

## La recherche verrière en France

### LABORATOIRE DE RECHERCHE EN MÉCANIQUE APPLIQUÉE DE L'UNIVERSITÉ DE RENNES 1 (LARMAUR)



#### PRESENTATION DU LABORATOIRE LARMAUR

Le laboratoire Larmaur a été créé en 1998 au sein et à la demande de l'Université de Rennes 1. Il s'est constitué autour d'un projet interdisciplinaire (mécanique, chimie, physique) : l'étude du comportement mécanique des matériaux fragiles (verres et céramiques). Tous les chercheurs du Larmaur sont confrontés à des problèmes de mécanique, particulièrement de mécanique du contact, et sont amenés à concevoir et à réaliser des dispositifs expérimentaux spécifiques, adaptés à l'étude des effets de la température, de l'environnement ou encore de la composition et de la structure du matériau. Le Larmaur rassemble 12 enseignants-chercheurs, deux chercheurs CNRS, 3 assistants-ingénieurs (dont 2 CNRS), un ingénieur d'études et un agent de gestion. Le laboratoire est associé à d'autres équipes de recherche académiques bretonnes en mécanique au sein d'une « Fédération de recherche en ingénierie des matériaux et des systèmes », ainsi qu'à d'autres équipes de chimie et de physique de Bretagne au sein d'un Groupement d'Intérêt Scientifique BRESMAT (GIS Bretagne Réseau MATériaux).

Le Larmaur est spécialisé dans l'étude du comportement méca-

nique de verres de différentes familles : verres de chalcogénures, silicatés, oxyazotés, oxycarbonés ou métalliques. Le laboratoire a acquis dans ce domaine une expertise reconnue nationale et internationalement. Localement, il s'appuie sur certaines équipes de l'Institut de Chimie de Rennes (UMR CNRS 6226) qui synthétisent des verres (chalcogénures, oxyazotés, bio-verres). Les activités du laboratoire se font en collaboration étroite avec les industriels verriers et touchent aussi bien à la recherche fondamentale qu'à la recherche appliquée sur le verre.

Ces activités se regroupent en trois thèmes scientifiques dont un des points communs est la caractérisation mécanique à petite échelle (nano-métrie). De nombreux systèmes industriels et biologiques sont en effet constitués de petites structures dont les caractéristiques mécaniques (dureté, élasticité, résistance...) sont mal connues, principalement parce que réaliser des essais mécaniques à cette échelle est un véritable défi. Pour optimiser les performances et la fiabilité de ces systèmes, la caractérisation mécanique est pourtant nécessaire. Par ailleurs, aujourd'hui, des essais mécaniques sur des structures centimétriques ou au mieux millimétriques sont effectués

pour étudier les céramiques ou les verres, alors même que les échelles représentatives de ces matériaux (échelle du continuum de la mécanique) se situent plusieurs ordres de grandeur en deçà du millimètre (quelques dizaines de nanomètres pour les verres). Il en résulte d'une part un gaspillage de matériaux, et, d'autre part, une impossibilité fréquente de caractériser le comportement mécanique d'échantillons de laboratoire, souvent indisponibles dans des dimensions suffisantes. Enfin, il est certain que des mesures aux échelles micro- ou nano-métriques révéleront des phénomènes inattendus, résultant par exemple de l'existence d'une organisation à une échelle supérieure à celle de la molécule pour un verre ou à des effets de surface (réaction avec l'environnement, adhésion, capillarité, ...).

#### THÈMES SCIENTIFIQUES ABORDÉS

- Rhéologie (comportement en température) et mise en forme des verres par déformation viscoplastique.  
*Mots-clés* : fluage, relaxation, viscoélasticité, indentation, réalisation de pièces fonctionnelles.
- Endommagement de surface, vieillissement, durabilité et tenue en service.

*Mots-clés* : mécanismes de plas-

tacité, de densification et de fissuration; indentation et rayage, usinage du verre par abrasion; fibres, couches minces, massifs; corrosion sous contrainte, traitements de surface.

- Conception chimique de verres à propriétés mécaniques spécifiques et relations structure – propriétés.

*Mots-clés* : élasticité, dureté, résistance, ténacité, viscosité.

## PRÉSENTATION DE TRAVAUX SCIENTIFIQUES RÉCENTS

### DENSIFICATION DES VERRES SOUS TRÈS HAUTES PRESSIONS

De par leur faible compacité (densité d'empilement atomique), comparés aux solides cristallins, les verres se densifient (diminution de la densité) sous l'action de très fortes pressions hydrostatiques. Une des difficultés expérimentales inhérente à l'étude de ce phénomène réside dans l'application d'une sollicitation purement hydrostatique, avec une pression atteignant 25 GPa, sur des échantillons le plus souvent de dimensions sub-millimétriques. En effet, sur un matériau fragile comme le verre, des contraintes de cisaillement parasites fracturent les échantillons et rendent l'analyse des résultats difficile (hétérogénéité de la densification au sein d'un échantillon par exemple).

