

## CHAPITRE III

### OBJECTIFS ETUDIÉS ET PROCEDURE EXPERIMENTALE

#### III.1 Objectifs étudiés

##### III.1.1 Mesure des paramètres géométriques de la rayure.

L'état de surface Influence vivement les propriétés mécanique et optique du verre. Les phénomènes de dégradation superficielle chimique ou mécanique provoquent une baisse spectaculaire de ces propriétés. En effet, la présence des fissures à la surface affecte la transmission optique et favorise la rupture du verre.

Les paramètres géométriques recherchés sont représentés par la largeur et la profondeur de la rayure qui dépend des paramètres du dispositif de rayage et de la présence des contraintes de tensions dans la structure interne du verre. Ces deux facteurs peuvent nous renseigner sur l'état de l'endommagement et sur la variation de ces propriétés.

##### III.1.2 Mesure de la résistance mécanique.

En se basant sur la théorie de la mécanique de rupture, nous pouvons déterminer la relation de la résistance mécanique du matériau de deux façons :

- Soit en connaissant le facteur de forme ( $y$ ) et la profondeur de la rayure maximale( $a$ )[24] :

$$\sigma_r = y \frac{K_{1c}}{\sqrt{a}} \iff a = y^2 \left( \frac{K_{1c}}{\sigma_r} \right)^2 \quad (\text{III.1})$$

Où  $\sigma_r$  : La résistance à la rupture.

$K_{1c}$  : Le facteur d'intensité de la contrainte critique.

$y$  : Un facteur géométrique qui dépend de la caractéristique géométrique de l'échantillon.

$a$  : La profondeur de la rayure maximale.

Pour la même composition chimique du verre et pour le même milieu ambiant, le facteur  $K_{1c}$  prend une valeur constante [69].

- Soit par le dispositif de l'essai de flexion [24](Voir Fig.34) :

$$\sigma_r = \frac{3.P.L}{2.b.a^2} \quad (\text{III.2})$$

Où  $\sigma_r$  : Résistance mécanique ( N/mm<sup>2</sup> ).

$P$  : Charge normale à la rupture (N).

$L$  : Longueur entre appuis 26mm.

$b$  : Largeur de l'échantillon 20mm.

$a$  : Epaisseur de l'échantillon 3mm

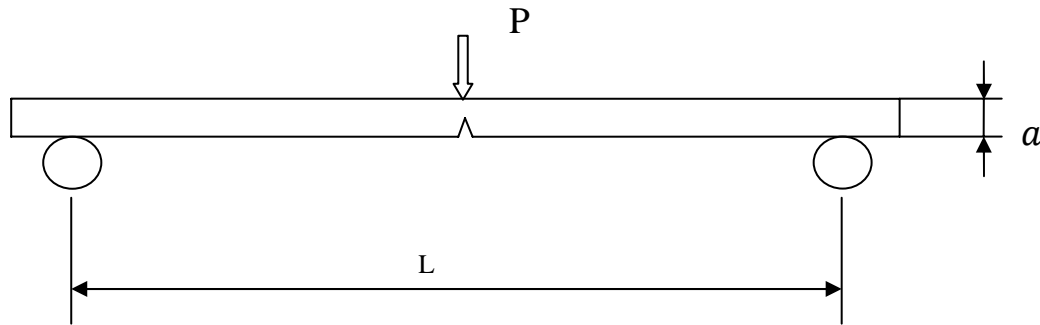


Fig.34 : Essai de flexion à 3 points d'un échantillon de verre rayé.

### III.1.3 Mesure de la transmission optique

Les propriétés optiques des verres sont basées sur l'interaction du milieu avec l'énergie des ondes électromagnétiques. La transmission de la lumière est l'une des propriétés du verre la plus importante pouvant nous renseigner sur son opacité partielle ou totale.

Une substance quelconque est gênée pour transmettre la lumière à cause de l'interaction entre cette substance et l'énergie lumineuse. Ce qui se produit dans plusieurs cas [70] :

- S'il existe dans un matériau des électrons libres, l'interaction est maximale pour les métaux qui sont par conséquent complètement opaques à la lumière.
- La lumière peut avoir une interaction non seulement avec les électrons libres ; mais aussi avec d'autres électrons si l'énergie de la lumière est suffisante ; d'où on aura une excitation de ces électrons. Le plus souvent, l'énergie nécessaire est si grande que les longueurs d'onde correspondantes appartiennent à l'intervalle de l'ultraviolet.
- Si on suit le spectre d'un verre au-delà du domaine visible jusqu'à l'infrarouge, on constate que les verres courants de quelques millimètres d'épaisseur présentent, d'abord quelques bandes d'absorption pour devenir complètement opaques à partir de 5μm environ. La cause de ces bandes d'absorption est l'interaction de la lumière avec les vibrations des constituants du verre.

