

**MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE FERHAT ABBAS-SETIF
(ALGERIE)**

MEMOIRE

Présenté à l'Institut d'Optique et de Mécanique de précision

Pour l'Obtention du Diplôme de

MAGISTER

Option: Mécanique Appliquée

Par

M^{elle} YOUNES Leila

THEME

**EFFETS DES TRAITEMENTS SUR LES CONTRAINTES
ET LES FISSURES D'INDENTATION**

Soutenue le : 07/ 04/2011 devant la commission d'examen:

Pr: C. BOUSBAA	Prof à l'université de Sétif	Président
Pr: M. HAMIDOUCHE	Prof à l'université de Sétif	Rapporteur
Dr: M.A. MADJOUBI	M.C à l'université de Sétif	Examineur
Dr: S. BENBAHOUCHE	M.C à l'université de Sétif	Examineur
Dr: K. AYADI	M.C à l'université de Sétif	Examineur

REMERCIEMENT

Le travail présenté dans ce manuscrit a été réalisé au sein de laboratoire des Matériaux Non Métalliques du département d'optique et de mécanique de précision (LMNM) de l'Université de Sétif.

Je mesure la chance d'avoir préparé mon mémoire dans un environnement scientifique aussi riche et vivant que le laboratoire LMNM.

Mes très vive gratitude va à mon encadreur le professeur M. HAMIDOUCHE. Ses encouragements et ses conseils appréciables ont apportés un secoure pour la réussite de ce travail. Je tiens à lui exprimer également mon profond respect pour son soutien, sa patience ainsi que sa générosité.

Je tiens à adresser mes plus sincères remerciements à monsieur C.BOUSBAA professeur à l'université Ferhat Abbas de Sétif, qui m'a fait l'honneur de présider le jury de soutenance de cet mémoire.

Je remercie vivement monsieur K. AYADI Maitre de conférences (A) à l'université Ferhat Abbas de Sétif, pour son aide précieux concernant la partie optique du travail, et d'être parmi le membre de jury.

Mes remerciements vont également à messieurs : M.A. MADJOUBI et S. BENBAHOUCHE Maitres de conférences (A) à l'université Ferhat Abbas de Sétif, qui ont accepté d'être examinateurs de ce travail.

J'adresse aussi mes remerciements à monsieur E. OUAKDI le Directeur du laboratoire de physique et de mécanique des matériaux métalliques (IOMP- SETIF) pour son aide.

Que monsieur H.BAHRI Technicien de Laboratoire des Matériaux Non Métalliques soit remercié.

Ma sincère gratitude va pour mon père qui m'a soutenu tout au long de mes études.

Mes remerciements vont également à tous les membres du Laboratoire des Matériaux Non Métalliques.

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à :

ceux qui présente pour moi la source de la lumière qui éclaire
mon chemin, le symbole de la volonté, et l'espoire mon père
et ma mère,

Mon frère : Ahmed,

Mes sœurs,

Qui m'a aidé tout ces années d'études,

Mes nièces : chahinez et sondes,

Mes ami(e)s...

SOMMAIRE

INTRODUCTION GÉNÉRALE	1
------------------------------	----------

CHAPITRE 1 : RENFORCEMENT DU VERRE

1.1- INTRODUCTION	2
1.2- RESISTANCE MECANIQUE	2
1.2.1- Résistance théorique à la décohésion	2
1.2.1.1- Approche chimique	2
1.2.1.2- Approche mécanique	3
1.2.2- Propriétés mécanique des verres	4
1.3- RENFORCEMENT DU VERRE	6
1.3.1- Traitements thermiques	6
1.3.1.1- Recuit	6
1.3.1.2- Trempe thermique	8
1.3.2- Trempe chimique	11
1.3.2.1- Procédé Schott	11
1.3.2.2- Désalcalinisation	11
1.3.2.3- Echange ionique	12
▪ Avantages et inconvénients de la trempe chimique	15
1.3.3- Décapage par voie chimique	16
1.3.4- Polissage au feu	16
1.3.5- Revêtements	17
1.3.6- AUTRES PROCEDES DE RENFORCEMENT	18
a- Verre durci	18
b- Verre Feuilleté	18
c- Verre armé	19
d- Verre spécial pour la trempe chimique	19

CHAPITRE 2 : INDENTATION DU VERRE

2.1- INDENTATION	20
2.1.1- Le principe	20
2.1.2- Les indenteurs	23
2.1.2.1- Indenteur bille (Essai hertzien)	23
2.1.2.2- Indenteur Knoop	24
2.1.2.3- Indenteur Berkovitch	24
2.1.2.4- Indenteur Vickers	25
2.2- DEFORMATIONS AU VOISINAGE D'UNE EMPREINTE	26
2.3- COMPORTEMENT DES VERRES A L'INDENTATION	26
2.3.1- Zone plastique	27
2.3.1.1- Déformation par densification / déformation par cisaillement	27
2.3.1.2- Comportement normal/anormal des verres	28
2.3.2- La fissuration des verres	28
2.4- MESURE DES CONTRAINTES RESIDUELLES	29
2.4.1- Introduction	29
2.4.2- Définition des contraintes résiduelles	30
2.4.3- Champs de contraintes induites par l'indentation Vickers	30
2.4.4- Méthodes de mesure des contraintes résiduelles	31
2.4.4.1- Mesure des contraintes résiduelles par indentation	31
2.4.4.2- Mesure des contraintes résiduelles d'indentation Vickers	32
2.4.4.3- Mesure des contraintes résiduelles par indentation Hertzienn	34
2.4.4.4- Mesure des contraintes résiduelles par photoélasticimétrie	35
▪ Procédés de photoélasticimétrie	36
2.5- ANALYSE STATISTIQUE DE LA RESISTANCE A LA RUPTURE	37

CHAPITRE 3: Procédure Expérimentale

3.1- OBJECTIF DU TRAVAIL	40
3.2- MATERIAUX UTILISES	40
3.2.1- Verre	40
3.2.2- Nitrate de potassium	42
3.3- MOYENS UTILISES	43
3.3.1- Dispositif d'indentation	43
3.3.2- Four de traitement	44
3.3.3- Machine d'essai	44
3.3.4- Microscope optique Axiovert 40 MAT	46
3.3.5- Logiciel ImageJ	47
3.3.6- Microscope Leica DM1000	48
3.3.7- Logiciel Photoshop7	48
3.4- PREPARATION DES ECHANTILLONS	51
3.4.1-Tronçonnage	51
3.4.2- Chanfreinage	51
3.4.3-Traitement des échantillons	51
3.5-DEROULEMENT DES ESSAIS	51
3.5.1- Indentation Vickers	51
3.5.2-Traitements des échantillons indentés	52
3.5.3- Essai de flexion	53
3.5.4- Contraintes résiduelles d'indentation	54

CHAPITRE 4: RESULTATS ET DISCUSSIONS

4.1- EVOLUTION DES DEFAUTS	56
4.1.1- Aspect statistique	56
4.1.2- Détermination de la taille des défauts	57
4.2- PROPAGATION DES FISSURES SOUS CORROSION	58
4.3- EFFET DU RECUIT SUR LES LONGUEURS DES FISSURES	61
4.3.1- Effet du temps de maintien et de la température de traitement sur les longueurs des fissures radiales	61
4.3.2- Effet de la température de traitement sur les longueurs des fissures	65
4.4- EFFET DU L'ECHANGE IONIQUE SUR LES LONGUEURS DES FISSURES	69
4.5- EVOLUTION DE LA RESISTANCE MECANIQUE	72
4.6- ETUDE DES CONTRAINTES RESIDUELLES D'INDENTATION PAR PHOTOELASTICIMETRIE	75
CONCLUSION GENERALE	81
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	
ANNEXES	

INTRODUCTION GENERALE

Le verre ne cesse de progresser et de prendre de plus en plus une place importante dans notre quotidien. Des lames de couteaux préhistoriques aux fibres de verre actuelles, l'Homme a toujours tiré profit de ses propriétés singulières. A titre d'exemple, de nouveaux verres à base de germanium permettent de réaliser aussi bien des dispositifs de vision nocturne, que des capteurs biologiques permettant de détecter certaines bactéries à des fins médicales.

Malgré les nombreux atouts des verres, leur fragilité cause leur essentiel problème. Combiné à la présence de micro rayures superficielles, elle engendre une faible résistance mécanique. Ces microfissures jouent le rôle de concentrateurs de contraintes favorisant leur propagation, ce qui conduit ainsi à sa rupture.

Pour étudier les problèmes de fissuration dans le verre, l'indentation Vickers est la technique la mieux appropriée. Elle est utilisée comme un moyen simple pour créer des défauts (dont la taille, la position et l'orientation sont connus) similaire aux défauts présents dans la surface du verre.

L'objectif de notre travail est l'étude du comportement des fissures radiales et l'état des contraintes résiduelles autour d'une indentation Vickers sous l'effet des traitements thermiques et thermochimiques. L'étude de l'influence de ces différents traitements sur le renforcement du verre par l'évolution de la résistance mécanique est faite aussi. Le suivi de la relaxation des contraintes résiduelles d'indentation a été effectué par photoélasticimétrie.

Ce travail est subdivisé en quatre chapitres

- Les deux premiers chapitres, d'ordre bibliographique, sont consacrés au matériau « verre ». Nous avons présenté une synthèse des différentes méthodes de renforcement du verre dans le premier chapitre. Le deuxième chapitre est réservé à l'indentation du verre et les techniques utilisées pour la mesure des contraintes résiduelles.
- Dans le troisième chapitre, nous avons présenté les matériaux et les techniques expérimentales utilisés.
- Le chapitre quatre est consacré aux résultats expérimentaux obtenus et leurs interprétations.

Le travail s'achève par une conclusion générale.

CHAPITRE 1 :

RENFORCEMENT DU VERRE

1.1- INTRODUCTION

Les nombreuses qualités des verres d'oxydes, à base de silice, telles que leur transparence optique, leur inertie chimique ou leur pouvoir d'isolation thermique et électriques les rendent incontournables dans des secteurs de plus en plus nombreux (architecture, construction, télécommunications, optique, automobile.).

Le verre est probablement la matière synthétique la plus ancienne de l'humanité. Les applications du verre sont toujours limitées par sa fragilité celui ci est liée principalement à la nature des liaisons iono-covalentes qui caractérisent les matériaux céramiques et les verres. Elle se traduit par un manque de fiabilité du point de vue résistance mécanique qui provient de la présence de micro rayures superficielles qui jouent le rôle de concentration de contraintes favorisant ainsi l'initiation et la propagation de ces fissures conduisant à la rupture.

1.2- RESISTANCE MECANIQUE

1.2.1- Résistance théorique à la décohésion

La résistance théorique du réseau vitreux à la décohésion n'a été évaluée que de manière très approximative. On ne sait pas encore précisément comment varie la force de la liaison Si-O en fonction de la déformation. On peut néanmoins mentionner deux types d'approches riches d'informations sur un plan qualitatif [JAME 05].

1.2.1.1- Approche chimique:

JAMES et al. [JAME 05] ont calculé le travail «W» nécessaire pour la séparation d'un oxygène d'un groupement SiO_4 . Ils ont admis que cette énergie est la différence entre l'énergie coulombienne de formation du tétraèdre SiO_4 et celle du groupe SiO_3 . Par cette méthode, ces auteurs ont trouvé $W = 3,456 \cdot 10^{-19}$ J. En assimilant SiO_4 à une molécule $\text{SiO}_3\text{-O}$ et en représentant la variation de son énergie potentielle «U» en fonction de l'éloignement «r» des deux ions, ils ont calculé la force coulombienne ($F = dU/dr$) qui s'oppose à leur séparation (Figure 1.1). Lorsque $r = r_0 = 1,6 \text{ \AA}$, les ions sont en équilibre; alors ($U = -W$) et ($F = 0$). Lorsque ($r \approx 2,2 \text{ \AA}$), F passe par un maximum ($F_m = 1,97 \cdot 10^{-9}$ N), qui est assimilé à la résistance du lien moléculaire.

La résistance σ_m du réseau vitreux à la décohésion est prise égale au produit de F_m par le nombre N_0 d'oxygènes pontants par unité de surface. À partir du volume molaire V_M de l'oxygène dans le verre, on calcule aisément N_0 . Dans le cas de la silice pure, $V_M = 22,64 \cdot 10^{-24} \text{ cm}^3$ et $N_0 = 1,25 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$. On en déduit alors $\sigma_m = N_0 F_m = 24,7 \text{ GPa}$.

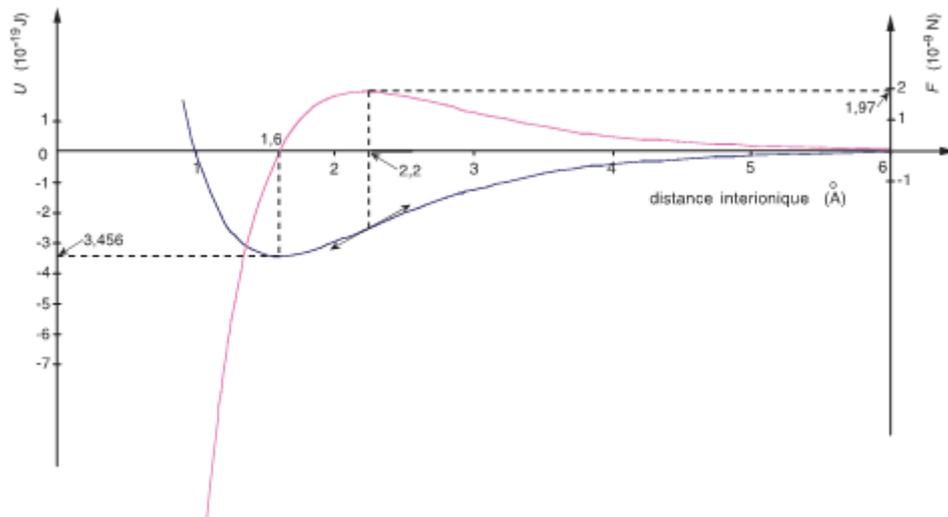


Figure 1.1 : Energie potentiel et résistance de la liaison $\text{SiO}_3\text{-O}$ en fonction de la distance interatomique [JAME 05].

Pour les verres contenant des oxydes modificateurs, on pourrait s'attendre, selon ce type de modèle, à ce que la résistance mécanique varie en proportion du nombre d'oxygènes pontants contenus dans le verre. En réalité, il existe un affaiblissement, par rapport à la silice, plus important. Ce résultat, qui s'accorde avec l'expérience, peut être dû à la présence dans le réseau de microcavités qui joueraient le rôle de concentrateurs de contraintes [JAME 05].

1.2.1.2- Approche mécanique :

Orowan et Gilman [JAME 05] ont cherché à évaluer approximativement le travail à fournir pour créer deux surfaces de fracture dans un solide en éloignant deux plans d'atomes l'un de l'autre. On peut supposer que la contrainte macroscopique σ (Figure 1.2) entre ces plans d'atomes varie, en fonction de leur distance r , de la même manière que la force interatomique F de la précédente (approche chimique). La contrainte σ passe par un maximum puis décroît jusqu'à ce que la distance entre les deux plans soit trop grande pour qu'il y ait interaction entre eux.

Pour simplifier le calcul, il est commode d'adopter pour $\sigma(r)$ une fonction sinusoidale (relation 1.1).

$$\sigma = \sigma_m \sin \frac{2\pi(r-r_0)}{\lambda} \quad (1.1)$$

Où σ_m est la contrainte maximale que peut supporter le solide avant la fracture: c'est sa résistance à la décohésion, le paramètre λ peut être exprimé en fonction du module de Young E , soit:

$$2\gamma = \frac{\lambda\sigma_m}{\pi} \quad (1.2)$$

D'où :

$$\sigma_m = \sqrt{\frac{E\gamma}{r_0}} \quad (1.3)$$

E et r_0 sont connus sans ambiguïté. γ (qui représente l'énergie superficielle) est déterminée expérimentalement par des essais de clivage d'éprouvettes préalablement fissurées. Pour un verre donné, on trouve des valeurs de γ qui varient selon les conditions opératoires. On obtient environ 4 J.m^{-2} dans une atmosphère inerte et entre $0,5$ et $1,5 \text{ J.m}^{-2}$ dans une atmosphère humide. Si l'on prend pour la silice dans une atmosphère inerte $E = 70 \text{ GPa}$, $r_0 = 1,6 \text{ \AA}$, $\gamma = 4 \text{ J.m}^{-2}$, on trouve avec l'équation (1.3), $\sigma_m \approx 40 \text{ GPa}$ [JAME 05].