Nous avons effectué des essais sur une presse multi-enclumes équipée d'une cellule de Walker (collaboration avec le laboratoire magmas et volcans, Clermont-Ferrand) générant, au contraire d'une enclume diamant par exemple, une sollicitation mécanique purement hydrostatique jusqu'à des pressions de 25 GPa (250000 bars). Nos résultats, cf. figure 1, sur des familles de verres très différentes (silicates, chalcogénures, métalliques) indiquent une relation directe entre le coefficient de Poisson et le niveau maximum de densification (jus-

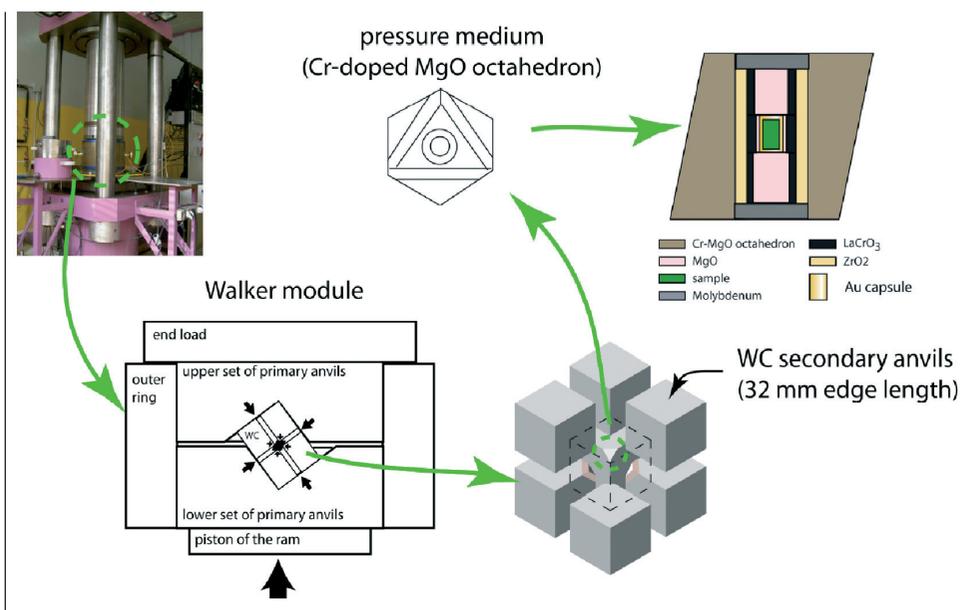
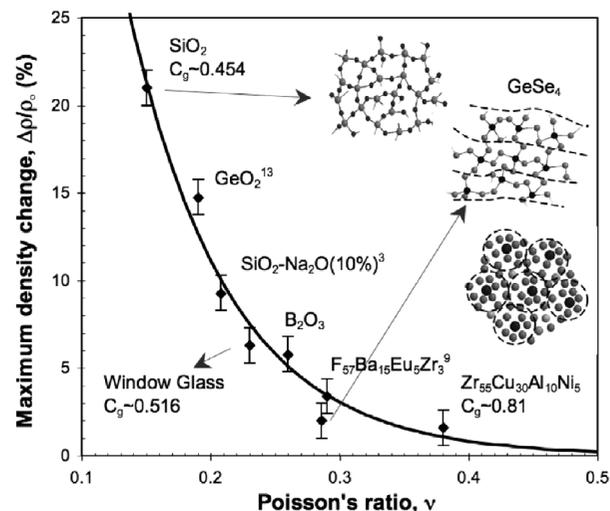


Figure 1 : Presse multi-enclumes et cellule de Walker transformant la sollicitation uniaxiale de la presse en compression hydrostatique (collaboration avec le laboratoire magmas et volcans, Clermont-Ferrand) ; relation entre le niveau maximum de densification et le coefficient de Poisson de différents verres ( $C_g$  est la compacité ou densité d'empilement atomique ; T. Rouxel et al. Phys. Rev. Lett., 2008, Verre 14(6) 2008)



qu'à 21 % pour la silice pure!). Nous étudions actuellement la contribution de ce mécanisme de densification au processus d'endommagement de surface (indentation, rayage).

### RHÉOLOGIE DES VERRES PAR INDENTATION-FLUAGE À HAUTE TEMPÉRATURE

Nous avons spécialement conçu et réalisé un dispositif d'indentation instrumentée en température (jusqu'à 1100 °C, cf. figure 1) pour tenter d'extraire certaines propriétés mécaniques (élasticité, dureté, viscosité, ténacité) à partir de petits échantillons.

Pour des verres très réfractaires, comme ceux de compositions oxyazotées, nous avons étudié les

variations de la viscosité autour de la transition vitreuse par indentation-fluage. Cette expérience consiste à enfoncer un poinçon dans l'échantillon, à maintenir la charge constante et à suivre l'évolution de sa pénétration avec le temps. En utilisant les théories du contact de solides viscoélastiques, des relations entre effort de contact, vitesse de pénétration de l'indenteur et viscosité du matériau indenté sont déterminées. On peut alors en déduire des valeurs de viscosité et d'énergie d'activation. Les résultats, obtenus sur du verre à vitre ordinaire, des verres oxyazotés, métalliques ou encore de chalcogénures, montrent un excellent accord avec des expériences classiques de fluage.