Pour un matériau homogène, la fraction de l'intensité lumineuse absorbée dépend du coefficient d'absorption  $\eta$  et de l'épaisseur traversée  $dx$ [24].

$$\frac{dI}{dx} = -\eta \cdot I \quad (\text{III.3})$$

$$\eta = \frac{4\pi k}{\lambda} \quad (\text{III.4})$$

Où  $k$  : L'indice d'absorption.

$\lambda$  : Longueur d'onde

L'atténuation de la lumière traversant un matériau d'épaisseur  $x$  est donnée par [24] :

$$I = I_0 e^{-\eta x} \quad (\text{III.5})$$

Où  $I$  : L'intensité transmise.

$I_0$  : L'intensité incidente.

$\eta$  : Coefficient linéaire d'absorption.

On définit le facteur de transmission  $Tr$  comme étant le rapport entre l'intensité transmise et l'intensité incidente d'où la loi *BEER-LAMBER* [24-70] :

$$Tr = \frac{I}{I_0} = e^{-\eta x} = e^{-\epsilon c x} \quad (\text{III.6})$$

Où  $x$  : Epaisseur du verre.

$c$  : Concentration molaire.

$\epsilon$  : Le coefficient d'extinction molaire décimal.

### III.1.4 Détermination de l'effet des paramètres de rayage

Le but de cette étude est de définir l'effet des paramètres de rayage et l'effet des différents traitements des échantillons sur les propriétés mécaniques et optiques des verres Sodo-calcique ; on recherche plus précisément :

- L'effet de la vitesse de rayage.
- L'effet de la charge normale appliquée.
- L'effet du frottement induit sous l'action de l'effort de rayage.
- L'effet du rayage à sec.
- L'effet du rayage à l'eau distillée.
- L'effet du traitement par le recuit
- L'effet du traitement par séjour dans l'eau chauffée à 100°C.

## III.2 Procédure expérimentale

### III.2.1 Préparation des échantillons :

Le verre utilisé dans la procédure de rayage est de nature chimique silico-sodo-calcique possédant un module de Young égal à 72 GPa et un coefficient de Poisson égal à 0.22, une dureté de 4.19 GPa et une densité de 2520 ( $\text{Kg/m}^3$ ), une conductivité thermique de 0.9 ( $\text{W/m/K}$ ) et une chaleur spécifique de 720 ( $\text{J/kg/K}$ ) [48] sa composition chimique est donnée dans le tableau ci-dessous.

$\text{SiO}_2$	$\text{Na}_2\text{O}$	$\text{CaO}$	$\text{MgO}$	$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{K}_2\text{O}$
72.4	13.4	7.48	4.0	1.34	0.89
$\text{Fe}_2\text{O}$	$\text{SO}_3$	$\text{BaO}$	$\text{TiO}_2$	$\text{MnO}$	$\text{Cr}_2\text{O}$
0.17	0.17	0.02	0.06	0.01	0.01

Tableau 5 : Composition chimique d'un verre sodo-calcique en % [71].

Les échantillons de verre destinés au rayage sont de dimension  $(30 \times 20 \times 3) \text{ mm}^3$  (Voir Fig.35) et sont disposés sous 3 variantes :

- Echantillons de verres bruts sans traitement thermique ou chimique spéciale.
- Echantillons de verres subissant le traitement thermique du recuit de la manière suivante :

Les échantillons sont placés dans un four où la température est élevée progressivement jusqu'à la valeur de  $550^\circ\text{C}$ . Cela a nécessité une durée de 4h. Ensuite cette température a été maintenue pendant une durée de 1h. Et enfin, les échantillons ont été refroidis par abaissement de la température, jusqu'à leur état initial ( $20^\circ\text{C}$ ). Cette phase de refroidissement a duré 5h.

