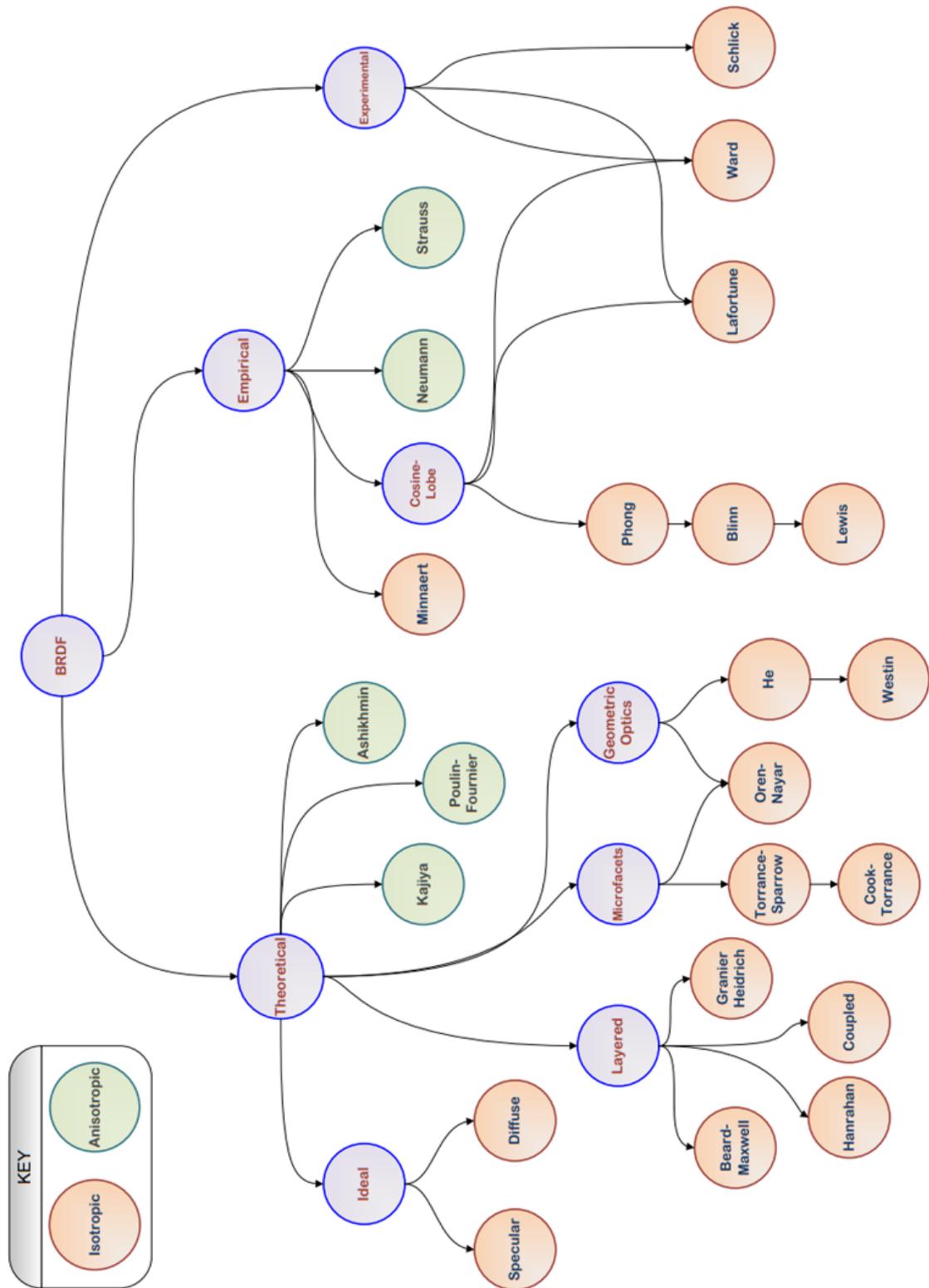


FIGURE 11 – Liste non exhaustive des modèles de BRDF existant dans la littérature, d'après [34].

ailleurs, pour respecter la conservation de l'énergie, $0 \leq K_s + K_d \leq 1$.

Le modèle de Ward

A l'instar du modèle de Blinn-Phong, le modèle de Ward [38] additionne une composante lambertienne à une composante spéculaire. Toutefois, il définit sa composante spéculaire par une loi exponentielle plutôt qu'une loi de puissance comme Blinn-Phong :

$$BRDF(\theta_i, \phi_i, \theta_r, \phi_r) = \frac{K_d}{\pi} + \frac{K_s}{4\pi\sigma^2\sqrt{\cos(\theta_i)\cos(\theta_r)}} \exp\left(-\frac{\tan^2\theta_h}{\sigma^2}\right) \quad (5)$$

Avec θ_i l'angle zenithal et ϕ_i l'angle azimutal de la direction d'incidence, θ_r l'angle zenithal et ϕ_r l'angle azimutal de la direction de réflexion. θ_h est l'angle entre la normale à la surface et h , le vecteur directeur de la bissectrice de l'angle (\mathbf{I}, \mathbf{R}) . Le modèle a donc trois paramètres : K_d , K_s et σ un paramètre qui correspond à la largeur de l'exponentielle qui définit le lobe spéculaire. A nouveau, pour respecter la conservation de l'énergie, $0 \leq K_s + K_d \leq 1$. Ce modèle est donc isotrope (comme celui de Blinn-Phong). Toutefois, vu la façon dont est défini le lobe spéculaire, on peut très facilement introduire de l'anisotropie dans le modèle, en ajoutant un terme dans l'exponentielle :

$$BRDF(\theta_i, \phi_i, \theta_r, \phi_r) = \frac{K_d}{\pi} + \frac{K_s}{4\pi\sigma_x\sigma_y\sqrt{\cos(\theta_i)\cos(\theta_r)}} \times \exp\left(-\tan^2\theta_h\left(\frac{\cos^2(\phi_h)}{\sigma_x^2} + \frac{\sin^2(\phi_h)}{\sigma_y^2}\right)\right) \quad (6)$$

Avec ϕ_h l'angle azimutal du vecteur h . Ici, l'anisotropie est amenée par les paramètres σ_x et σ_y . C'est tout l'intérêt de ce modèle : modéliser de manière simple une BRDF anisotrope.

2.1.4.3 Modèles d'optique physique

Contrairement aux modèles empiriques, certains modèles reposent sur des bases physiques. Une approche possible est de considérer le caractère ondulatoire de la lumière pour déterminer la manière dont elle interagit avec la surface. Il s'agit des modèles reposant sur l'optique physique. Ces modèles ont l'avantage d'apporter une compréhension des phénomènes engagés. De plus, ils sont souvent valables quels que soient l'échelle de rugosité et l'angle d'incidence considérés. En effet, cette approche ondulatoire permet notamment de prendre en compte les phénomènes de diffraction et d'interférences. Ils ont toutefois deux inconvénients : ils sont compliqués conceptuellement, et sont gourmands en puissance de calcul.

Le modèle de Beckmann et Spizzichino.

Dans la catégorie des modèles de BRDF reposant sur l'optique physique, le modèle de

Beckmann et Spizzichino [39] est le plus connu. Premièrement, les auteurs décrivent leur surface par la distribution des normales aux facettes suivante :

$$D(\alpha) = \frac{1}{\sigma^2 \cos^4(\alpha)} \exp\left(-\frac{\tan^2(\alpha)}{\sigma^2}\right) \quad (7)$$

Avec α l'angle entre la normale locale à la surface et la normale à la surface moyenne et σ l'écart type de la distribution de cet angle.

Cependant, cette description est insuffisante. En effet une distribution des pentes seule ne permet pas de décrire suffisamment la géométrie de la rugosité. On y perd notamment une information importante : la distance entre deux pics. Pour remédier à ce problème, ils introduisent une fonction d'auto corrélation, également gaussienne :

$$C(d) = \exp\left(-\frac{d^2}{T^2}\right) \quad (8)$$

Avec d la distance qui sépare deux points de la surface et T la distance de corrélation. Puisqu'il s'agit d'optique ondulatoire, ils considèrent le champ électrique défini de la manière suivante :

$$\vec{E} = E_0 \exp(-i\vec{k} \cdot \vec{r}) \exp(i\omega t) \vec{e} \quad (9)$$

Avec E_0 l'amplitude de l'onde, \vec{k} le vecteur d'onde, \vec{r} le vecteur position, ω la pulsation et \vec{e} la direction du champ électrique (ils considèrent un champ polarisé dans la direction perpendiculaire au plan d'incidence).

Enfin, en calculant l'intégrale de Helmholtz sur un élément de surface à partir des équations (7) (8) et (9), et en considérant le matériau comme un conducteur parfait, ils en déduisent le champ électrique réfléchi et donc une BRDF :

$$BRDF(\theta_i, \phi_i, \theta_r, \phi_r) = \frac{\cos(\theta_i)}{\lambda^2 \cos(\theta_r)} e^{-g} \times \left(A\rho_0^2 + \pi T^2 D^2 \sum_{n=1}^{+\infty} \frac{g^n}{n!n} \exp\left(-\frac{\nu_{xy}^2 T^2}{4n}\right) \right) \quad (10)$$

Avec :

- λ la longueur d'onde de la lumière.
- $g = \left(2\pi \frac{\sigma}{\lambda} (\cos(\theta_i) + \cos(\theta_r))\right)^2$. g caractérise la rugosité car fonction de $\frac{\sigma}{\lambda}$. Quand g est petit, la surface est lisse et inversement.
- $\rho_0 = \sin(\nu_x X) \sin(\nu_y Y)$. $\left(\nu_x = k(\sin(\theta_i) - \sin(\theta_r) \cos(\phi_r))\right)$ et $\nu_y = k(\sin(\theta_i) \sin(\phi_r))$

- $\nu_{xy} = \sqrt{\nu_x^2 + \nu_y^2}$
- $D = \left(\frac{1 + \cos(\theta_i)\cos(\theta_r) - \sin(\theta_i)\sin(\theta_r)\cos(\phi_r)}{\cos(\theta_i)(\cos(\theta_i) + \cos(\theta_r))} \right)$

Contrairement aux modèles empiriques, on voit la grande complexité qui apparaît en modélisant la BRDF par une approche d’optique ondulatoire. Et pourtant, ce modèle de Beckmann et Spizzichino fait quelques approximations : le masquage et l’ombrage de certains points de la surface ne sont pas pris en compte, le modèle est valable uniquement en lumière polarisée et le calcul est fait sur une surface conductrice idéale pour s’affranchir du calcul du coefficient de Fresnel.

En s’appuyant largement sur le modèle de Beckmann et Spizzichino [39] d’une part, et le modèle de Stogryn [40] d’autre part, He [41] parvient à généraliser le modèle précédent à des surfaces non parfaitement conductrices (introduction du coefficient de Fresnel), en lumière non polarisée, et en prenant en compte les effets d’ombrage et de masquage.

2.1.4.4 Modèles d’optique géométrique

Comme on l’a vu, les modèles empiriques sont très simples mais ne tiennent pas compte d’une réalité physique. A l’inverse, les modèles qui reposent sur l’optique physique sont physiquement réalistes, mais très complexes. Il existe une troisième voie, qui tient compte d’une réalité physique sans être extrêmement complexe : les modèles qui reposent sur les lois de l’optique géométrique. Ainsi, cette approche permet de relier les propriétés des matériaux (rugosité, indice de réfraction) à leur BRDF, avec des temps de calcul raisonnables. L’inconvénient principal de ces méthodes est le suivant : contrairement aux modèles physiques qui sont applicables à toutes les échelles¹², les modèles d’optique géométrique sont valables uniquement quand les éléments diffusants considérés (la rugosité) ont une taille caractéristique supérieure à la longueur d’onde de la lumière. En effet, si on sort de ce cadre, les lois de l’optique géométrique ne sont plus applicables et on est obligé de passer en optique ondulatoire. Si on s’intéresse à l’interaction avec la lumière visible il faut donc que les éléments diffusants aient une taille caractéristique supérieure à 800nm. Dans le cas de notre vernis polyuréthane, les charges qui créent une rugosité ont une taille de quelques microns. La taille caractéristique des éléments diffusants est donc bien supérieure aux longueurs d’ondes du visible. C’est pour cette raison que c’est cette approche qui a été choisie pour ce travail de thèse. Tous les travaux présentés dans ce manuscrit reposent sur l’optique géométrique.

Le modèle de Torrance et Sparrow

Torrance et Sparrow sont les premiers, en 1967, à relier la rugosité d’une surface à sa BRDF via une approche d’optique géométrique [42]. L’idée générale est la suivante : la surface rugueuse est décrite par une succession de microfacettes ayant chacune sa propre orientation par rapport à la surface moyenne. Chaque microfacette réfléchit les rayons qui arrivent à sa surface dans sa direction spéculaire (i.e. la première loi de Snell-Descartes est appliquée à chaque microfacette indépendamment des autres) comme illustré par la FIGURE 12.

¹². Y compris à des échelles inférieures à la longueur d’onde de la lumière, puisqu’ils prennent en compte les phénomènes de diffraction.

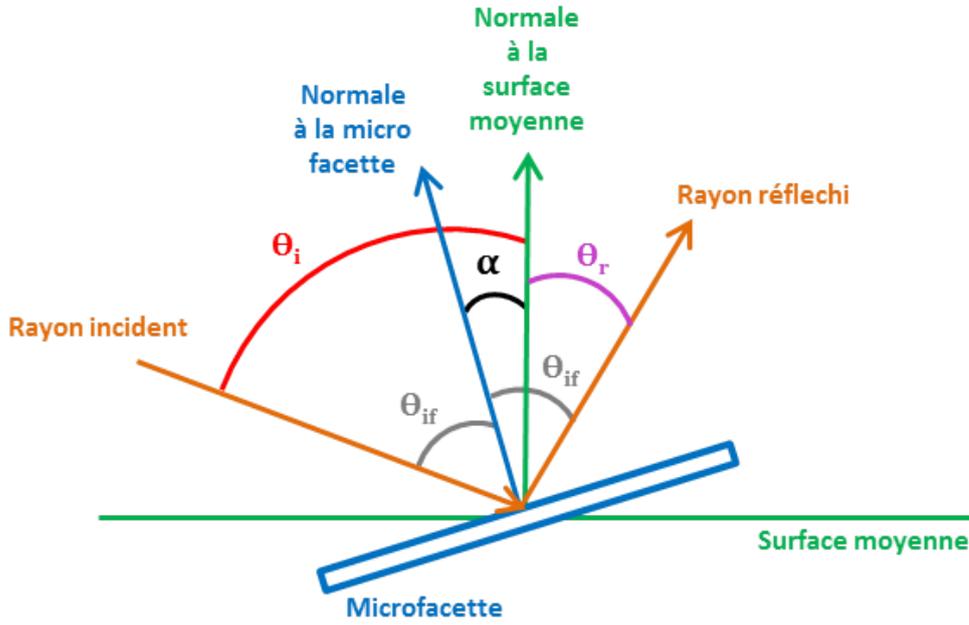


FIGURE 12 – Réflexion d'un rayon d'incidence θ_i par une facette d'inclinaison α par rapport à la surface moyenne.

En 2 dimensions :

$$\theta_r = \theta_i - 2\alpha \quad (11)$$

Avec θ_r l'angle de réflexion (par rapport à la surface moyenne), θ_i l'angle d'incidence (par rapport à la surface moyenne) et α l'angle entre la normale à la facette et la normale à la surface moyenne.

Il faut donc décrire la distribution de l'angle α pour une surface rugueuse. Torrance et Sparrow proposent une distribution gaussienne :

$$D(\alpha) = c \cdot \exp\left(-\frac{\alpha^2}{2\sigma^2}\right) \quad (12)$$

Avec

$$\frac{1}{c} = \int_0^{\pi/2} \exp\left(-\frac{\alpha^2}{2\sigma^2}\right) d\alpha$$

de manière à normaliser la distribution, et σ la largeur de la distribution.

Ensuite, il faut définir la proportion de lumière qui est réfléchiée par chaque facette. Pour une surface métallique, presque 100% de la lumière est réfléchiée par la facette, quel que soit l'angle d'incidence. Pour un matériau diélectrique, cette proportion dépend de son indice de réfraction n et de l'angle d'incidence de la lumière θ_{if} (sur la facette) ; elle est calculable par le coefficient de Fresnel, dont l'expression pour une lumière non polarisée est [23] :

$$F(\theta_{if}, n) = \frac{1}{2} \left(\frac{\tan^2(\tau - \theta_{if})}{\tan^2(\tau + \theta_{if})} + \frac{\sin^2(\tau - \theta_{if})}{\sin^2(\tau + \theta_{if})} \right) \quad (13)$$

avec $\tau = \frac{\sin(\theta_{if})}{n}$, où n est l'indice de réfraction du matériau.

Enfin, il faut tenir compte des phénomènes d'ombrage¹³ et de masquage¹⁴. Pour modéliser ces phénomènes, Torrance et Sparrow considèrent la surface comme une succession de cavités en V¹⁵ pour simplifier le calcul. De cette manière, ils obtiennent le coefficient d'atténuation suivant :

$$G(\alpha, \theta_i, \theta_r) = \min \left(1, \frac{\cos(\alpha)\cos(\theta_r)}{\cos(\theta_i - \alpha)}, \frac{\cos(\alpha)\cos(\theta_i)}{\cos(\theta_i - \alpha)} \right) \quad (14)$$

Si on ajoute une composante lambertienne à la composante spéculaire, on obtient la BRDF finale suivante :

$$BRDF(\theta_i, \phi_i, \theta_r, \phi_r) = \frac{K_d}{\pi} + D(\alpha)F(\theta_{if}, n)G(\alpha, \theta_i, \theta_r) \quad (15)$$

Il existe des relations entre θ_i , θ_r , θ_{if} et α . Ces relations seront établies en détail et en 3D dans le paragraphe 2.4.2.

Il existe de nombreuses variantes de ce modèle mais l'idée principale des microfacettes est toujours la même. Souvent, ce sont les expressions de D et G qui diffèrent suivant les auteurs. Par exemple, Cook et Torrance [29] utilisent la distribution D de Beckmann et Spizzichino (équation (7)). G. Obein [18] utilise quant à lui une fonction D lorentzienne. Concernant l'ombrage et le masquage, Smith [43] considère que ce sont deux phénomènes indépendants et obtient donc une expression de G différente de celle de Torrance et Sparrow. L'expression de Smith est reprise dans le modèle de He [41].

Dernier exemple d'une variante du modèle de Torrance et Sparrow : Oren et Nayar [44] considèrent chaque facette comme un diffuseur lambertien (contrairement à Torrance Sparrow qui appliquent la 1ère loi de Snell Descartes à chaque facette).

Concernant ce travail de thèse, les calculs de BRDF sont faits directement à partir d'une distribution des pentes mesurée expérimentalement sur les échantillons. Grâce à cette méthode, il n'est pas nécessaire de faire le choix d'une fonction D . Par conséquent, on s'affranchit des hypothèses nécessaires dans les différents modèles présentés ci-dessus (distribution gaussienne, distribution lorentzienne, rugosité isotrope ou anisotrope etc).

13. Une facette est ombragée si la lumière incidente n'arrive pas jusqu'à elle parce qu'une autre facette la "cache"

14. Une facette est masquée si la lumière arrive jusqu'à elle mais qu'après réflexion, la lumière réfléchie par la facette est bloquée par une autre facette

15. C'est le point du modèle le plus discuté car il n'est pas réaliste concernant la géométrie de la rugosité de surfaces réelles.

2.2 Matériels et méthodes

2.2.1 Echantillons étudiés

Les échantillons sont des multicouches dont la structure est la même que celle présentée dans la FIGURE 2 (sans la mousse). L'encre de la couche d'impression est noire pour que la lumière traversant la couche d'usure en PVC et le vernis polyuréthane soit absorbée et ne contribue pas à la BRDF mesurée. La couche d'usure n'est pas texturée pour éviter les phénomènes d'ombrage/masquage des échelles supérieures : on ne s'intéresse qu'à l'influence de la micro rugosité. 9 échantillons sont préparés : la structure est exactement la même sur chacun, seule la formulation du vernis polyuréthane diffère. Les différents échantillons préparés sont présentés dans le Tableau 2. La matrice PU est la même pour chacun mais on incorpore des charges différentes (géométrie, taille, composition, proportions). L'échantillon 9 est réticulé dans des conditions différentes lui conférant une microstructure particulière. Il sert de référence très matte. Le but est d'obtenir une plage de rugosité (et donc de brillance) la plus large possible, de très brillant à très mat. La hauteur moyenne arithmétique de la rugosité (équation (16)) de chaque échantillon est donnée dans la dernière colonne du Tableau 2. Les échantillons sont numérotés dans l'ordre croissant de Sa.

$$S_a = \frac{1}{L^2} \int_0^L \int_0^L |z(x, y) - z_{moyen}| dx dy \quad (16)$$

Avec x,y et z les coordonnées spatiales de la rugosité de l'échantillon. z_{moyen} est la hauteur du plan moyen de la surface. L est la longueur de la mesure.

Chaque échantillon est métallisé par 7 nm de platine, avec le métalliseur Quorum Q150T. Il a été vérifié que la métallisation ne modifie pas la rugosité des échantillons. L'objectif est de comparer les BRDF suivant les propriétés physiques des surfaces (conductrices ou diélectriques), à rugosités identiques.

Tableau 2 – Échantillons préparés

Échantillon	Composition des charges	Taille des charges	Proportion (en masse)	Sa (nm)
1	Sans charges	N/A	N/A	30
2	Silice	8 μm	10 %	150
3	Silice	5 μm	5 %	230
4	Silice	5 μm	10 %	250
5	Polyurée	7 μm	10 %	400
6	Polyamide	20 μm	10 %	460
7	Mélange de charges	N/A	10%	480
8	Silice	10 μm	10 %	800
9	Pas de charges	N/A	N/A	1800

2.2.2 Rugosimétrie confocale

La rugosité des neuf échantillons a été mesurée par le rugosimètre confocal STIL, avec un crayon optique MG210 (résolution en x et y : 1 μm ; résolution en z : 3 nm ; angle maximal

du cône de lumière : 43°). Les mesures ont été faites sur des surfaces de 1mm x 1mm, avec un pas en x et y et $1 \mu\text{m}$.

2.2.3 Brillancemètre

Les mesures de brillance ont été réalisées par Micro-TRI-gloss Byk, appareil normé [9]. Les mesures sont faites pour des angles d'incidence de 20° , 60° et 85° , comme indiqué par la norme. Une information importante est l'ouverture de la source et du capteur suivant l'angle de mesure. Les valeurs sont présentées dans le Tableau 3. Ces informations seront nécessaires dans la partie 2.7 pour le calcul de la brillance à partir des BRDF calculées.

Paramètre	Dans le plan de mesurage ¹⁾			Perpendiculairement au plan de mesurage		
	angle σ ²⁾	$2 \tan \sigma/2$	dimension relative	angle σ ²⁾	$2 \tan \sigma/2$	dimension relative
Ouverture de l'image de la source	$0,75^\circ \pm 0,25^\circ$	$0,013\ 1 \pm 0,004\ 4$	$0,171 \pm 0,075$	$2,5^\circ \pm 0,5^\circ$	$0,043\ 6 \pm 0,008\ 7$	$0,568 \pm 0,114$
Ouverture du récepteur (géométrie de 20°)	$1,80^\circ \pm 0,05^\circ$	$0,031\ 4 \pm 0,000\ 9$	$0,409 \pm 0,012$	$3,6^\circ \pm 0,1^\circ$	$0,062\ 9 \pm 0,001\ 8$	$0,819 \pm 0,023$
Ouverture du récepteur (géométrie de 60°)	$4,4^\circ \pm 0,1^\circ$	$0,076\ 8 \pm 0,001\ 8$	$1,000 \pm 0,023$	$11,7^\circ \pm 0,2^\circ$	$0,204\ 9 \pm 0,003\ 5$	$2,668 \pm 0,046$
Ouverture du récepteur (géométrie de 85°)	$4,0^\circ \pm 0,3^\circ$	$0,069\ 8 \pm 0,005\ 2$	$0,909 \pm 0,068$	$6,0^\circ \pm 0,3^\circ$	$0,104\ 8 \pm 0,005\ 2$	$1,365 \pm 0,068$

1) L'ouverture du récepteur dans le plan de mesurage pour la géométrie de 60° doit être prise comme unité.
2) Angle d'ouverture de l'image de la source: σ_s ; angle d'ouverture du récepteur: σ_r .

Tableau 3 – Géométries de la source et du capteur du brillancemètre suivant l'angle d'incidence, d'après [9].

2.2.4 Goniospectrophotomètre 2D (CEMEF)

L'appareil développé en interne permet la mesure du profil de diffusion d'un matériau dans le plan spéculaire. Il est composé de :

- Une lampe halogène-tungstène positionnée sur un bras mécanique permettant le contrôle de l'angle d'incidence de la lumière, de 0° à 85° . La source est placée à une distance de 4.5 cm de l'échantillon. Le faisceau est légèrement divergent, avec un angle d'environ 6° . En incidence normale, la surface éclairée est un disque de 5 mm de diamètre ¹⁶.
- Un spectro-colorimètre (Ruby, STIL) monté également sur un bras mécanique positionné en face du précédent. Il permet de balayer l'angle de réflexion de 0° à 70° . Le capteur est placé à 8 cm de l'échantillon. Il mesure la luminance relative (en pourcent) par rapport à une mesure faite sur un miroir ¹⁷. Le capteur a une ouverture de 6° ce qui signifie qu'il intègre la lumière collectée sur cette plage.

L'appareil n'a pas de degré de liberté suivant l'angle azimutal. Par conséquent, il n'est pas possible de faire des mesures de la BRDF en dehors du plan spéculaire. La conception du goniospectrophotomètre est décrite de façon très détaillée dans la thèse de B. Goffette [45]. Une photo et un schéma de l'appareil sont présentés sur la FIGURE 13.

16. En augmentant l'angle l'incidence, la surface éclairée devient une ellipse dont le petit axe est toujours de 5 mm mais dont le grand axe augmente, pour des raisons géométriques.

17. Contrairement au brillancemètre qui rapporte la mesure à un étalonnage fait sur un verre noir poli (matériau diélectrique, dont le coefficient de réflexion dépend de l'angle d'incidence).

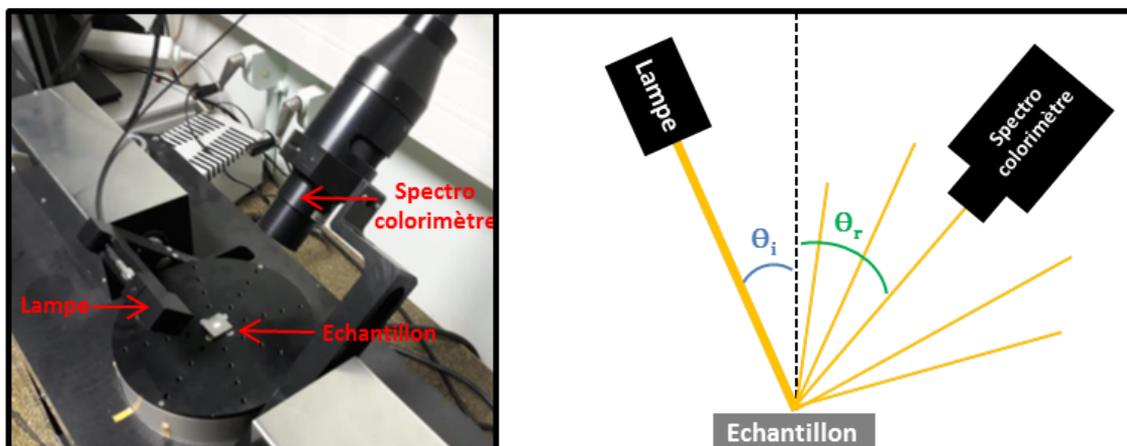


FIGURE 13 – Photo et schéma du goniospectrophotomètre du CEMEF.

2.2.5 Goniospectrophotomètre 3D (Lighttec)

En complément des mesures faites sur notre goniospectrophotomètre du CEMEF, quelques échantillons ont été caractérisés par l'entreprise Lighttec, sur un goniospectrophotomètre 3D permettant les mesures en dehors du plan spéculaire. La source lumineuse est une lampe halogène très légèrement divergente, avec un angle d'environ 1° . La source éclaire l'échantillon sur une surface de 1 mm de diamètre en incidence normale. Les mesures sont faites avec une résolution de 0.1° pour l'angle zenithal. Un balayage zenithal est fait tous les 10° dans la direction azimut. Le capteur intègre la lumière collectée sur un angle de 2.2° .

2.3 Evaluation de l'indice de réfraction du vernis par une simple mesure au brillancemètre

Comme évoqué dans le paragraphe 2.1.4, la BRDF dépend de l'indice de réfraction (à travers le coefficient de Fresnel) pour des matériaux diélectriques. Par conséquent, il est nécessaire d'avoir une valeur, au moins approchée, de l'indice de réfraction du vernis polyuréthane pour faire des calculs de BRDF. N'ayant pas d'ellipsomètre¹⁸ à disposition, une méthode simple d'évaluation de l'indice de réfraction, à partir d'une mesure au brillancemètre, est proposée dans cette partie.

2.3.1 Que signifie la valeur affichée par le brillancemètre ?

Comme le montre l'équation 1, le brillancemètre détermine le ratio entre le flux réfléchi par le matériau étudié et le flux réfléchi par un étalon pour des angles d'incidence de 20° , 60° et 85° . Toutefois, cette équation 1, écrite telle quelle, laisse penser que la valeur de l'étalonnage utilisée dans le calcul est la même pour les trois angles d'incidence (i.e. $\Phi_{et}(20^\circ) = \Phi_{et}(60^\circ) = \Phi_{et}(80^\circ)$), ce qui est faux. En réalité, un étalonnage est fait pour chaque angle, donc :

18. Méthode classique pour mesurer un indice de réfraction [46] [47]

$$G(20^\circ) = 100 \times \frac{\Phi_{ech}(20^\circ)}{\Phi_{et}(20^\circ)} \quad (17)$$

$$G(60^\circ) = 100 \times \frac{\Phi_{ech}(60^\circ)}{\Phi_{et}(60^\circ)} \quad (18)$$

$$G(85^\circ) = 100 \times \frac{\Phi_{ech}(85^\circ)}{\Phi_{et}(85^\circ)} \quad (19)$$

Or, d'après la norme [9], l'étalon est un verre poli d'indice de réfraction $n = 1,567$. Il s'agit donc d'un matériau diélectrique. Par conséquent, la valeur de Φ_{et} est fortement dépendante de l'angle d'incidence (coefficient de Fresnel). Lorsqu'on mesure la brillance au brillancemètre sur un matériau diélectrique, la valeur donnée par l'appareil est donc le ratio de deux valeurs mesurées sur des matériaux diélectriques. Voyons la conséquence de cela sur la dépendance de la brillance à l'angle d'incidence.

2.3.2 Conséquence sur la dépendance à l'angle d'incidence de la mesure

Traçons le coefficient de Fresnel pour un matériau d'indice de réfraction $n = 1,567$ (l'étalon en verre poli), et pour un autre matériau d'indice 1,5 par exemple. Les courbes sont tracées sur la FIGURE 14.

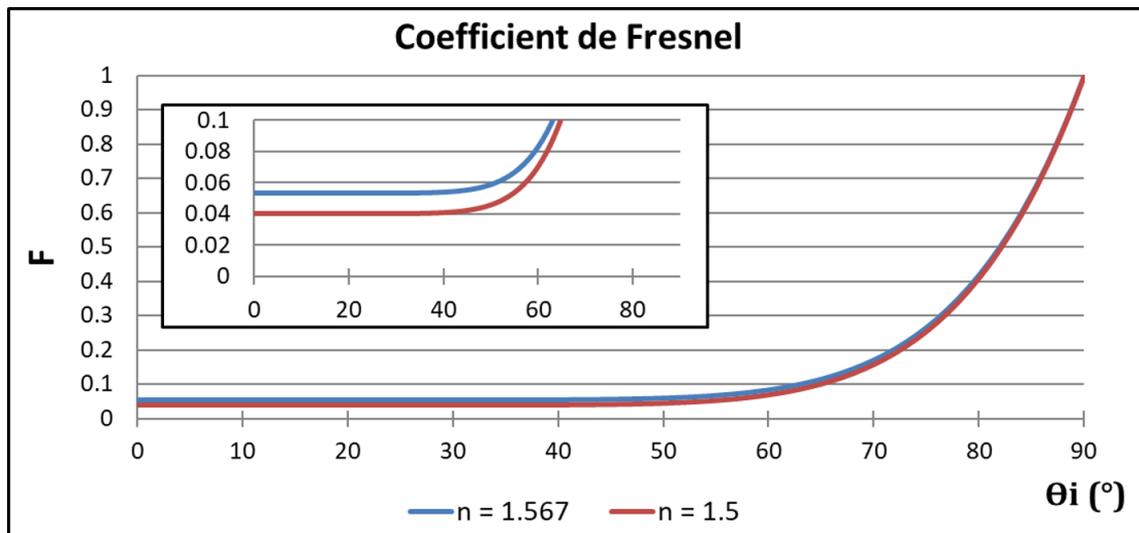


FIGURE 14 – Coefficient de Fresnel en fonction de l'angle incidence pour des indices de réfraction de 1,5 et 1,567

Les deux courbes sont quasiment superposées. Toutefois, en zoomant sur les courbes pour des valeurs de F inférieures à 0,1, on constate que les courbes ne sont pas tout à fait identiques aux faibles incidences. C'est cette légère différence que nous allons exploiter pour évaluer l'indice de réfraction du matériau.

Afin de quantifier cet écart en fonction de l'indice de réfraction, traçons (FIGURE 15) le ratio entre le coefficient de Fresnel d'un matériau d'indice de réfraction n et le coefficient de Fresnel de l'étalon (d'indice $n = 1,567$) en fonction de l'angle d'incidence θ_i , pour différentes valeurs de n .

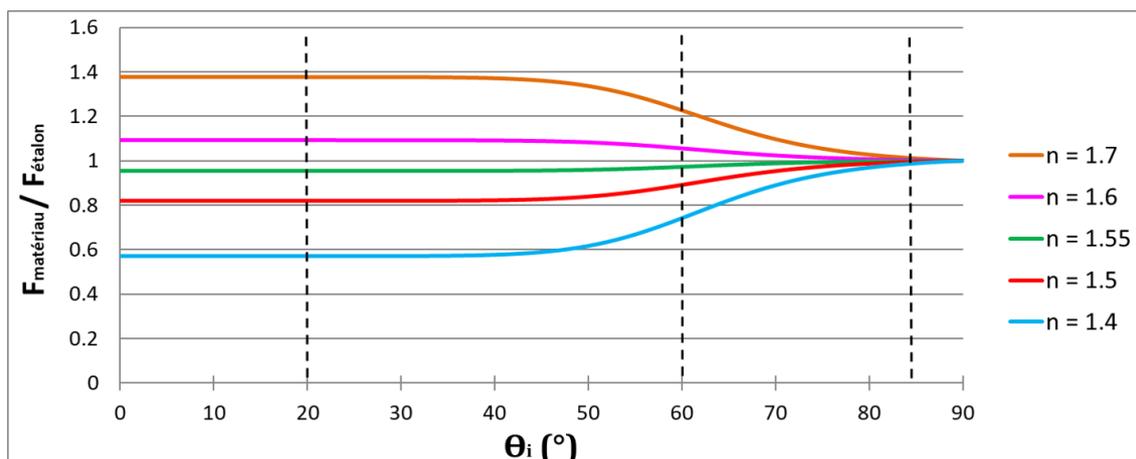


FIGURE 15 – Ratio entre le coefficient de Fresnel d’un matériau d’indice de réfraction n et le coefficient de Fresnel d’un matériau d’indice de réfraction 1,567 (l’étalon). Les pointillés correspondent aux angles auxquels sont faites les mesures au brillancemètre

Ce ratio, multiplié par 100, correspond à la brillance qu’aurait un matériau d’indice de réfraction n pour un angle d’incidence donné¹⁹, **s’il était parfaitement lisse** (i.e. aucune diffusion de surface par la rugosité). Dans ce cas, toute la lumière est réfléchiée dans la direction spéculaire, et seules les propriétés physiques du matériau régissent la quantité de lumière mesurée.

Les courbes de la FIGURE 15 montrent que, **sur un échantillon parfaitement lisse**, le sens de variation de la brillance avec l’angle d’incidence dépend de la valeur de l’indice de réfraction du matériau par rapport à celle de l’étalon :

- Quand le matériau a un indice de réfraction supérieur à celui de l’étalon, la brillance décroît quand l’angle d’incidence augmente.
- Quand le matériau a un indice de réfraction inférieur à celui de l’étalon, la brillance croît quand l’angle d’incidence augmente.

On retrouve bien la conclusion de Leloup et al. [20].

2.3.3 Dédution d’un indice de réfraction approché

Essayons d’évaluer l’indice de réfraction de notre vernis à partir des courbes de la FIGURE 15. La brillance a été mesurée sur l’échantillon 1 du Tableau 2. L’échantillon n’étant pas chargé, il est très peu rugueux et donc très brillant. On se place donc dans les conditions dans lesquelles la brillance mesurée est uniquement fonction de l’indice de réfraction puisque la diffusion par la rugosité est très faible. On mesure les valeurs suivantes :

$$G(20^\circ) = 86.7; G(60^\circ) = 92.5; G(85^\circ) = 94.9$$

Sur cet échantillon, la brillance est une fonction croissante de l’angle d’incidence. On peut donc dire, d’après les courbes de la FIGURE 15, que l’indice de réfraction du vernis polyuréthane est inférieur à l’indice de l’étalon : $n_{PU} < 1,567$.

19. Ce qui signifie que la brillance mesurée peut être supérieure à 100 ($1,4 \times 100 = 140$ pour $n=1,7$), ce qui peut paraître surprenant. C’est le cas en pratique, les métaux polis par exemple ont une brillance supérieure à 1000.

Il reste à trouver une borne inférieure. Comme on le voit sur la FIGURE 15, la brillance mesurée à un angle donné (pour un échantillon lisse toujours) est fonction de l'indice de réfraction. Nous allons utiliser cette dépendance pour évaluer une borne inférieure de l'indice de réfraction. On trace n en fonction de $100 \times \frac{F_{\text{matériau}}}{F_{\text{étalon}}}$ pour des angles d'incidence de 20° , 60° et 85° . En pratique, cela revient à multiplier l'ordonnée de la FIGURE 15 par 100 et remonter les trois lignes en pointillés. On obtient les courbes de la FIGURE 16.

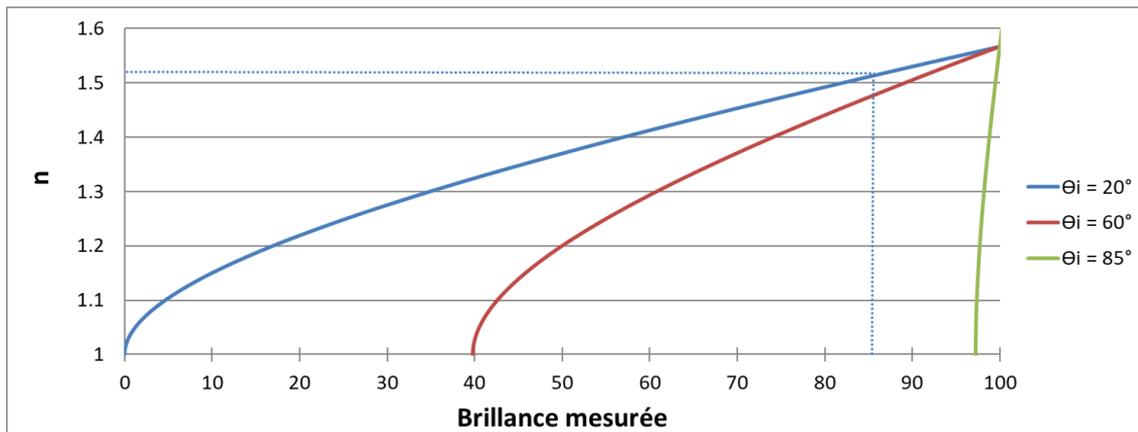


FIGURE 16 – Indice de réfraction en fonction de la brillance mesurée, pour des angles d'incidence de 20° , 60° et 85°

Ainsi, on peut lire l'indice de réfraction du matériau sur cette courbe à partir d'une mesure au brillancemètre. Pour $\theta_i = 85^\circ$, la courbe est très serrée entre des brillances de 97 et 100. Par conséquent, la moindre incertitude sur la mesure de la brillance fausse complètement la valeur déduite de n . Pour $\theta_i = 60^\circ$, la courbe est plus étalée, ce qui minimise l'incertitude, mais la courbe la plus étalée est celle pour $\theta_i = 20^\circ$. C'est donc cette courbe que nous allons utiliser. La brillance mesurée sur notre vernis sans charges pour $\theta_i = 20^\circ$ vaut 86.7. On en déduit (pointillés bleus de la FIGURE 16) un indice de réfraction du vernis $n_{PU} = 1,52$. Cette valeur suppose que l'échantillon soit parfaitement lisse. Or, bien que très brillant, ce n'est pas un miroir. Il y a donc forcément un tout petit peu de diffusion par la surface. Cette valeur n'est donc qu'une borne inférieure²⁰.

Si on combine cette borne avec celle établie grâce au sens de variation de la brillance avec l'angle d'incidence, on obtient l'encadrement suivant pour l'indice de réfraction de notre vernis polyuréthane :

$$1,52 < n_{PU} < 1,567 \quad (20)$$

Dans *Physical properties of polymers handbook* [48] (p.837), on trouve $n_{PU} = 1,525$. L'encadrement de l'équation 20 est donc tout à fait correct.

Dans la suite, nous prendrons l'indice de réfraction au milieu de cet intervalle, soit $n_{PU} = 1,55$. Ce résultat n'est bien sûr pas d'une grande précision, mais il a le mérite d'offrir un ordre de grandeur via une méthode extrêmement simple à mettre en œuvre. Cette méthode est généralisable à n'importe quel matériau diélectrique à condition qu'il soit suffisamment lisse.

20. La diffusion provoquée par la rugosité de surface diminue la valeur de la brillance mesurée. Ainsi, sur les courbes de la FIGURE 16, le point mesuré est "plus à gauche" qu'il ne le serait s'il n'y avait absolument aucune diffusion de surface. C'est donc bien une borne inférieure.

2.4 Le modèle de BRDF

Dans cette partie les différentes étapes du modèle sont expliquées en détail et illustrées sur l'échantillon 5 (Tableau 2).

2.4.1 Mesure de la fonction de distribution des pentes

Premièrement, une mesure de rugosité est faite sur l'échantillon (FIGURE 17.a). Cette rugosité mesurée est dérivée dans les deux directions x et y pour obtenir la pente locale à la surface en chaque point . Puis, il suffit de compter le nombre de facettes dans chaque direction pour en déduire une fonction de distribution (FIGURE 17.b). Cette fonction de distribution est normalisée de manière à avoir :

$$\int_{-\infty}^{+\infty} \int_{-\infty}^{+\infty} \rho\left(\frac{dz}{dx}\right) d\left(\frac{dz}{dx}\right) d\left(\frac{dz}{dy}\right) = 1 \quad (21)$$

Avec ρ la fonction de distribution des pentes, x, y et z les coordonnées des points de la rugosité mesurée. ρ est une fonction discrète qui n'est pas ajustée par une fonction mathématique. ρ sera utilisée directement pour calculer la BRDF.

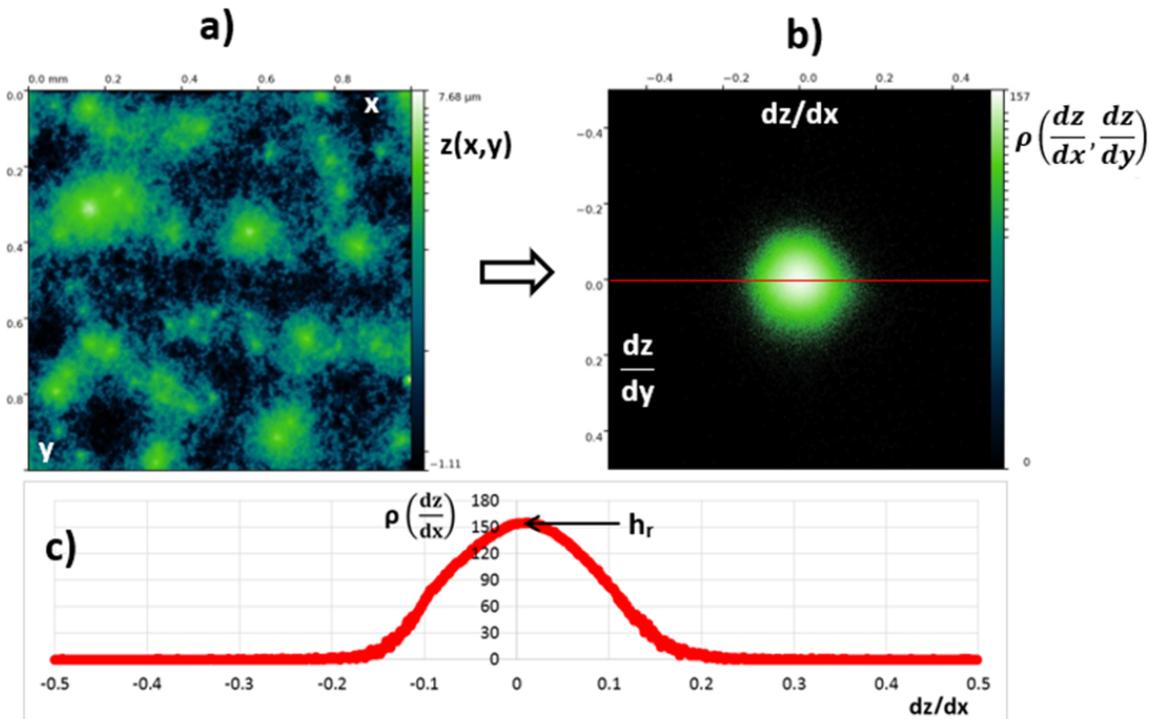


FIGURE 17 – Rugosité de l'échantillon 5 (a), sa distribution des pentes (b), coupe de la distribution des pentes pour $\frac{dz}{dy} = 0$. (c)

2.4.2 Réflexion par une facette

Considérons les trois vecteurs directeurs de la direction incidente (I), réfléchi (R) et normale à une facette (N) illustrés sur la FIGURE 18 :

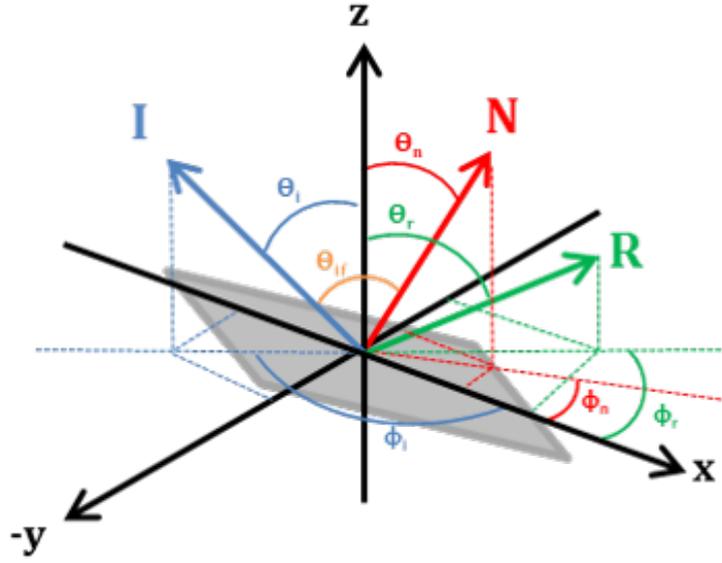


FIGURE 18 – Vecteurs incident (I), réfléchi (R), et normal à la facette (N).

En coordonnées sphériques :

$$I = \begin{pmatrix} \theta_i \\ \phi_i \\ 1 \end{pmatrix} \quad N = \begin{pmatrix} \theta_n \\ \phi_n \\ 1 \end{pmatrix} \quad R = \begin{pmatrix} \theta_r \\ \phi_r \\ 1 \end{pmatrix} \quad (22)$$

Les trois mêmes vecteurs en coordonnées cartésiennes :

$$I = \begin{pmatrix} x_i \\ y_i \\ z_i \end{pmatrix} \quad N = \begin{pmatrix} x_n \\ y_n \\ z_n \end{pmatrix} \quad R = \begin{pmatrix} x_r \\ y_r \\ z_r \end{pmatrix} \quad (23)$$

Avec $x_k = \sin(\theta_k)\cos(\phi_k)$, $y_k = \sin(\theta_k)\sin(\phi_k)$ et $z_k = \cos(\theta_k)$

Le mesure donne une distribution des pentes. Or, ici, c'est la direction de la normale à la facette qui nous intéresse. L'équation du plan, pour une facette, peut s'écrire :

$$-\frac{dz}{dx}.x - \frac{dz}{dy}.y + z = 0 \quad (24)$$

Donc, une fois normalisé ($\|N\|=1$), le vecteur N s'exprime, en coordonnées cartésiennes :

$$N = \frac{1}{\sqrt{1 + \left(-\frac{dz}{dx}\right)^2 + \left(-\frac{dz}{dy}\right)^2}} \begin{pmatrix} -\frac{dz}{dx} \\ -\frac{dz}{dy} \\ 1 \end{pmatrix} \quad (25)$$

Géométriquement, le vecteur R est le symétrique du vecteur I par rapport à l'axe dirigé par le vecteur N . Mathématiquement, ceci peut être exprimé comme :

$$R = MI \quad (26)$$

Avec M la matrice de rotation d'angle 180° autour de l'axe dirigé par le vecteur N :

$$M = \begin{pmatrix} -1 + 2x_n^2 & 2x_n y_n & 2x_n z_n \\ 2x_n y_n & -1 + 2y_n^2 & 2y_n z_n \\ 2x_n z_n & 2y_n z_n & 1 + 2z_n^2 \end{pmatrix} \quad (27)$$

En coordonnées sphériques on obtient :

$$\theta_r = \arccos(z_r) \text{ et } \phi_r = \begin{cases} \arccos\left(\frac{x_r}{\sqrt{x_r^2 + y_r^2}}\right) & \text{si } y_r \geq 0 \\ 360 - \arccos\left(\frac{x_r}{\sqrt{x_r^2 + y_r^2}}\right) & \text{si } y_r < 0 \end{cases} \quad (28)$$

Avec :

$$\begin{cases} x_r = (-1 + 2x_n^2)x_i + (2x_n y_n)y_i + (2x_n z_n)z_i \\ y_r = (2x_n y_n)x_i + (-1 + 2y_n^2)y_i + (2y_n z_n)z_i \\ z_r = (2x_n z_n)x_i + (2y_n z_n)y_i + (-1 + 2z_n^2)z_i \end{cases} \quad (29)$$

En utilisant ces relations, on peut calculer la direction réfléchiée sur une facette à partir de son orientation et d'une direction incidente donnée.

2.4.3 Proportion de la lumière réfléchiée par une facette

La proportion de lumière réfléchiée par une facette dépend des propriétés physiques du matériau. Pour les métaux, le coefficient de réflexion est proche de 1 et est peu dépendant de l'angle d'incidence [49] [50]. Pour simplifier, nous prendrons donc un coefficient de réflexion de 1 pour les échantillons métallisés²¹, quel que soit l'angle d'incidence. Concernant nos échantillons polymères non métallisés (diélectriques), l'influence de l'angle d'incidence sur la proportion de lumière réfléchiée ne peut pas être négligée. Celle-ci est donnée par le coefficient de Fresnel :

$$F(\theta_{if}, n) = \frac{1}{2} \left(\frac{\tan^2(\tau - \theta_{if})}{\tan^2(\tau + \theta_{if})} + \frac{\sin^2(\tau - \theta_{if})}{\sin^2(\tau + \theta_{if})} \right) \quad (30)$$

avec $\tau = \frac{\sin(\theta_{if})}{n}$, où n est l'indice de réfraction du matériau que nous prendrons égal à 1,55 par la suite (valeur établie dans la partie 2.3). θ_{if} est l'angle d'incidence de la lumière sur la facette (cf FIGURE 18). θ_{if} est l'angle formé entre les vecteurs I et N et vaut donc :

$$\theta_{if} = (\widehat{I, N}) = \arccos(\sin(\theta_i)\sin(\theta_r)\cos(\phi_i - \phi_r) + \cos(\theta_i)\cos(\theta_r)) \quad (31)$$

21. 100% de la lumière arrivant sur une facette est réfléchiée.

2.4.4 Calcul de la BRDF

Pour une direction d'incidence et une orientation de facette, on sait calculer la direction de réflexion. De plus, la fonction de distribution des pentes (FIGURE 17) nous donne la proportion de chaque orientation de facettes sur le matériau. Par ailleurs, on impose un coefficient de réflexion (sur chaque facette) de 100% pour une surface métallique et il est donné par le coefficient de Fresnel (équation (30)) pour les surfaces polymères. Nous avons donc tous les éléments nécessaires au calcul de la BRDF. La BRDF calculée pour l'échantillon 5 est présentée sur la FIGURE 19.

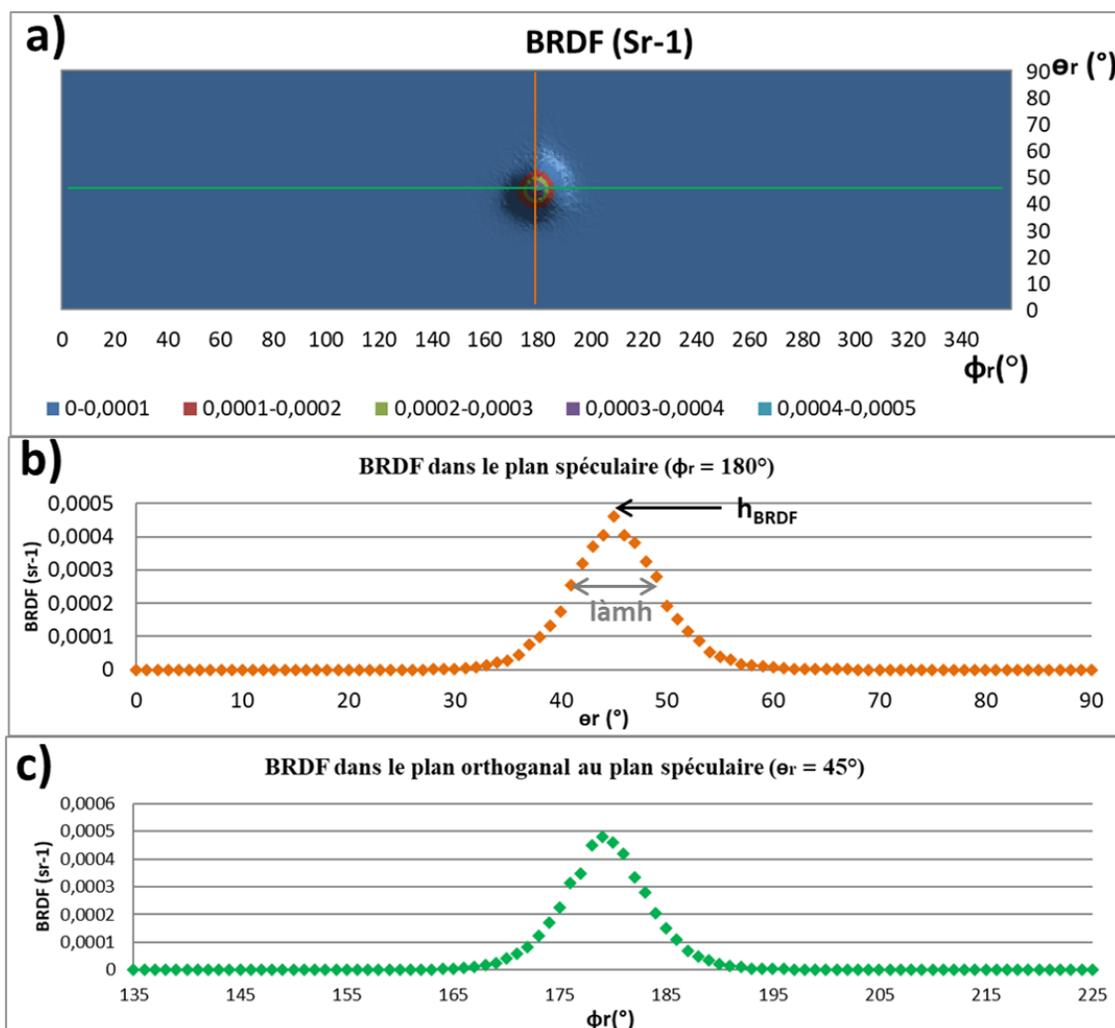


FIGURE 19 – BRDF de l'échantillon 5 calculée pour $n=1,55$, $\theta_i = 45^\circ$ et $\phi_i = 0^\circ$. BRDF complète (a), coupe dans le plan spéculaire (b), coupe dans le plan orthogonal au plan spéculaire qui passe par la direction spéculaire (c)

Le calcul est rapide ($< 30s$) car il est, en gros, proportionnel au nombre de facettes tant qu'on ne prend pas en compte les phénomènes d'ombrage, masquage ou encore de multi-réflexions²²

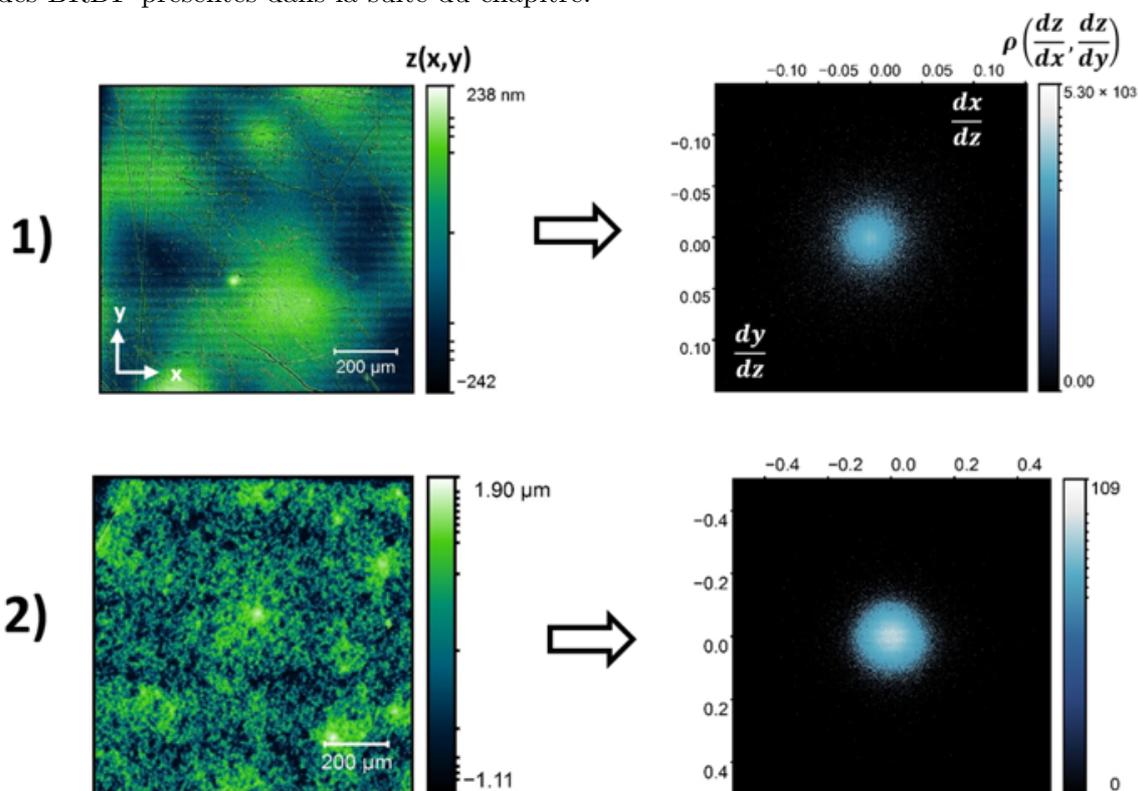
22. Si on prenait ces phénomènes en compte, l'approche statistique ne serait plus valide. En effet, compter le nombre de facettes dans chaque orientation pour construire une fonction de distribution puis l'utiliser pour faire les calculs revient à factoriser chaque orientation par son nombre de facettes. Implicitement,

2.5 Influence de la rugosité et des propriétés physiques

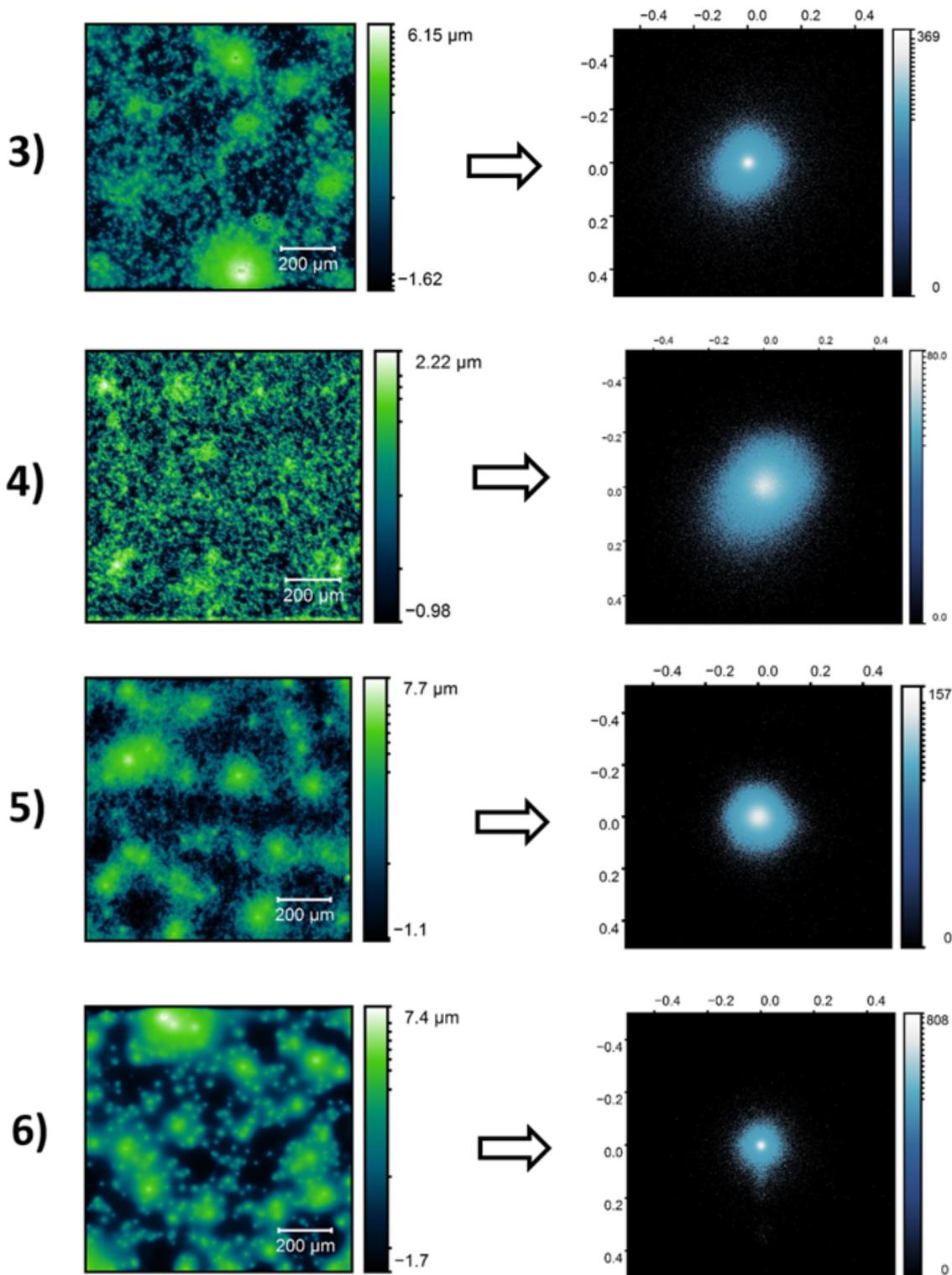
Dans cette partie, nous proposons de calculer la BRDF sur chaque échantillon, à angle d'incidence fixé ($\theta_i = 45^\circ$). Les résultats de ces calculs seront ensuite comparés aux résultats expérimentaux dans le paragraphe 2.5.3. Puis, dans la partie 2.6, nous étudierons l'influence de l'angle d'incidence sur la BRDF.

2.5.1 Mesures de la rugosité des échantillons

La rugosité des 9 échantillons du tableau 2 est mesurée par rugosimétrie confocale. Une image de la topographie de chacun est présentée sur la FIGURE 20 (à gauche). Pour chaque topographie, la distribution des pentes correspondante est calculée et présentée également sur la FIGURE 20 (à droite). Ce sont ces distributions qui sont utilisées dans les calculs des BRDF présentés dans la suite du chapitre.



on suppose que chaque facette ayant la même orientation est strictement équivalente. Or, si on prend en compte les phénomènes d'ombrage-masquage-multiréflexions, chaque facette n'est plus équivalente puisque ces phénomènes dépendent de l'environnement proche de chaque facette. Pour prendre en compte ces phénomènes, il faut calculer ce qu'il se passe exactement sur chaque facette indépendamment. Autre possibilité : introduire une fonction d'ombrage/masquage, comme dans le modèle de Torrance Sparrow, mais cela nous obligerait à faire des hypothèses sur la géométrie de la rugosité de surface. Or, c'est précisément ce qu'on cherche à éviter en faisant le calcul directement à partir de la rugosité mesurée.



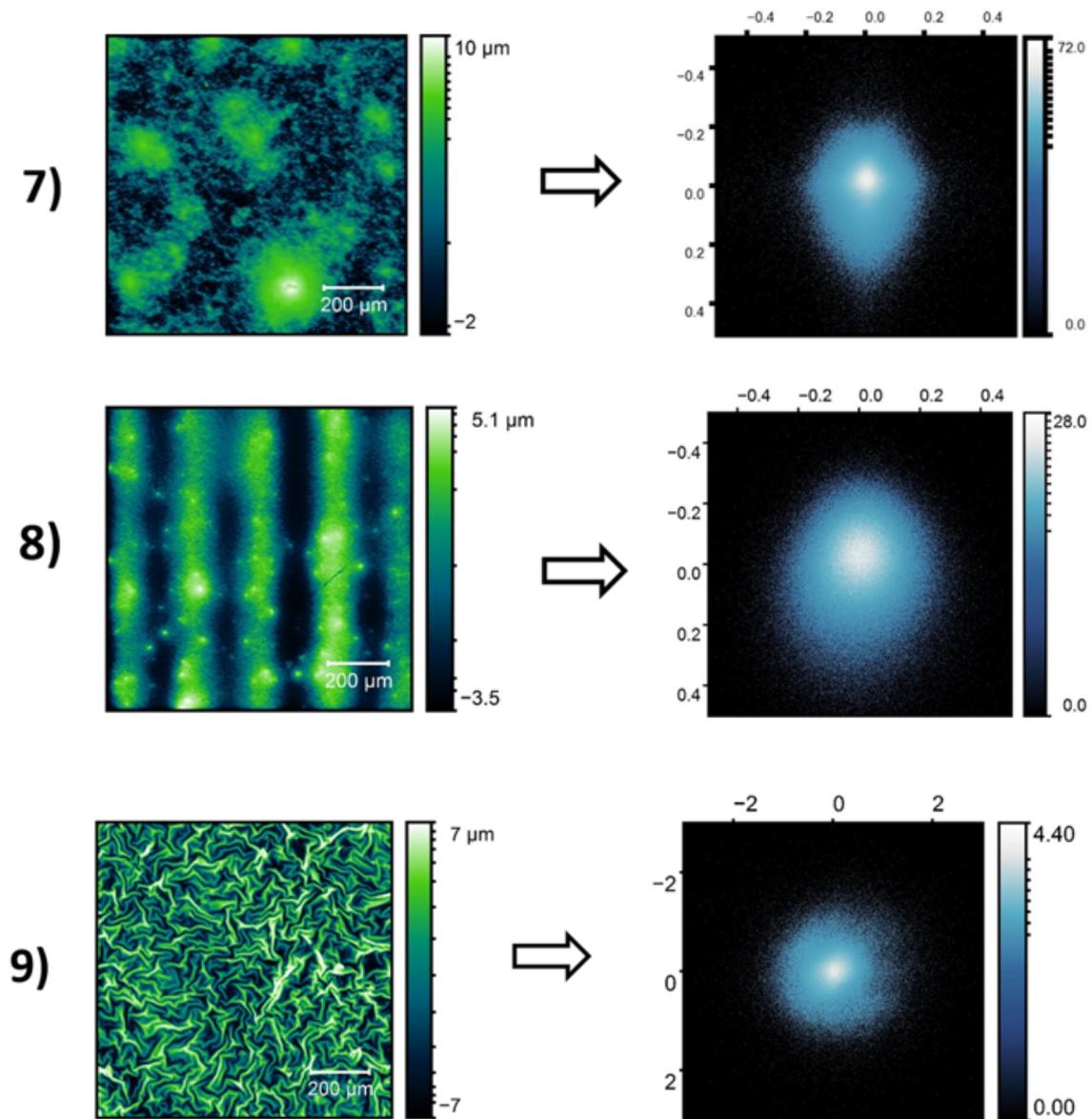


FIGURE 20 – Rugosités mesurées des échantillons 1 à 9 (à gauche), fonctions de distribution des pentes correspondantes (à droite). Attention, pour plus de lisibilité, les échelles en $\frac{dz}{dx}$ et en $\frac{dz}{dy}$ sont différentes pour les échantillons 1 et 9.

L'échantillon 1 a des pentes inférieures à 0,05 soit un angle maximal de 3° ($\arctan(0,05)$). Les facettes sont donc quasiment parallèles au plan moyen. Les échantillons 2 à 8 ont tous des pentes inférieures à 0,2, soit des angles inférieurs à 12° . Les facettes ne sont plus parallèles à la surface moyenne, mais il s'agit tout de même de pentes modérées. Enfin, l'échantillon 9 a des pentes maximales de 1, soit un angle de 45° . Cet échantillon a donc des pentes locales importantes.

On observe des stries sur l'échantillon 8, qu'on n'observe pas sur les autres échantillons. Le vernis PU est déposé sur le PVC avec une tige striée (l'écart entre les stries gouverne l'épaisseur de PU déposée). Après le dépôt du PU liquide, on observe systématiquement ces stries puis, après quelques secondes, le PU s'écoule et les stries disparaissent avant

la réticulation sous UV. Le PU liquide de l'échantillon 8 est beaucoup plus visqueux que les autres (les charges sont beaucoup plus poreuses que celles incorporées dans les autres formulations. En conséquences, pour une même fraction massique, les charges occupent une fraction volumique beaucoup plus importante, d'où une viscosité plus élevée). L'écoulement est donc trop lent pour que les stries disparaissent avant le passage sous UV et celles-ci sont alors figées par la réticulation

2.5.2 Calculs numériques

2.5.2.1 Hauteur des BRDF

A partir des distributions des pentes de la FIGURE 20, la BRDF de chaque échantillon est calculée deux fois : une première avec des propriétés métalliques (100% de lumière réfléchi par chaque facette) puis une seconde avec des propriétés "polymères" (coefficient de Fresnel appliqué à chaque facette). Dans les deux cas, la direction d'incidence est $\theta_i = 45^\circ$ et $\phi_i = 0^\circ$. Ainsi nous pouvons distinguer l'effet des propriétés physiques de celui de la rugosité. Les résultats des calculs se trouvent sur la FIGURE 21, sur laquelle est tracée la hauteur de la BRDF h_{BRDF} en fonction de la hauteur de la fonction de distribution des pentes de la rugosité h_r (cf la FIGURE 19 pour la notation), en échelle logarithmique.

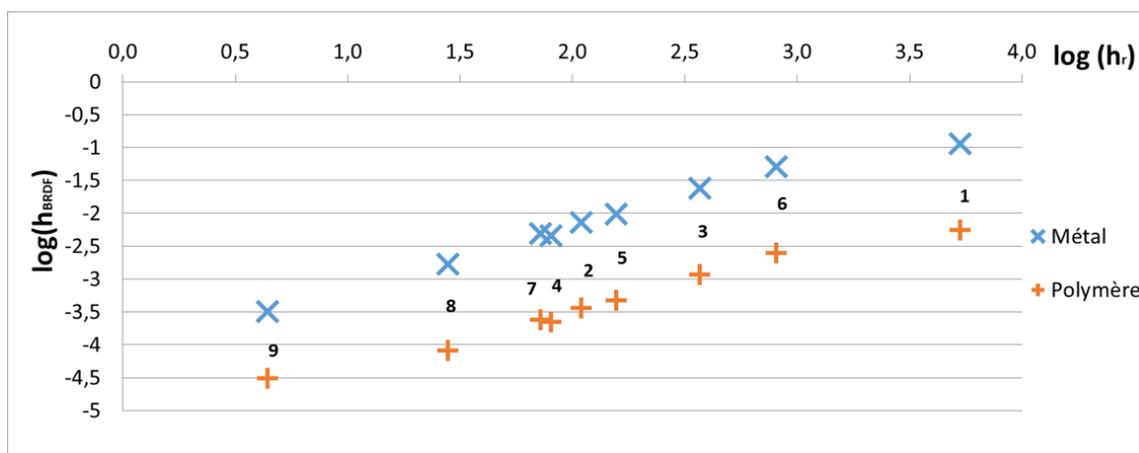


FIGURE 21 – Hauteur de la BRDF en fonction de la hauteur de la fonction de distribution des pentes de la rugosité, pour des propriétés métalliques (en bleu) et polymériques (en orange). Calculs faits avec $n=1,55$, $\theta_i = 45^\circ$ et $\phi_i = 0^\circ$.

On observe une belle corrélation entre la hauteur de la BRDF et la hauteur de la distribution des pentes²³. Quelles que soient les propriétés choisies pour le matériau, la hauteur de la BRDF est une fonction croissante de la hauteur de la distribution des pentes. Ceci est logique car une fonction de distribution haute correspond à une surface lisse, qui réfléchit donc la lumière dans la direction spéculaire, d'où une BRDF haute. A l'inverse, une distribution des pentes large correspond à une surface rugueuse, qui diffuse la lumière dans l'espace, et donc une BRDF plus étalée et moins haute.

La valeur de la hauteur de la BRDF dépend des propriétés du matériau. Pour une même rugosité, h_{BRDF} est toujours plus grand pour l'échantillon métallique que pour l'échan-

23. En revanche, il n'y a quasiment pas de corrélation entre S_a et la hauteur de la BRDF (les échantillons sont numérotés dans l'ordre croissant de S_a).

tillon polymère. Qualitativement ce n'est pas étonnant puisque localement, sur chaque facette, les métaux réfléchissent plus de lumière.

2.5.2.2 Largeur des BRDF dans le plan spéculaire

A partir des mêmes calculs que ceux dont sont issus les points de la FIGURE 21, nous pouvons tracer cette fois la largeur à mi-hauteur de la BRDF dans le plan spéculaire $\lambda_m h_{BRDF}$ (cf la FIGURE 19 pour la notation) en fonction de la hauteur de la fonction de distribution des pentes. Les résultats sont tracés sur la FIGURE 22.

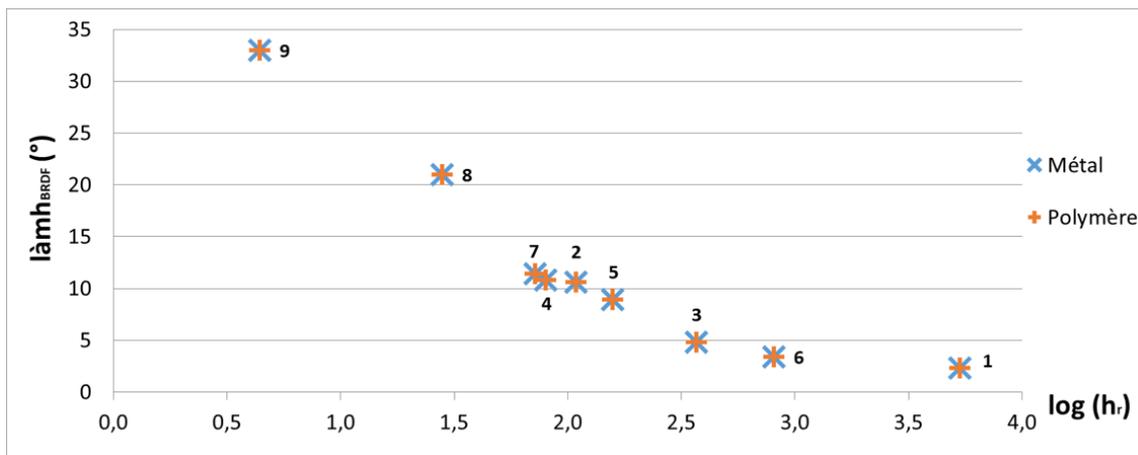


FIGURE 22 – Largeur de la BRDF dans le plan spéculaire en fonction de la hauteur de la fonction de distribution des pentes de la rugosité, pour des propriétés métalliques (en bleu) et polymériques (en orange). Calculs faits avec $n=1,55$, $\theta_i = 45^\circ$ et $\phi_i = 0^\circ$.

A nouveau, on observe une belle corrélation pour les échantillons métalliques comme polymères : la largeur de la BRDF dans le plan spéculaire est une fonction décroissante de la hauteur de la fonction de distribution des pentes. Ce n'est pas étonnant car une distribution des pentes haute correspond à une surface lisse c'est-à-dire peu diffusante, et donc une BRDF fine autour de la direction spéculaire.

Ce qui est particulièrement intéressant sur cette courbe, c'est que les points des surfaces métalliques et polymériques se superposent. Cela signifie que la largeur de la BRDF est indépendante des propriétés physiques du matériau.

On peut en déduire que les propriétés physiques du matériau régissent la quantité de lumière qu'il réfléchit (cf les hauteurs sur la FIGURE 21), mais que la rugosité contrôle la façon dont cette quantité de lumière est diffusée géométriquement dans l'espace.

2.5.2.3 Relation entre BRDF et perception visuelle

On voit alors apparaître deux grandeurs indépendantes permettant de décrire la brillance : la hauteur et la largeur de la BRDF. A quoi correspondent-elles visuellement ?

- La hauteur : elle correspond à la quantité de lumière réfléchiée dans la direction spéculaire, indépendamment de la forme du reflet. C'est la hauteur qui est responsable de l'éblouissement. Lorsqu'on roule sur une route mouillée en fin de journée avec le

soleil rasant en face, la route est éblouissante car la BRDF est haute, bien que le reflet du soleil sur la route soit diffus.

- La largeur : elle correspond à la netteté d'un reflet. Lorsque la BRDF est fine, le reflet est net ; lorsqu'elle est large, le reflet est diffus. Si on reprend l'exemple de la route mouillée, on est dans un cas où le reflet du soleil est diffus (on ne voit pas nettement la forme du soleil en reflet sur la route). Dans ce sens, la route est matte (toujours dans le sens netteté du reflet). Pourtant le reflet est éblouissant, et donc brillant (cette fois ci du point de vue de la quantité de lumière réfléchie).

On voit bien à travers cet exemple qu'il existe différentes façons de décrire la brillance, avec des résultats contradictoires suivant la définition choisie. Reprenons l'exemple des maisons de retraite évoqué dans l'introduction : dans les longs couloirs, les personnes sont désorientées par le reflet des lampes sur le sol s'il est trop brillant. Ici on est dans un cas où la BRDF n'est pas très haute (étant en polymère, pour des angles d'incidence modérés, seule 5% de la lumière incidente est réfléchie par le matériau), mais très fine puisque le reflet est net. On est donc dans un cas rigoureusement inverse à l'exemple de la route mouillée (BRDF haute et large pour la route, basse et fine pour le revêtement de sol), et pourtant le matériau est décrit comme brillant dans les deux cas. Qualifier un matériau de "brillant" ou "mat" au sens large, sans définir proprement de quoi on parle au préalable n'a donc pas de sens évident.

Revenons sur la mesure faite au brillancemètre. Puisqu'il mesure la quantité de lumière réfléchie dans la direction spéculaire, il s'agit plutôt d'une mesure de la hauteur de la BRDF²⁴. Par conséquent, le brillancemètre mesure une brillance correspondant à l'éblouissement et pas à la netteté du reflet. On voit là une première limite de la mesure au brillancemètre. Pour illustrer ce problème, prenons l'échantillon 1 polymère (non métallisé) et l'échantillon 7 métallisé. Sur la FIGURE 21, on voit que les deux sont à peu près à la même hauteur. Par conséquent, d'après le raisonnement développé ci-dessus, leur brillance mesurée au brillancemètre doit être proche²⁵. Par contre, la FIGURE 22 montre que la largeur de leur BRDF est très différente, et que donc leur aspect visuel doit l'être également. C'est effectivement le cas, comme illustré sur la FIGURE 23, sur laquelle on voit trois photographies des échantillons pour différents angles d'observation (l'éclairage vient de la lampe au plafond, dont on voit un reflet sur le bureau sur la photo A, l'angle d'incidence est de l'ordre de 30 °)

24. A cela près qu'il intègre sur une certaine plage angulaire, nous y reviendrons en détail plus tard, mais qualitativement la mesure est bien relative à la hauteur de la BRDF.

25. La mesure n'a pas été faite car l'échantillon métallisé est trop petit pour pouvoir être caractérisé au brillancemètre

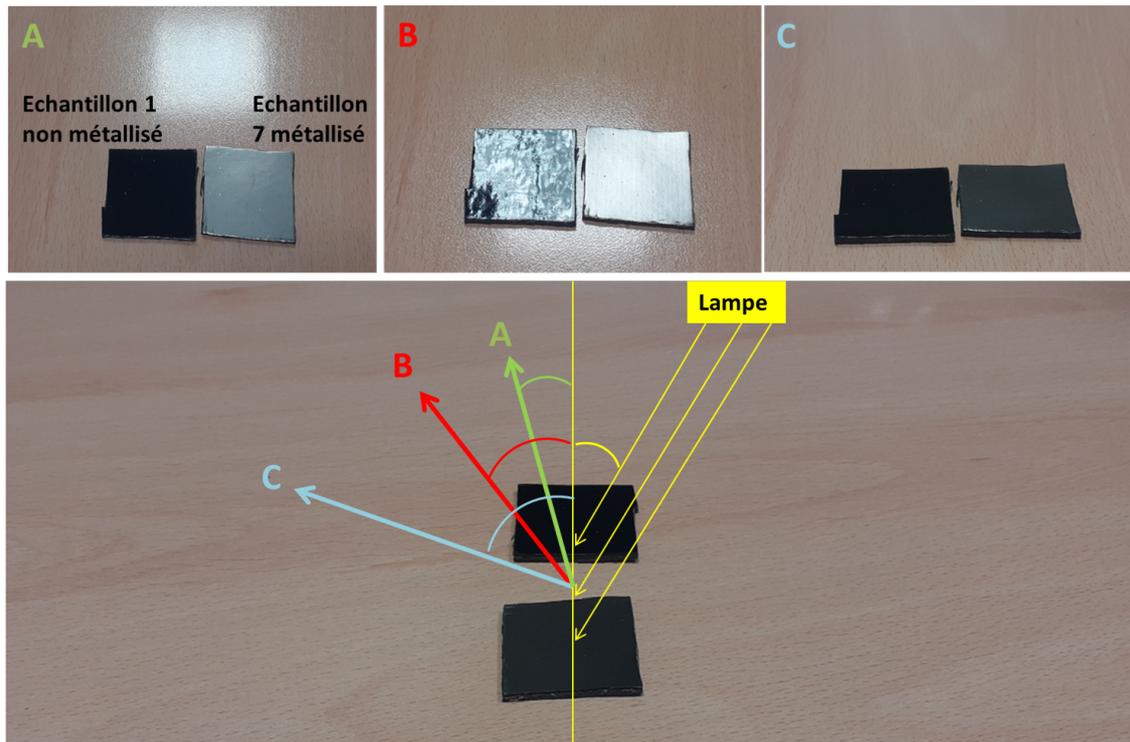


FIGURE 23 – Comparaison de l’aspect visuel de l’échantillon 1 non métallisé et de l’échantillon 7 métallisé pour différents angles d’observation. Les échantillons sont éclairés par la lampe au plafond avec un angle d’incidence de l’ordre de 30° . Les photos sont prises avec des angles de réflexion de l’ordre de 10° , 30° et 70° .

Sur les photos A et C, on voit une différence de couleur entre les deux échantillons, due à la métallisation. On n’y voit pas de différence dans la brillance puisque les photos sont prises loin de la direction spéculaire. La photo B est prise depuis la direction spéculaire (dans le reflet). On voit que l’aspect des deux matériaux est très différent : diffus pour l’échantillon 7 métallisé, plus net pour l’échantillon 1 non métallisé (le reflet semble tout de même déformé à cause d’une ondulation de surface dont la taille caractéristique est de l’ordre du millimètre, donc à une échelle supérieure à celle considérée dans le modèle). Cet exemple montre bien qu’il est insuffisant de caractériser la brillance uniquement en mesurant la hauteur de sa BRDF.

2.5.3 Etude expérimentale

2.5.3.1 Mesures au goniospectrophotomètre 2D

Afin de comparer les résultats du modèle à l’expérience, des mesures de BRDF ont été réalisées sur le goniospectrophotomètre 2D du CEMEF présenté dans le paragraphe 2.2.4. Les mesures sont faites avec un angle d’incidence $\theta_i = 45^\circ$, comme dans le modèle. Quelques exemples de mesures réalisées au goniospectrophotomètre 2D sur les échantillons 1 (brillant), 3 (semi brillant) et 9 (très mat) non métallisés sont présentés sur la FIGURE 24. L’abscisse est l’angle de réflexion (l’angle dans lequel se trouve le capteur lors de la mesure du point). L’ordonnée est la luminance relative mesurée sur l’échantillon, en pourcent de celle mesurée dans la direction spéculaire avec un miroir (la lampe étant bien sûr réglée à la même puissance pour la mesure et l’étalonnage).