## DOSSIER RECHERCHE

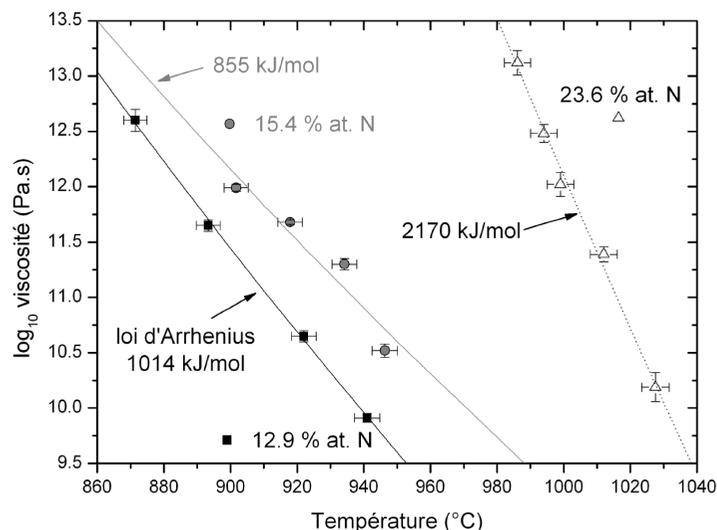


Figure 2 : Dispositif d'indentation instrumentée en température (thèse de C. Bernard, LARMAUR, 2006) et évolution de la viscosité en fonction de la température autour de la transition vitreuse de verres oxyazotés ( $\text{CaSiON}$ ) en fonction de la teneur en azote, et énergies apparentes d'activation associées (thèse de Y. Gueguen, LARMAUR, 2010)



Ce dispositif permet de travailler sur de très petits échantillons de quelques  $\text{mm}^3$  et ne nécessite pas de mise en forme particulière, souvent si délicate voire rédhibitoire pour les matériaux fragiles. L'appareil d'indentation à chaud permet également d'effectuer des essais à pénétration ou à vitesse de pénétration imposée et d'accéder à la fonction de relaxation ou encore à la charge critique d'endommagement en fonction de la température.

### CORROSION SOUS-CONTRAINTE DE VERRES SILICATÉS ET MÉTROLOGIE AFM

La corrosion sous contrainte est l'étude de phénomènes physico-chimiques déclenchés ou amplifiés par la présence d'un champ de contrainte mécanique. La fissuration dans les verres silicatés en est une excellente illustration. Sous l'action conjointe d'une contrainte de traction et d'un environnement corrosif, l'eau, il est possible de contrôler la vitesse

de propagation d'une fissure dans un verre (cf. figure 3). À partir des surfaces de rupture ainsi créées, il est possible d'extraire un certain nombre de résultats intéressants :

- La rugosité d'une surface de rupture est un des paramètres permettant d'étudier la relation entre le chemin de fissuration et les conditions de chargement (figure 3a) (il existe une relation empirique entre  $K_I$  (facteur d'intensité de contrainte en mode I, dit d'ouverture) et la vitesse de propagation de la fissure). À très faible vitesse ( $\text{\AA}/\text{s}$ ) la pointe de la fissure devient une sonde locale des hétérogénéités structurales et de composition chimique du verre.
- La métrologie par AFM (microscopie à force atomique), notamment le recollage de faciès de rupture à l'échelle nanométrique (figure 3b), permet l'étude de phénomènes physico-chimiques (ici la dissolution du verre, conséquence d'une élévation du pH) se déroulant à la pointe de la fissure lors d'un essai de fatigue statique sur un verre silico-sodo-calcique (la fissure ne se propage plus mais elle est maintenue sous charge, pendant une durée  $t$ , telle que  $K_I < K_{0r}$ ,  $K_{0r}$  étant la limite de fatigue du verre (ici dans l'eau).

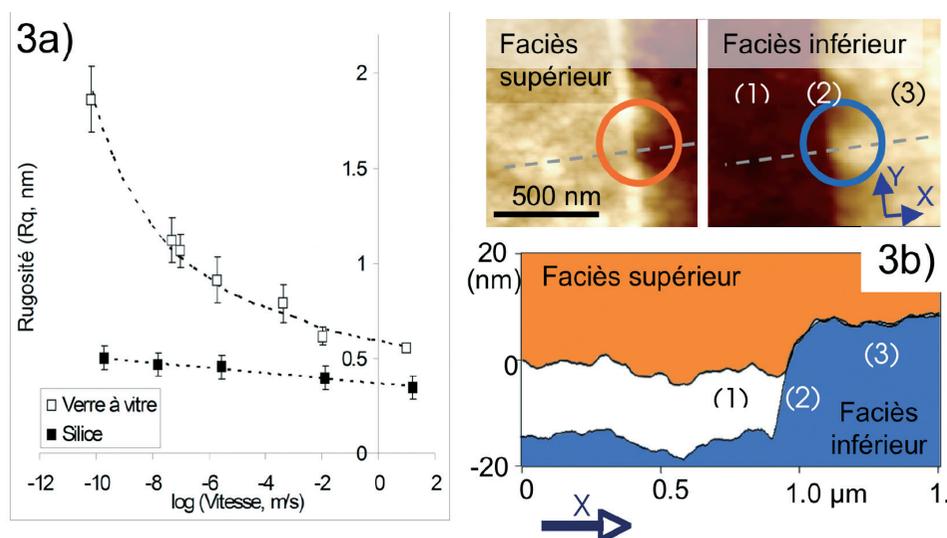


Figure 3 : 3a) Évolution de la rugosité de surfaces de ruptures en fonction de la vitesse de propagation de la fissure pour un verre de silice et un verre silico-sodo-calcique. 3b) Recollement post mortem de faciès de rupture, la fissure se propageait de la gauche vers la droite : (1) zone de propagation sous-critique ( $K_I > K_0$ ), (2) zone de fatigue statique ( $K_I < K_0$ , i.e. pas de propagation de la fissure), (3) zone de re-propagation de la fissure avant rupture finale. La bande blanche correspond à la partie de verre dissoute lors de l'essai de fatigue [J.-P. Guin et al., Int. J. Fracture, 2006]

### SENSIBILITÉ A LA PRESSION DE LA PLASTICITÉ DES VERRES MÉTALLIQUES MASSIFS

Les verres métalliques, synthétisés sous forme massive depuis les années 1990 (Japon, USA), sont des alliages métalliques amorphes. Ils sont opaques et, au contraire des autres verres, sont étudiés pour leur combinaison unique de propriétés mécaniques : des limites d'élasticité jusqu'à 5 GPa, des déformations élastiques de 2 % (valeurs bien supérieures à celles des alliages métalliques cristallins) ou bien encore des ténacités notables (20-50 MPa $\sqrt{m}$ ) bien supérieures à celles des autres familles de verres.