- Echantillons de verres immergés dans de l'eau à une température de  $100^\circ\text{C}$  durant 24h, La température du test de rayage est celle de l'environnement ambiant  $20^\circ\text{C}$ .

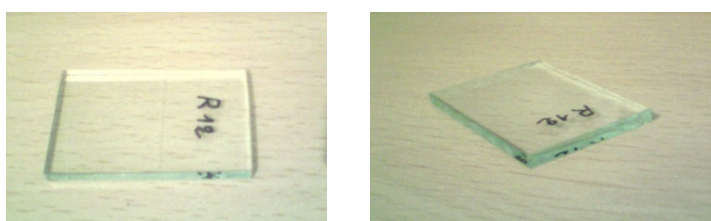


Fig. 35 : Vues d'un échantillon de verre recuit rayé

### III.2.2 Procédure de rayage :

- 6 échantillons d'une même variante sont placés en contact sur l'axe de rayage et subissent un effort normal par l'indenteur sur leurs surfaces.
- Le contrôle du processus de chargement se fait d'une façon constante tout le long du test de rayage.
- Une charge de 1N puis 2N respectivement sont appliquées par l'indenteur sur les échantillons de verres bruts et sur ceux de verres recuits à chaque essai.
- Une charge de 1N seulement, est appliquée aux échantillons de verres rayés à l'eau distillée et à ceux traités par le séjour dans l'eau chaude de 100°C.
- Des vitesses de rayage de (0.1, 1, 4, 7, 10) mm/s sont imposées et actionnées respectivement par un déclencheur piézo-électrique pour chaque test et chaque variante.
- le rayage des échantillons de verres sans traitement comporte un état sec et un état de lubrification à l'eau distillée.
- Le coefficient de frottement ( $\mu$ ) est déterminé selon le rapport  $F_t/F_n$  pour chaque test.

### III.2.3 Dispositifs expérimentaux utilisés

#### III.2.3.1 Dispositif de rayage

Le rayage des échantillons de verre a été effectué au niveau du laboratoire de mécanique appliquée de l'université de RENNES I. Le dispositif utilisé dans notre test de rayage est le scléromètre linéaire. Il permet un chargement variable, commandé par un actionneur piézo-électrique et un déplacement horizontal assuré par une table pilotée par ordinateur. Ce dispositif permet également de mesurer l'effort normal et tangentiel de façon permanente. Un schéma simplifié illustre ce dispositif et ses détails dans la Fig.36 et la Fig.37.

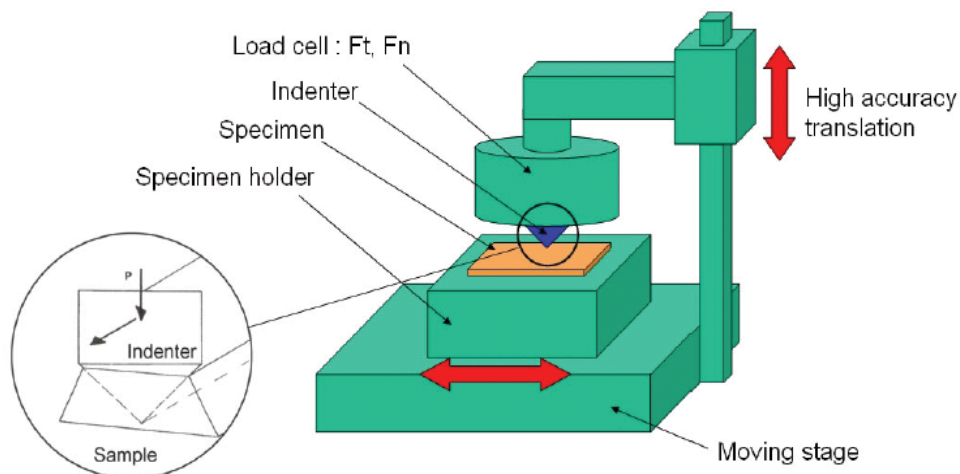


Fig.36: schéma du dispositif de rayage [67].