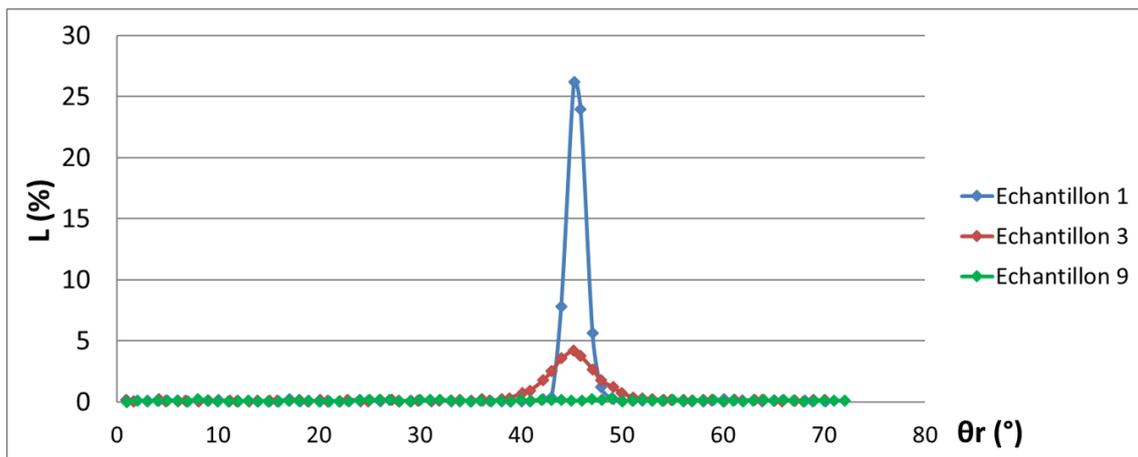


FIGURE 24 – Exemples de mesures réalisées au goniospectrophotomètre 2D sur les échantillons 1 (brillant), 3 (semi brillant) et 9 (très mat), non métallisés, pour $\theta_i = 45^\circ$.

L'échantillon le plus brillant a une BRDF haute et fine. L'échantillon semi-brillant a une BRDF plus étalée et plus basse. L'échantillon 9 a une BRDF totalement étalée. La même mesure a été réalisée 5 fois sur chacun des 18 échantillons (les 9 non métallisés et les 9 métallisés), en changeant la zone éclairée sur chaque mesure. Les résultats sont présentés sur la FIGURE 25.

2.5.3.2 Comparaison modèle/expérience

Puisque la BRDF calculée est une fonction de distribution, elle ne donne pas une valeur absolue, mais une proportion en intégrant sur une certaine plage angulaire. Par ailleurs, le capteur du goniospectrophotomètre 2D intègre la lumière sur un angle de 6° . Pour relier les deux, on intègre donc la BRDF calculée sur un angle de 6° . Les résultats sont comparés aux résultats expérimentaux sur la FIGURE 25.

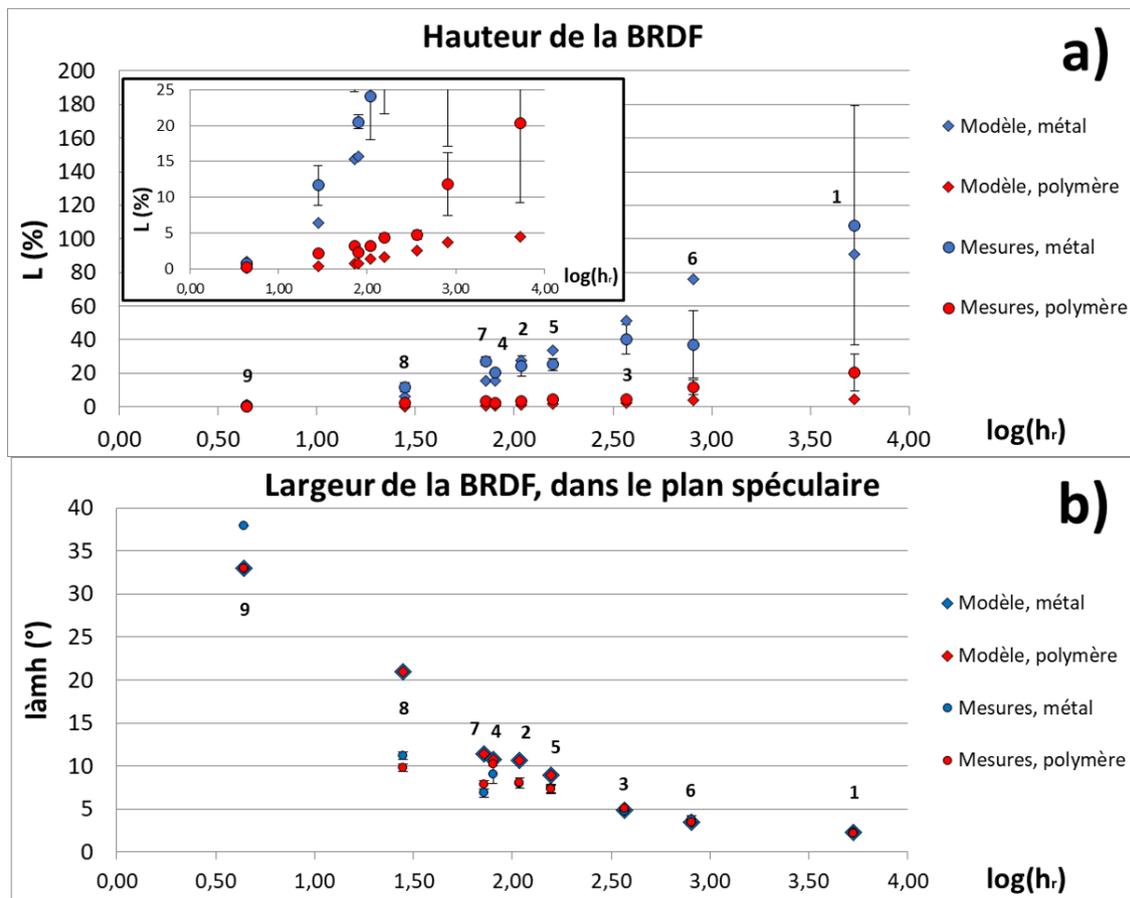


FIGURE 25 – Comparaison du modèle et des mesures de BRDF. Comparaison des hauteurs (a), comparaison des largeurs dans le plan spéculaire (b). Les barres correspondent aux écarts-types des mesures faites cinq fois.

Comparaison des hauteurs : les résultats du modèle et des expériences sont cohérents. Le modèle prévoit bien que la luminance dans la direction spéculaire est une fonction croissante de la hauteur de la fonction de distribution des pentes. De plus, pour le modèle comme pour l'expérience, la hauteur est systématiquement plus grande pour les échantillons métallisés que pour les échantillons polymères. On remarque tout de même que le modèle semble sous-évaluer les valeurs mesurées, en particulier pour les échantillons polymères. On note une grande incertitude sur les mesures faites sur les échantillons brillants et une faible incertitude sur les échantillons mats. Autre fait étonnant, la luminance relative est supérieure à 100% pour l'échantillon 1 ce qui n'a pas de sens physique²⁶ car cela signifierait qu'on crée de l'énergie. Une interprétation de l'incertitude et de cette luminance supérieure à 100% est proposée dans le paragraphe 2.5.3.3.

Comparaison des largeurs : les résultats expérimentaux vont dans le même sens que les résultats numériques présentés dans le paragraphe 2.5.2.2, c'est-à-dire que la largeur de la BRDF dans le plan spéculaire est une fonction décroissante de la hauteur de la fonction de distribution des pentes. On note que l'incertitude est beaucoup plus faible sur la largeur des courbes que sur leur hauteur (les barres d'erreur sont aussi présentes sur la FIGURE 25.b,

26. Pour rappel, une luminance de 100% correspond à une mesure faite dans la direction spéculaire sur un miroir, donc en théorie cela correspond à 100% de la lumière émise par la source.

mais elles sont majoritairement invisibles car plus petites que le point). Une interprétation est proposée dans le paragraphe 2.5.3.3.

2.5.3.3 Incertitude sur la mesure

Essayons d'interpréter les observations suivantes :

1. L'incertitude sur la hauteur de la BRDF est faible pour les échantillons mats.
2. L'incertitude sur la hauteur de la BRDF est grande pour les échantillons brillants.
3. L'incertitude sur la largeur de la BRDF est faible, quelle que soit la brillance.
4. On mesure des luminances supérieures à 100% et le modèle sous-évalue les mesures.

Le goniospectrophotomètre utilisé a été construit en interne au CEMEF il y a quelques années dans le but d'étudier la dépendance angulaire d'effets de couleurs de pigments (donc des matériaux assez diffusants). Il n'était donc pas nécessaire de concevoir un appareil extrêmement précis puisque l'objectif n'était pas de mesurer un pic spéculaire très localisé dans l'espace. On peut donc raisonnablement penser que la précision des mesures faites par l'appareil sur un matériau brillant soit discutable. Puisque, pour les échantillons brillants, la BRDF est très fine et localisée autour de la direction spéculaire, le moindre décalage dans la conception ou le réglage de l'appareil fausse beaucoup la mesure (capteur imparfaitement aligné avec la source, échantillon légèrement incliné etc.). Comme nous allons le voir, ce problème de précision permet d'expliquer les quatre observations.

Considérons la BRDF analytique gaussienne et isotrope suivante, pour une direction d'incidence donnée :

$$BRDF(\theta_r, \phi_r) = h_{BRDF} \cdot \exp\left(-\frac{\theta_r^2 + \phi_r^2}{\sigma_{BRDF}^2}\right) \quad (32)$$

Avec θ_r l'angle zenithal de réflexion, ϕ_r l'angle azimutal de réflexion, h_{BRDF} la hauteur et σ_{BRDF} la largeur de la BRDF.

Disons que cette BRDF est la "vraie" BRDF, celle que l'on cherche à mesurer. Dans l'hypothèse où la mesure au goniospectrophotomètre serait idéale²⁷, on mesurerait la BRDF suivante dans le plan spéculaire :

$$BRDF_{vraie} = BRDF(\theta_r, \phi_r = 0) = h_{BRDF} \cdot \exp\left(-\frac{\theta_r^2}{\sigma_{BRDF}^2}\right) \quad (33)$$

Maintenant, supposons que le capteur ne soit pas parfaitement aligné dans le plan spéculaire mais qu'il soit décalé d'un angle $d\phi$. Dans ce cas, la BRDF mesurée sera :

²⁷. Avec une ouverture du capteur infiniment petite, et un capteur parfaitement aligné dans le plan spéculaire.

$$\begin{aligned}
 BRDF_{mesurée} &= BRDF(\theta_r, d\phi) \\
 &= h_{BRDF} \cdot \exp\left(-\frac{\theta_r^2 + d\phi^2}{\sigma_{BRDF}^2}\right) \\
 &= \exp\left(-\frac{d\phi^2}{\sigma_{BRDF}^2}\right) \cdot h_{BRDF} \cdot \exp\left(-\frac{\theta_r^2}{\sigma_{BRDF}^2}\right) \\
 &= \exp\left(-\frac{d\phi^2}{\sigma_{BRDF}^2}\right) \cdot BRDF_{vraie} \\
 ie \quad BRDF_{mesurée} &= k \cdot BRDF_{vraie} \tag{34}
 \end{aligned}$$

avec $k = \exp\left(-\frac{d\phi^2}{\sigma_{BRDF}^2}\right)$

L'interprétation des quatre observations se trouve dans cette expression de k :

1. Quand l'échantillon est mat, σ_{BRDF} est grand (BRDF large). Or, $\lim_{\sigma_{BRDF} \rightarrow \infty} k = 1$. Ainsi pour les échantillons mats, $BRDF_{mesurée} \simeq BRDF_{vraie}$. Il y a donc peu d'incertitude sur la mesure.
2. Quand l'échantillon est brillant, σ_{BRDF} est petit (BRDF fine) donc $\frac{d\phi^2}{\sigma_{BRDF}^2}$ est grand et donc $k < 1$. Ainsi pour les échantillons brillants, $BRDF_{mesurée} \neq BRDF_{vraie}$. La différence (et donc l'incertitude sur la mesure) est d'autant plus grande que l'échantillon est brillant (σ_{BRDF} petit) et que le décalage dans la conception ou le réglage de l'appareil est grand ($d\phi$ grand).
3. k est indépendant de θ_r . L'exponentielle contenant la dépendance en θ_r , $\left(\exp\left(-\frac{\theta_r^2}{\sigma_{BRDF}^2}\right)\right)$ est la même pour $BRDF_{vraie}$ et pour $BRDF_{mesurée}$. La largeur de $BRDF_{mesurée}$ est donc indépendante de $d\phi$ quelle que soit la valeur de σ_{BRDF} . L'incertitude sur la largeur de la BRDF est donc faible quelle que soit la brillance de l'échantillon.
4. Le miroir ayant servi à l'étalonnage de l'appareil n'échappe pas au point 2. En théorie, la mesure faite pour calibrer l'appareil est censée correspondre à la quantité totale de lumière émise par la lampe. Or, si le calibrage fait sur le miroir est sous-évalué ($k < 1$ pour les échantillons brillants), toutes les mesures faites sur les autres échantillons seront surévaluées, d'où des luminances relatives supérieures à 100% et la sous-évaluation du modèle.

2.6 Influence de l'angle d'incidence

Tous les calculs présentés précédemment ont été faits avec un angle d'incidence $\theta_i = 45^\circ$. Dans cette partie, nous étudions la dépendance à l'angle d'incidence de la BRDF pour les

échantillons 1 (brillant), 3 (semi-brillant) et 4 (mat). Les calculs sont faits pour $\phi_i = 0$, avec des propriétés métalliques et polymères ($n=1,55$), pour des angles d'incidence de 10° , 20° , 30° , 40° , 50° , 60° , 70° , 80° et 85° . Il s'agit d'une analyse purement théorique, réalisée à partir du modèle de BRDF. Cette analyse permettra une meilleure compréhension des mesures faites au brillancemètre (paragraphe 2.6.3). Les résultats théoriques seront confrontés à des mesures réalisées sur un goniospectrophotomètre 3D dans la partie 2.8.

2.6.1 Influence de l'angle d'incidence sur matériaux polymères

Une première série de calculs est réalisée avec des propriétés diélectriques. La FIGURE 26 montre la dépendance de la hauteur de la BRDF à l'angle d'incidence pour les échantillons polymères 1, 3 et 4.

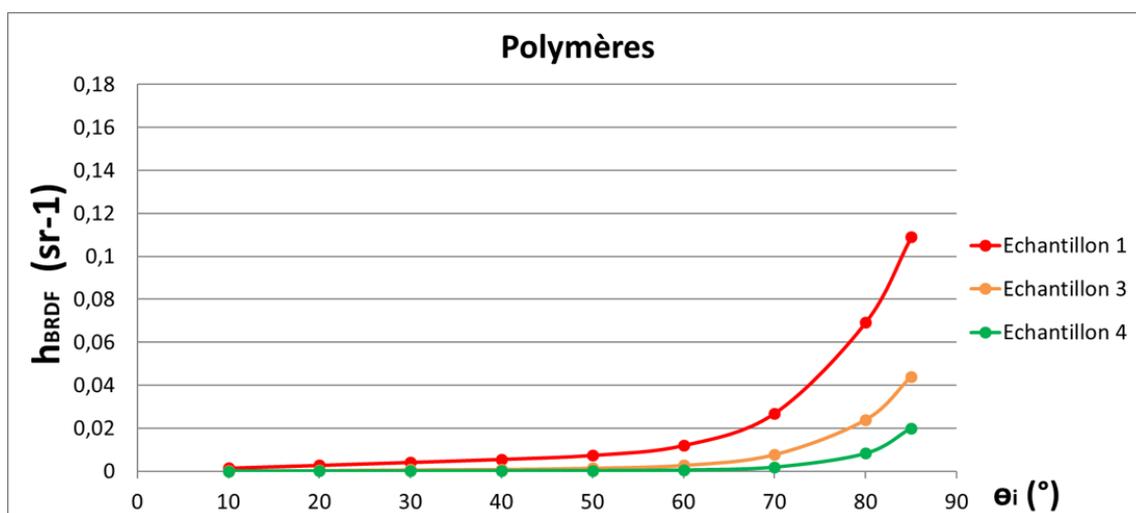


FIGURE 26 – Hauteur de la BRDF calculée sur les échantillons 1, 3 et 4 avec des propriétés polymères ($n=1,55$).

Qualitativement, l'allure de ces courbes ressemble fortement à l'allure du coefficient de Fresnel en fonction de l'angle d'incidence (FIGURE 14). Ce n'est pas étonnant car la quantité totale de lumière réfléchiée par le matériau va nécessairement dans le même sens que la quantité de lumière réfléchiée par une seule facette qui, elle, est calculée par le coefficient de Fresnel. Ici, on met donc en évidence un « effet Fresnel » sur la dépendance de la BRDF à l'angle d'incidence, rien de surprenant.

2.6.2 Influence de l'angle d'incidence sur matériaux métallisés

Une seconde série de calculs est réalisée exactement dans les mêmes conditions que ceux de la FIGURE 26, en modifiant uniquement les propriétés physiques des matériaux en propriétés métalliques (100% de la lumière réfléchiée par chaque facette). La FIGURE 27 montre la dépendance de la hauteur de la BRDF à l'angle d'incidence pour les échantillons métallisés 1, 3 et 4.

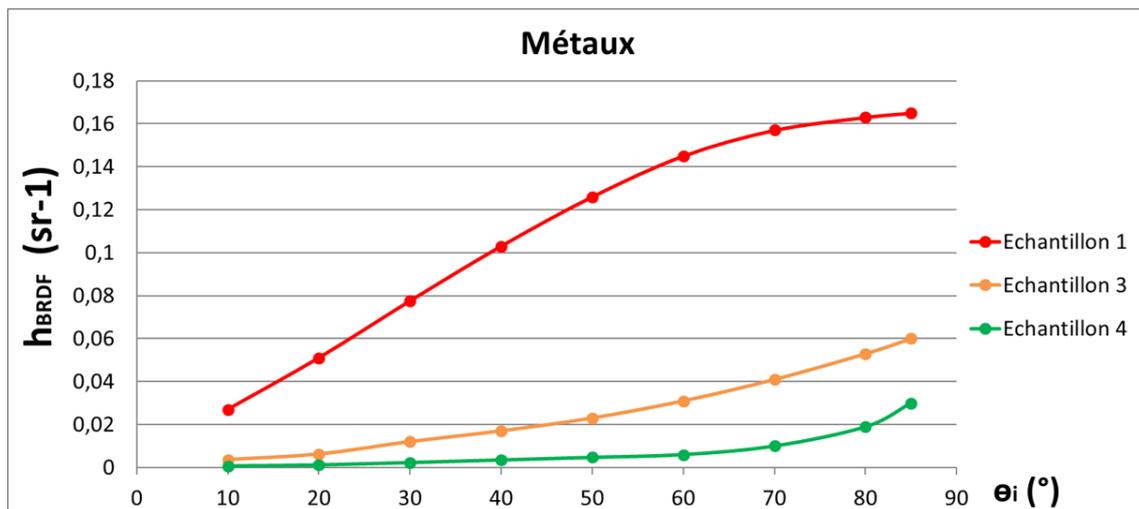


FIGURE 27 – Hauteur de la BRDF calculée sur les échantillons 1, 3 et 4 avec des propriétés métalliques (100% de la lumière incidente réfléchiée par chaque facette).

Ces courbes sont plus étonnantes. La hauteur de la BRDF est fortement dépendante de l'angle d'incidence, et la forme de la dépendance dépend de l'échantillon, alors qu'il n'y a plus "d'effet Fresnel" pour l'expliquer. Puisque dans ce cas, seule la rugosité est responsable de la diffusion, ces observations ne peuvent être dues qu'à des effets géométriques. Voyons cela en détail.

La FIGURE 28 montre les BRDF complètes calculées sur l'échantillon 4 avec des propriétés métalliques, afin de visualiser l'évolution de la BRDF avec l'angle d'incidence.

Qualitativement, on voit que la forme de la BRDF diffère suivant l'angle d'incidence. A partir de ces calculs et des mêmes faits sur les échantillons 1 et 3, on peut tracer la largeur de la BRDF dans le plan spéculaire, et dans le plan perpendiculaire au plan spéculaire, pour les différents angles d'incidence. Les courbes sont tracées sur la FIGURE 29.

Pour chaque échantillon, la largeur de la BRDF dans le plan spéculaire est indépendante de l'angle d'incidence. En revanche, dans le plan orthogonal au plan spéculaire, la largeur de la BRDF est une fonction décroissante de l'angle d'incidence. Elle est d'autant plus fine dans ce plan que l'incidence est rasante. Ainsi, la dépendance à l'angle d'incidence de la hauteur de la BRDF observée sur la FIGURE 27 est due à une différence de diffusion dans le plan orthogonal au plan spéculaire suivant l'angle d'incidence.

A mon sens, ce résultat n'est ni trivial, ni intuitif. Donc pour s'en convaincre, voyons ce qui se passe sur une seule facette lorsqu'on fait varier l'angle d'incidence. La FIGURE 30 montre la direction azimut de réflexion d'un rayon d'incidence $\phi_i = 0$ par une facette de normale $\phi_n = 90^\circ$ en fonction de θ_i , et pour différentes valeurs de θ_n . Les calculs sont faits à partir de l'équation 28.²⁸

En ordonnée, on trace $180 - \phi_r = 0$ pour avoir un angle correspondant à l'écart au plan spéculaire, qui est donc "homogène" à la largeur de la BRDF dans le plan orthogonal au

28. L'objectif est de relier qualitativement la direction de réflexion d'une seule facette aux propriétés macroscopiques de la BRDF, en particulier la diminution de la largeur dans le plan orthogonal quand augmente l'angle d'incidence.

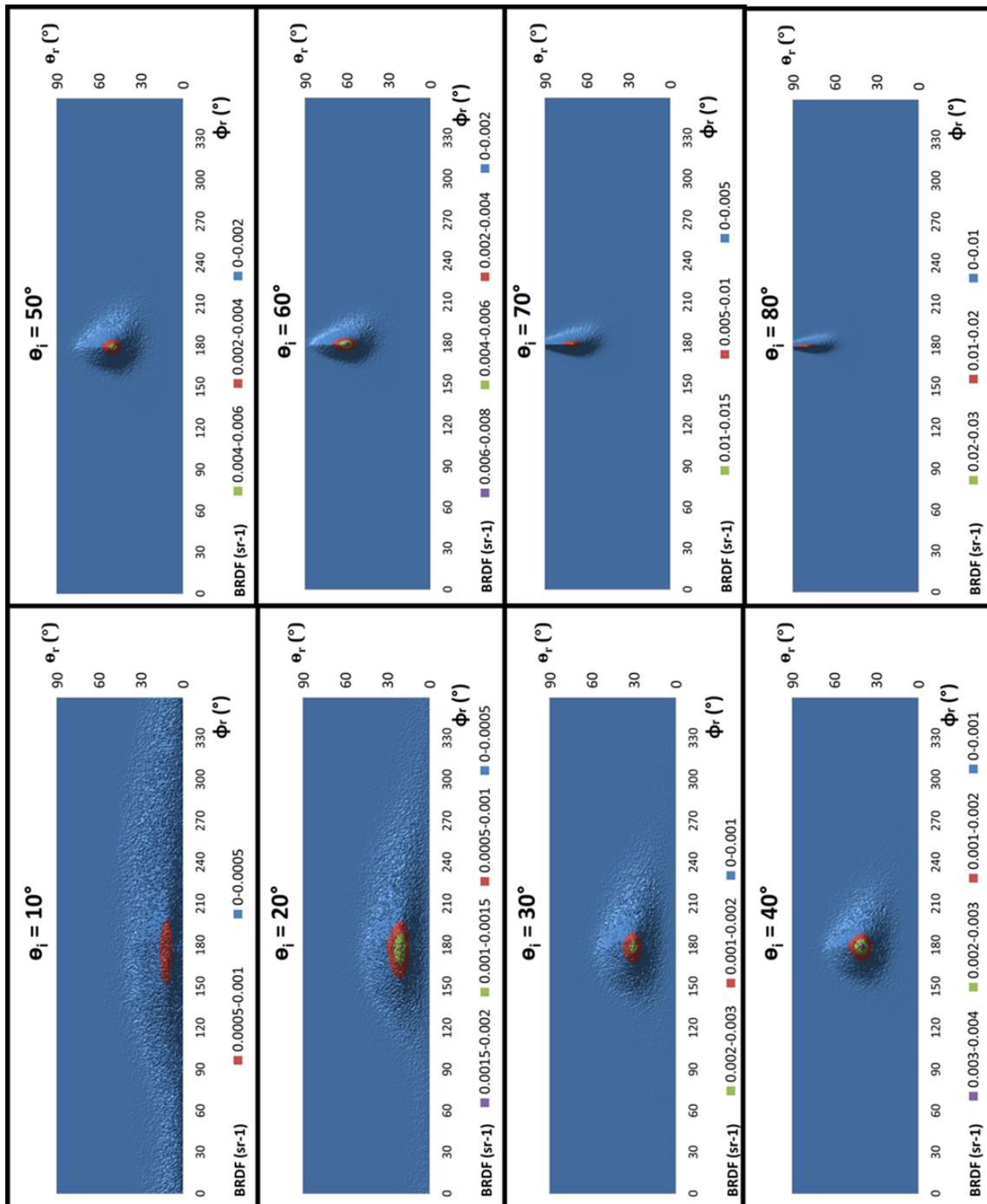


FIGURE 28 – BRDF calculées sur l'échantillon 4, avec des propriétés métalliques, pour différents angles d'incidence.

plan spéculaire. Quelle que soit la valeur de θ_n , l'écart de la direction de réflexion au plan spéculaire est une fonction décroissante de l'angle d'incidence. Dit plus simplement, plus la lumière est rasante, plus la facette l'envoie dans la direction spéculaire. Deuxième chose intéressante : la façon dont cette direction de réflexion évolue dépend de la valeur de θ_n . Plus θ_n est grand (plus la facette est inclinée), plus la courbe est haute et inversement. Or, à l'échelle macroscopique, les surfaces très rugueuses sont majoritairement composées

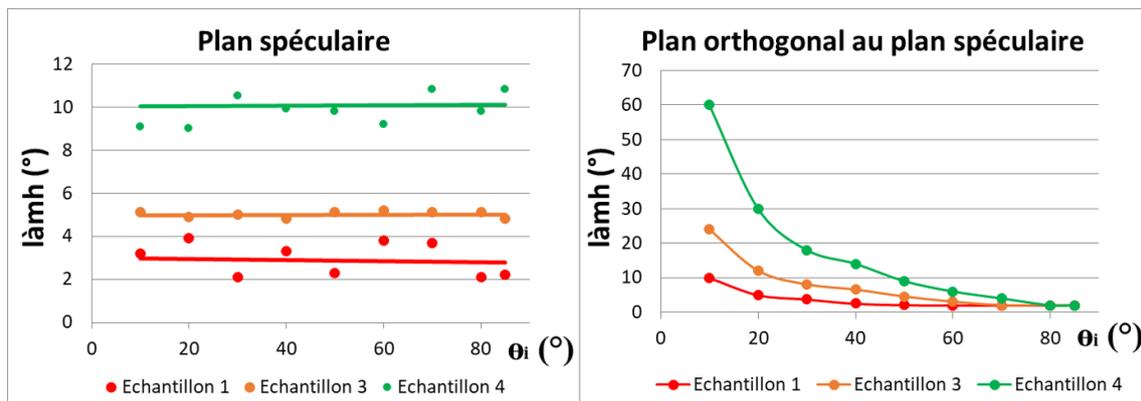


FIGURE 29 – Influence de l'angle d'incidence sur la largeur de la BRDF dans le plan spéculaire (à gauche) et dans le plan orthogonal au plan spéculaire (à droite).

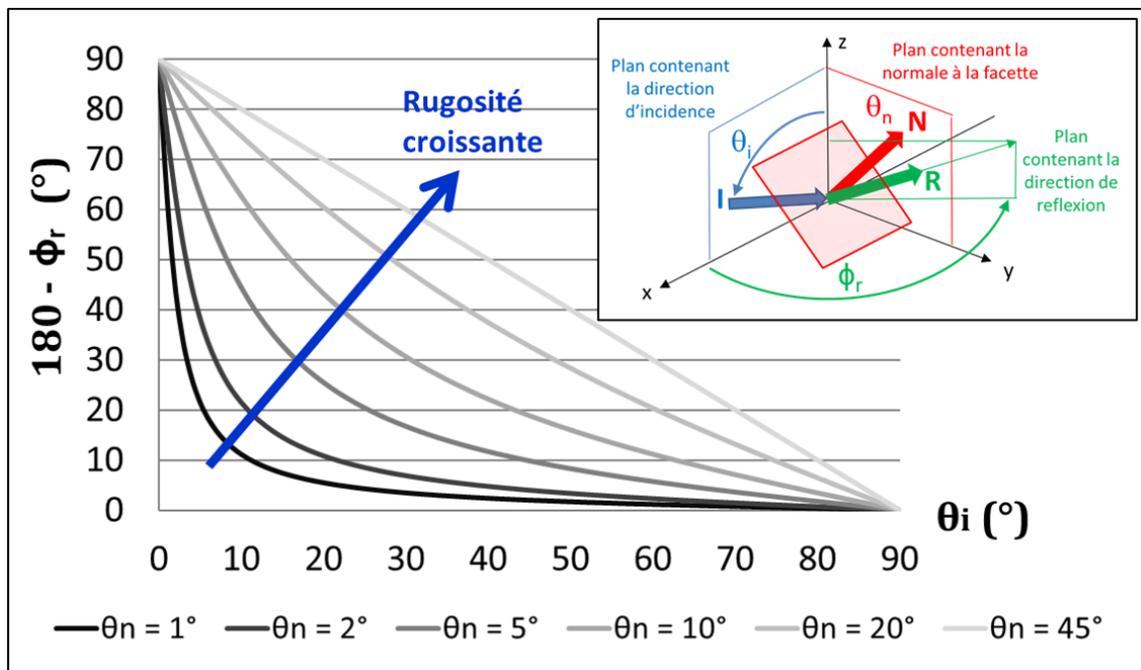


FIGURE 30 – Angle azimutal de réflexion d'un rayon d'incidence $\phi_i = 0^\circ$ par une facette de normale $\phi_n = 90^\circ$ en fonction de θ_i , pour différentes valeurs de θ_n . La figure en haut à droite montre la géométrie de réflexion de la facette et l'intérêt de tracer $180^\circ - \phi_r$.

de facettes avec des valeurs de θ_n élevées. A l'inverse, les surfaces lisses sont constituées de facettes parallèles au plan moyen (donc des θ_n proches de zéro). Ainsi, on peut dire que le calcul fait sur une facette avec $\theta_n = 45^\circ$ illustre ce qui se passe sur une surface très rugueuse et à l'inverse, le calcul fait sur une facette avec $\theta_n = 1^\circ$ illustre ce qui se passe sur une surface lisse. Ce qu'on observe sur la FIGURE 29 de droite correspond bien à ces calculs sur une seule facette : la courbe de l'échantillon 4 (le plus rugueux) est au-dessus de la courbe de l'échantillon 3 (moins rugueux) qui est elle-même au-dessus de la courbe de l'échantillon 1 (lisse). Il s'agit donc bien d'un effet purement géométrique lié au fait que chaque facette, indépendamment, réfléchit la lumière dans une direction azimut d'autant plus proche du plan spéculaire que l'incidence est rasante.

En résumé, la dépendance de la BRDF à l'angle d'incidence est due à deux phénomènes :

- Un "effet Fresnel" sur les matériaux diélectriques, lié au fait que la proportion de lumière réfléchiée par chaque facette est une fonction croissante de l'angle d'incidence.
- Un effet géométrique sur tous les matériaux, puisque la diffusion dans le plan orthogonal au plan spéculaire est une fonction décroissante de l'angle d'incidence.

2.6.3 Qu'en est-il du brillancemètre ?

Le brillancemètre effectue des mesures pour des angles d'incidence de 20° , 60° et 85° . Au vu de ce qui a été établi dans le paragraphe précédent, comment interpréter correctement les variations de valeurs mesurées sur un même matériau pour ces 3 angles d'incidence ? Est-ce que cette différence est liée à l'effet Fresnel ? A l'effet géométrique ? Aux deux ? Quid du lien avec la perception visuelle ?

Pour répondre à ces questions, la brillance a été mesurée au brillancemètre (aux trois angles) sur les échantillons 1, 3 et 4 **non métallisés**. Les résultats tracés en fonction de l'angle d'incidence sont présentés sur la FIGURE 31.

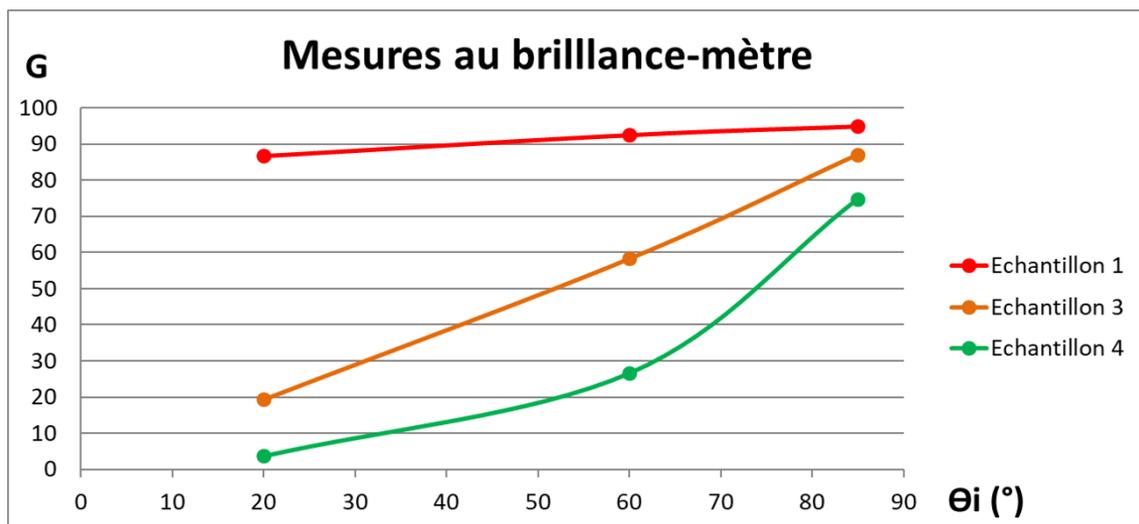


FIGURE 31 – Mesures de la brillance G faites au brillancemètre sur les échantillons 1,3 et 4 non métallisés.

Comme détaillé dans le paragraphe 2.5.2.3, le brillancemètre mesure une grandeur qui porte une information proche de la hauteur de la BRDF²⁹. On peut alors comparer l'allure des courbes de la FIGURE 31 à celle des courbes de la hauteur de la BRDF en fonction de l'angle d'incidence sur matériaux polymères (FIGURE 26) et métalliques (FIGURE 27).

On constate que l'allure des courbes de la FIGURE 31 ressemble beaucoup plus à celles de la FIGURE 27 (échantillons métallisés) qu'à celles de la FIGURE 26 (polymères), alors que les mesures de la FIGURE 31 ont été faites sur polymères... cela semble paradoxal.

Rappelons que la dépendance à l'angle d'incidence de la hauteur de la BRDF sur polymères est due principalement à un "effet Fresnel" tandis que cette dépendance est due unique-

29. A l'intégration sur un angle solide et à la normalisation près.

ment à un effet géométrique sur métaux. Cela veut dire que, même sur des matériaux polymères, la dépendance à l'angle d'incidence de la brillance mesurée au brillancemètre est due principalement à l'effet géométrique. On peut expliquer cela par l'expression de la brillance qui est le rapport entre deux fonctions dépendant de l'angle d'incidence (cf paragraphe 2.3.1). En conséquence, dès lors que les indices de réfraction du matériau et de l'étalon ne sont pas trop éloignés, l'effet Fresnel "s'annule" dans le calcul de la brillance. C'est pourquoi la dépendance à l'angle d'incidence de la mesure au brillancemètre est uniquement due à l'effet géométrique.

Il faut alors être prudent quant à l'interprétation de cette évolution sur le perçu visuel. En comparant, sur un même matériau, la brillance à 20 ° et à 85 ° par exemple, on est incapable de décrire l'éblouissement causé par l'augmentation du coefficient de réflexion puisque celui-ci "s'annule" dans le calcul de la brillance. A priori, une brillance à 85 ° supérieure à une brillance à 20 ° signifie uniquement un reflet plus net à 85 ° qu'à 20 °, rien de plus. Une solution à ce problème serait de faire une mesure supplémentaire en ayant étalonné le brillancemètre avec une seule valeur pour les trois angles, à 20 ° par exemple (contrairement à la méthode normée pour laquelle l'étalonnage est fait avec une valeur propre à chaque angle). On obtiendrait alors une nouvelle définition de la brillance :

$$G'(20^\circ) = 100 \times \frac{\Phi_{ech}(20^\circ)}{\Phi_{et}(20^\circ)} \quad (35)$$

$$G'(60^\circ) = 100 \times \frac{\Phi_{ech}(60^\circ)}{\Phi_{et}(20^\circ)} \quad (36)$$

$$G'(85^\circ) = 100 \times \frac{\Phi_{ech}(85^\circ)}{\Phi_{et}(20^\circ)} \quad (37)$$

De cette manière, la valeur de l'étalon étant la même pour les trois angles, "l'effet Fresnel" ne s'annule pas. Ainsi l'évolution de la brillance avec l'angle d'incidence permet de caractériser réellement l'évolution de la quantité de lumière et de décrire correctement l'éblouissement.

Ainsi la méthode normée dans laquelle l'effet Fresnel s'annule permet de caractériser l'évolution de la netteté du reflet avec l'angle d'incidence tandis que cette nouvelle méthode qui n'annule pas l'effet Fresnel permettrait de caractériser les phénomènes d'éblouissement aux angles rasants. Le couplage de ces deux méthodes permettrait une description plus complète de l'évolution du perçu visuel avec l'angle d'incidence.

2.7 Comparaison aux mesures faites au brillancemètre

2.7.1 Méthode de calcul

L'objectif de cette partie est de calculer la brillance (au sens mesure au brillancemètre) de chaque échantillon à partir des calculs de BRDF. La méthode est exactement la même que celle utilisée pour relier les calculs à la mesure au goniospectrophotomètre : on intègre la BRDF calculée sur une certaine plage angulaire et on rapporte la valeur à une valeur étalon. La géométrie du capteur (i.e. l'angle sur lequel la lumière est intégrée) est précisée dans le Tableau 3 (paragraphe 2.2.3). Les informations importantes sont les suivantes :

- Pour $\theta_i = 20^\circ$, le capteur intègre la lumière sur $1,8^\circ$ suivant θ_r et sur $3,6^\circ$ suivant ϕ_r
- Pour $\theta_i = 60^\circ$, le capteur intègre la lumière sur $4,4^\circ$ suivant θ_r et sur $11,7^\circ$ suivant ϕ_r
- Pour $\theta_i = 85^\circ$, le capteur intègre la lumière sur $4,0^\circ$ suivant θ_r et sur $6,0^\circ$ suivant ϕ_r

Par ailleurs, chaque mesure est rapportée à une mesure faite sur un échantillon de verre poli d'indice de réfraction 1,567. Puisque l'étalon est parfaitement lisse, on peut raisonnablement penser que toute la lumière qu'il réfléchit l'est dans la direction spéculaire. Inutile donc de calculer une BRDF pour cet étalon. On considèrera que la quantité de lumière qu'il réfléchit est égale à son coefficient de Fresnel. En résumé, les expressions de la brillance à partir des BRDF calculées, aux trois angles, sont les suivantes :

$$G(20^\circ) = 100 \times \frac{\int_{\theta_r=20^\circ-0,9^\circ}^{\theta_r=20^\circ+0,9^\circ} \int_{\phi_r=180^\circ-1,8^\circ}^{\phi_r=180^\circ+1,8^\circ} BRDF_{\text{échantillon}}(\theta_i = 20^\circ, \phi_i = 0^\circ, \theta_r, \phi_r) d\phi_r d\theta_r}{F(n = 1,567, \theta_i = 20^\circ)} \quad (38)$$

$$G(60^\circ) = 100 \times \frac{\int_{\theta_r=60^\circ-2,2^\circ}^{\theta_r=60^\circ+2,2^\circ} \int_{\phi_r=180^\circ-5,85^\circ}^{\phi_r=180^\circ+5,85^\circ} BRDF_{\text{échantillon}}(\theta_i = 60^\circ, \phi_i = 0^\circ, \theta_r, \phi_r) d\phi_r d\theta_r}{F(n = 1,567, \theta_i = 60^\circ)} \quad (39)$$

$$G(85^\circ) = 100 \times \frac{\int_{\theta_r=85^\circ-2^\circ}^{\theta_r=85^\circ+2^\circ} \int_{\phi_r=180^\circ-3^\circ}^{\phi_r=180^\circ+3^\circ} BRDF_{\text{échantillon}}(\theta_i = 85^\circ, \phi_i = 0^\circ, \theta_r, \phi_r) d\phi_r d\theta_r}{F(n = 1,567, \theta_i = 85^\circ)} \quad (40)$$

A nouveau, tous les calculs de BRDF sont faits suivant la méthode décrite dans la partie 2.4 avec un indice de réfraction $n_{PU} = 1,55$.

2.7.2 Résultats

Sur les figures 32, 33 et 34 sont tracées les brillances calculées à partir des équations 38, 39 et 40 en fonction des brillances mesurées au brillancemètre, respectivement aux angles d'incidence 20° , 60° et 85° pour les 9 échantillons polymériques. La droite en pointillés noirs représente l'équation $y = x$. Plus les points des graphiques sont proches de cette droite, plus les prédictions du modèle sont bonnes. Lorsque les points sont en dessous de la droite, le modèle sous-évalue les mesures. Lorsque les points sont au-dessus, le modèle les surévalue.

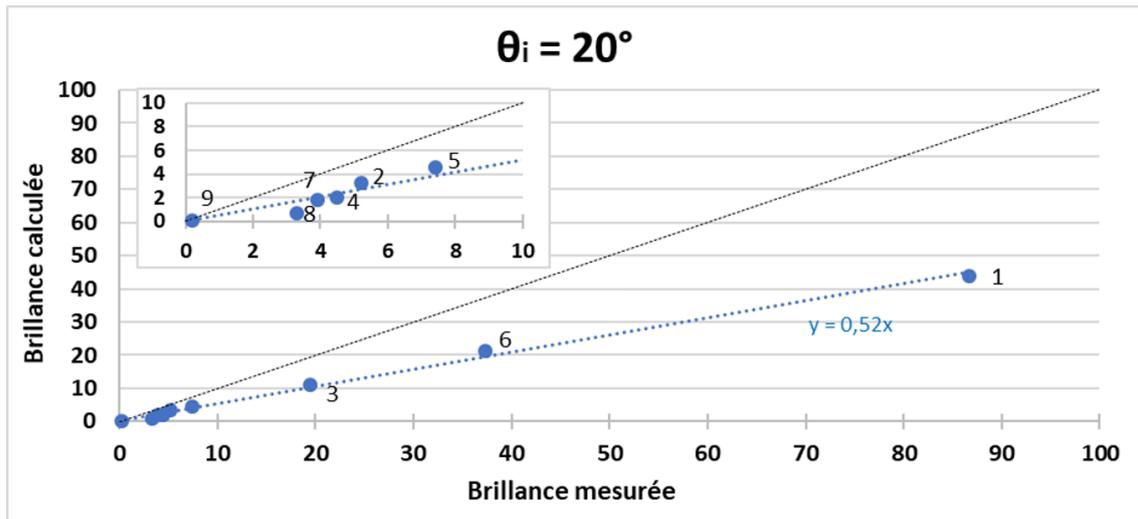


FIGURE 32 – Comparaison brillance mesurée - brillance calculée pour une incidence de 20° (échantillons polymères).

Pour $\theta_i = 20^\circ$, la corrélation entre les calculs et les mesures est bonne, il n'y a aucun point aberrant. Toutefois, le modèle sous-évalue largement les mesures (50% en moyenne). Deux problèmes pourraient, à première vue, expliquer cet écart :

- Une erreur sur l'indice de réfraction ?

Pour une incidence donnée, le coefficient de réflexion est une fonction croissante de l'indice de réfraction. Par conséquent, une sous-évaluation du coefficient de réflexion implique une sous-évaluation de la brillance. Pour une incidence de 20° et un indice de réfraction de 1,55, le coefficient de réflexion vaut 0,045. Pour qu'il soit de 0,09 (soit le double de celui pour $n=1,55$) et expliquer ainsi la sous-évaluation de 50%, il faudrait que l'indice de réfraction du matériau soit en fait de 1,86. Cette différence entre l'indice de réfraction déterminé dans la partie 2.3 ($n = 1,55$) et celui qui permettrait d'expliquer une sous-évaluation du modèle de 50% ($n = 1,86$) est énorme. En effet, on trouve dans la littérature une valeur de $n_{PU} = 1,525$ [48]. Nous pouvons donc éliminer cette explication.

- Les phénomènes d'ombrage et de masquage ?

Ces phénomènes ont une influence d'autant plus grande que l'incidence est rasante. Or, ici, on est à une incidence de 20° , donc proche de l'incidence normale. D'autre part, l'ombrage et le masquage font diminuer la BRDF (il s'agit d'un coefficient ≤ 1 , cf l'équation 14). Si le problème venait de là, le modèle surévaluerait les mesures, or c'est l'inverse. Nous pouvons donc éliminer cette explication également.

Aucune de ces explications n'étant satisfaisante, cet écart reste inexpliqué.

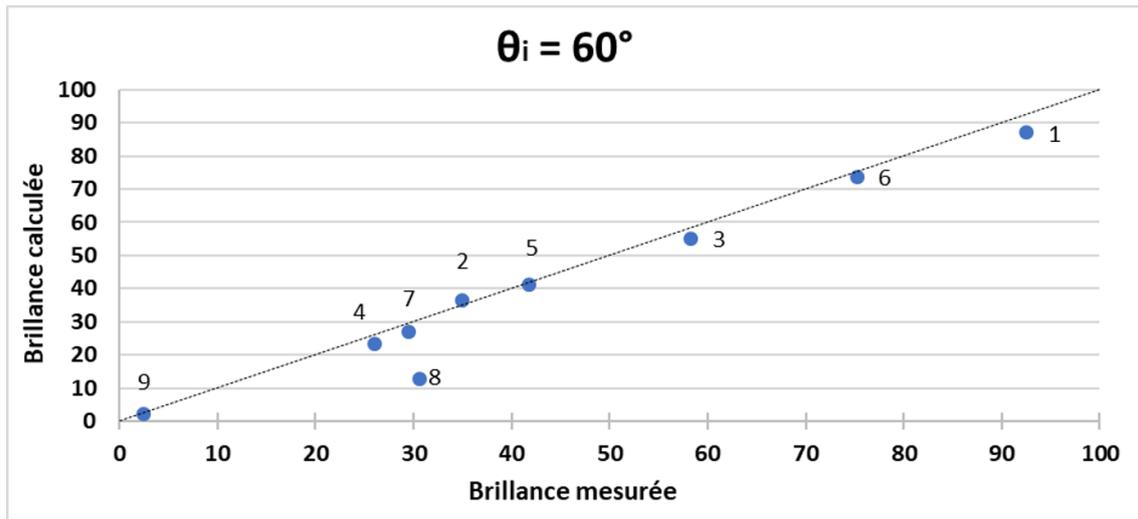


FIGURE 33 – Comparaison brillance mesurée - brillance calculée pour une incidence de 60° (échantillons polymères).

Pour une incidence de $\theta_i = 60^\circ$, les prédictions du modèle sont remarquables. En effet, tous les points, à l'exception de l'échantillon 8, sont très proches de la droite en pointillés (pour rappel, plus les points sont proches de cette droite, plus les prédictions sont bonnes).

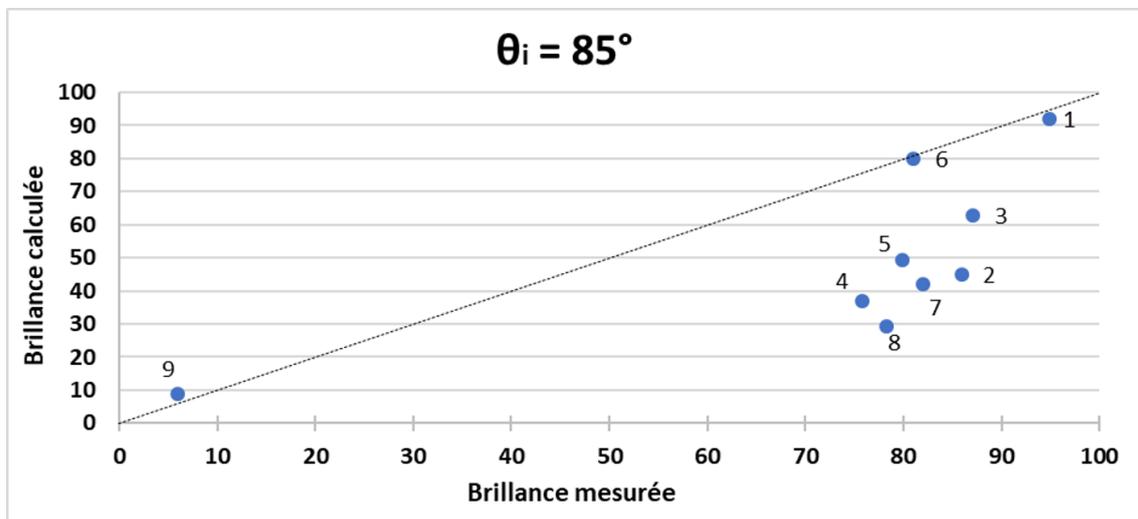


FIGURE 34 – Comparaison brillance mesurée - brillance calculée pour une incidence de 85° (échantillons polymères).

Pour une incidence de $\theta_i = 85^\circ$, on observe un nuage de points, sans réelle corrélation. De plus, à l'exception des échantillons 1, 6 et 9, le modèle sous-évalue systématiquement les mesures. Reprenons les problèmes soulevés dans l'analyse de la courbe pour $\theta_i = 20^\circ$:

- Une erreur sur l'indice de réfraction ?

La FIGURE 15 montre qu'à une incidence de 85° , la brillance est quasiment indé-

pendante de l'indice de réfraction du matériau. Ainsi, une incertitude sur cet indice de réfraction ne permet en aucun cas d'expliquer les divergences modèle/mesure observées pour une incidence de 85° .

— Les phénomènes d'ombrage et de masquage ?

Comme expliqué pour une incidence de 20° , ces phénomènes ont une influence d'autant plus grande que l'incidence est rasante. Pour une incidence de 85° , ces phénomènes ne sont donc plus négligeables. Toutefois, vu que les phénomènes d'ombrage font baisser la BRDF, leur non prise en compte devrait impliquer une sur-évaluation du modèle. Or, ici c'est le contraire. Ainsi, même pour une incidence de 85° , nous pouvons éliminer cette explication.

Une autre analyse, inspirée d'un article de Maskery (1973) [51] et soulevant un problème plus profond pourrait expliquer les différences observées :

Suivant l'angle avec lequel la source éclaire la surface, la lumière ne "voit" pas la rugosité de la même manière. Afin d'illustrer cette idée, considérons le profil en dents de scie de la FIGURE 35.

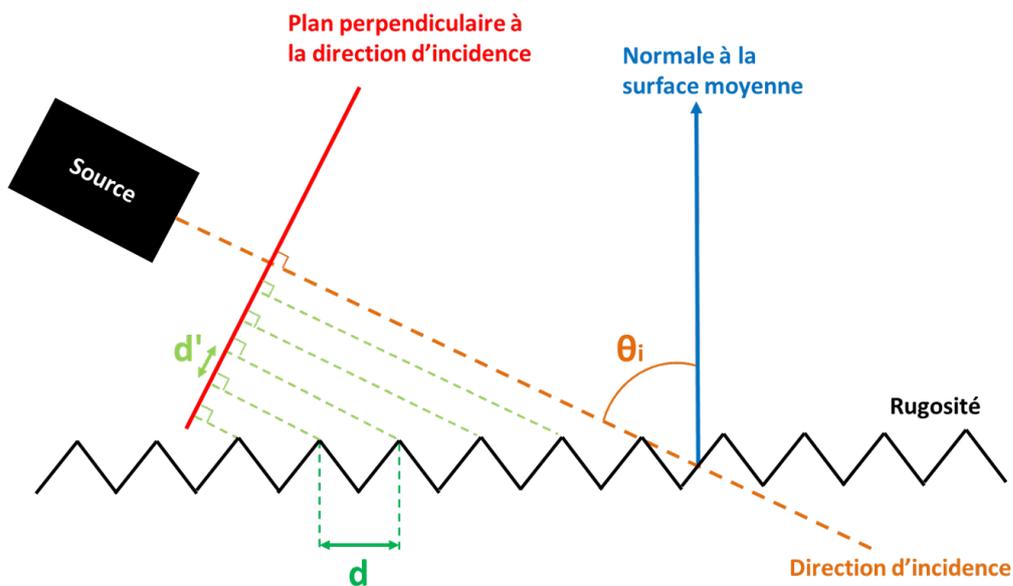


FIGURE 35 – Projection d'un profil de rugosité en dents de scie sur le plan normal à la direction d'incidence.

Le profil de rugosité a une période spatiale d . Or la lumière incidente ne "voit" pas le profil de rugosité réel mais sa projection orthogonale sur le plan perpendiculaire à la direction d'incidence (le plan rouge sur la figure). De cette manière, la lumière "voit" une surface de période d' , avec :

$$d' = d \cdot \cos(\theta_i) \quad (41)$$

Traçons d' en fonction de θ_i pour $d = 5\mu\text{m}$ (ce qui correspond, très grossièrement, à la rugosité d'un vernis chargé avec des particules de $5\mu\text{m}$).

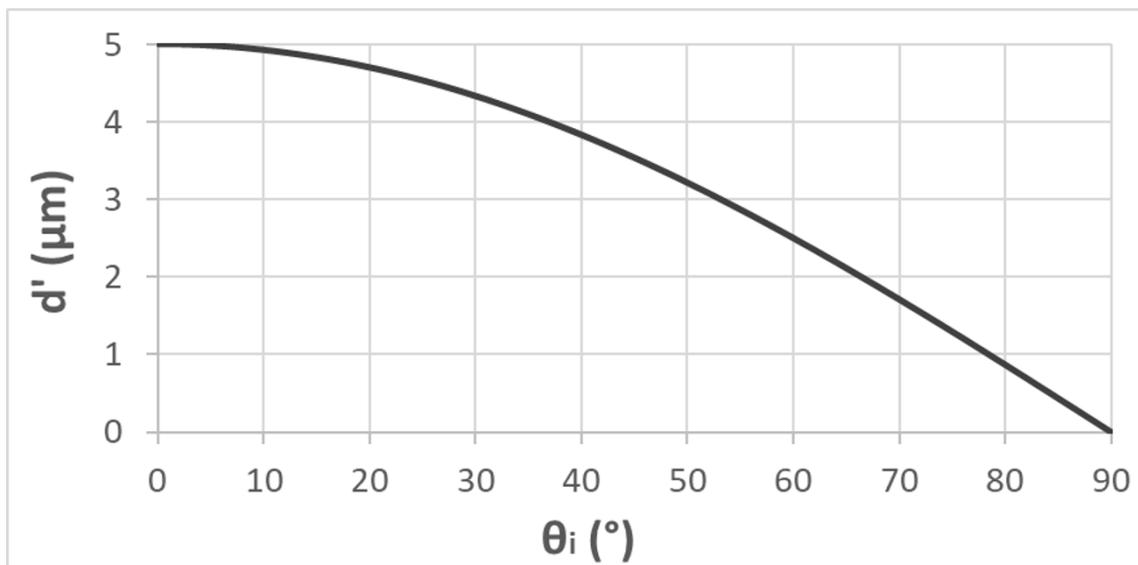


FIGURE 36 – d' en fonction de θ_i , pour $d = 5\mu\text{m}$

d' est une fonction décroissante de l'angle d'incidence. Avec $d = 5\mu\text{m}$, on voit que $d' < 800\text{nm}$ pour $\theta_i > 80^\circ$, et c'est précisément ici que se trouve le problème : si la période spatiale de la rugosité est inférieure à la longueur d'onde de la lumière, le modèle des facettes n'est plus valide³⁰. La taille caractéristique des aspérités étant "vue" par la lumière comme inférieure à sa longueur d'onde, celle-ci interagit avec la surface comme si elle était lisse. Pour décrire plus finement ce qu'il se passe, il faudrait passer par un modèle d'optique physique.

Ces calculs sur la surface en dents de scie n'ont en aucun cas la prétention d'être quantitatifs. Leur seul objectif est d'illustrer l'idée suivante : **en incidence très rasante, le modèle des facettes n'est plus valide.**

Revenons à la FIGURE 34 et à la différence entre les calculs et les mesures pour $\theta_i = 85^\circ$. Si l'idée exposée ci-dessus est juste, la diffusion par la rugosité calculée par le modèle des facettes devrait être surévaluée, ce qui est le cas (si la diffusion est surévaluée, la hauteur de la BRDF et donc la brillance sont sous-évaluées). De plus, si le modèle des facettes n'est pas valide, il n'est pas étonnant d'observer un nuage de points sans corrélation. Toutefois, on note que pour les échantillons 1 et 6 qui sont ceux avec les distributions de pentes les plus fines, le modèle correspond bien aux mesures. Cela appuie également l'explication évoquée ci-dessus : si la surface est lisse, la géométrie de la surface et celle de sa projection sur le plan perpendiculaire à la direction d'incidence sont identiques, et donc l'effet de projection n'a aucune influence. Enfin, on note que le calcul sur l'échantillon 9 correspond bien à la mesure. Il s'agit de l'échantillon le plus rugueux avec une géométrie de rugosité très particulière (en forme de bourrelets, ayant une taille caractéristique de l'ordre de la dizaine de microns, cf FIGURE 20). Dans ce cas précis, il se peut que la taille caractéristique de la rugosité (paramètre d dans la FIGURE 35) soit suffisamment grande pour que d' soit toujours supérieur à 800 nm sous une incidence de 85° . Dans ce cas, le modèle des microfacettes est toujours applicable et son résultat correspond à la mesure.

30. Pour rappel : le modèle des microfacettes présuppose que la taille caractéristique des éléments diffusants soit supérieure à la longueur d'onde de la lumière incidente.

2.8 Mesures tridimensionnelles de la BRDF

2.8.1 Objectif

Dans l'ensemble, les caractérisations expérimentales réalisées jusque là semblent valider le modèle, du moins qualitativement. Toutefois, le goniospectrophotomètre 2D du CEMEF ne mesure la BRDF que dans le plan spéculaire, comme le brillancemètre.

Afin de s'assurer que les résultats du modèle sont pertinents, y compris en dehors du plan spéculaire, des mesures complètes de BRDF (dans tout le demi-espace) ont été réalisées par la société Lighttec.

Ces mesures ayant un coût non négligeable, seuls trois échantillons ont été caractérisés : Les échantillons 1 (brillant), 7 (semi-brillant) et 9 (mat) du Tableau 2 (échantillons non métallisés).

2.8.2 Résultats

Les mesures ont été faites pour des angles d'incidence de 25° , 45° , 65° et 85° . Par ailleurs, les calculs de BRDF ont été faits aux mêmes angles d'incidence, sur les 3 échantillons, à partir de leur rugosité mesurée et avec $n_{PV} = 1,55$. Les figures 37, 38 et 39 montrent la comparaison entre les résultats du modèle et des calculs, respectivement pour les échantillons 1, 7 et 9.

Qualitativement, les formes des BRDF calculées ressemblent beaucoup à celles mesurées :

- Échantillon 1 : la BRDF est fine, haute et très localisée dans la direction spéculaire. Dans le modèle, la largeur de la BRDF selon ϕ_r diminue quand θ_i augmente et ce n'est pas le cas pour les mesures. C'est parce que le pas de la mesure est de 10° selon ϕ_r , ce qui ne permet pas d'observer des variations de largeur inférieure à 10° .
- Échantillon 7 : pour les calculs comme pour les mesures, les courbes sont plus étalées que celles de l'échantillon 1. Pour cet échantillon, on observe également une diminution de la largeur de la courbe selon ϕ_r . Cette fois, cette diminution est aussi observée dans les mesures. En effet, la courbe étant beaucoup plus étalée, même avec un pas de mesure de 10° selon ϕ_r , on voit l'évolution de la largeur.
- Échantillon 9 : les courbes sont encore plus étalées que celles de l'échantillon 7. Pour les calculs comme pour les mesures, on observe la diminution de la largeur selon ϕ_r .

Afin de comparer quantitativement les résultats numériques aux résultats expérimentaux, on peut tracer la hauteur de la BRDF h_{BRDF} en fonction de l'angle d'incidence θ_i , pour le modèle et pour les mesures. Les résultats sont tracés sur la FIGURE 40.

Globalement, les résultats sont cohérents : Pour le modèle comme pour les mesures, la hauteur de la BRDF est une fonction croissante de l'angle d'incidence. De plus, les positions relatives des courbes sont respectées (la courbe de l'échantillon A est au-dessus de la courbe de l'échantillon B qui est elle-même au-dessus de la courbe de l'échantillon C). Toutefois, le modèle sous-estime systématiquement les mesures, et l'erreur est d'autant plus grande que θ_i est grand. Cela semble confirmer que le modèle géométrique n'est plus valide aux grands angles d'incidence.

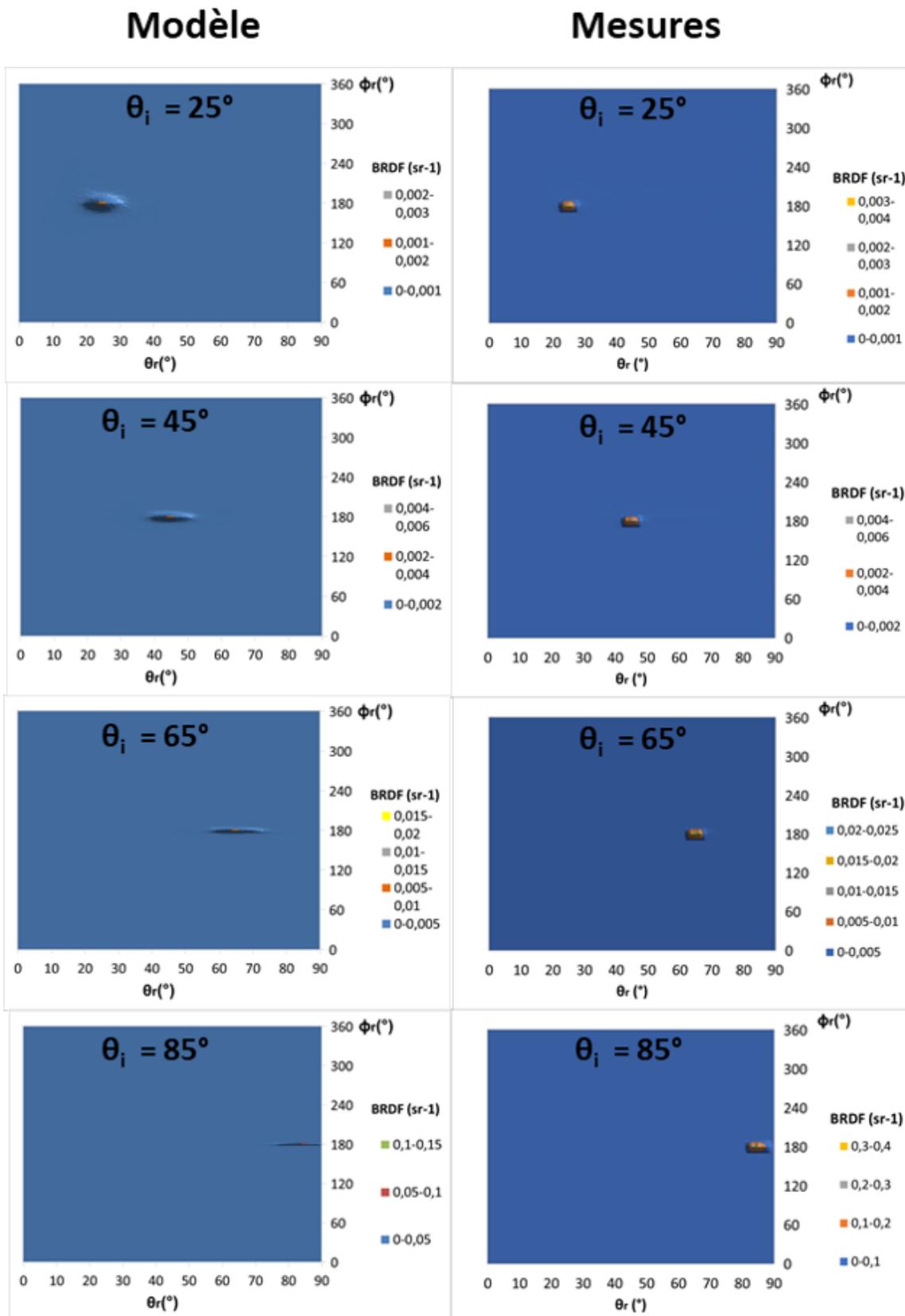


FIGURE 37 – Echantillon 1 : comparaison entre le modèle et la mesure de BRDF, pour des angles d'incidence de $\theta_i = 25^\circ$, $\theta_i = 45^\circ$, $\theta_i = 65^\circ$ et $\theta_i = 85^\circ$.

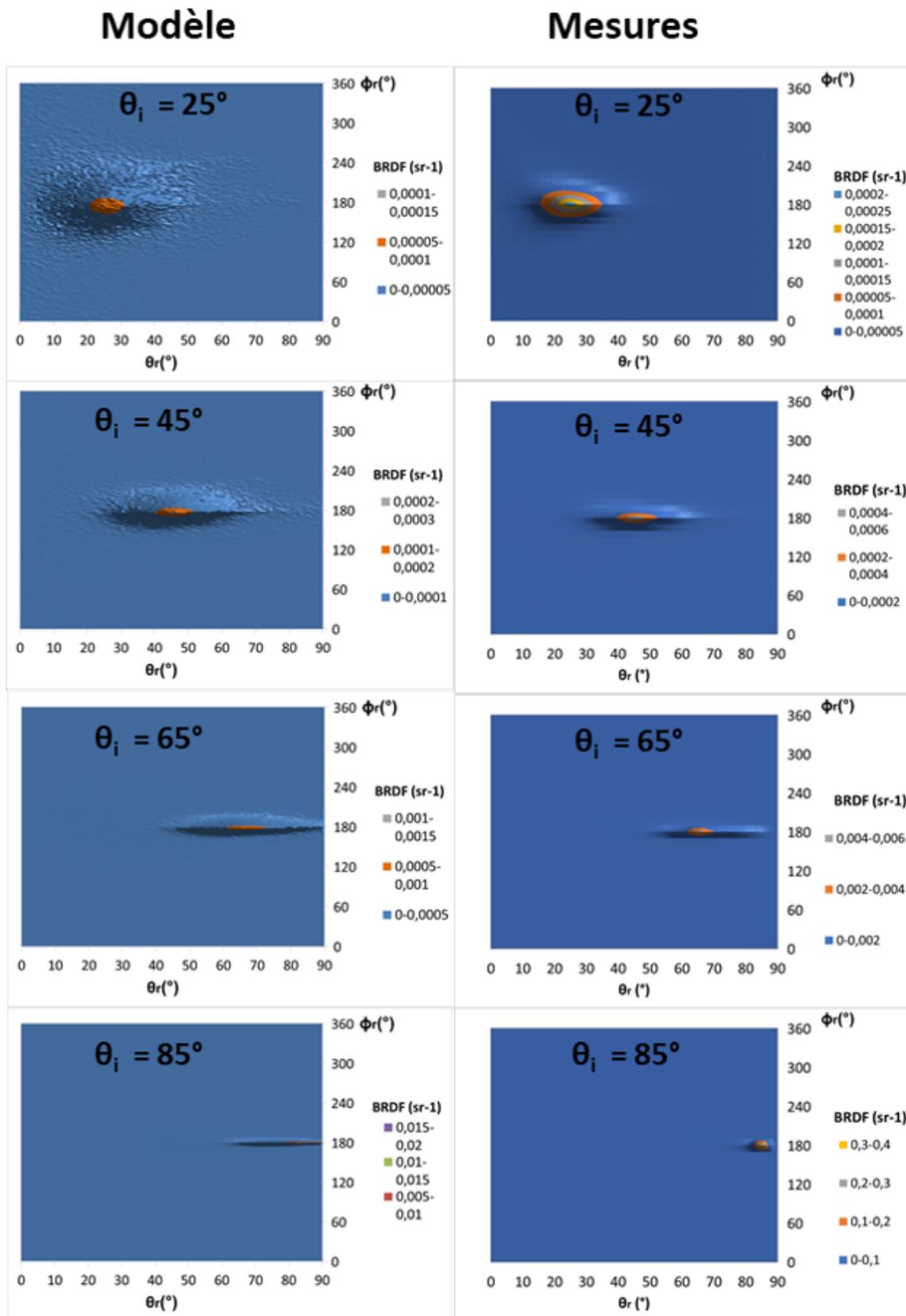


FIGURE 38 – Echantillon 7 : comparaison entre le modèle et la mesure de BRDF, pour des angles d'incidence de $\theta_i = 25^\circ$, $\theta_i = 45^\circ$, $\theta_i = 65^\circ$ et $\theta_i = 85^\circ$.

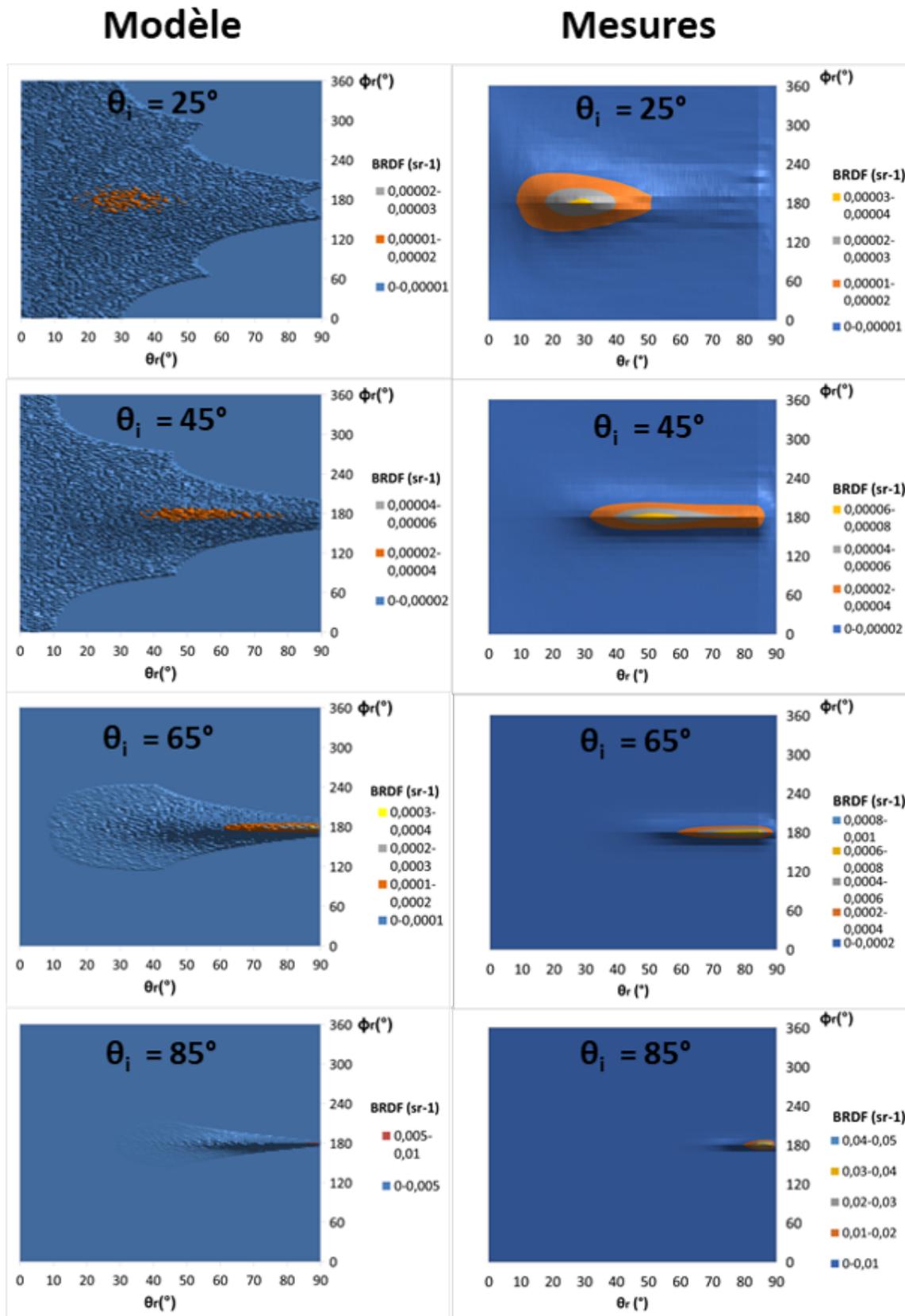


FIGURE 39 – Echantillon 9 : comparaison entre le modèle et la mesure de BRDF, pour des angles d'incidence de $\theta_i = 25^\circ$, $\theta_i = 45^\circ$, $\theta_i = 65^\circ$ et $\theta_i = 85^\circ$.

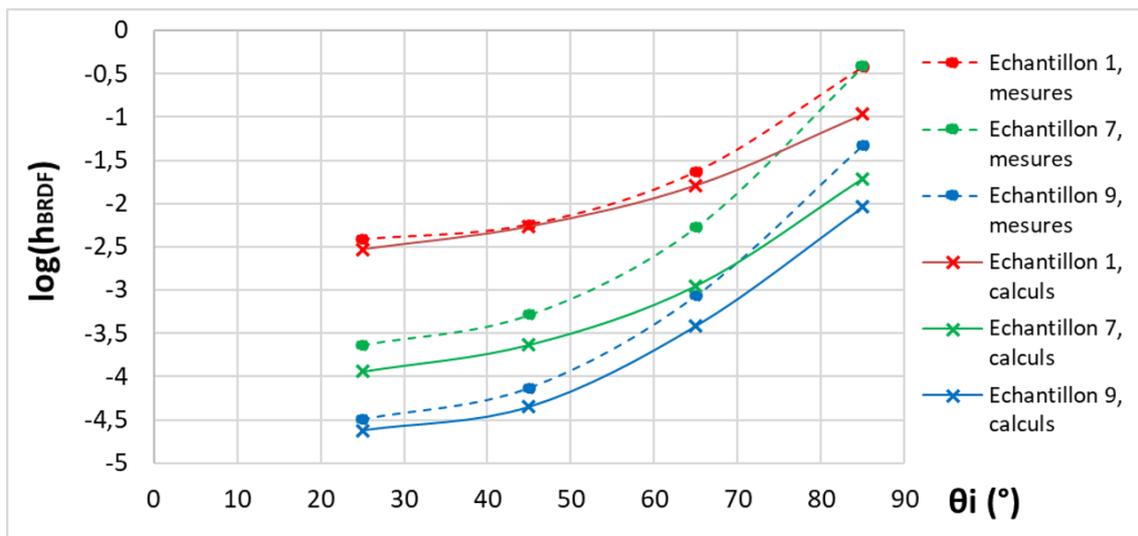


FIGURE 40 – Hauteur de la BRDF en fonction de l'angle d'incidence, comparaison mesures-calculs

2.9 Conclusions

Dans ce chapitre, les propriétés des matériaux (rugosité et indice de réfraction) sont reliées à leurs propriétés optiques. Pour ce faire, un modèle de BRDF reposant sur le principe des microfacettes est développé. Cette BRDF est calculée directement à partir de la rugosité mesurée sur le matériau réel, ce qui permet de s'affranchir des hypothèses sur la surface qu'on trouve couramment dans la littérature (surface gaussienne, isotrope etc.)

9 échantillons sont étudiés, sur lesquels la formulation du vernis de finition a été modifiée (différentes charges, dans différentes proportions) pour avoir une plage de rugosité et de brillance la plus large possible. Pour chaque échantillon, les calculs de BRDF ont été réalisés 2 fois pour un même angle d'incidence (45°) avec des propriétés physiques différentes correspondant respectivement à l'échantillon polymère nu et au même échantillon polymère métallisé. De cette manière il est possible de distinguer l'effet de la rugosité de celui des propriétés physiques des matériaux sur la BRDF. Ces calculs permettent de tirer les conclusions suivantes :

- Les propriétés physiques du matériau gouvernent la quantité totale de lumière qu'il réfléchit. Les métaux réfléchissent plus de lumière que les matériaux diélectriques. Les matériaux diélectriques réfléchissent d'autant plus de lumière que leur indice de réfraction est grand. Visuellement, cette quantité de lumière correspond à l'éblouissement provoqué par un reflet.
- La façon dont cette quantité de lumière réfléchi est distribuée dans l'espace est gouvernée par la rugosité. Lorsque la distribution des pentes de la rugosité est large, le matériau diffuse beaucoup la lumière et inversement. Visuellement, cette distribution de la lumière dans l'espace correspond à la netteté du reflet.

Des mesures de BRDF ont été réalisées par goniospectrophotométrie sur les 9 échantillons. Afin d'étudier l'influence des propriétés physiques sur la BRDF, pour une même rugosité, chaque échantillon a été métallisé par 7nm de platine. On se place ainsi dans les mêmes

conditions que celles des calculs (pour chaque rugosité, un échantillon diélectrique et un échantillon métallique). Les conclusions expérimentales sont exactement les mêmes que celles tirées des calculs, ce qui témoigne de la robustesse qualitative du modèle.

L'influence de l'angle d'incidence a également été étudiée. Sur matériaux polymères, la dépendance à l'angle d'incidence de la BRDF est principalement due à la dépendance à l'angle d'incidence du coefficient de Fresnel. Toutefois, on observe également une dépendance à l'angle d'incidence sur matériaux métalliques, alors que cet "effet Fresnel" n'y intervient pas. La dépendance de la BRDF à l'angle d'incidence est donc également due à un effet géométrique, uniquement lié à la rugosité.

Les résultats du modèle ont été comparés aux mesures faites au brillancemètre, aux trois angles (20° , 60° et 85°). A 20° , une droite de corrélation forte est trouvée entre la brillance calculée et mesurés, mais avec une pente trop faible. A 60° , les calculs prédisent très bien les mesures. Enfin, à 85° , les calculs ne correspondent plus du tout aux mesures. Ceci montre que le modèle géométrique n'est plus pertinent aux incidences rasantes.

Pour finir, les résultats des calculs ont été comparés à des mesures faites sur un goniospectrophotomètre 3D. Les mesures montrent que les tendances établies par les calculs sont cohérentes, tant sur la hauteur de la BRDF que sur sa forme.

La principale limite du modèle présenté dans ce chapitre est la non prise en compte des phénomènes d'ombrage, de masquage et de multi-réflexions. Pour les prendre en compte il faudrait modifier l'algorithme de calcul. En effet, ici, les calculs sont réalisés via une approche statistique : toutes les facettes qui ont la même orientation sont considérées comme équivalentes ; le temps de calcul est donc proportionnel à N , avec N le nombre de facettes qui composent la surface. Or, si on voulait prendre en compte l'ombrage, le masquage et les multi-réflexions, il faudrait prendre en compte l'entourage proche de chaque facette. Le temps de calcul serait alors proportionnel à N^N ³¹. Il se pose également un problème expérimental : les phénomènes d'ombrage, masquage et multi-réflexions arrivent principalement sur des surfaces ayant une rugosité avec de fortes pentes locales. Or la caractérisation de telles surfaces est délicate, que ce soit par des méthodes optiques³² ou mécaniques³³. Une solution serait de mesurer la rugosité par microtomographie. Par exemple, le microtomographe utilisé pour caractériser les fissures provoquées par les rayures (chapitre 3) a une résolution minimale de $0,4\mu\text{m}$, ce qui est suffisant.

31. On pourrait sans doute optimiser l'algorithme. Par exemple, si on considère que seul 10% de la surface constitue l'entourage proche d'une facette, le temps de calcul serait de l'ordre de $N^{0,1N}$

32. Par exemple, le rugosimètre confocal utilisé dans ce chapitre pour caractériser la rugosité des échantillons ne peut pas mesurer des pentes locales supérieures à 43° .

33. Si les pentes sont trop grandes, un rugosimètre de contact mesure un profil "lissé", ce qui revient à passer un filtre passe-bas sur la surface.

Chapitre 3

Une démarche d'analyse de la résistance à la rayure

3.1 Bibliographie

3.1.1 L'essai de rayure

3.1.1.1 Principe de l'essai

En conditions d'usage, les matériaux peuvent être rayés à toutes les échelles, par des aspérités de toutes tailles³⁴, à différentes vitesses³⁵ et dans une large plage de températures³⁶. Difficile alors de comprendre précisément les phénomènes engagés en observant un matériau qui a été usé en conditions réelles. Les tests d'usure accélérée simulent les rayures avec un meilleur contrôle sur tous ces paramètres, mais toujours pas suffisamment pour bien comprendre les observations. D'un point de vue plus pratique, on pourrait penser qu'il n'est pas nécessaire de comprendre finement les modes d'endommagement observés, mais qu'on pourrait tout simplement optimiser les matériaux par essais-erreurs. C'est vrai dans une certaine mesure mais, comme nous allons le voir dans la suite du mémoire, et en particulier dans le chapitre 6, la résistance à la rayure fait intervenir de nombreux paramètres. De plus, il y a des couplages entre ces paramètres ce qui rend l'analyse particulièrement complexe, et souvent contre-intuitive.

C'est pour cette raison qu'il est nécessaire de simuler les rayures dans des conditions expérimentales bien contrôlées. De cette manière, il est plus aisé de comprendre l'influence de chaque paramètre sur les modes de rayures observés et d'optimiser les matériaux. Ce type de caractérisation est réalisé par essais de rayure instrumentés : on indente le matériau avec une pointe de géométrie connue, sur laquelle on applique une force donnée, puis on impose à l'indenteur une vitesse tangentielle, le tout, dans l'idéal, à température et taux d'humidité contrôlés.

3.1.1.2 Déformation et vitesse de déformation représentatives

Un paramètre qu'il est important d'évaluer pour comprendre les phénomènes observés est le niveau de déformation que subit le matériau pendant l'essai. Ce niveau de déformation est hétérogène (grandes déformations sous l'indenteur, déformation nulle loin de celui-ci). Pour évaluer ce niveau de déformation, on utilise la déformation représentative³⁷, dont l'expression est propre à chaque géométrie d'indenteur. Ces différentes expressions ont été établies en indentation, mais il est courant de les utiliser en rayure.

34. Une poussière, un grain de sable, un caillou...

35. Dans le cas d'un revêtement de sol : de l'ordre de 10cm/s pour un meuble qui glisse, de 1m/s pour un caillou coincé sous la semelle, de l'ordre de 10m/s pour une machine nettoiyante...

36. Toujours dans le cas d'un revêtement de sol : de -10 ° C dans une pièce non chauffée en hiver à 35 ° C en plein été.

37. Notons bien que le champ de déformation réel est complexe. Cette déformation représentative n'est qu'une évaluation de la déformation moyenne subie par le matériau, autour de l'indenteur. Elle masque notamment des extremums locaux susceptibles d'exister si l'indenteur est rugueux ou émoussé.

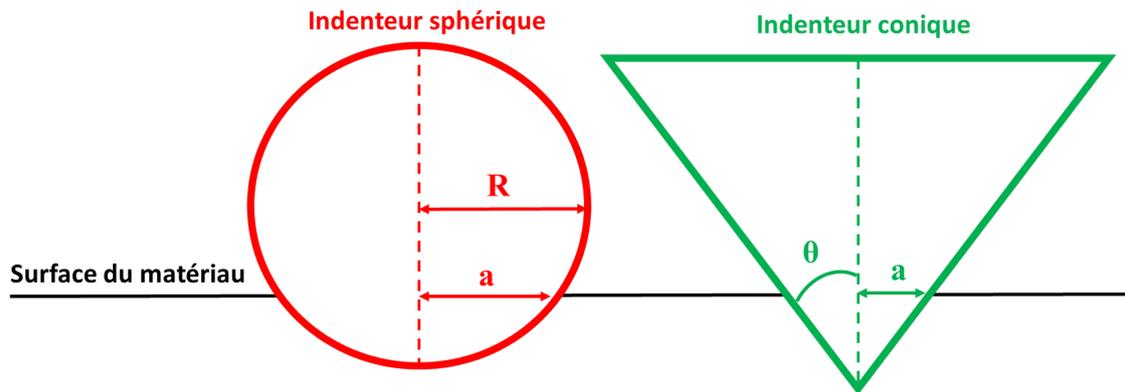


FIGURE 41 – Géométrie d'un indenteur sphérique et d'un indenteur conique.