En collaboration avec des équipes japonaises (Kumamoto, Sendai), indienne (Bangalore) ou chinoise (Harbin), nous avons étudié l'influence de l'oxygène sur le comportement mécanique d'alliages base Zr et l'influence de la pression hydrostatique sur la plasticité de différents verres métalliques. Pour ce dernier point, nous avons utilisé des techniques d'indentation instrumentée et des simulations numériques par éléments finis. Il a été montré (cf. figure 4) que la réponse mécanique à l'essai d'indentation nécessitait l'utilisation d'une loi de plasticité dépendante de la pression (par exemple Drucker-

Prager). Le comportement n'est pas convenablement décrit par une loi de type von Mises qui ne prend pas en compte l'effet de la pression.

Cette sensibilité à la pression s'observe également en étudiant le rapport dureté sur limite élastique, appelé facteur de confinement  $C$ , qui vaut 3 pour les métaux cristallisés indépendants de la pression. Dans le cas des verres métalliques (mais aussi des polymères vitreux), ce rapport est supérieur à 3 (cf. figure 4) et tend à augmenter lorsque l'on se rapproche de la transition vitreuse (augmentation de la sensibilité à la pression de la plasticité).

### VISCOÉLASTICITÉ DE FIBRES DE VERRES DE CHALCOGÉNURES

Les verres de chalcogénures contiennent des éléments chimiques chalcogènes (S, Se, Te). Ils sont utilisés pour leurs propriétés optiques (transparence dans le spectre infra-rouge) sous forme de lentilles ou de fibres (capteurs chimiques) ou encore de couches minces (stockage de données, guide d'ondes). Leur température de transition vitreuse est souvent faible (40-400 °C pour les binaires GeSe par exemple) comparée à celles des verres silicatés.

En étroite collaboration avec le laboratoire sciences chimiques de

Rennes et l'université d'Arizona, nous étudions le comportement mécanique de fibres de verres GeSe ou TeAsSe, en particulier leur comportement viscoélastique par des expériences originales de flexion sur mandrin (cf. figure 5). Cette expérience consiste à enrouler des fibres autour d'un mandrin, les mettant en état de flexion avec déformation imposée. Cette déformation sera constante pendant un certain temps  $t_d$  (période de relaxation ou relaxation de contrainte). Dans cette étape, la contrainte va diminuer avec la déformation élastique, pendant que les contributions visqueuse et élastique différées (ou anélastique) vont augmenter. Les fibres sont ensuite détachées du mandrin. Elles ne sont plus droites et ont pris une courbure qui va évoluer avec le temps (période de recouvrement ou de relaxation de la déformation anélastique). Ceci est dû à la partie élastique différée de la déformation qui va progressivement s'annuler, tandis que la partie inélastique reste constante. Nous pouvons ainsi, par cette expérience, accéder aux mécanismes de relaxation mécanique et les comparer au comportement rhéologique de la fibre de verre et à l'effet d'un enroulement sur un mandrin.