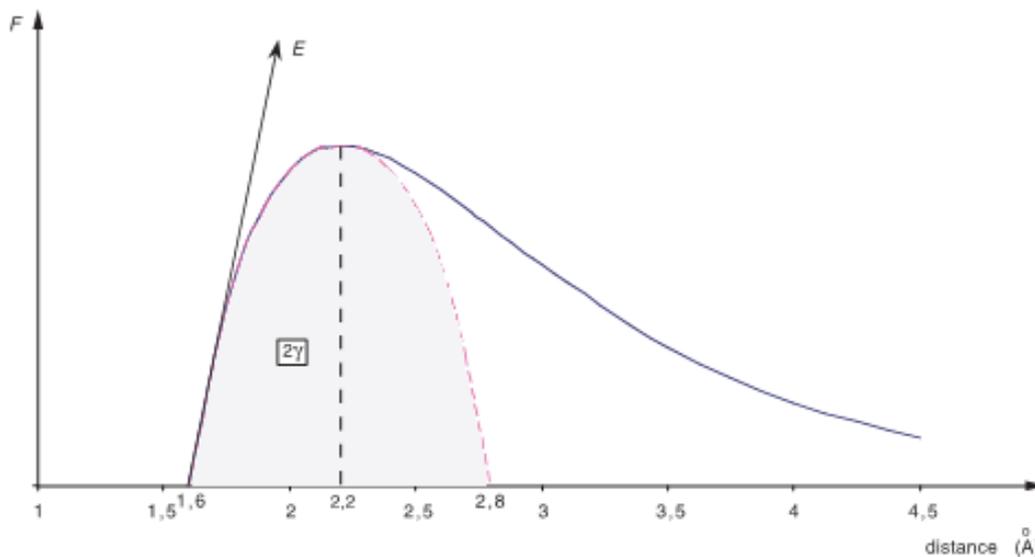


Figure 1.2 : Résistance à la décohésion de deux plans d'atomes [JAME 05].

1.2.2-Propriétés mécaniques des verres :

La résistance mécanique théorique des verres a été estimée comme étant de l'ordre de $E/10$ (E étant le module de Young). Ceci suggère que les verres d'oxydes doivent avoir une résistance de l'ordre de 7000 MPa . En pratique cependant, la résistance utile dépasse rarement

les 100 MPa. Ceci a été expliqué par les défauts se trouvant dans le verre, en particulier les défauts de surface qui agissent comme des sites de concentration de contraintes [DONA 89]. Il avait montré par exemple, que la contrainte maximale à l'extrémité d'une fissure pourrait être donnée par:

$$\sigma_m = 2\sigma \sqrt{\frac{c}{\rho}} \quad (\text{I.4})$$

Avec, σ_m : Contrainte appliquée, c : Longueur de la fissure et ρ : Rayon de courbure au sommet de la fissure [DONA 89].

Griffith a établi un critère pour la rupture d'une pièce de verre préalablement fissurée en supposant que la fissure se développe si l'énergie élastique libérée par sa progression est au moins égale à l'énergie qu'il faut fournir pour créer les nouvelles surfaces [JAME 05].

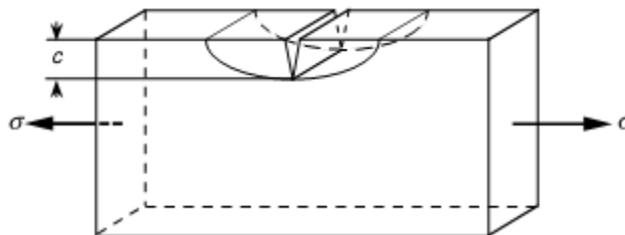


Figure 1.3 : Représentation schématique d'une plaque entaillée soumise à un test de traction, pour l'établissement du critère de Griffith [JAME 05].

Plus c est grand (ou ρ est petit), plus l'effet de la concentration de la contrainte est grand, et plus petite est la résistance à la propagation des fissures dans le matériau.

La faible résistance mécanique des verres d'oxydes (et des matériaux similaires) est une conséquence directe de la présence de défauts concentrateurs de contraintes. Ceci est couplé pour les matériaux fragiles avec l'absence de relâchement de contraintes. Les fissures, une fois générées, se propagent de manière incontrôlée sous l'influence d'une contrainte critique appliquée. Ainsi, la rupture est « catastrophique ».

L'extension des premiers travaux de Griffith a conduit au concept du facteur d'intensité de contrainte critique K_{IC} (pour le mode d'ouverture en traction appelé mode I), qui est directement lié à la valeur de la contrainte critique. Le facteur K_{IC} est une caractéristique intrinsèque des matériaux.

$$\sigma_f = \frac{K_{IC}}{Y\sqrt{c}} \quad (I.5)$$

Y est une constante sans dimension qui tient compte de la géométrie de l'échantillon et les caractéristiques de chargement [DONA 89].

En plus de la faible résistance mécanique et de la ténacité, les verres d'oxydes souffrent d'un autre grave inconvénient qui limite encore leur utilité, d'autant plus que les matériaux de structure portante. C'est le phénomène de fatigue statique dans laquelle, selon l'environnement les petites fissures préexistantes ou les défauts se développent sous l'influence d'une contrainte appliquée qui est nettement inférieure à la contrainte normale de rupture du matériau. Quand une fissure de taille critique est atteinte dans ces conditions, la propagation de la fissure devient catastrophique. Le comportement mécanique du verre, par conséquent, dépend fortement de l'environnement et est également fonction du temps.

Pour les verres d'oxyde (la fatigue statique par corrosion sous contrainte), le milieu corrosif est généralement de l'eau, qui est normalement présent dans l'environnement [DONA 89].

1.3- RENFORCEMENT DU VERRE:

Il y a un certain nombre de méthodes par lesquelles les propriétés mécaniques des verres d'oxyde peuvent être améliorées. Plusieurs de ces méthodes peuvent augmenter de façon substantielle la résistance à la rupture, bien que la ténacité ne peut être améliorée de manière significative. D'autres méthodes peuvent conduire à des améliorations de la ténacité, tandis que d'autres méthodes sont efficaces pour améliorer la résistance et la ténacité [DONA 89].

1.3.1- Traitements thermiques:

1.3.1.1- Recuit :

Les différentes opérations de formage (soufflage, pressage, etc...) introduisent des contraintes diversement distribuées qui sont liées à la variation des propriétés et provoquent le bris des objets au refroidissement [ZARZ 82]. Le recuit est l'un des processus majeurs dans la fabrication du verre [KREI 86]. Le verre est recuit pour une variété de raisons, on peut citer :

- Le plus commun est la réduction des contraintes résiduelles dans les produits verrières. La présence de ces contraintes engendre la fracture facile du verre lors de sa manipulation [KREI 86].
- Certains produits en verre sont recuits pour obtenir une distribution uniforme des contraintes résiduelles. Cela garantit qu'aucune partie de la vitre n'est sous tension et une petite contrainte résiduelle de compression est obtenue à la surface du verre. Une telle répartition des contraintes rend le verre résistant aux chocs thermiques et mécaniques [KREI 86].
- Dans le processus de fabrication du verre flotté, la contrainte résiduelle optimale facilitera la coupe ordonnée du ruban de verre dans des tranches rectangulaires, mais la présence des contraintes résiduelles élevées pose des difficultés au cours du découpage des rubans de verre en forme désirée.
- L'objectif principal du recuit du verre optique est la réduction de la variation spatiale de l'indice de réfraction [KREI 86]. Les verres d'optique doivent être dépourvus de contraintes internes qui produisent la biréfringence. Le niveau des contraintes résiduelles tolérées dans ces verres pour applications courantes est $\sim 2,6$ MPa; il doit être inférieur à 0,35 MPa dans les verres de qualité [ZARZ 82].
- Un autre objectif est la stabilité à long terme des propriétés physiques, même à des températures relativement élevées [KREI 86].

Le recuit consiste à réchauffer le verre à une température uniforme dans un domaine de température voisin de la température de transformation (domaine de cuisson) pendant un temps suffisant pour permettre la relaxation des contraintes initialement présentes. L'objet est ensuite refroidi avec une vitesse suffisamment faible à travers toute la région des températures où la viscosité est encore assez basse pour que les contraintes ne puissent s'y installer et se maintenir à un niveau indésirable [ZARZ 82].

Dans la pratique, les vitesses de refroidissement à respecter dépendent des dimensions de l'objet. Pour des cas typiques courants, les vitesses doivent être inférieures à $5^\circ\text{C}/\text{min}$. Pour un recuit optique fin elles ne doivent pas dépasser $0,7^\circ\text{C}/\text{min}$. Il n'est pas nécessaire de garder la même vitesse lente de refroidissement pendant tout le traitement thermique. Il est préférable pour des raisons d'économie de refroidir rapidement le verre juste au-dessus de la température pour laquelle la contrainte peut se maintenir pendant quelques secondes (point supérieur de cuisson) puis d'adopter la vitesse de recuit calculée dans l'intervalle limité inférieurement par le « point de tension » ($10^{14,5}$ poise). On peut ensuite accélérer de nouveau le refroidissement sans crainte d'introduire des contraintes résiduelles [ZARZ 82]. La figure 1.4 présente une courbe typique de recuit température-temps.

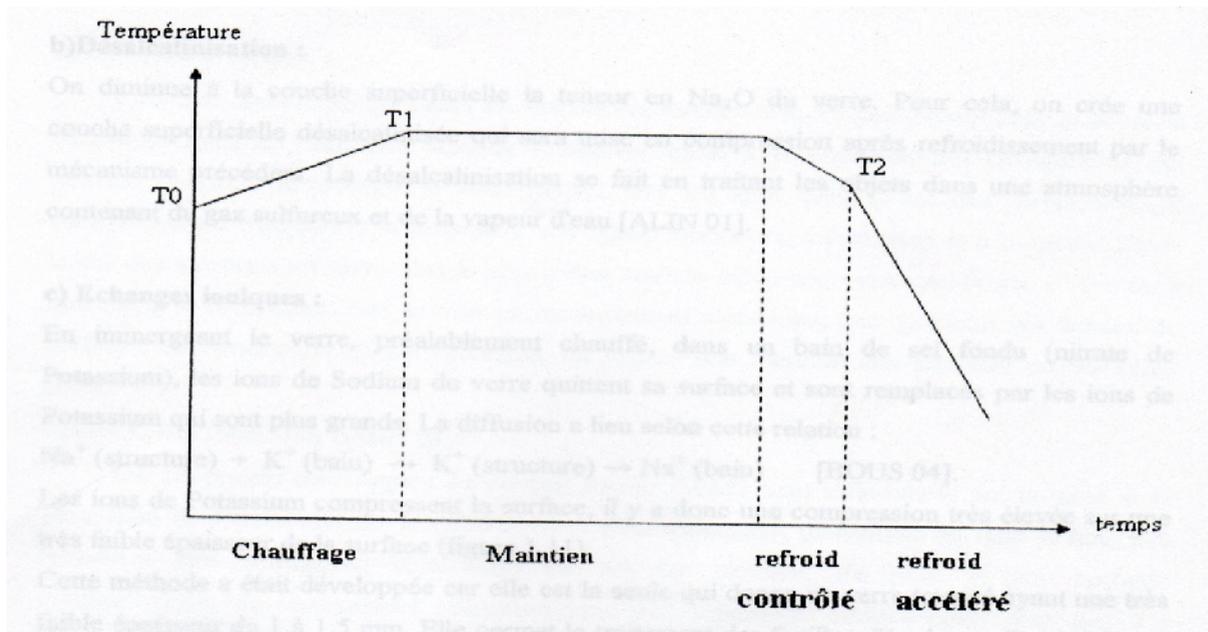


Figure 1.4 : Courbe typique de recuit température-temps [BOUD 96-1].

1.3.1.2-Trempe thermique :

Le renforcement du verre par refroidissement rapide était connu depuis le XVII^e siècle au moins. On savait qu'une goutte de verre fondu tombant dans de l'eau peut former une larme solide de très grande résistance mécanique. La surface en se figeant forme une coque solide remplie de matière visqueuse, car encore chaude, qui va se contracter en se refroidissant. Cette contraction produit une forte compression permanente dans les couches superficielles de la goutte à froid de sorte qu'il faut une force très grande pour produire la contrainte d'extension nécessaire au départ d'une fracture. Notons que la coque en se formant doit s'étirer pour envelopper son contenu qui est plus chaud. C'est à cause de cet étirage, qui n'est que partiellement élastique, que la coque se trouve en compression lorsqu'elle et son contenu sont de nouveau à la température ambiante [HAUS 05, KOLL 99].

L'objectif du renforcement mécanique du verre par trempe est la création de contraintes internes. Les contraintes de compression localisées au voisinage de la surface de l'objet retardent la propagation des défauts au sein du volume, même sous l'effet de sollicitations mécaniques extérieures [TEST]. Le principe de la méthode consiste à chauffer l'objet, en verre façonné sous sa forme définitive à une température uniforme au-dessus de la zone de transition vitreuse au voisinage de son point de ramollissement, pour laquelle il est assez fluide pour la relaxation des contraintes internes, et assez rigide, pour ne pas avoir des déformations importantes. Lorsque cette température est atteinte, la surface du verre sera refroidit rapidement [KOLL 99, DONA 89]. Des moyens industriels que les jets d'air ont été

expérimentés pour refroidir rapidement les feuilles de verre (immersion dans un liquide, projection d'aérosols, contact avec des plaques métalliques), mais ils n'ont pas donné naissance à un procédé économique rivalisant avec la trempe à l'air, soit à cause des casses intempestives, soit à cause de la dégradation de l'état de surface [JAME 05].

Industriellement, la trempe thermique est appliquée aux feuilles de verre d'épaisseurs comprises entre 2 et 20 mm, à l'aide de jets d'air (Figure 1.5). La figure 1.6 schématise la genèse des températures et des contraintes dans l'épaisseur d'une feuille subissant la trempe thermique [JAME 05].

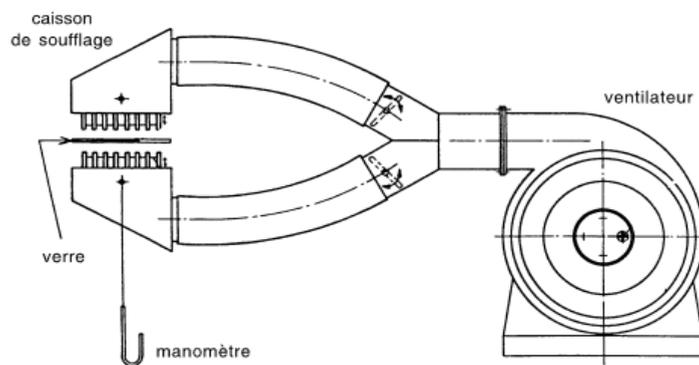


Figure 1.5 : Schéma d'une installation de trempe à l'air [JAME 05].

Le choix de la température initiale T_0 est important. La viscosité à T_0 doit être assez basse pour que les contraintes thermiques se relâchent rapidement, mais assez élevée pour que la feuille ne soit pas déformée par les systèmes mécaniques qui assurent son transfert. Au cours de la trempe, l'écart de température entre le cœur et la surface de la feuille passe à l'instant t_M par un maximum d'autant plus élevé que le coefficient de transfert de l'air est plus grand et que le verre est plus épais. Compte tenu de la durée du processus de trempe, il existe une température T_f au-dessous de laquelle les contraintes n'ont plus le temps de se relaxer, c'est-à-dire que le verre se comporte comme un solide élastique. Tant que la température du cœur T_C est supérieure à T_f , les contraintes qui naissent par suite de la variation du gradient de température se relâchent. $T_C = T_f$ à l'instant t_f . À partir de t_f le verre est donc figé dans toute son épaisseur. Pour éviter les risques de casse, au cours du procédé, il importe que t_f soit postérieur à t_M . Après t_f apparaissent les contraintes permanentes au fur et à mesure que s'évanouit le gradient de température entre le cœur et la surface. Le profil de contraintes permanent est parabolique (Figure 1.7). La compression superficielle est le double de

l'extension à cœur. Par exemple dans le cas du verre « sécurit », la compression est d'environ 100 MPa et l'extension de 50 MPa.

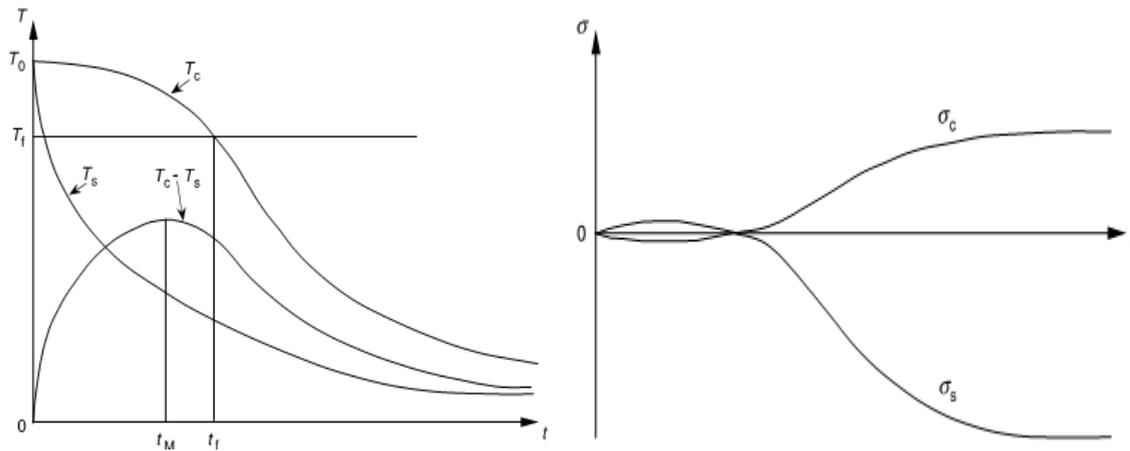


Figure 1.6 : Évolution schématisques des températures et des contraintes au cœur (T_c , σ_c) et en surface (T_s , σ_s) d'une feuille de verre subissant la trempe thermique en fonction du temps de refroidissement [JAME 05].