Dans *The hardness of metals* [52] (pages 67 à 74), Tabor établit empiriquement, pour des métaux et des indenteurs sphériques, la relation suivante :

$$\varepsilon_v = K \cdot \frac{a}{R} \quad (42)$$

Avec ε_v la déformation représentative, a le rayon de contact entre l'indenteur et le matériau et R le rayon de l'indenteur (cf FIGURE 41). K est une constante qu'il trouve égale à 0,2 pour le cuivre mais qui dépend de la rhéologie du matériau. Cette relation est valide en faible déformation (i.e. quand $a \ll R$).

Johnson mène une étude similaire en 1970 avec des indenteurs coniques [53]. Il établit la relation suivante :

$$\varepsilon_v = K' \cdot \cotan(\theta) \quad (43)$$

Avec θ le demi angle du cône (cf FIGURE 41). K' est une constante qu'il trouve égale, là aussi, à 0,2 pour le cuivre. Plus tard, travaillant sur des polymères et des vernis, Bucaille [54] [55] a montré que K' dépend à la fois de la rhéologie du matériau (en particulier du rapport entre son module de Young et sa contrainte d'écoulement plastique) et du test (indentation ou rayure). Cette relation est valide en faible déformation ($\theta > 60^\circ$).

Tous les essais de rayure effectués durant cette thèse ont été faits avec des indenteurs sphéro-coniques, dont un schéma se trouve sur la FIGURE 42. Ce type d'indenteurs est composé d'une partie sphérique de rayon R (en rouge sur la FIGURE 42) prolongée de manière tangente par un cône d'angle θ (en vert). a_c correspond au rayon à partir duquel la partie conique prolonge la partie sphérique. Puisque le cône est tangent à la sphère :

$$a_c = R \cdot \cos(\theta) \quad (44)$$

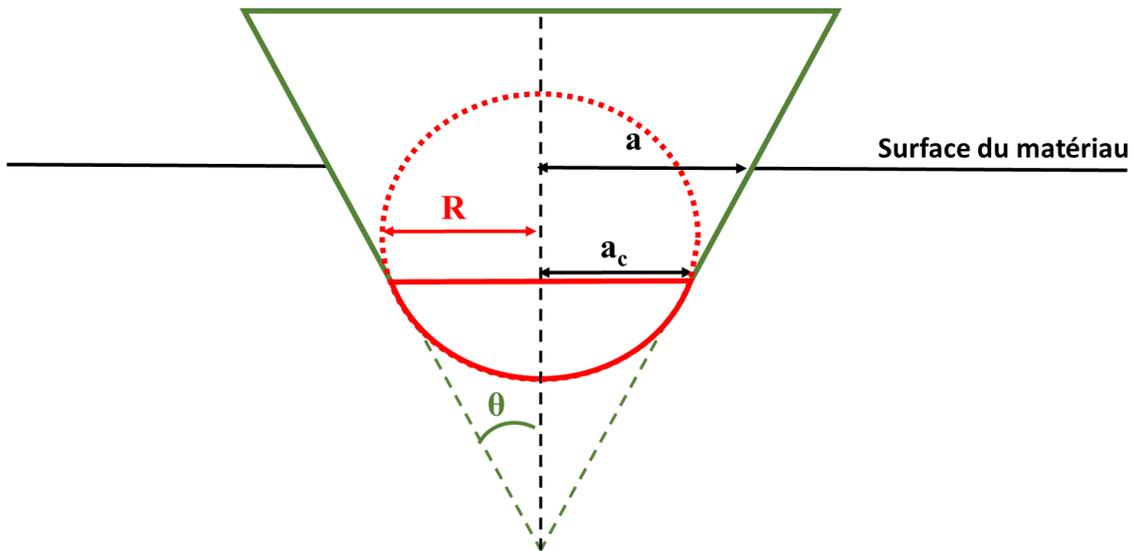


FIGURE 42 – Géométrie d'un indenteur sphéro-conique

La déformation représentative du matériau sollicité par ce type d'indenteur dépend de la valeur du rayon de contact a :

- Lorsque $a < a_c$, seule la partie sphérique est en contact avec le matériau. La déformation représentative est donc donnée par l'expression de Tabor (équation 42).
- Lorsque $a \gg a_c$, la contribution de la partie sphérique à la déformation représentative est négligeable devant la contribution de la partie conique. On retrouve alors l'expression de Johnson (équation 43).

La vitesse de déformation est un autre paramètre important pour appréhender les phénomènes observés, en particulier sur les polymères dont les propriétés mécaniques y sont très sensibles. Briscoe et al. proposent l'expression suivante pour la vitesse de déformation représentative³⁸ [56] :

$$\dot{\epsilon}_v = \frac{v}{l} \quad (45)$$

Avec v la vitesse de l'indenteur et l la largeur de la rayure.

3.1.2 Matériaux massifs

3.1.2.1 Les différents comportements à la rayure

Lors de la rayure de matériaux massifs (non revêtus), différents modes de déformation et de rupture peuvent se produire suivant les propriétés mécaniques des matériaux et les conditions expérimentales de l'essai. Il existe six modes principaux :

- Repassage (visco)élastique : le matériau se déforme élastiquement sous l'indenteur, puis revient à sa position initiale après son passage (après un certain temps si le matériau est viscoélastique). Il n'y a aucun sillon résiduel.

38. A l'instar de la déformation représentative, la vitesse de déformation représentative n'est qu'un ordre de grandeur, une valeur moyenne. En réalité, le champ des vitesses de déformation autour de l'indenteur est complexe.

- Labourage ductile : l'indenteur déforme le matériau plastiquement et laisse un sillon résiduel (FIGURE 43.a. extraite de [56]).
- Fissuration frontale : des fissures convexes apparaissent à l'avant de l'indenteur. (FIGURE 43.b extraite de [57]).
- Fissuration arrière : des fissures concaves apparaissent derrière l'indenteur à cause de contraintes de traction à l'arrière de celui-ci (FIGURE 43.c extraite de [58]).
- Fissuration sur les bords du sillon : ces fissurations accompagnent généralement le mode de labourage ductile ou l'usinage (FIGURE 43.d extraite de [59]).
- Usinage : des morceaux de matière sont arrachés en conditions de rayure très sévères (FIGURE 43.e extraite de [59]).

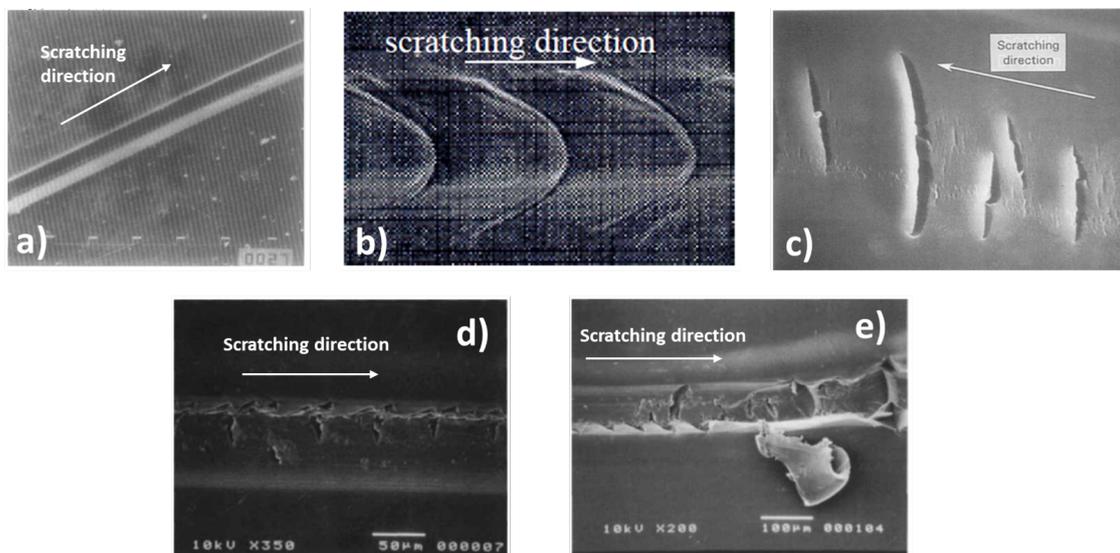


FIGURE 43 – a : labourage ductile, sur PMMA, d'après [56]. b : fissuration frontale sur polyéthylène, d'après [57]. c : fissuration à l'arrière de l'indenteur sur film de gélatine, d'après [58]. d : fissuration sur les bords du sillon, sur polycarbonate, d'après [59]. e : usinage, sur polycarbonate, d'après [59]

3.1.2.2 Conditions d'apparition des différents endommagements

Puisque, sur un même matériau, différents mécanismes peuvent apparaître en fonction des conditions expérimentales de l'essai, Briscoe et al. ont cherché à dresser des cartes de déformation pour établir les zones dans lesquelles apparaît chaque mécanisme sur du polycarbonate. Un exemple de carte est présenté sur la FIGURE 44.

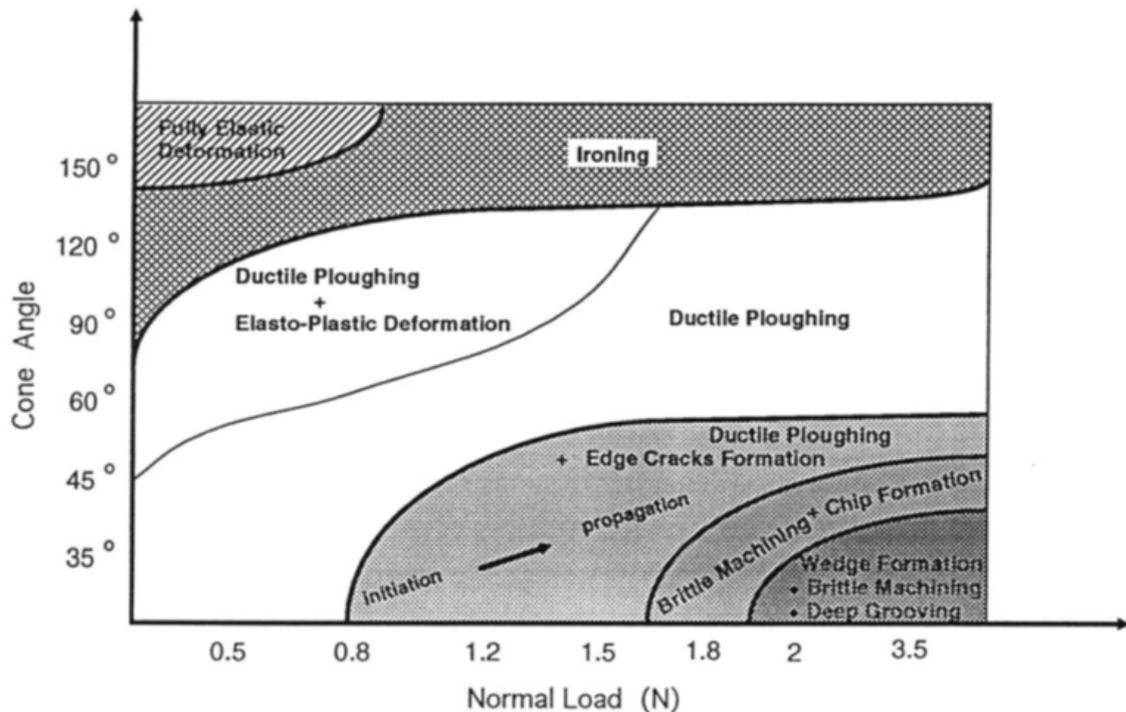


FIGURE 44 – Carte de déformation sur polycarbonate. Les expériences ont été réalisées à température ambiante, avec des indenteurs coniques d'angles allant de 35 ° à 150 °, pour différentes forces normales, à une vitesse de rayure de $v = 2,6\text{mm/s}$

On observe quasiment tous les mécanismes décrits ci-dessus, de la simple déformation élastique pour de grands angles et de faibles charges (i.e. faibles déformations : conditions douces) à l'usinage pour de faibles angles et de grandes charges³⁹. (i.e. grandes déformations : conditions sévères).

Dans un second temps, les auteurs dressent exactement la même carte mais pour une vitesse de rayure de 0,0026 mm/s (soit plus lentement de 3 décades). Ils obtiennent la carte de la FIGURE 45.

39. Cette carte montre bien la limite de la déformation représentative dans l'analyse des mécanismes observés. D'après la relation de Johnson (équation 43), la déformation représentative pour un cône dépend de l'angle du cône mais est indépendante de la force normale. Or, sur cette carte on observe différents modes pour un même indenteur (si on suit la ligne horizontale pour un angle de 35 ° par exemple, on passe du labourage ductile à la fissuration puis à l'usinage en augmentant la force normale). C'est parce que les ruptures sont amorcées par de fortes contraintes locales (qui, elles, dépendent de la force normale), et non par la déformation moyenne dans le matériau. Cette dépendance à la force normale est particulièrement vraie sur les matériaux élastoplastiques (type polymères) sur lesquels la géométrie du contact dépend du régime de déformation (élastique, élasto-plastique...).

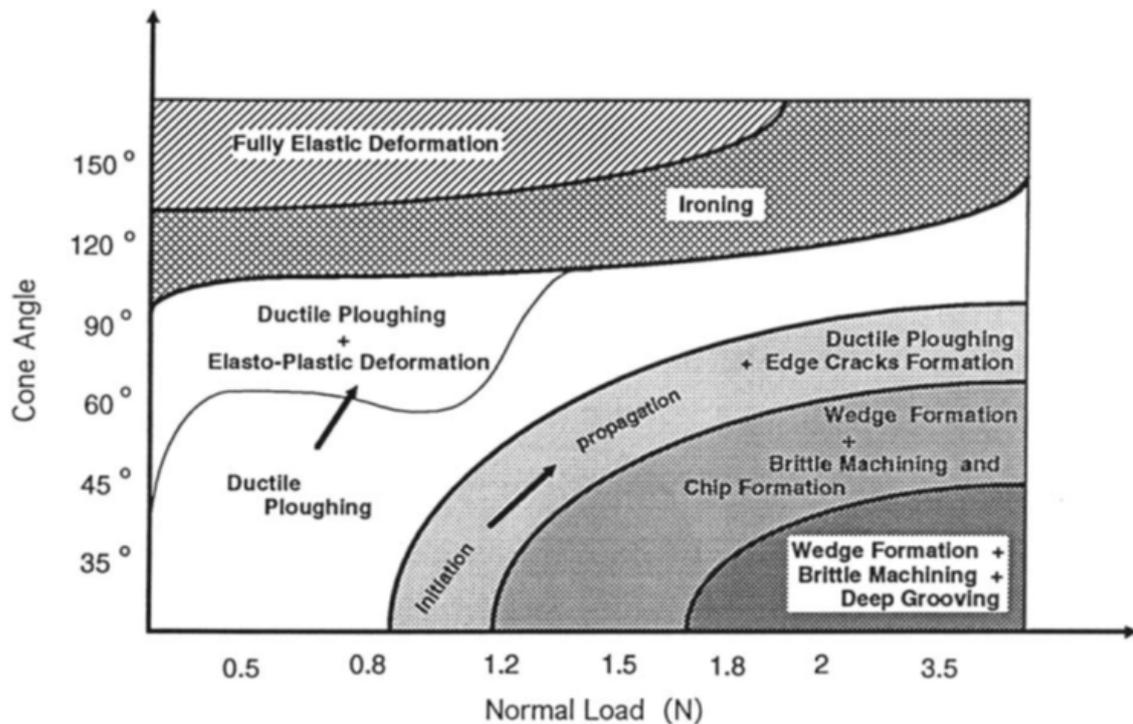


FIGURE 45 – Carte de déformation sur polycarbonate. Les expériences ont été réalisées à température ambiante, avec des indentateurs coniques d'angles allant de 35 ° à 150 °, pour différentes forces normales, à une vitesse de rayure de $v = 0,0026\text{mm/s}$

Globalement, la carte ressemble beaucoup à celle obtenue à plus haute vitesse. Toutefois, le matériau semble plus fragile à faible vitesse. Par exemple, avec un cône de 70 ° et une charge normale de 2N, des fissures apparaissent à 0,0026 mm/s mais pas à 2,6 mm/s. Ce résultat est totalement contre-intuitif : normalement, un matériau polymère est plus fragile lorsqu'il est sollicité à grande vitesse. Les auteurs proposent l'explication suivante à cette contradiction : à grande vitesse, la création de chaleur par frottement pointe/matériau est beaucoup plus rapide. Or le polymère est un mauvais conducteur thermique donc la température à l'interface pointe/matériau est plus grande qu'à faible vitesse où la chaleur a le temps de se dissiper dans le matériau. Le polymère a donc un comportement plus ductile car il est plus chaud. Ce résultat illustre parfaitement l'idée évoquée dans le paragraphe 3.1.1.1, selon laquelle l'analyse d'un essai de rayure est difficile et quelquefois contre-intuitive à cause des couplages qu'il fait intervenir (dans cet exemple, un couplage thermo-mécanique).

3.1.2.3 Apport de la vision in-situ du contact

Jusqu'au début des années 2000, l'analyse mécanique d'un essai de rayure se faisait après l'essai, en observant le sillon résiduel au microscope. Les scénarii d'apparition des fissures n'étaient alors que des conjectures, puisque leur formation n'était pas observée en direct (difficile notamment d'établir l'endroit où a été amorcée la fissure par rapport à la surface de contact indenteur/matériau et la façon dont elle s'est propagée). D'autre part, le calcul des différentes grandeurs pendant l'essai (dureté en rayure, pression de contact...) étaient modèle-dépendantes car il fallait évaluer la surface de contact sans pouvoir la mesurer expérimentalement. On obtient alors des relations qui dépendent du régime de déformation du matériau [56], comme illustré par la FIGURE 46. Si l'objectif de l'essai est de caractériser

mécaniquement le matériau, c'est "le serpent qui se mord la queue".

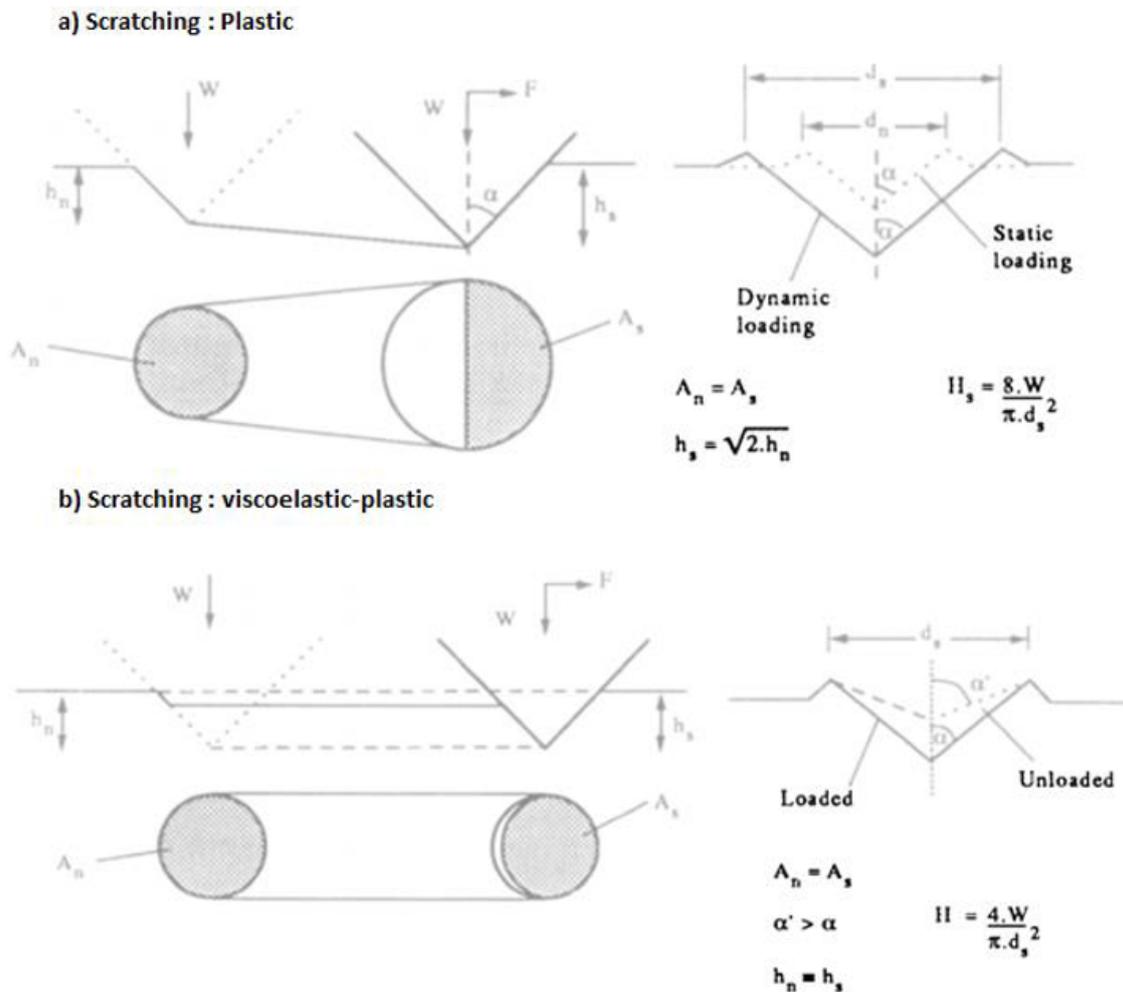


FIGURE 46 – Dureté en rayure pour un matériau plastique (a) pour lequel la surface de contact est un demi-disque et viscoélastique (b) pour lequel la surface de contact est intermédiaire entre un disque entier et un demi-disque suivant le niveau de viscoélasticité. L'expression de la dureté est donc différente dans les deux cas. D'après [56]

Pour remédier à ces problèmes, C. Gauthier et R. Schirrer [60] ajoutent à l'appareil un microscope couplé à une caméra permettant la vision in-situ du contact si le matériau est transparent. Cette approche permet par exemple d'étudier l'évolution du comportement en rayure de matériaux viscoélastiques-viscoplastiques, dont le comportement est trop complexe pour l'approche modèle-dépendante [61], comme illustré sur la FIGURE 47.

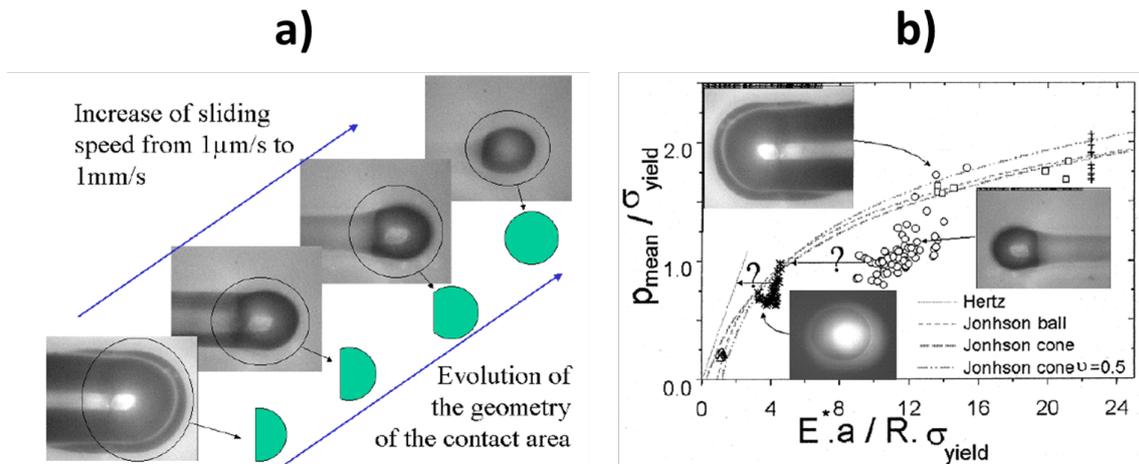


FIGURE 47 – Evolution de la surface de contact en fonction de la vitesse de rayure, sur PMMA (a). Pression de contact en fonction de la déformation moyenne (b). D'après [61]

La vision in situ permet également une bien meilleure compréhension des mécanismes d'endommagement des matériaux [62] [63], comme illustré sur la FIGURE 48. Il s'agit d'un test de rayure réalisé sur CR39⁴⁰, où l'on voit des fissures concaves, régulières, apparaître sur le bord arrière du contact.

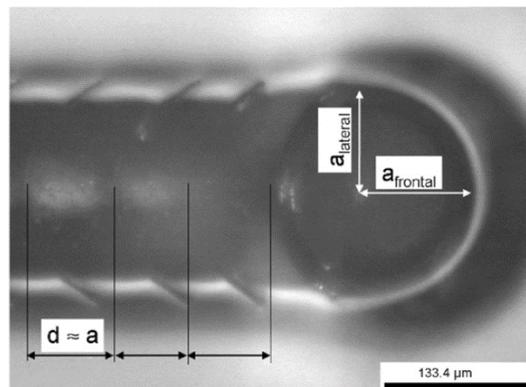


FIGURE 48 – Photographie in-situ des dommages observés sur CR39. Les fissures naissent à l'arrière du contact. D'après [63].

Cette méthode a également permis une meilleure compréhension de l'influence du frottement [64] et du fluage de contact [65].

3.1.2.4 Simulations numériques de l'essai de rayure

Comme nous l'avons vu, la réponse mécanique d'un matériau durant un essai de rayure dépend de nombreux paramètres, souvent couplés. Bien que la vision in-situ apporte beaucoup à la compréhension des phénomènes observés, il reste difficile de comprendre l'influence de chaque paramètre, indépendamment, sur les champs de contraintes, de déformations, et la géométrie de contact. C'est pourquoi il est très intéressant de recourir à

40. C'est le nom commercial d'un polymère thermodurcissable (diéthylène glycol bis(allyl carbonate)) de module de Young 2GPa à 20 ° C et 1Hz, commercialisé par PPG et utilisé pour la fabrication de verres de lunettes.

la simulation numérique.

La première simulation numérique de l'essai de rayure avec un indenteur conique, par éléments finis, a été réalisée au CEMEF par Jean-Luc Bucaille en 2001 [54]. Dans un article paru en 2001 [66], il effectue des simulations avec un indenteur conique, sur des matériaux élastiques parfaitement plastiques. Il étudie l'influence du facteur rhéologique X , tel qu'il a été défini par Johnson [53] :

$$X = \frac{E}{\sigma_0} \cdot \cot(\theta) \quad (46)$$

où E est le module de Young du matériau, σ_0 sa contrainte d'écoulement plastique et θ le demi-angle de l'indenteur conique. Le facteur X représente le ratio entre la déformation moyenne autour de l'indenteur ($\cot(\theta)$) et la déformation d'écoulement plastique du matériau ($\varepsilon_0 = \sigma_0/E$). Pour des valeurs élevées de X , le comportement est principalement plastique et la profondeur du sillon résiduel est proche de la profondeur d'enfoncement de l'indenteur pendant l'essai. A l'inverse, pour de faibles valeurs de X , il y a un retour élastique important à l'arrière de l'indenteur, comme illustré sur la FIGURE 49. On note également la formation d'un bourrelet frontal d'autant plus important que X est élevé.

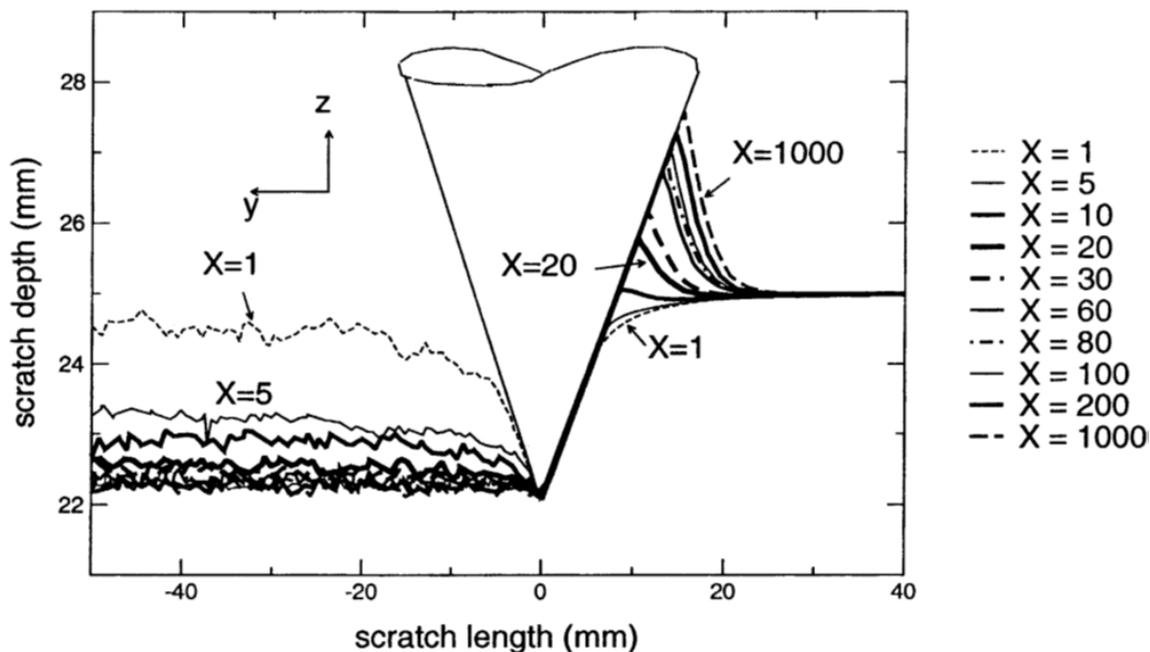


FIGURE 49 – Simulations numériques de la rayure par un indenteur conique pour différentes valeurs de X : géométrie des contacts. D'après [66].

Par ailleurs, ces premières simulations ont permis une meilleure compréhension de la relation entre la rhéologie du matériau et le coefficient de frottement apparent. Pour des valeurs de X élevées (déformation principalement plastique), ils obtiennent la valeur théorique de Goddard et Wilman [67] :

$$\mu_0 = \frac{2}{\pi} \cdot \cot(\theta) \quad (47)$$

Avec μ_0 le frottement apparent et θ le demi angle de l'indenteur conique. Pour des valeurs de X faibles en revanche, le coefficient de frottement apparent calculé

à partir des simulations numériques est inférieur à celui de Goddard et Wilman. Sur la FIGURE 50 est présenté le coefficient de frottement apparent en fonction du facteur rhéologique.

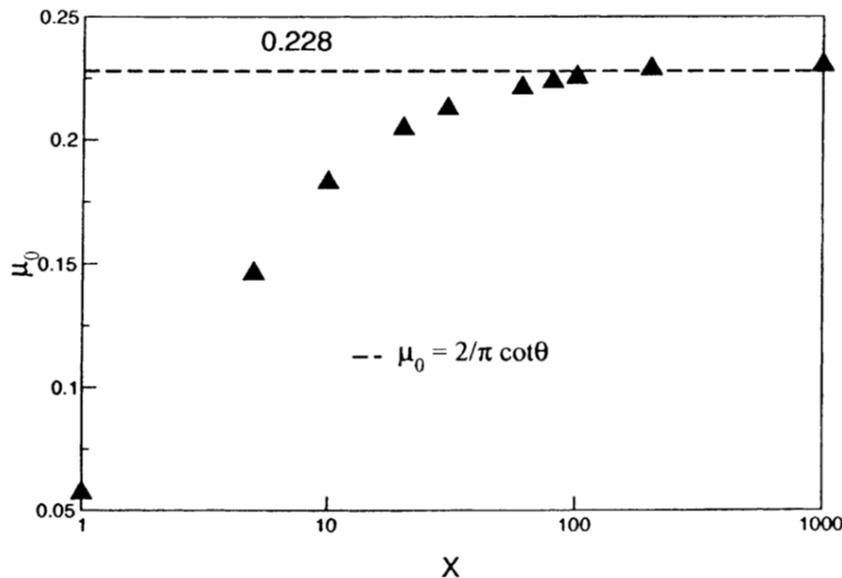


FIGURE 50 – Simulations numériques : coefficient de frottement apparent calculé en fonction du facteur rhéologique du matériau. La ligne en pointillés correspond à la valeur théorique de Goddard et Wilman pour un cône de demi-angle $70,3^\circ$. D'après [66].

Ils interprètent ce résultat de la manière suivante : l'expression de Goddard et Wilman est établie pour des déformations parfaitement plastiques, sans retour élastique à l'arrière de l'indenteur. C'est ce qui se passe sur des matériaux dont le facteur rhéologique X est élevé (cf FIGURE 49, c'est notamment le cas des métaux). Pour des valeurs de X faibles en revanche, le retour élastique à l'arrière de l'indenteur n'est plus négligeable, ce qui réduit la dissymétrie de la forme du contact (c'est ce qui peut se passer sur des polymères).

Outre l'intérêt pour comprendre l'évolution des grandeurs macroscopiques mesurées pendant un essai de rayure, les simulations numériques permettent également d'étudier la forme des champs de déformations et de contraintes pendant l'essai. Pelletier et al. ont montré par exemple que le champ de déformation se déplace vers l'avant de l'indenteur lorsque le frottement local augmente [68]. Les champs de déformations élastiques équivalentes, calculés sur un matériau élastique de module de Young $E = 3,5 \text{ GPa}$, et pour un rayon de contact $a/R = 0,3$, pour différentes valeurs de frottement local, sont présentés sur la FIGURE 51.

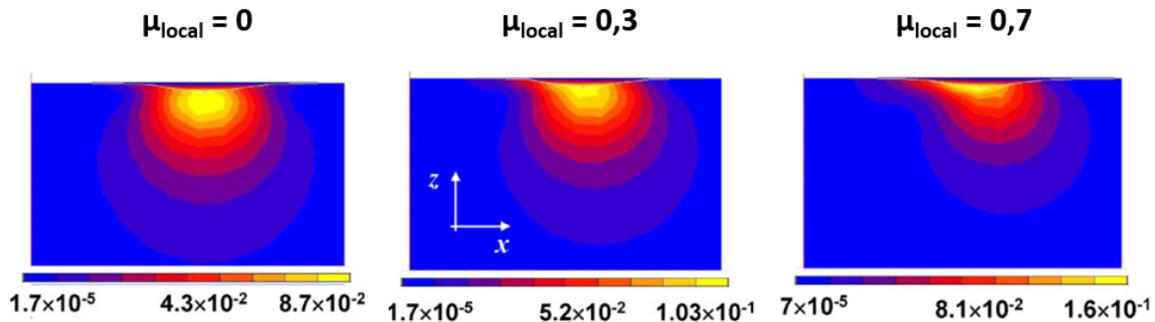


FIGURE 51 – Champ de déformation élastique équivalente. Le matériau est élastique ($E = 3,5 \text{ GPa}$). Les calculs sont faits pour un rayon de contact $a/R = 0,3$. L'indenteur se déplace dans le sens $+x$. D'après [68].

3.1.3 Matériaux revêtus

Pour augmenter la résistance à la rayure, différentes stratégies sont envisageables dans le cadre monomatériau. Une première possibilité est de modifier la rhéologie du matériau de manière à augmenter le retour élastique après le passage de l'indenteur. Une deuxième stratégie serait d'augmenter le durcissement du matériau. Comme illustré sur la FIGURE 52, pour un même module de Young et une même contrainte d'écoulement plastique, un matériau avec durcissement a une décharge élastique plus importante qu'un matériau parfaitement plastique. Dans le cas d'un essai de rayure, cela signifie que le sillon résiduel sera moins profond sur un matériau durcissant.

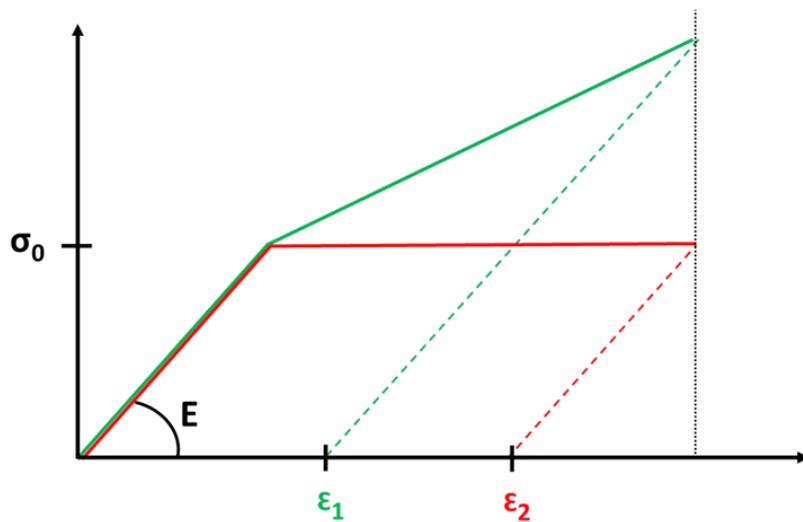


FIGURE 52 – Comparaison des retours élastiques de deux matériaux ayant le même module de Young et la même contrainte d'écoulement plastique, mais des durcissements différents. Le matériau durcissant (en vert) a une décharge élastique plus importante que le matériau parfaitement plastique (en rouge).

Bien qu'intéressantes sur le plan scientifique, ces deux approches (diminuer le facteur rhéologique et augmenter le durcissement d'un matériau) sont délicates à mettre en œuvre, industriellement, pour deux raisons : premièrement, de par leur usage, les matériaux doivent remplir un cahier des charges concernant plusieurs de leurs propriétés mécaniques, et il

n'est donc pas possible de modifier leur rhéologie uniquement pour améliorer leur résistance à la rayure. Deuxièmement, quand bien même nous aurions cette liberté, il doit être très difficile de modifier, via la formulation, le durcissement d'un matériau sans modifier le reste de ses propriétés mécaniques. Pour ces raisons, ces approches sont rarement utilisées dans l'industrie, et on leur préfère le dépôt d'un vernis anti-rayure.

3.1.3.1 Modes d'action d'un vernis anti-rayure

Dans le cas d'un substrat ductile⁴¹, l'objectif du vernis est de limiter la déformation plastique de celui-ci pour que le sillon résiduel soit le moins profond possible (et donc moins visible). Toutefois, la manière dont le vernis anti-rayure protège le substrat dépend de l'échelle à laquelle est rayé le matériau. Cela dépend notamment du ratio entre le rayon du contact indenteur/matériau et l'épaisseur du vernis. Lorsque le rayon de contact est très petit devant l'épaisseur du vernis, il est évident que ce sont les propriétés mécaniques du vernis qui gouvernent le comportement, indépendamment de celles du substrat [69] [70]. Lorsque le rayon de contact est du même ordre de grandeur que l'épaisseur du vernis, la réponse mécanique du matériau dépend à la fois des propriétés du substrat et du vernis. C'est le cas des essais qui seront analysés en détail dans ce chapitre.

Demirci et al. [71] [72] rayent un CR39 de module de Young 2 GPa revêtu par un vernis thermodurcissable de module de Young 4 GPa. Différents matériaux sont préparés, avec différentes épaisseurs de vernis, de 0,43 μm à 4,8 μm . Les essais sont réalisés avec un indenteur sphérique rugueux de rayon 116 μm , et de rugosité maximale $R_t = 2,5\mu\text{m}$. Il s'agit donc d'un cas où l'épaisseur du vernis est petite devant le rayon de l'indenteur. Ils effectuent un essai de rayure sur chaque matériau (pour les différentes épaisseurs de vernis) en appliquant une force normale de 1,1 N sur l'indenteur, puis tracent la pression de contact en fonction de la vitesse de déformation. Ils obtiennent les courbes de la FIGURE 53.

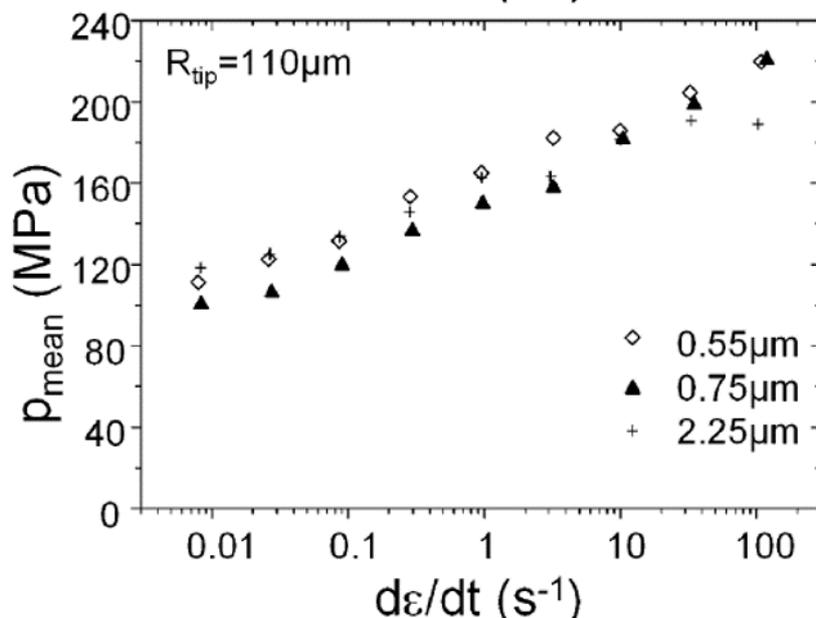


FIGURE 53 – Pression de contact mesurée en fonction de la vitesse de déformation, pour différentes épaisseurs de vernis. D'après [71].

41. C'est le cas du PVC de notre revêtement de sol, comme nous le verrons dans la partie 3.2

On remarque que la réponse mécanique macroscopique est quasiment indépendante de l'épaisseur du vernis, ce qui laisse entendre qu'il n'a aucun effet. A quoi bon alors revêtir le matériau ? Les photographies du contact prises in-situ durant les essais, présentées sur la FIGURE 54, permettent de répondre à cette question.

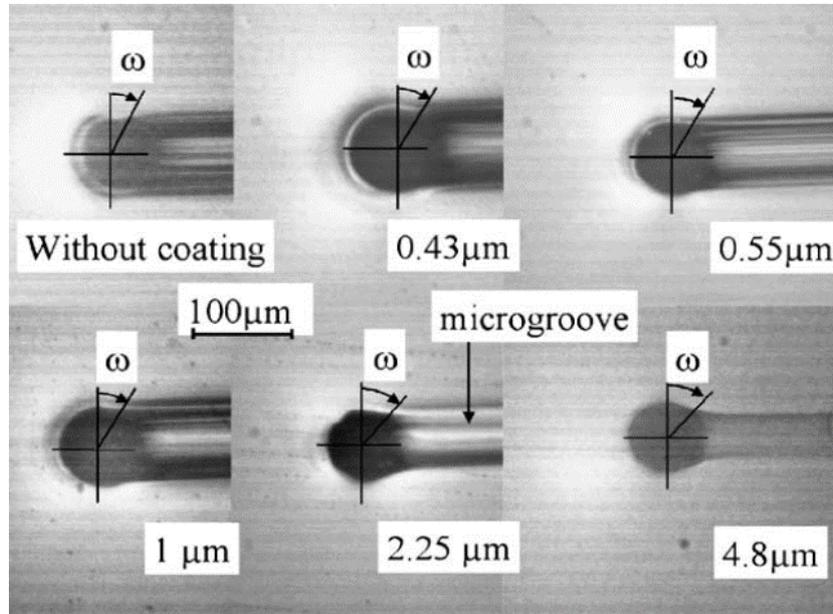


FIGURE 54 – Photographies in-situ du contact pour différentes épaisseurs de vernis. D'après [71].

On observe des micro-sillons ductiles dans le macro-sillon pour des épaisseurs de vernis inférieures à la rugosité de la pointe ($R_t = 2,5\mu m$). Les auteurs interprètent ce résultat de la manière suivante : le vernis permet d'entourer élastiquement les aspérités de la pointe. Lorsque le vernis est trop fin, les aspérités parviennent à rayer le substrat, d'où les microsillons⁴². Lorsque le vernis est suffisamment épais, les aspérités ne sont plus assez grandes pour atteindre le substrat, comme illustré sur la FIGURE 55.

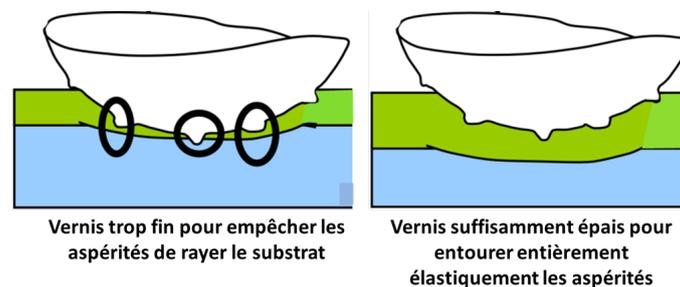


FIGURE 55 – Schémas expliquant le mode de protection du vernis. D'après [71].

42. A nouveau, on voit la limite de la description de l'état du système par la déformation représentative qui masque des extremums locaux. Dans ce cas précis, impossible d'expliquer ce phénomène via la déformation représentative.

3.1.3.2 Modes d'endommagement d'un système substrat/vernis

Sur les systèmes revêtus, les mécanismes observés lors d'un essai de rayure sont différents de ceux observés sur matériaux non revêtus. En effet, sur systèmes revêtus, trois paramètres supplémentaires interviennent : les propriétés mécaniques relatives du substrat et du vernis, l'adhérence entre les deux couches, ainsi que l'épaisseur du vernis.

Burnett et Rickerby [73] mettent en évidence 5 modes d'endommagement sur de l'acier revêtu par du nitrure de titane, suivant l'adhérence entre les deux couches. Ces 5 modes, à adhérence croissante, sont illustrés sur la FIGURE 56.

Les 5 modes sont observés suivant une adhérence croissante entre les deux couches :

- a Spalling (effritement) : les contraintes de compression à l'avant de l'indenteur provoquent des fissures dans le vernis. Le vernis est totalement délaminé et l'indenteur avance dans un substrat sans revêtement.
- b Buckling (flambage) : la rupture est également due aux forces compressives à l'avant de l'indenteur. Cependant, dans ce cas, le vernis se délamine en fléchissant à l'avant de l'indenteur et se fissure ensuite. La délamination semble ne concerner que l'intérieur du contact, contrairement au mécanisme précédent pour lequel les particules arrachées sont bien plus larges.
- c Chipping (écaillage) : c'est le même mécanisme que pour a) et b) sauf que la rupture a lieu plus proche de l'indenteur. Les fragments arrachés de trouvant devant l'indenteur sont alors enfoncés dans le substrat tandis que les fragments arrachés sur les côtés sont éjectés.
- d Conformal cracking (fissuration avant) : des fissures apparaissent à l'avant de l'indenteur à cause des contraintes de compression mais cette fois l'adhésion substrat/revêtement est suffisamment grande pour qu'aucun fragment ne soit arraché.
- e Tensile cracking (fissuration arrière) : des fissures apparaissent à l'arrière de l'indenteur à cause des contraintes de traction. De nouveau, l'adhésion est suffisante pour qu'aucun fragment ne soit arraché. On note un changement de concavité avec les fissures du "conformal cracking".

Bull [74] montre également l'importance de l'adhérence entre les deux couches (revêtement en nitrure de titane sur de l'acier), dont l'influence est schématisée sur la FIGURE 57.

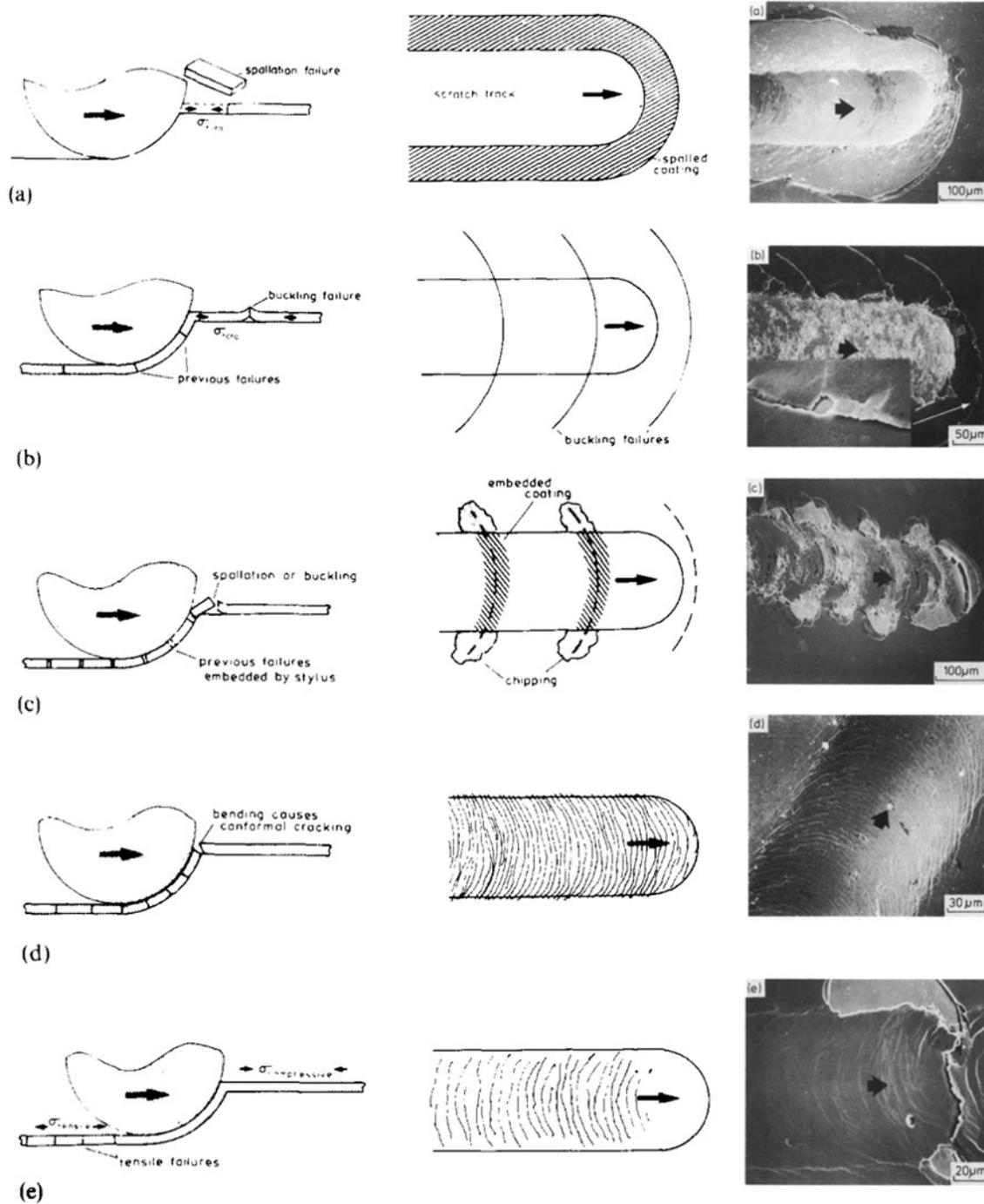


FIGURE 56 – Représentations schématiques (à gauche) et photographies correspondantes (à droite) des 5 modes d'endommagement sur matériaux revêtus mis en évidence par Burnett et Rickerby, d'après [73] : spalling (a), buckling (b), chipping (c), conformal cracking (d), tensile cracking (e).

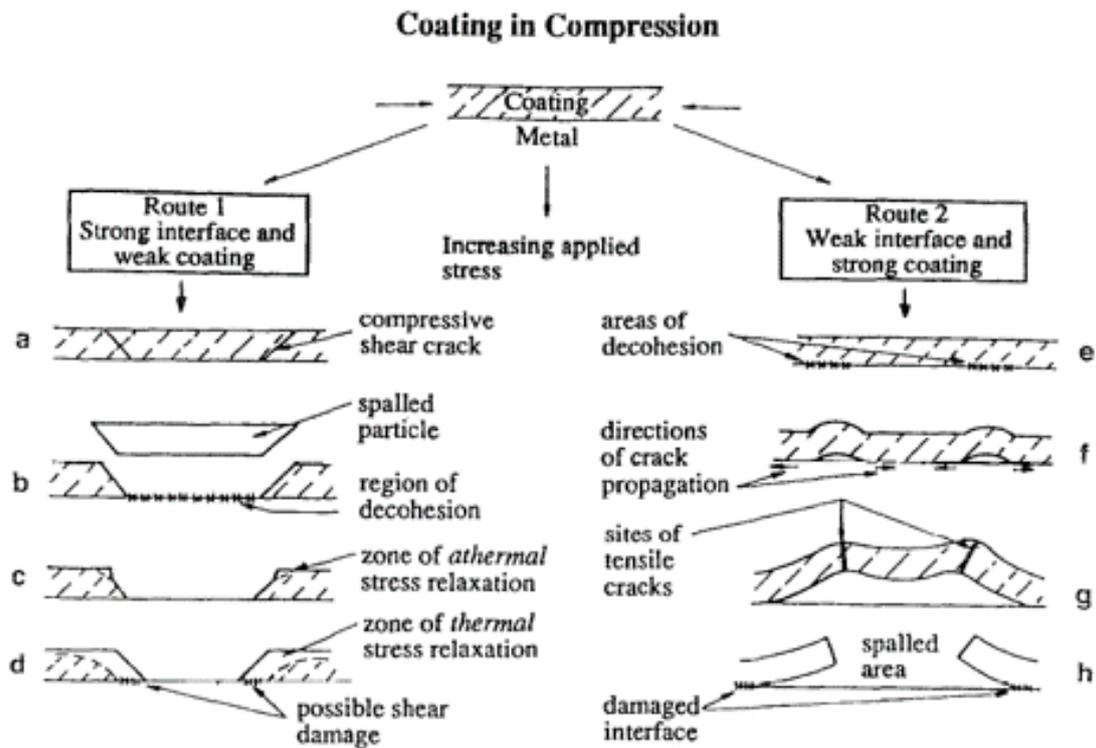


FIGURE 57 – Mécanismes d'écaillage avec une forte adhérence (à gauche) et avec une faible adhérence (à droite), d'après [74].

Quand l'adhésion est forte, des fissures apparaissent d'abord, puis la particule est arrachée. A l'inverse, quand l'adhésion est faible, le revêtement se décolle, flambe, puis rompt.

Il montre également que les mécanismes qui apparaissent sont gouvernés par les propriétés mécaniques relatives du substrat et du revêtement en dressant une carte des mécanismes en fonction de la dureté des matériaux .

On voit par exemple que si le substrat et le revêtement sont mous, on observe principalement une déformation plastique sans fissure. A l'inverse si le substrat et le revêtement sont durs, on observe du "chipping" (cf FIGURE 56.c).

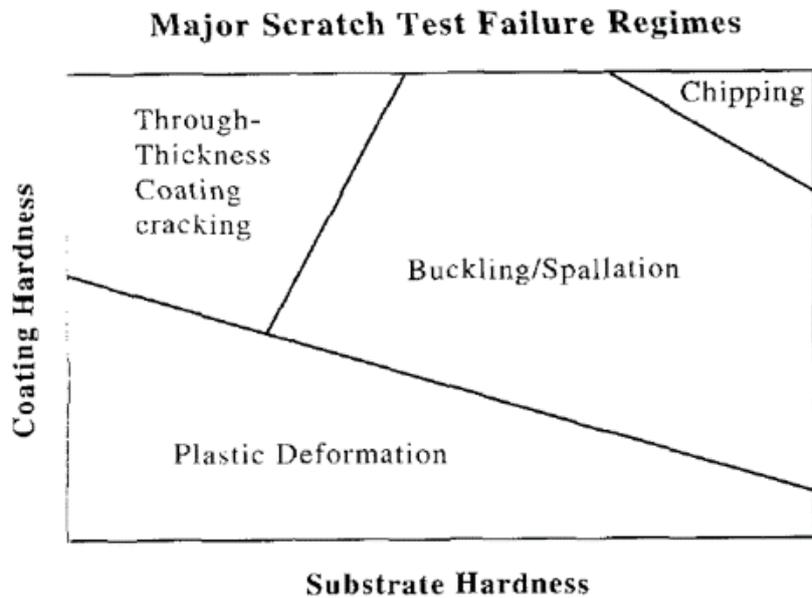


FIGURE 58 – Carte des mécanismes qui apparaissent lors d'un essai de rayure sur un matériau revêtu en fonction de la dureté du substrat et du revêtement, d'après [74].

3.1.3.3 Caractérisation de l'adhésion substrat/vernis

Puisque l'adhérence entre le vernis et le substrat gouverne en partie les modes d'endommagement observés, il est nécessaire de la quantifier. Pour ce faire, il est courant dans l'industrie de réaliser un essai de rayure à charge croissante, et de mesurer la force normale à partir de laquelle on observe des modes d'endommagement sévères⁴³ (délamination, écaillage...) comme illustré sur la FIGURE 59, extraite de [75]. Il est également possible de mesurer l'émission acoustique du matériau pendant l'essai. De cette manière, la force normale amorçant chaque mécanisme est déterminée à partir du bruit induit par le craquement [76] [77].

43. Si le test fait apparaître différents modes de rupture, à différents chargements, on décrit la résistance à la rayure par les différentes valeurs des forces normales amorçant chaque mécanisme.

CHAPITRE 3. UNE DÉMARCHE D'ANALYSE DE LA RÉSISTANCE À LA RAYURE

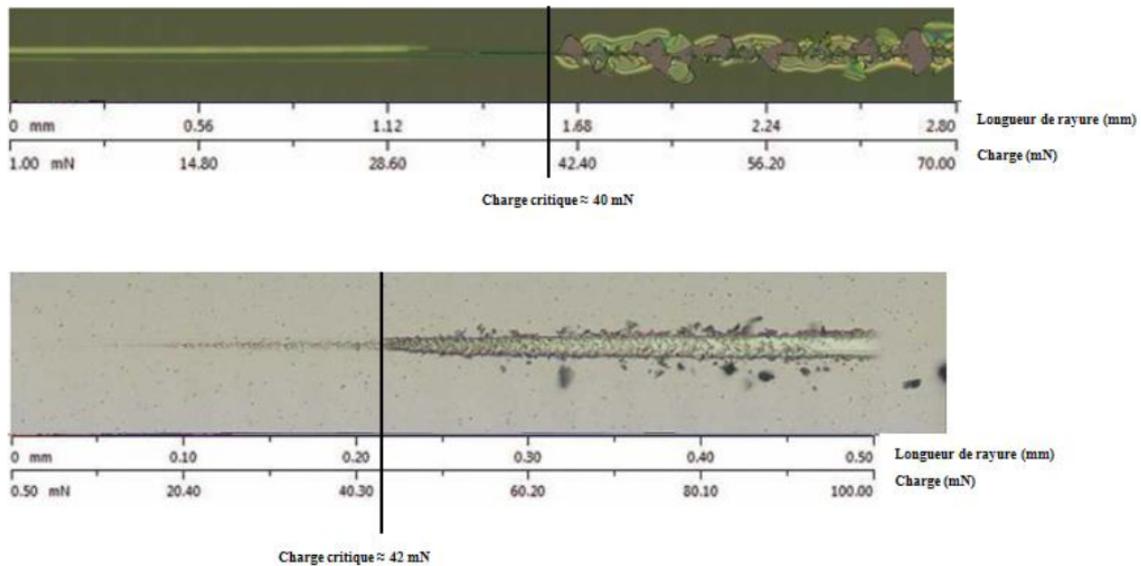


FIGURE 59 – Exemples de test de rayures à charge croissante où on voit facilement une charge critique à partir de laquelle l'endommagement devient sévère. Revêtement optique en SiN dont le substrat n'est pas indiqué (haut), revêtement organique déposé sur verre (bas). D'après [75].

Cette méthode est intéressante à titre comparatif, dans le cadre d'un contrôle qualité par exemple, car elle est relativement simple et rapide à mettre en œuvre. Toutefois, elle ne permet en aucun cas de quantifier rigoureusement, dans l'absolu, l'adhérence entre les deux couches.

Le Houerou et al. [78] proposent une méthode alternative permettant d'évaluer cette énergie d'adhérence. Ils effectuent un essai de rayure sur du polycarbonate revêtu par $3,5\mu\text{m}$ d'un polymère thermodurcissable. Ils observent une délamination du vernis et une cloque qui se forme à l'avant de l'indenteur. La cloque croît jusqu'à atteindre un régime stationnaire durant lequel elle continue d'avancer devant l'indenteur avec une taille constante. Les photographies in-situ de l'essai sont présentées sur la FIGURE 60.

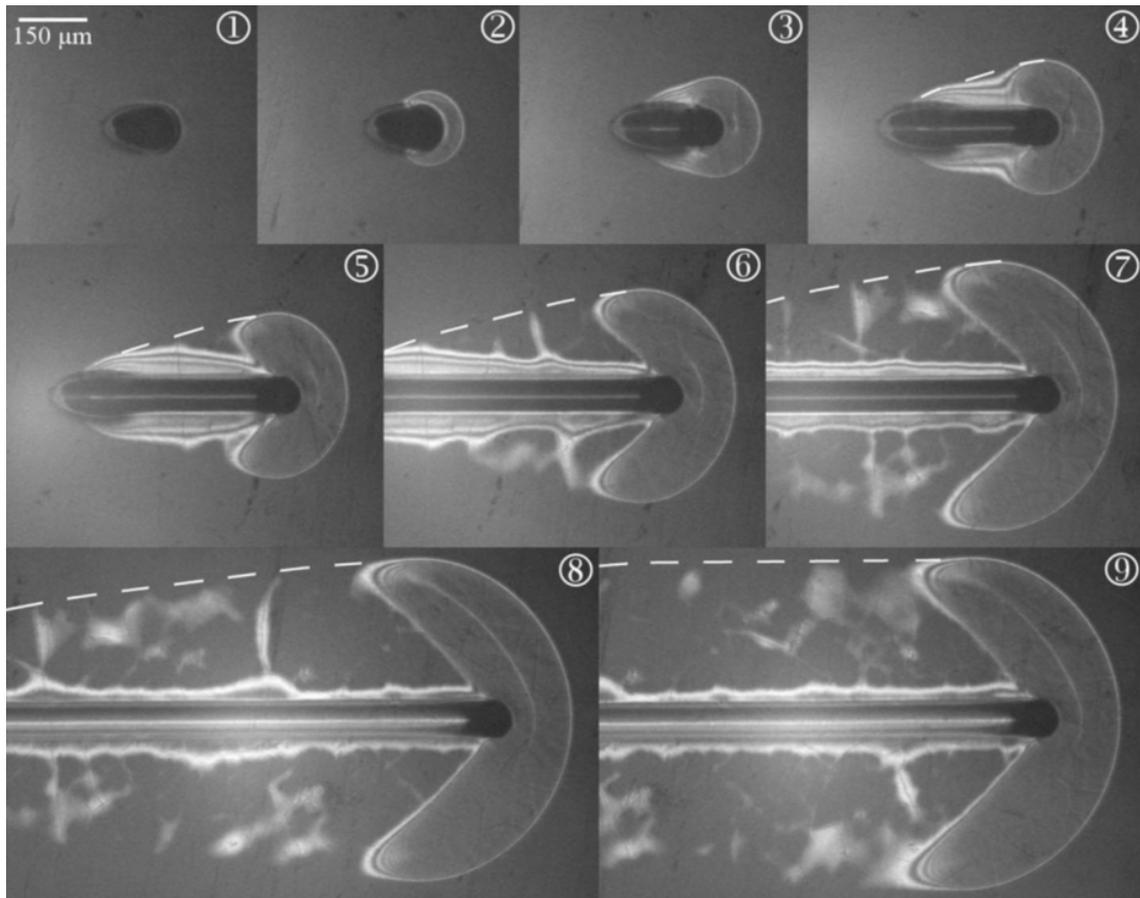


FIGURE 60 – Photographies *in situ* de la délamination du vernis et de la formation de la cloque à l'avant de l'indenteur. Le régime stationnaire est atteint sur la photographie 8. D'après [78].

A partir de ces photographies *in situ*⁴⁴, les auteurs mesurent la surface délaminée totale, qu'ils tracent en fonction de l'avancement de l'indenteur (FIGURE 61).

44. A nouveau, on voit tout l'intérêt de la vision *in situ*. Sans elle, impossible d'imaginer ce scénario à partir d'une photographie du sillon résiduel, après l'essai.

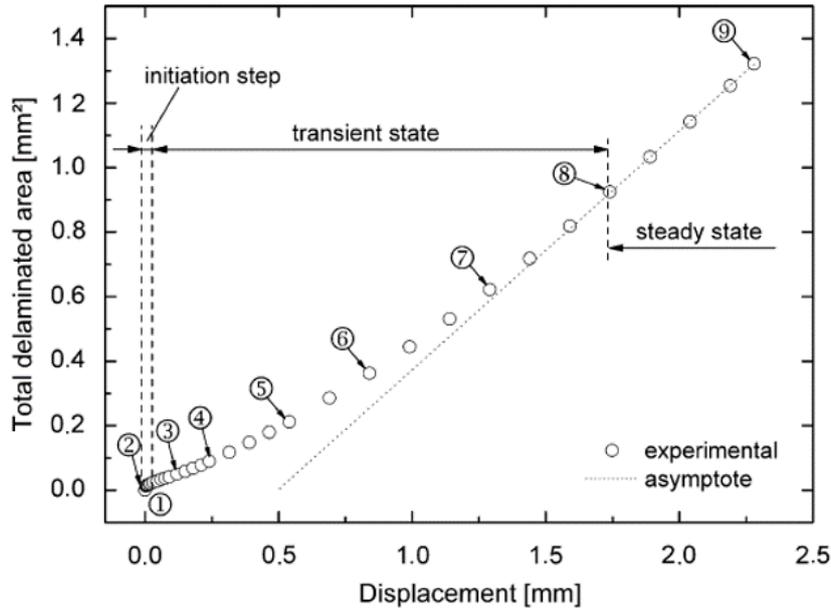


FIGURE 61 – Surface délaminée totale en fonction de l'avancement de l'indenteur. La taille de la cloque augmente jusqu'au point 8 à partir duquel elle est constante. A partir de là, la surface totale délaminée augmente linéairement avec l'avancement de l'indenteur. D'après [78].

L'idée de la méthode est de faire un bilan d'énergie sur la cloque pendant le régime stationnaire :

$$\Delta W = \Delta E_F + \Delta E_D + \Delta E_E \quad (48)$$

où :

- ΔW est le travail apporté par l'indenteur. $\Delta W = F_T \cdot d = \mu_{app} \cdot F_N \cdot d$, avec F_T la force tangentielle, F_N la force normale, μ_{app} le coefficient de frottement apparent et d le déplacement de l'indenteur.
- ΔE_F est l'énergie surfacique de délamination entre le substrat et le vernis. $\Delta E_F = 2\Delta A_{interf} \cdot \gamma_{s-interf}$. ΔA_{interf} correspond à la surface créée à l'interface et $\gamma_{s-interf}$ correspond à l'énergie nécessaire à la création d'une unité de surface.
- ΔE_E correspond à la variation d'énergie élastique de la cloque. E_E est constant car l'énergie élastique stockée par la cloque est libérée après le passage de l'indenteur. ΔE_E est donc nul.
- ΔE_D correspond à l'énergie perdue dans les phénomènes dissipatifs. Ce terme peut être divisé en deux : d'une part la déformation plastique et d'autre part le frottement de l'indenteur sur le matériau. Le film a un domaine élastique bien plus large que le substrat donc en première approximation, on néglige la déformation plastique du film, et on ne considère que celle du substrat. On obtient donc : $\Delta E_D = (\sigma_{yield} \cdot S_t + F_n \cdot \mu_{local})d$ où σ_{yield} est la contrainte d'écoulement plastique du substrat, S_t est la section transversale du substrat ayant subi une déformation plastique et μ_{local} est le coefficient de frottement local.

En remplaçant chaque terme dans l'équation 48 et en isolant ΔA_{interf} , le bilan énergétique peut s'écrire :

$$\Delta A_{interf} = d. \left(\frac{F_n(\mu_{app} - \mu_{local}) - \sigma_{yield} \cdot S_t}{2 \cdot \gamma_{s-interf}} \right) \quad (49)$$

On trouve une évolution linéaire de ΔA_{interf} avec d , ce qui correspond bien à la courbe de la FIGURE 61 en régime stationnaire. La pente de cette courbe expérimentale, qui vaut $741 \mu m$, est donc égale au coefficient directeur $\frac{F_n(\mu_{app} - \mu_{local}) - \sigma_{yield} \cdot S_t}{2 \cdot \gamma_{s-interf}}$.

Reste à déterminer la valeur des autres termes pour obtenir la valeur de $\gamma_{s-interf}$: $F_N = 0,45N$ (imposé à l'indenteur), $\mu_{app} = 0,25$ (mesuré pendant l'expérience), $\mu_{local} = 0,13$ (déterminé à partir de la méthode décrite dans [79]). La plus grande difficulté est de déterminer S_t : il est impossible de déterminer expérimentalement la zone du substrat ayant subi une déformation plastique. Une possibilité serait de modéliser l'expérience par éléments finis. Les auteurs font l'approximation que le substrat n'a subi aucune déformation plastique (donc $S_t=0$) et obtiennent alors une limite supérieure :

$$\gamma_{s-interf} = 37J/m^2.$$

Cette méthode n'est pas transposable industriellement comme essai de routine car elle n'est applicable que dans ce cas précis où l'adhérence est très faible et le vernis suffisamment souple pour ne pas rompre, permettant ainsi la formation de la cloque. La méthode n'en demeure pas moins très intéressante sur le plan scientifique car elle a le mérite d'évaluer, quantitativement, la valeur de l'énergie d'adhérence sur ce matériau.

3.1.3.4 Simulations numériques sur matériau revêtu

La réponse mécanique à la rayure d'un matériau revêtu est complexe. Comme nous l'avons vu, celle-ci dépend de nombreux paramètres (rhéologies du substrat et du vernis, épaisseur du vernis, adhérence entre les deux couches). L'analyse des modes de rupture observés est donc délicate. Les simulations numériques sont alors très utiles car elles permettent de corréler les champs de contraintes calculés aux observations expérimentales.

Li et Beres [69] simulent un essai de rayure sur Ti-6Al-4V ($E = 137GPa$, $\sigma_y = 1,55GPa$) revêtu par $5\mu m$ de TiN ($E = 290GPa$, $\sigma_y = 7GPa$) avec un indenteur sphérique ($R = 200\mu m$). Une carte de la première contrainte principale est présentée sur la FIGURE 62. Les champs de contrainte dans le revêtement et dans le substrat sont très différents, avec des contraintes plus élevées dans le revêtement.

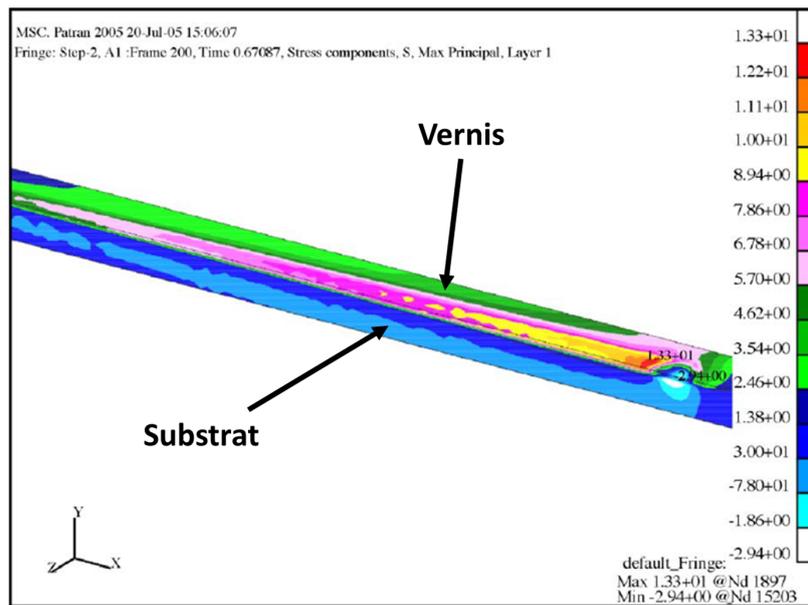


FIGURE 62 – Carte de la première contrainte principale sur $Ti-6Al-4V$ revêtu par $5\mu m$ de TiN . D'après [69].

Kermouche et al. [80] effectuent des simulations avec un indenteur sphérique ($R = 10\mu m$) sur un substrat élasto-viscoplastique ($E = 3,2GPa$, $\sigma_y = 40MPa$) revêtu par un vernis élastique ($E = 5GPa$) d'épaisseur $3\mu m$, en imposant un déplacement vertical de $3\mu m$ à l'indenteur. La carte des contraintes σ_{xx} est présentée sur la FIGURE 63.a. La contrainte est maximale sous l'indenteur, au voisinage de l'interface. Le vernis rigide suit la déformation du substrat plus souple. En conséquence, le vernis est sollicité en flexion. Les auteurs notent que ce mode de déformation permet d'interpréter les fissures observés par Demirci et al. [71] lors de leurs essais de rayure sur CR39 revêtu (FIGURE 63.b).

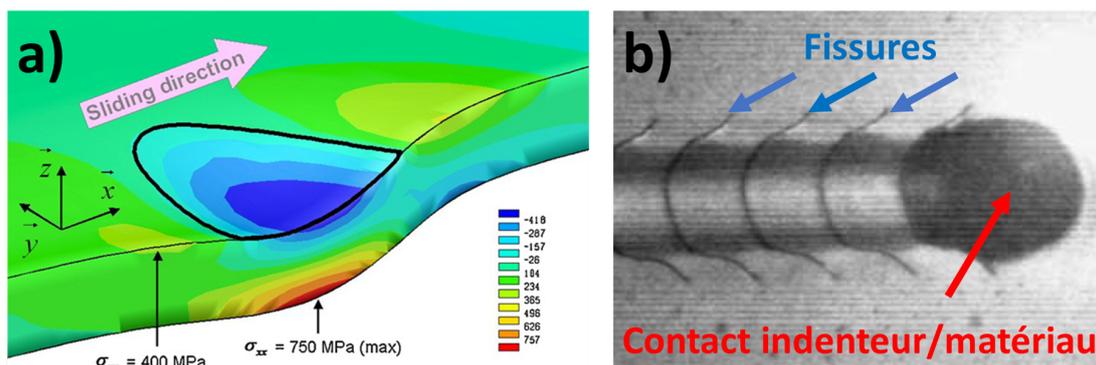


FIGURE 63 – (a) Carte de la contrainte σ_{xx} calculée par Kermouche et al, d'après [80]. (b) Fissures observées par Demirci et al., d'après [71].

Ils effectuent ensuite les mêmes simulations pour différentes vitesses de rayure. Les courbes présentées sur la FIGURE 64.a montrent que la contrainte σ_{xx} est une fonction décroissante de la vitesse de rayure. Ces résultats numériques sont cohérents avec les résultats expérimentaux de Demirci et al. [71] qui observent une disparition des fissures à partir

d'une certaine vitesse⁴⁵ (FIGURE 64.b).

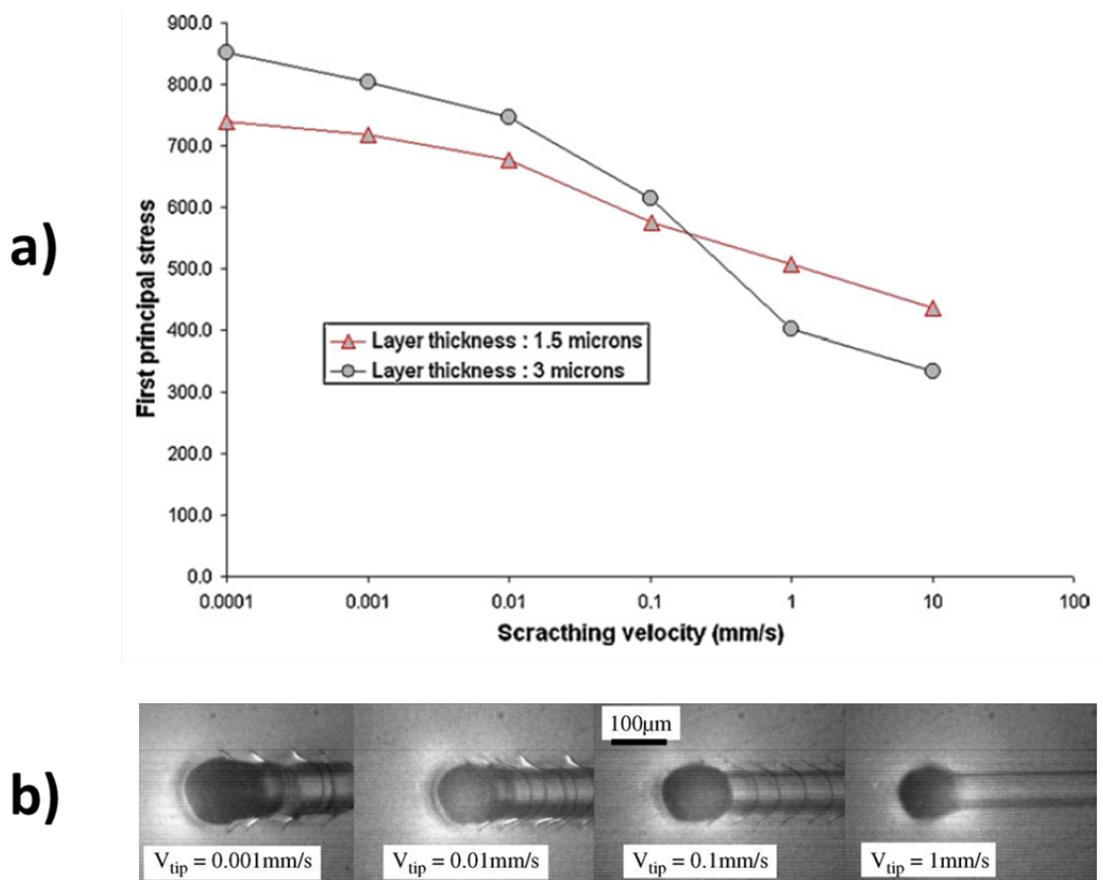


FIGURE 64 – (a) Contrainte σ_{xx} maximale en fonction de la vitesse de rayure, d'après [80]. (b) Fissures observées suivant la vitesse de rayure, d'après [71].

Jiang et al.[70] étudient la résistance à la rayure d'un polypropylène ($E = 1,65GPa$, $\sigma_y = 50MPa$) revêtu par $70\mu m$ de polyuréthane ($E = 2,5GPa$, $\sigma_y = 104MPa$). Le matériau, et notamment le vernis, est assez proche de celui étudié dans ce chapitre, comme nous le verrons dans la suite. Les essais expérimentaux sont faits avec un indenteur sphérique de rayon $R = 500\mu m$ et une rampe de force normale allant de 1N à 50N. La FIGURE 65 montre une photographie du sillon résiduel. On observe trois zones distinctes. Premièrement un sillon ductile, puis des fissures convexes et enfin un endommagement très sévère du vernis. Des simulations numériques sont réalisées pour différentes forces normales. Les cartes des contraintes principales sont présentées sur la FIGURE 66. Pour des charges normales de 13N et 32N, on observe des contraintes importantes à l'avant de l'indenteur. Ces contraintes sont responsables de la formation des fissures convexes. Pour un chargement de 45N, une forte concentration de contraintes est observée derrière l'indenteur. D'après les auteurs, ces contraintes sont responsables de l'endommagement sévère du vernis (FIGURE 65.d)

45. Attention toutefois : Demirci et al. font les essais avec une force normale imposée. En augmentant la vitesse, le substrat devient plus rigide et l'enfoncement de l'indenteur diminue. En conséquence, la flexion du vernis diminue, d'où une disparition des fissures. Kermouche et al. font leur calculs avec un enfoncement imposé. Cela signifie que la diminution des contraintes en augmentant la vitesse n'est pas due uniquement à la diminution de l'enfoncement.

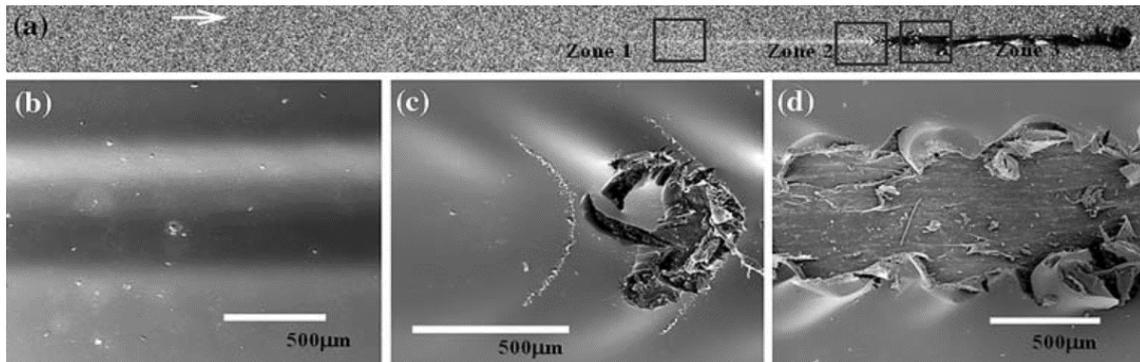


FIGURE 65 – (a) Photo de la rayure résiduelle. (b) Zone 1, labourage ductile. (c) Zone 2, fissures convexes. (d) Endommagement sévère du vernis. D'après [70].

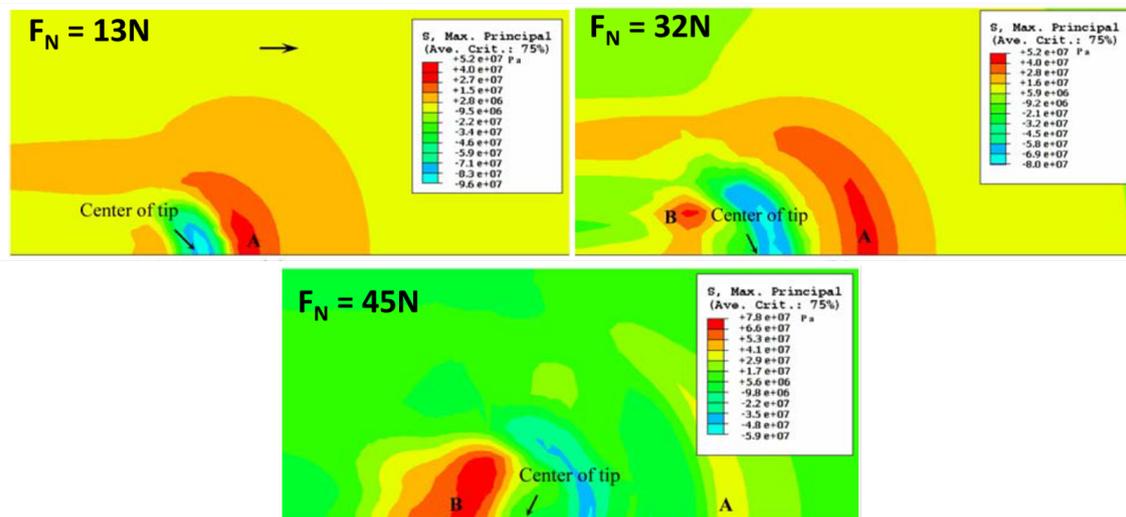


FIGURE 66 – Champs de la première contrainte principale à la surface du vernis, pour différentes forces normales. D'après [70].

Dans d'autres études plus récentes, une couche supplémentaire est introduite entre le substrat et le vernis pour augmenter la résistance à la rayure [81] [82]. L'analyse des phénomènes observés sur ces multicouches est encore plus complexe car trois matériaux interagissent. A nouveau, les simulations numériques permettent d'y voir plus clair.

Ces études montrent bien tout l'intérêt des simulations numériques dans l'analyse des essais de rayure sur des matériaux revêtus. Comme nous le verrons dans la suite, cet outil a été largement utilisé durant ce travail de thèse.

3.2 Matériaux étudiés

Le matériau considéré pour cette étude est constitué uniquement des deux couches superficielles d'un revêtement de sol "hétérogène" : la couche d'usure en PVC et le vernis anti-rayure en polyuréthane⁴⁶ (couches 5 et 6 de la FIGURE 2). Le but est d'avoir un

46. Pour faire le lien avec le chapitre précédent, le vernis utilisé ici est le même que le vernis 7 du tableau 2 (paragraphe 2.2.1).

matériau transparent pour pouvoir utiliser la vision in situ de l'essai de rayure (toutes les couches inférieures sont opaques)⁴⁷. De plus, le matériau n'est pas texturé de manière à avoir un matériau modèle dont nous pourrions modifier les paramètres qui nous intéressent dans le chapitre 6 (rigidité du PVC, rigidité du PU et épaisseur du PU).

Comme nous l'avons vu dans la partie précédente, le comportement d'un matériau lors d'un essai de rayure est largement dépendant des propriétés mécaniques du substrat et du vernis. Nous allons donc commencer par caractériser le comportement mécanique du PVC et du PU par analyses mécaniques dynamiques et essais de traction.

3.2.1 La «couche d'usure» en PVC

La "couche d'usure" en PVC a été obtenue par calandrage. Le film a une épaisseur de $600\mu m$.

3.2.1.1 Analyse mécanique dynamique

Cette couche d'usure a été caractérisée par analyse mécanique dynamique (DMA) par un appareil TA instruments DMA Q800. L'essai a été réalisé en traction avec une amplitude de déformation de 0,1%, à une fréquence de 1Hz. La température est balayée de $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ à $100\text{ }^{\circ}\text{C}$, avec une rampe de $2\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Les résultats sont tracés sur la FIGURE 67.