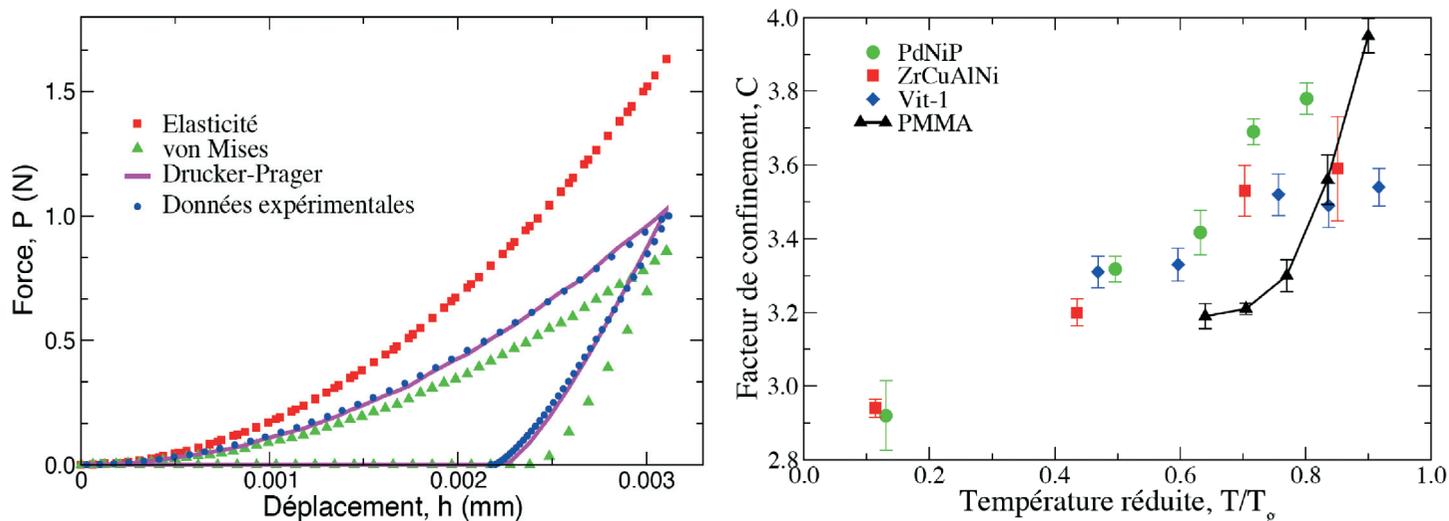


Figure 4 : Courbe force-déplacement (réponse mécanique de l'essai d'indentation instrumentée) d'un verre métallique base Zr. Comparaison entre expérience et simulations numériques pour différents modèles de comportement (V. Keryvin, J. Phys. D 2008). Évolution du rapport dureté sur limite élastique,  $C$ , avec la température pour des verres métalliques et un polymère vitreux (K. Eswar Prasad et al. J. Mater. Res. 2009)

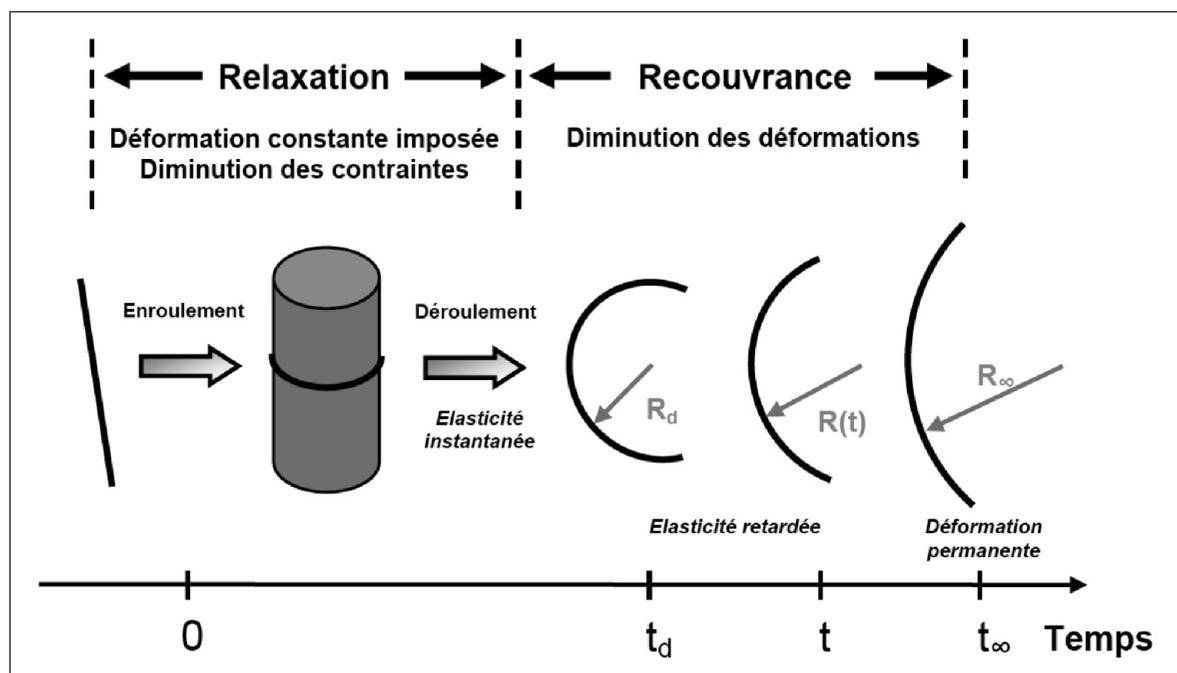


Figure 5 :  
Viscoélasticité  
des verres de  
chalcogénures à  
température  
ambiante :  
expérience de  
courbure statique  
sur mandrin  
(C. Bernard J. Eur.  
Ceram. Soc. 2007)

#### MÉCANISMES D'ENDOMMAGEMENT PAR INDENTATION ET RAYAGE INSTRUMENTÉS

L'étude de l'influence de la charge appliquée, ainsi que de l'environnement sur le comportement à l'endommagement de surface, a été rendue possible grâce au développement au laboratoire d'un dispositif expérimental original de sclérométrie linéaire instrumenté [Le Houérou et al., J. Non-Cryst. Sol. 2003; Sangleboeuf et al., Verre, 2003]. Cet appareil, pouvant être placé dans une boîte à gants, permet de réaliser un chargement complexe de la surface du matériau lors d'une opération de rayage par un indenteur Vickers (arête menante), tout en ayant le contrôle du taux d'humidité de l'environnement dans la gamme 0 % (< 50 ppm) - 100 % [Sangleboeuf et al., Verre, 2003]. Pour les verres de chalcogénures, trois nuances ont permis de mettre en évidence la sensibilité de ces verres au rayage pour des compositions proches les unes des autres (cf. figure 6). Le verre Ge<sub>10</sub>Se<sub>90</sub> se révèle être le plus mou des trois et présente une rayure large bordée de fissures radiales et latérales subsurfaciques conséquentes, débouchant parfois à la surface pour former des écailles. La nuance Ge<sub>20</sub>Se<sub>80</sub> se distingue

par l'absence de fissures radiales et par la présence d'écailles dont la dimension dépend de la charge appliquée, tout en restant d'une taille bien inférieure à celles obtenues pour les deux autres verres. Le verre Ge<sub>30</sub>Se<sub>70</sub> présente, quant à lui, une rayure très chaotique formée de nombreux débris issus de la formation de fissures radiales et latérales de grandes dimensions (ce verre est moins tenace et plus dur que le précédent).