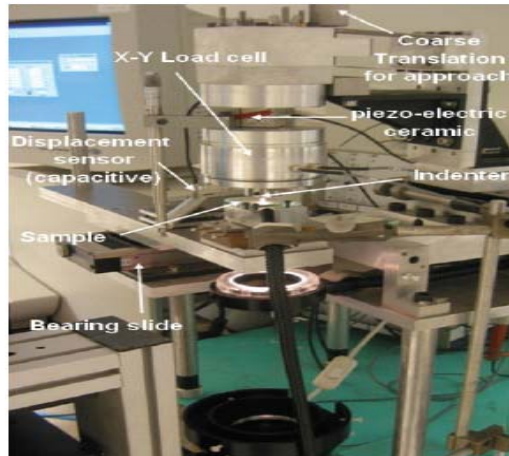


Fig 37: Détails du scléromètre linéaire [67].

### III.2.3.2 Dispositifs de mesures

- Le dispositif de mesure de la géométrie de rayure
- Le Microscope AXIOSKOP 40

Existant au niveau du laboratoire de biologie de l'université de SETIF, il permet d'obtenir des observations détaillées de la microstructure allant jusqu'à un grossissement de 1000x. Les différentes fissures révélées dans notre cas grâce à une caméra CCD incorporé sur le microscope nécessitent un grossissement de 400x seulement pour faire apparaître la morphologie du système de fissuration dans le verre pour différents traitements (Voir Fig.38). Relié à un micro-ordinateur possédant un logiciel (KAPPA), capable de traiter les photos relevée des échantillons et de mesurer la géométrie de la rayure (longueur, largeur et profondeur) pour un grossissement déterminé, en utilisant une règle graduée dont l'échelle correspond à 1/100.



Fig.38 : Microscope AXIOSKOP 40.

- le Microscope métallographique

Appelé aussi « NEOPHOT 21 », il permet de mesurer les paramètres géométriques de la rayure (largeur et profondeur) et de caractériser la structure interne de la rayure par un grossissement approprié (Voir Fig.39).



Fig.39 : Microscope métallographique NEOPHOT 21

- Le dispositif de mesure de la transmission optique
- le Micro-densitomètre MD100

Nous avons utilisé l'appareil disponible au niveau du laboratoire d'optique du DOMP, qui est le micro-densitomètre de type MD100 (Voir Fig.40), pour mesurer la transmission optique de nos échantillons.

Le micro-densitomètre est un appareil de projection qui comprend une cellule photo électrique reliée à un galvanomètre à échelle qui permet de lire directement les grandeurs suivantes :

- La transmission  $Tr$  à l'échelle linéaire (voir formule (III.6)).
- Le noircissement  $S$  ou la densité optique à l'échelle logarithmique.

Les mesures ont nécessitées un ajustement du micro densitomètre par un échantillon étalon dont la transmission est mesurée par spectrophotomètre. Nous avons mesuré la transmission optique à travers la rayure effectuée sur les différents échantillons de verre dans

plusieurs endroits en se basant sur une transmission référentielle de 93.7% d'un échantillon de verre sans rayure.



Fig.40 : Micro-densitomètre MD100.

- Le dispositif de mesure de la résistance mécanique

La résistance mécanique des verres étudiés est déterminée par l'essai de flexion à 3 points (Voir Fig.34). Nous avons utilisé la machine de flexion disponible au niveau du laboratoire des matériaux du DOMP (Voir Fig.41), avec les paramètres suivants :

Précharge : 1 N  
Précharge,vitesse : 1 mm/min  
Vitesse d'essai : 1 mm/min

La précision qui fonctionne avec les paramètres suivants :

$\varepsilon = \pm 0,5\%$  de la mesure ; le rayon de l'appui en charge  $r_0 = 5\text{mm}$  ; le rayon de l'appui fixe  $r = 5\text{mm}$ .

Les résultats obtenus sont la force maximale de rupture  $P$  en (N) et la flèche  $\varepsilon$  en ( $\mu\text{m}$ ) ainsi que le graph correspondant  $P = f(\varepsilon)$ .

La résistance mécanique est ensuite calculée à partir de l'expression (III.2) précédemment définie.



Les dimensions de nos échantillons pour l'essai de flexion sont loin du phénomène de cisaillement si on se réfère à la condition de MOLIMARD [72] pour laquelle on peut avoir un cisaillement du verre au lieu d'une flexion.

$$\frac{L}{2.a} < 2.5 \quad (\text{III.7})$$

Où

$L$  : Longueur entre appuis (mm)

$a$  : Epaisseur de l'échantillon (mm)



Fig.41 : Dispositif de mesure de la résistance mécanique