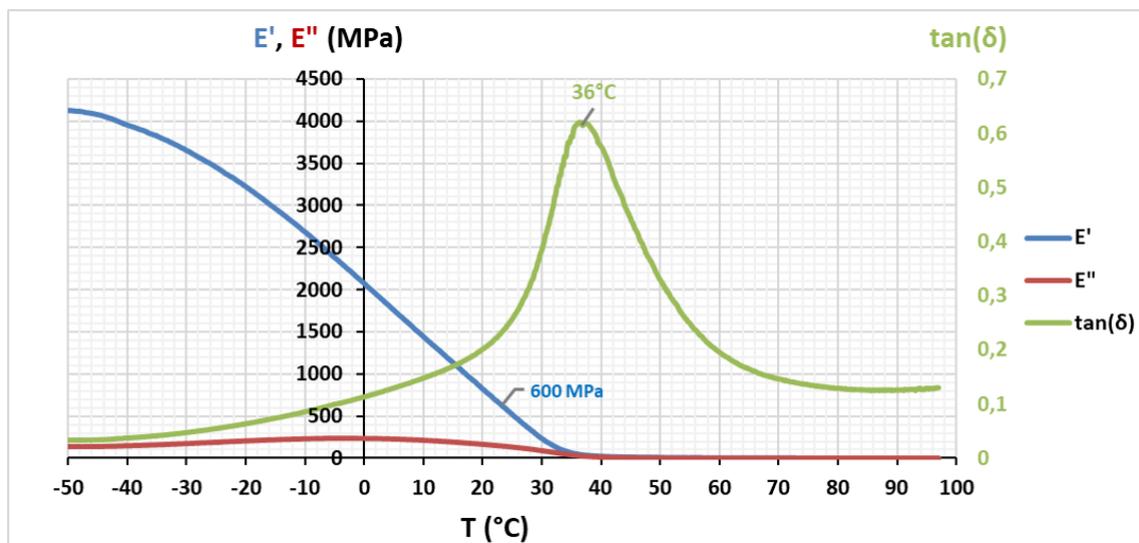


FIGURE 67 – DMA réalisée sur la "couche d'usure" en PVC. Module de conservation E' (en bleu), module de dissipation E'' (en rouge), déphasage entre les deux $\tan(\delta)$ (en vert).

On mesure une température de transition vitreuse du matériau $T_{g,PVC} = 36\text{ }^{\circ}\text{C}$ et un module de conservation à $23\text{ }^{\circ}\text{C}$ $E'_{PVC}(23\text{ }^{\circ}\text{C}) = 600\text{ MPa}$

3.2.1.2 Essais de traction

Afin d'avoir accès à la contrainte d'écoulement plastique et au durcissement du matériau, des essais de traction ont été réalisés en complément des caractérisations par DMA. Les

47. Nous montrerons par des simulations numériques dans le paragraphe 3.7.2 que les couches inférieures ne sont de toute façon pas sollicitées mécaniquement lorsque le matériau est rayé à l'échelle considérée dans cette étude.

essais ont été réalisés sur un appareil Instron 3344 à 23 °C et à vitesse de déformation constante $\dot{\epsilon} = 0,3s^{-1}$ (vitesse de traverse exponentielle). La déformation locale est mesurée par extensométrie optique (corrélation d'images). Trois essais ont été réalisés. Les courbes contrainte vraie - déformation vraie sont tracées sur la FIGURE 68.

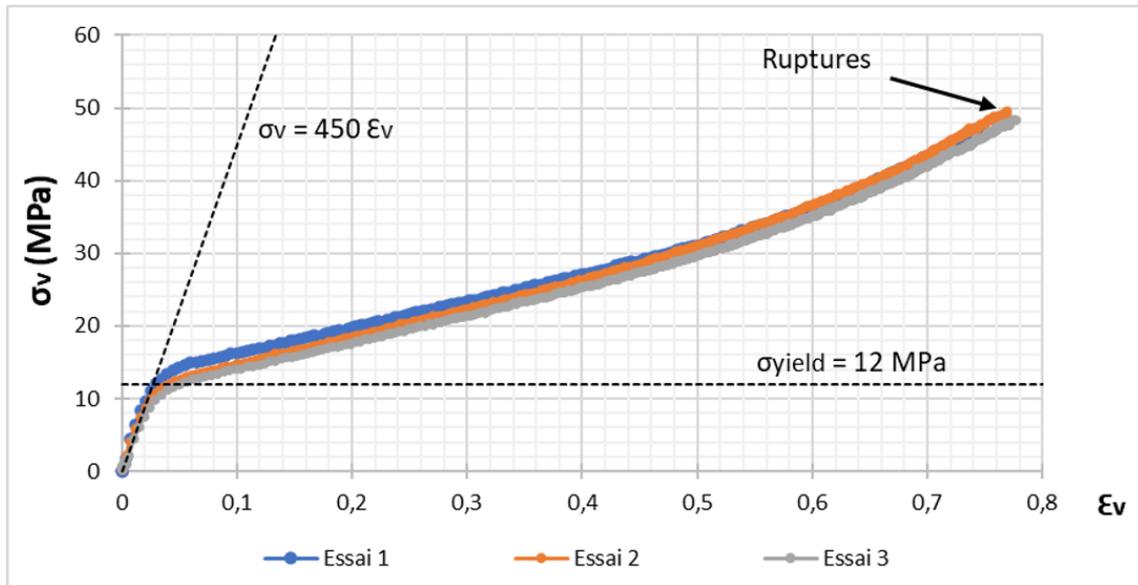


FIGURE 68 – Tests de traction réalisés sur la "couche d'usure" en PVC. On observe un comportement élasto-plastique avec un durcissement important.

Le comportement est élasto-plastique avec un durcissement important. On mesure un module de Young $E_{PVC} = 450 \pm 27MPa$ ⁴⁸ et une contrainte d'écoulement plastique $\sigma_{yield} = 12 \pm 0,15MPa$.

3.2.2 Le vernis anti-rayure en polyuréthane

A l'instar du PVC, le vernis en polyuréthane a été caractérisé par DMA et essais de traction. Un film d'épaisseur 100μm a été réalisé pour ces essais.

Industriellement, la formulation a été développée pour un dépôt de l'ordre de 20μm. En fabriquant le film de 100μm en une seule fois (avec un seul passage sous la lampe UV pour réticuler), on risque de créer un gradient de réticulation dans le matériau (très réticulé en surface, peu en profondeur) et donc un gradient de propriétés mécaniques. En caractérisant un film de 100μm réticulé en un seul passage, on risque alors d'obtenir des valeurs qui ne sont pas représentatives du film de 20μm déposé sur PVC revêtu.

Pour cette raison, le film de 100μm a été fabriqué en déposant les unes sur les autres et en réticulant successivement 5 couches de 20μm. De cette manière, les propriétés mécaniques du film sont à peu près homogènes.

3.2.2.1 Analyse mécanique dynamique

Le vernis PU a été analysé par DMA dans les mêmes conditions que l'essai réalisé sur le PVC. Les résultats sont tracés sur la FIGURE 69.

48. L'essai de traction donne un module de Young inférieur à celui mesuré par DMA (600 MPa). En DMA, la déformation imposée est de 0,1% ; on est alors probablement encore en élasticité linéaire. Pour l'essai de traction, le module de Young est calculé sur tout le domaine élastique (~ 3%), d'où un module mesuré plus faible.

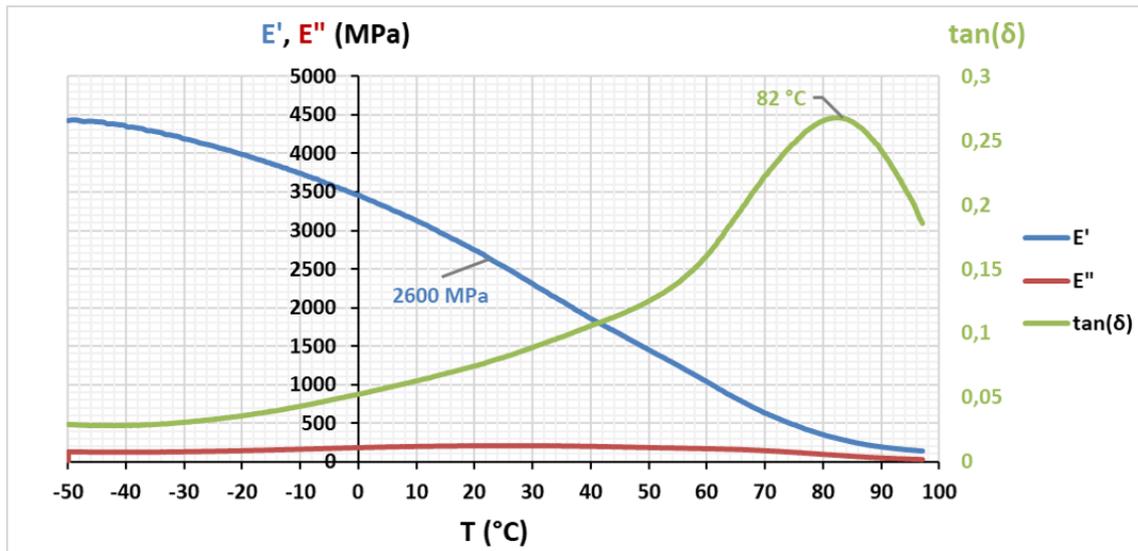


FIGURE 69 – DMA réalisée sur le vernis en polyuréthane. Module de conservation E' (en bleu), module de dissipation E'' (en rouge), déphasage entre les deux $\tan(\delta)$ (en vert).

On mesure une température de transition vitreuse du matériau $T_{g,PU} = 82^{\circ}C$ et un module de conservation à $23^{\circ}C$ $E'_{PU}(23^{\circ}C) = 2600MPa$ (quasiment identique à celui du vernis en polyuréthane de Jiang et al. [70]).

3.2.2.2 Essais de traction

Le vernis PU a également été caractérisé pas essais de traction pour observer son comportement en plus grandes déformations. Trois essais ont été réalisés. Deux sont présentés⁴⁹ sur la FIGURE 70.

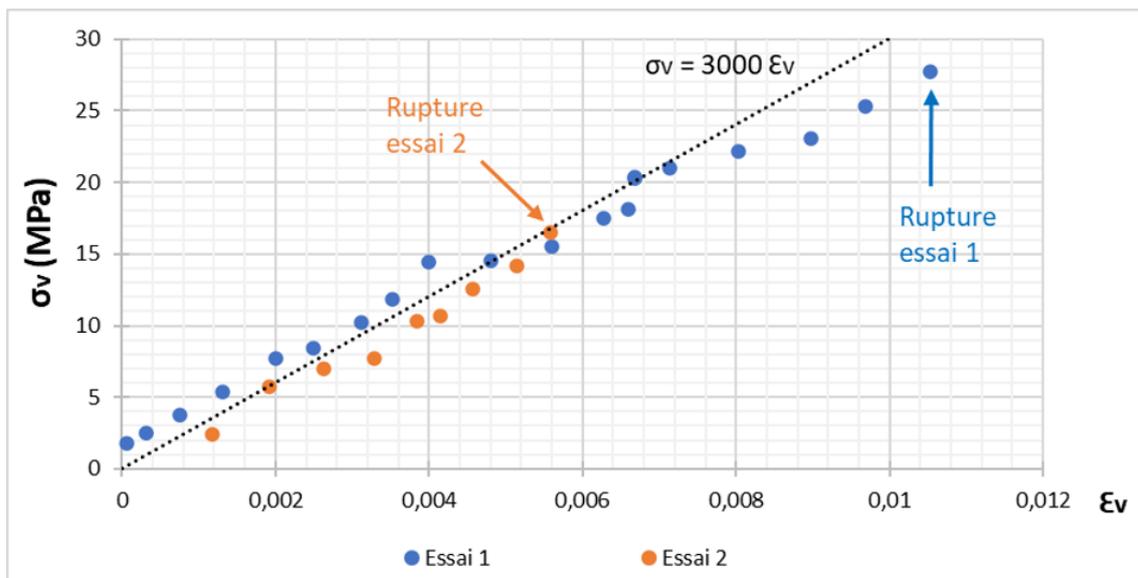


FIGURE 70 – Tests de traction réalisés sur le vernis en PU. On observe un comportement élastique-fragile.

49. Le troisième a rompu trop tôt dans l'essai pour donner une mesure pertinente.

Le comportement est élastique-fragile avec un module de Young $E_{PU} = 3000MPa$. Les tests sur ce film sont délicats : le film étant très fin et fragile, il se forme probablement des micro-fissures pendant la découpe de l'éprouvette. Ces micro-fissures amorcent la rupture à l'échelle macroscopique, d'où une grande incertitude sur ces essais. La contrainte de rupture est très largement sous évaluée pour cette raison. Une évaluation de cette contrainte de rupture est proposée par analyse inverse, à partir de simulations numériques, dans le paragraphe 3.7.6. D'autre part, le matériau a probablement une faible plasticité mais on n'y a pas accès ici car l'énergie nécessaire pour amorcer la rupture à partir des micro-fissures formées lors de la découpe de l'éprouvette est sans doute inférieure à l'énergie nécessaire pour plastifier le matériau.

3.2.3 Relaxation viscoélastique du matériau revêtu

Étant composé de polymères, le matériau est viscoélastique. Afin d'évaluer un temps caractéristique de relaxation, un essai d'indentation est réalisé sur le matériau revêtu. Puis, l'empreinte est suivie par rugosimétrie confocale pour mesurer son retour viscoélastique dans le temps. Il ne s'agit pas ici d'analyser finement les propriétés viscoélastiques du matériau, mais uniquement d'évaluer le temps nécessaire à sa relaxation.

L'essai est réalisé avec un indenteur Vickers. Une charge de 5N est appliquée. Puis, une mesure est faite après 30min⁵⁰, 1h, 1h30, 2h, 3h, 4h, 5h, 6h, 22h, 30h, 46h et 54h. Afin de visualiser qualitativement la relaxation viscoélastique, les profils mesurés après 30 minutes, 6 heures et 54 heures sont tracés sur la FIGURE 71. On voit que la profondeur du sillon décroît bien avec le temps.

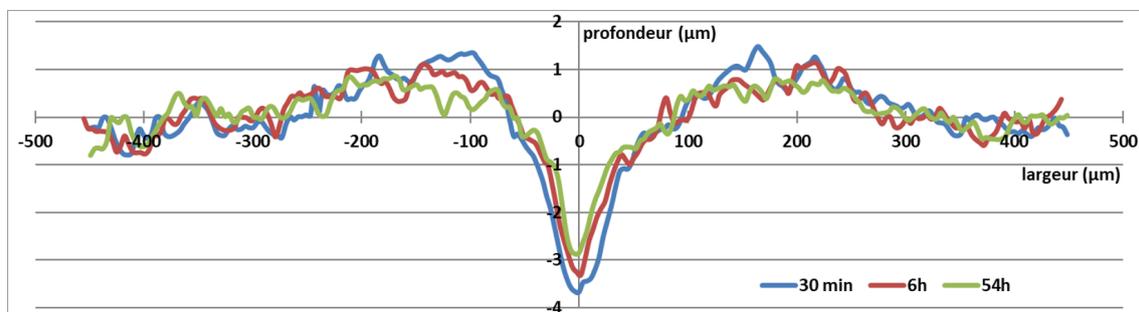


FIGURE 71 – Profils mesurés après 30 minutes, 6 heures et 54 heures.

La FIGURE 72 montre l'évolution de la profondeur de l'empreinte en fonction du temps.

50. Difficile de faire une mesure plus tôt. C'est le temps nécessaire pour transporter l'échantillon de l'indenteur au rugosimètre, de l'installer, et surtout de trouver l'empreinte.

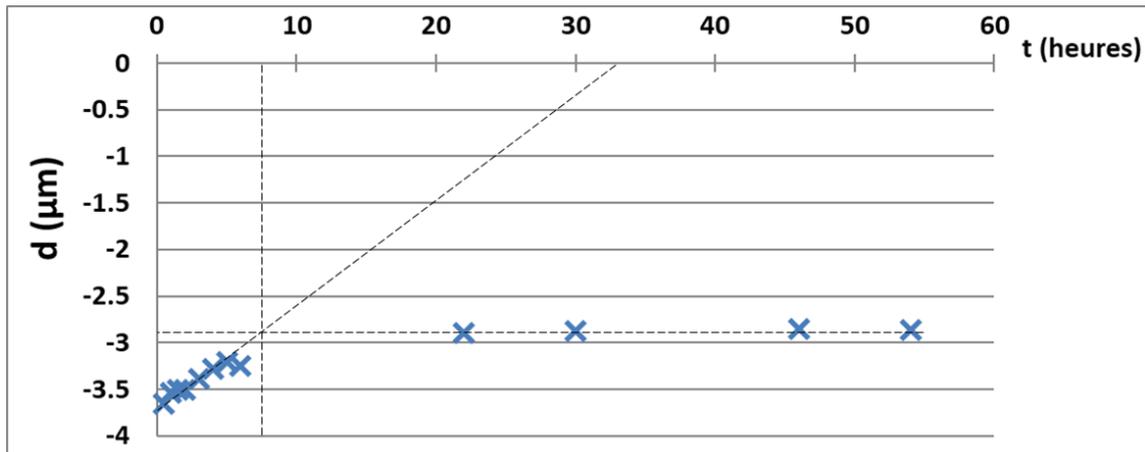


FIGURE 72 – Profondeur de l'empreinte en fonction du temps.

Le temps caractéristique de relaxation est de l'ordre de 8 heures. Toutes les caractérisations présentées dans la suite de ce mémoire (photographies, mesures de rugosité, tomographies etc) ont été réalisées au moins un jour après l'essai. De cette manière, toutes les mesures concernent le sillon résiduel "final", après retour viscoélastique.

3.3 Méthode d'analyse

La méthode d'analyse de la résistance à la rayure proposée repose sur quatre outils :

- La vision in situ : elle permet d'observer les modes de déformations et de ruptures pendant l'essai, comme expliqué dans le paragraphe 3.1.2.3. L'utilisation de cet outil est développée dans la partie 3.4. La vision in situ donne des informations précieuses dans le plan de la surface, mais elle ne permet pas de comprendre ce qui se passe dans la profondeur du matériau : jusqu'à quelle profondeur se propagent les fissures ? Est-ce que les fissures s'arrêtent à l'interface substrat/vernis ou continuent-elles de se propager dans le substrat ? Y-a-t-il une délamination du vernis ?
- La rugosimétrie confocale : afin de mesurer la profondeur résiduelle des sillons et de comprendre la façon dont le vernis modifie la déformation du substrat.
- La tomographie à rayons X : le sillon résiduel est caractérisé par tomographie à rayon X après l'essai, permettant ainsi d'observer les fissures dans la profondeur du matériau et de répondre aux questions évoquées ci-dessus. L'utilisation de la tomographie dans l'analyse de la résistance à la rayure est une nouveauté que l'on propose dans ce travail de thèse. Toutefois, puisque la rayure est caractérisée après l'essai, impossible de dire où, dans la profondeur, ont été amorcées les fissures. Ces caractérisations sont présentées dans la partie 3.6.
- Les simulations numériques par éléments finis : l'objectif est de corrélérer les champs de contraintes dans le matériau, pendant l'essai, à l'apparition des différents types de fissures. Cette approche permet notamment de déterminer où, en profondeur, sont amorcées les différentes fissures, question que ni la vision in situ ni la tomographie ne permettent de trancher. Nous verrons que les simulations numériques permettent également de décrire la géométrie de contact pendant l'essai et d'expliquer pourquoi et comment le vernis protège le substrat. Les résultats des simulations numériques sont présentés dans la partie 3.7.

Comme nous le verrons dans la suite de ce chapitre, la combinaison de ces quatre outils permet de décrire précisément les trois mécanismes de rupture observés sur notre matériau.

3.4 Essai de rayure instrumenté avec vision in situ

3.4.1 Appareil utilisé

Les essais ont été réalisés sur l'appareil instrumenté de l'institut Charles Sadron présenté sur la FIGURE 73. Les essais peuvent être pilotés en force normale (de 0,05N à 35N) et en vitesse de rayure (de 1 à $10^4 \mu\text{m}/\text{s}$). L'échantillon est placé dans une chambre hermétique permettant de contrôler la température (de -50°C à 110°C) et le taux d'humidité. Une particularité importante de cet appareil est la présence d'une caméra couplée à un microscope, qui permet une vision in situ du contact indenteur/matériau pendant l'essai, à condition que le matériau soit suffisamment transparent.

Deux matériaux sont testés : le PVC non revêtu, et le PVC revêtu par $20\mu\text{m}$ du vernis en polyuréthane. Les essais sont réalisés dans les conditions expérimentales suivantes :

- Indenteur sphérico-conique de rayon $100\mu\text{m}$ et de demi angle 30° .
- Force normale : 10 paliers, de 0,2N à 3N.
- Vitesse tangentielle : $V = 30\mu\text{m}/\text{s}$
- Température : $T=23^\circ\text{C}$

Chaque essai est répété trois fois, avec une bonne répétabilité sur le PVC non revêtu comme sur le PVC revêtu.

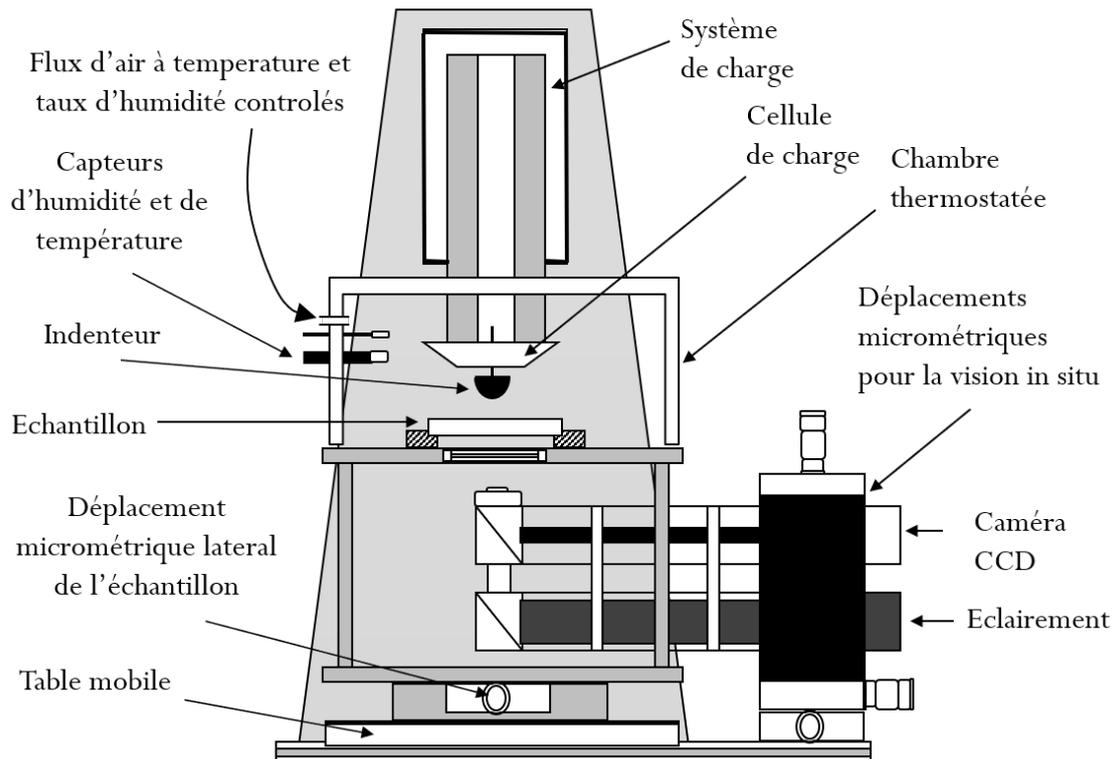
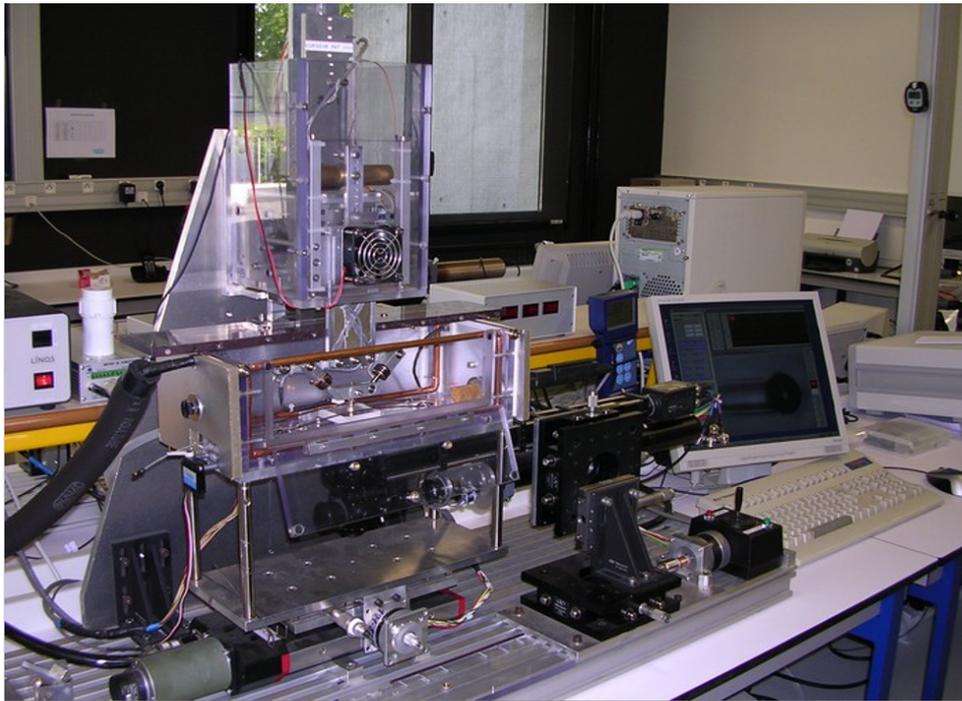


FIGURE 73 – Photographie et schéma de l'appareil de rayure instrumenté de l'institut Charles Sadron.

3.4.2 PVC non revêtu

Une photographie du sillon résiduel d'une rayure, faite sur le PVC non revêtu, est présentée sur la FIGURE 74

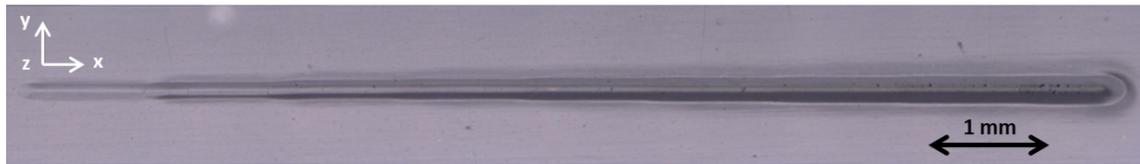


FIGURE 74 – Photographie du sillon résiduel d'une rayure faite sur PVC non revêtu. Indenteur sphérico-conique ($R = 100\mu\text{m}$, demi angle de 30°), F_N de $0,2N$ à $3N$, $V = 30\mu\text{m/s}$, $T=23^\circ\text{C}$. Le sillon est ductile sans fissures.

Le sillon est ductile, sans fissures : le matériau a été déformé élasto-plastiquement durant tout l'essai.

3.4.3 PVC revêtu

Une photographie du sillon résiduel d'une rayure, faite sur le PVC revêtu par $20\mu\text{m}$ de PU est présentée sur la FIGURE 75.

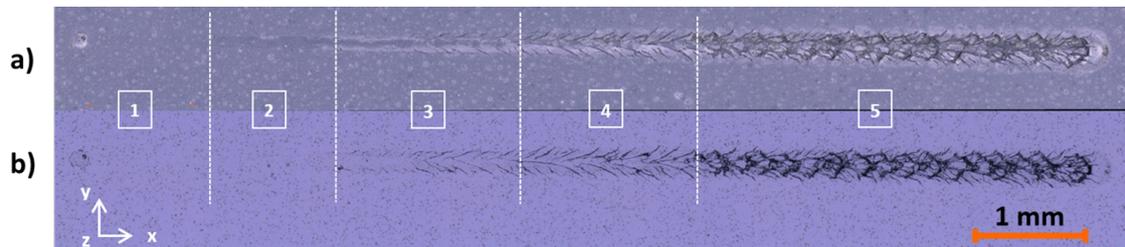


FIGURE 75 – Photographie du sillon résiduel d'une rayure faite sur PVC revêtu par $20\mu\text{m}$ de PU. Échantillon éclairé en réflexion (a) et en transmission (b). L'éclairage en réflexion fait apparaître les pentes locales du sillon tandis que l'éclairage en transmission fait mieux apparaître les fissures. Indenteur sphérico-conique ($R = 100\mu\text{m}$, demi angle de 30°), F_N de $0,2N$ à $3N$, $V = 30\mu\text{m/s}$, $T=23^\circ\text{C}$.

Les photographies prises après l'essai montrent 5 étapes de déformations/ruptures. Toutefois, ces photographies seules ne permettent pas de décrire précisément ce qui s'est passé pendant l'essai. Les réponses se trouvent dans les photographies in situ prises aux 5 étapes, présentées sur la FIGURE 76. La qualité des photographies in situ est moyenne car le vernis est chargé. Ces charges, et la rugosité qu'elles génèrent, diffusent la lumière ce qui diminue la qualité des images. Une version vidéo de la FIGURE 76 se trouve dans le supplementary material de [83]. La vidéo aide à mieux voir l'apparition et la propagation des fissures.

La vision in situ permet de décrire plus précisément ce qui se passe aux 5 étapes :

1. De $F_N = 0N$ à $F_N = 0,5N$: le matériau est déformé élastiquement. La surface de contact est circulaire et il n'y a pas de sillon résiduel.
2. A partir de $F_N = 0,5N$: le substrat est déformé plastiquement et la surface de contact n'est plus circulaire. La recouvrance élastique n'est plus complète à l'arrière de l'indenteur à cause de la déformation plastique, d'où le sillon résiduel.
3. A partir de $F_N = 0,8N$: des fissures apparaissent sur le bord arrière du contact, orientées à $\sim 45^\circ$. La distance entre deux fissures est à peu près constante ($\simeq 1$ fois la taille du contact).

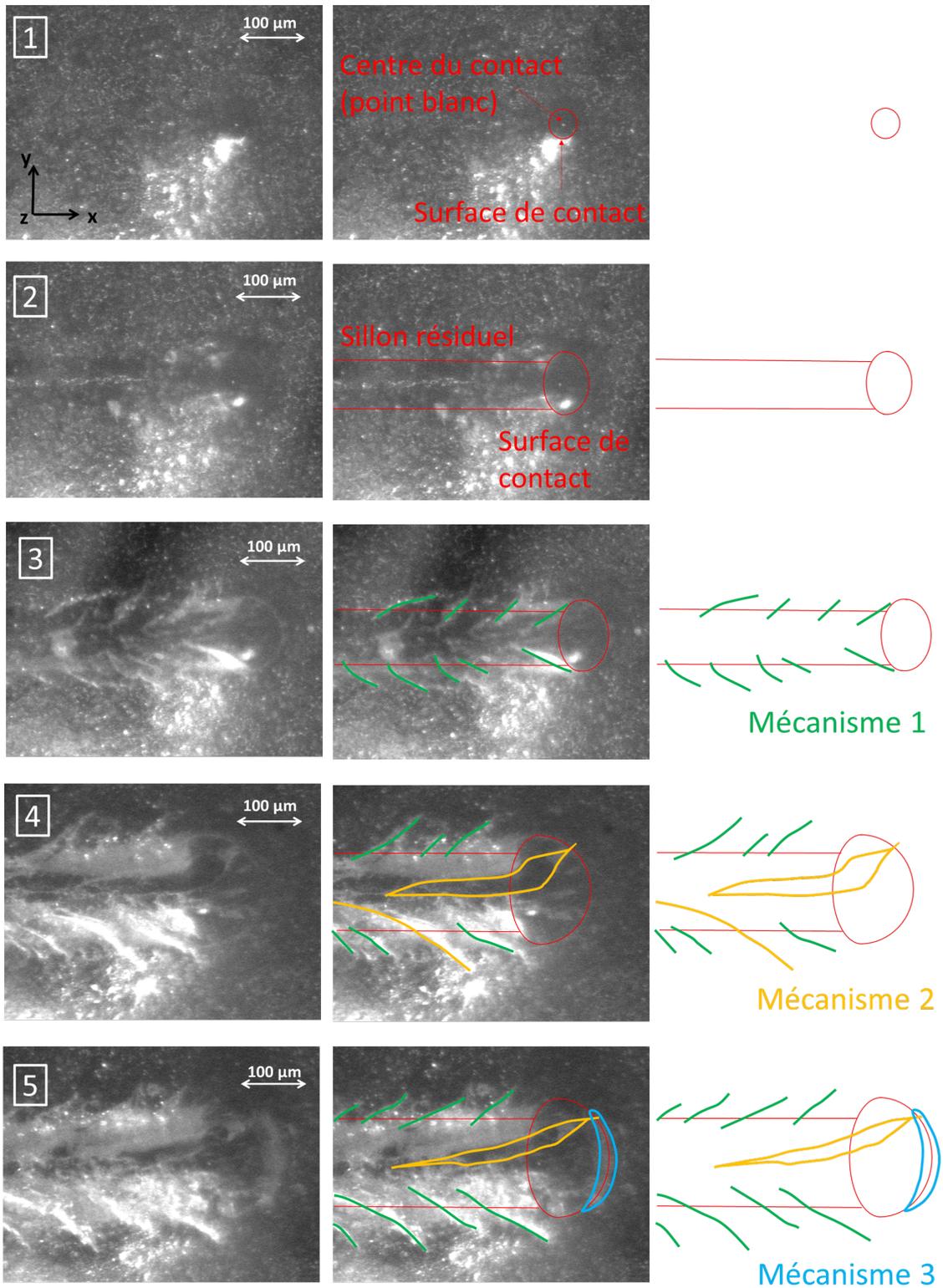


FIGURE 76 – Photographies du contact prises in situ pendant l'essai, aux 5 étapes. Une version vidéo de cette figure se trouve dans le supplementary material de [83].

4. A partir de $F_N = 1,1N$: en plus des fissures à $\sim 45^\circ$, le vernis se déchire sous l'indenteur, parallèlement à la direction de rayure (dans la direction (Ox)) en suivant l'avancement de l'indenteur. Après une propagation de quelques fois la taille du contact, la fissure dévie sur le côté du sillon. La fissure s'ouvre fortement dans le contact et se referme progressivement après son passage, témoignant de la viscoélasticité du matériau. Puis, une nouvelle fissure apparaît sous le contact et dévie généralement sur l'autre côté du sillon. La distance entre deux de ces fissures est de l'ordre de deux fois la taille du contact.
5. A partir de $F_N = 1,7N$: en plus des deux types de ruptures précédemment décrites, une fissure circulaire apparaît sur le bord avant du contact, perpendiculairement à la direction de rayure. Ce mode de rupture est périodique également avec une périodicité d'environ 2 fois la taille du contact.

Les 3 modes de rupture observés ne se succèdent pas mais se superposent, ce qui est particulièrement remarquable : le mécanisme de rupture 1 apparaît à partir de $F_N = 0,8N$ et continue d'exister jusqu'à la fin de l'essai. Le mécanisme de rupture 2 apparaît à partir de $F_N = 1,1N$ et continue d'exister jusqu'à la fin de l'essai. Le mécanisme de rupture 3 apparaît à partir de $F_N = 1,7N$ et continue d'exister jusqu'à la fin de l'essai.

Tout se passe comme si les 3 mécanismes étaient indépendants les uns des autres, et que les charges et relaxations de contraintes qu'ils génèrent ne s'influençaient pas mutuellement. Pour le montrer rigoureusement, il faudrait faire des simulations numériques en modélisant les ruptures et étudier les modifications du champ de contraintes qu'elles impliquent. C'est un problème très complexe : il n'existe pas dans la littérature de simulation numérique d'essai de rayure où la rupture est prise en compte.

3.5 Profondeur des sillons résiduels

La profondeur résiduelle des sillons a été mesurée par le rugosimètre confocal décrit dans le paragraphe 2.2.2, avec un pas de mesure de $5\mu m$ dans les directions -x et -y. L'objectif est de comparer la profondeur résiduelle du sillon sur PVC non revêtu et sur PVC revêtu. Les résultats des mesures sont présentés sur la FIGURE 77.

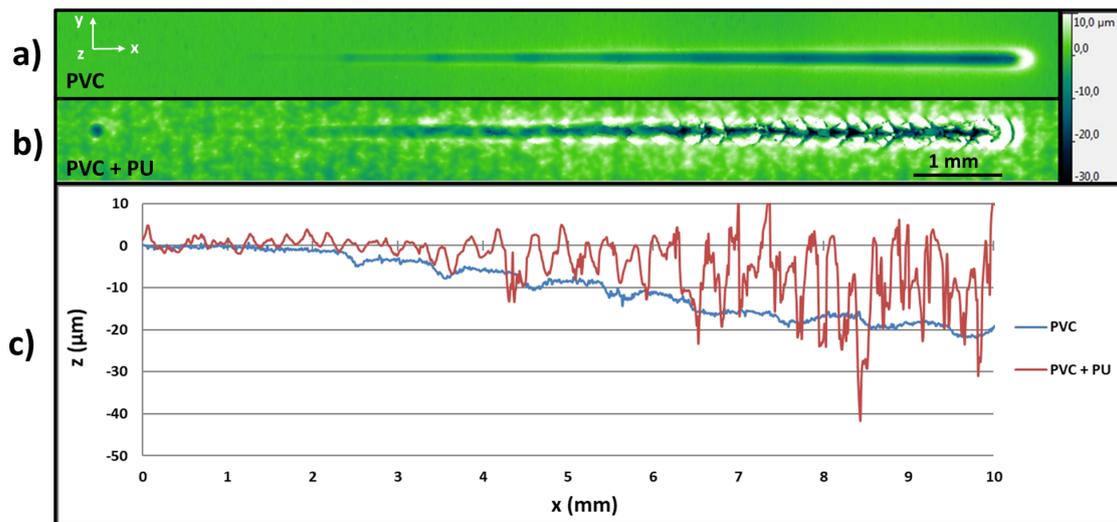


FIGURE 77 – Mesure du sillon résiduel par rugosimétrie confocale sur PVC non revêtu (a) et sur PVC revêtu (b). Comparaison des profils au fond du sillon dans le plan (xz) (c).

Pour x allant de 0 mm à 1 mm, il n'y a quasiment aucune influence du vernis sur la réponse mécanique du matériau : sur PVC revêtu comme non revêtu, il n'y a pas de sillon résiduel ce qui signifie que le matériau s'est déformé élastiquement. L'échantillon revêtu est plus rugueux à cause des charges présentes dans le vernis.

Pour x allant de 1mm à 6mm, le sillon résiduel est plus profond pour le PVC non revêtu que pour le PVC revêtu. Cela signifie que la déformation plastique du substrat est plus importante sans vernis. La question est de savoir si c'est parce que le vernis "retient" l'indentateur et l'empêche de s'enfoncer autant que sur PVC non revêtu, ou si la profondeur pendant l'essai est la même mais que le vernis permet une relaxation élastique plus importante. A ce stade, il n'est pas possible de répondre. Une analyse, à partir de simulations numériques, est proposée dans le paragraphe 3.7.4.

Pour x allant de 6mm à 10mm, la profondeur résiduelle est toujours plus faible, en moyenne, sur le PVC revêtu, mais le profil est très rugueux le long du sillon à cause des ruptures du vernis qui se sont produites à ces niveaux de charge.

3.6 Caractérisation tridimensionnelle des fissures par tomographie RX

3.6.1 Principe

La tomographie RX est une technique d'imagerie non-destructive permettant de caractériser la structure interne d'un objet sans avoir à l'ouvrir, le découper etc. Le principe, schématisé sur la FIGURE 78, est le suivant : des rayons X sont envoyés sur un objet (ou un matériau) et on mesure l'intensité transmise pour chaque position. On obtient alors un coefficient d'absorption de l'objet pour chaque position. On répète l'opération N fois, en irradiant l'échantillon sous N angles différents, et on obtient alors N profils d'absorption à partir desquels un algorithme permet de reconstruire la structure interne réelle du matériau.

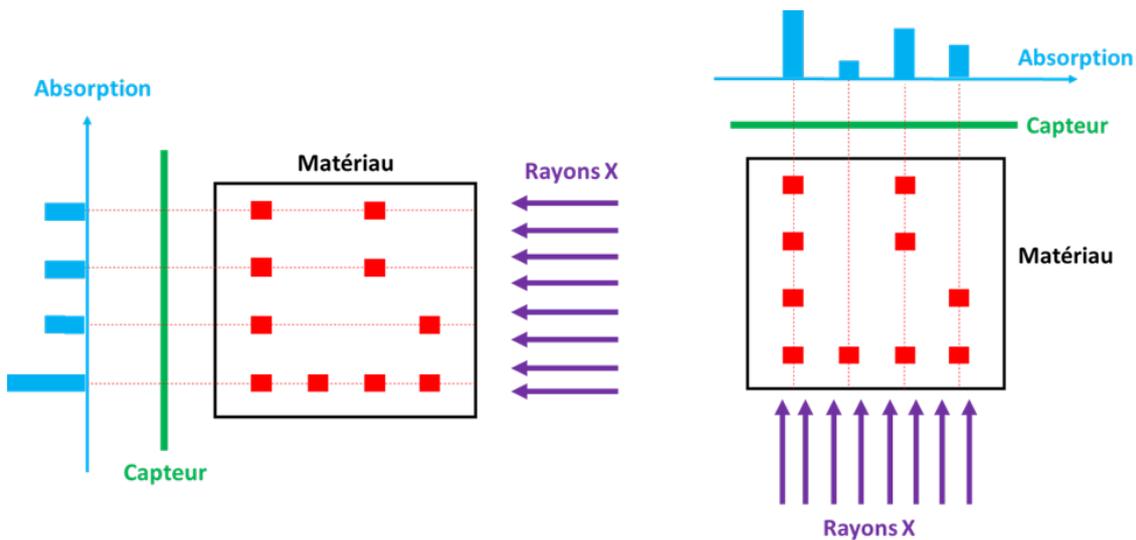


FIGURE 78 – Schéma illustrant le principe de fonctionnement de la tomographie. Les carrés rouges peuvent correspondre par exemple à des charges dispersées dans un matériau composite. On voit que le profil d'absorption (ce qu'on mesure expérimentalement) change suivant l'angle d'éclairage.

Outre son intérêt pratique évident, la tomographie est également intéressante sur le plan mathématique. En effet, l'algorithme reconstruit la structure réelle à partir de N projections de celle-ci. Comment peut-on avoir la certitude qu'il n'existe qu'une seule structure qui satisfasse à ces N projections ? Dit plus rigoureusement : si $f(x,y,z)$ décrit la structure du matériau⁵¹, à partir de combien de projections de f y-a-t-il unicité de f ? Johann Radon montre que, pour qu'il y ait unicité, il faut avoir accès à toutes les projections (donc une infinité) et développe une transformée permettant de reconstruire la fonction f à partir de toutes ses projections [84]. En pratique, il est impossible de mesurer une infinité de projections et les méthodes utilisées par les algorithmes de reconstruction sont des méthodes approchées de la transformée de Radon. Il n'est pas question ici de détailler la démonstration du théorème de Radon ou encore les algorithmes de reconstruction, mais uniquement d'évoquer la complexité mathématique sur laquelle repose la caractérisation par tomographie.

La tomographie RX est très utilisée pour étudier la structure interne de matériaux. Par exemple pour caractériser la structure de mousses en polymères [85], l'orientation de fibres dans un matériau composite [86] ou encore les fissures qui apparaissent lors d'un essai de fatigue sur un alliage Al-Li [87].

Dans notre cas, nous aurions pu découper le matériau et observer les fissures directement au microscope. Le risque de cette méthode est de créer de nouvelles fissures lors de la découpe et de les interpréter comme étant des fissures consécutives à l'essai de rayure. C'est pour cette raison que nous avons choisi de caractériser le matériau par tomographie RX.

51. f peut par exemple correspondre au coefficient d'absorption de chaque voxel d'arête d , où d est la résolution de l'appareil.

3.6.2 Appareil utilisé

La caractérisation des rayures a été réalisée sur un tomographe RX solution, modèle Easytom 150-160, dont une photographie est présentée sur la FIGURE 79. Le générateur de rayons X est un tube ouvert Hamatsu Microfocus avec un filament et une cible en tungstène. Le détecteur est une matrice plane ("flat panel") Varian PaxScan 2520DX 1920x1536 pixels (taille du pixel = $127\mu m \times 127\mu m$) - 16 bits.



FIGURE 79 – Photographie du tomographe de l'institut Charles Sadron.

3.6.3 Résultats

Une première tomographie est réalisée sur la partie 5 de la FIGURE 75 sur laquelle les 3 modes de rupture sont présents. Les conditions expérimentales de la caractérisation sont les suivantes : Résolution = $1,2\mu m$, distance source - échantillon = $3,29mm$ distance source - capteur = $347mm$, Energie des rayons X = $80kV$, intensité du faisceau = $65\mu A$. 1984 projections ont été faites sur 360° . Moyennage : 15 images par position. Le capteur a une cadence de 2 images par secondes. La mesure complète dure 4h30min. La méthode de reconstruction utilisée est la "filtered back projection".

Les résultats sont présentés sur la FIGURE 80. Les coupes dans les plans (xy) (FIGURE 80.b) montrent qu'il n'y a pas de délamination entre les deux couches, bien qu'il est évident que des déformations importantes ont eu lieu. On voit que les fissures se sont propagées jusque dans le PVC. Les fissures ne se propagent jamais à l'interface. On le voit notamment sur la coupe vi : il reste du PVC sur le morceau de PU presque arraché ce qui montre que la fissure s'est bien propagée dans le PVC mais pas à l'interface. Cela légitime l'hypothèse d'adhésion idéale que nous ferons dans le modèle numérique (cf paragraphe 3.7.1).

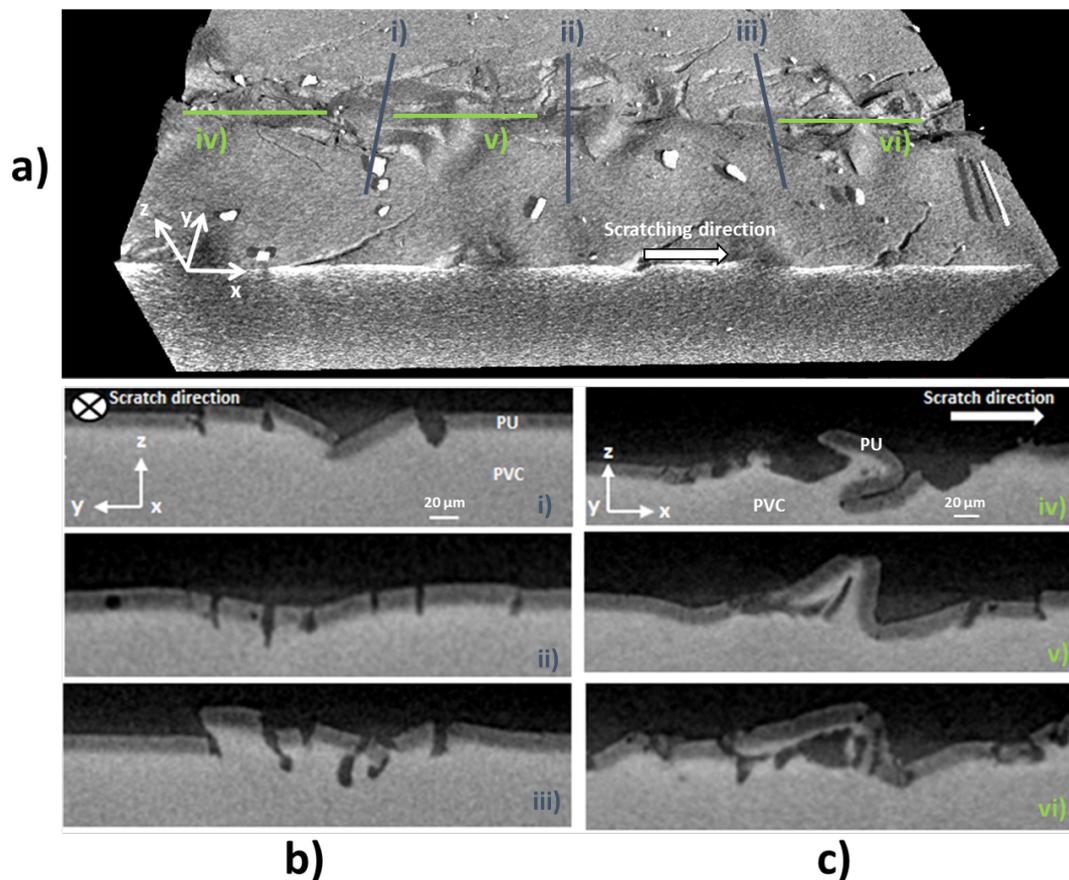


FIGURE 80 – Tomographie réalisée sur la partie 5 de la rayure de la FIGURE 75. Représentation 3D (a), 3 coupes transversales dans des plans (yz) (b) et dans des plans (xz) (c). Les traits i) à vi) montrent les positions des coupes transversales.

Une seconde tomographie est réalisée, cette fois sur la rayure entière, de manière à distinguer les différentes étapes et analyser séparément les différents modes de rupture. Cette seconde tomographie a été faite dans les conditions expérimentales suivantes : résolution = $1,4\mu m$, énergie des rayons X = 80kV, 11550 projections faites sur 8 rotations en mode hélicoïdal (avec un déplacement vertical de l'échantillon), moyennage : 10 images par position. Le capteur a une cadence de 3 images par seconde. La mesure complète dure 10,7 heures. La méthode de reconstruction utilisée est la "filtered back projection".

Les résultats présentés sur la FIGURE 81 montrent des coupes transversales dans des plans (xy) pour différentes profondeurs. On voit que le mécanisme 1 ne concerne que le vernis (on ne voit plus de fissures à une profondeur supérieure à l'épaisseur du vernis). Les fissures du mécanisme 2 traversent le vernis et endommagent le substrat également : on en observe jusqu'à une profondeur de $\sim 35\mu m$. Enfin, le mécanisme 3 concerne également le vernis et le substrat puisqu'on observe ces fissures jusqu'à une profondeur de $\sim 40\mu m$. La FIGURE 82 montre des coupes dans des plans (xz) et (xy) de la tomographie réalisée sur toute la rayure. On voit que les différents mécanismes se sont progressivement superposés les uns aux autres suivant l'étape de l'essai.

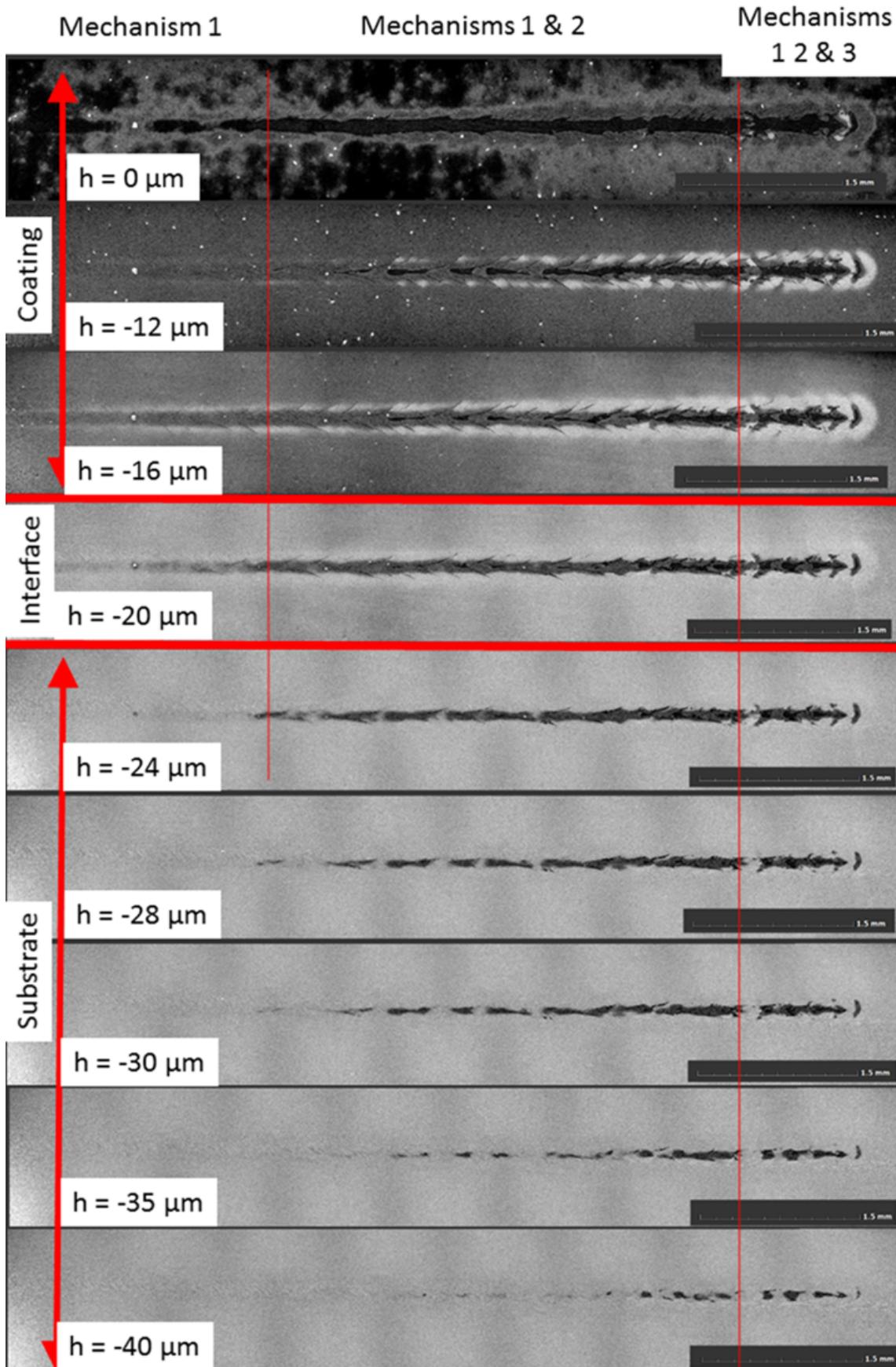


FIGURE 81 – Tomographie RX réalisée sur la rayure entière : coupes dans des plans (xy) à différentes profondeurs.

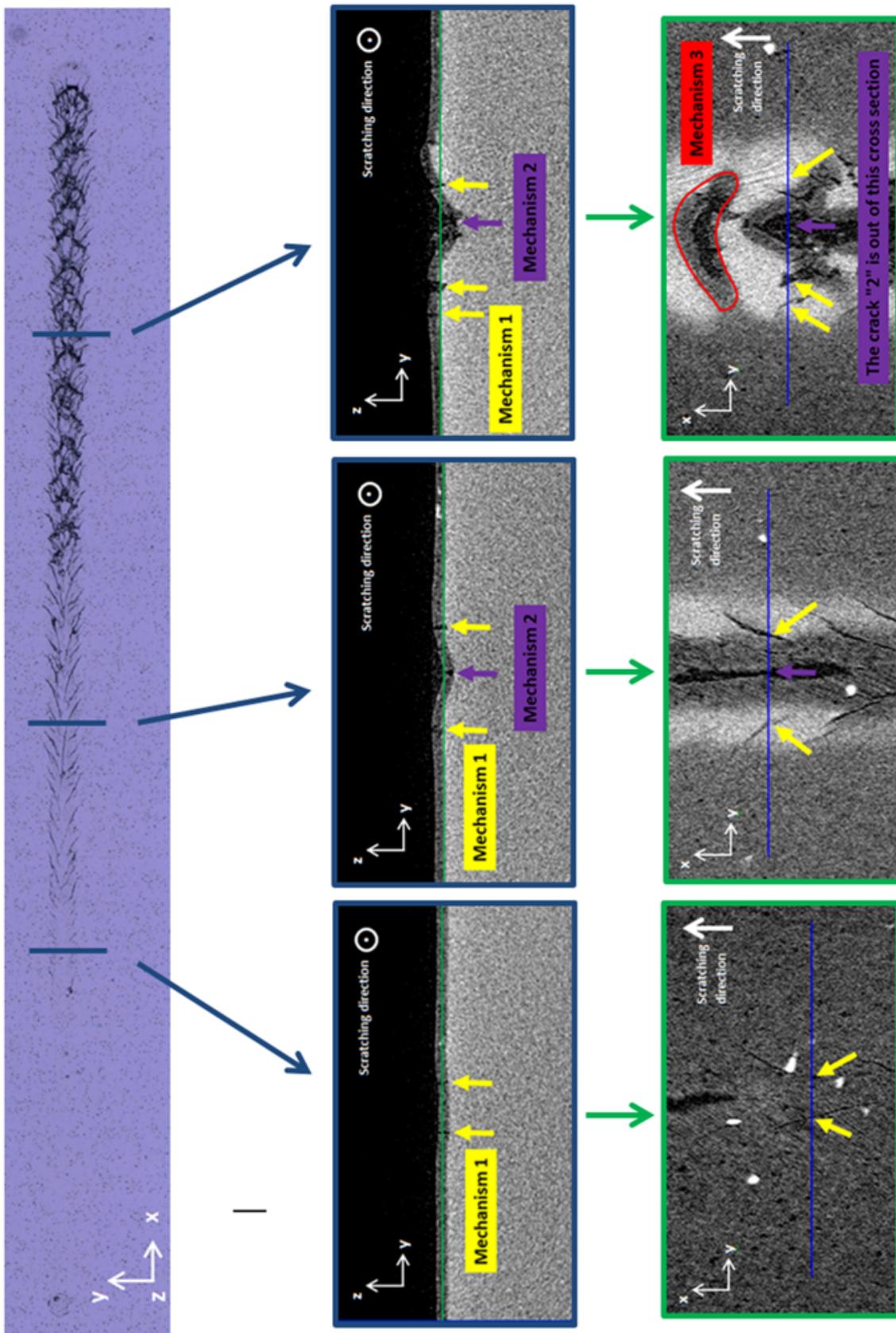


FIGURE 82 – Coupes dans différents plans (yz) et (xy) de la tomographie de la FIGURE 81.

3.7 Simulations numériques de l'essai de rayure

La vision in situ montre où sont amorcées les fissures et comment elles se propagent dans le plan de la surface. Or, elle ne permet pas de dire où, dans la profondeur du matériau, elles sont amorcées. La tomographie RX ne permet pas non plus de répondre à cette question puisque la caractérisation n'est pas faite in situ, mais après l'essai. C'est pour cette raison qu'a été développé le modèle numérique de l'essai de rayure : de cette manière, nous pouvons corréliser les champs de contraintes calculés aux modes d'endommagement observés expérimentalement, et avoir une meilleure compréhension des conditions mécaniques menant aux 3 mécanismes observés. Nous verrons également que l'étude de la géométrie du contact, à partir de ces simulations numériques, permet d'expliquer la façon dont le vernis améliore la résistance à la rayure du matériau.

3.7.1 Présentation du modèle

Le modèle numérique a été développé sur le code éléments finis commercial (quasi-statique, intégration implicite) Forge NxT (version 3.0). L'avantage de ce logiciel, par rapport à Abaqus par exemple, est l'outil de remaillage qu'il propose permettant de faire des calculs en grandes déformations sans distordre le maillage. Comme le montre la FIGURE 83, l'indenteur est modélisé par une sphère⁵² analytique rigide de rayon $R = 100\mu m$. Le matériau est défini par un parallélépipède ($2mm \times 620\mu m \times 500\mu m$). Ce parallélépipède est défini comme un "multi-matériau" : plutôt que de définir un objet pour le substrat, un autre objet pour le vernis, puis de définir des propriétés d'adhésion entre les deux, seul un domaine est défini avec un maillage unique. Sur cet objet "multi-matériau", deux zones sont définies à l'instant initial : une première en dessous du plan $z = 600\mu m$ et une seconde au dessus de ce plan. La loi de comportement associée à chaque élément dépend de sa position par rapport à ce plan : la loi de comportement du PVC pour les éléments en-dessous du plan et la loi de comportement du PU pour ceux au-dessus. Comme le montre la FIGURE 83 (sur le zoom encadré en orange), aucun élément ne traverse ce plan. Le logiciel fait en sorte que les noeuds qui se trouvent sur cette interface ne bougent pas pendant les remaillages, de manière à ce que l'interface et la position relative des éléments par rapport à cette interface restent parfaitement définis pendant tout le calcul. Bien sur, la position de cette interface évolue pendant le calcul. Le logiciel attribue la bonne rhéologie à chaque élément en prenant en compte le mouvement de l'interface. Cette approche "multi-matériau" permet de réduire le coût de calcul car il n'y a pas de contact à gérer entre les deux matériaux. Il y a tout de même une limite à cette approche : il n'est pas possible de modéliser la délamination dans le cas d'un matériau à faible adhérence. Dans notre cas, ce n'est pas un problème car, comme on l'a montré par la tomographie dans le paragraphe 3.6.3, l'adhérence entre le PVC et le PU est forte, et on n'observe pas de délamination du vernis.

52. Dans l'expérience, l'indenteur est sphéro-conique. Sauf à la toute fin de l'essai, la partie conique n'est pas en contact avec le matériau, et c'est bien la partie sphérique qui gouverne l'essai. Il n'est donc pas nécessaire ici de modéliser un indenteur sphéro-conique.

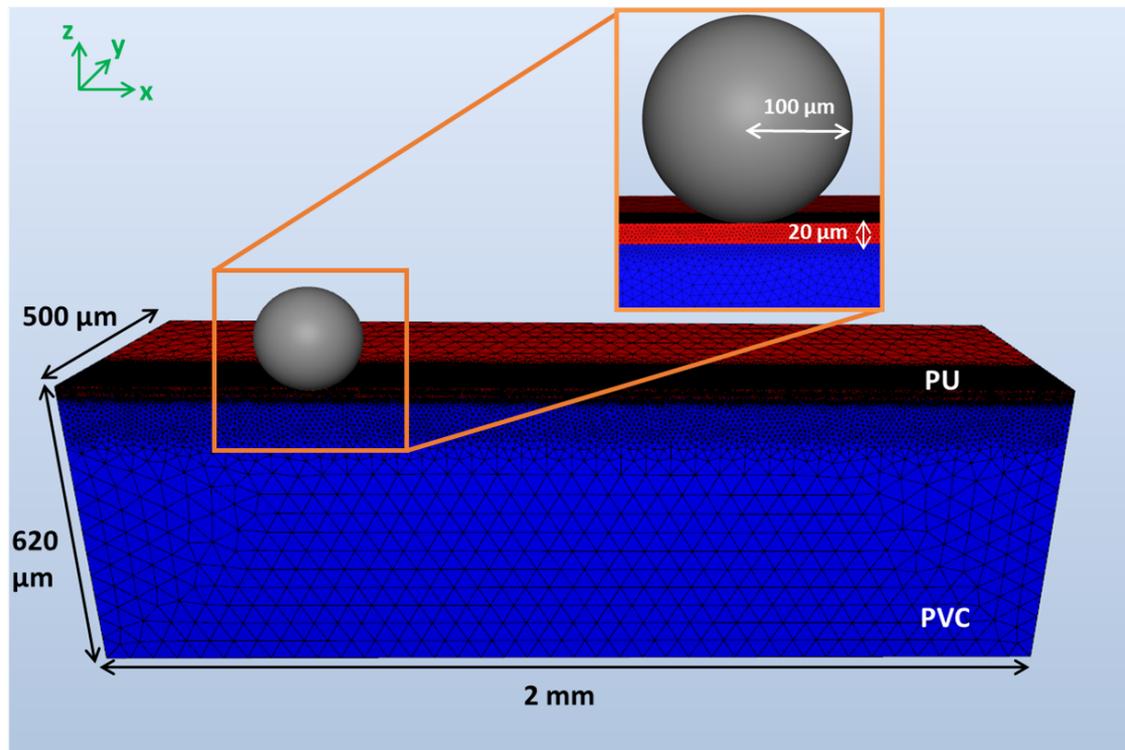


FIGURE 83 – Modèle numérique de l'essai de rayure.

Le plan $y = 0$ est défini comme un plan de symétrie. Les plans $x = 0$, $x = 2\text{mm}$ et $y = 500\mu\text{m}$ sont également définis comme des plans de symétrie afin d'empêcher leur déplacement perpendiculaire. Les contraintes calculées au voisinage de ces plans de symétrie sont négligeables devant celles calculées au voisinage de l'indenteur : le domaine est suffisamment grand pour éviter les effets de bords (cf paragraphe 3.7.2).

Le logiciel utilise des éléments tétraédriques à 4 noeuds permettant un remaillage avec une formulation stabilisée $P1^+ - P1$. La formulation numérique du logiciel Forge NxT est détaillée par Fourment et al. dans [88]. Le remaillage est imposé dans tout le domaine tous les 10 incréments de temps (incrément de temps $\simeq 3,8 \cdot 10^{-3}\text{s}$), pour un temps total de l'essai de 1 seconde⁵³).

Loin de l'indenteur, le maillage est grossier ($50\mu\text{m}$). Juste en dessous de l'interface, dans le PVC, le maillage est plus fin ($10\mu\text{m}$) sur une largeur de $150\mu\text{m}$ suivant l'axe Oy. Dans le PU, le maillage est très fin ($3\mu\text{m}$) sur une largeur de $150\mu\text{m}$ suivant l'axe Oy.

Le PU est modélisé par une loi de comportement élastique linéaire isotrope avec $E_{PU} = 3\text{GPa}$ (FIGURE 70) et $\nu_{PU} = 0,4$. Le PVC est modélisé par une loi élasto-plastique avec $E_{PVC} = 450\text{MPa}$ (FIGURE 68) et $\nu_{PVC} = 0,3$ (les coefficients de Poisson des deux matériaux sont pris dans la littérature). Le durcissement de la partie plastique est donnée par la loi de puissance suivante :

$$\sigma = A(\varepsilon + \varepsilon_0)^m \quad (50)$$

53. Le temps total de l'essai, et donc la vitesse de déplacement de l'indenteur, n'ont aucune importance ici car les propriétés viscoélastiques et viscoplastiques du PVC et du PU ne sont pas prises en compte : leurs propriétés mécaniques sont indépendantes du temps.

Avec $A=24$ MPa, $m=1,8$ et $\varepsilon_0 = 0,68$.

Une comparaison entre ces lois de comportement et un essai de traction pour chaque matériau est présentée sur la FIGURE 84.

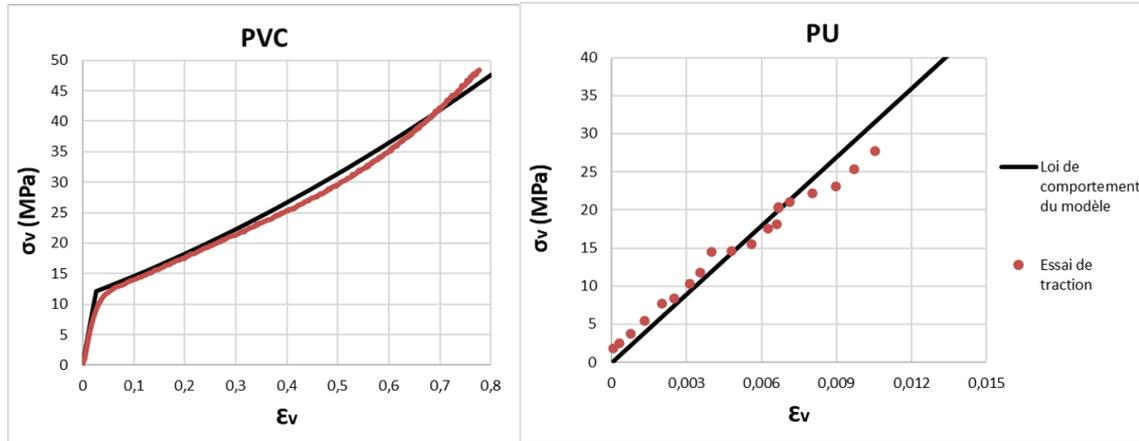


FIGURE 84 – Comparaison entre un essai de traction réalisé sur chaque matériau et sa loi de comportement associée utilisée dans le modèle.

Le frottement est modélisé par la loi de Coulomb, avec $\mu = 0,35$. C'est la valeur du coefficient de frottement apparent mesuré expérimentalement au début de l'essai (cf la courbe de la FIGURE 85 qui montre la valeur du frottement apparent mesuré expérimentalement pendant l'essai en fonction de la force normale). A faible chargement, lorsque la déformation est élastique, le frottement mesuré ($\mu_{apparent} = F_T/F_N$) est uniquement dû au "vrai" frottement ($\mu_{apparent} = F_{T,local}/F_N = \mu_{local}$) i.e. aux interactions physico-chimiques entre l'indenteur et le matériau. A fort chargement, un bourrelet se forme à l'avant l'indenteur. Le frottement mesuré est alors dû à la somme du "vrai" frottement et de la force nécessaire pour déplacer le bourrelet ($\mu_{apparent} = (F_{T,local} + F_{T,bourrelet})/F_N$) [79] (cf les schémas de la FIGURE 85). On prend donc dans le modèle la valeur mesurée à faible chargement qui correspond au "vrai" frottement.

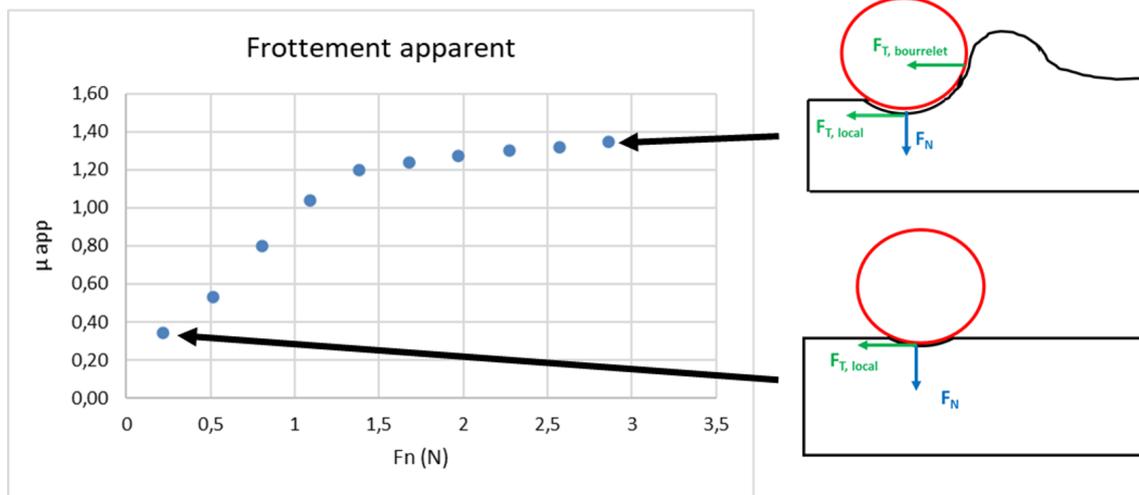


FIGURE 85 – Coefficient de frottement apparent mesuré expérimentalement pendant l’essai en fonction de la force normale appliquée à l’indenteur. A faible chargement, seul le frottement local contribue au frottement. A fort chargement, une composante d’obstacle due à la formation du bourrelet vient s’ajouter.

Les ruptures du matériau ne sont pas modélisées. Cela constitue une limite majeure du modèle. En effet nous avons vu que différents mécanismes de fissures apparaissent simultanément dans l’expérience. On peut alors penser que les relaxations de contraintes consécutives à chaque fissure vont modifier le champ de contrainte et donc influencer les fissurations des autres modes. Nous avons fait le choix de ne pas modéliser les fissurations : il s’agit d’un problème très complexe et il n’existe, à notre connaissance, pas de travaux dans la littérature dans lesquels la rayure est simulée en prenant en compte la formation et la propagation de fissures. C’est un problème qu’il faudra garder à l’esprit lorsqu’on comparera les résultats numériques aux résultats expérimentaux.

Dans les paragraphes suivants, l’essai sera piloté soit avec une force normale, soit avec un déplacement vertical imposé à l’indenteur suivant ce qu’on cherche à montrer ; ce sera précisé à chaque fois. Le mouvement tangentiel est quant à lui appliqué en déplaçant le matériau sur une longueur de 1mm suivant la direction Ox. Il a été vérifié systématiquement que le régime stationnaire a été atteint (cf paragraphe 3.7.2).

Le temps de calcul varie de 1 à 10 heures selon les niveaux de déformations.

3.7.2 Taille du domaine : effets de bords, régime stationnaire

Avant de se lancer dans l’analyse de l’essai par simulations numériques, commençons par vérifier que le domaine considéré est suffisamment grand pour éviter les effets de bords et que le régime stationnaire est atteint dans le calcul. En effet, le matériau réel sur lequel est fait l’essai expérimental fait plusieurs centimètres de largeur. Comparé au contact indenteur/matériau, de l’ordre de la centaine de micromètres, le milieu peut être considéré comme semi-infini. Dans le modèle numérique, il est nécessaire de réduire le domaine pour que le temps de calcul soit raisonnable.

Une simulation numérique est réalisée en imposant un déplacement de l’indenteur selon l’axe (Oz) de 50 micromètres. Une carte des contraintes de von Mises sur l’extrême surface

(plan (xy)) du matériau est présentée sur la FIGURE 86

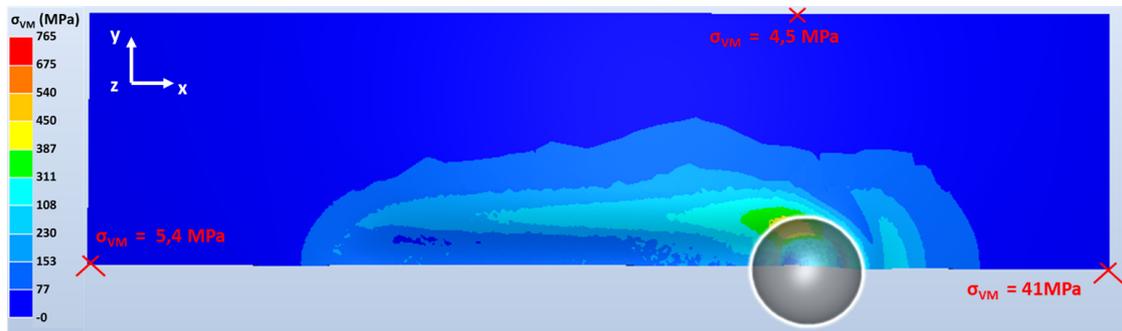


FIGURE 86 – Carte des contraintes de von Mises (vue du dessus). Le domaine est suffisamment grand pour que les effets de bords soient négligeables.

On voit que les contraintes sur les bords (5,4 MPa ; 4,5 MPa et 41 MPa) sont bien plus petites que la contrainte maximale qui se situe au voisinage de l'indenteur (765 MPa). Une analyse similaire a été faite pour les contraintes principales, menant aux mêmes conclusions. Le domaine est alors suffisamment grand pour éviter les effets de bords, et donc modéliser correctement l'essai expérimental pour lequel le milieu est "semi-infini".

Une carte des déformations plastiques équivalentes dans le plan de symétrie $y=0$, issue du même calcul, est présentée sur la FIGURE 87.

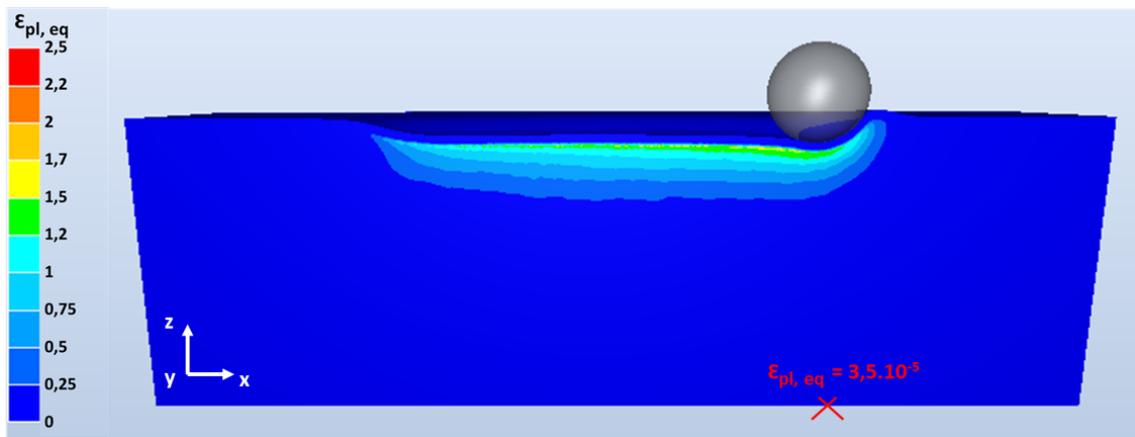


FIGURE 87 – Carte des déformations plastiques équivalentes dans le PVC (vue de face, dans le plan de symétrie (xz)). Le matériau est suffisamment épais pour être considéré comme un milieu semi-infini.

La déformation plastique équivalente sur le bord inférieur du matériau ($3,5 \cdot 10^{-5}$) est très largement négligeable devant celle au voisinage de l'indenteur (2,5). Il a également été vérifié que cette conclusion est vraie pour la contrainte σ_{zz} (dans le PVC, $\sigma_{zz} = 90 \text{ MPa}$ au voisinage de l'indenteur alors que $\sigma_{zz} = 2 \text{ MPa}$ sur le bord inférieur du matériau). Si ce n'était pas le cas, cela signifierait que l'essai de rayure réalisé sur les deux couches superficielles du matériau hétérogène ("couche d'usure" en PVC et vernis en polyuréthane) n'est pas représentatif de ce qu'il se passe sur le matériau complet (avec toutes les couches de la FIGURE 2). On peut donc dire qu'à cette échelle de rayure, seules les deux couches superficielles sont sollicitées mécaniquement, indépendamment des matériaux et de la structure

du dessous.

Enfin, toujours à partir du même calcul, on trace la force normale F_N , la force tangentielle F_T , et le coefficient de frottement apparent $\mu_{app} = F_T/F_N$ en fonction du déplacement de l'indenteur selon l'axe (Ox). On obtient les courbes de la FIGURE 88.

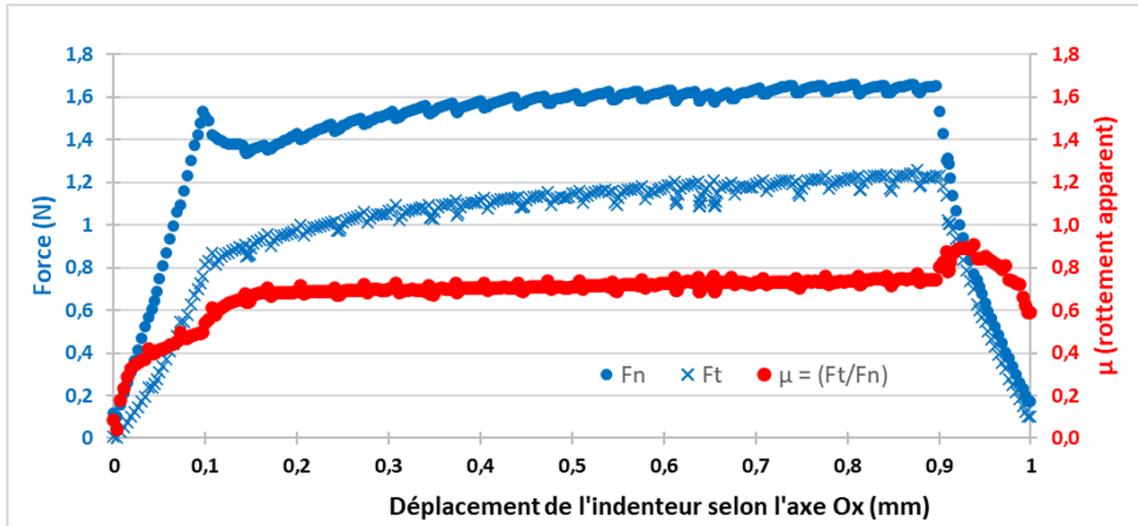


FIGURE 88 – Force normale (points bleus), force tangentielle (croix bleues) et coefficient de frottement apparent (points rouges). Calcul réalisé avec un déplacement vertical imposé de $50\mu\text{m}$.

On voit que le régime stationnaire est bien atteint à la fin de l'essai ce qui signifie que le déplacement horizontal de l'indenteur de 1 mm dans le modèle est suffisant ⁵⁴.

3.7.3 Validation du modèle

Une première simulation numérique est réalisée sur PVC revêtu en imposant à l'indenteur une force normale $F_N = 0,5N$. Une seconde est faite sur PVC non revêtu (le domaine n'est alors plus défini comme un "multi-matériau" : la loi de comportement du PVC est utilisée dans tout le domaine), en imposant $F_N = 0,5N$. L'objectif est de comparer les rayons de contact calculés à ceux mesurés pendant l'expérience grâce à la vision in situ dans les mêmes conditions, pour s'assurer que le modèle donne des résultats cohérents. Les résultats sont présentés sur la FIGURE 89.

54. Dans l'essai expérimental, l'indenteur se déplace également de 1mm pour chaque palier de force.

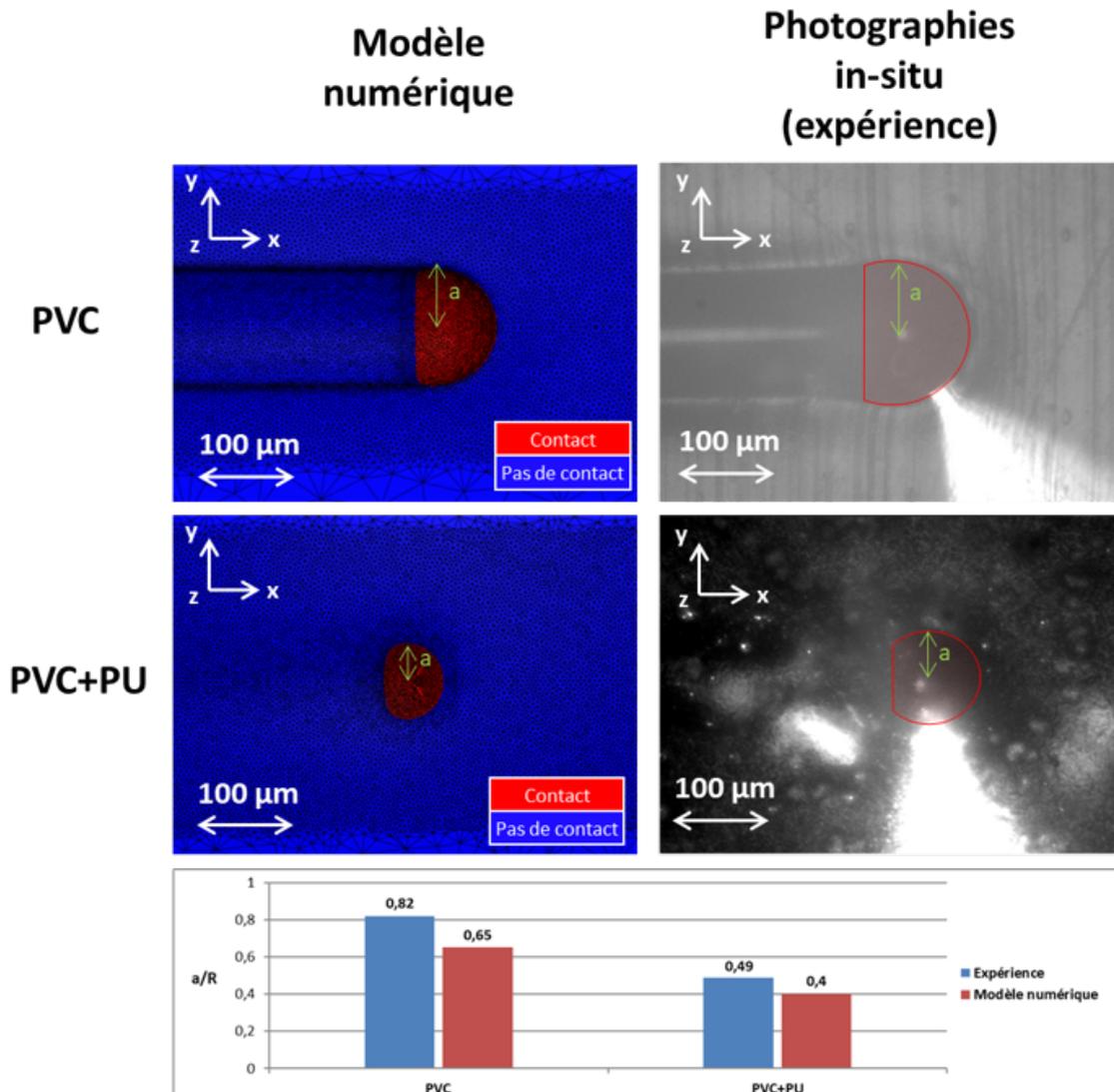


FIGURE 89 – Comparaison du rayon de contact pour le modèle numérique (à gauche) et l'expérience (à droite), sur PVC non revêtu (en haut) et PVC revêtu (au milieu), pour une force normale imposée à l'indenteur de 0,5N.

- PVC non revêtu : $a/R=0,82$ dans l'expérience et $a/R=0,65$ dans le modèle. L'ordre de grandeur est cohérent, bien que le PVC semble un peu plus rigide dans le modèle. On observe un large sillon ductile derrière l'indenteur qui est également présent dans l'expérience. L'expérience montre une recouvrance viscoélastique non négligeable (sillon résiduel plus faible que le rayon de contact), qu'on ne retrouve pas dans le modèle puisque la viscoélasticité n'est pas prise en compte dans la loi de comportement. Cela peut expliquer la différence entre les rayons de contact mesurés et ceux extraits du calcul.
- PVC revêtu : $a/R=0,49$ dans le modèle et $a/R=0,4$ dans l'expérience. A nouveau, l'ordre de grandeur est cohérent, bien que le matériau semble un peu plus rigide dans le modèle. De plus, le sillon ductile est beaucoup moins important sur le matériau revêtu, dans la modèle comme dans l'expérience.

3.7.4 Influence du vernis sur la déformation du matériau

Pourquoi le sillon résiduel est-il moins profond sur le matériau revêtu que sur le matériau non revêtu à faible chargement(cf FIGURE 77)? Nous allons répondre à cette question grâce aux simulations numériques.