Par ailleurs, le comportement au rayage peut être aussi mis en regard de la structure particulière de ces verres qui passe d'une structure en chaînes pour Ge<sub>10</sub>Se<sub>90</sub>, en feuillets pour Ge<sub>20</sub>Se<sub>80</sub>, à un réseau tridimensionnel fortement réticulé pour Ge<sub>30</sub>Se<sub>70</sub>. L'augmentation de liaisons covalentes (Se-Se, Ge-Se et Ge-Ge) et donc la réticulation du réseau n'apportent pas nécessairement une meilleure résistance à l'endommagement de surface. C'est dans une configuration structurale du type feuillet que l'on obtient le meilleur compromis.

#### AUTRES TRAVAUX

Le plus souvent à la demande d'industriels rencontrant des problèmes liés à des matériaux fragiles (verres, céramiques, roches...), nous sommes amenés à réaliser des

essais mécaniques pour leur apporter une information relative à un problème spécifique qu'ils rencontrent, en mettant en jeu notre compétence en comportement mécanique et nos moyens d'observation (microscopies optiques et à force atomique en particulier).

#### PRINCIPAUX ÉQUIPEMENTS DU LABORATOIRE

##### Équipements spécifiques (réalisés et conçus au Larmaur)

- Banc de macro-indentation instrumentée (0-300 N)
- Banc de micro-rayage instrumenté (faible vitesse, atmosphère contrôlée, 0-5 N ou 0-25 N) et banc de micro-rayage à grande vitesse (jusqu'à 1 m/s, 0-5 N ou 0-25 N)
- Micro-indentation instrumentée en température: 20-1 100 °C (0-10 N)
- Équipement de caractérisation mécanique à petite échelle (nano-indentation, nano-rayage)
- Four de synthèse de verres sous atmosphère contrôlée (1700 °C).

##### Autres équipements

- Banc de micro-indentation (Fischer-scope H100C, 1-1000 mN) instrumentée
- Microscopie optique confocale (LEICA ICM100)
- Microscopie à force atomique (VEECO Nanoscope V)

- Microscopie longue focale (QUESTAR QM100)
- Micro-platine de traction (MICRO-TEST, 5 kN)
- Bancs de fluage poids mort traction/compression sous air de 100 à 1500 °C (VAS).
- Banc d'essais instrumentés à vitesse ou à charge imposée, compression, traction, flexion (3 et 4 points): de -196 °C à 1400 °C (LLOYD LR 50 K, 50 kN), de 20 à 1 100 °C (INSTRON 1380, 30 kN) sous air, de 20 à 2000 °C (INSTRON 1380, 30 kN), 20 à 1700 °C (SCHENK PSB 100, 100 kN, four AET) sous vide, air ou gaz neutre
- Four de synthèse de verre (1800 °C)

### PRINCIPALES COLLABORATIONS ACADÉMIQUES (LIÉES AU VERRE)

#### Nationales

- LMPM, UMR CNRS 6617, ENSMA, Poitiers : spectroscopie mécanique (P. Gadaud) ; fissuration et amorçage par fatigue (Y. Nadot)
- SUBATEC, IN2P3 CNRS, Ecole des Mines de Nantes : corrosion du verre (A. Abdelouas)
- Institut Carnot de Bourgogne, UMR CNRS 5209 : durabilité des verres de chalcogénures (F. Smektala)
- LIMATB (Lorient) : caractérisation de matériaux par indentation et analyse inverse (P. Pilvin)
- Sciences Chimiques de Rennes UMR CNRS 6226, Chimie du Solide et Matériaux, Université de Rennes 1
  - Comportement mécanique d'implants verriers biocompatibles (A. Lucas-Girot, H. Oudadesse)
  - Comportement mécanique de verres de chalcogénures (B. Bureau, Y. Troles)
  - Comportement mécanique de fibres optiques (M. Poulain)
- GEMH, ENSCI Limoges : échographie ultrasonore à haute température en mode barre longue (M. Huger)
- LCPC, Nantes, division MACOA : fibres de verres avec réseau de Bragg pour capteurs de déformation dans les ouvrages d'art en composite polymère (m)/ verre (f) (M. Drissi-Habti).

#### Internationales

- Université du Tohoku, Sendai (Japon) : rôle de l'oxygène sur le comportement mécanique de verres