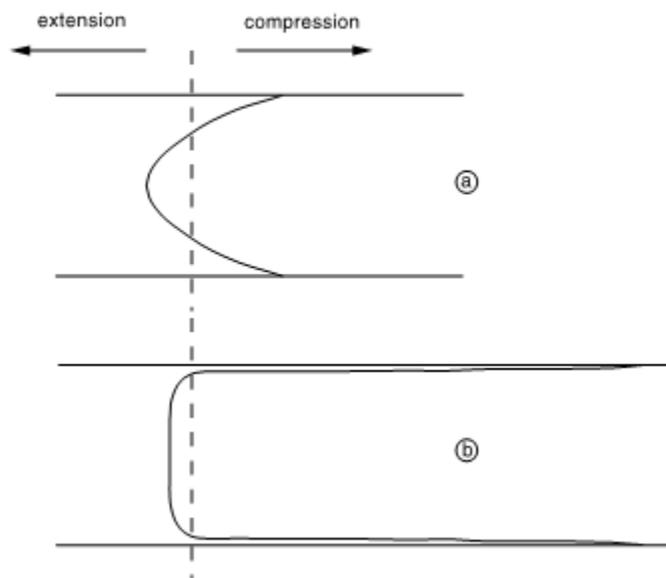


Figure 1.7 : Profils de contraintes obtenus par la trempe thermique (a) et la trempe chimique (b) [JAME 05].

La transparence du verre au rayonnement visible permet l'analyse expérimentale des contraintes résiduelles sur les produits trempés en utilisant l'effet photoélastique. Pour révéler les contraintes internes engendrées par la trempe thermique, le verre est observé entre

polariseurs croisés. La figure 1.8 montre la présence de contrastes indiquant une biréfringence du verre induite par les contraintes internes. Un objet en verre non trempé apparaîtrait complètement sombre sur cette figure [TEST].

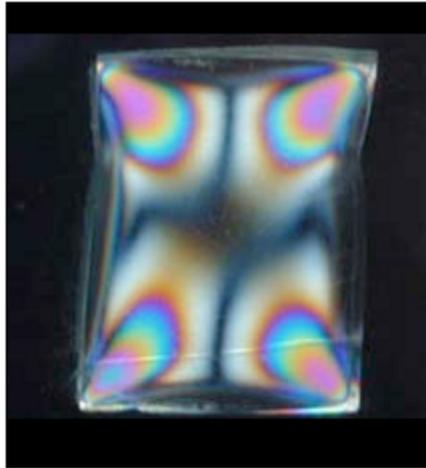


Figure 1.8 : Observation d'un objet en verre trempé en lumière polarisée [TEST].

1.3.2- Trempe chimique :

La trempe chimique est la technique la plus commode et la plus employée pour le renforcement mécanique du verre [BOUD 96-1]. Ce mode consiste à modifier la nature chimique de la surface du verre; plusieurs possibilités sont offertes pour les verres silico-sodocalciques [ZARZ 82].

1.3.2.1-Procédé Schott:

C'est l'ancien procédé Schott utilisé dès 1891; On peut ajouter une couche superficielle d'un verre ayant un coefficient de dilatation plus faible, la jonction avec l'objet se faisant à une température suffisante pour qu'il y ait soudure effective. Au refroidissement, les couches superficielles se contractant moins, sont mises en compression. Il permet d'atteindre des contraintes superficielles de l'ordre de 240 à 280 MPa [ZARZ 82].

1.3.2.2- Désalcalinisation:

Un verre contenant un pourcentage moindre de modificateur Na_2O possède un coefficient de dilatation α plus faible. En diminuant superficiellement la teneur en Na_2O du verre, on crée une couche superficielle désalcalinisée qui au refroidissement sera mise en compression. Dans la pratique, on traite les objets en verre dans une atmosphère contenant du gaz sulfureux et de la vapeur d'eau [ZARZ 82].

1.3.2.3-Echange ionique:

Les procédés modernes de trempe chimique sont basés sur les échanges ioniques se produisant par diffusion. Les objets en verre sont immergés dans un sel alcalin fondu. Pendant le temps d'immersion, les ions alcalins du verre qui sont assez près de la surface sont échangés avec ceux du sel fondu. Cette diffusion activée thermiquement se traduit par le renforcement du verre [RENE 08]. L'échange ionique n'est pas utilisé seulement pour le renforcement chimique mais aussi utilisé pour d'autres raisons, par exemple pour la production de guides d'ondes optiques [MANF 03].

L'effet de renforcement est dû au remplacement des ions alcalins, dans les mêmes sites moléculaire, c.-à-d. sans modifier beaucoup la structure du réseau formé par les liaisons silicium-oxygène dans le verre [RENE 08]. La plupart des expériences d'échange ionique ont été effectuées sur les ions de sodium des verres similaires à ceux commerciaux silico-sodo-calcique ou verres flottés. Il a été constaté que les propriétés de transport ionique des verres échangés dépendent fortement des conditions d'échange [MANF 03].

Deux variantes sont possibles :

- 1- On remplace un cation du verre par un cation de rayon ionique plus faible. Par exemple Na^+ ($r=0.98\text{\AA}$) est remplacé superficiellement par Li^+ ($r=0.78\text{\AA}$) à partir d'un bain de sels fondus contenant Li^+ . Cette opération doit être conduite à une température supérieure à T_g pour permettre le fluage, c.-à-d. une relaxation complète des contraintes à la température du traitement. Le verre à base de Li^+ ayant un coefficient de dilatation plus faible que celui contenant du Na^+ , au refroidissement il ya mise en compression des couches superficielles comme pour le procédé Schott [ZARZ 82].
- 2- L'échange d'ions alcalins plus volumineux tels que les ions K^+ ($r=1,33\text{\AA}$) à partir d'un bain KNO_3 fondu avec des ions comparativement plus petits Na^+ ($0,98\text{\AA}$) aux températures au dessous du point de transition vitreuse du verre, il en résulte une forte compression superficielle. Puisque les produits verriers cassent habituellement en raison de la tension excessivement appliquée agissant sur un défaut de surface, donc l'introduction d'une forte compression superficielle renforce le verre [ARUN 10].

Les contraintes de compression induites à la surface sont en relation directe avec la concentration des ions alcalins échangés. Des exemples de profils de concentration mesurée correspondant au profil de contraintes dans un verre borosilicate et d'un verre silico-sodo-calcique sont présenté respectivement sur la figure 1.9 et 1.10.

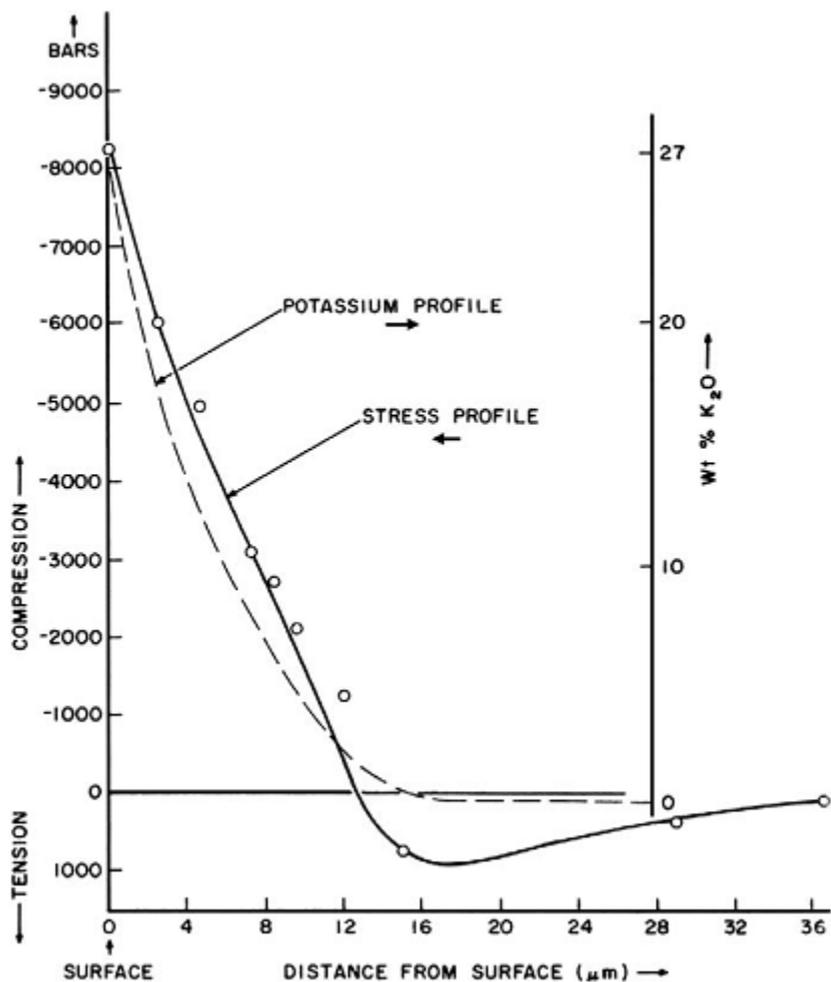


Figure 1.9: Correspondance du profil de concentration et de contrainte en fonction de la profondeur dans un verre borosilicate (10 bars =1MPa) [ARUN 10].

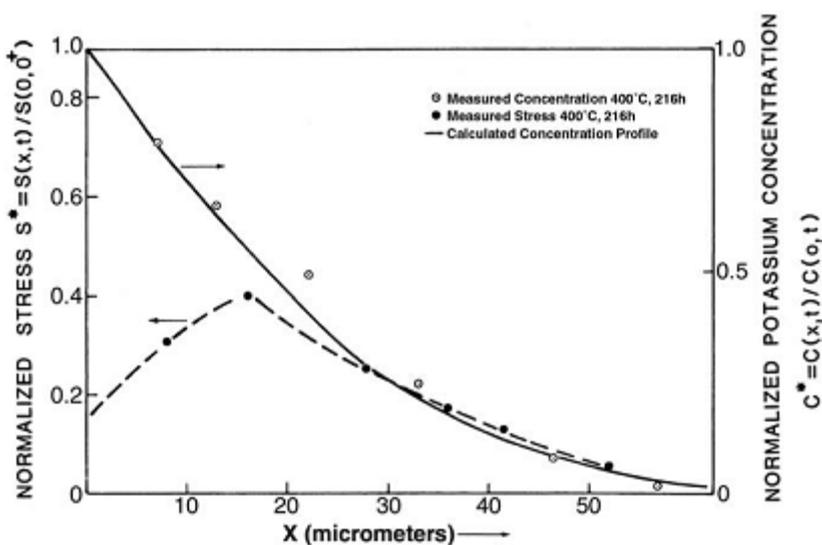


Figure 1.10: Maximum de compression de la sous surface d'un verre silico-sodo-calcique traité par échange ionique [ARUN 10].

Il existe aussi un autre processus qui peut être employés pour augmenter la résistance mécanique: C'est le double échange ionique. Il se révèle le meilleur procédé conduisant à d'importantes contraintes de compression juste au-dessous de la surface du verre, plutôt qu'à la surface (Figure 1.11).

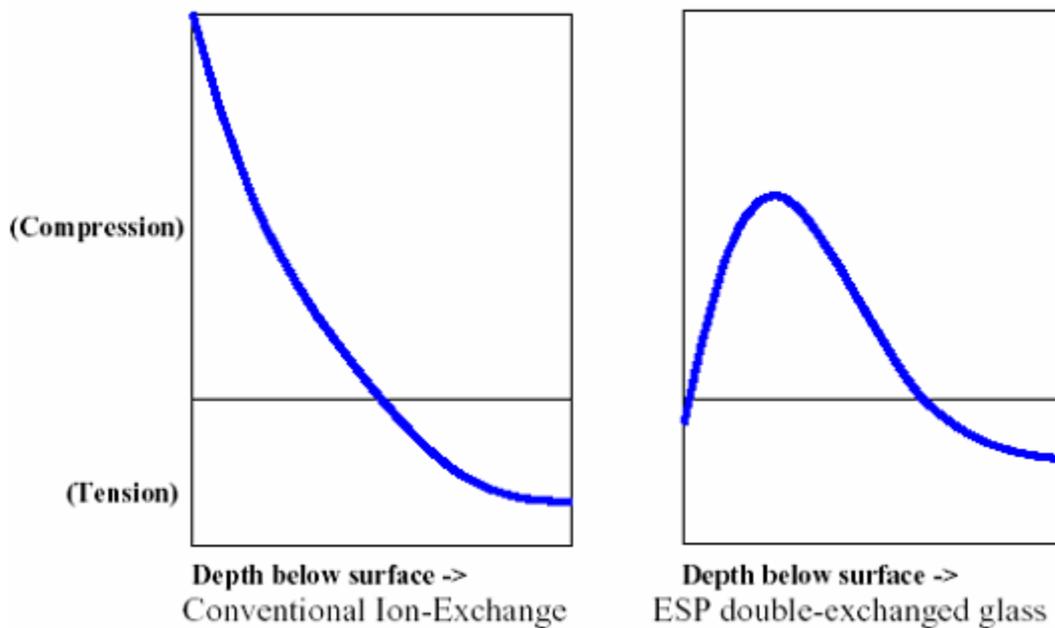


Figure 1.11: Profils de contraintes induites (sur la demi-épaisseur) dans le cas d'un simple et d'un double échange ionique dans du verre [MALO 09].

Dans la première étape de ce procédé, des ions de potassium d'un bain fondu de sel sont échangés par des ions de sodium dans le verre. Dans la deuxième étape, une partie du potassium présent en surface est remplacée par un échange avec des ions de sodium. Le double échange ionique mène à des valeurs de contraintes à la rupture aussi élevées que celles obtenues après la première étape d'échange ionique mais produit remarquablement une multiple fissuration à la surface des échantillons soumis en tension uniquement durant le chargement. L'augmentation de la charge conduit à l'accroissement du nombre de fissure mais pas à leurs profondeurs.

La durée de la première étape d'échange ionique s'est avérée très importante par rapport au degré de renforcement. De même qu'en définissant la région de la stabilité des fissures, plus cette phase est longue, plus la région de stabilité des fissures est large.

La durée de la deuxième étape commande aussi l'étendue de la stabilité des défauts. Le deuxième traitement dans le double échange ionique a été employé pour réduire partiellement la concentration des ions K^+ près de la surface de l'échantillon. Ainsi on réduit la

compression en surface liée au premier échange ionique. Cependant, ce processus mène probablement à des contraintes de tension. S'il n'est pas soigneusement contrôlé, ces contraintes peuvent mener à une fissuration spontanée en surface, bien qu'il a été montré une diminution significative de l'écart type [MALO 09].

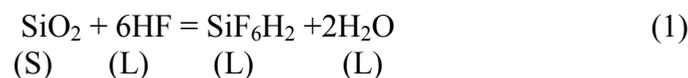
▪ **Avantages et inconvénients de la trempe chimique:**

- Par rapport au traitement thermique, le renforcement chimique par échange ionique est avantageux concernant la contrainte de compression superficielle qui est généralement beaucoup plus élevée que dans le traitement thermique. Il n'y a généralement aucune déformation géométrique mesurable, et cela pour les produits relativement minces et de formes complexes tels que les tubes, bouteilles, [ARUN 10]. Elle s'applique aux verres très minces et difficiles à tremper thermiquement (épaisseur < 3mm). Il faut que les coefficients de diffusion ne soient pas trop faibles. D'autre part, les contraintes ne doivent pas se relaxer sensiblement au cours de l'échange [MAHD 97].
- La bonne qualité optique du verre échangé, elle est conservée la même que celui du verre d'origine. Ce n'est pas le cas pour la trempe thermique, pour laquelle la manipulation d'un verre un peu adoucie est nécessaire [RENE 08].
- Lorsqu'une feuille de verre convenablement trempée est rompue, sa fragmentation se compose de morceaux ayant la forme de petits dés aux arêtes non coupantes, alors que la fracture du verre recuit produit des fragments aux bords très acérés [JAME 05].
- La limite supérieure de la plage de température pour le verre trempé chimiquement peut être tenue est différente de celle du verre trempé thermiquement [RENE 08].
- La nature lente de la diffusion ionique, cependant, exige une immersion dans un bain de sel fondu pendant plusieurs heures et, par conséquent, est couteux. Plusieurs produits en verre renforcé chimiquement sont commercialisés avec succès: les pare-brise d'habitacle d'avions, le verre de photocopieur, les viseurs minces dans des appareils électroniques personnels de communication (les téléphones portables et les lecteurs MP3) [ARUN 10].
- L'inconvénient principal de la trempe chimique est le temps nécessaire pour effectuer l'échange (de quelques heures à quelques dizaines d'heures). Pour le réduire ou accélérer les échanges, on joue sur la composition du verre. Un ajout d'alumine permet d'augmenter sensiblement les coefficients de diffusion au cours des échanges et d'obtenir des profondeurs d'échanges suffisantes pour des durées de traitement raisonnables [STEV 99]. En général, on cherche à obtenir un échange sur une épaisseur comprise entre 10 et 100 μm . On peut ainsi atteindre des contraintes de compression en surface proches de 1000 MPa [MAHD 97].

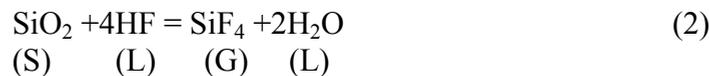
- Après presque cinq décennies depuis la découverte du renforcement chimique, d'autres utilisations sont au stade d'essais: armure transparente, substrats de verre pour l'énergie solaire [ARUN 10].