Reprenons les calculs du paragraphe précédent. Ils ont été faits pour une force normale de 0,5N qui mène, expérimentalement, à un sillon ductile sur PVC non revêtu, et quasiment pas de sillon résiduel sur PVC revêtu. A partir de ces deux calculs, on peut tracer la puissance dissipée par les déformations plastiques, en fonction du déplacement de l'indenteur :

$$P_{pl} = \int_V \overline{\sigma_{eq}} \cdot \dot{\overline{\varepsilon}}_{pl} \quad (51)$$

où P_{pl} est la puissance dissipée par les déformations plastiques, $\overline{\sigma_{eq}}$ est la contrainte équivalente et $\dot{\overline{\varepsilon}}_{pl}$ est la vitesse de déformation plastique équivalente. Les courbes sont tracées sur la FIGURE 90.

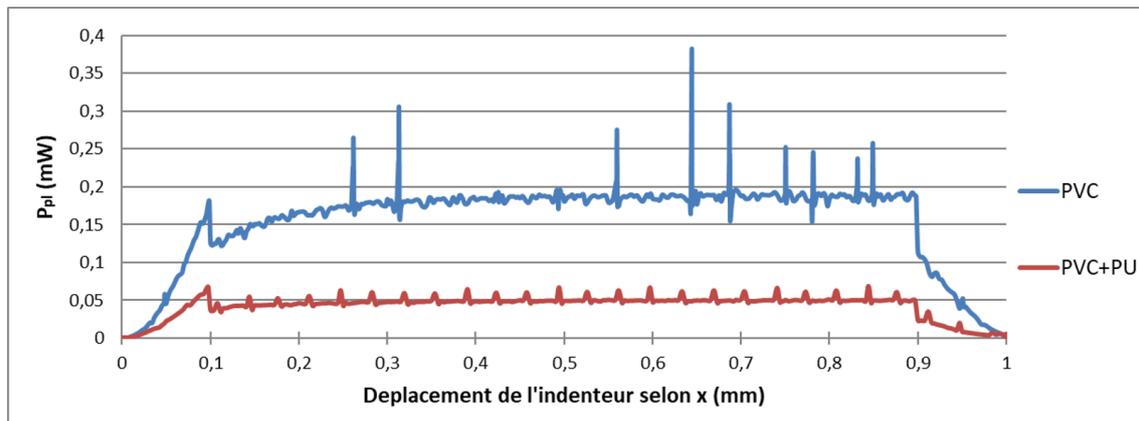


FIGURE 90 – Puissance de dissipation par déformation plastique en fonction de l'avancement de l'indenteur sur PVC revêtu et non revêtu. Les pics sont des artefacts numériques qui correspondent au transport des champs mécaniques après chaque remaillage.

Dans le régime stationnaire, le PVC non-revêtu dissipe plastiquement 0,2mW tandis que le PVC revêtu dissipe 0,05mW. Autrement dit, le PVC revêtu plastifie largement moins que le PVC non revêtu pendant l'essai pour une même force normale imposée à l'indenteur.

Pour comprendre cela, intéressons-nous à la géométrie du contact. La FIGURE 91 montre une coupe transversale des sillons pendant le contact et après le passage de l'indenteur sur le PVC revêtu et non revêtu.

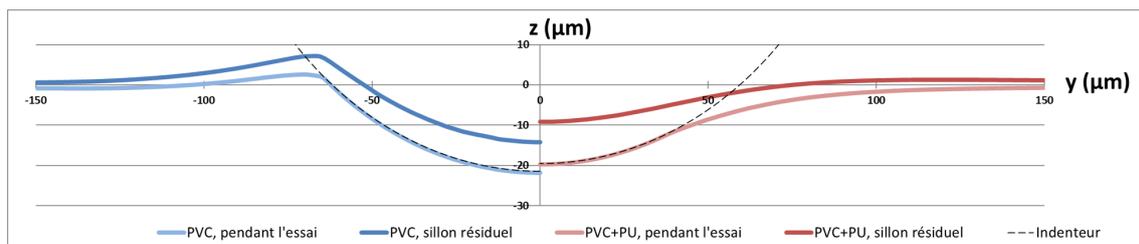


FIGURE 91 – Coupes transversales des sillons pendant le contact et après le retour élastique pour le PVC non revêtu (en bleu, à gauche) et revêtu (en rouge, à droite). $F_N = 0,5N$.

- PVC non revêtu : la profondeur de pénétration de l'indenteur est de $22\mu m$. Pendant le contact, le matériau épouse la forme de l'indenteur. De plus, on observe un bourrelet sur le bord du contact. Par conséquent l'angle d'attaque de l'indenteur sur le PVC est grand et le rayon de contact entre l'indenteur et le matériau est élevé ($a/R=0,65$). La profondeur résiduelle du sillon vaut $14\mu m$, soit un retour élastique de 36% dans le fond du sillon.
- PVC revêtu : la profondeur de pénétration de l'indenteur dans le matériau vaut $20\mu m$. Pendant le contact, il y a une forte déflexion du matériau sous l'indenteur. L'angle d'attaque est alors inférieur à celui sur PVC non revêtu et le rayon de contact est inférieur également ($a/R=0,4$). La profondeur résiduelle du sillon vaut $9\mu m$, soit un retour élastique de 55% dans le fond du sillon, largement plus que sur le PVC non revêtu.

On comprend alors le mode d'action du vernis : puisque la profondeur de pénétration de l'indenteur pendant l'essai est quasiment la même sur PVC revêtu et non revêtu, le rôle du vernis n'est pas d'empêcher l'enfoncement de l'indenteur. Compte tenu du rapport entre le diamètre de contact et l'épaisseur du vernis ($\sim 100\mu m/20\mu m$), le champ de contrainte se propage largement dans le PVC et c'est donc la souplesse du PVC qui fixe la profondeur sous charge. En revanche, c'est la géométrie du contact pendant l'essai qui est différente. Le vernis permet d'adoucir la géométrie de la surface indentée et donc de distribuer les déformations sur une distance plus grande (perpendiculairement à la direction de rayure). Ainsi, les déformations sont inférieures, localement, à ce qu'elles auraient été sans vernis, permettant un retour élastique plus important. En fait tout se passe comme si c'était le vernis, dont la courbure sous la charge est moins grande que celle de l'indenteur, qui rayait le substrat.

3.7.5 Analyse des mécanismes de fissuration

Comme nous l'avons vu dans la partie 3.4, à des chargements plus élevés, 3 mécanismes de rupture apparaissent. L'objet de ce paragraphe est de corréler les champs de contraintes calculés aux modes de fissuration observés. Deux calculs sont réalisés sur PVC revêtu : un premier en imposant un déplacement vertical de l'indenteur $d = 40\mu m$ (qui mène à une force normale en régime stationnaire de 1,14N) et un second en imposant un déplacement vertical de l'indenteur $d = 50\mu m$ (qui mène à une force normale en régime stationnaire de 1,66N). Les champs de la première contrainte principale sont présentés sur la FIGURE 92 pour les deux calculs. Les cartes sont présentées dans le plan de symétrie $y=0$, à l'interface PVC/PU côté PU, et à l'extrême surface du PU.

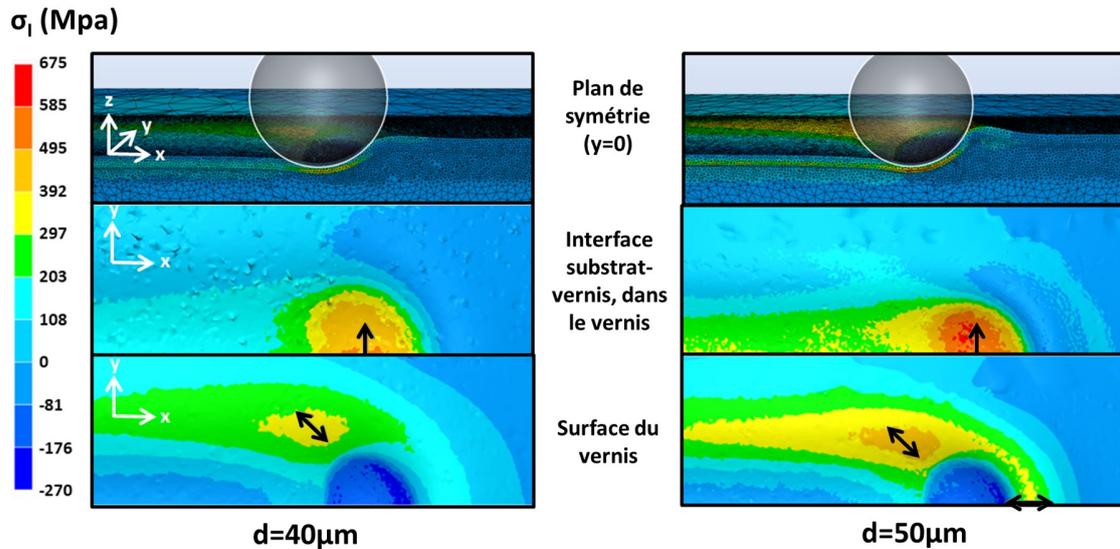


FIGURE 92 – Champ de la première contrainte principale calculée pour un déplacement vertical de l'indenteur $d = 40\mu\text{m}$ (à gauche) et $d = 50\mu\text{m}$ (à droite). Les flèches noires montrent la direction de σ_I (première direction principale du tenseur des contraintes) dans les zones qui nous intéressent.

- $d = 40\mu\text{m}$: on observe des concentrations de contraintes à deux endroits différents. Premièrement, à l'extrême surface du PU, sur le bord arrière du contact, orientée à $\sim 45^\circ$ par rapport à l'axe x (plan (xy)). Deuxièmement, sous l'indenteur, proche de l'interface PVC/PU. Ces contraintes-là sont orientées suivant la direction (Oy) .
- $d = 50\mu\text{m}$: on retrouve les deux premières concentrations observées pour $d = 40\mu\text{m}$, orientées dans les mêmes directions. La différence principale est la formation d'un bourrelet à l'avant de l'indenteur. Au sommet de ce bourrelet, le vernis est sollicité en flexion et on y observe alors une 3ème concentration de contraintes orientée dans la direction (Ox) .

On peut alors proposer l'analyse suivante en s'appuyant sur les simulations numériques :

- Les contraintes orientées à 45° à l'arrière de l'indenteur, à l'extrême surface du PU, amorcent le premier mode de fissure observé expérimentalement (cf FIGURE 76.3). La fissure se propage ensuite verticalement dans le vernis jusqu'à l'interface où leur propagation s'arrête, comme le montre la tomographie (FIGURE 82).
- Les contraintes situées sous l'indenteur, à l'interface, amorcent le second mode de fissure observé expérimentalement (cf FIGURE 76.4). Sous la charge de l'indenteur, le PVC souple se déforme facilement. La couche mince de PU, qui adhère au PVC, est obligée de suivre sa déformation. Le vernis est alors sollicité en flexion et rompt à l'interface, où les contraintes de traction sont maximales. Cette déchirure se propage ensuite vers le haut jusqu'à l'extrême surface, comme le montre la tomographie (FIGURE 82). Dans des conditions plus sévères, la fissure se propage également vers le bas, dans le PVC (FIGURE 80.b).
- Pour des forces normales plus importantes, un bourrelet se forme à l'avant de l'indenteur. A cause de ce bourrelet, le vernis est sollicité en flexion, d'où l'apparition de contraintes importantes au sommet du bourrelet. Ces contraintes amorcent le

3ème mécanisme observé expérimentalement (cf FIGURE 76.5). Puis, les fissures se propagent verticalement vers le bas, traversent l'interface et continuent de se propager dans le PVC sur une vingtaine de micromètres, comme le montre là encore la tomographie (cf FIGURE 81).

3.7.6 Evaluation de la contrainte de rupture du vernis

Comme détaillé dans le paragraphe 3.2.2.2, la mesure de la contrainte de rupture du PU par essais de traction est délicate à cause de la fragilité du vernis, et des micro-fissures qu'on crée probablement lors de la découpe de l'éprouvette. Dans ce paragraphe nous proposons d'évaluer cette contrainte de rupture par analyse inverse simplifiée, à partir de simulations numériques. Six simulations numériques sont faites, en imposant à l'indenteur un déplacement vertical de $10\mu m$, $20\mu m$, $30\mu m$, $40\mu m$, $50\mu m$ et $60\mu m$. Pour chaque calcul, on relève les valeurs des contraintes aux 3 endroits qui nous intéressent : derrière l'indenteur à l'extrême surface, sous l'indenteur à l'interface (dans le PU) et à l'avant de l'indenteur. Les valeurs de ces contraintes sont tracées sur la FIGURE 93 en fonction de la force normale calculée en régime stationnaire⁵⁵.

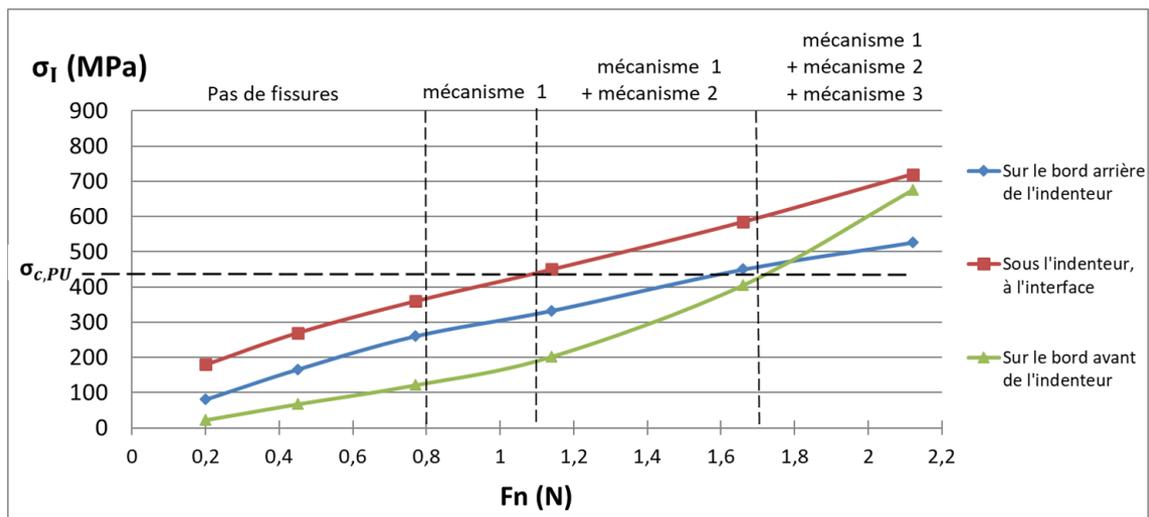


FIGURE 93 – Première contrainte principale aux trois endroits qui nous intéressent en fonction de la force normale.

Pour $F_N = 0,8N$ (la force normale à laquelle apparaît le premier mécanisme de fissuration), la contrainte à l'arrière de l'indenteur vaut $\sigma_I = 260MPa$. Pour $F_N = 1,1N$ (la force normale à laquelle apparaît le second mécanisme de fissure), $\sigma_I = 450MPa$. Pour $F_N = 1,7N$ (la force normale à laquelle apparaît le troisième mécanisme de fissure), $\sigma_I = 450MPa$.

55. Dans le calcul, on impose un déplacement pour deux raisons : premièrement, le temps de calcul est largement inférieur lorsqu'on impose un déplacement à celui nécessaire lorsqu'on impose une force normale (car l'imposition d'une force normale demande un algorithme itératif de correction de l'enfoncement). Deuxièmement, le calcul a plus de difficulté à tendre vers un état stationnaire lorsqu'on impose une force normale. On trace ensuite les résultats en fonction de la force normale atteinte en régime stationnaire pour pouvoir les relier à l'expérience (l'appareil ne permet pas de mesurer la profondeur de pénétration de l'indenteur pendant l'essai).

On peut donc évaluer les contraintes de rupture du PU à $\sigma_{rupture,PU} = 450MPa$ soit plus de dix fois la valeur trouvée par essais de traction (cf FIGURE 70). Concernant le mécanisme 1 pour lequel la contrainte de rupture établie par analyse inverse est inférieure, trois possibilités :

- Le mécanisme 1 n'est pas un mode d'ouverture I pur. Dans ce cas, la première contrainte principale n'est pas le critère pertinent pour prédire l'apparition des fissures. S'il s'agit d'un mode d'ouverture II par exemple, il faut considérer la contrainte en cisaillement.
- La valeur du coefficient de friction est sous-évaluée. En effet, les contraintes à l'arrière de l'indenteur dépendent du frottement. Si le frottement utilisé dans le modèle est trop faible, les contraintes à l'arrière de l'indenteur sont sous-évaluées.
- Dans le modèle développé ici, la loi de comportement du PU est élastique. Or, comme nous le verrons dans la chapitre 4 via des essais de rayure réalisés à plus petite échelle, le PU présente une certaine plasticité. La non prise en compte du caractère élasto-plastique du vernis peut expliquer cette différence entre l'expérience et le modèle⁵⁶.

3.8 Conclusions

Dans ce chapitre, une méthode d'analyse de la résistance à la rayure est proposée. La méthode repose sur quatre outils :

- La vision in situ qui permet d'observer le contact indenteur/matériau pendant l'essai. Elle permet notamment d'observer in situ la formation et la propagation des fissures dans le plan de la surface.
- La rugosimétrie confocale qui montre la profondeur résiduelle des rayures. On peut ainsi analyser l'influence du vernis par comparaison à une rayure faite sur le substrat non revêtu.
- La tomographie RX grâce à laquelle on peut étudier la rayure résiduelle et en particulier les fissures qui se sont formées pendant l'essai.
- Les simulations numériques par éléments finis qui permettent d'étudier localement les grandeurs mécaniques qui mènent aux différents phénomènes observés expérimentalement.

Concernant les essais réalisés sur notre matériau ($600\mu m$ de PVC souple revêtu par $20\mu m$ de PU rigide) avec un indenteur de $100\mu m$, on observe 5 modes de déformation et de rupture, dans l'ordre croissant des forces normales auxquelles ils sont observés :

1. Déformation élastique : le matériau se déforme élastiquement et il n'y a pas de sillon résiduel.
2. Déformation élasto-plastique : on observe un sillon résiduel après l'essai. Nous avons montré que le vernis permet de diminuer la déformation plastique du substrat. Le vernis mince ne réduit pas la profondeur de pénétration de l'indenteur dans le matériau mais il modifie la géométrie du contact indenteur/matériau. Il adoucit la géométrie

56. Chronologiquement, l'analyse proposée dans ce chapitre 3 a été réalisée 1 an avant les caractérisations plus fines faites dans le chapitre 4. Pour les raisons évoquées dans le paragraphe 3.2.2.2, les essais de traction ne permettaient pas d'avoir accès à la plasticité du PU. C'est pour cette raison qu'une loi élastique est utilisée ici, bien qu'on sache maintenant qu'il aurait été plus pertinent d'utiliser une loi élasto-plastique.

de la surface indentée et, de cette manière, distribue les déformations sur une zone plus grande. Les déformations sont alors inférieures localement et la plastification est moindre, d'où un retour élastique plus important et un sillon résiduel moins profond que sur PVC non revêtu.

3. Fissuration du vernis à l'arrière de l'indenteur orientée à 45° : ces fissures sont les premières à apparaître. Elles sont dues au frottement qui induit des forces de traction à l'arrière de l'indenteur. Ces fissures naissent à l'extrême surface du matériau et se propagent vers le bas jusqu'à l'interface, sans la traverser.
4. Déchirure du vernis sous l'indenteur : le PVC souple se déforme facilement sous la charge de l'indenteur. Le vernis rigide-fragile qui y adhère suit cette déformation et est alors sollicité en flexion perpendiculairement à la direction de rayure. A partir d'une certaine charge, cette flexion fait rompre le vernis à l'interface, là où les contraintes de traction sont maximales. Ces fissures se propagent ensuite vers le haut (vers l'extrême surface) et vers le bas (dans le PVC).
5. Fissuration du vernis à l'avant de l'indenteur : à fort chargement, un bourrelet se forme à l'avant de l'indenteur. Au sommet de ce bourrelet, le vernis est sollicité en flexion parallèlement à la direction de rayure. Il apparaît alors une fissure perpendiculaire à la direction de rayure qui se propage jusque dans le PVC.

Chaque mécanisme de fissuration est périodique : une fissure se forme, impliquant une relaxation de contrainte. Puis, le matériau "recharge" jusqu'à réatteindre la contrainte de rupture et une nouvelle fissure se forme. Les simulations numériques ne permettent pas de modéliser cette périodicité car les fissurations ne sont pas modélisées. Cela revient à se placer dans un cas où la fissure précédente est suffisamment loin pour que le matériau ait déjà "rechargé".

Une caractéristique particulière de ces 3 modes de rupture est qu'ils ne se succèdent pas mais se superposent : le premier mécanisme apparaît, puis le second s'y ajoute et enfin le 3ème s'ajoute aux deux premiers. Tout se passe comme si les différents mécanismes ne s'influençaient pas les uns les autres.

La méthode développée permet donc une très bonne compréhension des phénomènes observés expérimentalement. Toutefois, une seule échelle a été testée dans ce chapitre : l'essai a été réalisé avec un indenteur de $100\mu m$ avec des forces normales allant de 0,2N à 3N. Qu'en est-il aux autres échelles ? Le comportement du matériau est-il différent suivant l'échelle à laquelle il est sollicité ? Observe-t-on les mêmes modes de rupture ? Ces questions font l'objet de l'étude proposée dans le chapitre 4.

Chapitre 4

Effet de l'échelle de sollicitation sur la réponse du matériau à la rayure

4.1 Objectif

Le chapitre 3 a traité des essais de rayure réalisés à une seule échelle, avec un indenteur de rayon $R = 100\mu\text{m}$. Or, comme discuté dans le chapitre d'introduction, les revêtements de sol peuvent être rayés à différentes échelles. Pour illustrer cela, des revêtements usés en conditions réelles pendant 6 mois dans un restaurant (FIGURE 94.a) et pendant 1 an dans un bureau (FIGURE 94.b) ont été récupérés et caractérisés par rugosimétrie confocale.

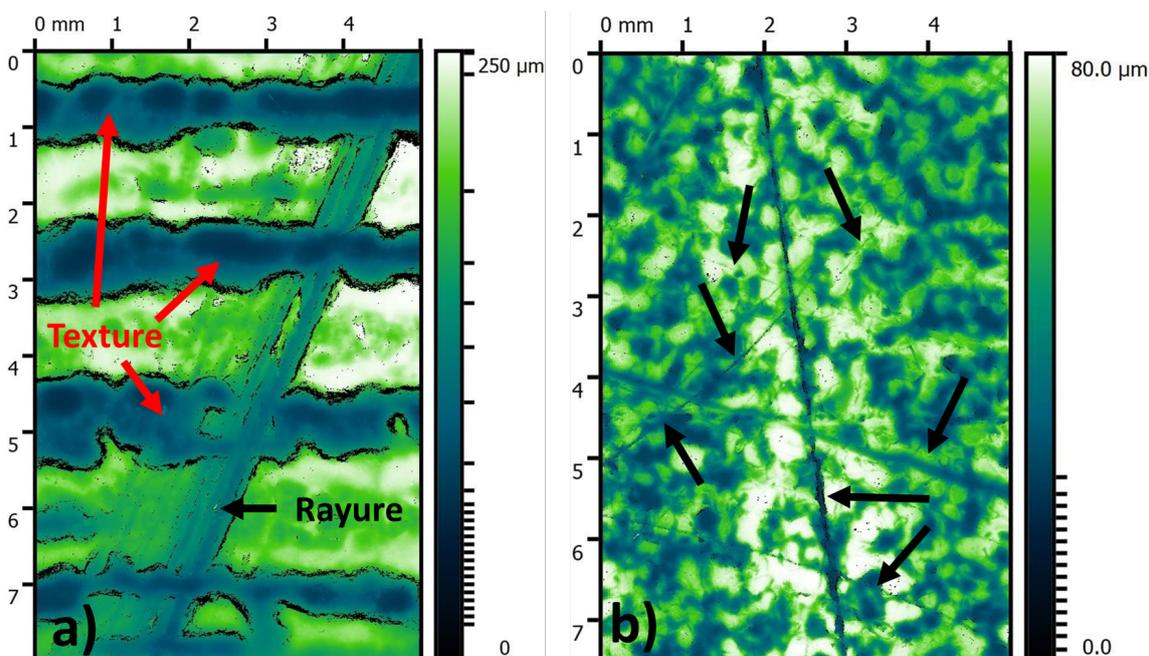


FIGURE 94 – Rugosité d'échantillons usés en conditions réelles. Revêtement posé pendant 6 mois dans un restaurant (a) et pendant 1 an dans un bureau (b). Les flèches noires montrent les rayures. Les sillons parallèles sur l'image (a) correspondent à la texture (imitation bois) du revêtement.

On voit que des rayures se sont formées à toutes les échelles. La FIGURE 94.a montre une grosse rayure de l'ordre du millimètre. La FIGURE 94.b en revanche, montre des rayures plus fines, inférieures à $100\mu\text{m}$, et même inférieures à $10\mu\text{m}$ pour certaines.

Partant de ces observations, on comprend qu'on ne peut pas se limiter à une seule échelle pour étudier la résistance à la rayure des revêtements de sol en usage. Pour cette raison, nous proposons dans ce chapitre d'étudier l'influence de l'échelle de sollicitation sur la réponse mécanique du matériau. Pour ce faire, des essais de rayure ont été réalisés avec des indenteurs de rayon $R = 2,1\mu\text{m}$ et $R = 22\mu\text{m}$ sur PVC revêtu et non revêtu. Les réponses mécaniques aux différentes échelles sont comparées entre elles, et les analyses proposées sont appuyées par des simulations numériques. Enfin, en se basant sur ces résultats, une étude des tests d'usure accélérée utilisés chez Tarkett a été menée pour répondre à la question suivante : à quelle échelle ces tests sollicitent-ils le matériau ?

4.2 Appareil : Nano-scratch

Les essais présentés dans ce chapitre ont été réalisés sur un appareil différent de celui présenté dans le chapitre 3. Ici, les essais sont faits sur Nanoscratch Tester CSM Instruments (Anton Paar GmbH). Contrairement au Micro Visio Scratch (cf FIGURE 73) qui est conçu pour faire des essais avec une force normale de l'ordre de 1N, le Nanoscratch tester permet de faire des essais pour des forces normales bien inférieures (au minimum 0,1mN). Ces faibles charges normales sont adaptées pour faire des essais avec des indenteurs plus petits ($R = 2,1\mu m$ pour le plus petit). Sur le Nanoscratch Tester, les essais peuvent être pilotés soit en force normale, soit en déplacement vertical. L'appareil est équipé d'un capteur de déplacement vertical (contrairement au micro visio scratch), ce qui permet notamment d'étudier le retour élastique du matériau (cf paragraphe 4.3.3). Un microscope permet l'observation de la rayure résiduelle quelques secondes après l'essai. L'ensemble est placé dans une chambre hermétique permettant le contrôle de la température et du taux d'humidité. Une photographie de l'appareil est présentée sur la FIGURE 95

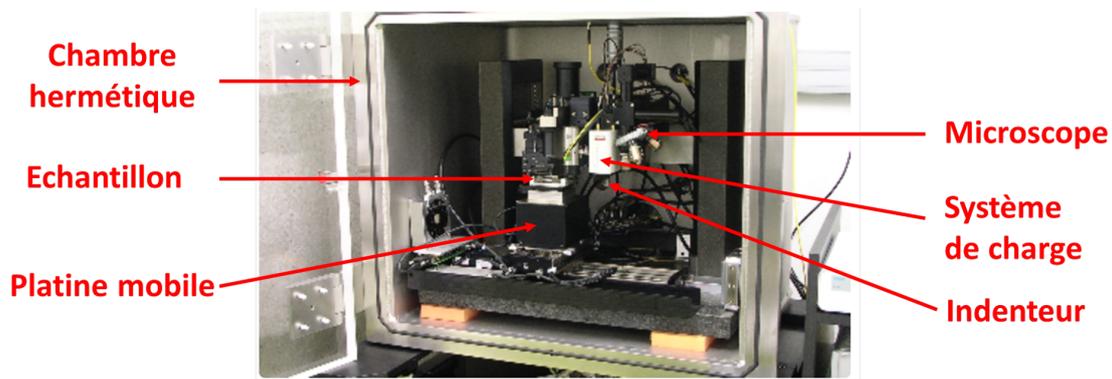


FIGURE 95 – Photographie du Nanoscratch Tester.

4.3 Expériences

4.3.1 Indenteur de rayon de pointe $2,1\mu m$

Deux essais sont réalisés : un premier sur PVC non revêtu et un second sur PVC revêtu par $20\mu m$ de PU. Les essais sont faits avec un indenteur sphérico-conique ($R = 2,1\mu m$ et $\theta = 45^\circ$) dans les conditions expérimentales suivantes : $T=23^\circ C$, $V = 8,3\mu m/s$. Une rampe de force normale en 20 paliers est imposée à l'indenteur, de $F_N = 1mN$ à $F_N = 50mN$. Les photographies des rayures résiduelles sont présentées sur la FIGURE 96.

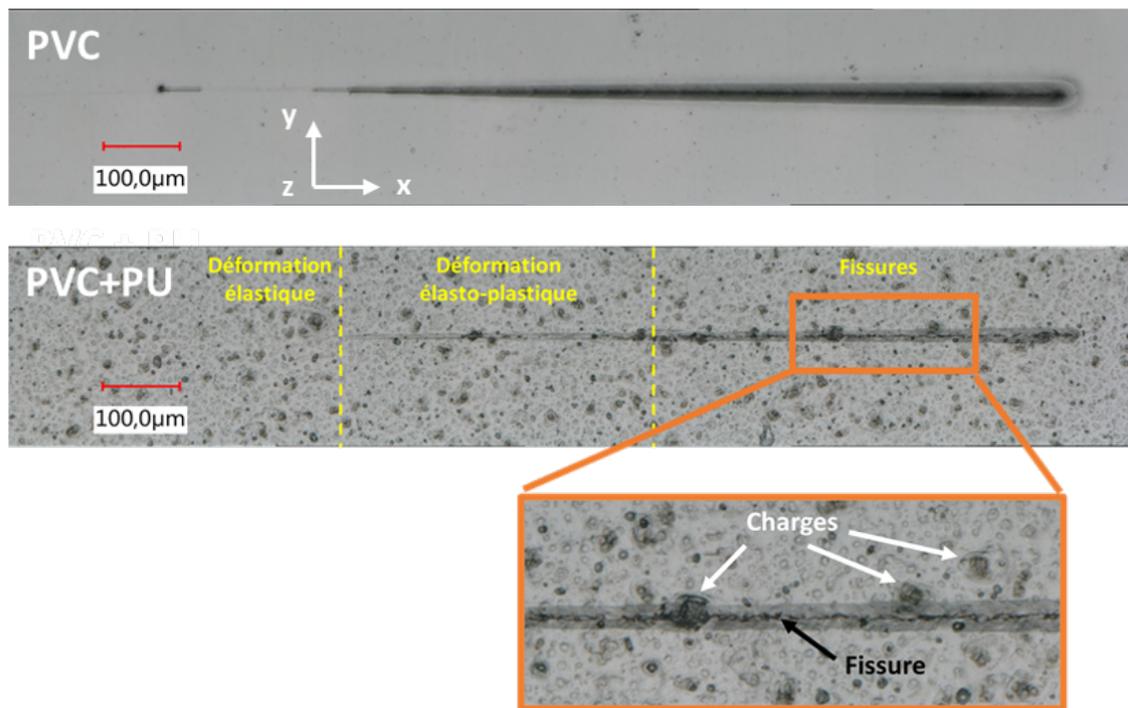


FIGURE 96 – Photographies des sillons résiduels d’une rayure faite sur PVC non revêtu (en haut) et sur PVC revêtu (en bas) dans les conditions expérimentales suivantes : indenteur sphérocônique ($R = 2,1\mu m$, $\theta = 45^\circ$), $T = 23^\circ C$, $V = 8,3\mu m/s$. Rampe de force : 20 paliers de $F_N = 1mN$ à $50mN$.

Concernant l’essai fait sur PVC⁵⁷, on observe un sillon ductile. Le matériau a été déformé élasto-plastiquement pendant tout l’essai. Il n’est pas étonnant d’observer ici un comportement similaire à celui observé lors de l’essai réalisé avec l’indenteur de $100\mu m$. En effet, dans le cas d’un matériau massif (non revêtu), le comportement mécanique dépend du ratio a/R , indépendamment de l’échelle considérée⁵⁸.

En ce qui concerne le PVC revêtu en revanche, le comportement est différent de celui observé avec l’indenteur de $100\mu m$. Il apparaît trois régimes :

1. A faible chargement, la déformation est élastique et il n’apparaît pas de sillon résiduel.
2. A chargement modéré, on observe un sillon résiduel. Ce sillon correspond à une déformation plastique du PU. On en déduit alors que le PU possède un domaine plastique, contrairement à ce que suggèrent les essais de traction (cf FIGURE70) pour lesquels on observe un comportement élastique-fragile.
3. Pour des chargements plus élevés, on observe une fissure au fond du sillon. Au vu de sa forme (parallèle à la direction de rayure), on peut supposer qu’elle est analogue au deuxième mode de fissuration identifié au chapitre précédent. Toutefois il ne s’agit que d’une conjecture puisque la vision in-situ n’a pas été utilisée sur cet essai⁵⁹. On note également que la taille des charges présentes dans le vernis n’est plus négligeable

57. Notons que le PVC ne contient pas de charges.

58. A condition tout de même qu’on se place à une échelle suffisamment importante devant la taille des macromolécules.

59. Le dispositif de vision in-situ, bien que présent sur cet appareil également, n’a pas été utilisé pour la raison suivante : les rayons de contact sont inférieurs à $10\mu m$. A cette échelle, il est beaucoup plus

devant la taille du contact. Cela complexifie l'analyse : on voit par exemple que la fissure s'est arrêtée au niveau de la charge de gauche et qu'elle a repris ensuite. Dans les essais faits avec l'indenteur de $100\mu m$, les charges étaient beaucoup plus petites que le rayon de contact. On pouvait alors considérer le matériau comme homogène et ne pas tenir compte de l'influence locale des charges. Or ici, la pointe "voit" individuellement chaque charge qu'elle rencontre, et les propriétés mécaniques du vernis deviennent hétérogènes à cette échelle.

4.3.2 Indenteur de rayon de pointe $22\mu m$

Deux essais sont ensuite réalisés sur les mêmes matériaux avec un indenteur sphérocônique plus grand ($R = 22\mu m$ et $\theta = 45^\circ$). Les essais sont faits dans les mêmes conditions expérimentales que les deux précédents, à l'exception de la force normale appliquée à l'indenteur : $F_N = 10mN$ à $F_N = 300mN$. Les photographies des rayures résiduelles sont présentées sur la FIGURE 97.

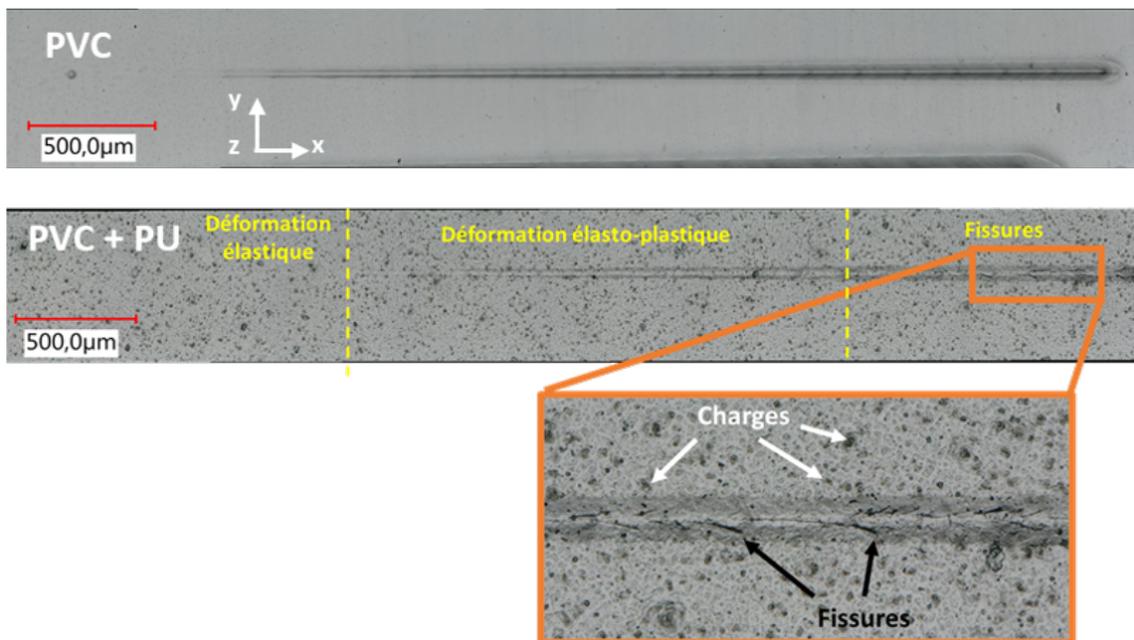


FIGURE 97 – Photographies des sillons résiduels d'une rayure faite sur PVC non revêtu (en haut) et sur PVC revêtu (en bas) dans les conditions expérimentales suivantes : indenteur sphérocônique ($R = 22\mu m$, $\theta = 45^\circ$), $T=23^\circ C$, $V = 33\mu m/s$. Rampe de force : 20 paliers de $F_N = 10mN$ à $300mN$.

Le sillon est ductile sur PVC non revêtu pour la même raison que celle évoquée pour l'essai fait avec un indenteur de $R = 2,1\mu m$.

Sur PVC revêtu, on observe à nouveau 3 régimes :

1. Déformation élastique à faible chargement.
2. Déformation élasto-plastique pour des chargements modérés.

difficile (pour des raisons optiques) d'obtenir de belles photographies du contact, même sur des matériaux parfaitement transparents. Or, ici, le vernis est chargé (et donc assez diffusant). Il aurait donc été impossible d'obtenir un cliché qui montre clairement les mécanismes engagés.

- Des fissures pour des chargements plus élevés. Contrairement à l'essai fait avec l'indenteur de $2,1\mu m$ pour lequel on observait une seule fissure au fond du sillon, on voit ici différentes fissures. Leur forme ressemble fortement à celles du mécanisme 2 observé avec l'indenteur de $100\mu m$ (cf chapitre 3) : elles semblent partir du centre du contact puis dévier sur le côté après quelques longueurs de contact. Toutefois, il est impossible d'affirmer avec certitude qu'il s'agit bien du même mécanisme, puisque la vision in-situ n'a pas été utilisée.

Enfin, une dernière série d'essais est réalisée avec l'indenteur de $22\mu m$ en allant à des charges plus élevées ($F_N = 10mN$ à $F_N = 1000mN$). Les photographies des rayures résiduelles sont présentées sur la FIGURE 98.

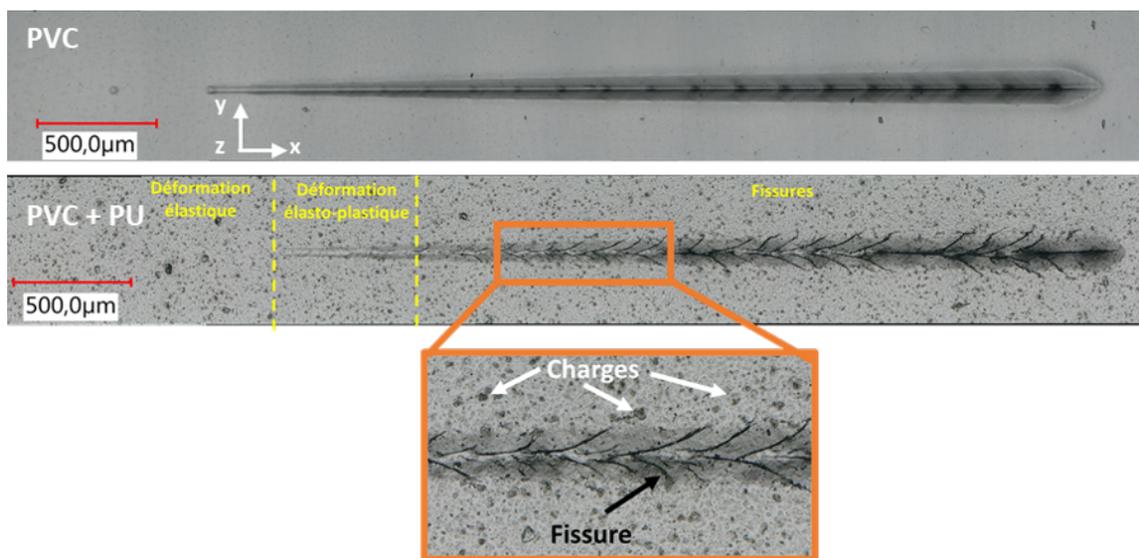


FIGURE 98 – Photographies des sillons résiduels d'une rayure faite sur PVC non revêtu (en haut) et sur PVC revêtu (en bas) dans les conditions expérimentales suivantes : indenteur sphérico-conique ($R = 22\mu m$, $\theta = 45^\circ$), $T=23^\circ C$, $V = 33\mu m/s$. Rampe de force : 20 paliers de $F_N = 10mN$ à $1000mN$.

Le sillon est toujours ductile sur PVC. Sur PU, on observe à nouveau trois régimes :

- Déformation élastique à faible chargement.
- Déformation élasto-plastique pour des chargements modérés.
- Des fissures pour des chargements plus élevés. Dans ce cas, même sans la vision in-situ, on voit que ces fissures sont les mêmes que celles du mécanisme 2 observées avec l'indenteur de $100\mu m$ (cf chapitre 3, elles partent du centre et dévient sur le côté). Ce résultat est plutôt rassurant car il témoigne d'une certaine continuité dans les échelles. On voit ici que la largeur du sillon est de l'ordre de la centaine de microns⁶⁰, comme pour l'essai fait avec l'indenteur de $100\mu m$. Le matériau est donc sollicité à une échelle comparable à celle de l'essai fait avec l'indenteur de $100\mu m$. Il n'est alors pas surprenant de retrouver le même mécanisme⁶¹.

60. On est donc largement dans la partie conique de l'indenteur sphérico-conique dont la partie sphérique a un rayon de $22\mu m$.

61. Cela mérite tout de même d'être nuancé : pour l'essai avec l'indenteur de $22\mu m$, seul le mécanisme

4.3.3 Comment la structure est-elle sollicitée suivant l'échelle à laquelle elle est rayée ?

Le nano-scratcher permet de mesurer la profondeur du sillon pendant l'essai. Nous allons utiliser cette fonctionnalité pour étudier la façon dont est sollicitée la structure pendant l'essai. La mesure se fait en trois temps : premièrement, l'indenteur passe sur la surface avec une très faible force normale appliquée à l'indenteur ($F_N = 0,1mN$). De cette manière, l'appareil mesure la rugosité et l'inclinaison de l'échantillon. Puis, l'essai est réalisé et l'appareil mesure in-situ la profondeur de l'indenteur pendant l'essai. Enfin, à la fin de l'essai, l'indenteur repasse dans le sillon avec une très faible force normale pour mesurer sa profondeur résiduelle⁶². Puis la première mesure est soustraite à la seconde et à la troisième pour obtenir les profils de profondeur réels (on soustrait le profil initial i.e. la rugosité de l'échantillon et son inclinaison.). Les résultats de ces mesures, extraits des mêmes essais que ceux présentés dans le paragraphe précédent sont reportés sur la FIGURE 99.

- Indenteur de $2,1\mu m$, $F_N = 1mN$ à $50mN$: pendant l'essai, l'indenteur s'enfonce beaucoup plus sur PVC non revêtu que sur PVC revêtu. Ainsi, à cette échelle, le vernis réduit l'enfoncement de l'indenteur, et ce beaucoup plus qu'au chapitre 3. Cela a bien sûr une conséquence sur la profondeur résiduelle du sillon qui est moins importante sur PVC revêtu que sur PVC non-revêtu. On montrera numériquement dans la partie 4.4 que seul le PU est sollicité mécaniquement. A cette échelle, le PU joue donc un rôle totalement différent du cas de l'indenteur de $100\mu m$. En effet on a montré numériquement que la profondeur pendant l'essai est la même sur PVC revêtu et non revêtu avec l'indenteur de $100\mu m$, mais que le retour élastique est plus important avec PU à cause d'une modification de la géométrie du contact (cf FIGURE 91).
- Indenteur de $22\mu m$, $F_N = 10mN$ à $300mN$: avec cet indenteur, à ces niveaux de charges, la profondeur pendant l'essai est toujours plus importante sur PVC non revêtu que sur PVC revêtu. Toutefois, l'écart se réduit et il en va de même pour la profondeur résiduelle du sillon. On peut alors penser qu'à cette échelle, les deux matériaux sont sollicités, et l'explication de l'influence du vernis est à mi-chemin entre celle pour l'indenteur de $2,1\mu m$ et celle pour l'indenteur de $100\mu m$. A nouveau, cela sera établi plus rigoureusement, grâce à la modélisation numérique, dans la partie 4.4.
- Indenteur de $22\mu m$, $F_N = 10mN$ à $1000mN$: à cette échelle et à ces niveaux de charge, la profondeur d'enfoncement de l'indenteur pendant l'essai est la même pour le PVC non revêtu et le PVC revêtu. Par ailleurs, la profondeur résiduelle du sillon est inférieure, en moyenne pour le PVC revêtu. Ainsi, l'interprétation proposée pour l'indenteur de $100\mu m$ s'applique parfaitement ici.

2 apparaît. Pour celui avec l'indenteur de $100\mu m$, on voit d'abord apparaître le mécanisme 1 auquel se superpose ensuite le mécanisme 2. Cette différence vient de la différence de géométrie de contact : avec l'indenteur de $22\mu m$, on a vu que c'est la partie conique qui gouverne principalement la déformation à cette échelle. Avec l'indenteur de $100\mu m$, on est encore sur la sphère à cette échelle. Il n'est donc pas étonnant que tout ne se passe pas exactement de la même manière.

62. Ce troisième passage est fait quelques minutes après l'essai. Il faut alors être prudent quant à l'interprétation, puisque dans le cas d'un matériau viscoélastique, la relaxation est encore en cours après cet intervalle de temps.

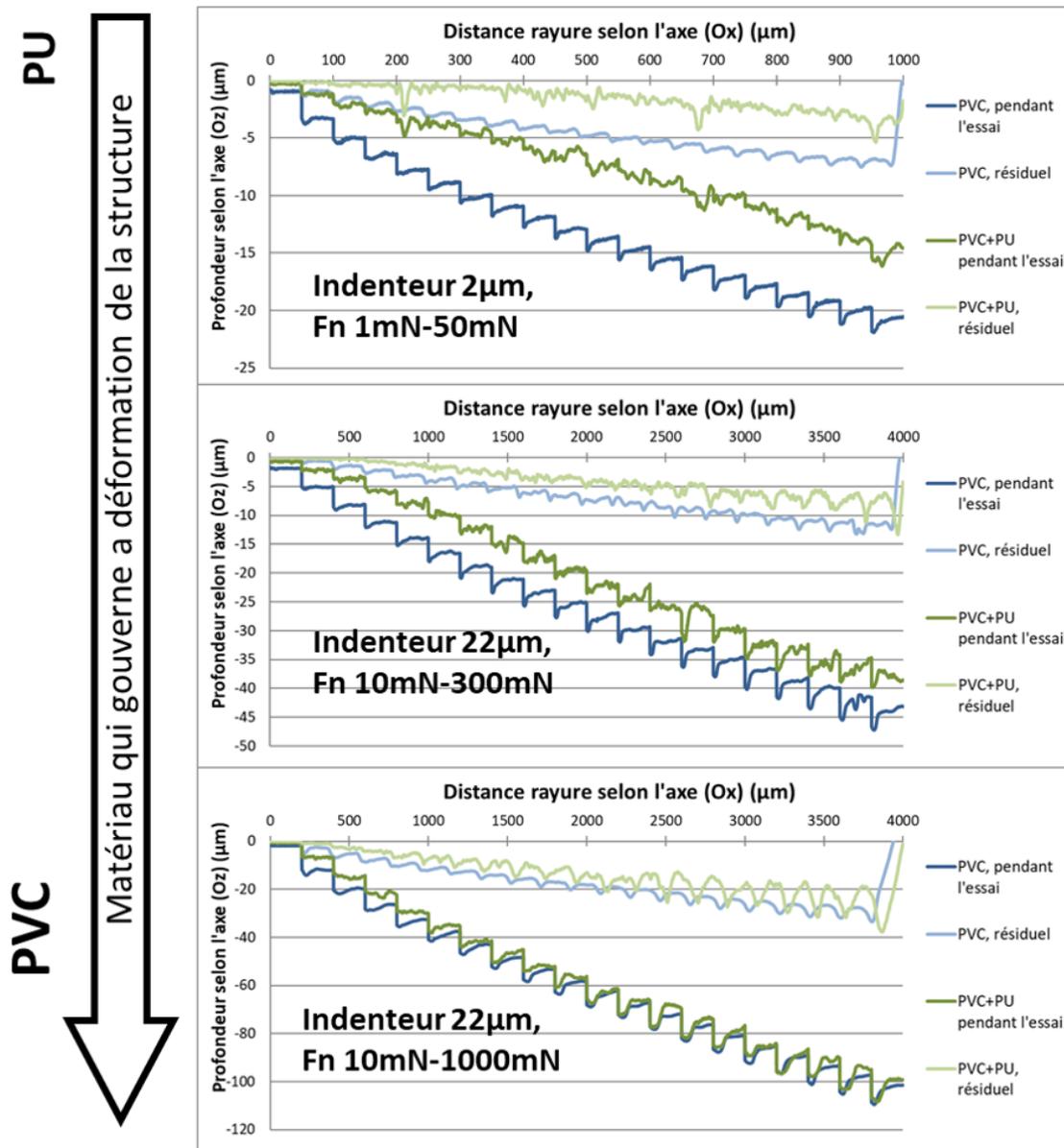


FIGURE 99 – Comparaisons entre les profondeurs de pénétration pendant l'essai et les profondeurs résiduelles des sillons sur PVC revêtu et non revêtu, pour différents indenteurs et rampes de charges.

4.4 Simulations numériques

4.4.1 Le modèle

Le modèle dont sont issus les résultats de cette partie est exactement le même que celui présenté dans le paragraphe 3.7.1, avec la même approche multi-matériaux, les mêmes rhéologies (élasto-plastique pour le PVC, élastique linéaire pour le PU) et le même frottement (Coulomb, $\mu = 0,35$). Trois modifications ont tout de même été apportées :

- Taille de l'indenteur : l'objectif étant de montrer l'influence de l'échelle sur le mode de sollicitation du matériau, 3 calculs ont été réalisés. Un premier avec un indenteur sphérique de rayon $R = 100\mu\text{m}$, un second avec un indenteur sphérique de rayon

$R = 20\mu m$ et un troisième avec un indenteur sphérique de rayon $R = 2\mu m$. Pour les trois calculs, un enfoncement $d=R/2$ a été imposé (soit respectivement $d = 50\mu m$, $d = 10\mu m$ et $d = 1\mu m$)⁶³. En régime stationnaire, ces enfoncements mènent respectivement à des charges de 1,7N, 120mN et 2,5mN.

- Taille du domaine : afin de limiter le temps de calcul, la taille du domaine a été adaptée à la taille de l'indenteur. A chaque fois, il a été vérifié que le domaine est suffisamment grand pour atteindre l'état stationnaire et éviter les effets de bords.
- La finesse du maillage : afin de garder une précision raisonnable à toutes les échelles, la taille des éléments a été adaptée pour chaque calcul. Plus l'indenteur est petit, plus le maillage autour de lui est fin.

Tableau 4 – Détail du modèle utilisé pour chaque échelle.

Rayon de l'indenteur	$2\mu m$	$20\mu m$	$100\mu m$
Déplacement vertical de l'indenteur	$1\mu m$	$10\mu m$	$50\mu m$
Taille des éléments autour de l'indenteur	$0,2\mu m$	$1\mu m$	$3\mu m$
Longueur du domaine (selon (Ox))	$100\mu m$	$500\mu m$	$2mm$
Largeur du domaine (selon (Oy))	$40\mu m$	$150\mu m$	$500\mu m$
Hauteur du domaine (selon (Oz))	$620\mu m$	$620\mu m$	$620\mu m$

4.4.2 Résultats

La FIGURE 100 montre les cartes des contraintes de von Mises dans le plan de symétrie (xz) pour les calculs aux 3 échelles (indenteurs de $2\mu m$ (a), $20\mu m$ (b) et $100\mu m$ (c)). La FIGURE 101 montre les cartes des déformations plastiques équivalentes dans le plan (xz).

- Indenteur de $2\mu m$: la carte des champs de contrainte de von Mises (FIGURE 100.a) montre que seul le PU est sollicité mécaniquement. En effet, les contraintes deviennent très faibles après quelques microns de profondeur⁶⁴. On observe un champ de contrainte typique de ceux observés sur une rayure réalisée sur un matériau massif non revêtu (cf FIGURE 51 : il s'agit d'une zone de sollicitation circulaire à l'avant de l'indenteur). En conséquence, la déformation plastique dans le PVC est nulle⁶⁵ (FIGURE 101.a). Ainsi, à cette échelle, le PU est sollicité comme un matériau massif, indépendamment des propriétés mécaniques du substrat.
- Indenteur de $20\mu m$: la FIGURE 100 montre, qu'à cette échelle, le PU est sollicité sur toute son épaisseur. De plus le champ de contrainte est plus complexe. Il semble se superposer deux modes de sollicitations. Premièrement, comme le montre la carte des contraintes de von Mises de la FIGURE 102.a, le vernis est sollicité comme un matériau massif : on observe une zone circulaire de sollicitation à l'avant de l'indenteur. Deuxièmement, on voit sur la carte des contraintes σ_{xx} de la FIGURE 102.b

63. De même que dans le chapitre 3, puisque les propriétés viscoélastiques et viscoplastiques du matériau ne sont pas prises en compte dans le modèle, les résultats des calculs sont indépendants de la vitesse d'enfoncement et de la vitesse tangentielle de l'indenteur.

64. On observe également des contraintes résiduelles à l'arrière de l'indenteur, ce qui semble contradictoire avec un PU élastique. Pourtant, le PU est bien modélisé par une loi de comportement élastique. Ces contraintes résiduelles sont probablement un artefact numérique dû au remaillage.

65. Attention, cela ne veut pas dire que la déformation plastique est nulle dans tout le matériau. Rappelons que le PU est modélisé comme un matériau élastique linéaire alors qu'on observe expérimentalement de la plasticité à cette échelle. Le modèle ne permet donc pas d'interpréter le sillon résiduel observé sur la 2ème partie de la FIGURE 96 (sur PVC+PU). La seule prétention de ce modèle est d'expliquer qualitativement la façon dont est sollicitée la structure suivant l'échelle.

des contraintes de traction à l'interface PVC/PU ainsi que des contraintes de compression en surface. Cette traction + compression est typique d'une sollicitation en flexion. Le vernis subit donc bien deux modes de déformation qui se superposent : la rayure comme un matériau massif, ainsi qu'une flexion. Par ailleurs, contrairement à l'échelle inférieure, ici le PVC est sollicité mécaniquement, comme le montre la FIGURE 101.b : on observe une déformation plastique équivalente non nulle dans le PVC.

- Indenteur de $100\mu m$: à cette échelle, le PU est sollicité principalement en flexion. Comme le montre la FIGURE 100.c, on n'observe plus de zone caractéristique d'une rayure sur matériau massif dans le PU. Les contraintes sont maximales à l'interface⁶⁶. D'autre part, on note des déformations plastiques importantes dans le PVC (FIGURE 101.c), ce qui montre qu'à cette échelle le substrat est largement sollicité. La réponse de la structure dépend donc à la fois des propriétés mécaniques du PU et de celles du PVC.

En résumé, deux modes de déformation du PU sont en compétition suivant l'échelle. Premièrement, la vernis se déforme comme un matériau massif. C'est ce type de déformation qui gouverne la réponse mécanique du matériau aux petites échelles. Deuxièmement, la flexion du vernis. C'est le mode de déformation principal du vernis aux grandes échelles. A des échelles intermédiaires on trouve une superposition de ces deux modes de déformation. Concernant la façon dont est sollicitée la structure : seul le vernis est sollicité aux petites échelles, indépendamment des propriétés mécaniques du substrat. Aux grandes échelles, le vernis et le substrat sont sollicités tous les deux. La réponse mécanique de la structure est alors complexe et il apparaît un couplage entre la rhéologie du PU, celle du PVC, et le comportement mécanique à l'échelle macroscopique pendant l'essai.

En l'état, ces simulations numériques permettent uniquement d'illustrer qualitativement la manière dont est sollicitée la structure suivant l'échelle. En effet, le vernis est modélisé par une loi élastique alors que l'expérience montre clairement une certaine plasticité. Pour corrélérer plus finement, quantitativement, les simulations aux expériences il serait nécessaire de prendre en compte le comportement élasto-plastique du vernis dans les simulations. Pour ce faire, on aurait pu adopter la stratégie suivante :

A partir de l'essai de rayure réalisé avec l'indenteur de $2,1\mu m$ (FIGURE 96), il est possible de déterminer la force normale à partir de laquelle le PU commence à plastifier. On peut alors faire une simulation numérique de l'essai en imposant à l'indenteur cette force normale critique (toujours avec une loi de comportement élastique pour le PU). Logiquement, les contraintes de von Mises sous l'indenteur, avec ce chargement, correspondent à la contrainte d'écoulement plastique du vernis. On peut alors intégrer cette contrainte d'écoulement plastique dans la loi de comportement du vernis et reprendre toute l'analyse avec cette nouvelle loi élasto-plastique⁶⁷.

Cette analyse n'a pas été réalisée durant cette thèse, faute de temps, mais mériterait d'être faite dans des travaux ultérieurs pour être en mesure de corrélérer quantitativement les essais expérimentaux aux simulations numériques.

66. On observe également la formation d'un bourrelet à l'avant de l'indenteur et des contraintes qui y sont associées. Cela a été analysé en détails dans le chapitre 3 et nous y reviendrons dans le chapitre 6, mais n'a pas de conséquence dans le raisonnement mené ici.

67. Il reste tout de même à définir un rhéodurcissement pour le PU, que l'approche proposée ici ne permet pas de déterminer. Toutefois, il doit sans doute être possible de trouver dans la littérature des caractérisations de matériaux comparables (PU réticulé) pour intégrer dans notre loi de comportement un rhéodurcissement plausible.

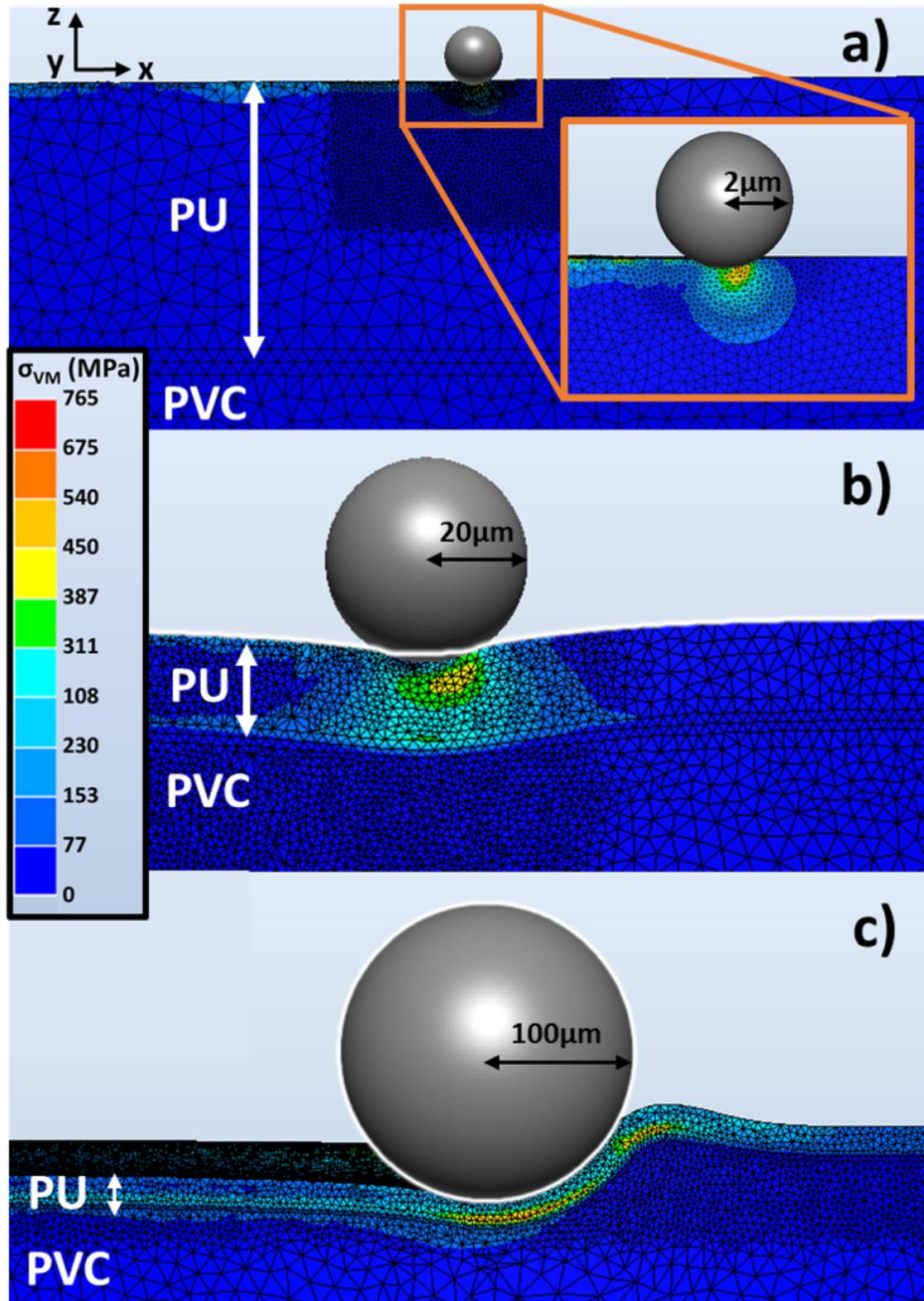


FIGURE 100 – Cartes des contraintes de von Mises dans le plan de symétrie (xz). Les calculs sont faits avec les indenteurs de $2\mu\text{m}$ (a), $20\mu\text{m}$ (b) et $100\mu\text{m}$ (c). Les déplacements verticaux imposés sont respectivement $1\mu\text{m}$, $10\mu\text{m}$ et $50\mu\text{m}$ (menant respectivement, en régime stationnaire, à des charges de $2,5\text{mN}$, 120mN et $1,7\text{N}$).

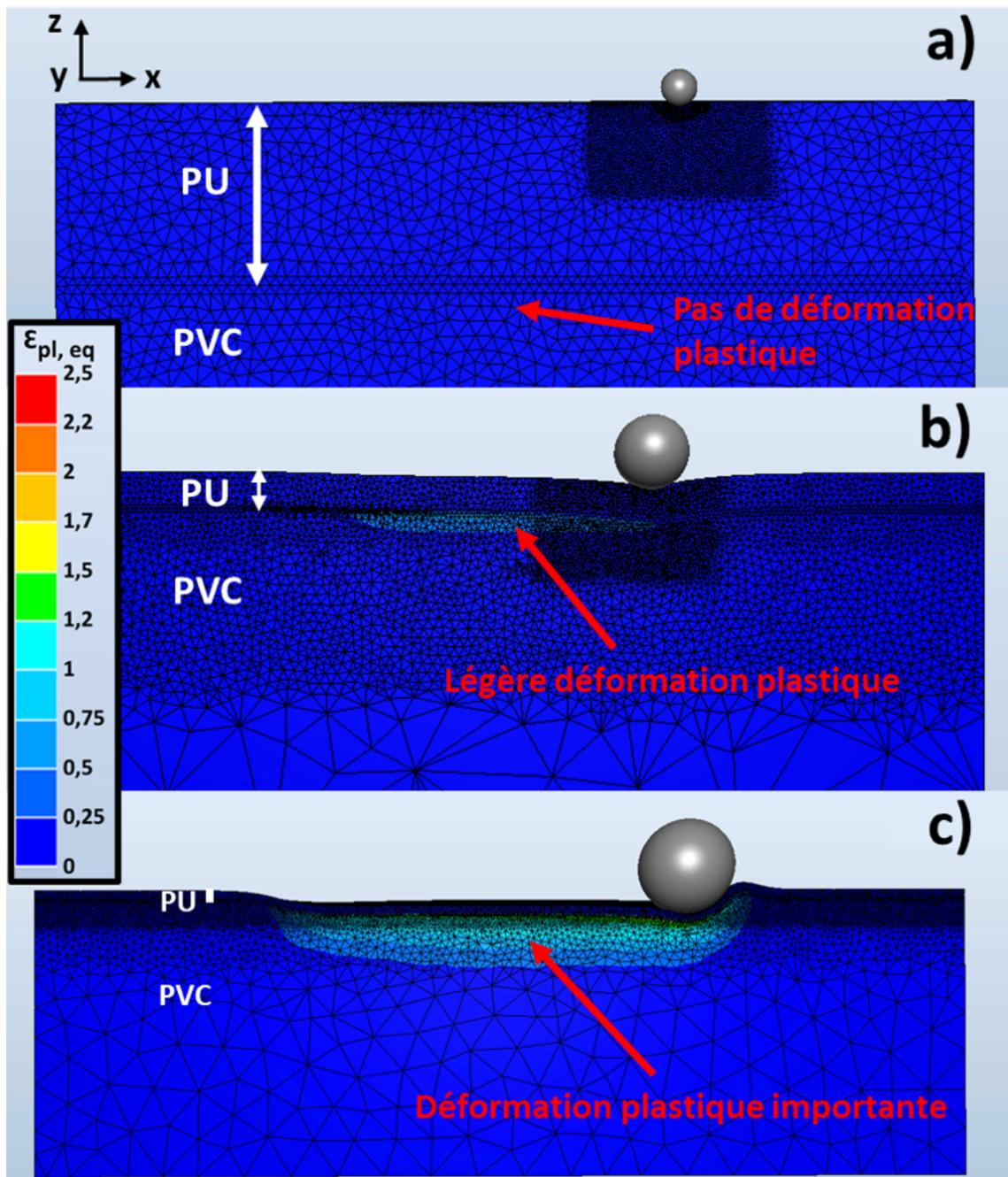


FIGURE 101 – Cartes des déformations plastiques équivalentes dans le plan de symétrie (xz). Les calculs sont faits avec les indenteurs de $2\mu\text{m}$ (a), $20\mu\text{m}$ (b) et $100\mu\text{m}$ (c).

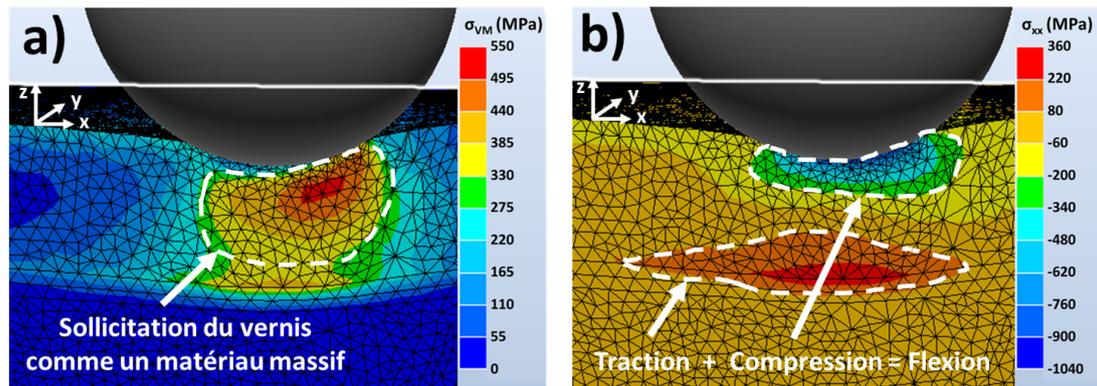


FIGURE 102 – Indenteur de $20\mu\text{m}$: carte des contraintes de von Mises (a) et des contraintes σ_{xx} (b).

4.5 Conséquences sur l'optimisation du matériau

Les résultats de l'étude proposée dans ce chapitre mènent à la conclusion suivante : la résistance à la rayure d'un matériau revêtu est un paramètre multi-échelle. Il est alors maladroit de dire qu'un matériau revêtu a une bonne ou une mauvaise résistance à la rayure sans préciser l'échelle dont on parle.

Aux petites échelles, seul le vernis est sollicité, indépendamment des propriétés mécaniques du substrat. En pratique, on peut alors affirmer que pour améliorer la résistance à la rayure aux petites échelles, il suffit d'optimiser la formulation du PU (dureté, ténacité...).

Aux grandes échelles en revanche, le problème est plus complexe car il fait intervenir de nouveaux couplages. En effet, la réponse mécanique dépend à la fois des propriétés mécaniques du PVC, de celles du PU, et de l'épaisseur de vernis déposée. L'optimisation de la rhéologie du PVC ne peut donc pas se faire indépendamment de celle du PU ⁶⁸.

Ainsi, avant de se lancer dans l'optimisation du matériau, il est nécessaire de bien définir ce qu'on souhaite améliorer. En effet, suivant l'échelle, il est possible qu'on arrive à des conclusions contradictoires. Par exemple, on peut imaginer qu'un PU très rigide a une bonne résistance à la rayure aux petites échelles ⁶⁹. En revanche, un PU trop rigide peut être moins performant aux grandes échelles s'il est plus fragile ⁷⁰ (pour les raisons évoquées dans le chapitre 3 : le PU qui suit la déformation du PVC, est sollicité en flexion et rompt une fois sa contrainte de rupture atteinte).

Il est proposé dans le chapitre 6 de cette thèse une étude complète de l'optimisation du matériau aux grandes échelles (influence de la rigidité du PVC, de celle du PU, et de l'épaisseur de PU déposée). Il serait intéressant pour Tarkett, dans le cadre d'un prochain projet, d'effectuer une étude similaire aux petites échelles afin d'avoir une vision globale des stratégies envisageables pour l'optimisation du matériau.

68. C'est vrai en ce qui concerne l'amélioration de la résistance à la rayure. Industriellement, les premières caractéristiques que doit remplir cette couche de PVC sont la transparence et la processabilité. Dans le cahier des charges, la résistance à la rayure vient bien après.

69. Ce n'est qu'une conjecture, cela n'est pas démontré rigoureusement dans ce travail de thèse.

70. Nous reviendrons en détail sur ce point dans le chapitre 6.

4.6 Échelle de caractérisation des tests d'usure accélérée de revêtements de sols

Afin de caractériser la résistance à l'usure des revêtements de sol, différents tests "métier" existent. Or, comme nous l'avons montré dans la partie précédente, la réponse mécanique de la structure est totalement dépendante de l'échelle à laquelle est sollicité le matériau. Il convient alors de se demander à quelle échelle sont sollicités les revêtements de sol soumis à ces tests. Question subsidiaire : que teste-t-on réellement durant ces essais ? La résistance du PU uniquement ? Celle de la structure entière ?

4.6.1 Les différents essais

Pour des raisons de confidentialité, nous ne détaillerons pas le protocole des tests. Toutefois, nous pouvons tout de même en expliquer le principe général :

Comme illustré sur la FIGURE 103, une poudre abrasive est déposée sur le matériau. Un pion, relié à l'appareil vient ensuite appliquer une charge sur le tout. Puis, le pion tourne un nombre de tours donné à une vitesse fixée, toujours avec la charge imposée. A la fin de l'essai, un opérateur récupère l'échantillon et juge visuellement de la sévérité de l'usure. Il lui attribue une note de 1 à 5 (1 si l'échantillon n'est pas usé, 5 si l'échantillon est usé très sévèrement).

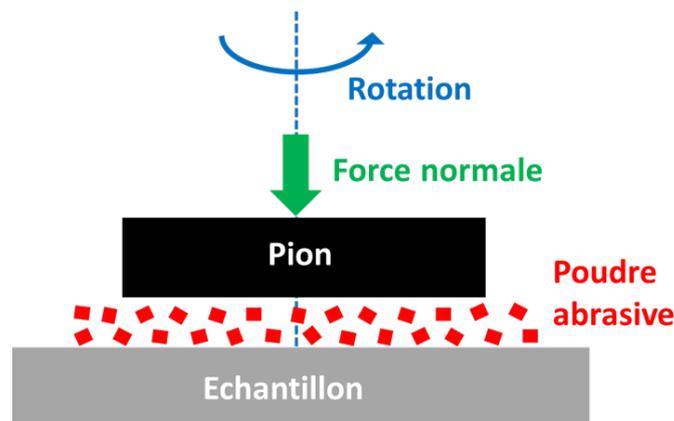


FIGURE 103 – Schéma d'un test d'usure accélérée.

Deux tests ont été analysés, qu'on notera test A et test B. Les deux tests reposent sur le principe détaillé ci-dessus. Seules la géométrie de l'appareil et les conditions expérimentales diffèrent (granulométrie de la poudre utilisée, force normale appliquée au pion, vitesse de rotation et nombre de tours).

4.6.2 Analyse des rayures formées

Les tests A et B ont été réalisés sur le même matériau que celui sur lequel ont été faits les essais de rayure (PVC revêtu par $20\mu m$ de PU). Après l'essai, les surfaces ont été caractérisées par rugosimétrie confocale afin d'observer la taille et la profondeur des rayures formées pendant l'essai. Les résultats sont présentés sur la FIGURE 104.

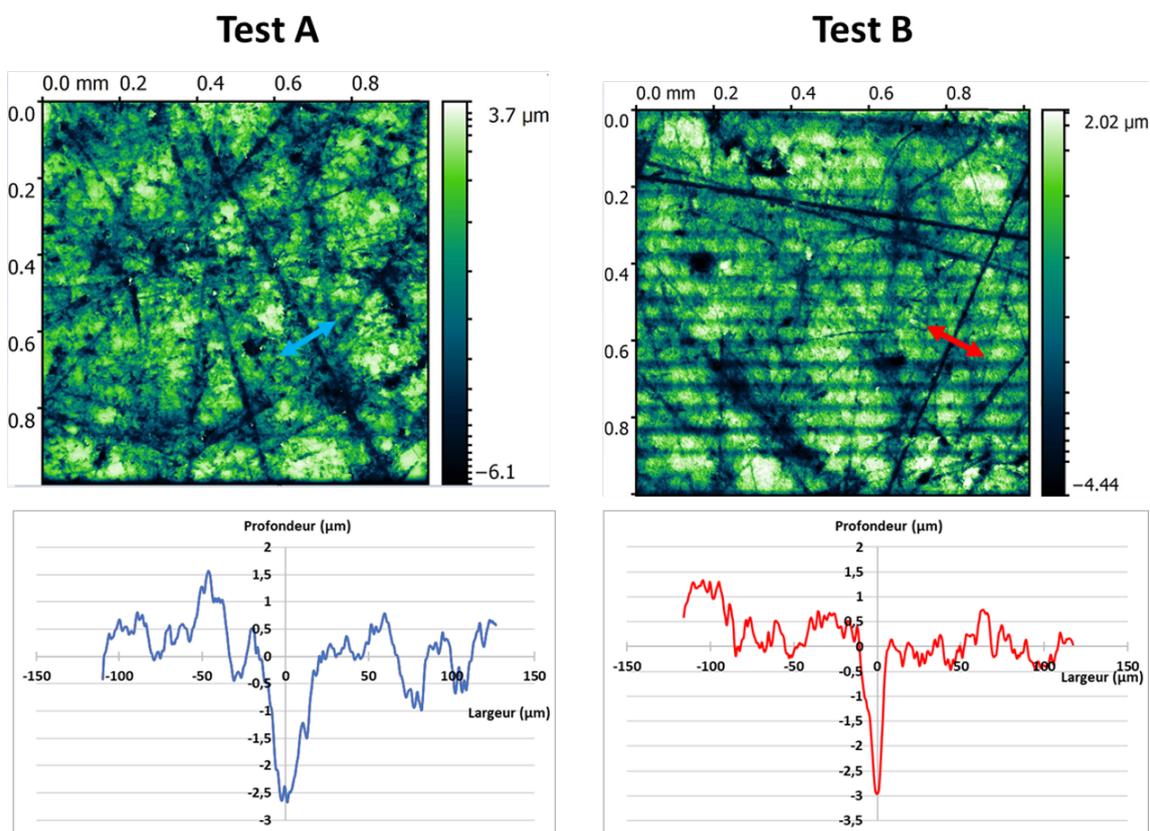


FIGURE 104 – Rugosité des échantillons après passage au test A et au test B. Les courbes montrent un profil perpendiculaire à un sillon (leur position correspond aux flèches sur les cartes de rugosité).

Les cartes de rugosités montrent que de nombreuses rayures ont été formées durant ces deux tests. Les profils d'une rayure présentés pour chaque test montrent que les sillons résiduels ont une profondeur inférieure à $3\mu\text{m}$. Ces tests correspondent donc aux essais de rayure faits aux petites échelles (avec l'indenteur de $2,1\mu\text{m}$)⁷¹.

Ainsi, ces tests d'usure accélérée sollicitent principalement le PU. Ils sont alors tout à fait adaptés pour comparer les propriétés tribologiques de deux formulations de PU par exemple. En revanche, ils ne sollicitent pas le matériau suffisamment profondément pour tester la structure entière. Or, comme nous l'avons vu, la résistance à la rayure aux échelles supérieures dépend à la fois des propriétés du PU et de celles du PVC (nous y reviendrons largement en détails dans le chapitre 6). Par conséquent, ces tests d'usure, bien que tout à fait pertinents, sont incomplets. Il faudrait les compléter par des tests qui sollicitent la structure plus profondément. On peut imaginer au moins deux stratégies :

- Modifier les tests d'usure existants pour solliciter le matériau plus profondément. On pourrait par exemple utiliser une poudre abrasive dont les grains sont plus gros et appliquer au pion des charges plus importantes. De cette manière, on devrait pouvoir solliciter le matériau plus profondément.

71. Toutefois, n'oublions pas que la mesure de rugosité est faite après l'essai. La profondeur mesurée est celle du sillon résiduel, après retour élastique. Cependant, même en supposant un retour élastique de 50%, cela signifierait que la profondeur de sollicitation pendant l'essai est de $6\mu\text{m}$. On est donc bien loin de l'échelle des essais faits avec l'indenteur de $100\mu\text{m}$ dans le chapitre 3.

- Effectuer en situation industrielle des tests de rayure du même type que ceux réalisés à l'institut Charles Sadron : faire par exemple un test à charge croissante avec un indenteur de rayon $100\mu m$ et mesurer la charge à partir de laquelle on observe des endommagements plus sévères⁷².

4.7 Conclusions

Dans ce chapitre, des essais de rayure ont été réalisés à différentes échelles. Les résultats, appuyés par des simulations numériques montrent que :

- Aux petites échelles, seul le vernis est sollicité, indépendamment des propriétés mécaniques des couches inférieures.
- Aux grandes échelles, la réponse du matériau dépend à la fois des propriétés mécaniques du PVC et de celles du PU.

La stratégie adoptée pour l'optimisation du matériau dépend alors de l'échelle à laquelle on s'intéresse :

- Aux petites échelles, il suffit d'optimiser les propriétés mécaniques du PU.
- Aux grandes échelles, il est nécessaire de s'intéresser à toute la structure i.e. aux propriétés mécaniques du PVC, à celles du PU et à l'épaisseur de vernis déposée. Une étude détaillée, à cette échelle, est proposée dans le chapitre 6.

Concernant la caractérisation de la résistance à l'usure, il a été montré que les tests réalisés en interne chez Tarkett sollicitent uniquement le PU. Ces caractérisations, bien que tout à fait pertinentes, sont incomplètes et des essais doivent être réalisés à plus grande échelle pour analyser entièrement la résistance à l'usure des revêtements de sols.

⁷². Il n'est pas forcément nécessaire d'investir dans un appareil aussi perfectionné que celui de l'institut Charles Sadron. La vision in-situ est intéressante scientifiquement pour faire des études mécaniques poussées et comprendre fondamentalement les phénomènes observés. Dans le cadre d'un contrôle qualité, une observation du sillon après l'essai serait largement suffisante.

Chapitre 5

Visibilité des rayures

5.1 Objectif

Dans le chapitre 3, nous avons montré que suivant le chargement appliqué à l'indenteur, différents types de fissures sont susceptibles d'apparaître. Puis, dans le chapitre 4, nous avons vu que le comportement à la rayure du matériau dépend largement de l'échelle à laquelle il est sollicité. Les études menées dans les chapitres 3 et 4 sont purement mécaniques : on relie les conditions expérimentales (taille de l'indenteur, charge appliquée...) à la morphologie des rayures observées (géométrie des sillons et fissures). Une question reste alors en suspens : quid de la visibilité des rayures suivant leur morphologie ? C'est l'objet de ce chapitre. Nous proposons ici d'interpréter la visibilité des différents types de rayures observées dans les chapitre 3 et 4 en appliquant aux sillons résiduels le modèle de BRDF développé dans le chapitre 2. Nous verrons que cette approche permet d'interpréter l'évolution temporelle de l'aspect visuel des revêtements de sol en usage.

5.2 Bibliographie

5.2.1 Visibilité des rayures suivant l'échelle

Comme nous l'avons vu dans le chapitre précédent, la réponse mécanique d'un matériau dépend de l'échelle de la rayure. Ces questions d'échelles se posent également concernant la visibilité des rayures, comme le montre la FIGURE 105 extraite de [89].

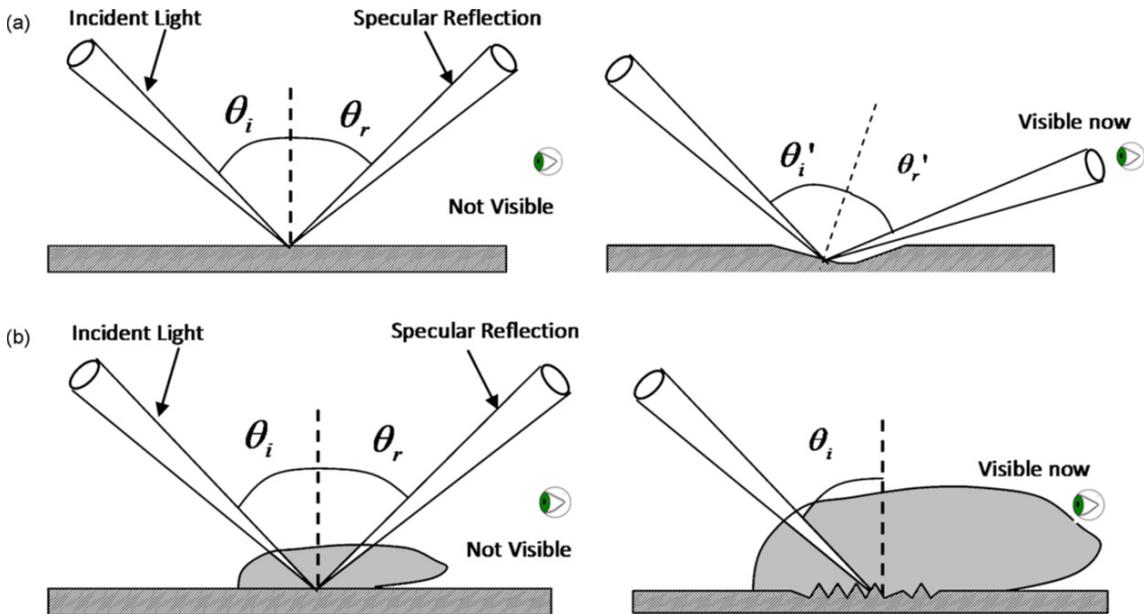


FIGURE 105 – Interaction de la lumière incidente avec le sillon d'une grosse rayure (a) et avec plusieurs petites rayures (b). Surfaces non rayées (à gauche) et rayées (à droite). D'après [89].

- a Grosse rayure : le sillon résiduel laisse dans le matériau d'importantes pentes locales. Ces zones pentues ont une direction spéculaire différente du reste de la surface. Ainsi, on observe un reflet (dû à la rayure) dans une direction dans laquelle on n'est pas censé recevoir de lumière, ce qui témoigne de la présence de la rayure.
- b Petites rayures : trop petites pour être vues individuellement, elles modifient tout de même la rugosité de l'échantillon. En conséquence, la BRDF de la surface est

différente localement, et on observe une zone plus matte que sur le reste de la surface.

La question qui se pose est alors la suivante : dans quelles conditions perçoit-on les rayures suivant le premier et le second mode ?

Cela est lié à la résolution de l'oeil. Quand une rayure est suffisamment large pour être résolue par l'oeil, on la perçoit suivant le premier mode. Quand elle est plus petite, on la perçoit suivant le second mode. Afin d'avoir un ordre de grandeur à l'esprit, faisons le calcul de la taille critique à partir de laquelle la perception d'une rayure change. Considérons par exemple un homme de 1,75m qui observe une rayure sur un revêtement de sol, à ses pieds. En moyenne, la résolution de l'oeil est de 1 minute d'arc soit environ $0,017^\circ$. La largeur critique à partir de laquelle la rayure est résolue est donc de $1,75m \times \tan(0,017^\circ) \simeq 500\mu m$. Au dessus de cette taille, une rayure est résolue par l'oeil et on la perçoit suivant le mode a). En dessous, elle n'est pas résolue et est perçue suivant le mode b).