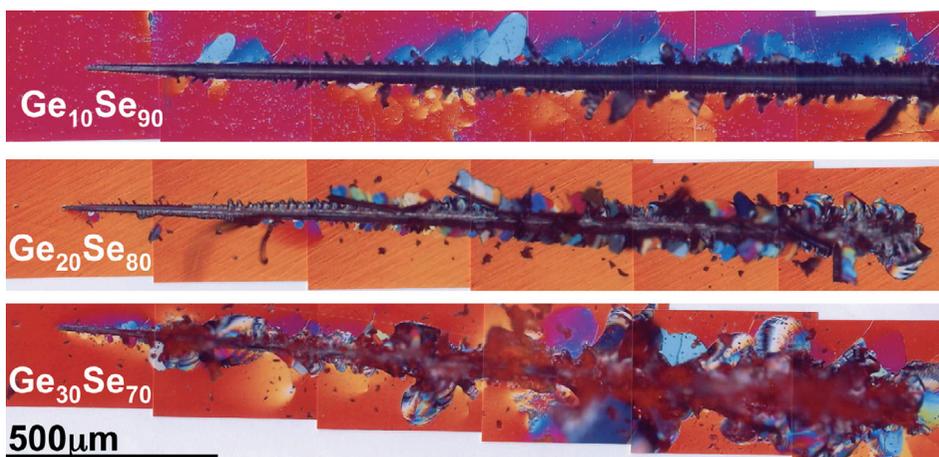


Figure 6 : Rayures à charge croissante (0-2 N) sur des compositions binaires GeSe de verres de chalcogénures (J.-P. Guin et al., J. Amer. Ceram. Soc., 2002)

- métalliques base Zr (Y. Yokoyama)
- Université de Shiga (Japon) : mécanismes de déformation du verre en indentation et rayage (S. Yoshida)
- Université d'Arizona, Tucson (USA) : verres de chalcogénures (P. Lucas)
- Université Polytechnique de Bucarest (Roumanie) : caractérisation mécanique de fibres optiques (I. Severin)
- Institut Indien des Sciences (Bangalore, Inde) : rôle de la pression sur l'écoulement plastique des verres métalliques (U. Ramamurty)
- Université de Harbin (Chine) : aciers amorphes (J. Shen)
- NIST (Gaithersburg, USA) : corrosion sous-contrainte (S. Wiederhorn).

### PRINCIPALES COLLABORATIONS INDUSTRIELLES (LIÉES AU VERRE)

Saint-Gobain CREE, Saint-Gobain Isover, Saint-Gobain Glass, Saint-Gobain Recherche, Umicore, Ifremer, Schlumberger, Asahi Diamond

### THESES SOUTENUES AU LABORATOIRE DEPUIS 2000 (LIÉES AU VERRE)

- Mécanismes de déformation du verre sous charge concentrée, par H. Ji (2007)
- Renforcement mécanique du verre : nouvelles compositions chimiques et dépôt de films minces élaborés par voie sol-gel, par R. Tartivel (2007)
- Indentation et rhéologie de verres organiques de 20 à 700 °C, par C. Bernard. (2006)
- Étude de la physico-chimie et de la mécanique du rayage du verre, par

V. Le Houerou. (2005)

- Comportement mécanique de verres métalliques massifs ZrAlNiCu, par M-L. Vaillant (2003)
- Nouvelles matrices oxyazotées pour cibles de transmutation des actinides, par R. Daucé (2003)
- Fiabilité et tenue en service de fibres optiques, par N. Gougeon (2003)
- Verres transparents à haute performance mécanique, par S. Dériano (2002)
- Comportement mécanique de verres inorganiques : du plus fragile au plus tenace, par J. P. Guin (2001).

### QUELQUES PUBLICATIONS RECENTES DU LABORATOIRE (LIÉES AU VERRE, 2006-2008)

- Keryvin V., Hoang V.H., Shen J., Hardness, toughness, brittleness and cracking systems of an iron-based bulk metallic glass by indentation, *Intermetallics*, 17(2009), 4, p. 211-217
- Eswar Prasad K., Keryvin V., Ramamurty U., Pressure sensitive flow and constraint factor of amorphous materials below glass transition, *Journal of Materials Research*, 24(2009), 3, p. 865-872
- Charrier J., Anne M.L., Lhermite H., Nazabal V., Guin J.P., Charpentier F., Jouan T., Henrio F., Bosc D., Adam J.L., Sulphide  $Ga_xGe_{25-x}Sb_{10}S_{65}$  ( $x=0,5$ ) sputtered films: Fabrication and optical characterizations of planar and rib optical waveguides, *Journal of Applied Physics*, 104(2008), 7, p. 073-110