1.3.3- Décapage par voie chimique:

Le décapage chimique en utilisant l'acide fluorhydrique (HF) est bien connu comme un moyen efficace pour le renforcement de verre [KOLL 09], car ces dommages superficiels peuvent être enlevés [DONA 89]. La réaction entre le verre et l'acide conduit à la formation de l'acide hexafluorosilicique conformément à la réaction chimique suivante [KOLL 09]:



Un autre produit peut résulter lors du décapage par l'acide HF de la silice à une température élevée (~ 60°C) est le gaz tétrafluorosilicate:



Le décapage est possible aussi en utilisant une solution aqueuse diluée d'acide fluorhydrique HF (ou un mélange de HF avec un autre acide, par exemple H₂SO₄ ou HCl). Ces acides permettent la dissolution des composés de fluorure résultants de la réaction entre l'acide HF et le verre). Avec cette méthode, on peut obtenir des objets en verre possèdent des résistances mécaniques très élevées, voir au-dessus de 1000 MPa [DONA 89].

1.3.4- Polissage au feu:

Similairement à la précédente méthode, la technique du polissage à l'aide d'une flamme est une méthode standard pour améliorer les propriétés mécaniques des articles en verre [DONA 89]. Cette méthode consiste à chauffer la surface du verre par un apport de chaleur intense au dessus du point de ramollissement. La tension de surface cause le lissage des ondulations de la surface et la réduction successive des défauts superficiels. Cet échauffement alimente le verre avec l'énergie d'activation nécessaire pour l'assemblage des liaisons atomiques rompues dans les deux surfaces du défaut. En plus, les oxydes alcalins, moins liés à la structure, seront volatilisés de la surface du verre durant l'échauffement. Cela permet d'obtenir une concentration en SiO₂ plus grande dans la couche superficielle et par conséquent une amélioration de la résistance chimique et de la résistance au ravage. De plus.

la dilatation thermique de la couche superficielle sera légèrement affaiblit ce qui mène après refroidissement à la génération d'une contrainte compressive modérée. Cette opération peut prendre une durée allant de quelques dixièmes à quelques dizaines de secondes et peut augmenter la résistance du verre jusqu'à 200 MPa [DONA 89, KOLL 99].

1.3.5- Revêtements :

Comme on l'a cité précédemment, le renforcement du verre peut être obtenu par de nombreuses méthodes, telles que la trempe thermique et l'échange ionique. Ces deux approches renforcent le verre en créant une contrainte de compression sur la surface du verre. Seulement, le processus de trempe thermique tend à créer des distorsions de la surface du verre, et l'échange ionique est très lent. En outre, le fait que les deux processus exigent des températures élevées conduit à des coûts d'énergie importantes. Par la suite, à cause des coûts énergétiques de plus en plus élevés, l'application d'un revêtement de la surface du verre est devenue économiquement plus intéressante. La majorité des procédés de revêtement sont plus faciles à mettre en œuvre [MEI 08].

Il a été remarqué que les revêtements du verre avec un film en polymères époxy, peut augmenter la résistance à la rupture du verre silico sodo calcique. L'effet de renforcement est dû au remplissage des défauts de surface par les revêtements et la bonne cohésion entre la couche organique et le verre. D'autre part, des verres à vitre revêtus avec des couches organico-inorganiques présente une augmentation de leur résistance mécanique. Un revêtement d'une épaisseur d'environ 2,25 μm conduit à une augmentation de la résistance à la flexion de l'ordre de 90% [SHI 08].

Les techniques de dépôt des couches minces ainsi que leur étude ont connu ces dernières années un grand développement et sont devenues une véritable discipline de recherche scientifique dans tout les domaines (mécanique, optique, électronique,). L'organigramme de la Figure 1.12 présente les différents modes de dépôt les plus utilisés.

L'état et la propreté du substrat est essentiel à la qualité du revêtement. Étant donné que les forces qui maintiennent le film sur le substrat sont tous à courte portée, même quelques couches moléculaires de contaminants auront comme conséquence un film avec une adhérence réduite. Étant donné que les couches ne sont que quelques dixièmes de microns d'épaisseur, ils reproduisent fidèlement toutes les irrégularités dans la surface et on ne peut pas s'attendre à lisser les imperfections dues à la fabrication [JOHN 93].

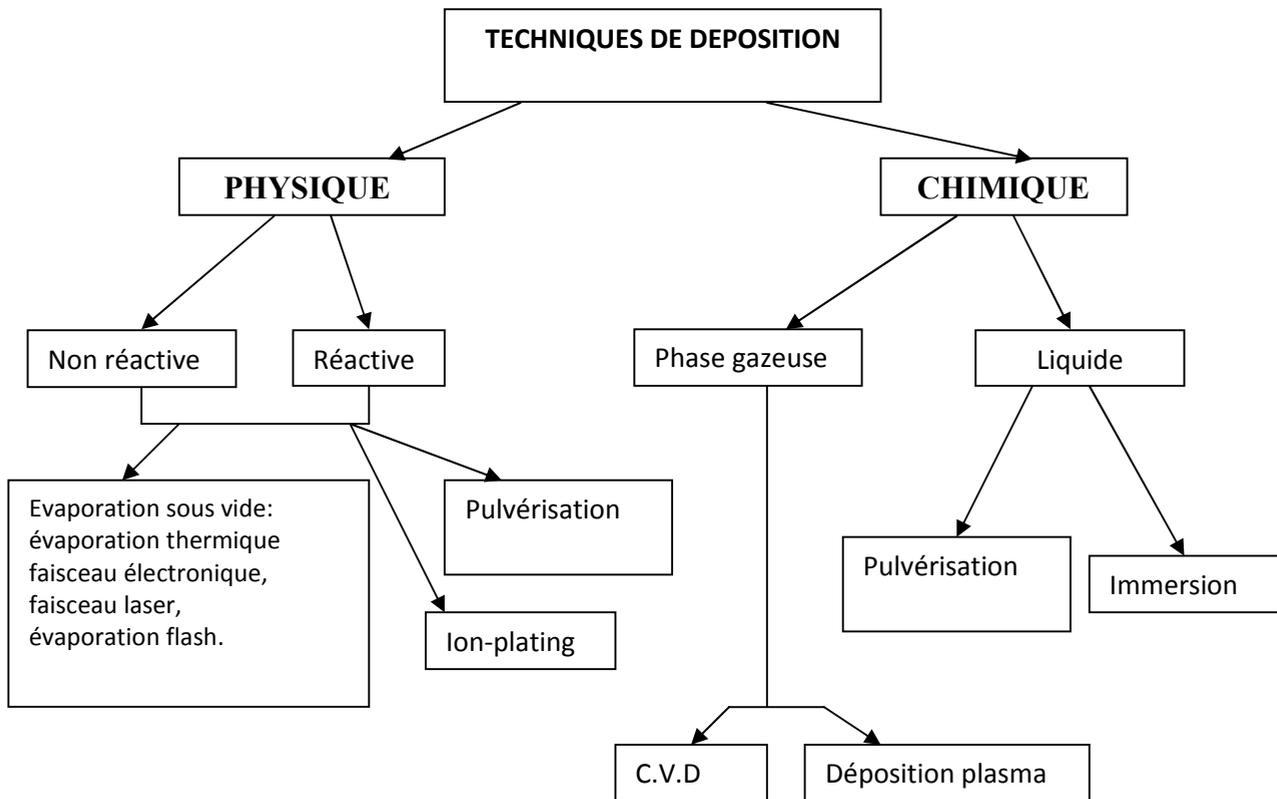


Figure 1.12: Représentation des principaux procédés de revêtements [BOUZ 02].

1.3.6- AUTRES PROCEDES DE RENFORCEMENT

a-Verre durci :

Il s'agit d'un verre qui a subi un traitement thermique semblable à la trempe thermique mais pour lequel le niveau de contraintes obtenu est inférieur à celui du verre trempé, car le refroidissement a été réalisé de manière plus lente [DAIR 07].

b- Verre Feuilleté:

L'incorporation d'une feuille de polymère (butyrale de polyvinyle) entre deux feuilles de verre est couramment pratiquée, ceci date de 1909 [JAME 05, HAUS 05]. Après un traitement de dégazage on obtient un vitrage « feuilleté » transparent, il était conçu plus pour diminuer le danger de la fragmentation, lors de la rupture des vitrages, que pour renforcer le verre. La fonction du film de polymère, dans le cas des pare-brises, n'est pas seulement la

rétenion des éclats de verre en cas d'accident mais aussi, surtout avant la généralisation de la ceinture de sécurité, le maintien de l'automobiliste à l'intérieur de l'habitacle [HAUS 05].

c-Verre armé :

Il s'agit d'un verre dans lequel ont été incorporés, au moment de la fabrication, des fils métalliques destinés à retenir les morceaux de verre en cas de rupture mais ne participent pas à la résistance mécanique. La résistance du verre armé est inférieure à celle du verre non armé, car le treillis affaiblit la résistance intrinsèque du verre [DAIR 07].

d- Verre spécial pour la trempe chimique :

La trempe chimique, déjà décrit au paravent, peut être réalisée sur un verre sodocalcique normal. Elle est toutefois bien plus efficace lorsqu'on emploie un verre spécial. L'augmentation du taux d'alumine Al_2O_3 dans la composition du verre, a deux effets très positifs. Par l'élimination d'oxygènes non pontant, cet oxyde augmente la mobilité des cations et accélère ainsi l'échange d'ions. Cette même élimination augmente aussi la rigidité du verre et ralentit la relaxation de la contrainte. L'inconvénient de la présence d'alumine Al_2O_3 est l'augmentation de la viscosité à haute température qui rend plus difficile l'élaboration du verre. Dans une composition spéciale on peut aussi (paradoxalement) trouver intéressant un remplacement partiel du sodium par du potassium. La raison n'est pas évidente mais pourrait se trouver dans l'effet d'alcalin mixte. Nous avons vu que la mobilité de K^+ dans un verre purement sodique est très faible mais qu'elle augmente de façon quasi exponentielle avec la teneur en K_2O . Ainsi, même si la contrainte maximale théorique diminue, l'échange est plus rapide et la relaxation moins importante. D'après [HAUS 05], depuis une trentaine d'années il a cherché des compromis intéressants avec plusieurs formulations dont voici un exemple : 61,4% SiO_2 , 16,8% Al_2O_3 , 12,7% Na_2O , 3,6% K_2O , 3,7% MgO , 0,2% CaO , 0,8% TiO_2 (Corning code 0317) [HAUS 05].

CHAPITRE 2 :

INDENTATION DU VERRE

2.1- INDENTATION

2.1.1- Le principe:

Le principe de l'essai d'indentation consiste à appliquer une charge sur un indenteur de forme connue (bille, cône ou pyramide) à la surface du matériau à tester (Figure 2.1). Sous l'action de la charge d'indentation, l'indenteur s'enfonce dans le matériau en produisant des déformations élastique et plastique dans la zone de contact. A la suppression du chargement, une empreinte résiduelle persiste. Plus la charge appliquée est élevée, plus la taille de l'empreinte résiduelle est grande. La dureté est calculée par le rapport entre la charge appliquée (P) et une surface représentative de l'empreinte (A). La relation générale s'écrit:

$$H = \frac{P}{A} \quad (2.1)$$

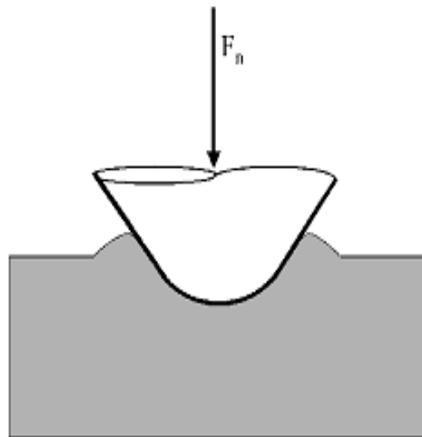


Figure 2.1: Schéma de l'essai d'indentation [DEMI 04].

Selon la nature de l'essai, l'aire considérée dans la relation (2.1) est soit l'aire réelle de contact, soit l'aire projetée de l'empreinte [PERT 03].

Un essai à charge imposée, illustré sur la figure 2.2, se décompose en trois phases :

- **Chargement:** Une fois le contact établi, la charge imposée est progressivement augmentée, l'indenteur s'enfonce jusqu'à atteindre un seuil correspondant à l'effort maximal ou un déplacement maximal imposés.
- **Maintien:** La charge maximale est maintenue pendant la durée voulue (15 à 30s).
- **Déchargement:** La charge est progressivement diminuée jusqu'à l'annulation de celle-ci, c'est-à-dire la fin du contact entre l'indenteur et l'échantillon [BERN 06].

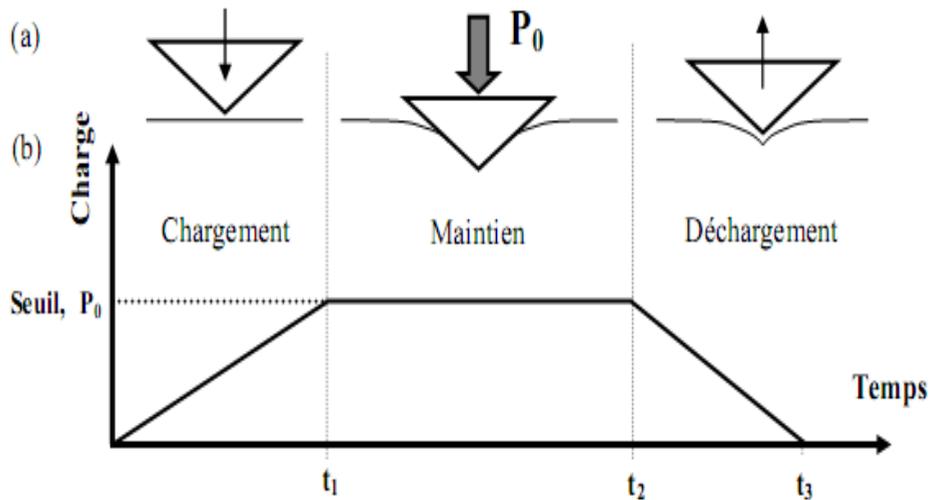


Figure 2.2: Description d'un essai d'indentation piloté en effort (vitesse de chargement et déchargement constantes), (a) Mouvement de l'indenteur et interaction avec la matière, (b) Charge en fonction du temps [BERN 06].

Suivant le type d'essai, le chargement et le déchargement peuvent être contrôlés en effort ou en déplacement, de même pour le seuil imposé en fin de chargement et lors du maintien peut être un effort ou un déplacement [BERN 06].

Si le chargement est relevé en fonction de la pénétration, on se trouve alors dans le cas d'un essai d'indentation instrumenté (Figure 2.3).

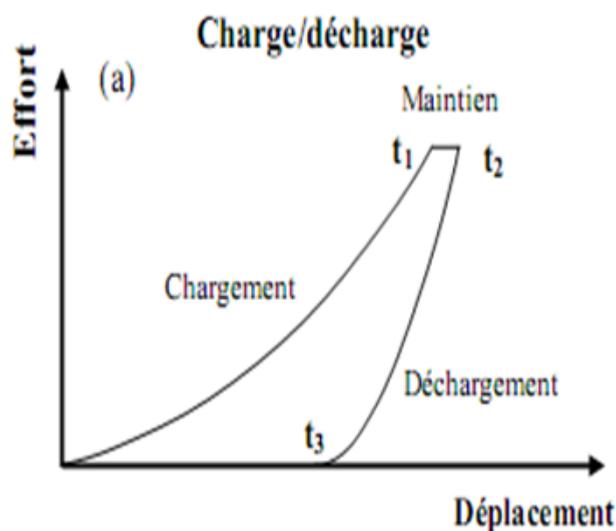


Figure 2.3: Courbe effort-déplacement d'un essai d'indentation instrumentée de charge/décharge [BERN 06].

Deux types de méthode d'indentation existent, la méthode statique et la méthode dynamique (Figure 2.4). La méthode statique comporte un cycle de charge/décharge. Cette mesure permet de déterminer la raideur de contact S , l'aire de contact, la dureté et le module élastique, etc..... Cette méthode ne s'applique pas au matériau viscoélastique, viscoplastique ou viscoelastoplastique.

Le principe de la méthode dynamique repose sur la superposition d'un chargement et d'un mouvement oscillant à fréquence fixe et de faible amplitude. Cette méthode dynamique permet de s'affranchir du fluage et de mesurer les modules élastiques et de pertes. Elle peut être utilisée pour tous les matériaux [DEMI 04].