Pour se convaincre, de manière plus pratique, de cette différence de perception suivant l'échelle, il faut observer le reflet du soleil sur la mer. Lorsqu'on regarde au bord de la plage, on observe une somme de points brillants sur les crêtes des vagues. En regardant au loin, on perçoit un reflet diffus et homogène. Bien évidemment, la façon dont la lumière interagit avec l'eau est indépendante de la position de l'observateur. Cette différence de perception s'explique par la résolution de l'oeil. Au bord de la plage, l'oeil résout le reflet sur la crête de chaque vague individuellement tandis qu'en regardant au loin, ce n'est plus le cas et il moyenne les reflets d'un certain nombre de vagues. L'effet est également très marqué lorsqu'on regarde le reflet du soleil sur la mer depuis un avion ⁷³.

5.2.2 Influence de la morphologie des rayures

Revenons aux rayures. Hara et al. [90] étudient les rayures formées par un test d'usure accélérée qui simule les sollicitations auxquelles est soumise une peinture automobile lors d'un nettoyage automatique. Les échantillons sont ensuite observés au microscope électronique. Suivant les échantillons (composition chimique des vernis différente), les auteurs observent deux types de rayures ⁷⁴ :

- Des rayures avec de nombreuses fissures et des particules ayant été arrachées, qu'ils nomment "fracture-type" (FIGURE 106.a).
- Des rayures ductiles dont le sillon résiduel présente très peu de fissures, qu'ils nomment "plastic-type". (FIGURE 106.b)

⁷³. Par curiosité, évaluons la distance à partir de laquelle la perception du reflet du soleil sur la mer change (autrement dit la distance à partir de laquelle l'oeil ne résout plus chaque vague individuellement). En prenant toujours une résolution de l'oeil de $0,017^\circ$ et une distance entre chaque vague de 1 mètre : $d = 1m / \tan(0,017^\circ) \simeq 3km$

⁷⁴. Comme on le voit sur la FIGURE 106, ils obtiennent des rayures de l'ordre du micromètre de largeur. Ils travaillent donc à une échelle inférieure à celle que nous avons étudiée dans le chapitre 4 avec l'indenteur de rayon $2\mu m$

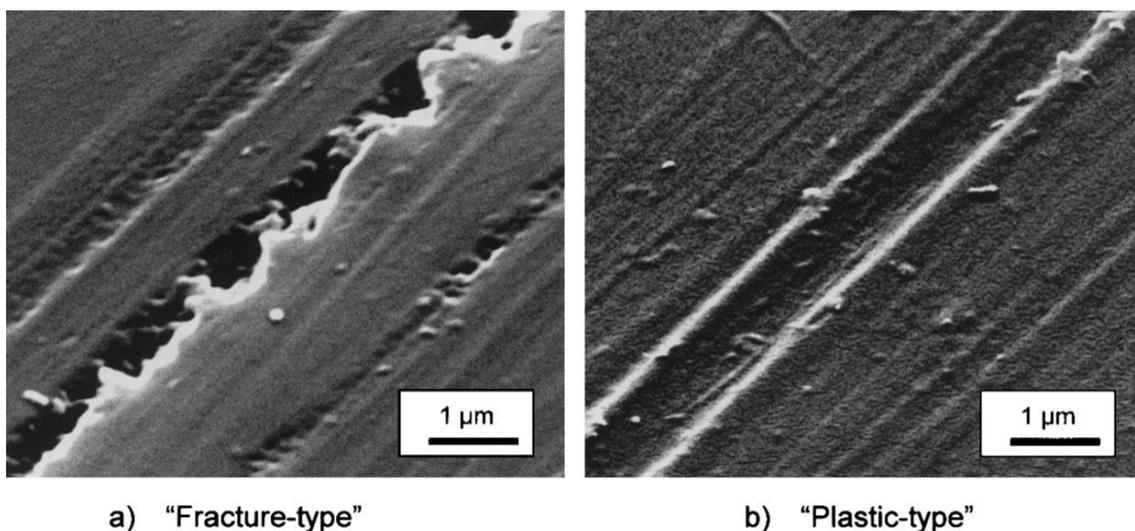


FIGURE 106 – Différentes morphologies des rayures observées après les essais d'usure accélérée. D'après [90].

Puis, ils mesurent la brillance des échantillons après l'essai et la rapportent à la brillance mesurée avant l'essai, pour obtenir un pourcentage de variation de la brillance. Un panel de 3 experts juge ensuite visuellement l'impact des essais et attribue une note allant de 1 à 50 à chaque échantillon (1 pour une très mauvaise résistance à l'usure, 50 pour une bonne résistance). Les auteurs tracent la variation de brillance en fonction de la note moyenne donnée par le panel (FIGURE 107). Sur les courbes, ils distinguent les échantillons sur lesquels on compte majoritairement des rayures "plastic-type" de ceux sur lesquels on compte principalement des rayures "fracture-type". Les triangles ("both") correspondent aux échantillons sur lesquels ils observent les deux types de rayures.

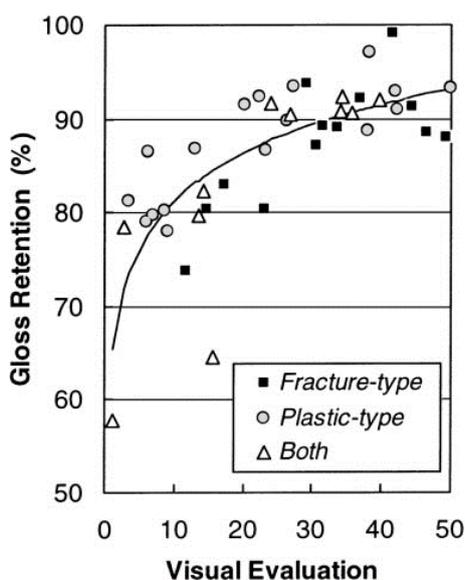


FIGURE 107 – Variation de la brillance après/avant l'essai en fonction de la note attribuée par le panel. D'après [90]

La corrélation est moyenne ($R=0,78$) et les mesures au brillancemètre ne permettent pas de discriminer les rayures "plastic-type" des rayures "fracture-type". Les auteurs jugent

cette approche peu satisfaisante.

Ils développent alors une méthode de caractérisation différente. Plutôt que de mesurer la variation de brillance, ils mesurent la proportion de la surface qui a été rayée (r_{all}) sur chaque échantillon⁷⁵ et la tracent en fonction de la note du panel (FIGURE 108).

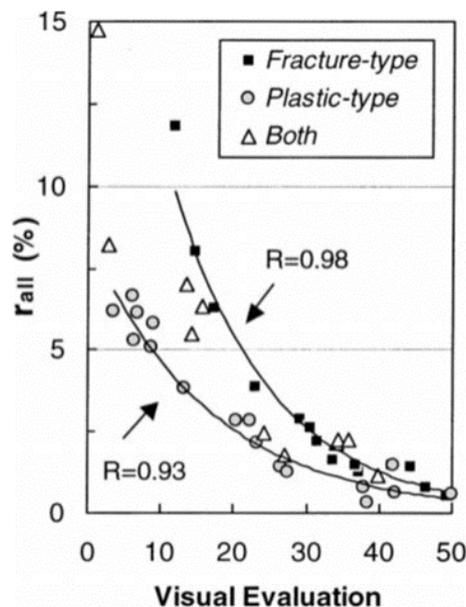


FIGURE 108 – Proportion de la surface rayée en fonction de la note attribuée par le panel. D'après [90].

Avec ce paramètre, les auteurs obtiennent de très bonnes corrélations et parviennent à discriminer les échantillons qui présentent des rayures "plastic-type" de ceux qui présentent des rayures "fracture-type". Pour une même proportion de surface rayée, les rayures "plastic-type" sont jugées plus sévèrement par le panel. Les auteurs interprètent ce résultat de la manière suivante : ayant des bords nets, les rayures "plastic-type" diffusent la lumière dans une direction localisée différente de la direction spéculaire, ce qui les rend visibles. En revanche, les rayures "fracture-type" ont des bords plus irréguliers et réfléchissent donc la lumière de manière plus diffuse, ce qui les rend moins visibles car le contraste est moins important. On voit à travers ces travaux que le régime des rayures, toutes choses égales par ailleurs, a une influence importante sur leur impact visuel.

Outre le régime de rayure (ductile ou fragile), la géométrie du sillon résiduel a également une influence sur la visibilité de la rayure. C'est ce que montrent Jiang et al. [89]. Ils effectuent des essais de rayure sur du polypropylène avec un indenteur sphérique de rayon 1mm, en imposant une force normale croissante de 1N à 30N⁷⁶. Puis, ils évaluent la force normale à partir de laquelle la rayure devient visible via un logiciel prévu à cet effet ("Autodetermination of Scratch Visibility") dont le principe est détaillé dans l'article. D'autre part, ils mesurent par rugosimétrie confocale la géométrie du sillon. Ils arrivent à la conclusion que la visibilité d'une rayure dépend à la fois de la profondeur du sillon et

75. Ils prennent des photographies de l'échantillon utilisé au microscope électronique et déterminent r_{all} par analyse d'image.

76. Ils obtiennent des rayures de l'ordre de $200\mu\text{m}$ de largeur. Ils travaillent donc à une échelle comparable à celle de l'étude menée dans le chapitre 3.

de la hauteur du bourrelet formé (H_2-H_1 , cf FIGURE 109)

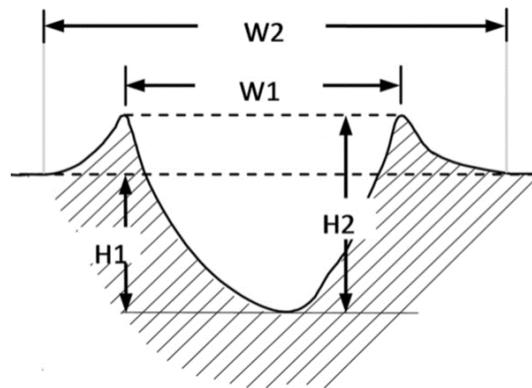


FIGURE 109 – Géométrie du sillon. D'après [90].

Partant de ces conclusions, les auteurs étudient le lien entre la géométrie du sillon résiduel (profondeur et hauteur des bourrelets) et la rhéologie du matériau via des simulations numériques par éléments finis [91]. Ils effectuent leurs calculs avec un indenteur sphérique de diamètre 1mm auquel ils appliquent une rampe de force normale allant de 1N à 30N. Les calculs sont réalisés avec différentes rhéologies, puis la profondeur résiduelle du sillon et la hauteur du bourrelet sont comparées. Ils étudient notamment l'influence de la contrainte d'écoulement plastique du matériau, toutes choses égales par ailleurs. Les résultats sont présentés sur la FIGURE 110.

Ces calculs montrent que :

- Plus la contrainte d'écoulement plastique du matériau est faible, plus le sillon résiduel est profond⁷⁷.
- Plus la contrainte d'écoulement plastique est faible, plus la hauteur du bourrelet résiduel est élevée.

Ces résultats, couplés à ceux de l'article précédent, permettent alors d'affirmer que, toutes choses égales par ailleurs, la résistance à la rayure (du point de vue visuel) est meilleure pour les matériaux ayant une contrainte d'écoulement plastique élevée. Leur approche est très intéressante car elle permet, à travers ces deux études, de relier les propriétés mécaniques du matériau à ses propriétés optiques une fois rayé.

⁷⁷. Ce résultat est cohérent avec Bucaille et al. [66] (FIGURE 49) qui montrent que le sillon résiduel est d'autant plus profond que le facteur rhéologique (proportionnel à E/σ_y) est élevé.

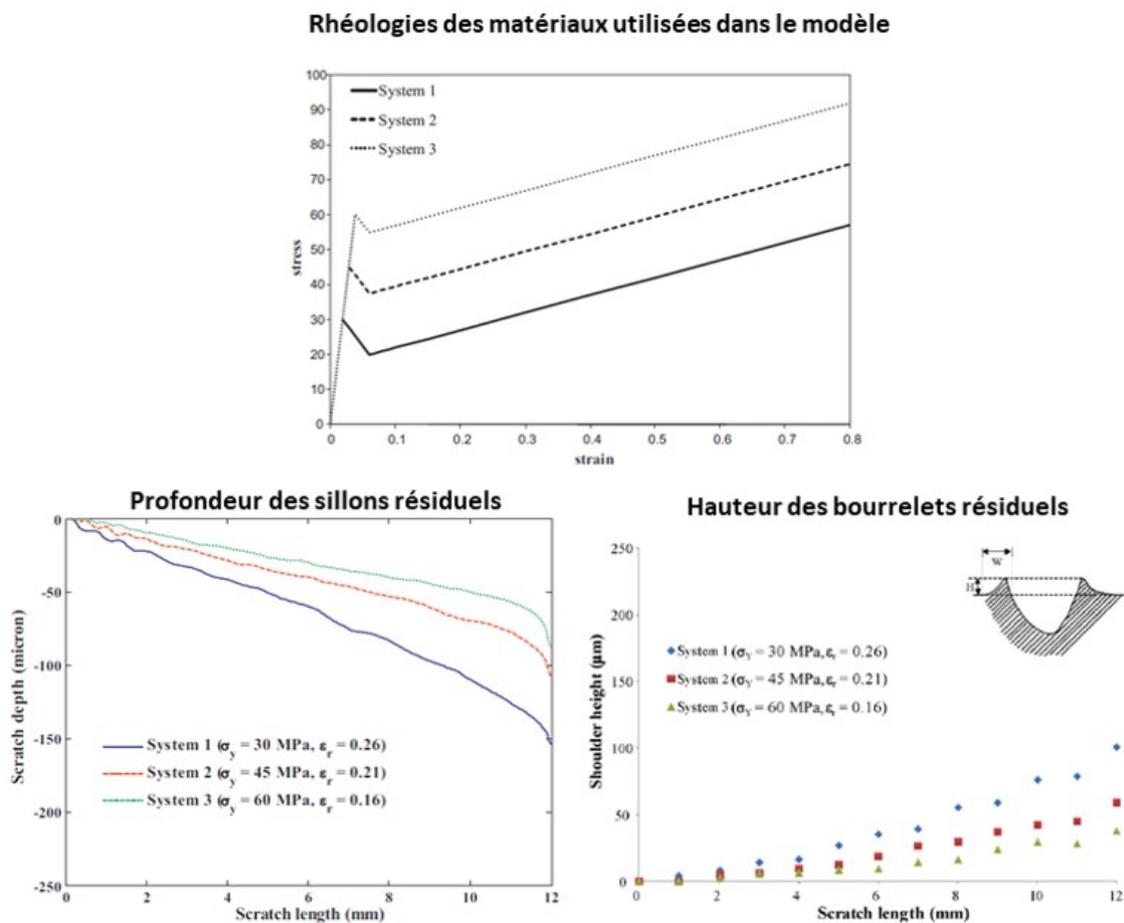


FIGURE 110 – Profondeur résiduelle du sillon et hauteur du bourrelet calculées pour différentes contraintes d'écoulement plastique. Calculs réalisés avec un indenteur sphérique de diamètre 1mm et une rampe de force allant de 1N à 30N. D'après [91].

5.2.3 Influence de la brillance du matériau

La visibilité d'une rayure dépend également des propriétés optiques intrinsèques du matériau considéré, et notamment de sa brillance. Rangarajan et al. [92] étudient la modification du profil de diffusion de lumière d'une surface après rayure. Ils effectuent une rayure (unique) sur polycarbonate en appliquant une charge de 4N à un indenteur conique ($\theta = 90^\circ$)⁷⁸. Puis ils mesurent la BRDF de la surface non rayée qu'ils comparent à la même mesure faite sur la surface rayée (en éclairant parallèlement à la rayure). Les résultats des mesures sont présentés sur la FIGURE 111.

⁷⁸. Dans ces conditions, ils obtiennent des rayures d'environ $500\mu\text{m}$ de largeur. Ils travaillent donc à une échelle légèrement supérieure à celle de nos essais présentés dans le chapitre 3, avec un indenteur sphéro-conique de rayon $R = 100\mu\text{m}$.

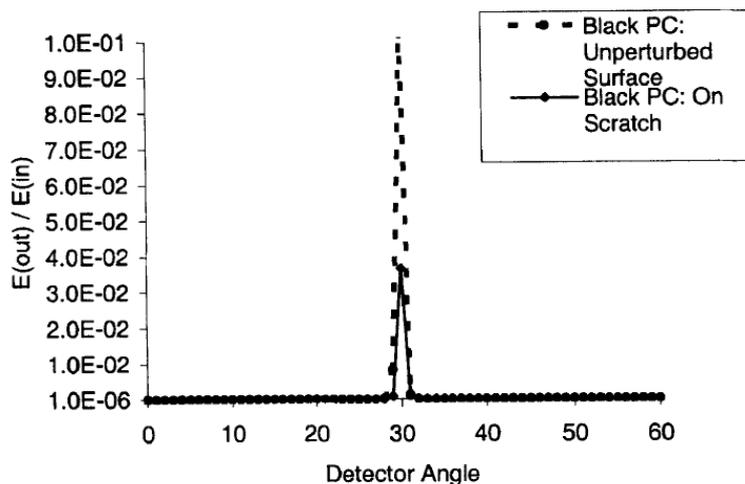


FIGURE 111 – Comparaison de la BRDF mesurée sur polycarbonate non rayé et rayé. D'après [92].

On voit que la rayure modifie largement la BRDF de la surface. Autrement dit, elle modifie la façon dont la surface diffuse la lumière dans l'espace. Il est à noter que la hauteur de la BRDF diminue alors que sa largeur reste la même. Cela est dû au fait que la rayure est éclairée parallèlement : les pentes du sillon diffusent la lumière latéralement et ne modifient donc pas la largeur de la BRDF dans le plan spéculaire. Nous utiliserons dans ce chapitre la même méthode pour caractériser l'influence des rayures sur les propriétés optiques des matériaux.

Hamdi et al. [93] étudient l'influence visuelle d'une rayure suivant la brillance (avant rayure) du matériau. Ils effectuent une rayure avec un indenteur sphérique de diamètre 1mm et une force croissante de 1N à 50N sur des échantillons de polypropylène de différentes couleurs et différents niveaux de brillance. Puis, la force normale à partir de laquelle la rayure devient visible est caractérisée de deux manières : premièrement, par un logiciel prévu à cet effet ("Autodetermination of Scratch Visibility") dont le principe est détaillé dans [89] et deuxièmement par un panel de 3 personnes. Les résultats sont présentés sur la FIGURE 112.

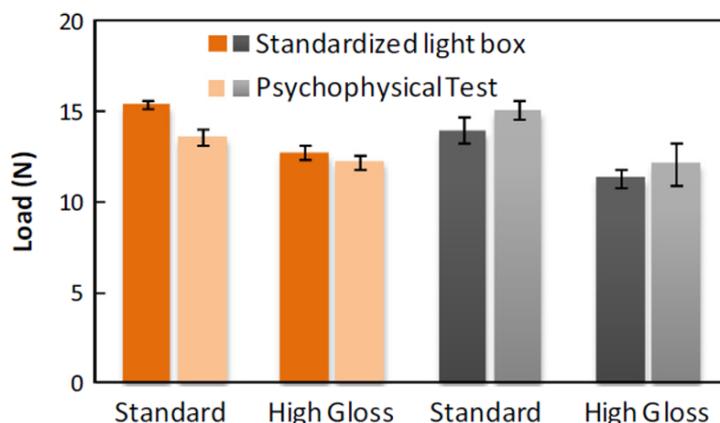


FIGURE 112 – Force normale à partir de laquelle une rayure devient visible en fonction de la brillance du matériau. Essais réalisés sur un matériau beige (barres oranges) et noir (barres grises). D’après [93].

Pour les deux couleurs, la rayure devient visible plus tôt sur les échantillons brillants. Ils en concluent que la résistance à la rayure (du point de vue visuel) est plus faible sur des échantillons brillants. En revanche, on voit que pour une brillance donnée, la visibilité des rayures est quasiment indépendante de la couleur du matériau.

5.2.4 Influence de la texture du matériau

Dans le même article [93], les auteurs étudient l’influence d’une texturation sur la visibilité des rayures. Les essais sont effectués dans les mêmes conditions que ceux de la FIGURE 112 (échantillons de polypropylène rayés par un indenteur sphérique de diamètre 1mm et une charge croissante allant de 1N à 50N). La texture correspond à un motif de "peau d’animal" mais n’est pas plus détaillée dans l’article. De plus, ils lubrifient le matériau (échantillon B de la FIGURE 113) pour obtenir une rayure moins sévère. Les résultats sont présentés sur la FIGURE 113.

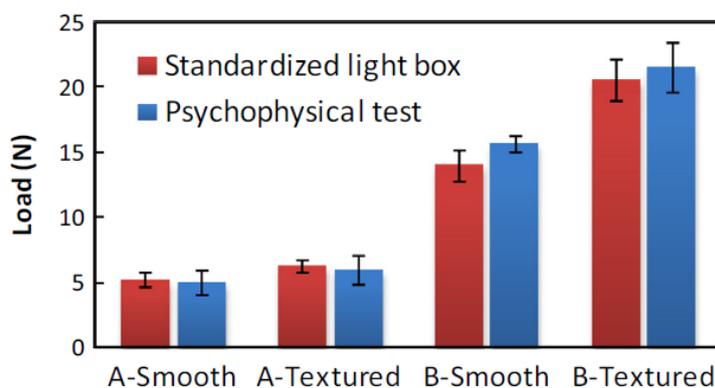


FIGURE 113 – Force normale à partir de laquelle une rayure devient visible en fonction de la texture du matériau. Essais réalisés sur des matériaux non-lubrifiés (A) et lubrifiés (B). D’après [93].

Pour les échantillons A comme pour les échantillons B, la résistance (visuelle) à la rayure est meilleure pour l’échantillon texturé. Il n’est pas étonnant que la résistance visuelle soit

meilleure sur l'échantillon lubrifié puisque le frottement y est plus faible et donc l'endommagement (mécanique) moins sévère [79].

Barr et al. [94] ainsi que Garmonal-Repiso et al. [95] observent exactement le même effet quant à l'influence de la texture sur la visibilité des rayures. La raison est la suivante : sur une surface texturée, la rugosité créée par la rayure est "noyée" dans la rugosité de la texture. Par conséquent, le contraste local induit par la rayure est quasiment nul et celle-ci est invisible.

Barr et al. [94] montrent également que, dans le cas d'une texture orientée, les rayures sont moins visibles quand elles sont faites parallèlement à cette texture. C'est ce que montre la FIGURE 114 sur laquelle on peut voir des photographies de rayures réalisées sur polypropylène chargé texturé, rayé par un indenteur sphérique de diamètre 1mm pour différentes forces normales. Les rayures faites parallèlement aux textures sont quasiment invisibles.

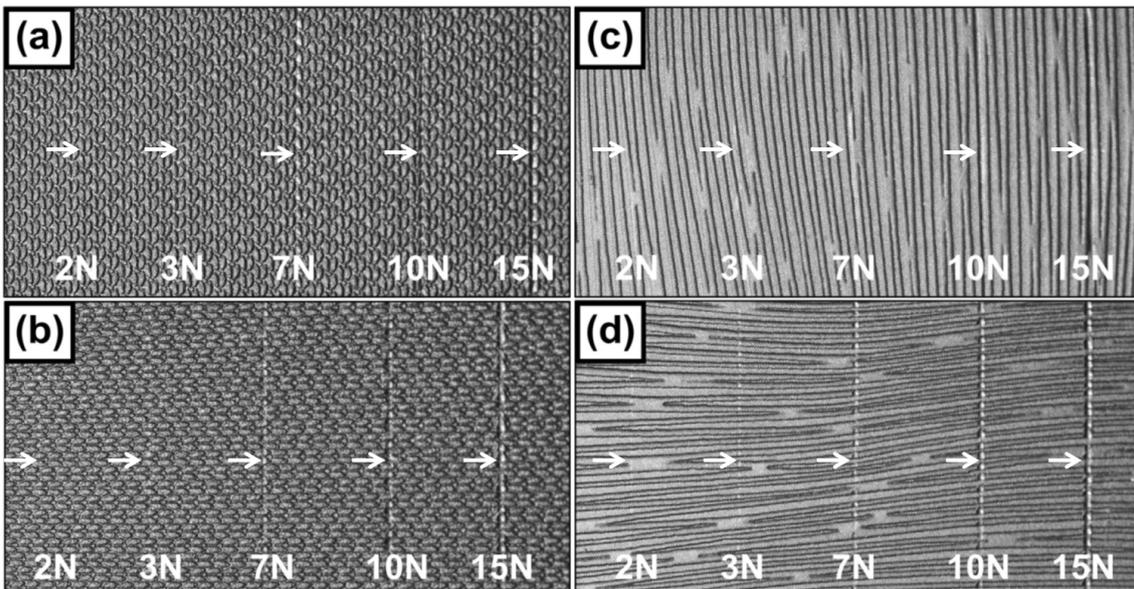


FIGURE 114 – Photographies des rayures faites sur polypropylène chargé sur lequel ont été appliquées deux texture différentes (à gauche et à droite). Rayures parallèles à la texture (en haut) et perpendiculaires (en bas). Les flèches blanches indiquent la position des rayures. D'après [94].

5.2.5 Le mar

Comme le soulignent Browning et al. [96], la définition du mar est ambiguë dans la littérature, et est utilisée pour parler de choses différentes. Pour certains, il correspond à la formation de très petites rayures invisibles à l'œil nu [97] [98] [99]. Pour d'autres, il correspond plus généralement à une modification de la topographie de surface impliquant un changement d'aspect visuel. Par exemple certaines études parlent de "mar" pour décrire le changement d'aspect après le passage d'un indenteur de grande dimension [93] [95] [96].

Gamonal-Repiso et al. [95] effectuent des tests de mar en sollicitant des surfaces texturées en polypropylène avec un disque de diamètre 16mm, d'épaisseur 1mm, et dont la courbure du bord fait 0,5mm. Ils font 20 "rayures" parallèles avec la tranche du disque, espacées de

0,5mm, pour différentes charges normales. Ils mesurent ensuite la rugosité et la brillance dans la zone sollicitée. Les résultats des tests effectués pour différentes charges et différentes textures (une texture fine et 3 textures "imitation cuir" différentes) sont présentés sur la FIGURE 115.

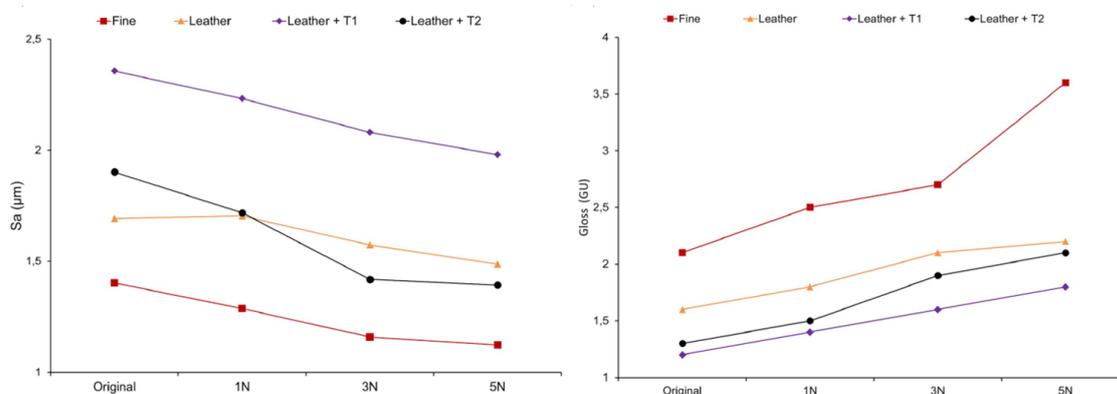


FIGURE 115 – Évolution de la rugosité (à gauche) et de la brillance (à droite) en fonction de la charge appliquée au disque, pour les différentes textures. D'après [95].

Ils montrent ainsi que le test fait diminuer la rugosité de l'échantillon et, en conséquence, fait augmenter sa brillance. Ce résultat est donc contraire aux observations de Hara et al. [90] (FIGURE 107), qui notent une diminution de la brillance avec la création de rayures. Pour bien comprendre cette évolution, ils observent la surface testée au microscope électronique à balayage, et la comparent à la surface non sollicitée. Ils montrent ainsi que, durant l'essai, les aspérités ont été "enfoncées" plastiquement dans le matériau, d'où une diminution de la rugosité (FIGURE 116) et donc une augmentation de la brillance.

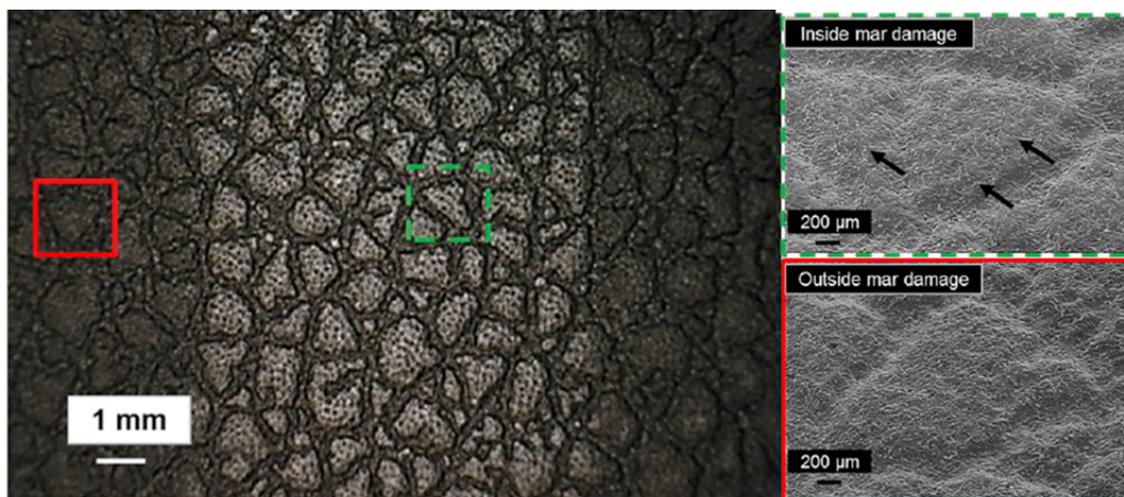


FIGURE 116 – Observation au MEB de la zone sollicitée (en vert) et non sollicitée (en rouge). Les flèches noires montrent les endroits où les aspérités ont été enfoncées plastiquement. D'après [95].

5.2.6 Liens avec les travaux effectués dans ce travail de thèse

Les différents travaux présentés dans cette partie bibliographique mettent en évidence les paramètres ayant une influence sur la visibilité des rayures. Premièrement, le régime de

rayure (ductile ou fragile). Nous commencerons donc par étudier la visibilité des rayures pour les différents régimes observés sur notre matériau (ceux détaillés dans le chapitre 3 : ductile et les trois mécanismes de fissuration). Deuxièmement, nous étudierons l'influence de la morphologie des rayures (profondeur et largeur du sillon résiduel, forme des bourrelets) sur leur visibilité. Cette influence étant purement géométrique (cela dépend de la direction dans laquelle la surface réfléchit la lumière localement), nous proposons ici d'appliquer le modèle de BRDF établi dans le chapitre 1 pour analyser la visibilité des rayures. Comme le montre la littérature, la visibilité des rayures est souvent une question de contraste avec la brillance initiale du matériau. A nouveau, le modèle de BRDF permet d'expliquer cela en caractérisant l'évolution du profil de diffusion de lumière suivant la brillance initiale des matériaux. La principale nouveauté de ce chapitre est donc de relier quantitativement l'évolution de la rugosité de l'échantillon, avec les rayures, au profil de diffusion de lumière du matériau via un modèle de BRDF basé sur les lois de l'optique géométrique. Cela permet de généraliser certaines conclusions d'études antérieures.

La bibliographie montre que la visibilité des rayures dépend également de la couleur de l'échantillon et de sa texture. Cela n'a pas été abordé dans ce travail de thèse, mais ces questions constituent des sujets intéressants pour des travaux ultérieurs.

5.3 Visibilité des micro-rayures (indenteur de $100\mu m$)

Dans le chapitre 3, nous avons proposé une analyse mécanique de l'essai de rayure réalisé sur PVC revêtu avec un indenteur sphérique de rayon $100\mu m$. 5 régimes ont été observés dans l'ordre croissant de force normale : déformation élastique, déformation élastoplastique, et trois mécanismes de fissuration. Toutefois, une composante n'a pas été analysée : leur visibilité. Dans cette partie, nous proposons d'étudier l'impact optique de chacun de ces mécanismes de fissuration. La méthode est la suivante : réaliser une dizaine de rayures parallèles, dans chacun des régimes (à l'exception du régime élastique bien sûr, pour lequel il n'y a pas de sillon résiduel), et caractériser optiquement les surfaces rayées au goniospectrophotomètre.

5.3.1 Rayures parallèles

10 rayures parallèles ont été réalisées sur le revêtement de sol hétérogène complet (avec toutes les couches de la FIGURE 2) au micro-visio-scratch, pour chaque régime de rayure. Le vernis déposé est le PU industriel chargé (le même que celui étudié dans le chapitre 3). Toutes les rayures ont une longueur de 1cm. Les essais ont été réalisés à $T = 23^\circ C$ et avec une vitesse de rayure $V = 30\mu m/s$. Les conditions spécifiques à chaque régime sont :

- Rayures ductiles : indenteur sphérico-conique ($R = 100\mu m$, $\theta = 30^\circ$). $F_N = 0,6N$. Les rayures sont espacées de $500\mu m$.
- Mécanisme 1 (fissures à 45° à l'arrière de l'indenteur) : indenteur sphérico-conique ($R = 250\mu m$, $\theta = 45^\circ$). $F_N = 5N$. Les rayures sont espacées de $1mm$.⁷⁹

⁷⁹. Nous n'avons pas réussi à établir un régime stationnaire suffisamment stable pour créer ce type de fissures avec l'indenteur de $100\mu m$ pendant tout l'essai. Soit les fissures arrêtaient d'apparaître après un certain temps, soit le mécanisme 2 apparaissait. C'est la raison pour laquelle nous avons utilisé l'indenteur de $250\mu m$ avec lequel ce mécanisme apparaît également. Bien sûr, la taille des sillons résiduels est différente mais cela ne nuit pas à l'analyse qualitative de la visibilité de chaque type de rayure proposée dans cette partie.

- Mécanisme 2 (déchirement du PU sous l'indenteur) : indenteur sphérico-conique ($R = 100\mu m$, $\theta = 30^\circ$). $F_N = 1,3N$. Les rayures sont espacées de $500\mu m$.⁸⁰
- Mécanisme 3 (fissures à l'avant de l'indenteur) : indenteur sphérico-conique ($R = 100\mu m$, $\theta = 30^\circ$). $F_N = 2N$. Les rayures sont espacées de $500\mu m$.⁸¹

5.3.2 Rayures résiduelles

Une photographie sur laquelle se trouve chaque série de rayures est présentée sur la FIGURE 117.

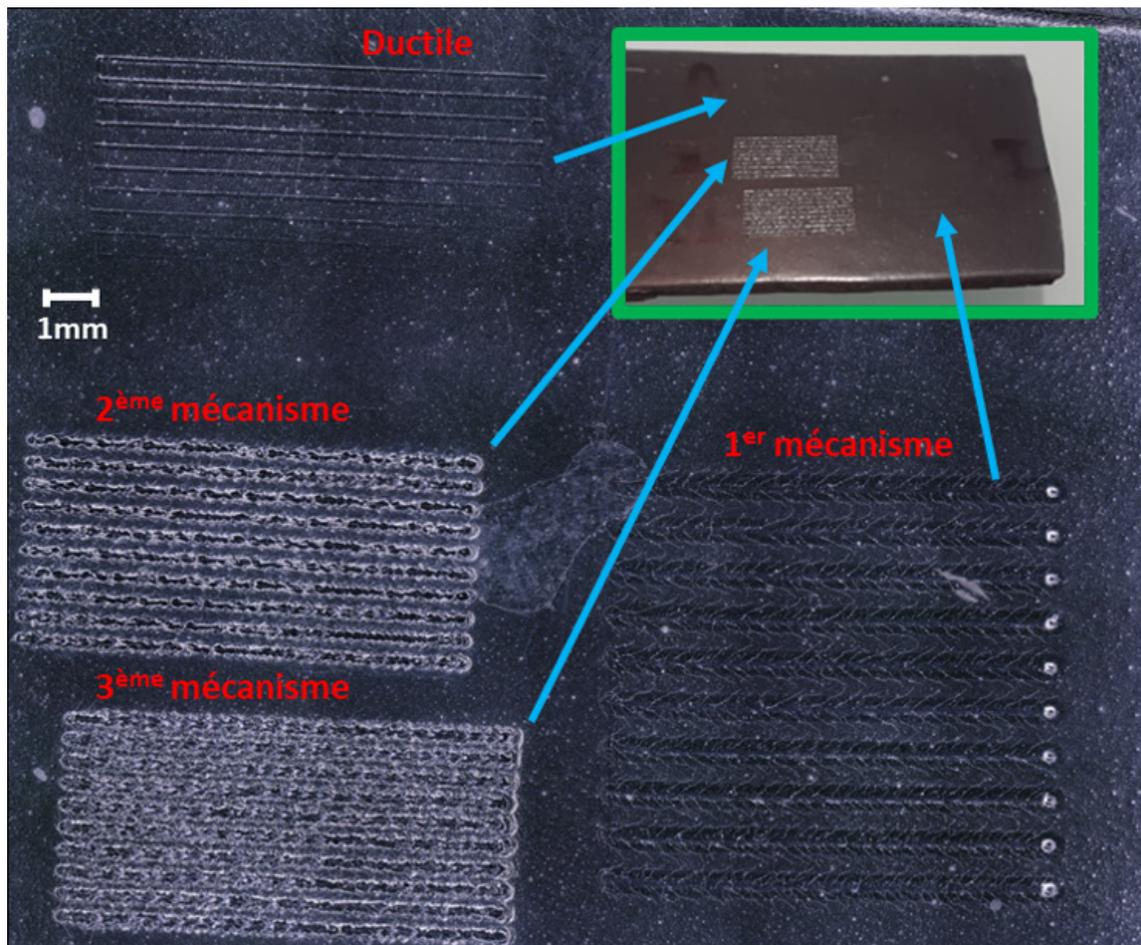


FIGURE 117 – Photographie prise au microscope des 4 séries de rayures, pour les différents régimes. L'encadré vert montre une photo du même échantillon prise sans microscope, plus représentative de son aspect visuel.

A l'oeil, les rayures ductiles et celles du premier mécanisme sont quasiment invisibles. En revanche celles des mécanismes 2 et 3 sont très visibles à cause du blanchiment qu'elles provoquent.

80. Comme nous l'avons vu dans le chapitre 3, le mécanisme 2 n'apparaît pas tout seul mais se superpose au mécanisme 1. On a donc ici la somme des mécanismes 1 et 2.

81. Même remarque que pour le mécanisme 2. Ici, nous avons la somme des mécanismes 1, 2 et 3.

5.3.3 Mesure des BRDF au goniospectrophotomètre

Afin de caractériser plus rigoureusement l'influence optique de chaque type de rayure, chaque zone a été caractérisée au goniospectrophotomètre 2D du CEMEF (cf paragraphe 2.2.4). Les mesures sont faites avec un angle d'incidence de 45° , en éclairant perpendiculairement à la direction des rayures. Pour rappel, la zone éclairée par l'appareil est une ellipse de petit axe 5mm. On éclaire donc entièrement chaque zone sans déborder sur la surface non rayée. Chaque mesure est faite 3 fois avec une bonne répétabilité⁸². Les résultats d'une mesure faite pour chaque série de rayures sont présentés sur la FIGURE 118.a. Les hauteurs moyennes des courbes et leur incertitude sont présentées sur la FIGURE 118.b.

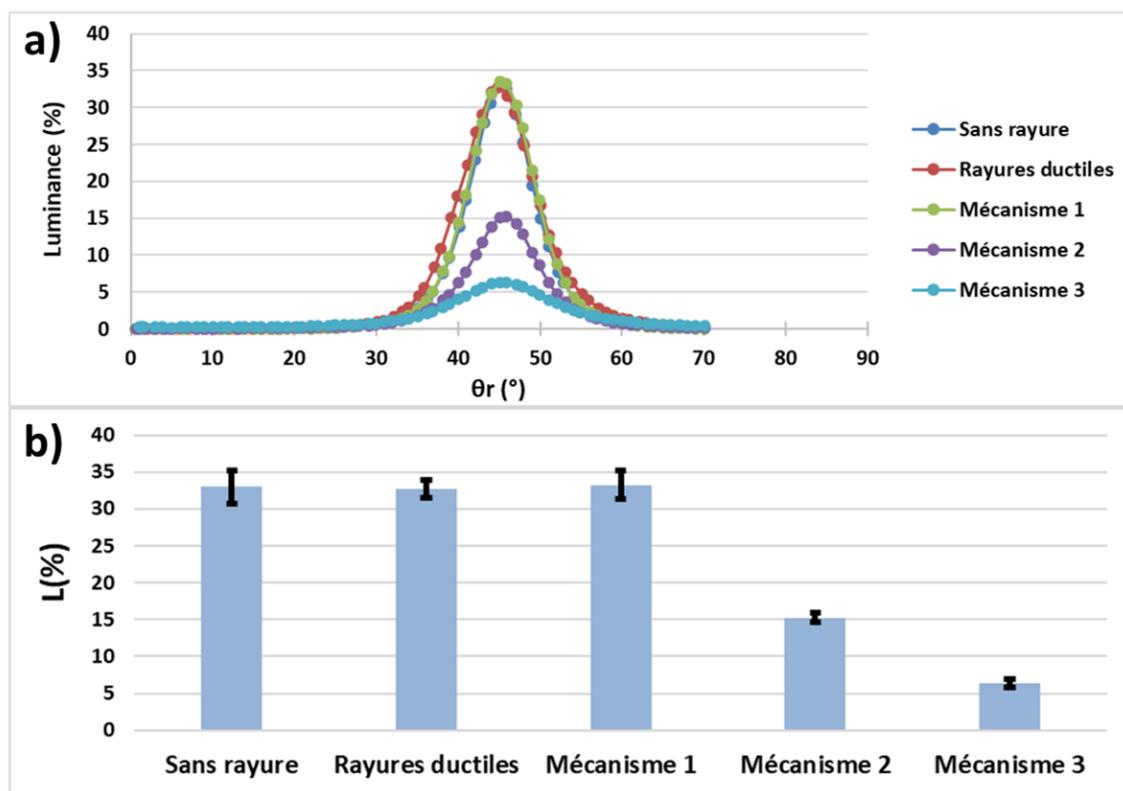


FIGURE 118 – Exemples de BRDF mesurées pour chaque régime de rayure (a). Hauteur moyenne des courbes et incertitude sur la mesure (b).

Les BRDF mesurées sur les rayures ductiles et celles du mécanisme 1 sont quasi-identiques à celle mesurée sur la surface non rayée, ce qui est cohérent avec le fait qu'elles soient quasiment invisibles à l'œil. Les BRDF des mécanismes 2 et 3 en revanche sont plus basses. En conséquence, le contraste qu'elles forment avec le reste de la surface est plus élevé et les rayures sont plus visibles.

5.3.4 Discussions

On peut s'étonner de la si faible visibilité des rayures ductiles. En effet, on peut s'attendre à ce que les pentes locales créées modifient la distribution des pentes de la rugosité et donc le profil de diffusion de la lumière. Comparons les pentes de la micro-rugosité à celles

⁸². La grande incertitude observée sur les échantillons brillants (cf paragraphe 2.5.3.3) ne s'applique pas ici car cet échantillon est relativement mat.

créées par la rayure. La rugosité mesurée au voisinage d'un sillon ductile est présentée sur la FIGURE 119.a. La FIGURE 119.b montre la distribution des pentes dans une zone comprenant la rayure (carré rose). La FIGURE 119.c montre la distribution des pentes dans une zone non rayée (carré jaune). On voit que ces deux distributions sont quasiment identiques. Autrement dit, le sillon ductile ne modifie pas la distribution des pentes. Pour comprendre cela, observons le profil de la FIGURE 119.d. Celui-ci a une profondeur de $2\mu\text{m}$ pour une demi-largeur d'environ $100\mu\text{m}$. Par conséquent, la pente créée par le sillon est de l'ordre de $2/100 = 0,02$. Or, la distribution des pentes de la FIGURE 119.c (surface non rayée) montre des pentes allant jusqu'à 0,2. Ainsi, les pentes créées par le sillon sont négligeables devant les pentes initialement présentes sur la surface (créées par les charges dans le vernis). La rayure est alors invisible (cf la photographie dans l'encadré vert de la FIGURE 117) car elle ne crée pas un contraste suffisant. Sur les matériaux brillants, la distribution des pentes serait plus fine (cf FIGURE 20). Si une rayure similaire y était faite, la pente de 0,02 ne serait plus "noyée" dans la rugosité intrinsèque de l'échantillon, et la rayure deviendrait visible. Ce raisonnement explique le résultat de la littérature selon lequel les rayures sont plus visibles sur des matériaux brillants [92] [93].

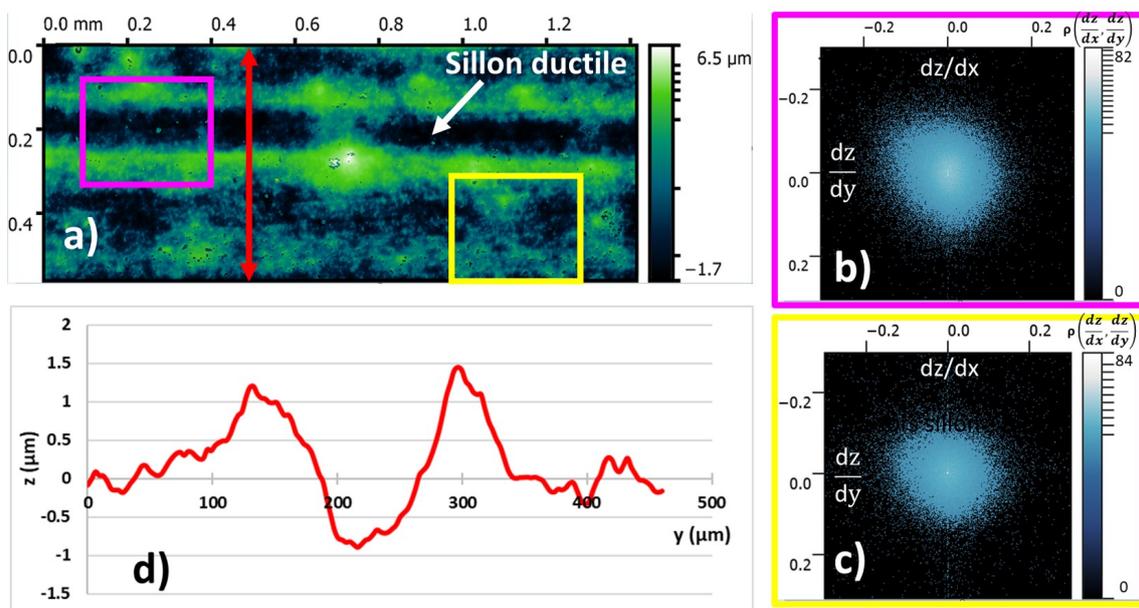


FIGURE 119 – Rugosité d'un sillon ductile (a). Distribution des pentes dans une zone comprenant la rayure (carré rose) (b). Distribution des pentes dans une zone non rayée (carré jaune) (c). Profil du sillon suivant le trait rouge (d).

Les rayures avec endommagement, quant à elles, sont visibles principalement à cause du blanchiment. Celui-ci est dû aux fissures qui diffusent la lumière. Concernant le mécanisme 1, on peut supposer que le réseau de fissures formé est trop peu dense pour diffuser suffisamment la lumière et la rayure reste invisible. D'autre part, ces fissures sont presque refermées après le passage de l'indenteur (cf la tomographie de la FIGURE 82), ce qui limite leur pouvoir diffusant. En effet, si l'ouverture résiduelle des fissures est inférieure à la longueur d'onde de la lumière, il est fort probable que celle-ci traverse les interfaces PU/air/PU sans interagir avec. Pour les mécanismes 2 et 3 en revanche, la densité des fissures est élevée et le blanchiment est important, créant un fort contraste avec le matériau noir. De plus, les fissures restent ouvertes (cf FIGURE 82). La lumière est donc réfractée

aux interfaces PU/air/PU, d'où une diffusion importante. Toutefois, l'interprétation de la diffusion de surfaces fissurées via le modèle développé dans le chapitre 1 est impossible pour deux raisons :

1. Le modèle ne permet pas de tenir compte des réflexions dans le volume par les fissures. Il ne prend en compte que les pentes de l'extrême surface du matériau.
2. Quand bien même le modèle serait modifié pour prendre en compte ces diffusions, la microscopie confocale ne permettrait pas de mesurer la structure des fissures. En effet, la FIGURE 120 montre une mesure réalisée sur une rayure avec le mécanisme 3. Dans les zones noires, l'appareil ne mesure rien car le signal réfléchi est trop faible.

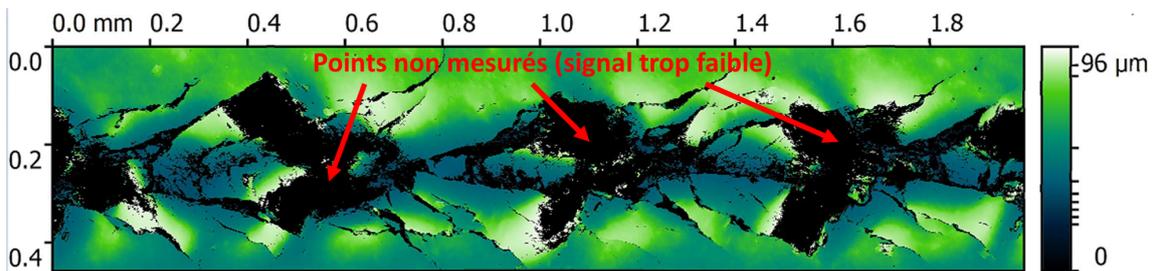


FIGURE 120 – Rugosité mesurée sur une rayure avec mécanisme 3. Dans les zones noires, le signal réfléchi est trop faible et l'appareil ne mesure rien.

Une possibilité serait de mesurer la structure des fissures par micro-tomographie, et modifier le modèle pour prendre en compte la diffusion par celles-ci (pentes négatives, multi-réflexions et réfractions aux interfaces PU/air et air/PU des fissures).

5.4 Application du modèle de BRDF à la visibilité des nano-rayures (indenteur de $2\mu m$)

Dans la partie précédente la visibilité des "grosses rayures" (indenteur de $100\mu m$) a été étudiée. Dans cette partie, nous proposons d'étudier la visibilité des rayures à l'échelle inférieure (indenteur de $2\mu m$). Des rayures parallèles sont étudiées, puis le modèle d'optique est appliqué pour comparer la diffusion du matériau avant et après rayure.

5.4.1 Rayures parallèles

Trois matériaux ayant la structure complète d'un revêtement de sol hétérogène (cf FIGURE 2) revêtus par $20\mu m$ de PU sont étudiés. La formulation de PU est différente sur chacun. L'objectif est d'obtenir un échantillon très brillant (échantillon A : PU sans charges, $Sa = 0,07\mu m$, $gloss(60^\circ) = 88$), un échantillon semi brillant (échantillon B : PU chargé, $Sa = 0,45\mu m$, $gloss(60^\circ) = 28$) et un échantillon mat (échantillon C : PU réticulé par un procédé de réticulation différent, $Sa = 1,6\mu m$, $gloss(60^\circ) = 3$).

Sur chaque matériau, 50 rayures parallèles sont réalisées dans les mêmes conditions :

- Indenteur : sphérico-conique, $R = 2,1\mu m$, $\theta = 45^\circ$
- $F_N = 100mN$
- Espacement entre chaque rayure : $100\mu m$
- $V = 17\mu m/s$
- $T = 23^\circ C$

5.4.2 Visibilité à l'oeil

La FIGURE 121 montre une photographie des trois échantillons rayés. A l'oeil, les rayures sont très visibles sur le PU brillant. Elles le sont beaucoup moins sur le PU semi-brillant et deviennent quasiment invisibles sur le PU mat.



FIGURE 121 – Photographies des échantillons A (brillant), B (semi-brillant) et C (mat) rayés. Les flèches rouges montrent la position des zones rayées.

5.4.3 Morphologie des rayures formées

Les rayures résiduelles ont été observées au microscope. Les photographies sont présentées sur les figures 122, 123 et 124.

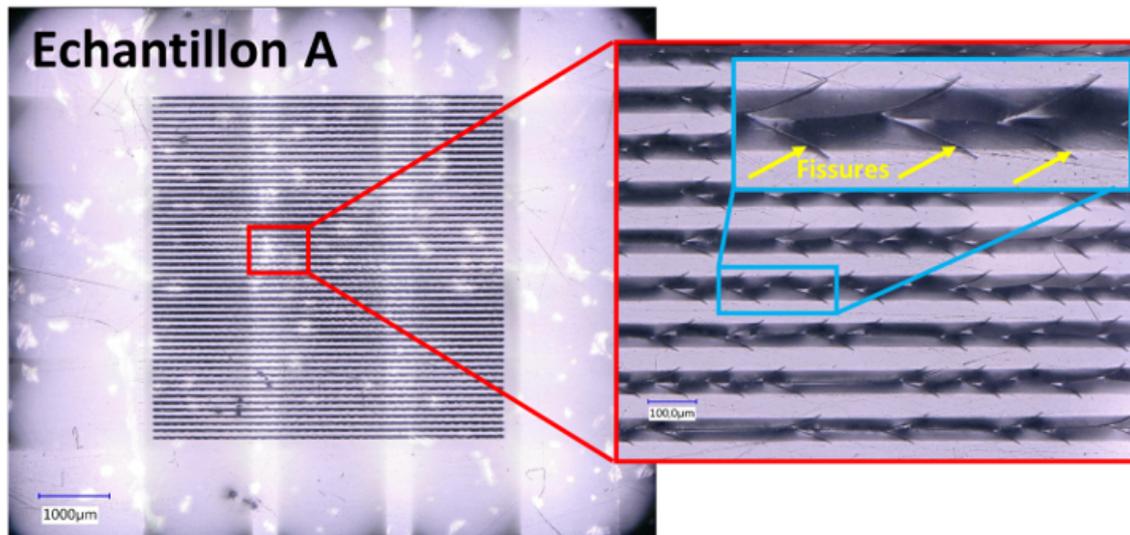


FIGURE 122 – Échantillon A : photographies prises au microscope montrant des rayures résiduelles.

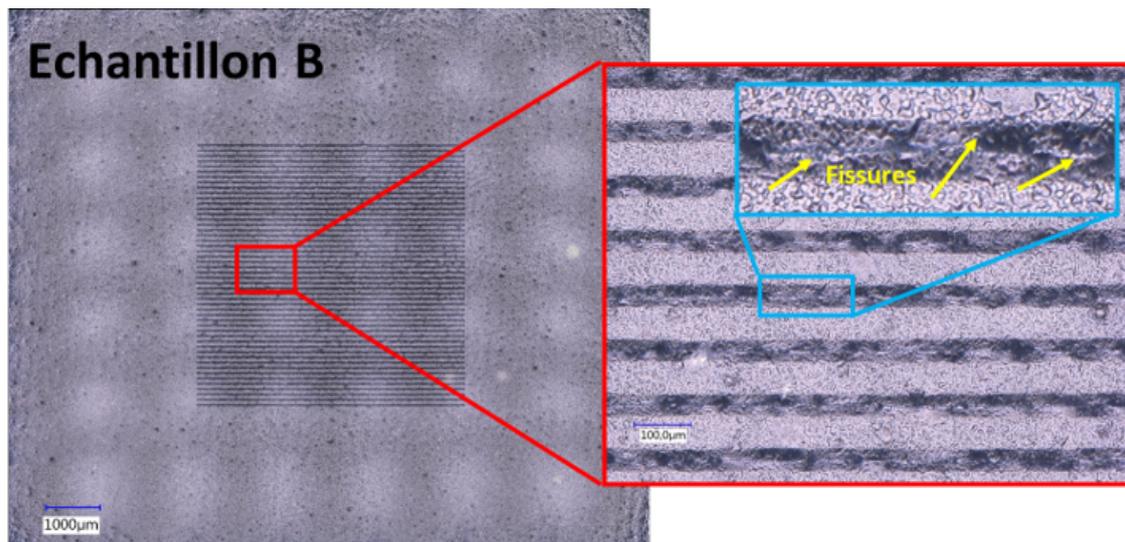


FIGURE 123 – Échantillon B : photographies prises au microscope montrant des rayures résiduelles.

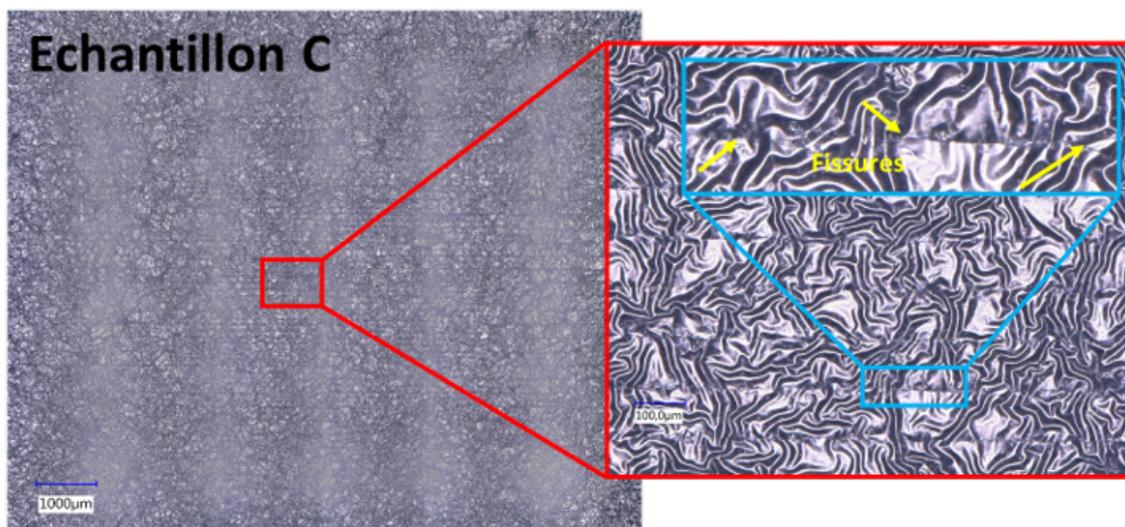


FIGURE 124 – Échantillon C : photographies prises au microscope montrant des rayures résiduelles.

Même au microscope, les rayures sont beaucoup plus visibles sur l'échantillon A que sur les autres. Sur l'échantillon C, on ne les voit quasiment pas sans zoomer. On note également la formation de fissures sur les 3 échantillons. Ces fissures, presque identiques sur chaque échantillon, semblent être celles du mécanisme 2 (rupture sous l'indenteur, à l'interface). En effet, elles partent du centre du sillon puis dévient sur le côté.

5.4.4 Rugosité des échantillons

Afin d'interpréter ces différences de visibilité, la rugosité des échantillons a été mesurée avec et sans rayures. Puis, la distribution des pentes de chaque échantillon a été calculée.

Les résultats pour l'échantillon A (brillant) sont présentés sur la FIGURE 125. La distribution des pentes de l'échantillon non rayé est fine et isotrope. Celle de l'échantillon A rayé en revanche est très différente. Elle est beaucoup plus large suivant dz/dy , et de fait, anisotrope. Les rayures à cette échelle, sur ce matériau, ont donc une influence considérable sur la distribution des pentes. Par ailleurs, on observe deux "pics" sur la droite de la distribution des pentes (flèches rouges de la FIGURE 125) . Ils correspondent aux pentes induites par les fissures.

La distribution des pentes de l'échantillon B non rayé (FIGURE 126) est plus large que celle de l'échantillon A non rayé mais est toujours isotrope. L'échantillon B rayé présente également une distribution des pentes anisotrope. Sur ce matériau, les rayures ont donc aussi une influence non négligeable sur la distribution des pentes. Sur cet échantillon, les fissures créent également deux "pics" sur la droite de la distribution des pentes (flèches rouges de la FIGURE 126).

La distribution des pentes de l'échantillon C non rayé (FIGURE 127) est plus large que celle des échantillons A et B non rayés. Elle est également isotrope. En revanche, contrairement aux échantillons A et B, la distribution des pentes de l'échantillon C rayé est quasiment identique à celle de l'échantillon non rayé.

Sur les échantillons A en B, les pentes créées par les rayures sont plus grandes que celles initialement présentes sur la surface. Par conséquent, la distribution des pentes est largement modifiée par les rayures. Sur l'échantillon C en revanche, les pentes créées par les rayures sont du même ordre de grandeur que celles initialement présentes sur la surface. Pour illustrer cela, un profil (perpendiculaire aux rayures) comprenant 5 rayures est présenté sur la FIGURE 128. On voit que les rayures de l'échantillon C sont "noyées" dans la rugosité de l'échantillon.

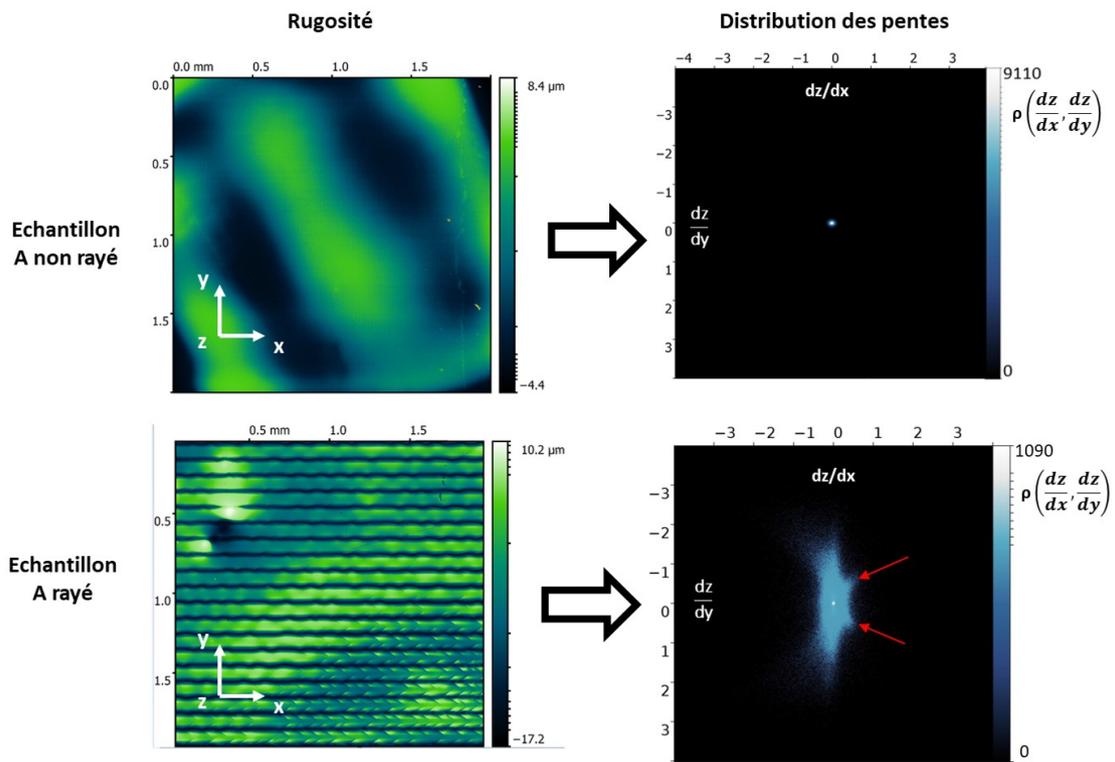


FIGURE 125 – Echantillon A (brillant) : rugosité mesurée et distribution des pentes pour l'échantillon non rayé (en haut) et rayé (en bas). Les flèches rouges montrent les pentes induites par les fissures.

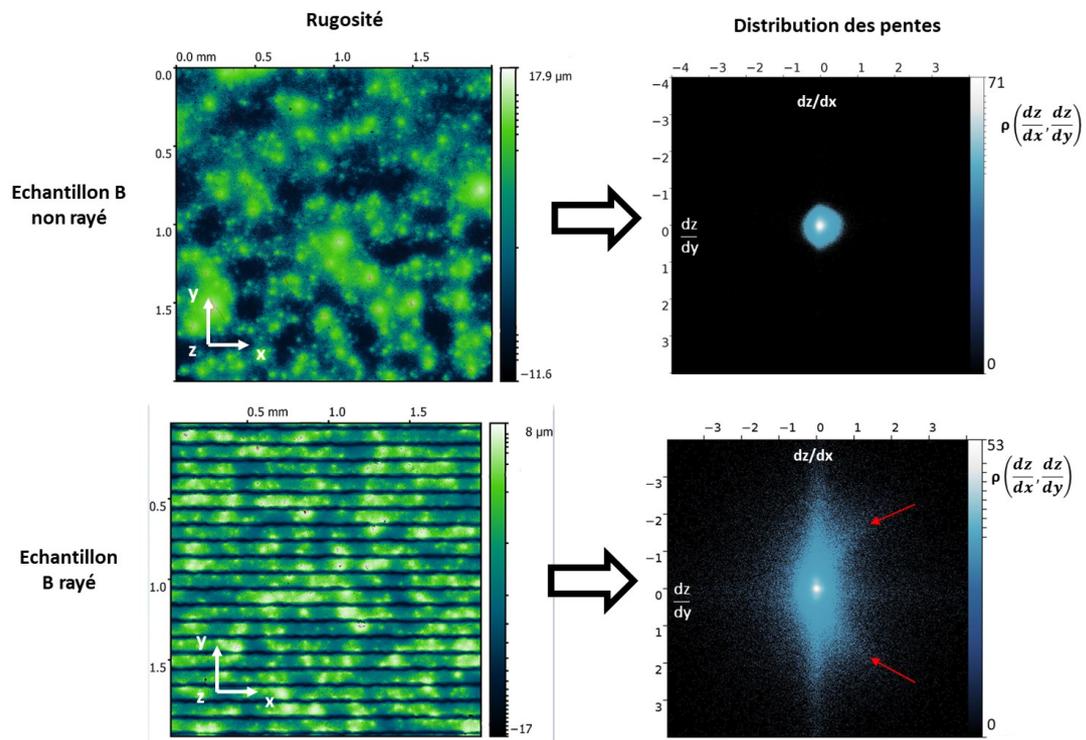


FIGURE 126 – Echantillon B (semi-brillant) : rugosité mesurée et distribution des pentes pour l'échantillon non rayé (en haut) et rayé (en bas). Les flèches rouges montrent les pentes induites par les fissures.

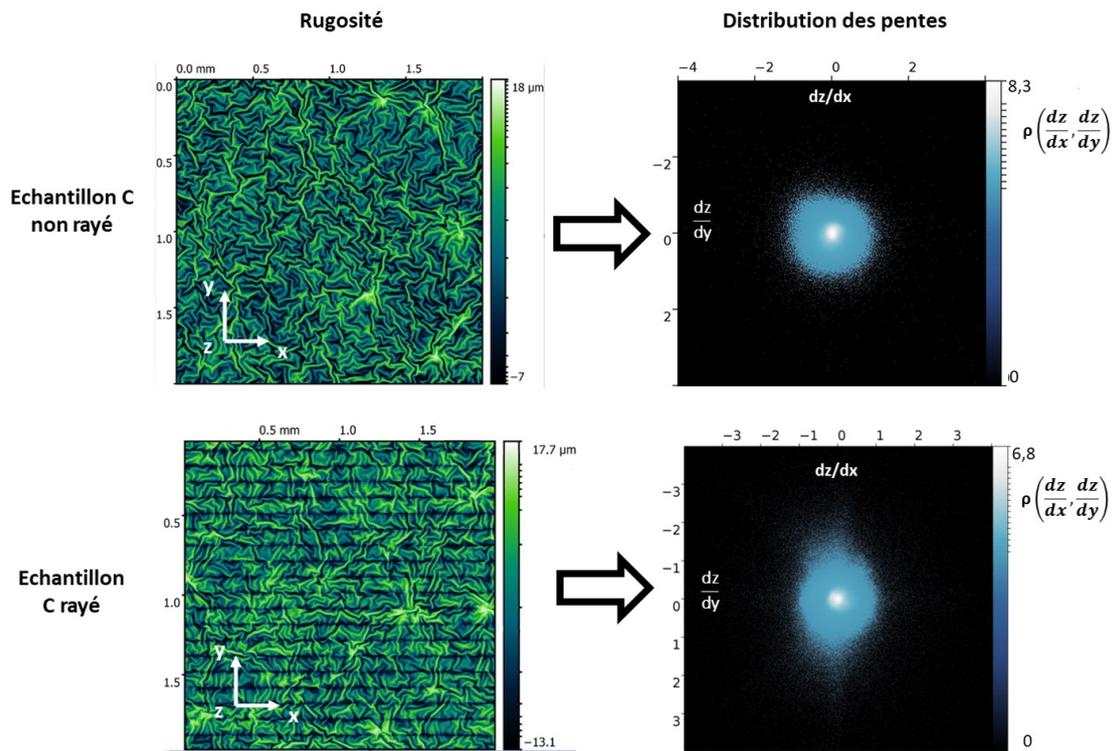


FIGURE 127 – Échantillon C (mat) : rugosité mesurée et distribution des pentes pour l'échantillon non rayé (en haut) et rayé (en bas).

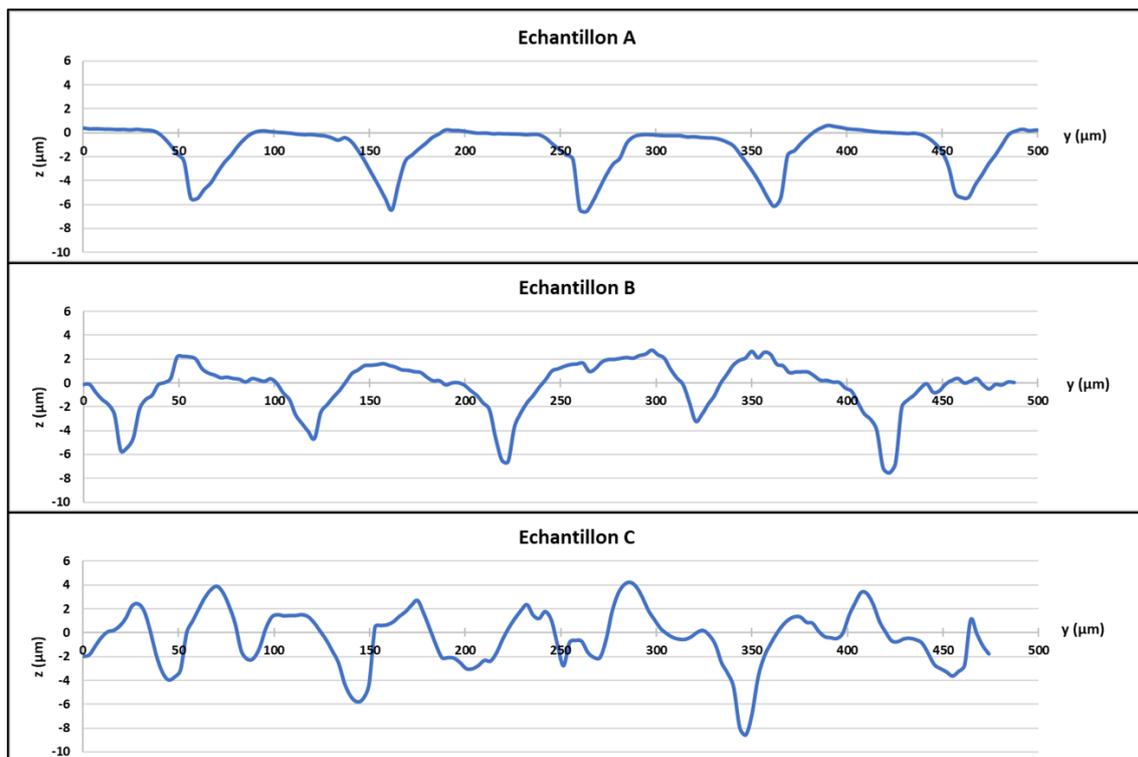


FIGURE 128 – Profil perpendiculaire aux rayures, comprenant 5 rayures sur l'échantillon A (en haut), B (au milieu) et C (en bas).

5.4.5 Différence optique... ou mécanique ?

Ces résultats montrent clairement l'influence de la formulation du vernis sur la visibilité des rayures. Toutefois, une question reste en suspens : cette différence vient-elle uniquement d'un effet de contraste avec la brillance du matériau au voisinage des rayures ou y a-t-il également un effet mécanique ? En effet, les vernis étant différents, il n'est pas exclu que les sillons résiduels (et donc les pentes qu'ils induisent) soient sensiblement différents sur les échantillons A, B et C. La FIGURE 128 semble éliminer cette possibilité en montrant des sillons de taille et profondeurs comparables. Toutefois, puisque les rayures sont "noyées" dans la rugosité de l'échantillon C, il est difficile de l'affirmer avec certitude.

Afin "d'éliminer" la rugosité de l'échantillon et d'observer uniquement le sillon, il est possible de moyenner un profil sur une certaine largeur. Un profil moyenné ainsi sur chaque échantillon est présenté sur la FIGURE 129.

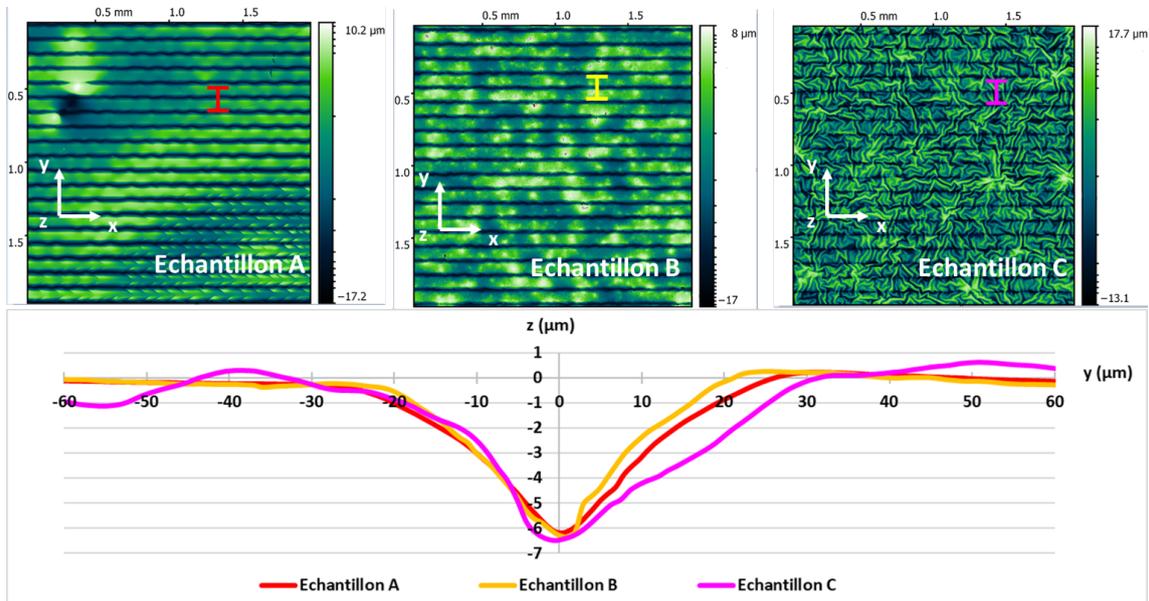


FIGURE 129 – Profil d'un sillon résiduel sur chaque échantillon. Les profils ont été moyennés le long des segments rouge, jaune et rose pour éliminer la rugosité du profil et ne garder que le sillon de la rayure.

Les sillons sur les différents échantillons ont la même profondeur et, à peu de chose près, la même largeur. Autrement dit, ils ont environ les mêmes pentes et influencent donc la distribution des pentes de la même manière. On peut alors affirmer que les différences visuelles (FIGURE 121) observées entre les échantillons sont uniquement dues à une différence de contraste avec le reste de la surface et non à une différence de diffusion par chaque sillon. Il s'agit bien d'une différence optique uniquement et non mécanique.

5.4.6 Calcul de la BRDF

A partir des distributions des pentes, nous pouvons calculer les BRDF pour chaque échantillon (rayé et non rayé), en suivant la méthode développée dans le chapitre 2. L'objectif est de montrer comment les rayures influencent la BRDF pour chaque échantillon. Les calculs sont réalisés dans les conditions suivantes : $\theta_R = 45^\circ$, $\phi_R = 0^\circ$ (éclairage perpendiculaire aux rayures) et $n_{PU} = 1,55$.

Les résultats (BRDF tracées dans le plan spéculaire) sont présentés sur la FIGURE 130.

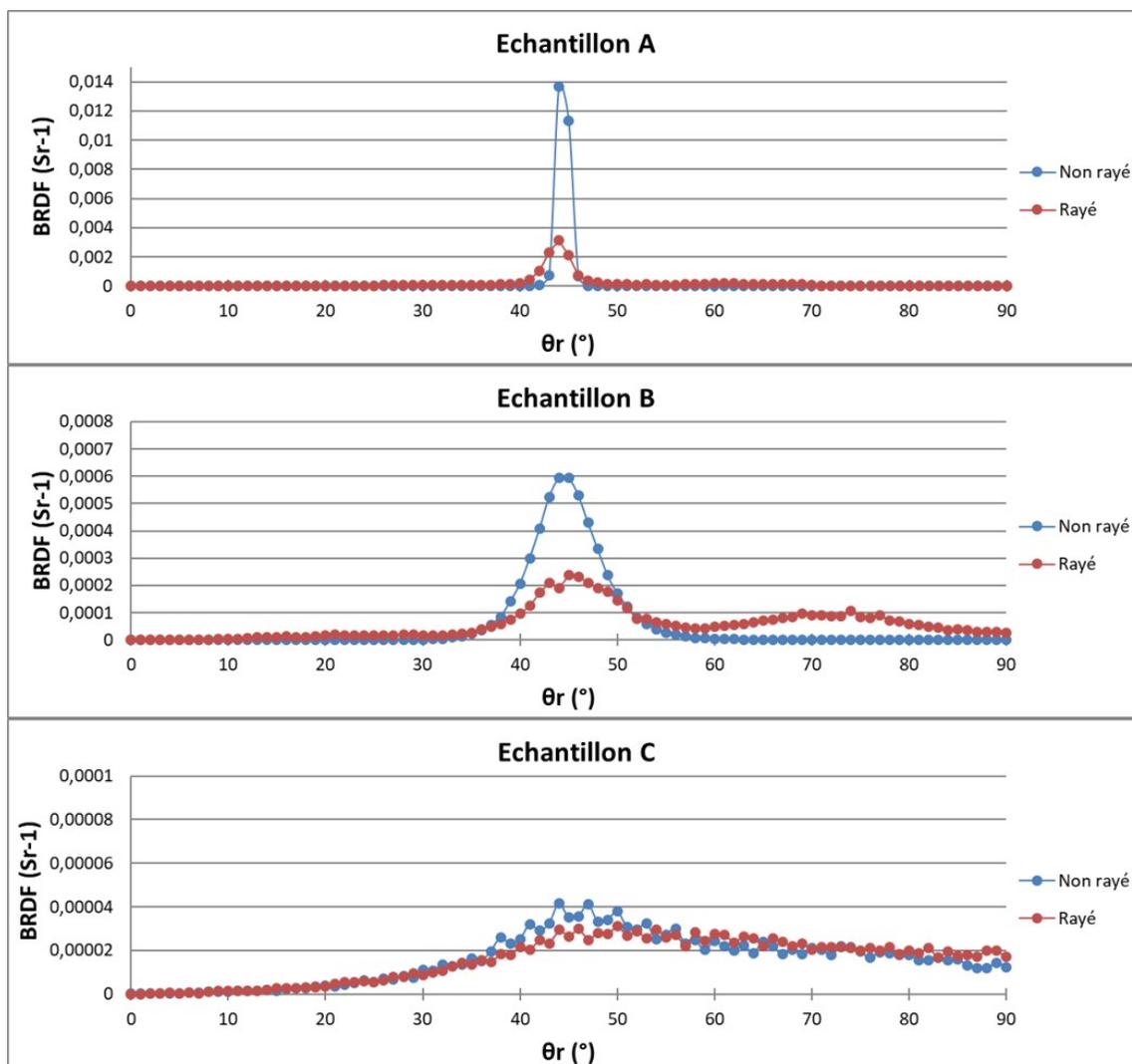


FIGURE 130 – BRDF calculées pour les échantillons A, B et C, rayés et non rayés. Les courbes présentées sont des coupes dans le plan spéculaire. Calculs faits pour $\theta_i = 45^\circ$, $\phi_i = 0^\circ$ (perpendiculairement aux rayures) et $n_{PU} = 1,55$.

- Échantillon A : la BRDF est haute et fine pour l'échantillon non rayé. Celle de l'échantillon rayé est beaucoup plus basse et sensiblement plus large. L'effet des rayures sur la BRDF est donc très marqué.
- Échantillon B : l'effet des rayures sur la BRDF est également marqué. Toutefois, cet effet est moins prononcé que sur l'échantillon A. On note un second pic pour $\theta_R = 75^\circ$. A première vue, on pourrait penser qu'il s'agit de la direction spéculaire propre aux pentes du sillon. Toutefois, si c'était le cas, nous devrions également observer ce pic sur l'échantillon A dont les sillons ont à peu près la même largeur et hauteur (cf FIGURE 128), et donc la même pente. Par ailleurs, toujours dans cette hypothèse, nous devrions observer un autre pic pour $\theta_r < 45^\circ$ lié au second bord du sillon. Puisque ce n'est pas le cas, ce second pic observé sur l'échantillon B reste inexpliqué.
- Échantillon C : l'influence des rayures sur la BRDF est marginale. La BRDF de

l'échantillon rayé et celle de l'échantillon non rayé sont quasiment identiques.

5.4.7 Mesure de la BRDF au goniospectrophotomètre

Afin d'appuyer expérimentalement les résultats des calculs, les BRDF des échantillons A, B et C, rayés et non rayés, ont été mesurées sur le goniospectrophotomètre 2D du CEMEF. Les mesures ont été faites avec un angle d'incidence $\theta_i = 45^\circ$ et en éclairant les échantillons rayés perpendiculairement aux rayures. Les résultats sont présentés sur la FIGURE 131.

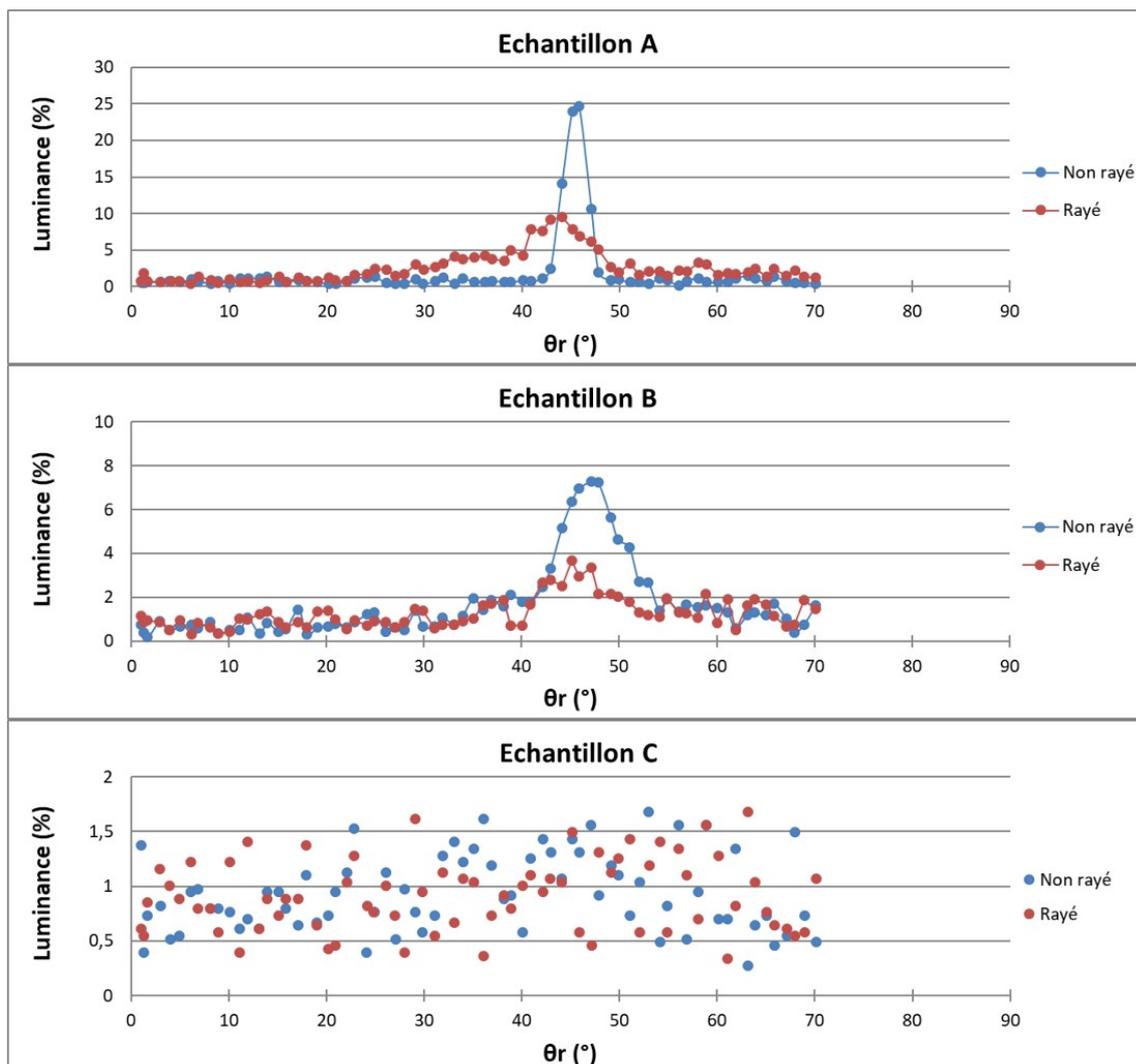


FIGURE 131 – BRDF mesurées dans le plan spéculaire pour les échantillons A, B et C, rayés et non rayés. Mesures faites avec un éclairage perpendiculaire aux rayures pour $\theta_i = 45^\circ$.