- Dauce R., Keding R., Sangleboeuf, J.C., On the relations between ISE and structure in some RE(Mg) SiAlO(N) glasses, *Journal of Materials Science*, 43(2008), 22, p. 7239-7246
- El Abdi R., Rujinsky A., Borda C., Severin I., Poulain M., New method for strength improvement of silica optical fibers, *Optics And Lasers In Engineering*, 46(2008), 3, p. 222-229
- Fett T., Rizzi G., Creek D., Wagner S., Guin J.P., Lopez-Cepero J.M., Wiederhorn S.M., Finite element analysis of a crack tip in silicate glass: No evidence for a plastic zone, *Physical Review B*, 77(2008), 17, p. 174110
- Gueguen Y., Sangleboeuf J.C., Keryvin V., Rouxel T., King E.A., Robin E., Delaizir G., Bureau B., Zhang X.H., Lucas P., Sub-T-g viscoelastic behaviour of chalcogenide glasses, anomalous viscous flow and stress relaxation, *Journal of The Ceramic Society of Japan*, 116(2008), 1356, p. 890-895
- Keryvin V., Indentation as a probe for pressure sensitivity of metallic glasses, *Journal of Physics-Condensed Matter*, 20(2008), 11, p. 114119
- Keryvin V., Crosnier R., Laniel R., Hoang V.H., Sangleboeuf J.C., Indentation and scratching mechanisms of a ZrCuAlNi bulk metallic glass, *Journal of Physics D-Applied Physics*, 41(2008), 7, p. 074029
- Keryvin V., Prasad K.E., Gueguen Y., Sangleboeuf J.C., Ramamurty U., Temperature dependence of mechanical properties and pressure sensitivity in metallic glasses below glass transition, *Philosophical Magazine*, 88(2008), 12, p. 1773-1790
- Keryvin V., Rouxel T., Huger M., Charleux L., Elastic moduli of a ZrCuAlNi bulk metallic glass from room temperature to complete crystallisation by in situ pulse-echo ultrasonic echography, *Journal of The Ceramic Society of Japan*, 116(2008), 1356, p. 851-854
- Kese K., Sangleboeuf J.C., Rouxel T., Effect of high-temperature ambience during sharp indentation on the residual contact site properties, *Journal of Physics D-Applied Physics*, 41(2008), 7, p. 074025
- Rouxel T., Ji H., Hammouda T., Moreac A., Poisson's ratio and the densification of glass under high pressure, *Physical Review Letters*, 100(2008), 22, p. 225501
- Rouxel T., Ji H., Keryvin V., Hammouda T., Yoshida S., Poisson's Ratio and the Glass Network Topology - Relevance to High Pressure Densification and Indentation Behavior, *Advanced Materials Research*, 39-40(2008), p. 137-146, Trans Tech Publications, Switzerland, 2008
- Severin I., El Abdi R., Poulain M., Mechanical and chemical characteristics of hermetically coated silica optical fibre, *Surface et Coatings Technology*, 202(2008), 11, p. 2494-2499
- Lopez-Cepero J.M., Wiederhorn S.A., Fett T., Guin, J.P., Do plastic zones form at crack tips in silicate glasses?, *International Journal of Materials Research*, 98(2007), 12, p. 1170-1176
- Bernard C., Delaizir G., Sangleboeuf J.C., Keryvin V., Lucas P., Bureau B., Zhang X.H., Rouxel T., Room temperature viscosity and delayed elasticity in infrared glass fiber, *Journal of The European Ceramic Society*, 27(2007), 10, p. 3253-3259
- Dauce R., Le Floch M., Sangleboeuf J.C., Verdier P., Irradiation-induced changes in the local environment of Si and Al in LnSiAlON glasses as probed by Al-27 and Si-29 NMR, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 353(2007), 4, p. 390-397
- Keryvin V., Indentation of bulk metallic glasses: Relationships between shear bands observed around the prints and hardness, *Acta Materialia*, 55(2007), 8, p. 2565-2578
- Keryvin V., Nadot Y., Yokoyama Y., Fatigue pre-cracking and toughness of the Zr55Cu30Al10Ni5 bulk metallic glass for two oxygen levels, *Scripta Materialia*, 57(2007), 2, p. 145-148
- Rouxel T., Elastic properties and short-to medium-range order in glasses, *Journal of The American Ceramic Society*, 90(2007), 10, p. 3019-3039
- Rouxel T., Elastic properties of glasses: a multiscale approach, *Comptes Rendus Mecanique*, 334(2006), 12, p. 743-753
- Severin I., El Abdi R., Poulain M., Strength measurements of silica optical fibers under severe environment, *Optics And Laser Technology*, 39(2007), 2, p. 435-441
- Severin I., Poulain M., El Abdi R., Mechanical and chemical damage of optical fiber polymer coating, *Journal of Optoelectronics And Advanced Materials*, 9(2007), 7, p. 2110-2115
- Tartivel R., Reynaud E., Grasset F., Sangleboeuf J.C., Rouxel T., Super-scratch-resistant glass by means of a transparent nanostructured inorganic coating, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 353(2007), 1, p. 108-110
- Yoshida S., Sangleboeuf J.C., Rouxel T., Indentation-induced densification of soda-lime silicate glass, *International Journal of Materials Research*, 98(2007), 5, p. 360-364
- Zhu S.Z., Ma H.L., Calvez L., Zhang X.H., Lucas J., Adam J.L., Shang H.X., Rouxel T., Optical and mechanical properties of far infrared transmitting glass-ceramics, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 353(2007), 13-15, p. 1298-1301
- Dauce R., Sangleboeuf J.C., Verdier P., Changes in irradiated LnSiAlO(N) glasses at a microscopic scale, *Nuclear Instruments et Methods In Physics Research Section B-Beam Interactions With Materials And Atoms*, 247(2006), 2, p. 313-323
- Ji H., Keryvin V., Rouxel T., Hammouda T., Densification of window glass under very high pressure and its relevance to Vickers indentation, *Scripta Materialia*, 55(2006), 12, p. 1159-1162
- Keryvin V., Bernard C., Sangleboeuf J.C., Yokoyama Y., Rouxel T., Toughness of Zr55Cu30Al10Ni5 bulk metallic glass for two oxygen levels, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 352(2006), 26-27, p. 2863-2868
- Shang H.X., Rouxel T., Buckley M., Bernard C., Viscoelastic behavior of a soda-lime-silica glass in the 293-833 K range by micro-indentation, *Journal of Materials Research*, 21(2006), 3, p. 632-638.

**CONTACT**

V. Keryvin,  
 vincent.keryvin@univ-rennes1.fr  
 ou Jean-Pierre Guin,  
 jean-pierre.guin@univ-rennes1.fr  
 Bât. 10B, Campus de Beaulieu,  
 Université de Rennes 1  
 35042 Rennes cedex  
<http://www.larmaur.univ-rennes1.fr> ■