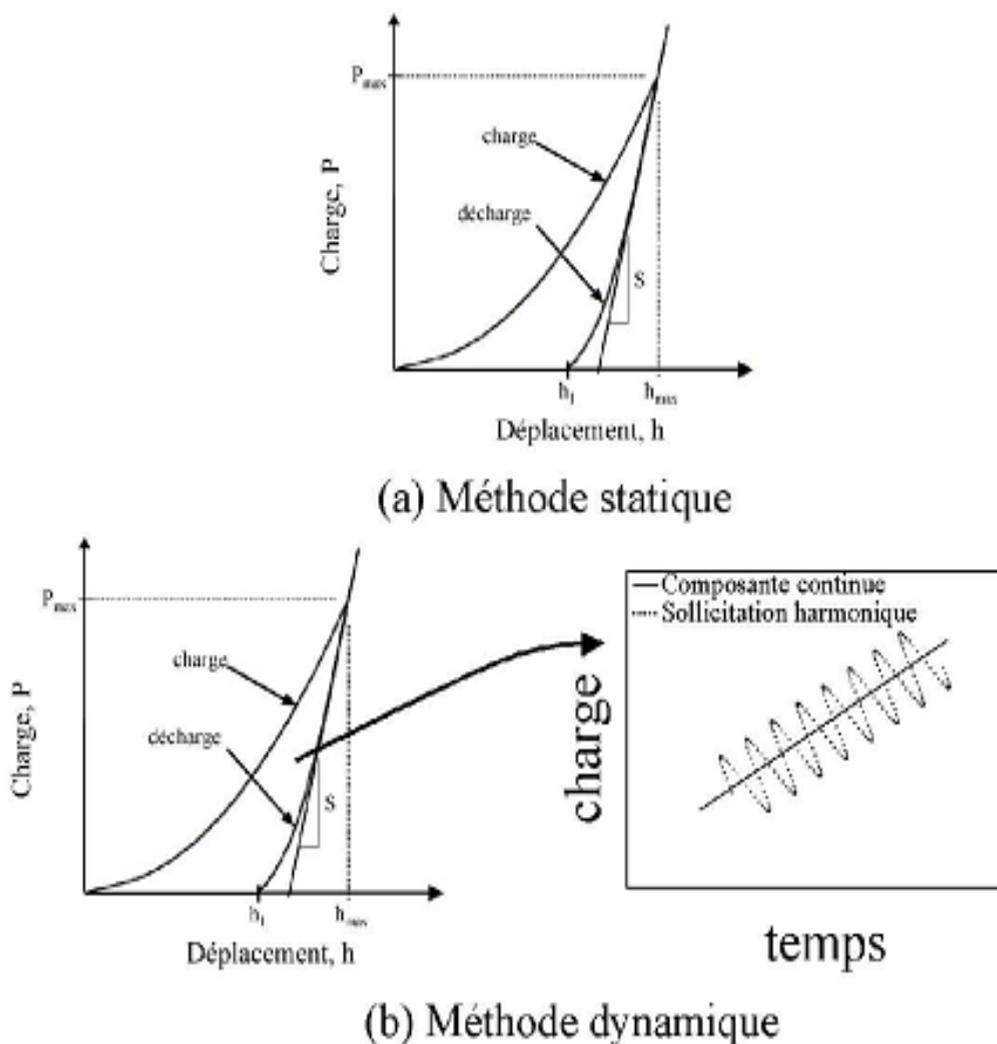


Figure 2.4 : Courbe d'indentation obtenue lors d'essais statique (a) et dynamique (b) [DEMI 04].

2.1.2- Les indenteurs:

Les techniques d'indentation font appel à l'utilisation de différents types d'indenteurs de grande dureté pour produire, par contact, des systèmes de fissuration spécifiques sur des matériaux fragiles [MADJ 04], ce point sera détaillé plus loin.

2.1.2.1- Indenteur bille (Essai hertzien):

Dans le cas de l'indentation Hertzienne (Figure 2.5), le chargement d'une sphère (une bille de rayon R) contre la surface d'un matériau fragile engendre une fissure circulaire en surface autour de l'indenteur. Cette fissure évolue sous forme conique en profondeur [PERR 05]. Le champ de contraintes de contact pour l'indentation hertzienne est purement élastique et complexe [BISR 00].

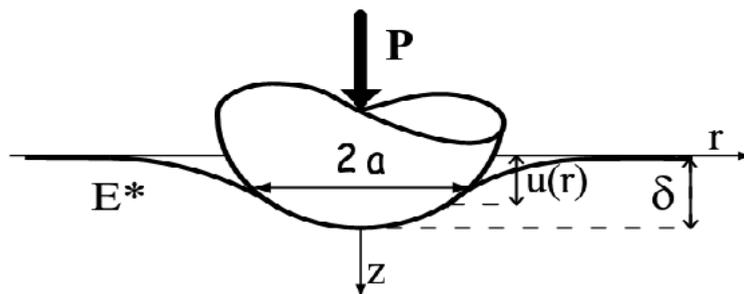


Figure 2.5: Schéma du contact sphère rigide/plan ou contact de Hertz [PERR 05].

Les raisons pour lesquelles le test d'indentation hertzienne n'a pas été aussi utilisé que ceux qui utilisent des pénétrateurs pointus (comme l'indentation Vickers) peut être due à:

- La variabilité des résultats obtenus par cette technique.
- Le gradient de contraintes important qui a rendu difficile l'obtention de facteurs d'intensité de contraintes précis, pour des fissures causées par le chargement hertzien.
- Les résultats de l'analyse est très sensible à la valeur du coefficient de Poisson du matériau [BISR 00].

Il y a, cependant, un avantage significatif de l'indentation hertzienne par rapport aux pénétrateurs pointus, la déformation du matériau est entièrement élastique jusqu'à ce que la rupture se produit. Cela permet d'éviter les complications résultant de la contrainte résiduelle d'indentation, légèrement mal définie, toujours liée au pénétrateurs pointus. Les propriétés des matériaux qui peuvent être déterminés par cet essai sont : la ténacité du matériau près de la surface, les densités et les tailles des fissures extérieures, les contraintes résiduelles superficielles [BISR 00].

2.1.2.2- Indenteur Knoop :

L'indenteur knoop est une pyramide en diamant à base losange. Le plus petit angle entre les deux arêtes opposées à 130° et le plus grand angle entre les deux arêtes opposées est de $172^\circ 30'$ (Figure 2.6).

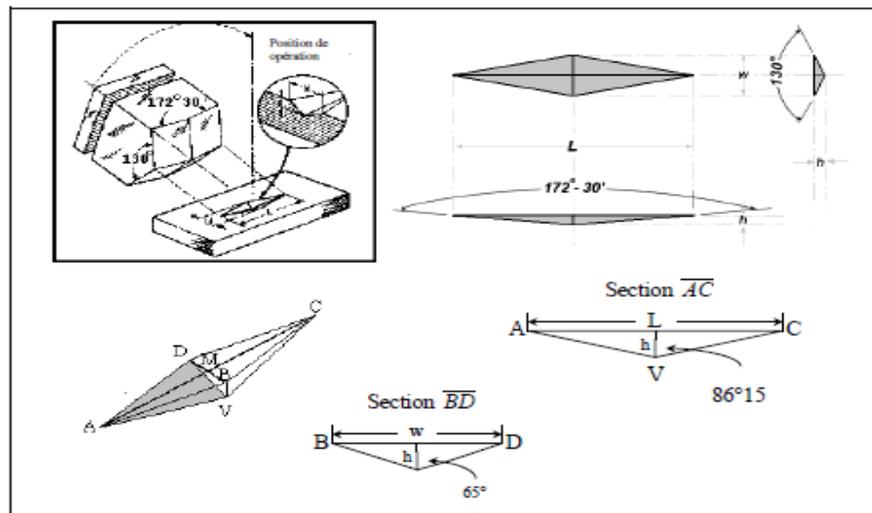


Figure 2.6 : Schéma de l'indenteur Knoop [PERT 03].

L'empreinte laissée après la pénétration est de forme losange allongée. Le nombre de dureté est calculé par le rapport de la charge à la surface projetée du contact [PERT 03].

2.1.2.3- Indenteur Berkovitch:

L'indenteur Berkovitch est une pyramide en diamant à base triangulaire. A titre d'exemple, la figure 2.7 montre une empreinte Berkovitch et des déformations rémanentes après l'essai. L'angle mesuré entre une arête et la face opposée est de $63,3^\circ$ [PERT 03].

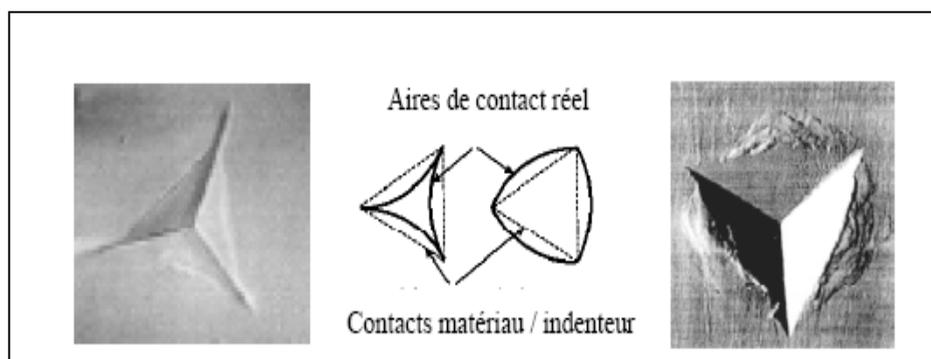


Figure 2.7: Empreintes Berkovitch pyramidales à base triangulaire [PERT 03].

2.1.2.4- Indenteur Vickers:

Dans l'essai Vickers, le pénétrateur est une pyramide en diamant à base carrée. L'angle entre les deux faces triangulaires opposées est de 136° et entre les deux arêtes opposées de 148° (Figure 2.8).

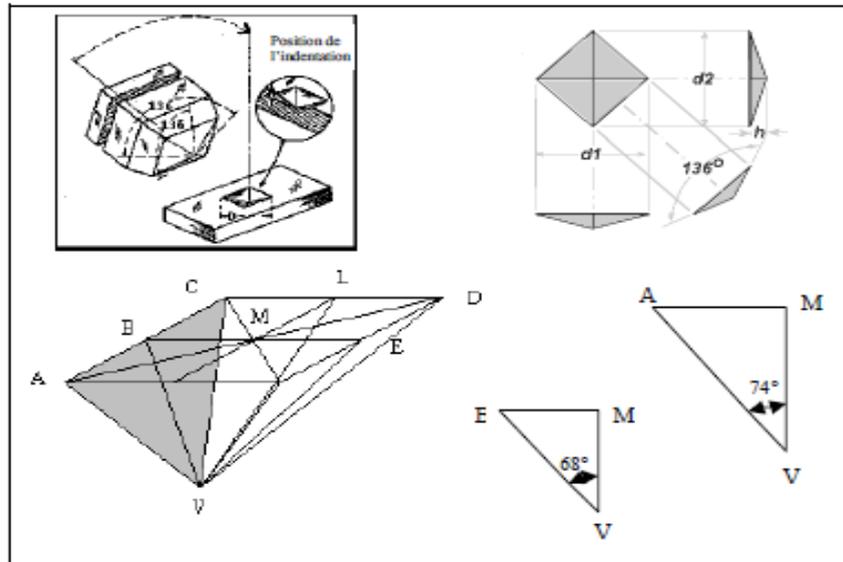


Figure 2.8: Schéma de l'indenteur Vickers [PERT 03].

Après la pénétration de l'indenteur à la surface d'un matériau, l'empreinte résiduelle est de forme carrée. Le tableau 2.1 regroupe les définitions et les principaux essais [PERT 03].

Type d'indenteur	Vickers	Brinell	Knoop	Berkovitch	Rockwell C
Matériau	Diamant	Tungstène	Diamant	Diamant	Diamant
Géométrie de l'indenteur	Pyramide à base carrée d'angle entre faces de 136°	Bille de diamètre D	Pyramide à base losange d'angle 172,30 et 130	Pyramide à base triangulaire d'angle entre faces 63,3	Cône d'angle 120°
Paramètre géométrique mesuré	d : diagonale de l'empreinte	d : diagonale de l'empreinte	L : longueur de la plus grande diagonale de l'empreinte	d : profondeur de l'empreinte	e : déplacement du cône lors de l'indentation
Nombre de dureté	$HV = \frac{1854,5 \cdot P}{d^2}$	$HB = \frac{2P}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})}$	$HK = \frac{14,228 \cdot P}{L^2}$	$H = \frac{P}{(4,95 \cdot d)^2}$	$HRC = 100 - e$
Unités	P en gf, d en µm, HV en Kgf/mm²	P en Kgf, d et D en mm, HB en Kgf/mm²	L en mm, P en Kgf, HK en Kgf/mm²	P en mN, d en nm, H en GPa.	e = 0,002mm
Echelle de charge	Microdureté macrodureté	Macro dureté	Microdureté macrodureté	Nanodureté	Macro dureté

Tableau 2.1 : Principes et nombres de dureté des principaux essais de dureté par indentation [PERT 03].

Il ressort de ce qui précède que les valeurs de dureté données dans la littérature correspondent à une mesure faite suivant une méthodologie très précise. Un des paramètres les plus importants de ce type de contrôle est la charge appliquée. Ces charges appliquées à l'indenteur sont très variables suivant le type d'indentation et définissent différents domaines de mesure :

- Macroducté : On parle de macroducté pour des essais effectués avec des charges supérieures à 1N.
- Microducté : comprenant des essais effectués avec des charges allant de 0,1N jusqu'aux charges de mN.
- Nano-microducté: technique permettant l'application de très faibles charges de l'ordre de 1nN [BOUD 96-2].

2.2- DEFORMATIONS AU VOISINAGE D'UNE EMPREINTE:

Lorsque l'indenteur est en contact avec le matériau, celui-ci épouse la forme de l'indenteur. Lors du retrait du pénétrateur, on constate souvent une déformation de l'empreinte due au retour élastique du matériau. Cette déformation peut prendre deux formes, une déflexion des faces de l'empreinte résiduelle (Figure 2.9: a) ou l'émergence d'un bourrelet de déformation dans le plan de l'essai d'indentation (Figure 2.9: b).

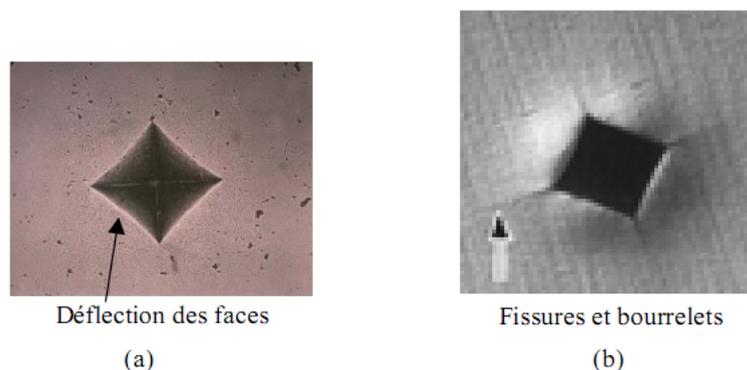


Figure 2.9: Exemples de déformation d'une empreinte d'indentation Vickers [PERT 03].

2.3- COMPORTEMENT DES VERRES A L'INDENTATION:

D'un point de vue macroscopique ou sous de hautes contraintes localisées, il est couramment admis que les verres présentent une déformation permanente sans rupture complète de l'échantillon étudié, qui peut être dissociée:

- a) En une déformation permanente (abusivement nommée déformation plastique en référence à la déformation permanente relative à la plasticité des métaux) qui intervient par densification et/ou par glissements locaux.
- b) En une déformation par rupture (amorces et propagation de fissures) [HOUE 05].

2.3.1- Zone plastique :

2.3.1.1- Déformation par densification / déformation par cisaillement:

Du fait de la structure ouverte du verre (cas d'un taux peu élevé d'ions modificateurs), la pression d'une indentation induit une compaction du réseau, augmentant ainsi sa densité (ce phénomène a d'abord été reporté sur la compaction des verres massifs soumis à une pression quasi-hydrostatique). Donc, ce procédé, dit de densification, est une déformation non conservative en volume et est attribuée à la possibilité qu'ont les atomes de bouger du fait de la relative souplesse des liaisons Si-O-Si. Les ions modificateurs restreignent ces mouvements.

La déformation sous une indentation est également connue pour intervenir de manière irréversible par déformation "plastique" ou glissements locaux. Ainsi, le phénomène de pile-up (apparition de bourrelets sur les bords de l'indentation) est sensé apparaître dans le cas d'une déformation principalement gouvernée par déformation plastique puisque cette dernière s'exécute idéalement à volume constant [HOUE 05].

La capacité d'un verre d'oxydes à se déformer par densification, au moins partiellement, peut être observée lors de la fissuration de ces matériaux par indentation Vickers. Ainsi, un verre de silice développera une fissuration "en cône de Hertz", en sus des fissures médianes (et quelquefois latérales) et ce comportement sera qualifié d'"anormal". L'ajout d'ions modificateurs va voir ces cônes s'atténuer, voire disparaître (ex : Na_2O et CaO pour un verre silico-sodo-calcique) pour ne montrer que des fissures médianes et latérales. La figure 2.10 illustre de telles différences à la surface et sous la surface de verres de silice et silico-sodo-calciques. Pour le premier, la zone sous l'indenteur est constituée de microfissures de cisaillement alors que, pour le second, elle n'est pas fissurée et change d'indice optique (zone de densification). De plus, seul le verre de silice présente des cônes de Hertz [VINC 08].