- Échantillon A : les mesures sont cohérentes avec les calculs. On retrouve une BRDF plus haute et plus fine pour l'échantillon rayé que pour celui non rayé.
- Échantillon B : pour cet échantillon également, les mesures sont cohérentes avec les calculs. La BRDF de l'échantillon rayé est plus basse et plus large que pour l'échantillon non rayé, et cet écart est plus faible que pour l'échantillon A.
- Échantillon C : les BRDF mesurées pour l'échantillon rayé et non rayé sont iden-

tiques. Toutefois, les nuages de points observés invitent à la prudence. Ils laissent entendre que la mesure n'est que du bruit. Il semblerait que l'échantillon est si mat que la quantité de lumière réfléchie dans une direction donnée est inférieure au seuil de détection du capteur.

5.4.8 Critère de visibilité

La visibilité des rayures dépend du contraste entre la zone rayée et le reste de la surface. Il est alors possible de la quantifier par le rapport entre la hauteur de la BRDF de la surface non rayée et rayée. Tout d'abord, ce rapport peut être établi à partir de mesures par goniospectrophotométrie (comme l'ont fait Rangarajan et al. [92]). Cependant, le goniospectrophotomètre n'est pas un appareil qu'on trouve couramment dans un laboratoire de mécanique/tribologie. Il est alors possible de déterminer ce rapport via les BRDF calculées à partir des mesures de rugosité (on trouve un rugosimètre dans tous les laboratoires de tribologie, et même plus largement). Ainsi, la visibilité des rayures est quantifiable sans caractérisation optique. Comme le montre la FIGURE 132, le rapport entre la hauteur de la BRDF de la surface rayée et non rayée correspond très bien au perçu visuel (les rayures de l'échantillon A sont plus visibles que celles de l'échantillon B qui sont elles-mêmes plus visibles que celles de l'échantillon C). Plus ce rapport est grand, plus les rayures sont visibles. Les rapports des valeurs mesurées sont plus faibles que les rapports issus des calculs pour les trois échantillons. C'est parce que ces rapports ne correspondent pas exactement à la même grandeur : dans le cas du modèle, c'est un rapport de "vraies" BRDF (i.e. un rapport entre hauteurs de fonctions de distribution). Dans le cas des mesures, c'est un rapport de luminances (i.e. de BRDF intégrées sur l'ouverture angulaire du capteur). Il n'est donc pas étonnant que les valeurs soient différentes. Toutefois, les résultats sont qualitativement identiques et mènent à la même conclusion.

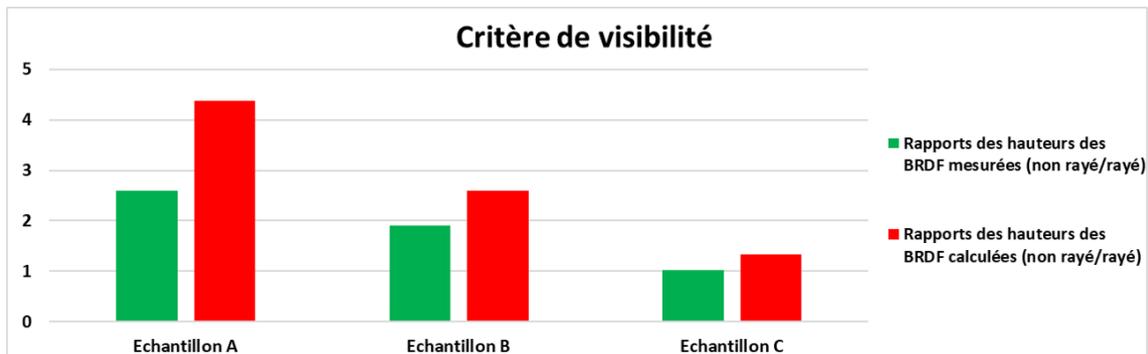


FIGURE 132 – Critère de visibilité des rayures : rapport entre la hauteur de la BRDF de la surface non rayée et rayée pour les trois échantillons. Rapport entre les hauteurs mesurées (barres vertes) et calculées (barres rouges).

5.5 Conclusions

Dans ce chapitre, la visibilité des rayures a été étudiée en réalisant des rayures parallèles puis en étudiant leur influence sur la diffusion de la lumière. Ces expériences ont été réalisées à deux échelles.

Premièrement, des "grosses" rayures ont été faites avec un indenteur de rayon $100\mu\text{m}$. Suivant la force normale imposée à l'indenteur, différents modes de rayures sont obser-

vés. Il en ressort que les rayures ductiles sont quasiment invisibles car les pentes locales du sillon résiduel sont inférieures aux pentes locales de la rugosité initiale du matériau. Sur un échantillon plus lisse (et donc plus brillant), les pentes locales du sillon seraient plus grandes que celles de la rugosité et les rayures seraient plus visibles. Pour des chargements plus importants, des fissures sont formées. Ces fissures diffusent la lumière et provoquent un blanchiment du matériau. Le revêtement étant noir, ce blanchiment crée un fort contraste avec les zones non rayées.

Deuxièmement, des rayures plus fines ont été réalisées avec un indenteur de rayon $2\mu m$ sur 3 échantillons : un brillant, un semi-brillant et un mat. Les rayures sont d'autant plus visibles à l'œil que le matériau est brillant. Cela s'explique par l'influence des rayures sur la distribution des pentes. Sur l'échantillon brillant (et donc lisse), les rayures modifient beaucoup la distribution des pentes. Il apparaît alors un contraste de brillance important entre la zone rayée et le reste du matériau. À l'inverse, sur l'échantillon mat (et donc rugueux), la rugosité créée par les rayures est "noyée" dans celle du matériau. Le contraste est alors marginal et les rayures sont invisibles. Cette visibilité peut être quantifiée en calculant la BRDF à partir des distributions des pentes. Il a été montré que le rapport entre la BRDF de la zone non rayée et celle de la zone rayée correspond bien à la visibilité des rayures : plus ce rapport est grand, plus les rayures sont visibles. Ce rapport peut également être établi expérimentalement par goniospectrophotométrie et mène aux mêmes conclusions.

À l'issue de ces travaux, différentes questions concernant la visibilité des rayures restent en suspens :

- Qu'est est-il du mar ? Comme cela a été abordé dans la partie bibliographie, la rayure d'un matériau par une aspérité de grande taille ($>1mm$) peut également modifier son aspect visuel. Même en régime élastique (à l'échelle macroscopique), ce type de rayure peut mener à des déformations plastiques locales, en "enfonçant" les aspérités de la rugosité dans le matériau par exemple. En conséquence, la rugosité peut diminuer et la brillance augmenter. Cette question se pose évidemment pour les matériaux présentés ici, puisque ce type de rayure pourrait enfoncer dans le matériau les charges présentes dans le vernis, et avoir les conséquences décrites ci-dessus.
- Sollicitation en fatigue : comment se comporterait le matériau en étant sollicité élastiquement de façon répétée ? À première vue, on peut penser qu'en usage, il est peu probable que le revêtement de sol soit rayé plusieurs fois exactement au même endroit. Toutefois, il existe au moins un scénario dans lequel cela peut arriver : le nettoyage par brosse rotative. Dans ce cas précis, la rotation à grande vitesse de la brosse mène à une sollicitation périodique du matériau (a priori élastique, on ne forme pas de grosses rayures visibles ainsi). Il convient alors de se demander si, sur de longues durées (nettoyage quotidien), ce type de sollicitation peut avoir une influence visuelle sur le matériau.

Ces différentes questions pourront constituer des sujets de travaux ultérieurs pour Tarkett.

Chapitre 6

Optimisation de la résistance à la rayure du matériau revêtu

6.1 Objectif

Dans le chapitre 3, nous avons étudié la résistance à la rayure du revêtement "standard" (i.e. le revêtement industriel, tel qu'il est produit dans les usines). Celui-ci est constitué d'un PVC élastoplastique de module de Young $E_{PVC} = 450MPa$ revêtu par $20\mu m$ de PU de module de Young $E_{PU} = 3GPa$. Nous avons mis en évidence le mode d'action du vernis et avons observé 3 mécanismes de fissuration. Il convient alors de se demander si ce matériau peut être optimisé pour améliorer sa résistance à la rayure. Nous avons montré dans le chapitre 4 que la stratégie d'optimisation dépend de l'échelle considérée. Dans ce chapitre, nous nous intéresserons uniquement aux "grandes échelles", avec des essais faits avec l'indenteur de $R = 100\mu m$. Ces questions d'optimisation se posent également à plus petite échelle (indenteur de $2.1\mu m$), mais cette étude n'a pas été menée, faute de temps. Nous y reviendrons dans la conclusion du chapitre.

En pratique, augmenter la résistance à la rayure signifie augmenter la force normale critique à partir de laquelle est amorcé chaque mécanisme de fissuration.

Trois paramètres sont étudiés ici. Nous partons du revêtement standard et faisons varier successivement :

- La rigidité du substrat.
- La rigidité du vernis.
- L'épaisseur de vernis.

En effet, ces trois paramètres sont relativement simples à ajuster industriellement comme nous le verrons dans la suite du chapitre. Pour les deux premiers, il faut modifier les formulations. Pour le dernier, il faut modifier les conditions du procédé de dépôt.

Le plan d'expériences qui a été suivi est schématisé sur la [FIGURE 133](#).

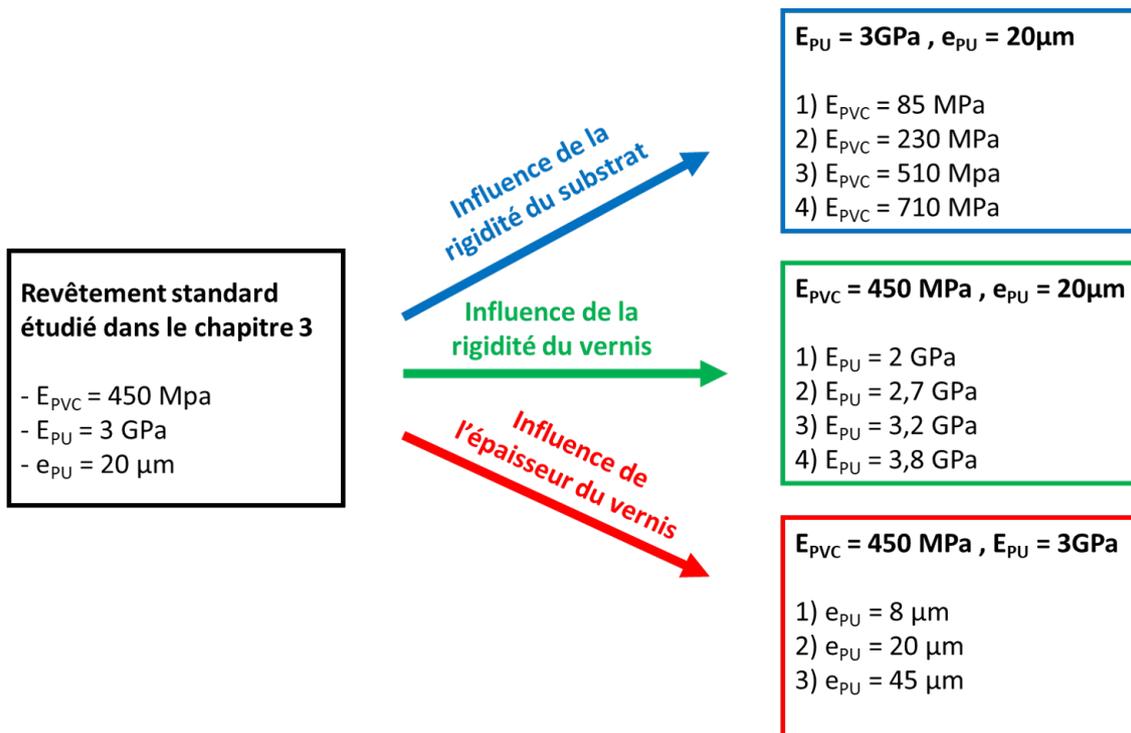


FIGURE 133 – Plan d'expérience du chapitre. Partant du revêtement standard étudié dans le chapitre 3, on modifie successivement la rigidité du PVC, la rigidité du PU et l'épaisseur du PU.

6.2 Méthodes

6.2.1 Essais de rayure

Tous les essais de rayure présentés dans ce chapitre ont été réalisés sur le Micro-Visio-Scratch (cf FIGURE 73) dans les conditions expérimentales suivantes :

- Indenteur sphérico-conique, $R = 100 \mu\text{m}$ et $\theta = 45^\circ$.
- Force normale : 10 paliers, de $F_N = 0,2 \text{ N}$ à $F_N = 3 \text{ N}$.
- $V_{rayure} = 30 \mu\text{m/s}$
- $T = 23^\circ\text{C}$

6.2.2 Modèle numérique

Des simulations numériques ont été réalisées pour aider à l'analyse des résultats expérimentaux. Le modèle utilisé est le même que celui décrit dans le paragraphe 3.7.1. Toutefois, dans ce chapitre, certains calculs mènent à des déformations très importantes (notamment pour le PVC de faible rigidité). Pour cette raison, deux choses ont été modifiées dans le modèle :

- L'indenteur : ici, l'indenteur est sphérico-conique ($R = 100 \mu\text{m}$, $\theta = 30^\circ$). En effet dans certaines conditions, le contact ne se limite pas à la partie sphérique mais concerne également la partie conique.
- La taille du domaine : les déformations étant grandes dans certains calculs, il est nécessaire d'élargir le domaine considéré pour éviter les effets de bords. Le nouveau

domaine a les dimensions suivantes : $3\text{mm} \times 750\mu\text{m} \times 620\mu\text{m}$. Il a été vérifié systématiquement que les effets de bords sont négligeables (par la même méthode que dans le paragraphe 3.7.2).

Tous les calculs sont faits en imposant une force normale de 1N à l'indenteur. Dans chaque partie, les paramètres qui ont été étudiés seront précisés (rhéologie du substrat, rhéologie et épaisseur du vernis).

6.3 Influence de la rigidité du substrat

6.3.1 Matériaux étudiés

Quatre plastisols de PVC ont été préparés. Pour des raisons de confidentialité la formulation ne peut pas être détaillée. Pour chaque formulation, nous avons fait varier le pourcentage massique de plastifiant afin d'obtenir des PVC de différentes rigidités. Ces taux sont présentés dans le Tableau 5⁸³.

Tableau 5 – Formulations de PVC préparées.

Formulation	A	B	C	D
Pourcentage massique de plastifiant	28	21	18	17

Chaque formulation a été mise en forme par enduction pour obtenir un film de $600\mu\text{m}$ d'épaisseur. En plus des propriétés mécaniques du film final, le taux de plastifiant a également une influence sur la viscosité de la formulation avant gélification. Or, lorsque la formulation est trop visqueuse, son enduction devient impossible. C'est pour cette raison que nous ne sommes pas descendus en dessous de 17% de plastifiant, qui menait déjà à une formulation très visqueuse et donc difficile à enduire.

Chaque film a été caractérisé par DMA, dans les mêmes conditions que les essais faits dans la partie 3.2. Les résultats sont présentés sur la FIGURE 134.

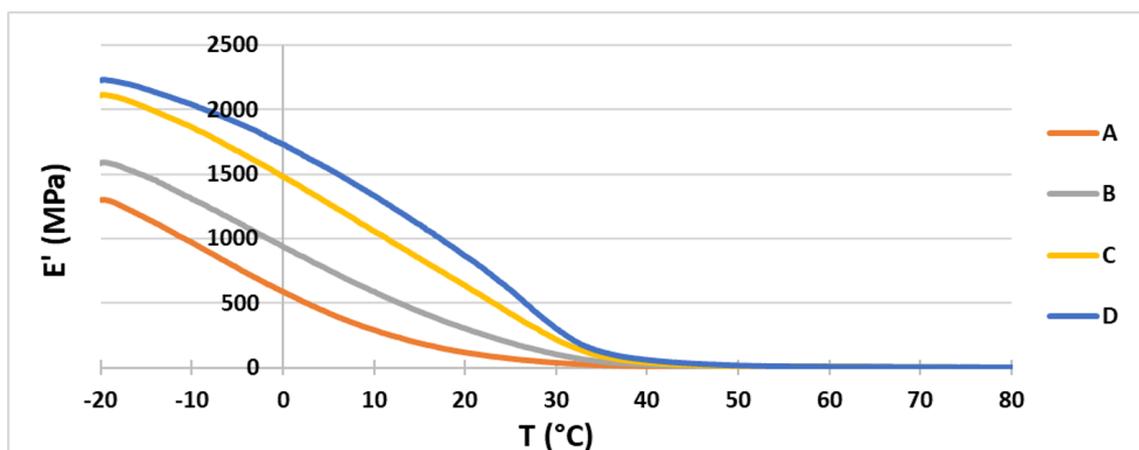


FIGURE 134 – DMA des 4 formulations de PVC : module de conservation en fonction de la température.

83. Pour rappel, le PVC utilisé dans les chapitres 3, 4 et 5 a un module de Young $E_{PVC} = 450\text{MPa}$. Par ailleurs, ce PVC a été mis en forme par calandrage, tandis que ceux étudiés dans ce chapitre l'ont été par enduction. De plus, les formulations sont assez différentes.

Les courbes sont cohérentes : le module de conservation est d'autant plus élevé que le taux de plastifiant est faible. Les valeurs à 23 ° C (température à laquelle sont faits les essais de rayure) sont présentées dans le Tableau 6

Tableau 6 – Module de conservation à 23 ° C des 4 échantillons.

Formulation	A	B	C	D
Pourcentage massique de plastifiant	28	21	18	17
Module de conservation à 23 ° C (MPa)	85	230	510	710

20 μ m de la formulation industrielle de polyuréthane ($E_{PU} = 3GPa$) a été déposé sur chacun de ces 4 PVC. Le seul paramètre qui varie sur chaque matériau est donc la rhéologie du PVC (même rhéologie de PU et même épaisseur déposée).

6.3.2 Essais de rayure

Une photographie d'une rayure résiduelle sur chaque matériau est présentée sur la FIGURE 135⁸⁴.

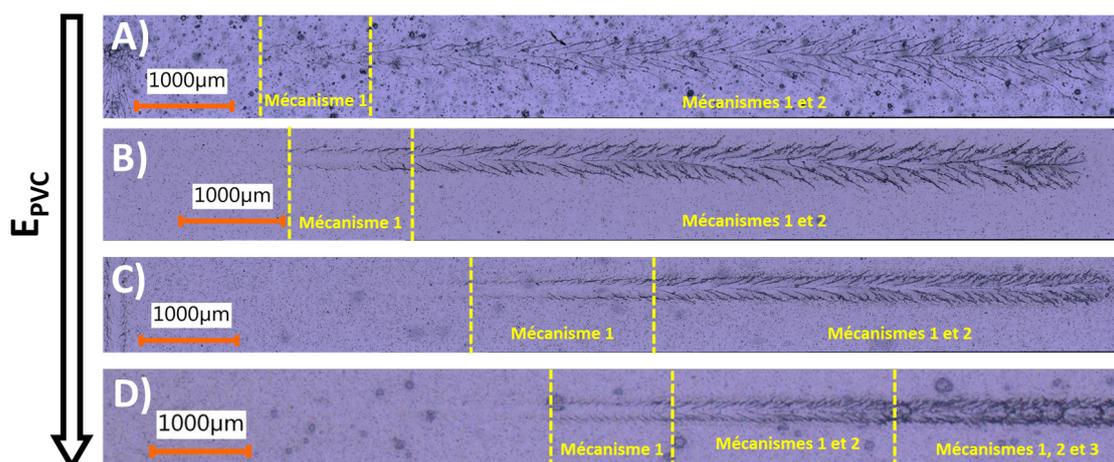


FIGURE 135 – Photographies des rayures résiduelles sur les quatre matériaux. La rigidité du PVC est croissante de haut en bas.

On retrouve les mêmes mécanismes que ceux étudiés dans le chapitre 3. Pour rappel :

- Mécanisme 1 : fissures à l'arrière de l'indenteur, orientées à 45 °.
- Mécanisme 2 : déchirure sous l'indenteur parallèlement à la direction de rayure.
- Mécanisme 3 : rupture à l'avant de l'indenteur perpendiculairement à la direction de rayure.

Toutefois, on observe de grandes différences suivant les échantillons. Les mécanismes 1 et 2 apparaissent d'autant plus tard que le PVC est rigide. Le mécanisme 3 apparaît uniquement sur l'échantillon le plus rigide⁸⁵.

84. On note une différence d'aspect entre les échantillons (gros points noirs sur l'échantillon A). Or, le PVC n'est pas chargé. Ces points noirs sont probablement des bulles d'air dans le PVC.

85. Dans le chapitre 3, dans lequel $E_{PVC} = 450MPa$, nous observions le 3^{ème} mécanisme alors qu'il apparaît uniquement à partir de $E_{PVC} = 710MPa$ ici. Comme mentionné plus haut, la formulation du PVC dans le chapitre 3 et celles étudiées ici sont assez différentes. Par ailleurs, le procédé de mise en forme est différent. Il n'est donc pas étonnant d'observer, en tout cas quantitativement, certaines différences.

Afin de comparer quantitativement la résistance à la rayure de chaque matériau, nous pouvons tracer la force normale à partir de laquelle est amorcé chaque mécanisme en fonction du module de Young de chaque échantillon. Les résultats sont tracés sur la FIGURE 136.

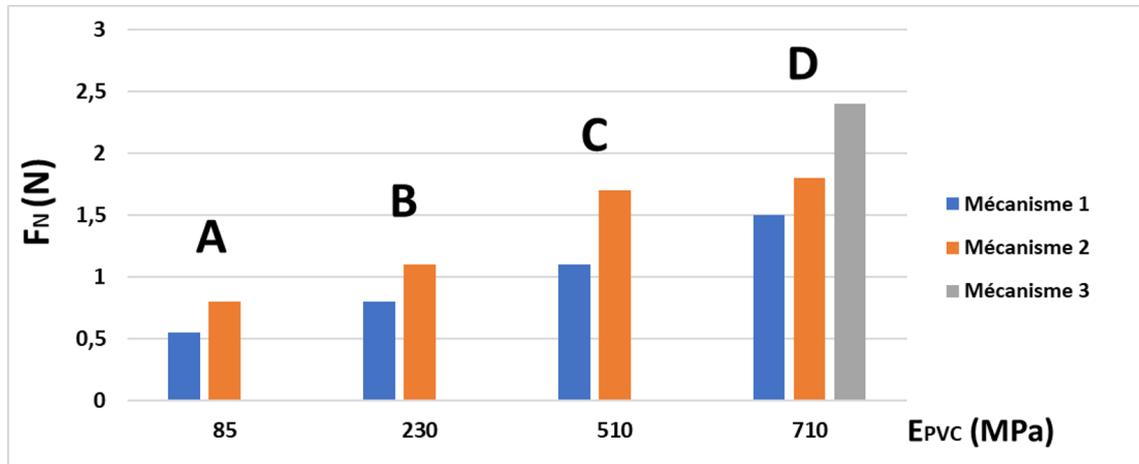


FIGURE 136 – Forces normales amorçant chaque mécanisme sur les différents échantillons.

6.3.3 Simulations numériques

Trois simulations numériques, qui recouvrent les valeurs expérimentales du module de Young obtenues par DMA, sont réalisées pour comprendre l'influence de la rhéologie du PVC sur les modes de déformation et de rupture. Chacune est faite avec une rhéologie de PVC élastoplastique différente. Dans les trois cas, la partie plastique est modélisée par une loi de puissance :

$$\sigma_y = A(\varepsilon + \varepsilon_0)^m \quad (52)$$

Les paramètres utilisés dans chaque simulation, issus d'essais de traction, sont présentés sur le Tableau 7. Ces lois de comportement sont tracées sur la FIGURE 137⁸⁶.

Tableau 7 – Paramètres des lois de comportement du PVC pour les trois simulations.

Partie élastique		Partie plastique		
E (MPa)	ν	A (MPa)	ε_0	m
100	0,3	24	0,30	1,8
450	0,3	24	0,68	1,8
700	0,3	24	0,80	1,8

86. La loi de comportement correspondant au module de Young $E_{PVC} = 450\text{MPa}$ est la même que celle utilisée dans les calculs des chapitres 3 et 4.

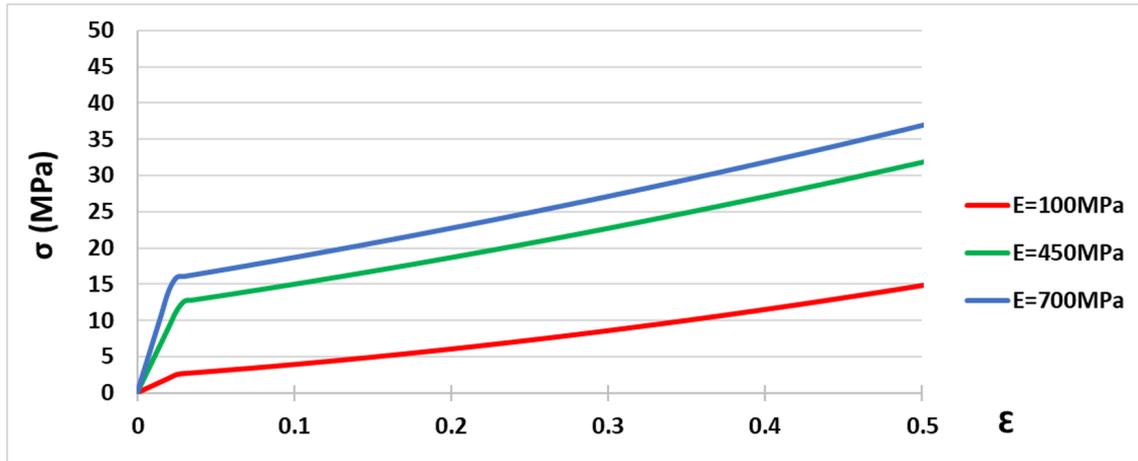


FIGURE 137 – Lois de comportement des trois PVC.

Pour les trois simulations, le PVC est revêtu par $20\mu\text{m}$ de PU (comportement élastique linéaire : $E_{PU} = 3\text{GPa}$, $\nu = 0,4$), toujours par l'approche "bi-matériaux" présentée dans le paragraphe 3.7.1. Les cartes de la première contrainte principale sont présentées sur la FIGURE 138 pour les trois simulations.

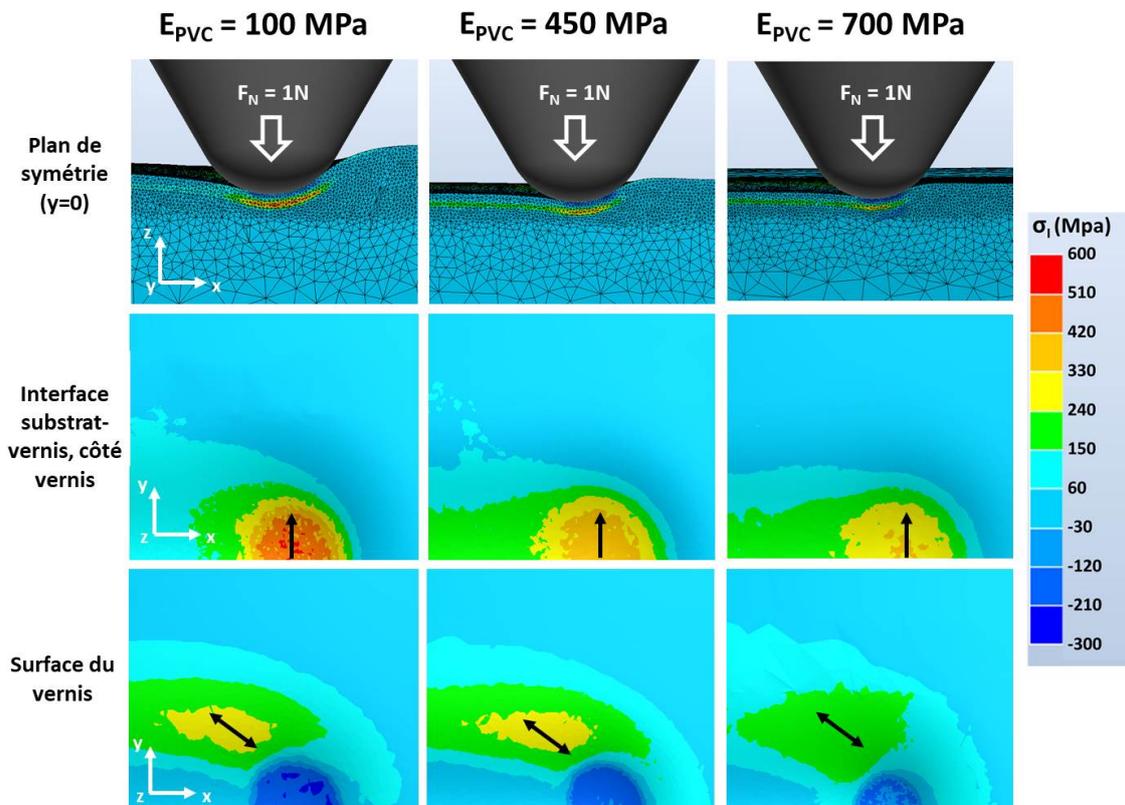


FIGURE 138 – Cartes de la première contrainte principale pour les trois simulations. Les flèches noires montrent la direction principale correspondante.

Les contraintes à l'interface substrat/verniss (responsables du second mécanisme de fissuration) diminuent lorsque la rigidité du PVC augmente. Il en va de même pour les contraintes

à l'extrême surface, à l'arrière de l'indenteur (responsables du premier mécanisme de fissuration).

A partir de ces trois mêmes simulations, nous pouvons extraire un profil du sillon sous charge et après retour élastique, dans le plan (yz). Ces différents sillons sont tracés sur la FIGURE 139.

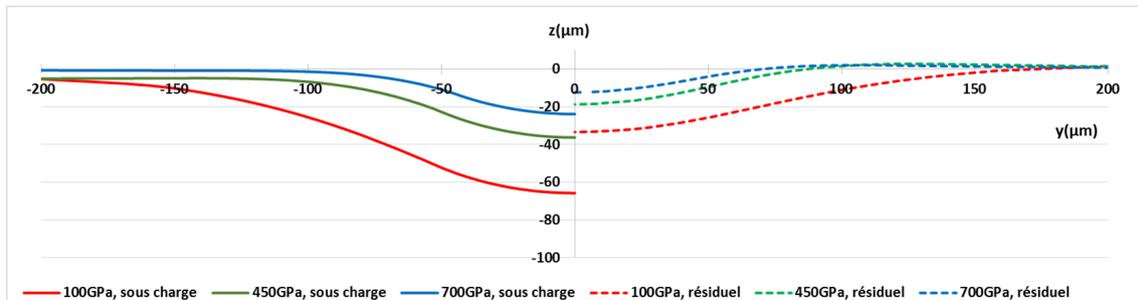


FIGURE 139 – Géométrie du sillon sous charge (à gauche) et après retour élastique (à droite).

En augmentant la rigidité du PVC, la profondeur d'enfoncement sous charge diminue. De ce fait, la déformation plastique du PVC diminue, comme le montre la FIGURE 140 sur laquelle apparaît une carte des déformations plastiques équivalentes pour chaque simulation. En conséquence, la profondeur du sillon résiduel diminue lorsque la rigidité du PVC augmente.

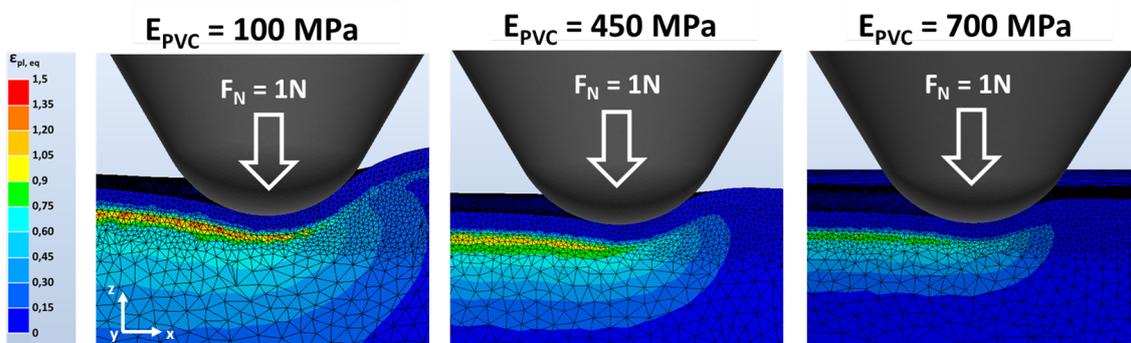


FIGURE 140 – Cartes de la déformation plastique équivalente pour les trois simulations

6.3.4 Discussions

Comme discuté dans le chapitre 3, à cette échelle, c'est principalement le PVC qui supporte la déformation. Le vernis, quant à lui, suit la déformation du substrat, et est déformé en flexion jusqu'à rupture. Par conséquent, il n'est pas étonnant qu'en modifiant la rhéologie du substrat, l'enfoncement de l'indenteur sous charge soit plus faible avec un PVC plus rigide. Puisque le PVC plastifie moins, le sillon résiduel est moins profond, avec des pentes locales plus faibles, diminuant alors la visibilité des rayures en régime ductile (cf chapitre 5).

Intéressons nous maintenant aux différents mécanismes de fissuration :

- Les simulations numériques montrent qu'en augmentant la rigidité du PVC, les contraintes à l'arrière de l'indenteur, orientées à 45° , diminuent. Cela permet d'expliquer pourquoi, expérimentalement, l'apparition du premier mécanisme est retardée en augmentant la rigidité du PVC.
- De même, les contraintes à l'interface substrat/vernis, sous l'indenteur, diminuent quand la rigidité du PVC augmente. En effet, quand le PVC est souple, l'enfoncement sous charge est important. Le vernis est alors soumis à une flexion et donc des contraintes plus importantes. Cela est tout à fait cohérent avec les résultats expérimentaux : plus le PVC est rigide, plus le second mécanisme apparaît tard.
- Les simulations numériques présentées jusqu'ici ne permettent pas d'expliquer l'appartenance du 3ème mécanisme en fin d'essai sur le PVC le plus rigide. En effet, pour une force normale imposée de 1N, on n'observe aucune influence de la rigidité du PVC sur les niveaux de contraintes à l'avant de l'indenteur. Deux simulations supplémentaires ont alors été réalisées. Premièrement, avec le PVC de module de Young $E_{PVC} = 100MPa$ et deuxièmement avec le PVC de module de Young $E_{PVC} = 700MPa$. Cette fois-ci on impose à l'indenteur une force normale de 2N. Les cartes de la première contrainte sont présentées sur la FIGURE 141.

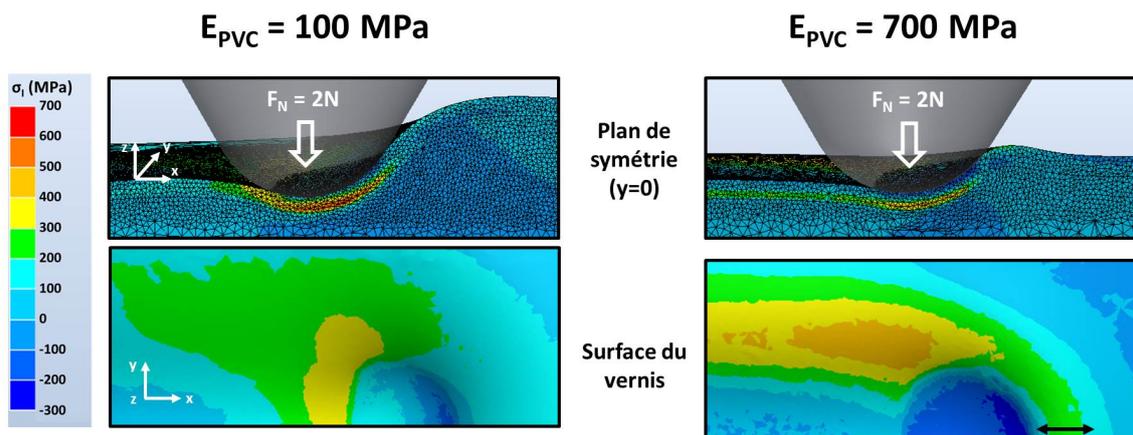


FIGURE 141 – Cartes de la première contrainte principale pour les deux simulations. $F_n = 2N$.

On voit qu'à ce niveau de charge, la géométrie du contact est très différente. Avec le PVC le plus souple, le bourrelet à l'avant de l'indenteur est "diffus" et ne mène pas à une concentration de contraintes supplémentaire. Pour le PVC le plus rigide en revanche, le bourrelet avant est localisé et on observe, en conséquence, une concentration de contraintes orientées dans la direction (Ox) à son sommet. C'est donc la formation de ce bourrelet et les contraintes qu'il engendre qui sont responsables de l'apparition du 3ème mécanisme de fissuration sur le PVC le plus rigide. Or, comme nous l'avons vu dans le chapitre 5 (cf FIGURE 117 et FIGURE 118), c'est ce troisième mécanisme qui est le plus dégradant visuellement. Il faut donc absolument l'éviter.

En résumé, il est bénéfique de rigidifier le PVC jusqu'à une certaine limite à partir de laquelle le troisième mécanisme apparaît. Dans le cas des PVC étudiés ici, cette limite se situe entre $E_{PVC} = 510MPa$ et $E_{PVC} = 710MPa$.

6.4 Influence de la rigidité du vernis

6.4.1 Matériaux étudiés

Dans cette partie, le PVC est fixé et ce sont les propriétés mécaniques du PU qui varient. Le PVC considéré ici est le même que celui du matériau étudié dans le chapitre 3 ($E_{PVC} = 450MPa$, $\sigma_y = 12MPa$).

Quatre formulations de PU ont été réalisées. Nous sommes parti de la formulation industrielle (celle étudiée dans le chapitre 3) que nous avons simplifiée. Chacune des quatre formulations est composée uniquement de résine, de monomères et d'amorceurs (pas de charges dans les formulations). Pour chaque formulation, les monomères et les amorceurs sont les mêmes et seule la résine a été modifiée. En utilisant une résine comptant de nombreuses liaisons C=C (qui constituent les noeuds de réticulation), on obtient un vernis rigide. En utilisant une résine avec moins de liaisons C=C, le vernis est plus souple. Pour des raisons de confidentialité, les formulations ne seront pas détaillées.

Une couche de $20\mu m$ de chaque formulation a été déposée à la racle et réticulée sur le même PVC.

Afin d'évaluer le module de Young de chacun des vernis, des essais de nano-indentation ont été réalisés. Les essais ont été faits avec un indenteur sphéro-conique ($R = 2,1\mu m$, $\theta = 90^\circ$). Un chargement de $2mN$ est appliqué avec une vitesse de $200mN/s$. Puis, ce chargement de $2mN$ reste constant pendant $120s$ pour que le matériau flue et que la décharge ne mesure plus que le retour élastique (et non viscoélastique). Puis la décharge se fait à une vitesse de $200mN/s$. La FIGURE 142 montre l'évolution de la profondeur d'enfoncement pendant tout l'essai sur le vernis le plus souple. On voit que le plateau de fluage est bien atteint au moment de la décharge (pente quasiment nulle). Cela a été vérifié pour chaque essai.

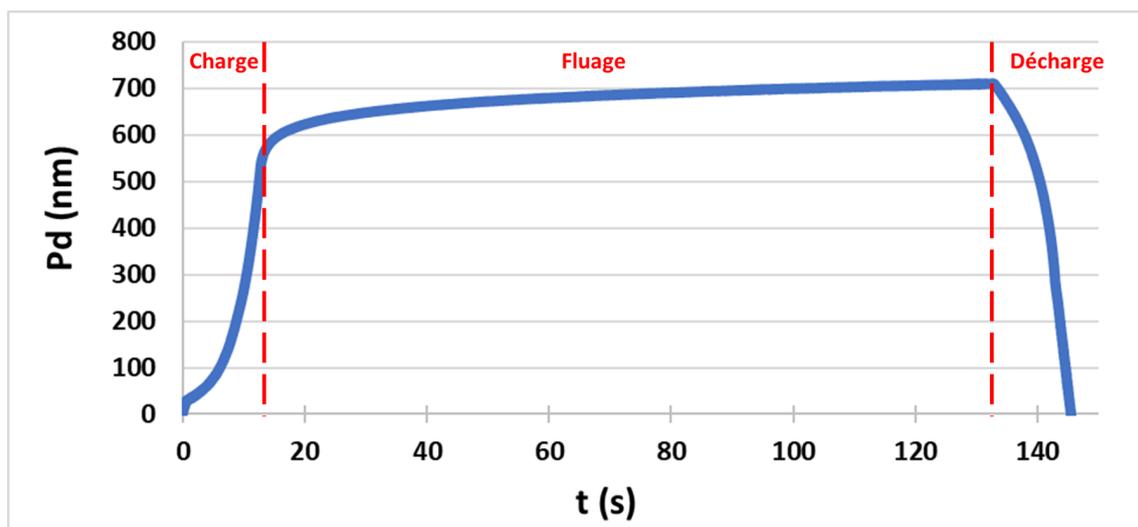


FIGURE 142 – Profondeur d'enfoncement de l'indenteur en fonction du temps.

Chaque vernis a été caractérisé trois fois dans ces conditions. Un exemple de courbe enfoncement - force normale pour chacun d'entre eux est présenté sur la FIGURE 143.

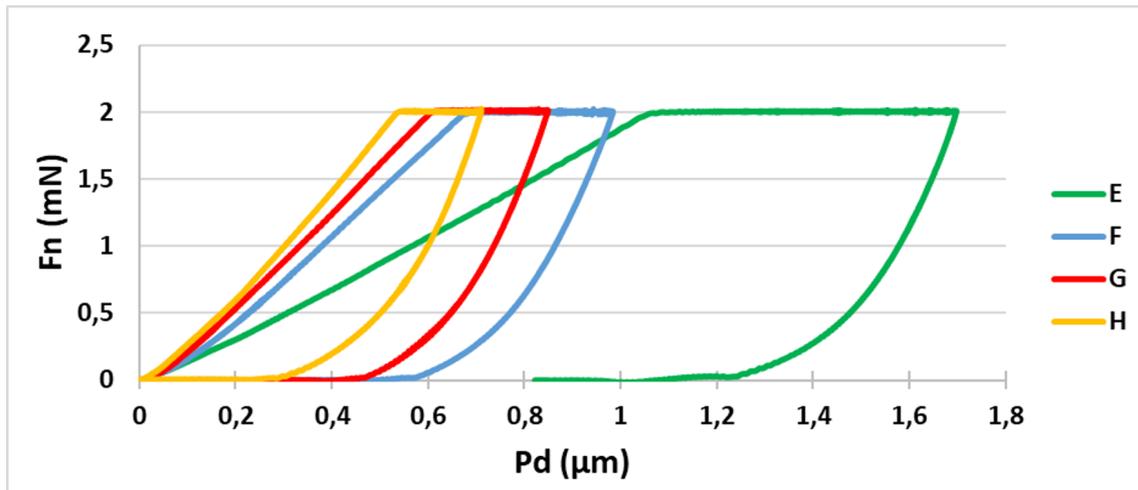


FIGURE 143 – Essais d’indentation sur les quatre vernis : force normale en fonction de l’enfoncement.

A partir de ces courbes, le module de Young de chaque vernis peut être évalué (via la méthode d’Oliver et Pharr [100]) ainsi que leur dureté. Les résultats sont présentés dans le Tableau 8⁸⁷.

Tableau 8 – Module de Young des quatres vernis évalués par nano-indentation

Echantillon	E	F	G	H
E_{PU} (GPa)	$2 \pm 0,1$	$2,7 \pm 0,2$	$3,2 \pm 0,1$	$3,8 \pm 0,3$
H_{PU} (MPa)	110 ± 1	220 ± 1	260 ± 3	300 ± 3

6.4.2 Essais de rayure

Une photographie d’une rayure résiduelle sur chaque matériau est présentée sur la FIGURE 135.

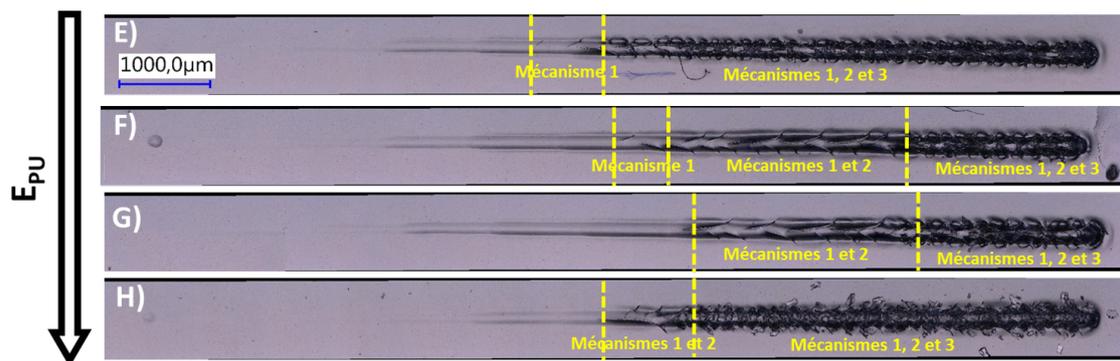


FIGURE 144 – Photographies des rayures résiduelles sur les quatre matériaux. La rigidité du PU est croissante de haut en bas.

87. Le vernis étant déposé sur le PVC, il convient de se demander si la réponse mesurée est uniquement celle du PU. Comme on le voit sur les courbes, les profondeurs d’enfoncement sont toutes inférieures à $2\mu\text{m}$. Or le vernis a une épaisseur de $20\mu\text{m}$. Au vu des résultats du chapitre 4 (FIGURE 100), il est raisonnable de penser que la réponse mécanique mesurée est très largement celle du PU.

A nouveau, on retrouve les trois mêmes mécanismes. Les forces normales à partir desquelles sont amorcés les trois mécanismes sont présentées sur la FIGURE 145.

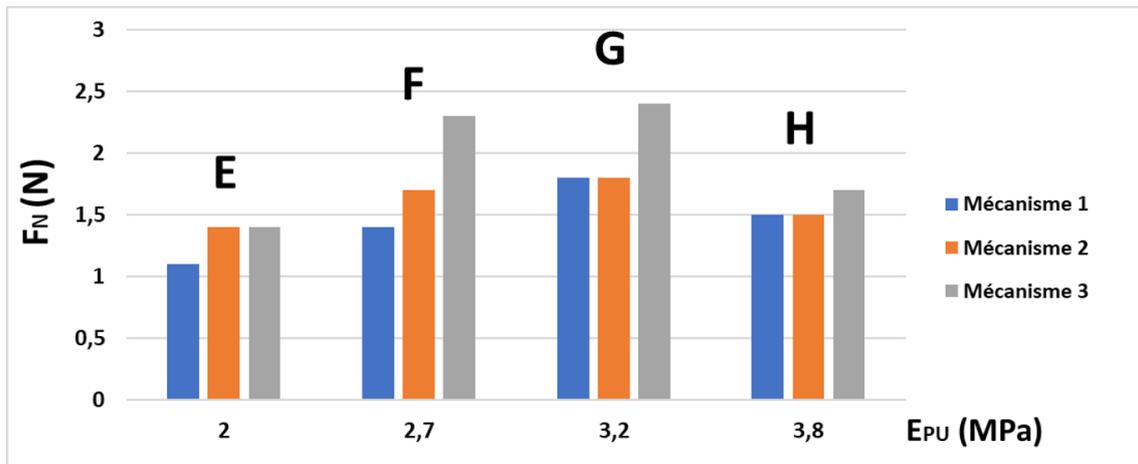


FIGURE 145 – Forces normales amorçant chaque mécanisme sur les différents échantillons.

On constate une évolution non monotone : globalement, la résistance à la rayure augmente jusqu'à un module de Young $E_{PU} = 3,2 GPa$, puis diminue. A ce stade, il n'est pas possible d'apporter une explication convaincante sans l'aide des simulations numériques.

6.4.3 Simulations numériques

Trois simulations numériques sont réalisées pour comprendre l'influence de la rigidité du PU sur les modes de déformation et de rupture. Le modèle utilisé est exactement le même que celui avec lequel ont été faits les calculs pour les différentes rhéologies de PVC. Dans ce paragraphe, la rhéologie du PVC est fixée et c'est la rigidité du PU qui varie. La rhéologie du PVC (élastoplastique) considérée est la même que celle utilisée dans les simulations numériques du chapitre 3 : $E_{PVC} = 450 MPa$, $\nu = 0,3$ et la partie plastique définie par l'équation (52), avec $A = 24 MPa$, $\varepsilon_0 = 0,68$ et $m = 1,8$. Dans le premier calcul, le vernis est modélisé par une loi de comportement élastique linéaire avec $E_{PU} = 2 GPa$ et $\nu = 0,4$. Dans le second, $E_{PU} = 3 GPa$ et $\nu = 0,4$. Dans le troisième, $E_{PU} = 4 GPa$ et $\nu = 0,4$. Les cartes de la première contrainte principale sont présentées sur la FIGURE 146 pour les trois simulations.

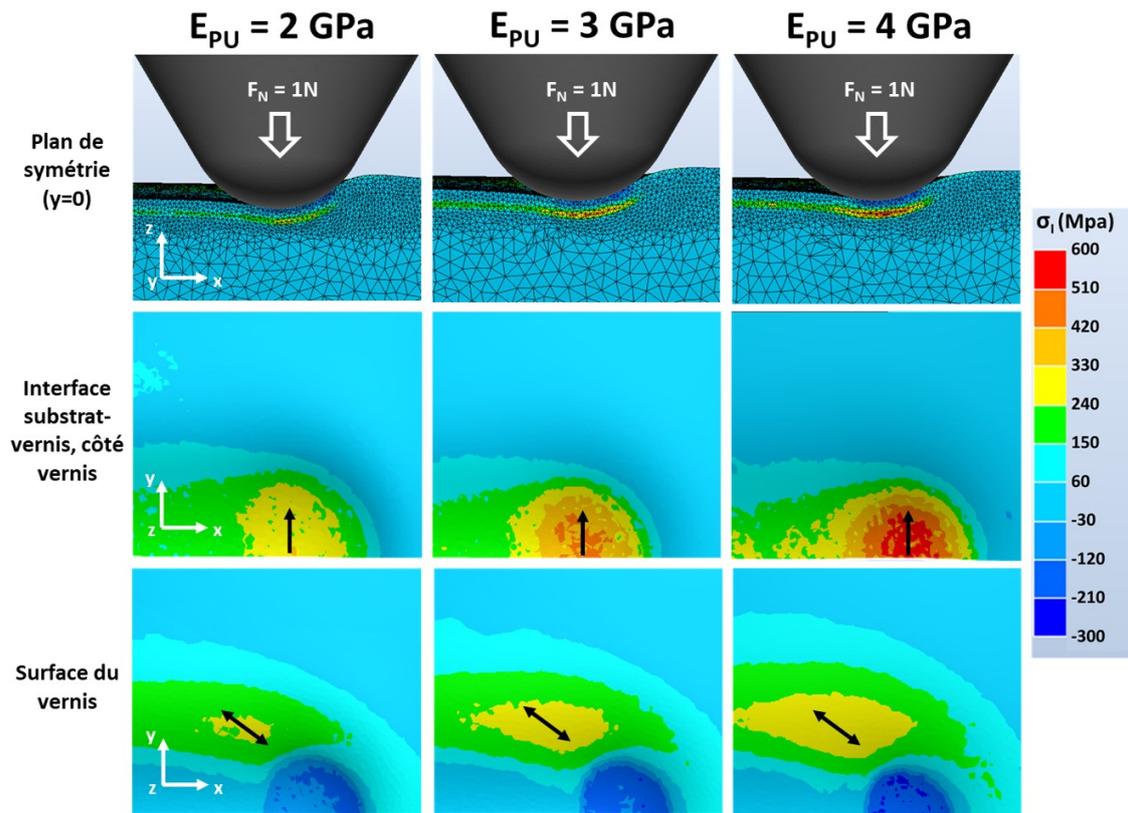


FIGURE 146 – Cartes de la première contrainte principale pour les trois simulations. Les flèches noires montrent la direction des contraintes.

Les contraintes à l'interface substrat/verniss (responsables du second mécanisme de fissuration) augmentent lorsque la rigidité du verniss augmente. Il en va de même pour les contraintes à l'extrême surface, à l'arrière de l'indenteur (responsables du premier mécanisme de fissuration) qui augmentent légèrement.

A partir de ces trois simulations, nous pouvons extraire un profil du sillon sous charge et après retour élastique, dans le plan (yz). Ces différents sillons sont tracés sur la FIGURE 147.

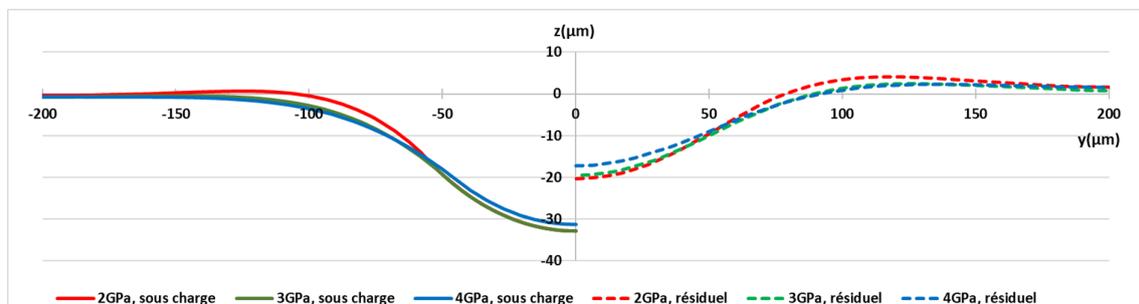


FIGURE 147 – Géométrie du sillon sous charge (à gauche) et après retour élastique (à droite).

On constate que la rigidité du verniss a une influence très modeste sur la géométrie du sillon sous charge et après retour élastique (à comparer avec la FIGURE 139 sur laquelle

on voit une forte influence de la rigidité du PVC sur la géométrie des sillons).

De même, la FIGURE 148, sur laquelle sont présentés les cartes des déformations plastiques équivalentes pour chaque simulation, montre que la rigidité du vernis a très peu d'influence sur le niveau de plastification du substrat. Cela est cohérent avec la profondeur résiduelle des sillons qui est quasiment indépendante de la rigidité du vernis (FIGURE 147, partie droite).

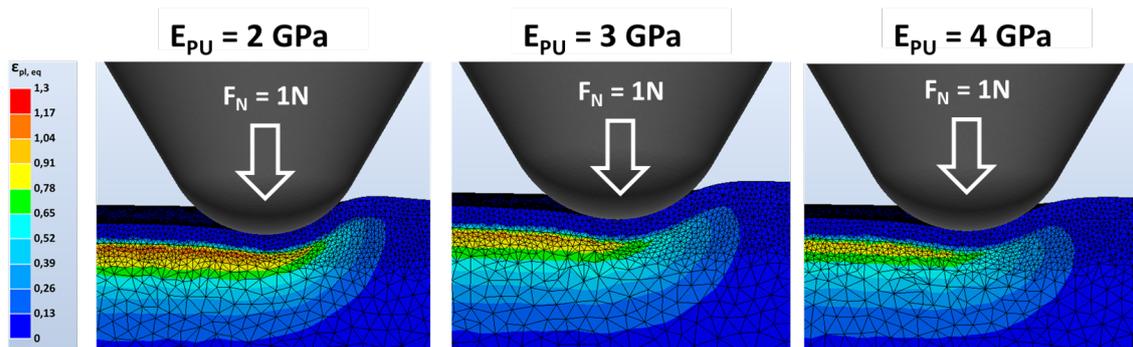


FIGURE 148 – Cartes de la déformation plastique équivalente pour les trois simulations.

6.4.4 Discussions

Les simulations numériques sont en contradiction avec l'expérience. Dans l'ensemble, les contraintes augmentent lorsque le module de Young du vernis augmente. A priori, on s'attendrait alors à ce que les différents mécanismes de fissuration apparaissent d'autant plus tôt que le vernis est rigide. Or, expérimentalement, on observe un comportement différent : jusqu'à $E_{PU} = 3,2 MPa$, l'apparition des fissures est repoussée en augmentant la rigidité du vernis. Puis, les propriétés chutent pour $E_{PU} = 3,8 MPa$.

Ces différences peuvent s'expliquer de la façon suivante : seul le module de Young du vernis a été caractérisé par nanoindentation. Or, la résine de chaque formulation étant différente, le reste de la rhéologie est très probablement modifié également, en particulier la contrainte à la rupture. Cependant, comme montré dans le chapitre 3, l'évaluation de la contrainte à la rupture du vernis est très délicate⁸⁸. Au vu du caractère non monotone des résultats expérimentaux, il est raisonnable de penser que la contrainte à la rupture du vernis (qui n'est pas prise en compte dans le modèle) est un paramètre d'ordre 1 pour la résistance à la fissuration en rayure. Le module de Young du vernis quant à lui, n'est alors qu'un paramètre d'ordre 2. Les profils des sillons présentés sur la FIGURE 147 vont dans le même sens : le module de Young du vernis a très peu d'influence sur la géométrie du contact sous charge et sur la profondeur résiduelle du sillon. Dans cette logique, les valeurs relatives des contraintes à la rupture des 4 formulations devraient être (cf FIGURE 145) : $\sigma_{r,E} < \sigma_{r,H} < \sigma_{r,F} < \sigma_{r,G}$.

Cette conclusion, assez contre-intuitive, mérite toutefois d'être nuancée : dans les travaux présentés ici, nous nous intéressons à des variations de E_{PU} relativement faibles (de 2GPa

⁸⁸. Pour rappel : dans le chapitre 3, la contrainte à la rupture du vernis mesurée par essai de traction valait environ 30MPa. Cette contrainte est très largement sous-évaluée à cause des fissures créées lors de la découpe de l'éprouvette qui amorcent la rupture à l'échelle macroscopique (on a évalué ensuite la contrainte à la rupture à 450MPa par analyse inverse).

à 4GPa), ce qui correspond à la plage des rigidités facilement atteignables dans les formulations de PU réalisées chez Tarkett. Toutefois, la faible dépendance de la résistance à la rayure au module de Young du vernis n'est pas générale. Pour illustrer cette idée faisons deux simulations supplémentaires dans des cas extrêmes, avec $E_{PU} = 500MPa$ et $E_{PU} = 10GPa$ (dans les mêmes conditions que les calculs présentés ci-dessus). Les cartes de la première contrainte principale, issues de ces deux calculs, sont présentées sur la FIGURE 149.

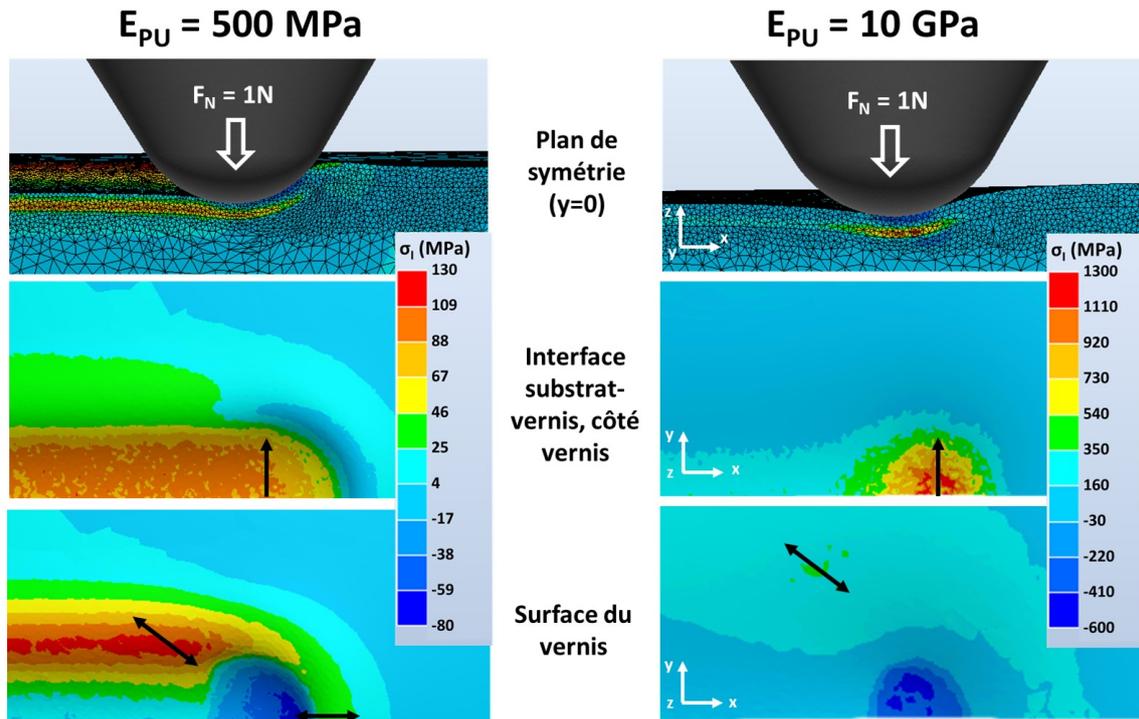


FIGURE 149 – Cartes de la première contrainte principale pour les deux simulations. Les flèches noires montrent la direction des contraintes. Attention, les échelles des contraintes sont différentes pour les deux simulations.

Premièrement, on voit que les cartes des contraintes sont très différentes pour les deux simulations : globalement, les valeurs sont 10 fois plus élevées avec $E_{PU} = 10GPa$ qu'avec $E_{PU} = 500MPa$. Deuxièmement, la géométrie du contact est également très différente dans les deux cas, comme le montre la FIGURE 150 : la profondeur sous charge et la profondeur résiduelle du sillon sont plus importantes avec le PU le plus souple. Par ailleurs, la géométrie du contact n'est pas la même : on observe un léger bourrelet latéral avec $E_{PU} = 500MPa$, tandis qu'il n'y en a pas avec le vernis de $E_{PU} = 10GPa$, avec lequel la déflexion du matériau est plus importante.

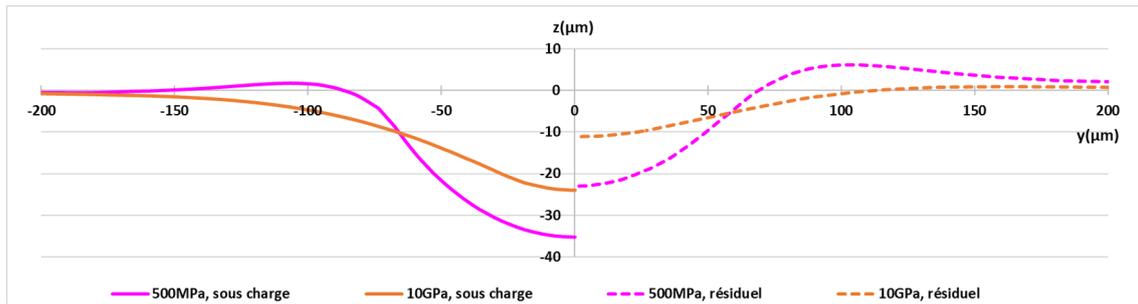


FIGURE 150 – Géométrie du sillon sous charge (à gauche) et après retour élastique (à droite).

Ainsi, on peut penser que, toutes choses égales par ailleurs, on observerait expérimentalement de grandes différences avec des PU de modules aussi éloignés. La conclusion établie précédemment, selon laquelle le module de Young du vernis n'a que peu d'influence sur la géométrie du contact et la résistance à la rayure, n'est valable que pour des variations de E_{PU} modérées.

6.5 Influence de l'épaisseur du vernis

6.5.1 Fabrication des matériaux

Nous nous intéressons ici à l'influence de l'épaisseur de PU sur la résistance à la rayure. La formulation industrielle de PU, sans charges⁸⁹, a été préparée. Ce vernis a été caractérisé par DMA et on trouve un module de Young identique à celui du PU chargé (3GPa). Trois échantillons sont préparés avec différentes épaisseurs de PU ($8\mu\text{m}$, $20\mu\text{m}$ et $40\mu\text{m}$) déposées et réticulées sur le PVC industriel (le même que celui du chapitre 3 et de la partie précédente).

6.5.2 Essais de rayure

Une photographie de chaque rayure est présentée sur la FIGURE 151⁹⁰.

89. Pourquoi retirer les charges? Le vernis est déposé par une racle striée. L'épaisseur de PU déposée dépend la taille de chaque strie. Par exemple, pour déposer $8\mu\text{m}$ de PU, on utilise une racle dont chaque strie mesure $6\mu\text{m}$ alors que pour déposer $20\mu\text{m}$ de PU, on utilise une racle dont chaque strie mesure $18\mu\text{m}$. Or, la formulation industrielle comporte des charges de taille $15\mu\text{m}$. Si on garde les charges, celles-ci ne passent pas avec la racle la plus fine et sont donc retirées; ce qui n'est pas le cas avec des racles dont les stries sont plus larges. De ce fait, on comparerait des vernis dont la proportion de charges n'est pas la même.

90. Le cercle gris qu'on voit à la fin de l'essai réalisé avec le matériau revêtu par $40\mu\text{m}$ de PU est probablement une bulle d'air dans le PVC. On n'observe pas de changement de comportement de la rayure à sa rencontre, donc on peut raisonnablement penser que celle-ci est suffisamment profonde pour ne pas influencer l'essai.

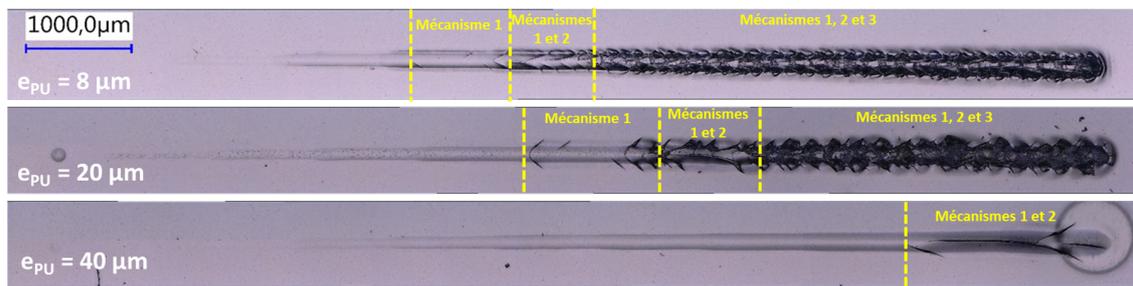


FIGURE 151 – Photographies des rayures résiduelles sur les trois matériaux.

A nouveau, on retrouve les trois mêmes mécanismes de fissuration. Les forces normales à partir desquelles sont amorcés les différents mécanismes sur chaque matériau sont présentées sur la FIGURE 152.

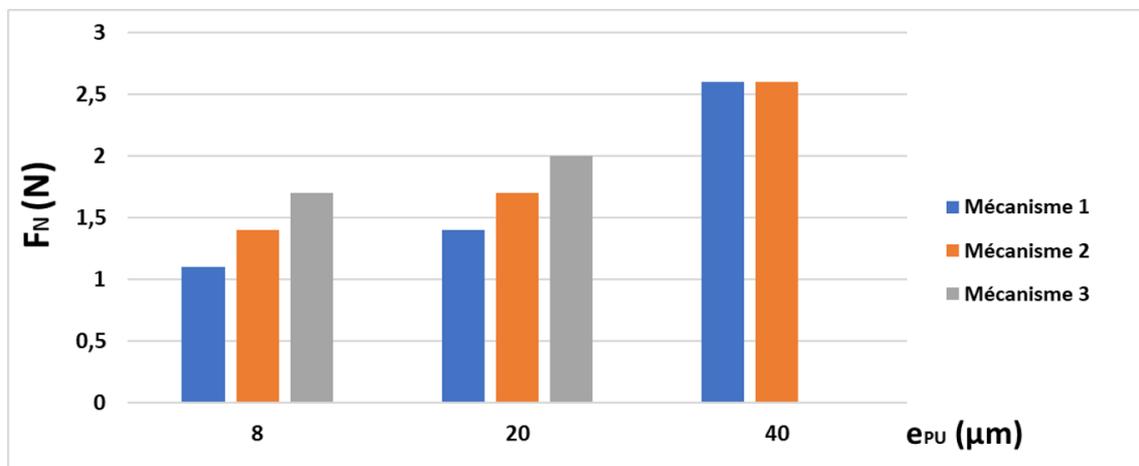


FIGURE 152 – Forces normales amorçant chaque mécanisme sur les différents échantillons.

Chacun des trois mécanismes apparaît d'autant plus tard que le vernis est épais. Le troisième mécanisme disparaît totalement avec $e_{PU} = 40\mu\text{m}$.

Comparons l'essai fait ici avec $e_{PU} = 20\mu\text{m}$ (FIGURE 151) à celui fait dans le chapitre 3 (FIGURE 75). Pour ces deux essais, la seule différence est la présence ou non des charges.

Dans les deux cas, on observe les trois mêmes mécanisme de fissuration. Toutefois, on note deux différences :

- Avec charges, les fissures apparaissent de manière périodique sur le PU chargé tandis qu'elles apparaissent de manière sporadique sur le PU non chargé.

On peut analyser cela de la manière suivante : la périodicité vient du régime de déformation stationnaire. L'indenteur déforme le matériau jusqu'à ce que celui-ci atteigne une contrainte critique qui amorce la fissure ce qui entraîne une relaxation des contraintes qui a une influence sur une certaine distance. Puis, l'indenteur continue d'avancer, l'état de contrainte ré-augmente dans le matériau, et une nouvelle fissure apparaît lorsque la contrainte critique est à nouveau atteinte. Toutefois, l'amorçage d'une fissure nécessite un défaut dans le matériau.

Dans le cas du matériau chargé, la densité de défauts est importante (chaque particule). Par conséquent, aussitôt la contrainte critique atteinte, une fissure est amorcée

puisque'il y a systématiquement un défaut (une particule) suffisamment proche. Puis, le matériau "recharge" et ce scénario se répète : les fissures sont périodiques.

Avec le PU non chargé, ce raisonnement ne marche plus : puisque'il n'y a pas de charges, la densité de défauts est beaucoup plus faible. Par conséquent, lorsque la contrainte critique est atteinte, il n'y a pas nécessairement de défaut (une bulle d'air, une poussière...) à proximité pour amorcer la fissure. Le matériau reste dans un état instable jusqu'à rencontrer un défaut, puis une fissure apparaît : l'apparition des fissures perd sa périodicité.

- Les trois mécanismes de fissuration apparaissent à des chargements plus élevés sur le PU non chargé (respectivement 0,8N, 1,1N et 1,7 N pour le PU chargé ; 1,4N, 1,7N et 2N pour le PU non chargé).

Cela peut s'expliquer par un raisonnement proche de celui détaillé dans le point précédent : il est possible que la contrainte nécessaire pour amorcer une fissure à partir d'une interface charge/PU soit plus faibles que celle nécessaire pour en amorcer une à partir d'un défaut quelconque (bulle d'air, poussière...). De cette manière, les fissures commencent à apparaître pour des chargements plus faible sur le PU chargé que sur le PU non chargé.

Ces deux raisonnements ne pourront pas être étayés numériquement pour deux raisons :

- Dans le modèle numérique développé ici, le PU est modélisé comme un matériau homogène. On ne prend pas en compte l'hétérogénéité locale de ses propriétés mécaniques due à la présence des charges.
- Pour les raisons évoquées dans le paragraphe 3.7.1, l'amorçage et la propagation des fissures ne sont pas pris en compte dans le modèle.

6.5.3 Simulations numériques

Afin d'analyser ces résultats expérimentaux⁹¹, trois simulations numériques sont réalisées. La rhéologie du PVC utilisée est la même que celle de la partie précédente. Le PU est élastique linéaire avec $E_{PU} = 3GPa$. Pour le premier calcul, le vernis a une épaisseur $e_{PU} = 10\mu m$. Pour le second, $e_{PU} = 20\mu m$ et pour le troisième, $e_{PU} = 40\mu m$. Les cartes de la première contrainte principale sont présentées sur la FIGURE 153.

91. i.e. l'influence de l'épaisseur de PU déposée. On ne cherche pas à interpréter ici l'influence des charges sur l'apparition des fissures.

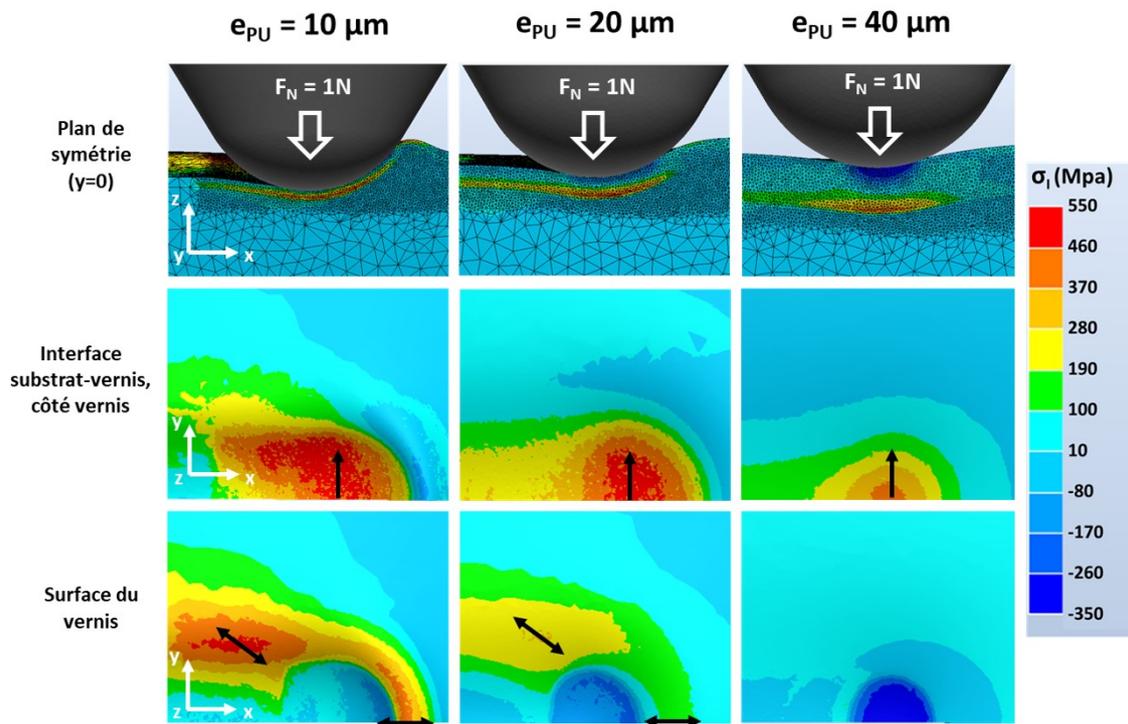


FIGURE 153 – Cartes de la première contrainte principale pour les trois simulations. Les flèches noires montrent la direction des contraintes.

Les contraintes sous l'indenteur, à l'interface substrat/verniss diminuent lorsque l'épaisseur de PU augmente. Il en va de même pour les contraintes à l'arrière de l'indenteur, orientées à 45° . De plus, la géométrie du contact varie largement en modifiant l'épaisseur de verniss : avec $10\mu m$, un bourrelet se forme à l'avant de l'indenteur. En conséquence, des contraintes de traction dues à la flexion du verniss apparaissent au sommet du bourrelet. En augmentant l'épaisseur du verniss, ce bourrelet disparaît et donc les contraintes à l'avant de l'indenteur diminuent. Le résultat est très clair : en augmentant l'épaisseur de verniss, les sollicitations mécaniques auxquelles est soumis le matériau diminuent.

La FIGURE 154 montre un profil du sillon sous charge et après retour élastique dans le plan (yz) pour les trois simulations.

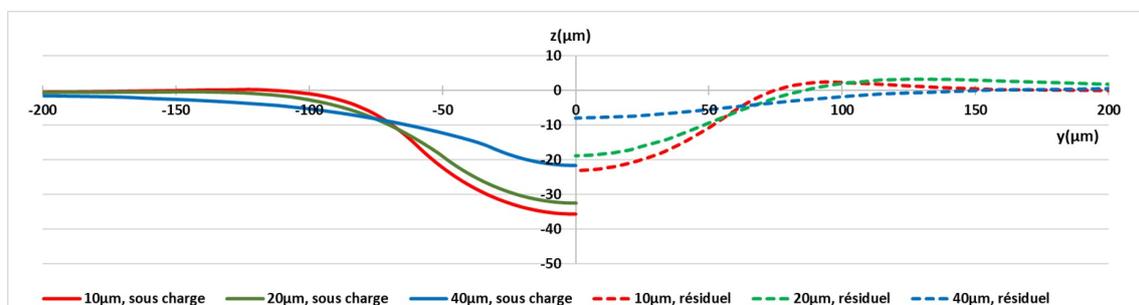


FIGURE 154 – Géométrie du sillon sous charge (à gauche) et après retour élastique (à droite).

On voit que la profondeur sous charge diminue lorsque l'épaisseur du verniss augmente. Par

conséquent, le niveau de plastification diminue largement, comme le montre la FIGURE 155 sur laquelle sont représentées les cartes des déformations plastiques équivalentes pour les trois simulations. Ainsi, la profondeur résiduelle du sillon diminue quand l'épaisseur du vernis augmente (FIGURE 154, partie droite).

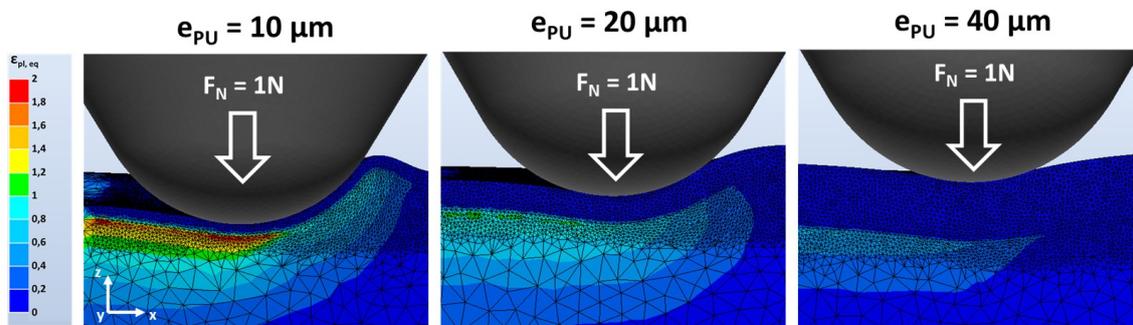


FIGURE 155 – Cartes de la déformation plastique équivalente pour les trois simulations.

6.5.4 Discussions

La conclusion est sans appel : à cette échelle, augmenter l'épaisseur du vernis améliore considérablement la résistance à la rayure du revêtement, sans limite apparente⁹². Les simulations numériques sont parfaitement cohérentes avec les expériences : en augmentant l'épaisseur du vernis, les contraintes principales responsables des trois mécanismes de fissuration diminuent, d'où une apparition des fissures plus tardive. De plus, augmenter l'épaisseur du vernis permet de réduire l'enfoncement de l'indenteur pendant l'essai, et donc de réduire la profondeur du sillon résiduel.

Tous ces éléments incitent donc à augmenter au maximum l'épaisseur du vernis pour améliorer la résistance à la rayure du matériau. Toutefois, en pratique, il est nécessaire de prendre en compte l'aspect économique. Le prix du PU par unité d'épaisseur est très élevé : il y a un compromis à trouver entre les performances recherchées et le prix final du produit.

6.6 Conclusions

Dans ce chapitre, l'influence de la rhéologie du PVC, de la rhéologie du PU et de son épaisseur sur la résistance à la rayure ont été étudiées. A partir des expériences et des simulations numériques, nous pouvons tirer les conclusions suivantes pour chaque paramètre :

- Rhéologie du substrat : globalement, la résistance est meilleure sur des substrats rigides. En effet, sur un substrat souple, les déformations sont plus importantes pour une force normale donnée. Or, le vernis qui adhère au substrat doit suivre ses déformations. Celui-ci étant fragile, il rompt. Sur un substrat plus rigide, ces déformations sont moins importantes. En conséquence, les déformations et contraintes auxquelles est soumis le vernis diminuent et les ruptures apparaissent plus tard. Toutefois, il a été montré qu'en augmentant la rigidité du PVC, un bourrelet frontal apparaît pour

⁹². En continuant d'augmenter l'épaisseur, on doit probablement tendre vers une sollicitation du PU comme un matériau massif. On devrait alors retrouver le comportement observé dans le chapitre 4 avec l'indenteur de $2,1\mu\text{m}$.

des chargements élevés. Ce bourrelet frontal est responsable de l'apparition du 3^{ème} mécanisme. Or, nous avons vu dans le chapitre 5 que ce 3^{ème} mécanisme est le plus nuisible pour l'aspect visuel. Il faut alors l'éviter en priorité. Ainsi, il y a un juste milieu à trouver : repousser au maximum le second mécanisme (en augmentant la rigidité) sans pour autant faire apparaître le 3^{ème} mécanisme (qui apparaît quand le substrat est trop rigide). Dans le cas des matériaux étudiés dans ce chapitre, l'optimum se situe entre $E_{PVC} = 510MPa$ et $E_{PVC} = 710MPa$. Cette fourchette n'est valable que dans ce cas précis puisqu'il a été montré que, en plus du module de Young, la composition de la formulation du PVC et le procédé par lequel il est mis en forme influent également le comportement à la rayure.

- Rhéologie du vernis : il a été montré numériquement que, dans la gamme de PU étudiée ici (2GPa - 4GPa), le module de Young a une faible influence sur la géométrie du contact et les contraintes auxquelles est soumis le matériau. En revanche, les résultats expérimentaux montrent des différences de résistance à la rayure importantes suivant le vernis déposé, avec un caractère non monotone suivant E_{PU} . En s'appuyant sur ces observations expérimentales et les enseignements des simulations numériques, il semblerait que le paramètre rhéologique ayant une influence au premier ordre, avant le module de Young, soit la contrainte à la rupture du vernis. Cette conclusion est valable uniquement pour les variations de E_{PU} modérées étudiées ici.
- Épaisseur du vernis : il a été montré qu'à cette échelle, la résistance à la rayure est améliorée si l'on augmente l'épaisseur du vernis. Par conséquent, pour optimiser au mieux le revêtement, il y aurait intérêt à déposer un vernis le plus épais possible. Toutefois, le vernis polyuréthane coûte cher. Un arbitrage coût-performance doit alors être fait suivant l'application.

Dans l'annexe A de ce mémoire, un modèle analytique d'indentation de matériau revêtu est proposé. Le modèle est construit en considérant le substrat comme une fondation élastique et en appliquant la théorie des poutres au vernis. Il permet de généraliser les résultats établis dans ce chapitre quant à l'influence des différents paramètres (rigidité du substrat, rigidité du vernis et épaisseur du vernis).

Toutes ces conclusions sont valables pour des rayures faites avec un indenteur de rayon $100\mu m$ (i.e. une échelle relativement élevée). Dans une étude ultérieure, il serait pertinent d'effectuer les mêmes travaux à une échelle inférieure (avec un indenteur de $2\mu m$). Cela n'a pas été fait durant ce travail de thèse, faute de temps, mais à partir des résultats du chapitre 4 (effets d'échelle) nous pouvons essayer d'intuiter les résultats à petite échelle :

- Rhéologie du substrat : nous avons montré dans le chapitre 4 qu'aux petites échelles, le substrat n'est quasiment pas sollicité mécaniquement. On peut alors penser qu'avec un indenteur de $2\mu m$, la résistance à la rayure est indépendante des propriétés mécaniques du substrat.
- Rhéologie du PU : puisque que seul le PU est sollicité mécaniquement à cette échelle, ses propriétés vont évidemment influencer la résistance à la rayure. Il est fort probable que la résistance à la rayure augmente lorsque le module de Young et la contrainte à la rupture du vernis augmentent.
- Epaisseur du PU : nous avons montré dans le chapitre 4 qu'à cette échelle inférieure, les contraintes ne se développent que sur quelques microns de profondeur dans le PU. Par conséquent, on peut penser qu'à partir d'une certaine épaisseur (entre 5 et

$10\mu m$), la résistance à la rayure du matériau devient indépendante de l'épaisseur du vernis.

Chapitre 7

Conclusion générale

Dans ce travail de thèse, nous nous sommes intéressés à la brillance de revêtements de sol en polymère et à son évolution avec l'usure. Ce sujet, à la frontière de l'optique et de la mécanique, nécessite de bien distinguer les problématiques. Premièrement, comment relier les propriétés du matériau à un instant donné (rugosité, indice de réfraction) à la façon dont il diffuse la lumière, c'est à dire à sa brillance ? Deuxièmement, quels sont les mécanismes d'usure susceptibles d'intervenir en usage ? Dans cette étude, nous nous sommes intéressés exclusivement à la rayure car il avait été montré précédemment que ce type d'endommagement est dominant. Troisièmement, comment ces rayures impactent-elles la brillance du matériau suivant leur morphologie ? Peut-on corrélérer les caractéristiques des rayures à leur visibilité ? Si oui, comment prévenir l'apparition des rayures les plus néfastes à l'aspect visuel du matériau ?