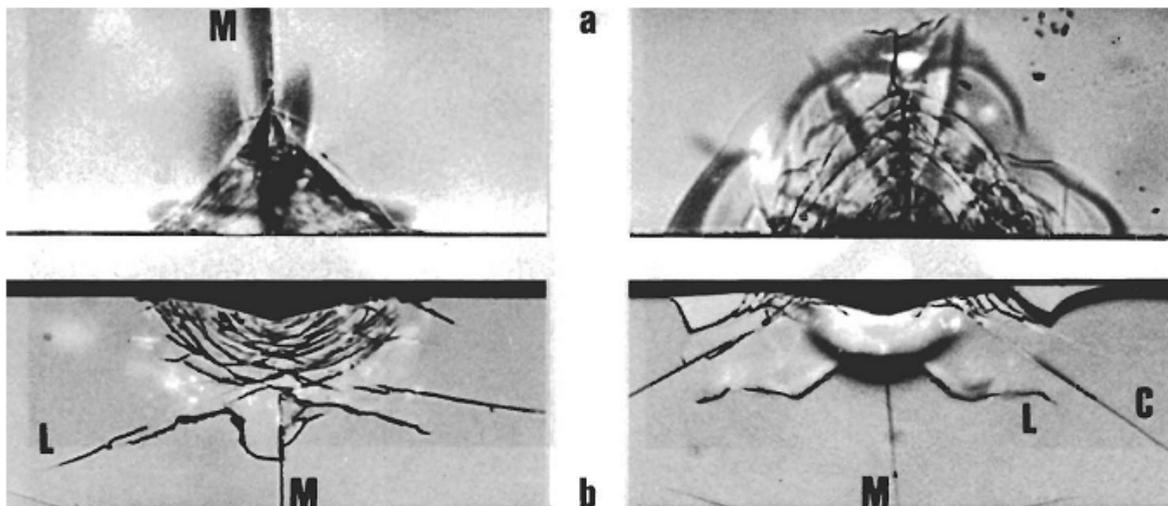


Figure 2.10: Micrographies optiques d'indentations Vickers (30 N) sur verres silico-sodocalcique (gauche) et de silice (droite) : (a) surface libre, (b) vue de profil. Les fissures sont désignées par M (médiane), L (latérale) et C (cône de Hertz) [VINC 08].

2.3.1.2-Comportement normal/anormal des verres :

Les verres dits normaux sont caractérisés par l'absence ou la contribution mineure de la déformation par densification sous la zone de contact. Des essais d'indentation ont montré dans ce cas l'existence d'une déformation irréversible par réarrangement "plastique". À l'inverse, le comportement à l'indentation et au rayage des verres dits anormaux est gouverné de manière prépondérante par le procédé de densification qui témoigne de la capacité des verres à haute teneur en silice à densifier sous un contact mécaniquement sévère. Ainsi, les verres peuvent se déformer par glissements locaux et/ou par densification selon leur composition chimique [HOUE 05].

2.3.2-La fissuration des verres :

Les différents types de fissures qui ont lieu lors d'une indentation sont représentés sur la figure 2.11 montrent la différence fondamentale entre les verres normaux et anormaux d'un point de vue de la fissuration: Les fissures radiales (parfois), médianes et latérales apparaissent dans les verres normaux alors que les fissures cônes, médianes/radiales (restreintes par les fissures cônes) et latérales apparaissent dans les verres anormaux.

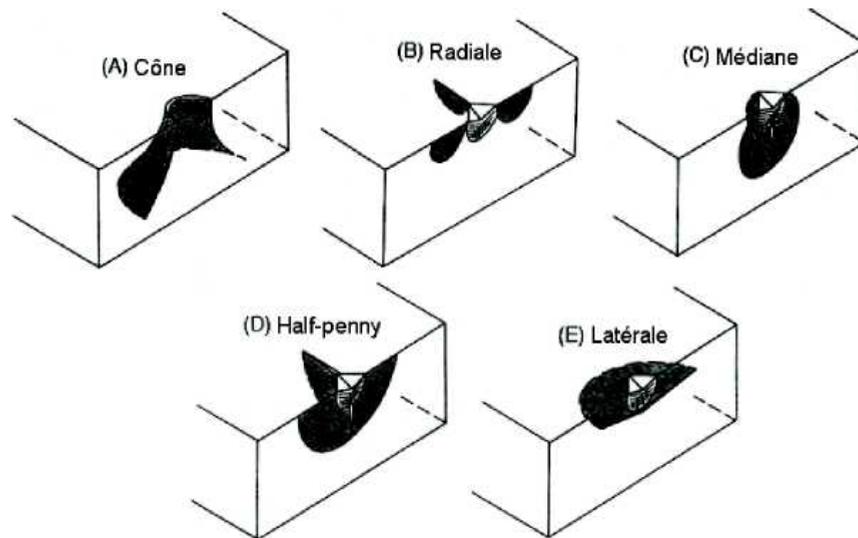


Figure 2.11: Coupes isométriques des morphologies idéalisées des fissures observées pendant une indentation [HOUE 05].

- (A) : fissure cône et la fissure circulaire d'amorçage associée.
- (B) : fissure radiale avec l'empreinte de contact et la zone de déformation plastique associées (indenteur Vickers).
- (C) : fissure médiane (indenteur Vickers).
- (D) : fissure radiale-médiane (indenteur Vickers).
- (E) : fissure latérale (indenteur Vickers).

2.4- MESURE DES CONTRAINTES RESIDUELLES:

2.4.1-Introduction :

Les contraintes résiduelles sont souvent présentes dans les matériaux fragiles, soit lors de la fabrication ou par la suite dues à des traitements. Tout processus de fabrication ou de façonnage d'un verre se traduit par des gradients de température très grands causant ainsi des contraintes résiduelles.

Dans certains cas, des contraintes résiduelles de compression sont introduites intentionnellement pour améliorer les performances mécaniques afin d'empêcher la propagation des fissures superficielles. Indépendamment de la source des contraintes résiduelles, celles-ci jouent un rôle important dans la fonctionnalité d'un composant. Une variété de techniques a été utilisée pour déterminer l'importance des contraintes résiduelles, et chaque méthode a des limites. Par exemple, les rayons X ou les techniques de diffraction des neutrons peut être efficacement appliquée que pour les matériaux cristallins. Des méthodes

basées sur la biréfringence ou la photoélasticité sont limitées à des matériaux transparents, et des applications électriques de mesure de contraintes sont limitées dans leur capacité de distinguer les contraintes résiduelles de la contrainte totale [CHUC 09].

2.4.2- Définition des contraintes résiduelles:

Les contraintes résiduelles sont habituellement définies comme celles existants dans une pièce au repos, en l'absence de charges appliquées. En pratique, ce sont celles subsistant après la suppression du chargement introduit. Dans chaque section de la pièce, il y a une répartition de ces contraintes qui résulte de l'état d'équilibre entre la source des contraintes résiduelles et le reste de la section, de sorte que, pour une pièce sous chargement, on peut distinguer dans le champ effectif de contraintes en tout point, une part de contraintes appliquées qui sont liées au chargement extérieur, et d'autre part, des contraintes propres, se manifestant par la présence de contraintes résiduelles après la suppression du chargement (Figure 2.12) [KALK 07].

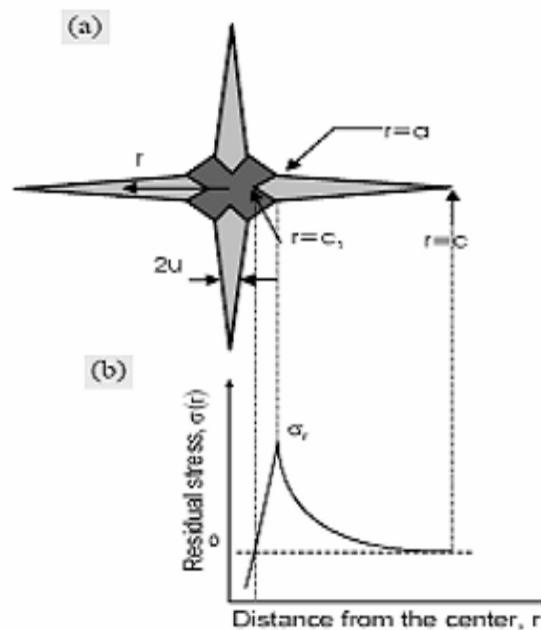


Figure 2. 12: La distribution des contraintes résiduelles σ_r le long d'une fissure [KALK 07].

2.4.3- Champs de contraintes induites par l'indentation Vickers:

Pour un indenteur pointu, tel que l'indenteur Vickers, en plus d'un champ de contrainte élastique induit pendant le chargement, il y a un champ de contraintes résiduelles autour de l'indentation après que la charge ait été enlevée. Ceci provient de la déformation plastique présentée par le pénétrateur pointu. Ces contraintes résiduelles jouent un rôle

important dans la détermination de la ténacité des matériaux céramiques, et la détermination des propriétés de propagation des fissures [KAIY 94].

2.4.4- Méthodes de mesure des contraintes résiduelles :

2.4.4.1-Mesure des contraintes résiduelles par indentation:

Les méthodes d'indentation ont été proposées depuis les années 1930 comme moyen de mesure des contraintes résiduelles en surface. La compression efficace ou contraintes résiduelles de traction peut être estimée en comparant l'effort de rupture des échantillons soumis à une contrainte à celui dans des échantillons non contraints [CHUC 09].

Une méthode d'indentation a été proposée afin de mesurer les contraintes résiduelles dans une fissure d'indentation Vickers. Afin de déterminer les contraintes résiduelles dans une structure, d'abord, une fissure doit être réalisée dans un matériau non contraint, et le facteur d'intensité de contrainte par indentation peut être obtenu de l'équation :

$$K_c = \alpha \left[\frac{E}{H} \right]^{1/2} \left[\frac{P}{(C_0)^{3/2}} \right] \quad (2.2)$$

Où : K_C facteur de ténacité, P : Charge d'indentation, C_0 : Longueur de fissure pour une charge P , E/H : Le rapport du module élastique et la dureté, α : est une constante sans dimension.

Sous l'influence des contraintes résiduelles, la fissure se développe sur une nouvelle longueur d'équilibre (C) à la charge d'indentation (P) comme dans le cas sans contrainte. A l'équilibre, la fissure connaîtra une intensité de contrainte composée donnée par l'équation:

$$K_c = \alpha \left[\frac{E}{H} \right]^{1/2} \left[\frac{P}{C^{3/2}} \right] \pm \varphi \sigma_a C^{1/2} \quad (2.3)$$

Combinant les équations (2.2) et (2.3), la contrainte résiduelle σ_R peut être calculée en utilisant l'équation (2.4):

$$\sigma_R = K_c \left[\frac{1 - (C_0/C)^{3/2}}{\varphi C^{1/2}} \right] \quad (2.4)$$

Avec φ est un facteur de géométrie de la fissuration. Pour un profil de fissuration radiale-médian, les fissures à la surface sont supposées être de forme semi-circulaires ($\varphi = 1,24$). La

longueur de la fissure dans le matériau non contraint est C_0 alors que C est la longueur de la fissure sous l'influence des contraintes résiduelles [CHUC 09].

2.4.4.2-Mesure des contraintes résiduelles d'indentation Vickers:

Quand une indentation Vickers est réalisée avec une charge modérée sur la surface du verre, une empreinte permanente est formée par les fissures orientées radialement, initiées à partir des coins de l'empreinte. En outre, un champ de contraintes résiduelles est créé autour de l'empreinte d'indentation. Si une deuxième indentation est placée à proximité de la première indentation (Figure 2.13), les fissures modèles et la longueur des fissures de la seconde indentation seront affectés par le champ de contraintes résiduelles de la première empreinte. La longueur des fissures de la deuxième indentation dépendra de la position de la deuxième empreinte relativement à la première indentation [KAIY 94, KAIY 95, KAIY 98].

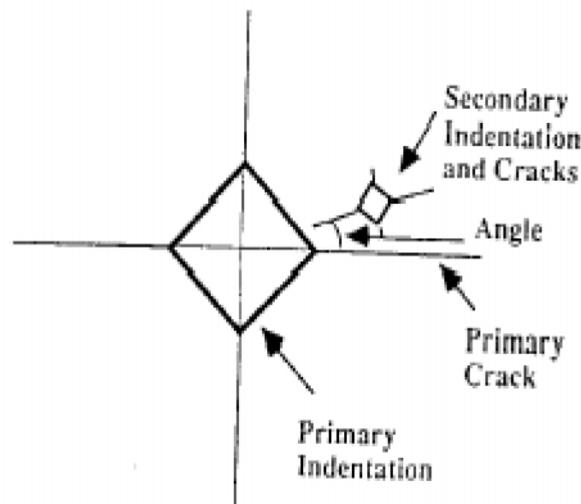


Figure 2.13: Schéma de principe de mesure des contraintes résiduelles par indentation. Les indentations secondaires sont placées à différentes positions dans le demi-quadrant limité par les deux fissures radiales primaires [KAIY 94, KAIY 95].

Dans le but de calculer les contraintes résiduelles autour de la première empreinte, premièrement on considère que la deuxième indentation est effectuée sur un matériau non contraint. Dans ce cas, on peut admettre que:

$$K_c = \chi_r P / C_0^{\frac{3}{2}} \quad (2.5)$$

Avec : K_c est le facteur d'intensité de contrainte au front de la fissure d'indentation, P est la charge d'indentation, C_0 la longueur de la fissure à cette charge et χ_r est une constante sans dimension qui est liée au rapport du module d'élasticité à la dureté (E/H).

Dans le cas où la deuxième indentation sera effectuée dans un milieu contraint au voisinage d'une première empreinte, la longueur de la fissure de cette deuxième indentation prend la valeur C_1 au lieu de C_0 ($C_0 < C_1$) à cause de l'effet de la contrainte résiduelle extensive σ_r de la première indentation, ou prend la valeur C_2 ($C_0 > C_2$) à cause de l'effet de la contrainte résiduelle compressive σ_c de la première indentation. Encore, si le facteur d'intensité de contrainte au niveau du front de la fissure est supposé toujours égal à K_c (figure 2.14), donc l'équation précédente (2.5) devient alors:

$$K_c = \chi_r P / C_1^2 + \sigma_r \Phi_1^{1/2} \quad (2.6.a) \text{ (Pour la contrainte extensive)}$$

$$K_c = \chi_r P / C_2^2 - \sigma_c \Phi_2^{1/2} \quad (2.6.b) \text{ (Pour la contrainte compressive)}$$

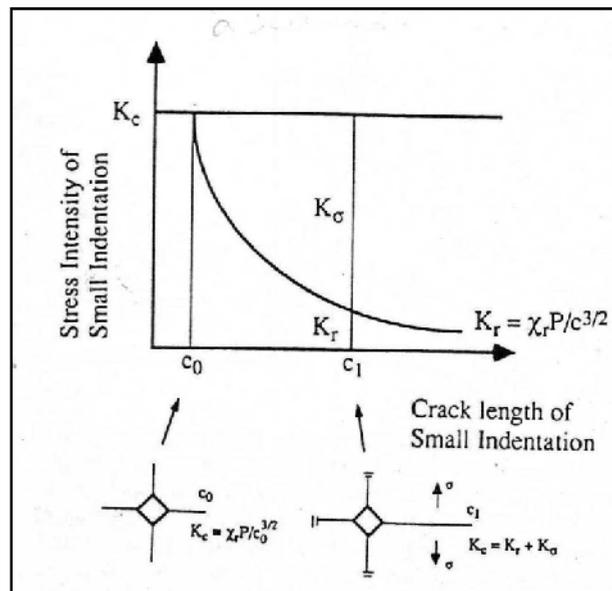


Figure 2.14 : Schéma montre la base de l'analyse. Le facteur d'intensité de contrainte au front de la fissure est toujours K_c [KAIY 94].

Où: Φ est une autre constante liée à la géométrie de la fissure et les conditions de chargement. Par simplification: $\Phi = \sqrt{\pi}$. En substituant la valeur de χ_r de la relation (2.6) et après réarrangement de l'équation (2.6) pour σ_r ou σ_c , on obtient:

$$\sigma_r = K_c \frac{1-(C_0/C_1)^{3/2}}{\Phi C_1^{1/2}} \quad (2.7.a) \text{ (Pour contrainte extensive)}$$

$$\sigma_c = -K_c \frac{1-(C_0/C_2)^{3/2}}{\Phi C_2^{1/2}} \quad (2.7.b) \text{ (Pour la contrainte compressive)}$$

Les deux relations (2.7.a) et (2.7.b) peuvent ensuite être utilisées pour le calcul des contraintes résiduelles à chaque point autour de la première empreinte uniquement par la mesure des changements de la longueur des fissures de la seconde indentation [KAIY 94, KAIY 95, KAIY 98]. Ces derniers ont trouvé que le champ de contraintes résiduelles du verre sodocalcique est composé de:

- Contraintes tangentielles extensives qui font propager les fissures radiales.
- Contraintes radiales compressives qui ont tendance à fermer les fissures dans la direction tangentielle.

Cette méthode est utilisée aussi sur des matériaux opaques, et peut être étendue à beaucoup d'autres cas, tels que les champs de contraintes causés par une inclusion, une fibre, un trou ou des contraintes internes dans les composites céramiques laminaires [KAIY 94, KAIY 95].

2.4.4.3- Mesure des contraintes résiduelles par indentation Hertzienne:

Si une sphère dure est pressée contre une surface dure, le contact est purement élastique à faible charge. Le champ de contraintes résultant, bien que complexe, a été complètement caractérisé. La principale caractéristique, du point de vue de la mécanique de la rupture, est une contrainte radiale qui est de traction à proximité de la surface. Cette contrainte de traction décroît avec la distance du centre de contact, elle diminue aussi rapidement avec la profondeur et devient finalement de compression (Figure 2.15), au retrait des charges suffisamment élevées, la contrainte de traction peut causer une fissure circulaire à la surface. L'initiation de la fissuration est un anneau autour du point de contact bille-surface. L'augmentation du chargement peut alors conduire l'anneau plus profondément (calotte sphérique), suivant la trajectoire principale de la contrainte de traction [STEV 99].

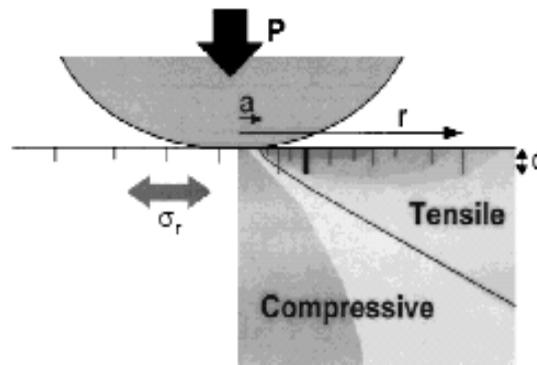


Figure 2.15: Contraintes hertziennes de contact: la contrainte radiale, σ_r , est fortement de traction près de la surface et près du bord du contact, mais devient rapidement compressif avec la profondeur [STEV 99].

2.4.4.4- Mesure des contraintes résiduelles par photoélasticimétrie :

La photoélasticimétrie fut développée au début du vingtième siècle par E. G. Coker et L. N. G. Filon de l'université de Londres. Leur livre " Treatise on Photoelasticity " (Traité de photoélasticité), publié en 1930, devient un standard sur le sujet. En parallèle, un travail expérimental important était réalisé avec des améliorations et des simplifications de la technique et l'équipement. Cette méthode devient rapidement très utilisée et de nombreux laboratoires spécialisés furent créés. L'étude en continu des structures fut ensuite créée, ce qui permit le développement de la photoélasticimétrie dynamique, très utile pour l'étude des phénomènes de fracture des matériaux [BREM 04]. La technique de photoélasticimétrie a été largement utilisée pour déterminer expérimentalement l'état des contraintes en situation réelle. Cette approche expérimentale a été appliquée à divers situations de l'analyse des contraintes [AYAT 10].

La technique de photoélasticimétrie est fondée sur la physique des ondes lumineuses et la biréfringence de certains matériaux [BRUG 03]. Cette biréfringence peut être étudiée en analysant la façon dont la polarisation de la lumière est transformée après le passage à travers le matériau. Par exemple, une onde lumineuse polarisée rectilignement pourra ressortir polarisée elliptiquement. Cela s'explique par le fait que les deux composantes de l'onde subissent un retard l'une par rapport à l'autre. Ce retard est directement lié aux contraintes présentes dans le matériau. On peut donc mesurer les contraintes grâce à cette modification de la polarisation [BREM 04].

La plupart des corps transparents isotropes, normalement non biréfringents, le deviennent lorsqu'ils sont soumis à des déformations ou des contraintes : c'est la biréfringence accidentelle. Les matières utilisées en photoélasticimétrie ont une biréfringence accidentelle importante. De plus, les axes de biréfringence d'un corps photoélastique soumis à des contraintes sont les directions principales de déformation, donc les directions principales de contraintes pour un matériau isotrope [BRUG 03]. Cette biréfringence vient changer l'état de polarisation en créant un retard de phase, à la manière des lames à retard. Plus les contraintes sont importantes, plus la biréfringence induite est forte [MATT 06]. C'est pourquoi les images obtenues avec de la lumière blanche présentent des irisations colorées [BREM 04].

▪ **Procédés de photoélasticimétrie :**

Il existe deux types de photoélasticimétrie : la photoélasticimétrie par transmission (que l'on trouve à Kchan) et la photoélasticimétrie par réflexion. Dans les deux cas, le principe est le même : la structure est observée soit par transmission, soit par réflexion, et placée entre deux filtres polarisants. Le filtre le plus près de l'observateur est appelé analyseur car en variant l'inclinaison entre ses axes et ceux de l'autre filtre, on peut trouver l'orientation des contraintes dans la structure.

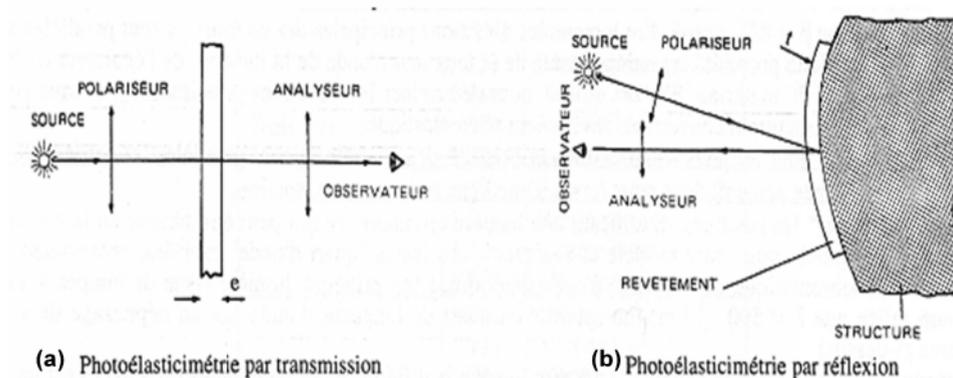


Figure 2.16 : Types de photoélasticimétrie (a) : Photoélasticimétrie par transmission, (b) : Photoélasticimétrie par réflexion [BRUG 03].

Maxwell a déterminé la loi qui lie les contraintes principales et la biréfringence accidentelle du modèle photoélastique:

$$\delta = C \cdot e(\sigma_1 - \sigma_2) \quad (2.8)$$

Où C est une constante caractéristique du matériau photoélastique considéré. Elle est exprimée en Brewster (1 Brewster = 10^{-12} m²/N), e : épaisseur de l'échantillon.

δ : Différence de marche [BRUG 03] ou le retard optique, qui est une caractéristique du phénomène de biréfringence [CHAN 07].

Pour toute longueur d'onde, la différence de marche est exprimée en nombre de longueur d'onde, l'équation (2.8) devient :

$$\sigma_1 - \sigma_2 = \frac{\lambda}{C e} \quad (2.9)$$

λ est la longueur d'onde de la radiation monochromatique utilisée [BRUG 03].

Le tableau suivant donne les ordres de grandeur de la constante photoélastique pour plusieurs matériaux [BREM 04]:

Matériaux	C en Bw
Verre photoélastique	2
Plexiglas	4
Araldite (résine époxy)	55
CR39	35
PSM1 (polyester)	82
Hysol (polyuréthane)	3200

Tableau 2.2: Valeur des constants photoélastique [BREM 04].

2.5- ANALYSE STATISTIQUE DE LA RESISTANCE A LA RUPTURE

Si on considère des éprouvettes identiques constituées du même matériau, on observe que leur rupture se produit à des contraintes différentes. Corrélativement, il apparait que pour une certaine contrainte imposée, une partie seulement des échantillons se rompt. Il en résulte que les contraintes de rupture présentent une dispersion statistique. La rupture sous une contrainte donnée présente une certaine probabilité de se réaliser. Ainsi, pour caractériser la rupture des matériaux fragiles, les approches statistiques probabilistes sont les mieux appropriées [MALO 99].

Parmi les fonctions statistiques de distribution, le modèle de Weibull est le plus largement répandu [BIKR 09]. L'application de la statistique de Weibull peut être faite seulement si certaines conditions sont remplies. Les plus importants de ces conditions sont la fragilité du matériau, et l'hypothèse que la résistance est contrôlée par la présence des défauts critiques. Cette dernière hypothèse est également connue comme le 'modèle du maillon le plus faible' [ZAFE 07]. La probabilité cumulée de rupture d'un corps est donnée par la relation (2.10) de telle sorte que la probabilité de défaillance P_f augmente avec la contrainte à la rupture σ [JANE 10] :

$$P_f = 1 - \exp \left[- \left(\frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad (2.10)$$

Avec : σ est la contrainte appliquée,

σ_u : La contrainte pour laquelle la probabilité de rupture est nulle.

σ_0 : La contrainte pour laquelle la probabilité de rupture est de 0,63 pour un volume unité, c'est une contrainte de normalisation sans signification physique.

m : Module de Weibull qui présente le degré de dispersion des données de rupture [JANE 10]. Les valeurs typiques de m pour le verre de silicate sont comprises entre 5 et 15.

On met σ_u égale à zéro dans l'équation (2.10) et en prenant deux fois le logarithme, on obtient alors [JANE 10] :

$$P_f = 1 - \exp \left(- \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \right) \quad (2.11)$$

$$\ln(1 - P_f) = - \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \quad (2.12)$$

$$\ln \left[\ln \left(\frac{1}{1 - P_f} \right) \right] = m \ln \sigma - m \ln \sigma_0 \quad (2.13)$$

La raison pour laquelle le logarithme double est utilisé dans l'analyse est la facilité d'accès de l'information [JANE 10]. Pour une distribution de Weibull unimodale, les paramètres m et σ_0 sont déterminés graphiquement à partir des tracés expérimentaux de l'équation (2.13) [MALO 09].

Différents types d'estimateurs sont utilisés pour le calcul de la probabilité de rupture expérimentale. L'influence de ces estimateurs a fait l'objet de plusieurs travaux [ZAFE 07].

$$P_i = \frac{i-0,5}{n} \quad (2.14.a)$$

$$P_i = \frac{i}{n+1} \quad (2.14.b)$$

$$P_i = \frac{i-0,3}{n+0,4} \quad (2.14.c)$$

$$P_i = \frac{i-\frac{3}{8}}{n+0,25} \quad (2.14.d)$$

Où n : représente le nombre des valeurs mesurées et i est le rang. Il est recommandé d'utiliser l'estimateur de la relation (2.14.a) pour un échantillonnage N inférieur à 50 [ZINC 99].

Un changement dans la pente de la droite indique un changement dans la famille des défauts qui contrôle la rupture. Dans les situations où deux populations ou plus de défauts existent dans l'échantillon, et contrôle la distribution de la contrainte à la rupture, la distribution de la contrainte mécanique ne fournit pas une distribution simple de Weibull, où l'application directe de l'équation (2. 11) est employée. Nous avons plutôt une forme non linéaire. Dans cette analyse, on suppose qu'il y a seulement deux populations de défauts. Les nouvelles équations qui représentent les deux populations sont données respectivement par [MALO 09] :

$$S_1 = \exp \left[- \left(\frac{\sigma}{\sigma_{01}} \right)^{m_1} \right] \quad (2.15)$$

$$S_2 = \exp \left[- \left(\frac{\sigma}{\sigma_{02}} \right)^{m_2} \right] \quad (2.16)$$

Où m_1 , σ_{01} , m_2 , σ_{02} sont respectivement les modules de Weibull et les contraintes de normalisation associés aux populations de défauts 1 et 2.

S_1 et S_2 sont les probabilités de survie associées aux défauts de la population 1 et 2 respectivement. La probabilité totale de survie S est fonction de la localisation des fissures (défauts de volume ou de surface) et de la nature du défaut [MALO 09].

CHAPITRE 3 :

PROCEDURE EXPERIMENTALE

3.1- OBJECTIF DU TRAVAIL

Il est connu aujourd'hui que l'état du matériau indenté est fortement modifié au voisinage de l'indentation avec la présence d'une zone plastique sous l'empreinte. Le contact entre cette zone de déformation plastique et la matrice élastique entraîne un état de contraintes résiduelles, en particulier à la surface du matériau. Le champ de contraintes, au voisinage d'une indentation, est biaxial. Elles sont de tension dans la direction tangentielle et de compression dans la direction radiale (relativement à la diagonale de l'empreinte). Les contraintes de tension agissent sur les fissures radiales comme une énergie de propagation. Ces contraintes sont importantes à connaître. Leur relaxation est indispensable pour les paramètres de propagation sous critique.

Le présent travail s'inscrit dans le cadre d'un thème de recherche qui consiste à étudier l'évolution de défauts introduits artificiellement par indentation Vickers, dont la forme, la taille, la position et l'orientation sont connus. Nous avons étudié le comportement des microfissures créées par indentations Vickers lorsque celles-ci sont soumises à un traitement thermique de type recuit avec des températures de traitement et des temps de maintien bien déterminés, et un traitement thermochimique (échange ionique), suivie par une étude de la résistance mécanique pour chaque type de traitement.

La technique de microindentation permet de déterminer les contraintes résiduelles en surface. Ces contraintes peuvent être aussi déterminées par la photoélasticimétrie.

3.2- MATERIAUX UTILISES

3.2.1- Verre

Le verre utilisé dans cette étude est un verre commercial plat de type silico-sodocalcique d'épaisseur 3mm. Il est fabriqué par flottage par l'entreprise Méditerranéen Flot Glass (MFG), filiale de CEVITAL (Algérie).

La composition chimique de ce verre, en pourcentage massique et en pourcentage molaire communiqué par le fabricant, est donnée dans le tableau 3.1.

Quelques caractéristiques physiques et thermo-élastiques de ce verre sont données dans le tableau 3.2 (les caractéristiques comportant le signe (*)) sont mesurées au niveau de l'Institut d'Optique et Mécanique de Précision).

Oxydes	% massique	% molaire
SiO ₂	65,178	63,11
Na ₂ O	20,59	19,44
CaO	5,807	6,06
MgO	7,123	10,34
Al ₂ O ₃	0,795	0,46
K ₂ O	0,1368	0,23
TiO ₂	0,010	0,07
F ₂ O ₃	0,04	0,01
Rb ₂ O	0,002	0
SrO	0,002	0
ZrO ₂	0,007	0
SO ₃	0,27	0,27

Tableau 3.1: Composition chimique du verre utilisé.

Propriétés	valeurs
Module d'élasticité (GPa)	72
Coefficient de Poisson	0.22
Dureté Vickers * (GPa)	4.7
Ténacité K1c (MPa√m)	0.74
Coefficient de dilatation thermique (°C ⁻¹)	9,5 x 10 ⁻⁶
Température de transition (°C)	502,8
Densité * (g/cm ³)	2.51
Transmission optique * (%)	92
Indice de réfraction *	1,511

Tableau 3.2 : Propriétés physiques et thermoélastiques moyennes du verre utilisé.

La figure suivante représente la courbe de la dilatation thermique du verre utilisé.

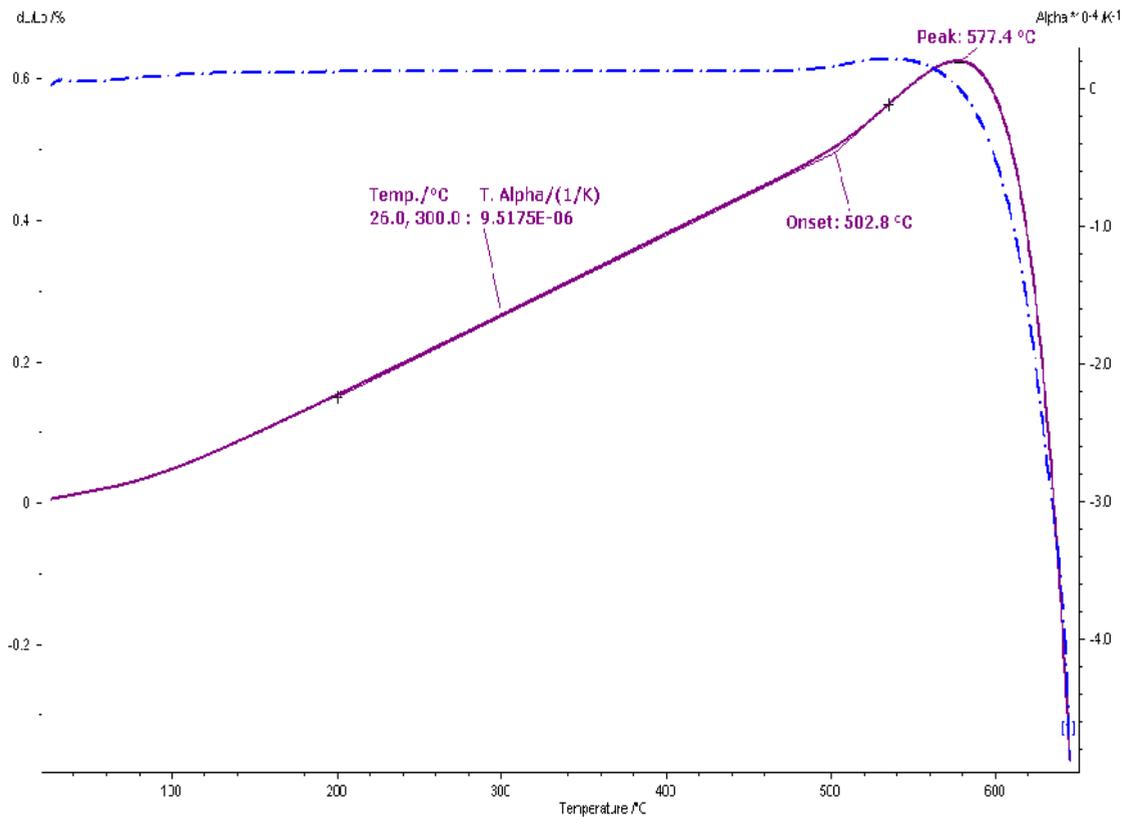


Figure 3.1: Courbe de la dilatation thermique et température de transition vitreuse du verre étudié.

3.2.2- Nitrate de potassium:

Il est appelé aussi salpêtre (du latin salpêtre) qui veut dire, sel de pierre. Sa formule chimique est KNO_3 . Il est utilisé dans différents domaines : Poudre à canon, engrais, industrie verrière,..... Ces caractéristiques essentielles sont rassemblées dans le tableau suivant:

Propriétés		Valeurs
Température de fusion	°C	334
Densité	g/cm^3	2.1
Solubilité	/ 100 cm^3 d'eau	357 g

Tableau 3.3: Propriétés usuelles du sel KNO_3 .

Le nitrate de potassium a été utilisé pour le traitement thermochimique (échange ionique) du verre silico-sodo-calcique.