Dans un premier temps, nous avons étudié les relations qui existent entre la rugosité de la surface, les propriétés physiques du matériau, et la façon dont il diffuse la lumière dans l'espace. Pour ce faire, un modèle numérique de BRDF a été développé, reposant sur le principe des microfacettes. Tout d'abord, la rugosité de l'échantillon est mesurée. Puis, à partir de cette mesure, la distribution des pentes locales est calculée et la BRDF en est déduite. Les résultats issus de ce modèle, confirmés expérimentalement, montrent que le paramètre clé qui gouverne la brillance est la fonction de distribution des pentes locales. Quand celle-ci est large, l'échantillon est mat. A l'inverse, quand elle est fine, il est brillant. Concrètement, cela signifie que pour obtenir un échantillon très mat, il faut que les pentes locales de la rugosité soient le plus élevées possible. Ce modèle permet notamment de prédire remarquablement la brillance mesurée avec une incidence de 60° . Outre la compréhension de ces phénomènes, cette problématique de brillance soulève une question supplémentaire : quid du lien entre les mesures et la perception visuelle ? Il a été montré que la BRDF donne deux informations à ce sujet : l'éblouissement, qui correspond à la hauteur de celle-ci, et la netteté du reflet, relatif à sa largeur. Or, le brillancemètre, qui est couramment utilisé dans l'industrie, ne mesure que la première caractéristique. Par conséquent, l'information donnée par le brillancemètre est incomplète, et il arrive que la mesure ne coïncide pas avec le perçu visuel. Industriellement, il serait donc intéressant de coupler la mesure au brillancemètre à une mesure du haze (netteté), ou mieux encore, de caractériser entièrement la BRDF pour avoir une description complète du profil de diffusion d'un revêtement de sol.

Dans un second temps, une étude mécanique a été menée pour comprendre le comportement du matériau lors d'un essai de rayure. Trois mécanismes de fissuration apparaissent suivant la charge appliquée à l'indenteur (fissures orientées à 45° à l'arrière de l'indenteur dites en «arêtes de poisson», fissures en fond de sillon, et fissures à l'avant de l'indenteur). Une analyse complète de chacun des mécanismes a été proposée, reposant sur trois outils : la vision in situ du contact indenteur/matériau pendant l'essai, une caractérisation du réseau de fissures par tomographie RX et des simulations numériques par éléments finis. Sur le plan académique, la caractérisation de la rayure par tomographie est une nouveauté. Elle révèle la façon dont les fissures se sont propagées dans le matériau. Dans notre cas, elle a permis de montrer que l'adhérence entre le vernis et le substrat est bonne, puisque nous n'observons pas de délamination. Il a également été montré que le comportement mécanique en rayure d'un matériau revêtu est très largement dépendant de l'échelle de sollicitation : aux grandes échelles (indenteur de $100\mu m$) c'est le substrat qui gouverne l'enfoncement. Le vernis, qui y adhère, suit la déformation. Il est sollicité en flexion et rompt lorsqu'il est soumis à une certaine contrainte critique. A cette échelle, son rôle est d'adoucir la géométrie du contact et de cette manière, les déformations locales du sub-

strat sont réduites, augmentant le retour élastique et réduisant la profondeur résiduelle du sillon. Aux petites échelles en revanche (indenteur de $2\mu m$), seul le vernis est sollicité mécaniquement pour l'épaisseur étudiée ici ($20\mu m$). L'influence du substrat est quasiment nulle, et ce sont uniquement les propriétés mécaniques du vernis qui gouvernent la déformation et les ruptures. Ainsi, avant de chercher à optimiser le matériau, il est nécessaire de se questionner sur l'échelle qui nous intéresse, puisque la stratégie choisie en dépend. Par ailleurs, il a été montré que les tests d'usure accélérée réalisés industriellement ne concernent que les petites échelles. Autrement dit, dans le cadre d'un contrôle qualité, ceux-ci ne permettent pas de caractériser la résistance du matériau aux grosses rayures. Ces tests devraient alors être complétés par des essais à des échelles supérieures pour décrire plus globalement la résistance à la rayure du matériau.

Jusqu'ici, ces deux études (optique et mécanique) semblent assez disjointes. En fait, le modèle développé pour étudier la brillance peut être utilisé pour interpréter la visibilité des rayures. L'influence des rayures sur les propriétés optiques du matériau a été approfondie aux deux échelles (indenteur de $100\mu m$ et $2\mu m$). Tout d'abord, aux grandes échelles, les rayures ductiles sont quasiment invisibles à l'oeil nu. En mesurant la pente des sillons résiduels, on remarque que celle-ci est négligeable devant les pentes locales de la rugosité du matériau. Ces sillons ne modifient donc pas significativement la distribution des pentes. En s'appuyant sur le modèle de BRDF développé, on comprend alors pourquoi elles sont invisibles : la distribution des pentes étant inchangée, la brillance locale l'est également. Le contraste de brillance n'est pas suffisant pour les rendre visibles. En revanche, les rayures avec fissures sont bien visibles en raison du blanchiment du matériau causé par ces fissures qui diffusent la lumière. Il s'agit alors d'une diffusion de volume qui ne peut pas être interprétée par le modèle de BRDF qui ne prend en compte que la diffusion de surface. Aux petites échelles, une série de rayures parallèles a été faite sur un matériau brillant, semi-brillant et mat. Bien que la morphologie des rayures soit identique sur chaque échantillon, elles sont beaucoup plus visibles sur l'échantillon brillant que sur l'échantillon mat. En appliquant le modèle de BRDF sur les surfaces rayées, on remarque que la distribution des pentes est largement modifiée sur la surface brillante (qui est initialement lisse, avec des faibles pentes) alors qu'elle ne l'est pas sur l'échantillon mat (dont les pentes locales sont élevées : les rayures sont "noyées" dans la rugosité de l'échantillon). Les rayures sont d'autant plus visibles que l'échantillon est brillant. L'usure du matériau n'impactera donc pas les échantillons mats aux petites échelles.

S'appuyant sur toutes ces conclusions, une étude a été menée pour optimiser la résistance à la rayure du matériau. Cette étude a été faite aux grandes échelles (indenteur de $100\mu m$). Partant du revêtement standard, la rhéologie du substrat, celle du vernis ainsi que son épaisseur ont été successivement modifiées. Puis, en faisant des essais de rayure à charge croissante sur chaque matériau, on peut caractériser la résistance à la rayure de chaque revêtement via la force normale à partir de laquelle a été amorcé chaque mécanisme. On en tire les conclusions suivantes :

- Rigidité du substrat : plus le substrat est rigide, meilleure est la résistance à la rayure. Toutefois, on note une limite à partir de laquelle le troisième mécanisme (fissuration à l'avant de l'indenteur, au sommet du bourrelet) apparaît plus tôt.
- Rigidité du vernis : il a été montré que dans la gamme des PU étudiée ici ($E_{PU} = 2GPa$ à $E_{PU} = 4GPa$), le module de Young du vernis a peu d'influence sur la résistance à la rayure du matériau et que c'est plutôt sa résistance à la rupture qui devrait être le paramètre rhéologique d'ordre 1. Plus celle-ci est élevée, plus la

résistance à la rayure du matériau est bonne.

- Épaisseur du vernis : plus l'épaisseur du vernis est élevée, plus la résistance à la rayure est bonne. Il n'a pas été observé de limite à partir de laquelle les propriétés chutent. Toutefois, le PU étant onéreux, un juste milieu doit être trouvé entre le coût et les performances du matériau suivant l'application.

Ce travail de thèse a été l'occasion de comprendre finement les phénomènes liés à la brillance et la résistance à la rayure des revêtements de sol. Toutefois, les résultats présentés ici ouvrent la voie à de nombreux travaux futurs, tant sur le plan scientifique qu'industriel.

Dans le chapitre 2, nous montrons tout l'intérêt de calculer la BRDF directement à partir de la rugosité mesurée. Cependant, différents phénomènes ne sont pas pris en compte dans le modèle, et celui-ci mériterait alors d'être généralisé.

Premièrement, les phénomènes d'ombrage et de masquage ne sont pas modélisés. Afin d'en tenir compte, il faudrait modifier l'architecture de l'algorithme : plutôt que d'utiliser une approche statistique, suivant laquelle toutes les facettes ayant la même orientation sont équivalentes, il faudrait prendre en compte l'environnement proche de chacune d'entre elles. Fondamentalement, cela ne semble pas présenter de difficulté majeure. Seul le coût de calcul en pâtirait (dans l'approche statistique proposée ici, le coût de calcul est proportionnel à N , avec N le nombre de facettes. En prenant en compte l'environnement proche de chaque facette, celui-ci deviendrait proportionnel à N^N).

Deuxièmement, nous ne prenons pas en compte les phénomènes de multi-réflexions. Or, sur des surfaces présentant des rugosités importantes, il est tout à fait possible qu'après avoir été réfléchi par une première facette, un rayon lumineux en rencontre une seconde. Sur des surfaces en polymères, cette problématique est a priori anecdotique : puisqu'une facette ne réfléchit que 5% de la lumière (les 95% restant étant réfractés), une seconde réflexion ne compterait que pour $5\% \times 5\% = 0,25\%$. Ce phénomène semble donc tout à fait négligeable. En revanche, sur des surfaces métalliques, pour lesquelles les facettes réfléchissent presque 100% de la lumière, ce phénomène ne peut plus être négligé. De même que pour l'ombrage et le masquage, prendre en compte ce phénomène nécessite de considérer l'environnement proche de chaque facette, faisant ainsi augmenter le coût de calcul (à nouveau proportionnel à N^N). Outre des calculs supplémentaires à intégrer dans l'algorithme, tenir compte de ces multi-réflexions ne semble pas présenter de difficulté majeure.

Enfin, dans le modèle, nous ne prenons en compte que la diffusion de surface par la rugosité. Pour ce faire, nous considérons que l'intégralité de la lumière qui traverse le PU (de l'ordre de 95% en incidence normale) est absorbée par l'encre noire qui se situe sous le PVC. La réalité est évidemment plus complexe. En effet, après avoir traversé le PU, la lumière rencontre l'interface PU/PVC, susceptible de provoquer une nouvelle réflexion/réfraction suivant les indices de réfraction relatifs des deux couches. Puis, il n'est pas évident que l'encre noire absorbe l'intégralité de la lumière qui arrive à sa surface. Suivant sa brillance intrinsèque, il est possible qu'une partie de la lumière y soit réfléchi. De plus, le PU étant chargé, ces charges sont susceptibles de diffuser la lumière et d'en renvoyer une partie vers la surface. Ainsi, on comprend que l'approximation selon laquelle l'intégralité de la lumière traversant le PU est absorbée mériterait largement d'être affinée en tenant compte de la diffusion de volume causée par les différents phénomènes détaillés ci-dessus.

Reste un problème expérimental : pour les phénomènes de multi-réflexions, le rugosimètre confocal ne permet pas de mesurer les pentes élevées responsables d'une éventuelle seconde réflexion. De même il ne permet pas de caractériser la dispersion des charges dans le vernis polyuréthane. Ces deux problèmes peuvent être résolus en caractérisant le maté-

riau par micro-tomographie plutôt que par rugosimétrie confocale. La résolution utilisée en tomographie pour caractériser les fissures dans le chapitre 3 est de l'ordre du micron (soit identique aux caractérisations faites par rugosimétrie confocale dans le chapitre 2). La taille des charges présentes dans le vernis étant supérieure à $5\mu m$, cette résolution est suffisante.

Concernant la résistance à la rayure, la limite principale à laquelle nous avons été confronté concerne les simulations numériques. Comme nous l'avons montré à plusieurs reprises, celles-ci sont d'une aide précieuse dans l'interprétation des résultats expérimentaux. Toutefois, nous n'avons pas été en mesure de modéliser l'apparition et la propagation des fissures. Cela reste d'ailleurs un enjeu scientifique majeur puisqu'il n'existe, à notre connaissance, pas de travaux dans la littérature dans lesquels des simulations numériques de rayure sont réalisées en modélisant explicitement la fissuration. Dans le cas des travaux présentés dans ce mémoire de thèse, cela aurait été particulièrement utile pour interpréter, d'une part, la périodicité des fissures, et d'autre part, la superposition des trois mécanismes qui semblent ne pas s'influencer les uns les autres. Cette observation expérimentale, particulièrement intéressante, est assez étonnante : on s'attend, a priori, à ce qu'une fissure implique un relaxation de contraintes, modifiant ainsi l'état des contraintes, et perturbant donc l'apparition des autres mécanismes de fissuration. On voit qu'il est très délicat de proposer une analyse plus poussée sans modéliser numériquement les fissurations. Deuxième limite relative aux simulations numériques : tous les calculs réalisés ici ont été faits avec une loi de comportement élastique pour le vernis. Or, il a été montré dans le chapitre 4 que celui-ci présente une certaine plasticité. Pour affiner l'analyse, il serait pertinent d'évaluer la contrainte d'écoulement plastique du vernis par analyse inverse, puis de refaire les simulations, cette fois-ci avec une loi de comportement élasto-plastique.

Dans le chapitre 5, dans lequel le modèle de BRDF est utilisé pour interpréter la visibilité des rayures, seules les pentes locales de la rugosité et la brillance sont considérées. Cependant, l'influence des fissures sur la visibilité (blanchiment du matériau) ne peut pas être analysée par notre modèle dans cet état. En effet, ce blanchiment est dû au caractère diffusant des fissures : elles créent de nouvelles interfaces air/PU sur lesquelles la lumière est réfractée. Lorsque la densité de fissures est suffisante, ce type de diffusion devient impactant visuellement. Pour aller plus loin dans l'analyse, il serait nécessaire d'élargir le modèle de BRDF en y intégrant les phénomènes de réfractions aux interfaces air/PU, et en particulier les réfractions multiples (un rayon qui rencontre différentes fissures avant d'être renvoyé vers la surface). Cela rejoint le travail de généralisation du modèle de BRDF évoqué plus haut.

Dans ce travail de thèse, nous nous sommes exclusivement intéressé à la rayure comme mécanisme d'usure impactant l'aspect visuel. Dans tous les résultats présentés ici, les rayures font systématiquement baisser la brillance car elles augmentent la rugosité. Cependant, d'autres modes d'endommagement peuvent détériorer l'aspect en faisant augmenter la brillance localement, et mériteraient donc d'être étudiés en détail. Par exemple :

- Sollicitation par un objet de grande dimension : ici, tous les essais ont été réalisés par des indenteurs de petite taille ($\leq 100\mu m$). Toutefois, en conditions réelles, un revêtement de sol peut être sollicité par des objets plus gros, comme par exemple une roue d'un fauteuil de bureau. Dans ce cas, les modes de sollicitation engagés sont sans doute différents. On peut imaginer que, plutôt que de former des rayures, ce type de sollicitation "enfonce" les aspérités de la rugosité dans le matériaux, faisant

ainsi augmenter la brillance.

- Frottement de semelle : dans ce cas, la mécanique du contact est bien différente puisque le revêtement est sollicité par un matériau "mou" (contrairement aux rayures causées par des aspérités beaucoup plus dures que le revêtement). D'autre part, il a été montré dans une étude précédente que, lors du frottement d'un revêtement de sol par une semelle, la température de contact dépasse les 100 ° C (soit bien au dessus de la température de transition vitreuse du PVC et du PU). De ce fait, il intervient un couplage thermo-mécanique important, conduisant sans doute à des phénomènes non considérés dans ce travail de thèse. En pratique, il a été observé qu'un frottement de semelle fait augmenter la brillance localement, suggérant une diminution de la rugosité.
- Lustrage par un balai brosse de nettoyage : de par sa rotation en grande vitesse, ce type d'appareil sollicite le revêtement en fatigue. Il s'agit d'un mode de sollicitation qui n'a pas été abordé dans ce travail de thèse. Par ailleurs, il a été montré par le passé que la température de contact pendant le passage d'un balai brosse augmente significativement. On retrouve donc à nouveau un couplage thermo-mécanique auquel vient s'ajouter de la fatigue.

Bibliographie

- [1] A. FERRERO et S. BAYÓN : The measurement of sparkle. *Metrologia*, 52(2):317, 2015.
- [2] O. GÓMEZ, E. PERALES, E. CHORRO, V. VIQUEIRA et F. MARTÍNEZ-VERDÚ : Visual and instrumental correlation of sparkle by the magnitude estimation method. *Applied optics*, 55(23):6458–6463, 2016.
- [3] O. BUCHHEIT : *Étude et caractérisation de l'usure de revêtement de sol à base de PVC : caractérisation des défauts consécutifs aux conditions réelles d'utilisation et aux simulations en laboratoire*. Thèse de doctorat, Ecole des mines de Nancy, 2004.
- [4] P. BERTRAND-LAMBOTTE : *Sur les mécanismes de rayures des vernis de finition automobile*. Thèse de doctorat, Ecole centrale de Lyon, 2001.
- [5] Y. ABDESSELAM : *Rhéologie des plastisols et leurs procédés d'enduction*. Thèse de doctorat, Ecole nationale supérieure des mines de Paris, 2016.
- [6] G. MOAD et D. SOLOMON : *The chemistry of radical polymerization*. Elsevier, 2006.
- [7] V.G.W. HARRISON : *Definition and measurement of gloss : a survey of published literature*. PATRA, Printing and Allied Trades Research Association, 1945.
- [8] V.G.W HARRISON et S.R.C POULTER : Gloss measurement of papers-the effect of luminance factor. *British Journal of Applied Physics*, 2(4):92, 1951.
- [9] IOF STANDARDIZATION : Iso 2813 : Paints and varnishes—determination of gloss value at 20 degrees, 60 degrees and 85 degrees. *International Organization for Standardization*, 2014.
- [10] T.E. FLETCHER : A simple model to describe relationships between gloss behaviour, matting agent concentration and the rheology of matted paints and coatings. *Progress in organic coatings*, 44(1):25–36, 2002.
- [11] M. YONEHARA, T. MATSUI, K. KIHARA, H. ISONO, A. KIJIMA et T. SUGIBAYASHI : Experimental relationships between surface roughness, glossiness and color of chromatic colored metals. *Materials Transactions*, 45(4):1027–1032, 2004.
- [12] I. ARIÑO, U. KLEIST, L. MATTSSON et M. RIGDAHL : On the relation between surface texture and gloss of injection-molded pigmented plastics. *Polymer Engineering & Science*, 45(10):1343–1356, 2005.
- [13] R. SÈVE : Problems connected with the concept of gloss. *Color Research & Application*, 18(4):241–252, 1993.
- [14] J. A FERWERDA, F. PELLACINI et D. GREENBERG : Psychophysically based model of surface gloss perception. *In Human Vision and Electronic Imaging VI*, volume 4299, pages 291–301. International Society for Optics and Photonics, 2001.
- [15] G. GED, G. OBEIN, Z. SILVESTRI, J. LE ROHELLEC et F. VIÉNOT : Recognizing real materials from their glossy appearance. *Journal of vision*, 10(9):18–18, 2010.

- [16] G. OBEIN, K. KNOBLAUCH et F. VIÉNOT : Difference scaling of gloss : Nonlinearity, binocularity, and constancy. *Journal of vision*, 4(9):4–4, 2004.
- [17] C. WYNN : An introduction to brdf-based lighting. *Nvidia Corporation*, 2000.
- [18] G. OBEIN, T.R. LEROUX et F. VIENOT : Bidirectional reflectance distribution factor and gloss scales. In *Human Vision and Electronic Imaging VI*, volume 4299, pages 279–290. International Society for Optics and Photonics, 2001.
- [19] I. NIMEROFF : Analysis of goniophotometric reflection curves. *JOSA*, 42(8):579–583, 1952.
- [20] F. LELOUP, P. HANSELAER et S.A.B FORMENT : Brdf and gloss measurements. In *CIE Expert Symposium on Visual Appearance*. CIE (Commission International d’Eclairage), 2007.
- [21] L. BOUSQUET, S. LACHÉRADE, S. JACQUEMOUD et I. MOYA : Leaf brdf measurements and model for specular and diffuse components differentiation. *Remote Sensing of Environment*, 98(2-3):201–211, 2005.
- [22] Y. BOUCHER, H. COSNEFROY, A.D. PETIT, G. SERROT et X. BRIOTTET : Comparison of measured and modeled brdf of natural targets. In *Targets and Backgrounds : Characterization and Representation V*, volume 3699, pages 16–26. International Society for Optics and Photonics, 1999.
- [23] L. SIMONOT et P. BOULENGUEZ : *Quand la matière diffuse la lumière*. Presse des Mines, 2019.
- [24] L. SIMONOT et G. OBEIN : Geometrical considerations in analyzing isotropic or anisotropic surface reflections. *Applied optics*, 46(14):2615–2623, 2007.
- [25] A. COMAR, F. BARET, G. OBEIN, L. SIMONOT, D. MENEVEAUX, F. VIÉNOT et B. DE SOLAN : Act : A leaf brdf model taking into account the azimuthal anisotropy of monocotyledonous leaf surface. *Remote sensing of environment*, 143:112–121, 2014.
- [26] D. MENEVEAUX, B. BRINGIER, E. TAUZIA, M. RIBARDIÈRE et L. SIMONOT : Rendering rough opaque materials with interfaced lambertian microfacets. *IEEE transactions on visualization and computer graphics*, 24(3):1368–1380, 2017.
- [27] B. WALTER, S.R. MARSCHNER, H. LI et K.E. TORRANCE : Microfacet models for refraction through rough surfaces. *Rendering techniques*, 2007:18th, 2007.
- [28] L-Q. YAN, M. HAŠAN, W. JAKOB, J. LAWRENCE, S. MARSCHNER et R. RAMAMOORTHY : Rendering glints on high-resolution normal-mapped specular surfaces. *ACM Transactions on Graphics (TOG)*, 33(4):1–9, 2014.
- [29] R.L. COOK et K.E. TORRANCE : A reflectance model for computer graphics. *ACM Transactions on Graphics (TOG)*, 1(1):7–24, 1982.
- [30] K.K. ELLIS : Polarimetric bidirectional reflectance distribution function of glossy coatings. *JOSA A*, 13(8):1758–1762, 1996.
- [31] Z. DONG, B. WALTER, S. MARSCHNER et D.P. GREENBERG : Predicting appearance from measured microgeometry of metal surfaces. *ACM Transactions on Graphics (TOG)*, 35(1):1–13, 2015.
- [32] H. WANG, W. ZHANG et A. DONG : Measurement and modeling of bidirectional reflectance distribution function (brdf) on material surface. *Measurement*, 46(9): 3654–3661, 2013.

- [33] H. YANG, T. HAIST, M. GRONLE et W. OSTEN : Simulated brdf based on measured surface topography of metal. *In Automated Visual Inspection and Machine Vision II*, volume 10334, page 1033405. International Society for Optics and Photonics, 2017.
- [34] R. MONTES et C. UREÑA : An overview of brdf models. *University of Grenada, Technical Report LSI-2012*, 1, 2012.
- [35] J.H. LAMBERT : Photometria sive de mensura et gradibus luminis, colorum et umbrae, Eberhard Klett, Augsburg. *Translation in W. Engleman (1982), Lambert's Photometrie, Leipzig*, 1760.
- [36] B.T. PHONG : Illumination for computer generated pictures. *Communications of the ACM*, 18(6):311–317, 1975.
- [37] J.F. BLINN : Models of light reflection for computer synthesized pictures. *In Proceedings of the 4th annual conference on Computer graphics and interactive techniques*, pages 192–198, 1977.
- [38] G.J. WARD : Measuring and modeling anisotropic reflection. *In Proceedings of the 19th annual conference on Computer graphics and interactive techniques*, pages 265–272, 1992.
- [39] P. BECKMANN et A. SPIZZICHINO : The scattering of electromagnetic waves from rough surfaces. *Norwood, MA, Artech House, Inc., 1987, 511 p.*, 1987.
- [40] A. STOGRYN : Electromagnetic scattering from rough, finitely conducting surfaces. *Radio Science*, 2(4):415–428, 1967.
- [41] X.D. HE, K.E. TORRANCE, F.X. SILLION et D.P. GREENBERG : A comprehensive physical model for light reflection. *ACM SIGGRAPH computer graphics*, 25(4):175–186, 1991.
- [42] K.E. TORRANCE et E.M. SPARROW : Theory for off-specular reflection from roughened surfaces. *Josa*, 57(9):1105–1114, 1967.
- [43] B. SMITH : Geometrical shadowing of a random rough surface. *IEEE transactions on antennas and propagation*, 15(5):668–671, 1967.
- [44] M. OREN et S.K. NAYAR : Generalization of Lambert's reflectance model. *In Proceedings of the 21st annual conference on Computer graphics and interactive techniques*, pages 239–246, 1994.
- [45] B. GOFFETTE : *Couleurs de polymères chargés pour un environnement lumineux : Application à la recherche par le design de matériau à changement chromatique*. Thèse de doctorat, Ecole nationale supérieure des mines de Paris, 2013.
- [46] F. BERNOUX, J-P. PIEL, B. CASTELLON, C. DEFRANOUX, J-h. LECAT, P. BOHER et J-L. STEHLÉ : Ellipsométrie - théorie. *Techniques de l'ingénieur, Mesures-analyses : Mesures mécaniques et dimensionnelles. 2003*.
- [47] F. BERNOUX, J-P. PIEL, B. CASTELLON, C. DEFRANOUX, J-H. LECAT, P. BOHER et J-L. STEHLÉ : Ellipsométrie - instrumentation et applications. *Techniques de l'ingénieur, Mesures-analyses : Mesures mécaniques et dimensionnelles. 2003*.
- [48] J.E. MARK : *Physical properties of polymers handbook*, volume 1076. Springer, 2007.
- [49] W.R. HUNTER : Errors in using the reflectance vs angle of incidence method for measuring optical constants. *JOSA*, 55(10):1197–1204, 1965.
- [50] M. HÉBERT : Reflection and transmission of light by a flat interface, Fresnel's formulae. *Institut d'Optique, Paris*, 2013.

- [51] S.E. MASKERY : Development and applications for matting agents. *Pigment & Resin Technology*, 1973.
- [52] D. TABOR : *The hardness of metals*. Oxford university press, 1951.
- [53] K.L. JOHNSON : The correlation of indentation experiments. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 18(2):115–126, 1970.
- [54] J-L. BUCAILLE : *Simulation numérique de l'indentation et de la rayure des verres organiques*. Thèse de doctorat, Ecole nationale supérieure des mines de Paris, 2001.
- [55] J-L. BUCAILLE et E. FELDER : Finite-element analysis of deformation during indentation and scratch tests on elastic-perfectly plastic materials. *Philosophical Magazine A*, 82(10):2003–2012, 2002.
- [56] B.J. BRISCOE, P.D. EVANS, S.K. BISWAS et S.K. SINHA : The hardnesses of poly (methylmethacrylate). *Tribology International*, 29(2):93–104, 1996.
- [57] B.J. BRISCOE, P.D. EVANS, E. PELLILLO et S.K. SINHA : Scratching maps for polymers. *Wear*, 200(1-2):137–147, 1996.
- [58] B.Y. NI et A. LE FAOU : Scratching behaviour of polymer films using blunt spherical styli. *Journal of materials science*, 31(15):3955–3963, 1996.
- [59] B.J. BRISCOE, E. PELILLO et S.K. SINHA : Scratch hardness and deformation maps for polycarbonate and polyethylene. *Polymer Engineering & Science*, 36(24):2996–3005, 1996.
- [60] C. GAUTHIER et R. SCHIRRER : Time and temperature dependence of the scratch properties of poly (methylmethacrylate) surfaces. *Journal of Materials Science*, 35(9):2121–2130, 2000.
- [61] C. GAUTHIER et R. SCHIRRER : The viscoelastic viscoplastic behaviour of a scratch on a polymeric surface. *In Proc of the 2nd World Tribology Congress WTC2001, Vienna Austria September*, 2001.
- [62] A. CHATEAUMINOIS, M.C. BAIETTO-DUBOURG, C. GAUTHIER et R. SCHIRRER : In situ analysis of the fragmentation of polystyrene films within sliding contacts. *Tribology international*, 38(11-12):931–942, 2005.
- [63] M-C. BAIETTO, J. RANNOU, A. GRAVOUIL, H. PELLETIER, C. GAUTHIER et R. SCHIRRER : 3d crack network analysis during a scratch test of a polymer : A combined experimental and multigrid x-fem based numerical approach. *Tribology international*, 44(11):1320–1328, 2011.
- [64] S. LAFAYE, C. GAUTHIER et R. SCHIRRER : Analysis of the apparent friction of polymeric surfaces. *Journal of materials science*, 41(19):6441–6452, 2006.
- [65] T. CHATEL, C. GAUTHIER, H. PELLETIER, V. LE HOUEROU, D. FAVIER et R. SCHIRRER : Creep of the contact with a spherical tip and recovery of the imprint on amorphous polymer surfaces. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 44(37):375403, 2011.
- [66] J-L. BUCAILLE, E. FELDER et G. HOCHSTETTER : Mechanical analysis of the scratch test on elastic and perfectly plastic materials with the three-dimensional finite element modeling. *Wear*, 249(5-6):422–432, 2001.
- [67] J. GODDARD et H. WILMAN : A theory of friction and wear during the abrasion of metals. *Wear*, 5(2):114–135, 1962.
- [68] H. PELLETIER, C. GAUTHIER et R. SCHIRRER : Influence of the friction coefficient on the contact geometry during scratch onto amorphous polymers. *Wear*, 268(9-10):1157–1169, 2010.

- [69] J. LI et W. BERES : Three-dimensional finite element modelling of the scratch test for a tin coated titanium alloy substrate. *Wear*, 260(11-12):1232–1242, 2006.
- [70] H. JIANG, R. BROWNING, J-D. WHITCOMB, M. ITO, M. SHIMOUSE, T.A. CHANG et H-J. SUE : Mechanical modeling of scratch behavior of polymeric coatings on hard and soft substrates. *Tribology letters*, 37(2):159–167, 2010.
- [71] I. DEMIRCI, C. GAUTHIER et R. SCHIRRER : Mechanical analysis of the damage of a thin polymeric coating during scratching : role of the ratio of the coating thickness to the roughness of a scratching tip. *Thin Solid Films*, 479(1-2):207–215, 2005.
- [72] I. DEMIRCI : *Mécanique de l'endommagement par rayure de polymères*. Thèse de doctorat, Université de Strasbourg, 2004.
- [73] P.J. BURNETT et D.S. RICKERBY : The relationship between hardness and scratch adhesion. *Thin solid films*, 154(1-2):403–416, 1987.
- [74] S.J. BULL : Failure mode maps in the thin film scratch adhesion test. *Tribology international*, 30(7):491–498, 1997.
- [75] G. BERTHOUT et N. RANDALL : Tests de rayure. *Techniques de l'ingénieur. Mécanique : frottement, usure et lubrification*. 2017.
- [76] J. AKBARI, Yo. SAITO, T. HANAOKA et S. ENOMOTO : Acoustic emission and deformation mode in ceramics during indentation. *JSME international journal. Ser. A, Mechanics and material engineering*, 37(4):488–494, 1994.
- [77] P. LU, X. XIAO et Y.K. CHOU : Interface delamination study of diamond-coated carbide tools considering coating fractures. *Surface and Coatings Technology*, 260: 239–245, 2014.
- [78] V. LE HOUÉROU, C. GAUTHIER et R. SCHIRRER : Mechanical analysis of the blistering of a thin film deposited on a glassy polymer. *Tribology international*, 43(1-2):129–135, 2010.
- [79] S. LAFAYE, C. GAUTHIER et R. SCHIRRER : A surface flow line model of a scratching tip : apparent and true local friction coefficients. *Tribology international*, 38(2):113–127, 2005.
- [80] G. KERMOUCHE, N. ALEKSY, J-L. LOUBET et J-M. BERGHEAU : Finite element modeling of the scratch response of a coated time-dependent solid. *Wear*, 267(11): 1945–1953, 2009.
- [81] M.M. HOSSAIN, S. XIAO, H-J. SUE et M. KOTAKI : Scratch behavior of multilayer polymeric coating systems. *Materials & Design*, 128:143–149, 2017.
- [82] M. HAMDI, X. ZHANG et H-J. SUE : Fundamental understanding on scratch behavior of polymeric laminates. *Wear*, 380:203–216, 2017.
- [83] B. WITTMANN, C. GAUTHIER, A. BURR, J-F. AGASSANT, D. FAVIER, P. MONTMINTONNET et A. CASOLI : Study of scratch resistance of a hard-on-soft polymer bilayer : Combination of in situ vision, x-ray tomography and numerical simulations. *Wear*, 452:203271, 2020.
- [84] J. RADON : Über die bestimmung von funktionen durch ihre integralwerte langs gewisser mannigfaltigkeiten, berichte. *Verh. Sachs. Akad. Wiss. Leipzig, Math Phys Klass*, 69, 1917.
- [85] M. DABO, T. ROLAND, G. DALONGEVILLE, C. GAUTHIER et P. KÉKICHEFF : Ad-hoc modeling of closed-cell foam microstructures for structure-properties relationships. *European Journal of Mechanics-A/Solids*, 75:128–141, 2019.

- [86] M.J. EMERSON, K.M. JESPERSEN, A.B. DAHL, K. CONRADSEN et L.P. MIKKELSEN : Individual fibre segmentation from 3d x-ray computed tomography for characterising the fibre orientation in unidirectional composite materials. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 97:83–92, 2017.
- [87] J-Y. BUFFIERE, E. FERRIE, H. PROUDHON et W. LUDWIG : Three-dimensional visualisation of fatigue cracks in metals using high resolution synchrotron x-ray micro-tomography. *Materials science and technology*, 22(9):1019–1024, 2006.
- [88] L. FOURMENT, J-L. CHENOT et K. MOCELLIN : Numerical formulations and algorithms for solving contact problems in metal forming simulation. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 46(9):1435–1462, 1999.
- [89] H. JIANG, R.L. BROWNING, M.M. HOSSAIN, H-J. SUE et M. FUJIWARA : Quantitative evaluation of scratch visibility resistance of polymers. *Applied Surface Science*, 256(21):6324–6329, 2010.
- [90] Y. HARA, T. MORI et T. FUJITANI : Relationship between viscoelasticity and scratch morphology of coating films. *Progress in organic coatings*, 40(1-4):39–47, 2000.
- [91] M.M. HOSSAIN, H. JIANG et H-J. SUE : Effect of constitutive behavior on scratch visibility resistance of polymers -a finite element method parametric study. *Wear*, 270(11-12):751–759, 2011.
- [92] P. RANGARAJAN, M. SINHA, V. WATKINS, K. HARDING et J. SPARKS : Scratch visibility of polymers measured using optical imaging. *Polymer Engineering & Science*, 43(3):749–758, 2003.
- [93] M. HAMDY et H-J. SUE : Effect of color, gloss, and surface texture perception on scratch and mar visibility in polymers. *Materials & Design*, 83:528–535, 2015.
- [94] C.J. BARR, L. WANG, J.K. COFFEY, A. GIDLEY et F. DAVER : New technique for the quantification of scratch visibility on polymeric textured surfaces. *Wear*, 384:84–94, 2017.
- [95] P. GAMONAL-REPISO, M. SÁNCHEZ-SOTO, S. SANTOS-PINTO et M. MASPOCH : Influence of topography on the scratch and mar visibility resistance of randomly micro-textured surfaces. *Wear*, 440:203082, 2019.
- [96] R. BROWNING, M.M. HOSSAIN, J. LI, S. JONES et H-J. SUE : Contrast-based evaluation of mar resistance of thermoplastic olefins. *Tribology international*, 44(9):1024–1031, 2011.
- [97] P. BERTRAND-LAMBOTTE, J-L. LOUBET et C. VERPY : Mar and scratch resistance of automotive clearcoats : development of new testing methods to improve coatings. *In Tribology Series*, volume 39, pages 883–893. Elsevier, 2001.
- [98] L. LIN, G.S. BLACKMAN et R.R. MATHESON : A new approach to characterize scratch and mar resistance of automotive coatings. *Progress in Organic Coatings*, 40(1-4):85–91, 2000.
- [99] W. SHEN, L. MI et B. JIANG : Characterization of mar/scratch resistance of coatings with a nano-indenter and a scanning probe microscope. *In Tribology and Interface Engineering Series*, volume 51, pages 166–185. Elsevier, 2006.
- [100] W.C OLIVER et G.M. PHARR : An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of materials research*, 7(6):1564–1583, 1992.
- [101] E. WINKLER : *Die Lehre von der Elasticitaet und Festigkeit : mit besonderer Rücksicht auf ihre Anwendung in der Technik für polytechnische Schulen, Bauakademien, Ingenieure, Maschinenbauer, Architekten, etc*, volume 1. Dominicus, 1867.

- [102] B. BASMAJI : *Développement d'un modèle analytique d'interaction sol-structure pour l'étude du comportement mécanique des structures soumises à un mouvement de terrain : influence des déformations de cisaillement et de la plasticité*. Thèse de doctorat, Ecole des mines de Nancy, 2016.
- [103] K.L. JOHNSON : *Contact mechanics*. Cambridge university press, 1987.
- [104] E.E. GDOUTOS, I.M. DANIEL et K.A. WANG : Indentation failure in composite sandwich structures. *Experimental Mechanics*, 42(4):426–431, 2002.
- [105] M. GARCIA, K.D SCHULZE, C.S O'BRYAN, T. BHATTACHARJEE, W.G SAWYER et T.E. ANGELINI : Eliminating the surface location from soft matter contact mechanics measurements. *Tribology-Materials, Surfaces & Interfaces*, 11(4):187–192, 2017.
- [106] Y. ZHANG et X. LIU : Response of an infinite beam resting on the tensionless Winkler foundation subjected to an axial and a transverse concentrated loads. *European Journal of Mechanics-A/Solids*, 77:103819, 2019.

Annexe A

Généralisation des résultats du chapitre 6 : modèle analytique d'indentation d'un matériau revêtu

A.1 Objectif

Comme nous l'avons vu dans le chapitre 6, comprendre l'influence de chaque paramètre sur la résistance à la rayure d'un matériau revêtu est compliqué. La simulation numérique par éléments finis est un outil très utile qui permet d'analyser finement les phénomènes observés. Toutefois, ces simulations présentent trois inconvénients :

- Chaque simulation est faite sur un matériau précis (rhéologie du substrat, rhéologie du vernis, épaisseur du vernis) et dans des conditions fixées (force ou déplacement, et vitesse de rayure imposés). Cela rend difficile de tirer des conclusions générales, et notamment de mettre en évidence les différents couplages entre ces paramètres. Pour ce faire il faudrait un très grand nombre de simulations. Dans notre cas, imaginons que nous voulions tester toutes les possibilités avec 4 valeurs de E_{PVC} , 4 valeurs de E_{PU} et 4 épaisseurs de PU. Pour balayer toutes les possibilités, il faudrait faire $4 \times 4 \times 4 = 64$ simulations.
- Une simulation prend du temps. Les simulations réalisées dans ce travail de thèse durent en moyenne 5 heures. Cela représenterait donc $64 \times 5 = 320$ heures de calculs pour le plan de travail évoqué ci-dessus. C'est réalisable, mais très long.
- Les logiciels de simulations par éléments finis sont onéreux et tous les laboratoires industriels de R&D ne possèdent pas forcément de licence.

Pour toutes ces raisons il peut être intéressant de recourir à des modèles analytiques pour appréhender qualitativement les phénomènes engagés : le temps de calcul est instantané, et l'équation finale permet de bien voir l'influence de chacun des paramètres.

Nous proposons ici un modèle analytique d'indentation de matériau revêtu en considérant le substrat comme une fondation élastique et en appliquant la théorie des poutres au vernis.

A.2 Le modèle

A.2.1 Fondation élastique

Le substrat est modélisé comme une fondation élastique. Cette idée a été proposée par Emil Winkler en 1867 pour modéliser la déformation de sols [101] [102]. Elle a ensuite été reprise pour traiter des problèmes de mécanique du contact [103] (pages 104 et 105), [104] [105] [106].

Concrètement, comme le montre la FIGURE 156, la fondation élastique signifie que la force linéique (N/mm) exercée par le substrat sur le vernis est proportionnelle à $z(y)$ (mm) :

$$f(y) = -k.z(y) \quad (53)$$

Avec k (MPa) la constante de fondation élastique du substrat.

Ce qui nous intéresse ici, c'est d'introduire le module de Young du substrat :

$$k = \frac{E_s.l}{L_c} \quad (54)$$

Avec E_s le module de Young du substrat (MPa), l l'épaisseur de la tranche de matériau considérée selon x ⁹³ et L_c la longueur caractéristique des déformations suivant z ⁹⁴ (mm), qui sera identifiée par analyse inverse dans le paragraphe A.3.2.

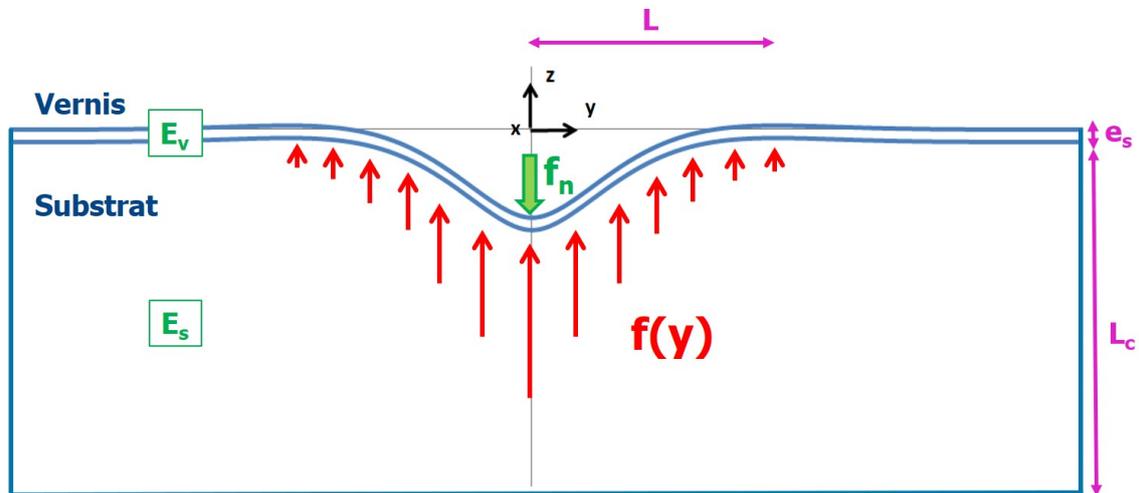


FIGURE 156 – Force exercée par le substrat considéré comme une fondation élastique.

A.2.2 Application de la théorie des poutres au vernis

Le vernis étant une couche mince (épaisseur négligeable devant la longueur et la largeur du matériau), on peut lui appliquer la théorie des poutres.

Dans la théorie des poutres "classique", on considère une poutre de taille L , et on calcule le moment produit par l'application d'une force à un point donné. Ici, la situation est plus complexe : comme le montre la FIGURE 156, la force appliquée par le substrat sur le vernis n'est pas ponctuelle mais continue et est décroissante suivant y . Il faut alors intégrer ces forces sur toute la longueur. Deuxième problème : la longueur de la poutre est une inconnue. En effet, les forces exercées par le substrat ne deviennent pas nulles pour une valeur de y donnée, mais diminuent continûment, jusqu'à tendre vers zéro en $y \rightarrow \pm\infty$.

Pour commencer, calculons le moment créé en chaque point par les forces appliquées par le substrat.

93. Par cette méthode, le modèle analytique correspond plutôt à l'indentation du matériau par un cylindre que par une bille. Les calculs sont alors plus aisés. L'objectif du modèle étant purement qualitatif, cette approche est suffisante. Si l'on souhaitait mieux se rapprocher de la réalité (indentation par une bille), il faudrait appliquer la théorie des plaques (chargée en son centre) plutôt que celle des poutres.

94. Le module de Young se définit comme le rapport entre une contrainte et une déformation. La constante de fondation élastique est le rapport entre une force linéique et un déplacement. Pour relier les deux, on est obligé d'introduire l et L_c

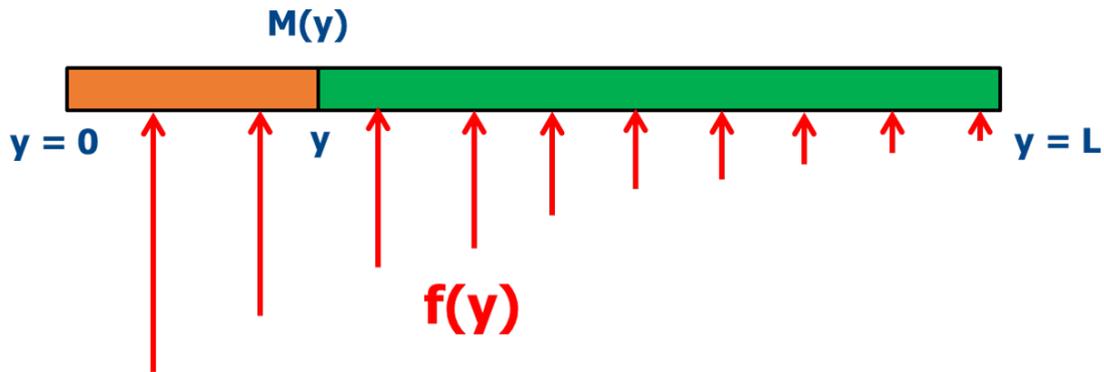


FIGURE 157 – Schéma du vernis : moment créé en y par la partie verte.

Le moment créé en y par la partie verte (FIGURE 157) peut s'écrire :

$$M(y) = \int_y^L (t - y)f(t)dt \quad (55)$$

Avec L la longueur de la poutre (qu'on ne connaît pas).

Intégrons par parties cette équation :

$$M(y) = [(t - y)F(t)]_y^L - \int_y^L F(t)dt = (L - y)F(L) - \int_y^L F(t)dt \quad (56)$$

Avec F une primitive de f .

En dérivant cette équation, on obtient :

$$M'(y) = -2F(L) + F(y) \quad (57)$$

Puis en dérivant une seconde fois :

$$M''(y) = f(y) = \frac{E_s \cdot l}{L_c} \cdot z(y) \quad (58)$$

On obtient alors une relation simple entre M'' et f , indépendante de L .

Ayant une expression du moment, appliquons maintenant la théorie des poutres au vernis :

$$E_v \cdot I_x \cdot z''(y) = M(y) \quad (59)$$

Avec E_v le module de Young du vernis et I_x le moment quadratique du vernis suivant l'axe x :

$$I_x = \frac{l \cdot e_v^3}{12} \quad (60)$$

Avec e_v l'épaisseur du vernis.

Or, nous n'avons pas d'expression de M , mais uniquement de M'' (équation 58). Dérivons alors l'équation 59 deux fois. On obtient :

$$E_v \cdot I_x \cdot z^{(4)}(y) = M''(y) \quad (61)$$

Enfin, en remplaçant les expressions de I_x (équation 60) et de M'' (équation 58) dans l'équation 61, on obtient :

$$\frac{E_v \cdot L_c \cdot e_v^3}{12E_s} \cdot z^{(4)}(y) = -z(y) \quad (62)$$

Qu'on peut écrire de la manière suivante pour alléger les notations :

$$\alpha \cdot z^{(4)}(y) = -z(y) \quad (63)$$

$$\text{Avec } \alpha = \frac{E_v \cdot L_c \cdot e_v^3}{12E_s}$$

A.2.3 Résolution de l'équation différentielle

Une solution de l'équation différentielle 63 est :

$$z(y) = A \cdot \exp\left(\frac{y}{\sqrt[4]{4\alpha}}\right) \cdot \cos\left(\frac{y}{\sqrt[4]{4\alpha}}\right) + B \cdot \exp\left(-\frac{y}{\sqrt[4]{4\alpha}}\right) \cdot \cos\left(\frac{y}{\sqrt[4]{4\alpha}}\right) \\ + C \cdot \exp\left(\frac{y}{\sqrt[4]{4\alpha}}\right) \cdot \sin\left(\frac{y}{\sqrt[4]{4\alpha}}\right) + D \cdot \exp\left(-\frac{y}{\sqrt[4]{4\alpha}}\right) \cdot \sin\left(\frac{y}{\sqrt[4]{4\alpha}}\right) \quad (64)$$

Avec A, B, C et D des constantes d'intégrations⁹⁵.

Les constantes d'intégration peuvent être déterminées à partir des conditions aux limites :

Première condition limite :

En s'éloignant du contact, l'enfoncement est nul, i.e. $\lim_{y \rightarrow +\infty} z(y) = 0$. Par conséquent, pour respecter cette condition, aucun terme ne peut tendre vers l'infini. Ainsi, ceux dont l'intérieur de l'exponentielle est positif doivent être nuls i.e. $A = C = 0$.

Deuxième condition limite :

Par symétrie, $\frac{dz(y=0)}{dy} = 0$. Or, $\frac{dz(y=0)}{dy} = \frac{1}{\sqrt[4]{4\alpha}}(-B + D)$ donc $B = D$.

Troisième condition limite :

Pendant l'indentation, le matériau est à l'équilibre donc les force se compensent. Ainsi, la force normale appliquée par l'indenteur est égale à la force de retour élastique du substrat :

$$\frac{F_N}{2} = \int_{y=0}^{y=+\infty} f(y) \cdot dy \quad (65)$$

En calculant cette intégrale, on en déduit :

$$B = z(y=0) = \frac{F_N}{2 \cdot E_s} \cdot \frac{1}{\sqrt[4]{4\alpha}} \quad (66)$$

⁹⁵. L'équation différentielle a été résolue par un solveur en ligne (<https://www.dcode.fr/solveur-equation>) et nous avons vérifié ensuite que la solution était juste en la réinjectant dans l'équation différentielle.

Et donc :

$$z(y) = \frac{F_N \cdot L_c}{2 \cdot E_s \cdot \sqrt[4]{4\alpha}} \cdot \exp\left(-\frac{y}{\sqrt[4]{4\alpha}}\right) \cdot \left(\cos\left(\frac{y}{\sqrt[4]{4\alpha}}\right) + \sin\left(\frac{y}{\sqrt[4]{4\alpha}}\right)\right) \quad (67)$$

i.e.

$$z(y) = \frac{F_N}{2} \cdot \sqrt[4]{\frac{3 \cdot L_c^3}{E_v \cdot e_v^3 \cdot E_s^3}} \cdot \exp\left(-\sqrt[4]{\frac{3 \cdot E_s}{E_v \cdot L_c \cdot e_v^3}} \cdot y\right) \cdot \left(\cos\left(\sqrt[4]{\frac{3 \cdot E_s}{E_v \cdot L_c \cdot e_v^3}} \cdot y\right) + \sin\left(\sqrt[4]{\frac{3 \cdot E_s}{E_v \cdot L_c \cdot e_v^3}} \cdot y\right)\right) \quad (68)$$

A partir de cette expression, on peut calculer le rayon de courbure du vernis en $y=0$:

$$\frac{1}{R} = \frac{dz^2}{dy^2}(x=0) = \frac{z(0)}{\sqrt{\alpha}} = \sqrt{3} \cdot F_N \sqrt[4]{\frac{3 \cdot L_c}{E_s \cdot E_v^3 \cdot e_v^9}} \quad (69)$$

Dont on déduit la contrainte maximale σ_{yy} à l'interface, au centre du contact :

$$\sigma_{yy}(y=0) = \frac{E_v \cdot e_v}{2R} = \frac{E_v \cdot e_v \cdot z(0)}{2\sqrt{\alpha}} = \frac{\sqrt{3}}{2} \cdot F_N \cdot \sqrt[4]{\frac{3 \cdot L_c \cdot E_v}{E_s \cdot e_v^5}} \quad (70)$$

A.3 Simulation numérique de l'essai d'indentation

Dans le modèle analytique développé ci-dessus, nous ne connaissons pas la valeur de L_c . Un modèle numérique a été développé pour déterminer ce paramètre par analyse inverse.

A.3.1 Le modèle numérique

Le matériau est modélisé par l'approche bi-matériau. Afin de se placer dans les mêmes conditions que le modèle analytique, le vernis ainsi que le substrat sont modélisés par des lois de comportement élastiques linéaires ($E_v = 3GPa$, $\nu_v = 0,4$, $E_s = 450MPa$, $\nu_s = 0,3$). Le contact entre l'indenteur et le matériau est glissant (pas de frottement). Les éléments ont une taille de $50\mu m$. Trois boites de maillage sphériques sont ajoutées sous l'indenteur. De la plus large à la plus fine, les tailles des éléments sont : $10\mu m$, $5\mu m$ et $2\mu m$. Seul le quart du domaine est considéré pour réduire le temps de calcul, et deux plans de symétrie sont alors imposés. L'indenteur est sphérique de rayon $100\mu m$. On impose à celui-ci un déplacement vertical de $50\mu m$. Une illustration du modèle est présentée sur la FIGURE 158.

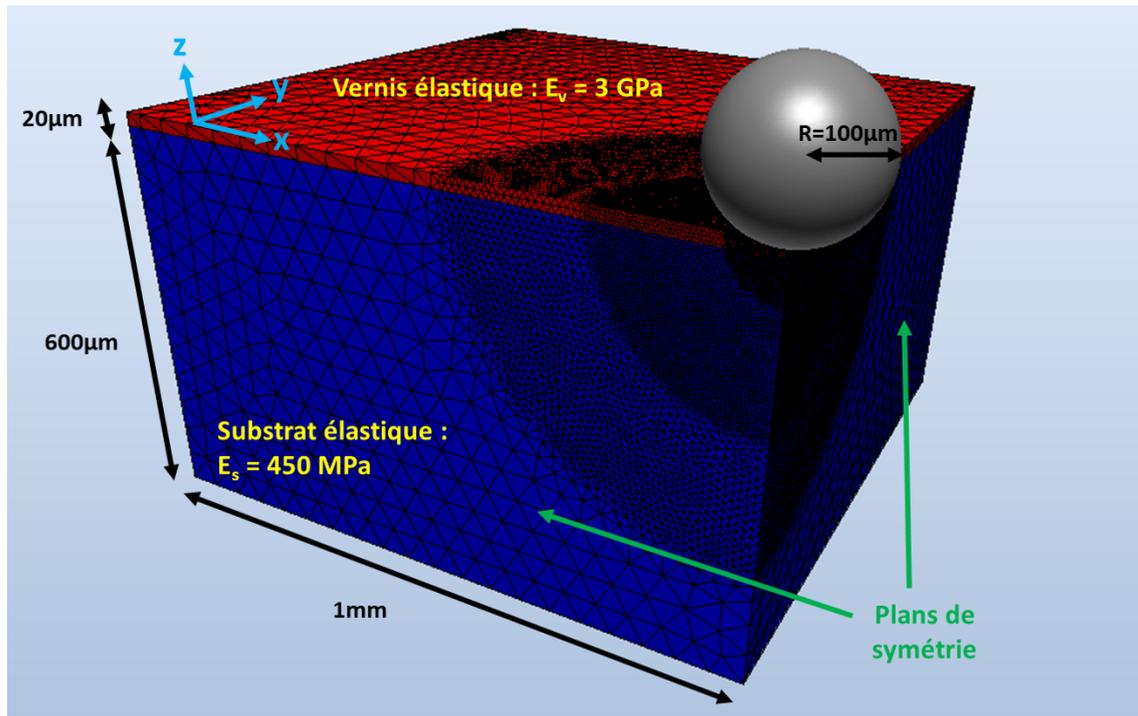


FIGURE 158 – Modèle numérique d'indentation.

A.3.2 Détermination de L_c par analyse inverse

L'objectif ici est d'obtenir la courbe force normale - enfoncement, à partir du modèle numérique, pour déterminer la valeur de L_c qu'on utilisera dans le modèle analytique par la suite. La courbe force normale - déplacement issue du calcul numérique est tracée sur la FIGURE 159. Y sont également tracées celles issues du modèle analytique pour différentes valeurs de L_c .

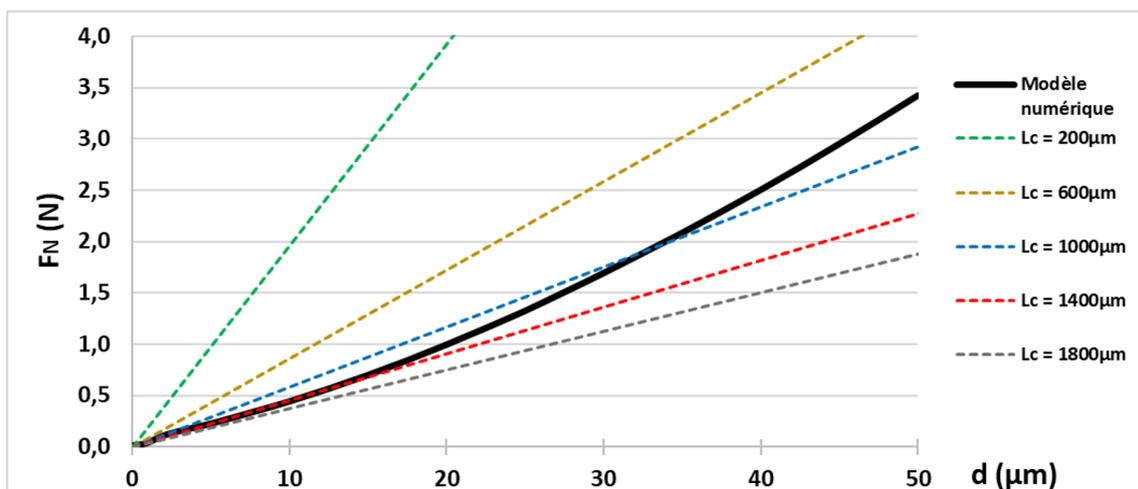


FIGURE 159 – Courbes force normale - déplacement du modèle numérique (courbe noire) et du modèle analytique (courbes en pointillés) pour différentes valeurs de L_c .

La courbe du modèle numérique a la forme classique d'un essai d'indentation. Celles du modèle analytique sont linéaires car l'équation 68 est une fonction linéaire de F_N . Cette

différence d'allure entre les courbes du modèle analytique et celle du modèle numérique est sans doute due aux deux hypothèses principales qui sont faites dans le modèle analytique :

- Le chargement est effectué par un cylindre dans le modèle analytique alors qu'il s'agit d'une bille dans le modèle numérique.
- La force est appliquée ponctuellement dans le modèle analytique alors qu'elle se répartit sur la surface de contact indenteur/matériau dans le modèle numérique.

Dans la gamme de forces qui nous intéresse ($F_N < 3N$)⁹⁶, c'est avec $L_c = 1000\mu m$ que le modèle analytique suit le mieux le modèle numérique. Dans la suite, nous prendrons donc cette valeur.

A.4 Résultats du modèle analytique

De même que dans le chapitre 6, nous allons partir ici du revêtement "standard" ($E_s = 450MPa$, $E_v = 3GPa$ et $e_v = 20\mu m$) et faire varier successivement le module de Young du substrat, celui du vernis et l'épaisseur du vernis. L'objectif est de s'assurer que le modèle analytique donne, qualitativement, des résultats cohérents.

A.4.1 Influence de la rigidité du substrat

Dans cette partie, $E_v = 3GPa$, $e_v = 20\mu m$, $F_N = 1N$ et nous faisons varier E_s . L'enfoncement ainsi que la contrainte σ_{yy} à l'interface, en $y=0$, en fonction de E_s sont tracés sur la FIGURE 160.

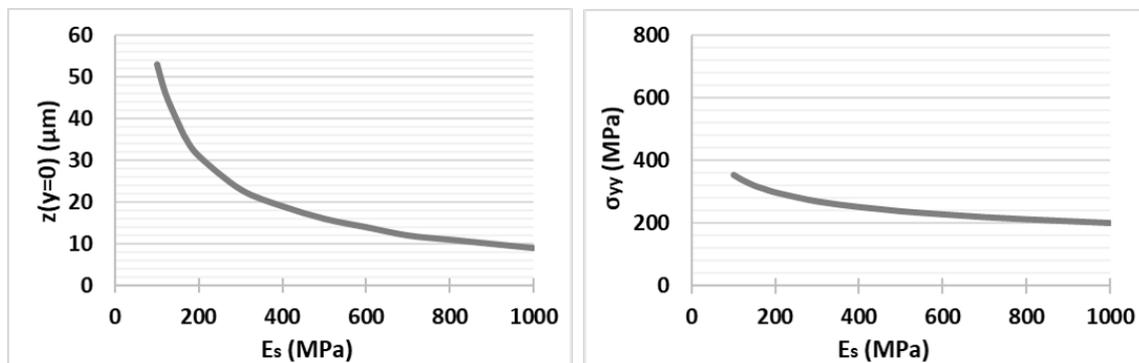


FIGURE 160 – Enfoncement (à gauche) et contrainte σ_{yy} (à droite) en fonction du module de Young du substrat.

Plus le substrat est rigide, plus l'enfoncement est faible. Cela est bien cohérent avec les résultats du chapitre 6. D'autre part, la contrainte σ_{yy} est une fonction décroissante de E_s . Or, si on applique ce modèle analytique à la rayure (imaginons un mouvement tangentiel suivant la direction (Ox)), cette contrainte σ_{yy} est responsable de la formation du second mécanisme de fissuration (rupture sous l'indenteur, proche de l'interface). Ainsi, l'allure de la courbe $\sigma_{yy} = f(E_s)$ permet bien d'interpréter les résultats expérimentaux du chapitre 6 : plus le substrat est rigide, plus le second mécanisme apparaît tard.

La FIGURE 161 montre le profil du matériau sous charge pour $E_s = 100MPa$ et $E_v = 700MPa$. On voit qu'en rigidifiant le substrat, l'enfoncement et la largeur de deflexion sont

96. C'est pour cette gamme de forces qu'ont été faits les essais de rayure du chapitre 6.

plus faibles. En conséquence, le rayon de courbure du vernis est plus grand et les contraintes à l'interface sont plus faibles, ce qui est parfaitement cohérent, en tout cas qualitativement, avec les résultats des simulations numériques (à comparer avec la FIGURE 139).

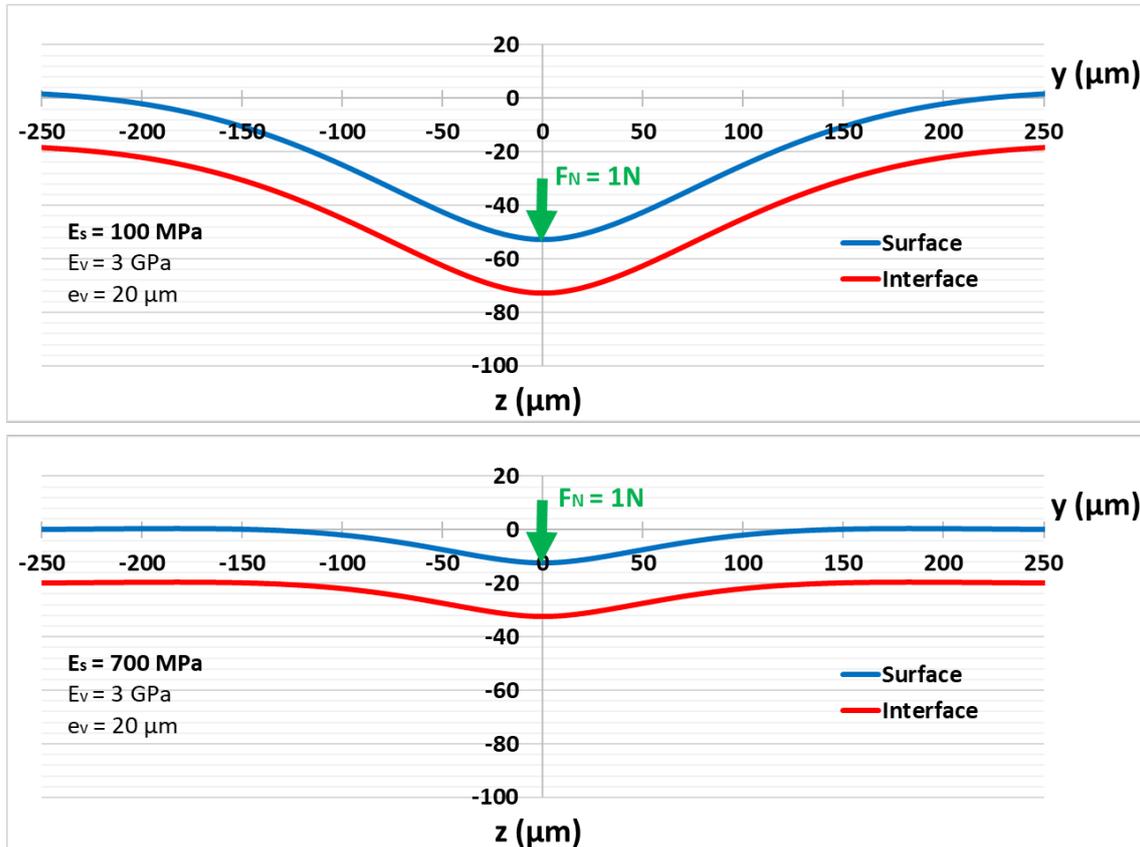


FIGURE 161 – Profil du matériau sous charge pour $E_s = 100\text{MPa}$ (haut) et $E_s = 700\text{MPa}$ (bas).

A.4.2 Influence de la rigidité du vernis

Ici, $E_s = 450\text{MPa}$, $e_v = 20\mu\text{m}$, et c'est E_v qui varie. L'enfoncement ainsi que la contrainte σ_{yy} à l'interface, en $y=0$, en fonction de E_v sont tracés sur la FIGURE 162.

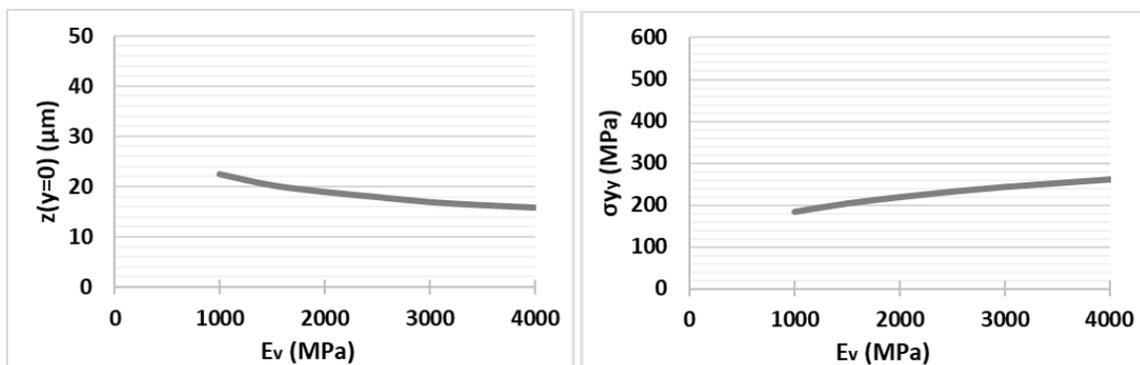


FIGURE 162 – Enfoncement (à gauche) et contrainte σ_{yy} (à droite) en fonction du module de Young du vernis.

L'enfoncement diminue légèrement quand la rigidité du vernis augmente. D'autre part, la contrainte σ_{yy} augmente quand E_v augmente, ce qui est cohérent avec les résultats des simulations numériques (cf les contraintes à l'interface, sous l'indenteur, de la FIGURE 146).

Intéressons nous maintenant au profil du matériau sous charge, calculé par le modèle analytique. Les profils, pour $E_v = 2GPa$ et $E_v = 4GPa$ sont présentés sur la FIGURE 163.

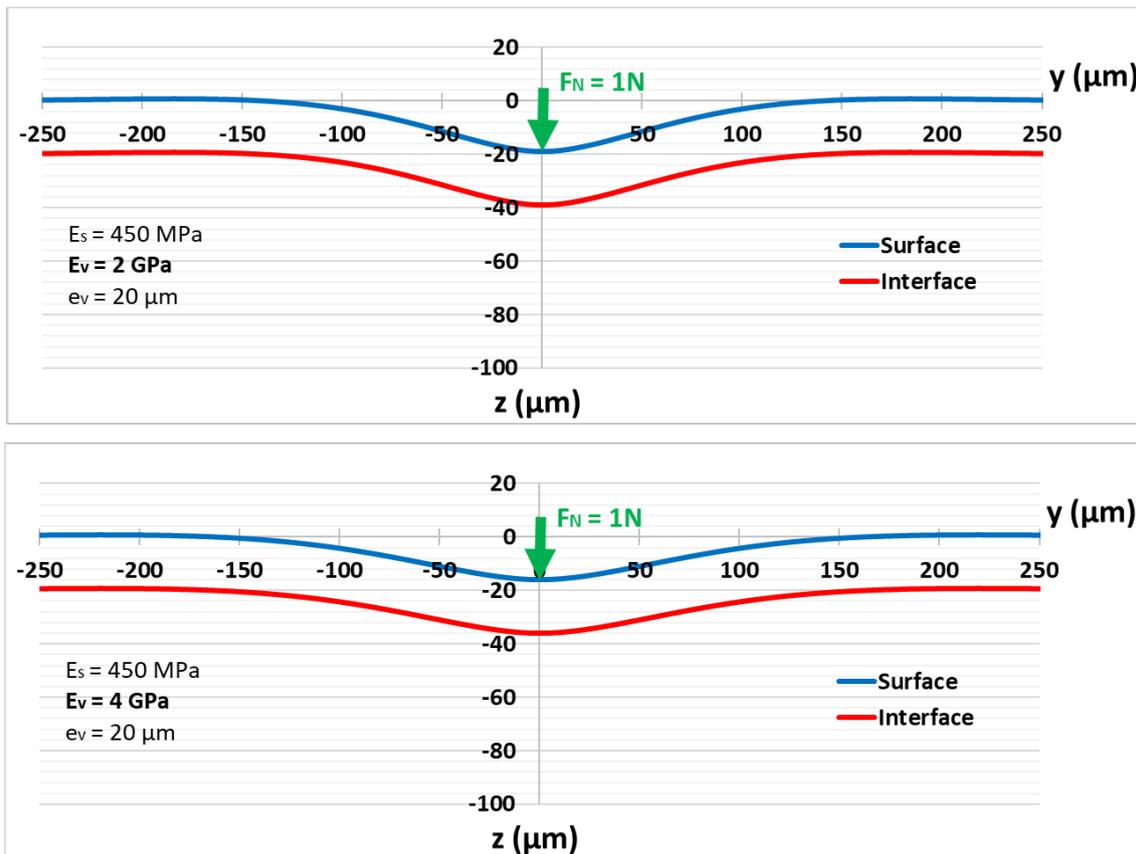


FIGURE 163 – Profil du matériau sous charge pour $E_v = 2GPa$ (haut) et $E_v = 4GPa$ (bas).

Pour le vernis le plus rigide, l'enfoncement est très légèrement plus faible. Globalement, les deux profils sont très proches. Ces résultats rejoignent ceux issus des simulations numériques (cf FIGURE 147).

A.4.3 Influence de l'épaisseur du vernis

Enfin, intéressons nous à l'influence de l'épaisseur du vernis. Dans cette partie, $E_s = 450MPa$, $E_v = 3GPa$, et c'est e_v qui varie. L'enfoncement ainsi que la contrainte σ_{yy} à l'interface, en $y=0$, en fonction de e_v sont tracés sur la FIGURE 164.

ANNEXE A. GÉNÉRALISATION DES RÉSULTATS DU CHAPITRE 6 : MODÈLE ANALYTIQUE D'INDENTATION D'UN MATÉRIAU REVÊTU

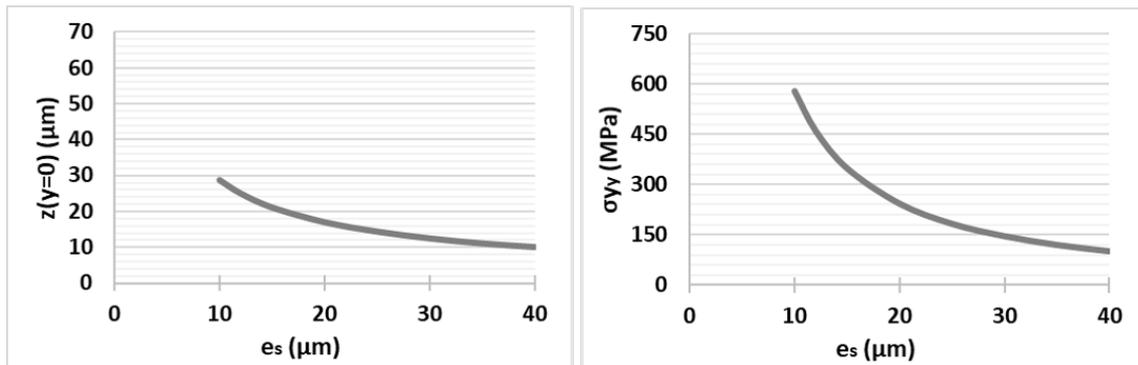


FIGURE 164 – Enfoncement (à gauche) et contrainte σ_{yy} (à droite) en fonction de l'épaisseur du vernis.

Sans surprise, l'enfoncement et la contrainte σ_{yy} sont des fonctions décroissantes de e_v . C'est parfaitement cohérent avec les résultats des simulations numériques du chapitre 6 (cf FIGURE 153) : plus le vernis est épais, plus les contraintes à l'interface, sous l'indenteur, sont faibles.

Les profils du matériau sous charge sont présentés sur la FIGURE 165 pour $e_v = 10 \mu\text{m}$ et $e_v = 40 \mu\text{m}$.

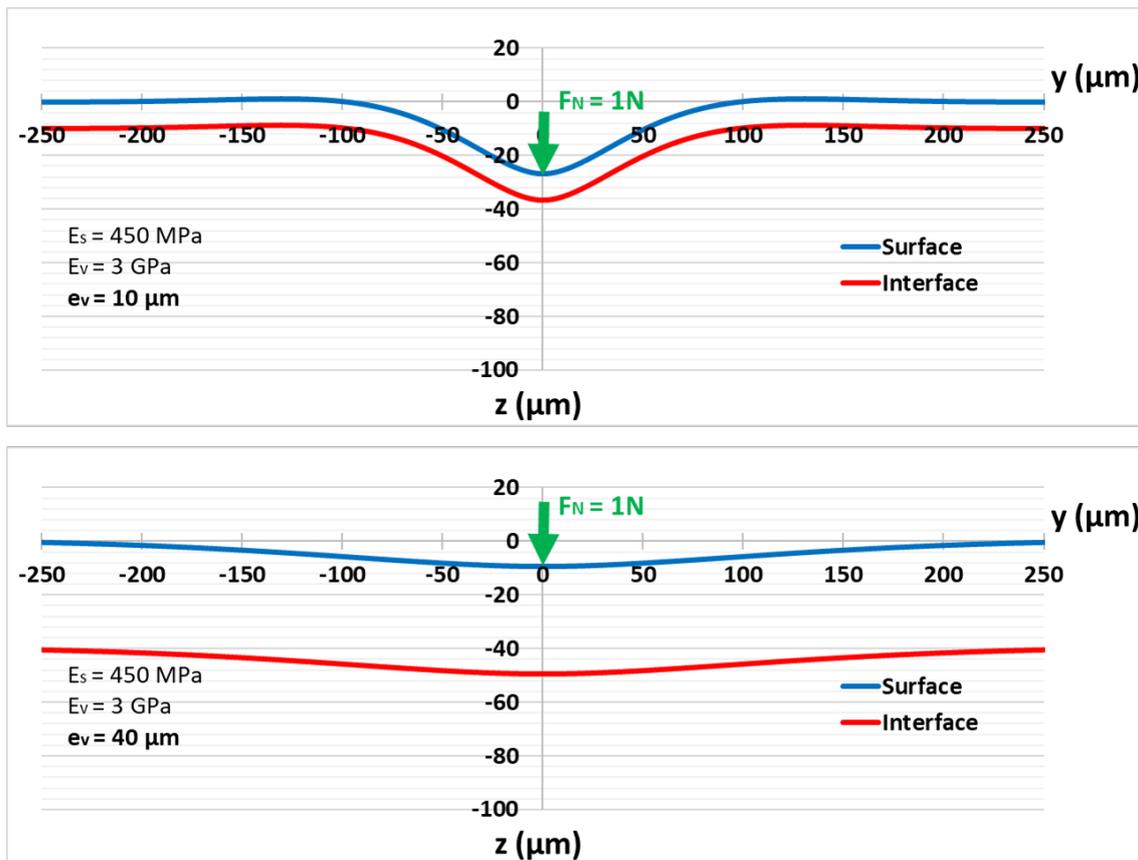


FIGURE 165 – Profil du matériau sous charge pour $e_v = 10 \mu\text{m}$ (haut) et $e_v = 40 \mu\text{m}$ (bas).

On voit qu'augmenter l'épaisseur du vernis a deux conséquences : diminuer l'enfoncement

et élargir la largeur de déflexion. A nouveau, tout est cohérent avec les résultats des simulations numériques (à comparer avec la FIGURE 154).

A.5 Limites du modèle, discussions

De nombreuses hypothèses ont été faites dans la construction du modèle. Revenons en détail sur chacune pour bien comprendre comment l'utiliser, les conclusions qu'il permet de tirer, ainsi que ses limites.

- Seule l'indentation est prise en compte : l'objet de ce travail de thèse est d'analyser la résistance à la rayure. Or, ce modèle analytique ne prend pas en compte le déplacement tangentiel. Il n'est alors pas possible de l'utiliser pour interpréter les phénomènes consécutifs au déplacement horizontal de l'indenteur, notamment les mécanismes 1 (rupture à l'arrière de l'indenteur) et 3 (rupture devant l'indenteur à cause de la formation du bourrelet). Toutefois, le mécanisme 2, qui est la conséquence d'une flexion sous l'indenteur (a priori assez indépendante du déplacement de l'indenteur) peut s'expliquer par ce modèle.
- La plasticité des matériaux n'est pas prise en compte. Par conséquent, il n'est pas possible d'analyser la profondeur résiduelle du sillon après le passage de l'indenteur.
- On considère un contact glissant (pas de frottement).
- La charge est appliquée ponctuellement. Or, expérimentalement, la charge est répartie sur la surface de l'indenteur. La conséquence principale est que le rayon de courbure est limité. En effet, si l'essai est fait avec un indenteur de rayon $100\mu m$ par exemple, le rayon de courbure du vernis sous charge ne peut pas être inférieur à $100\mu m$. En conséquence, pour des charges importantes et des indenteurs de grande taille, la contrainte σ_{yy} donnée par le modèle peut être surévaluée.
- Le mode de déformation du vernis : comme nous l'avons vu dans le chapitre 4, suivant l'échelle de sollicitation, deux modes de déformation surviennent. Premièrement, aux grandes échelles, la flexion pure du vernis et deuxièmement, aux petites échelles, l'indentation du vernis comme un matériau massif. Dans ce modèle analytique, seule la flexion est modélisée. Par conséquent, celui-ci ne permet en aucun cas d'interpréter les résultats d'essais réalisés avec un indenteur dont la taille est petite devant l'épaisseur du vernis.

Afin d'illustrer le dernier point, deux simulations numériques d'indentation ont été réalisées. Une première avec un indenteur sphérique de rayon $R = 100\mu m$ et un enfoncement $d = 50\mu m$. Une seconde avec un indenteur de rayon $R = 2\mu m$ et un enfoncement $d = 1\mu m$. Les cartes des contraintes σ_{yy} sont présentées sur la FIGURE 166⁹⁷.

97. La figure montre les résultats sur une "moitié" de matériau. Les calculs ont bien été faits sur un quart seulement (cf FIGURE 158) mais le logiciel permet de reconstruire le second quart par symétrie. Les cartes des contraintes sont plus lisibles ainsi.

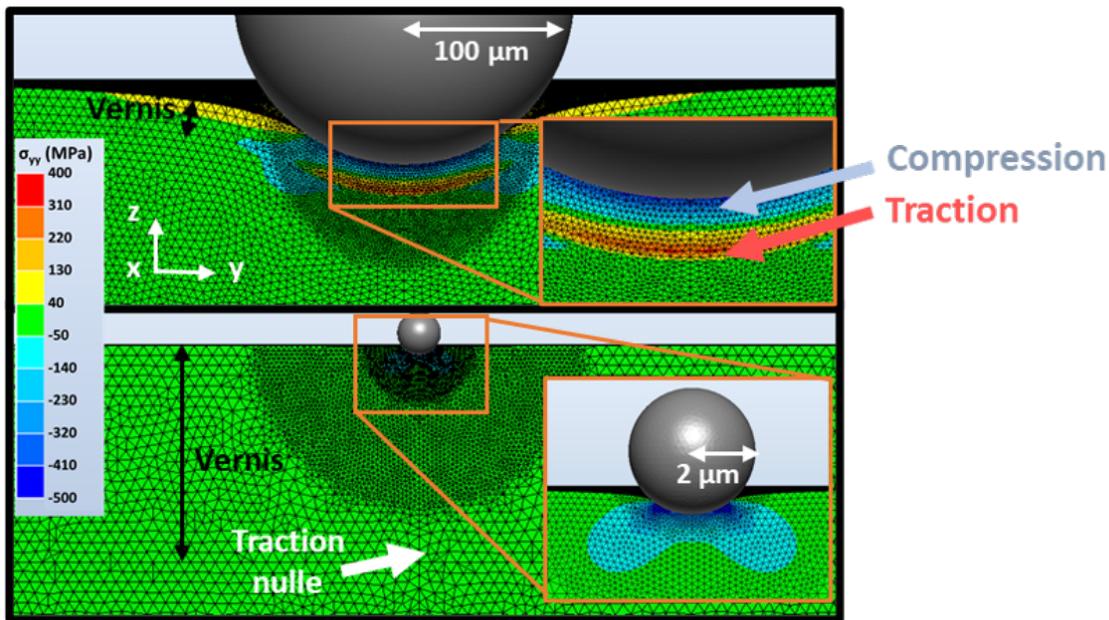


FIGURE 166 – Cartes de la contrainte σ_{yy} . Indenteur de rayon $R = 100\mu\text{m}$ (haut), indenteur de rayon $R = 2\mu\text{m}$ (bas).

Pour la simulation réalisée avec l'indenteur de $100\mu\text{m}$, on voit des contraintes de traction dans le PU proche de l'interface, et de compression proche de l'indenteur. Ce profil de contraintes est typique d'une flexion. A cette échelle, le mode de déformation principal du vernis est donc bien la flexion et le modèle analytique s'applique très bien.

Pour la simulation réalisée avec l'indenteur de $2\mu\text{m}$ en revanche, il n'en n'est rien. les contraintes sont localisées sous l'indenteur, proche de la surface, et les contraintes de traction à l'interface sont quasiment nulles. Il n'y a pas de flexion ici, mais le vernis est indenté comme un matériau massif. A cette échelle, le modèle analytique, qui modélise uniquement la flexion, ne s'applique absolument pas.

Ces deux simulations montrent bien la limite du modèle analytique, qui n'est pertinent que lorsque l'indentation du vernis est négligeable devant sa flexion (c'est à dire pour les indentations/rayures de grande dimension).

A.6 Conclusions

Globalement, ce modèle analytique donne des résultats tout à fait cohérents, qualitativement, avec ceux des simulations numériques. Bien sûr, au vu des nombreuses hypothèses sur lesquelles il repose, il ne permet pas des analyses aussi poussées qu'avec les simulations numériques par éléments finis. Toutefois, il a le mérite de donner des résultats instantanément (il tient sur un fichier excel), contrairement aux simulations numériques qui nécessitent de nombreuses heures de calculs pour chaque cas. Industriellement, ce modèle peut alors être utilisé comme un outil permettant de dégrossir un plan de travail. En effet, réaliser les différentes formulations de matériau et les essais expérimentaux demande beaucoup de temps. Si on souhaite optimiser un matériau donné, par exemple en modifiant l'épaisseur de vernis, il peut être pertinent de vérifier si cela a une chance de fonctionner, via ce modèle, avant de se lancer dans la préparation des échantillons.

RÉSUMÉ

L'aspect visuel des produits est une problématique fondamentale dans l'industrie du revêtement de sol. Dans ce travail de thèse, nous nous intéressons tout particulièrement à la brillance et à son évolution temporelle avec l'usure. Tout d'abord, un modèle de BRDF (Bidirectional Reflectance Distribution Function) reposant sur le principe des microfacettes est développé. La nouveauté de ce travail est de calculer la BRDF directement via une mesure de la topographie de l'échantillon. Dans un second temps, nous étudions la résistance à la rayure des matériaux, mode majeur de dégradation de l'aspect. Une méthode combinant la vision in situ du contact indenteur/matériau, la caractérisation par tomographie des fissures créées, et des simulations numériques par éléments finis, permet d'analyser finement les différents phénomènes observés expérimentalement. Nous avons également examiné l'influence de l'échelle de sollicitation sur la façon dont est déformée la structure (vernis sur substrat). Puis, la visibilité des rayures suivant les régimes de déformation/rupture observés est étudiée en appliquant notre modèle de BRDF aux sillons résiduels formés. Enfin, nous proposons différentes stratégies d'optimisation du matériau en étudiant l'influence de la rhéologie du substrat, de celle du vernis, et de son épaisseur.

MOTS CLÉS

Polymères, brillance, BRDF, tribologie, rayure, tomographie, éléments finis

ABSTRACT

The visual aspect is a key problematic in the floor covering industry. In this thesis work, we are interested in its gloss and its time evolution with wear. First, a BRDF model (Bidirectional Reflectance Distribution Function) based on microfacets theory is developed. The novelty of this work is to compute the BRDF directly from the measured roughness of the sample. Secondly, we study the scratch resistance of the material, which is the main visually degrading damage mode. A method combining the in-situ vision of the tip/material contact, the characterization of the created cracks by tomography, and FEM simulations, allows to finely analyse the different phenomena observed experimentally. We are interested on the influence of the solicitation scale on the way the structure (coating over substrate) is deformed. Then, the scratch visibility, following the different deformation/fracture regimes observed, is studied by applying the BRDF model to the residual grooves. Finally, we propose different strategies to optimize the material by studying the influence of the substrate rheology, the coating rheology, and its thickness.

KEYWORDS

Polymers, gloss, BRDF, tribology, scratch, tomography, FEM