3.3- MOYENS UTILISES

Au cours de la réalisation de ce travail, un certain nombre de dispositifs et de techniques expérimentales ont été utilisés.

3.3.1- Dispositif d'indentation:

Le dispositif d'indentation utilisé (Figure 3.2) est réalisé au laboratoire des matériaux non métalliques (IOMP, UFA Sétif). Il est constitué essentiellement d'une vis d'application de la charge, d'un indicateur de la force de chargement et d'une table porte-échantillon munie d'un système à vis micrométrique permettant le maintien et les déplacements horizontaux micrométriques de l'échantillon.

Le principe de fonctionnement de ce dispositif est le suivant: En tournant la vis d'application de la charge, elle descend et agit sur le ressort annulaire qui agit à son tour sur le porte-indenteur. Par conséquent l'indenteur descend et entre en contact avec la surface de l'échantillon à indenter. La déformation du ressort, inséré entre la vis et l'indenteur, est directement convertie en de force, indiquée sur le cadran du comparateur à cadran. Ce dispositif peut être utilisé pour des charges allant de 5 N à 1000 N, avec un pas de 5 N. Aussi, il présente la possibilité de l'orientation et le choix de l'emplacement de l'empreinte sur l'échantillon. Ce dispositif a été utilisé pour la réalisation des indentations Vickers.

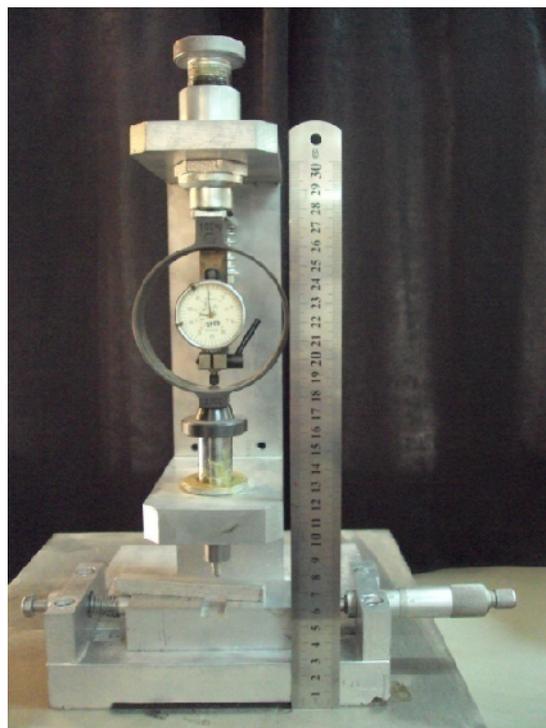


Figure 3.2: Dispositif d'indentation utilisé.

3.3.2- Four de traitement:

C'est un four électrique de marque FILL MANFREDI (Figure 3.3), il travaille sous air. Il peut atteindre une température de 1100°C , il est muni d'un thermocouple de type R, et d'un régulateur à affichage digitale programmable (le temps de maintien, les températures, la vitesse de chauffe et la vitesse de refroidissement). Pendant l'exécution du programme, il affiche successivement: le temps de démarrage, la température du premier palier et le temps de maintien désiré. Nous l'avons utilisé pour le traitement thermique de type recuit, réalisé pour ce verre à différentes températures et à différents temps de maintien. De même, il a servi pour les traitements thermochimiques, par échange ionique dans un bain de sel fondu de nitrate de potassium.

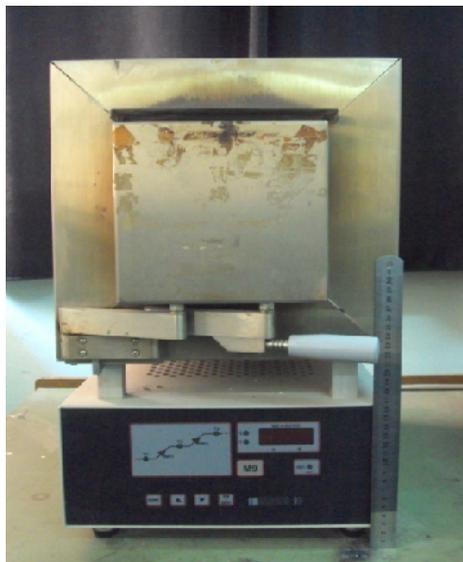


Figure 3.3 : Four électrique utilisé.

3.3.3- Machine d'essai:

La machine d'essai utilisée (Figure 3.4) est de type ZWICK/ROELL. Elle sert à déterminer la résistance mécanique pour les divers modes de chargement (traction, compression, flexion...). Elle est composée essentiellement des organes suivants :

- Un bâti rigide et deux traverses: l'inférieure est fixe alors que la supérieure est mobile.
- Un système d'entraînement de la traverse mobile (moteur et organes de transmission).
- Un système de chargement de l'éprouvette (plateaux pour la compression ou ensemble de rouleaux pour la flexion).
- Capteur pour la mesure des efforts (cellule de charge). Selon le besoin, deux cellules de charge ont été utilisées (100 KN et 2,5 KN). Celles-ci travaillent en traction et au même temps en compression.

- Capteur de mesure des déplacements de la traverse mobile qui ne reflète pas exactement l'allongement des éprouvettes. Le pilotage et l'acquisition des résultats sont effectués à l'aide d'un logiciel. Nous avons utilisé cette machine pour réaliser les essais de flexion 4 points.

Le but essentiellement recherché, à travers cet essai, est de comparer les résultats de la contrainte à la rupture pour les échantillons: traité thermiquement à différentes températures (530 °C, 560 °C, 590 °C, 620 °C) et à différents temps de maintien (30 min, 60 min, 90 min) et les échantillons trempés chimiquement dans un bain de nitrate de potassium(KNO_3) à une température de 480°C et un temps de maintien de 2 heures.



Figure 3.4: Machine d'essai mécanique utilisé.

Nous avons réalisé l'essai de flexion 4 points (Figure 3.5) avec une vitesse de sollicitation de 1 mm/min. L'éprouvette, de forme parallélépipédique repose sur deux appuis distants de $L= 40$ mm. La charge F est appliquée au milieu de la face supérieure, à l'aide de deux appuis distant de $l= 20$ mm. La force à la rupture F permet de déterminer la contrainte à la rupture σ_r qui est donnée par la relation suivante (3.1) :

$$\sigma_r = \frac{3F(L-l)}{2bw^2} \quad (3.1)$$

avec :

F : Force à la rupture.

l : Distance entre les deux appuis supérieurs $l= 20$ mm

L : Distance entre les appuis inférieurs $L= 40$ mm.

b : Largeur de l'éprouvette.

w : Epaisseur de l'éprouvette.

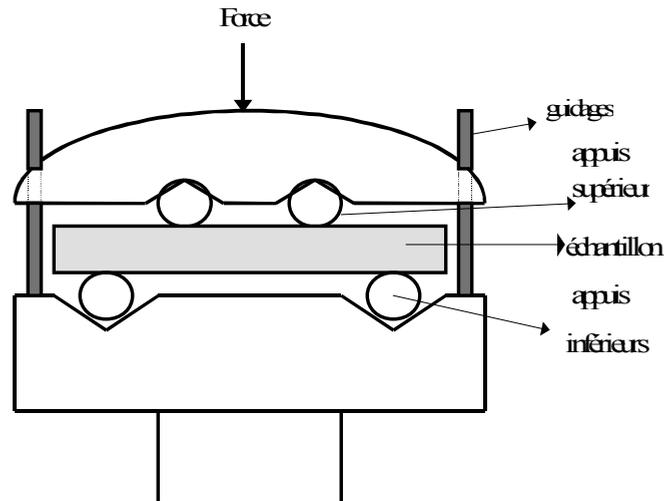


Figure 3.5: Montage de flexion 4 points.

3.3.4- Microscope optique Axiovert 40 MAT:

Il est situé au niveau du laboratoire de physique et de mécanique des matériaux métalliques (IOMP – UFA SETIF). Il permet d'obtenir des observations détaillées de la microstructure (matériaux cristallins) allant jusqu'à un grossissement de 1000x. Ce microscope (Figure 3.6), muni d'une caméra CCD, travaille par réflexion est relié à un micro-ordinateur, ce qui permet d'enregistrer les images observées. Dans notre cas, les différentes fissures (radiales en surface, latérales et médianes sur les faciès de rupture) ont été observées et photographiées. Nous avons utilisé un grossissement de 400x pour observer la morphologie du système de fissuration dans le verre sous ses différents traitements. Pour mesurer les longueurs des fissures, nous avons utilisé un logiciel de traitement d'images.



Figure 3.6 : Microscope Axiovert 40 MAT.

3.3.5- Logiciel ImageJ :

Parmi les logiciels disponibles qui sont utilisés pour le traitement d'images, le logiciel ImageJ. Par conséquent, nous avons opté pour ce dernier afin d'exploiter les observations obtenues au microscope. ImageJ est un logiciel libre de traitement d'images écrit en Java par le National Institute of Health (NIH) [TIAG 10]. Ce logiciel fonctionne selon deux modes:

- * En tant qu'applet dans un navigateur web,
- * En tant qu'application sur n'importe quel ordinateur supportant Java.

La première version, NIH-image, écrite en langage Pascal a été développée pour le système d'exploitation Macintosh. ImageJ est maintenant écrit en Java et est multiplateforme (Mac, Windows, Linux). C'est un logiciel du domaine public («disponible gratuitement» ; «domaine public» est un terme légal qui signifie que le logiciel n'est pas «soumis au copyright»).

Une fois le programme est lancé :

- Une barre de menus et de sous-menus est disponible, Ils permettent de travailler sur des fichiers existants ou de créer des fichiers image, animation ou texte.
- Une barre d'outils est affichée à l'écran [TIAG 10]:

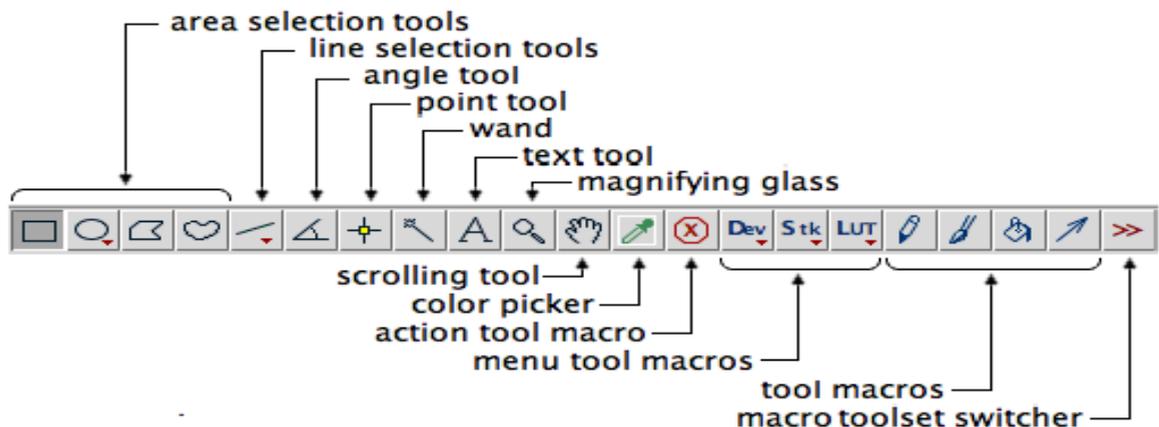


Figure 3.7: Barre d'outils du logiciel ImageJ [TIAG 10].

La mesure des longueurs des fissures s'effectue comme suit:

- Ajustement de l'échantillon indenté sur la platine du microscope.
- Prise des photos de la zone indentée.
- Mesure de la longueur des fissures radiales par le logiciel ImageJ.
- L'étalonnage s'effectue par la mesure d'une aire de dimensions finies

3.3.6- Microscope Leica DM1000 :

Il est la propriété du service d'anatomie-Pathologique du centre hospitalo-universitaire (CHU) de SETIF. Le microscope de type Leica DM1000 permet des applications de routine et de recherche en biologie (Figure 3.8).

Nous l'avons utilisé pour obtenir des observations des indentations avec un grossissement allant jusqu'à 1000x (le grossissement de l'oculaire est de 10x). Un appareil numérique est utilisé pour l'acquisition des images d'indentation avec un grossissement optique allant jusqu'à 3x. L'utilisation d'un polariseur et d'un analyseur est impérative. Les images prises, à l'aide de l'appareil numérique, sont traitées avec le logiciel Photoshop7 de traitement d'image pour l'étude des contraintes résiduelles d'indentation par photoélasticimétrie.



Figure 3.8: Microscope Leica DM1000.

3.3.7- Logiciel Photoshop7 :

Le logiciel Photoshop7, est le premier programme professionnel de retouche d'images, publié par Adobe et commercialisé en mars 2001. Photoshop est utile tant pour la création et l'édition d'images à utiliser sous forme imprimée ou en ligne. Il est facile à utiliser, mais plein de fonctionnalités de haute qualité. Photoshop est le meilleur choix pour n'importe quel travail de retouche d'image, sur une plate forme Mac OS et Windows [ANDR 02].

Le logiciel Photoshop possède son propre format de projet (PSD), qui est plus qu'un simple format fichier. Le programme accepte également d'importer et d'exporter des fichiers d'image dans les formats les plus courants (GIF, JPEG, TIFF, PNG, ILBM, etc.....). Il offre:

- Un système de tri et d'organisation des fichiers permettant l'application d'une opération sur plusieurs fichiers simultanément;
- Des outils de dessin en mode bitmap: pinceau, crayon, formes géométriques... ;
- Des outils de sélection de zones de travail (ou zones d'intérêt): lasso, rectangle de sélection, sélection par plage de couleur.....;
- Des outils de copie, collage et duplication de zones de travail;
- Des outils de manipulation de calques: par l'empilement de zones graphiques et l'utilisation de transparence et autres effets, on peut construire l'équivalent de photomontages complexes;
- Des outils de manipulation de la palette de couleurs: changement de palette, réglages colorimétriques, de luminosité, de contraste, de saturation... ;
- Des filtres pour appliquer divers effets à des zones d'intérêt: textures, ombres, renforcement des contours, estampage, flou, etc.

Les principales modifications du photoshop7 par rapport aux autres versions qui le précèdent sont: le texte est totalement vectoriel, outil correcteur, nouveau moteur de rendu [ADOB 10].

Une fois que le programme est lancé, un panneau d'outil et une série de fenêtres sont disponibles. L'opération de traitement d'image s'effectue à l'aide des différents outils, la plupart et l'essentiel de ces outils sont expliqué comme suit [PETE]:



1. Marquee Tool: utilisé pour la sélection des zones d'une image.
2. Move Tool: c'est l'outil de déplacement, utilisé pour déplacer une image vers une autre zone de la toile.
3. Lasso Tool: utilisé pour la sélection des zones d'une image qui n'est pas nécessaire.
4. Magic Wand Tool: utilisé pour l'auto-sélection des grandes zones d'une image qui ont la même couleur.
5. Crop Tool: utilisé pour réduire l'image à un certain domaine (recadrage).
6. Slice Tool: utilisé pour 'couper' une image en différentes sections ; généralement utilisé pour la création d'images pour une conception de page web.
7. Healing Brush Tool: utilisé pour fixer les imperfections d'une image en copiant les autres pixels de l'image, cet outil également correspond à la texture, l'éclairage et d'ombrage.
8. Brush Tool: utilisé avec la souris pour simplement dessiner des lignes sur l'image.
9. Clone Stamp Tool: utilisé pour copier une zone d'une image à l'autre.
10. History Brush Tool: utilisé pour copier et d'en tirer une image pré-existantes dans les différents styles artistiques.
11. Eraser Tool: permet d'effacer certaines zones d'une image.
12. Gradient Tool: utilisé pour créer des dégradés d'une image, d'une couleur.
13. Blur Tool: utilisé pour le flou ou le mélange des zones d'une image.
14. Dodge Tool: utilisé uniquement pour régler la luminosité et le contraste d'une image.
15. Path Selection Tool: utilisé pour fusionner les composantes qui se chevauchent en un seul composant.
16. Type Tool: utilisé pour placer du texte sur une image.
17. Pen Tool: utilisé pour dessiner des lignes et des courbes avec une meilleure précision.
18. Rectangle Tool: utilisé pour tracer des rectangles et autres polygones.
19. Notes Tool: utilisé pour laisser des notes sur l'image.
20. Eyedropper Tool: la pipette est utilisée pour sélectionner et faire correspondre les couleurs spécifiques.
21. Hand Tool: utilisé pour visualiser rapidement les différentes zones d'une image.
22. Zoom Tool: utilisé pour effectuer un zoom d'une image.
23. Set Foreground/Background Color: utilisé pour définir le premier plan (avant) et arrière-plan (arrière) les couleurs d'une image ; peut aussi être utilisé pour changer les

couleurs de texte, etc. cliquant sur les cases pour changer les couleurs (une nouvelle fenêtre paraître).

24. Edit Modes: utilisé pour basculer les modes.

25. Switch Screen Modes : permet de basculer entre les modes plein écran et écran standard.

26. Jump to Image Ready: utilisé pour lancer facilement le programme Image Ready

Dans notre cas, une opération de traitement d'image des différentes empreintes d'indentation, prises sur le microscope Leica DM1000 à l'aide d'un appareil numérique, est effectuée.

3.4- PREPARATION DES ECHANTILLONS

3.4.1-Tronçonnage:

A l'aide d'une tronçonneuse à meule diamantée, nous avons tronçonné tous les échantillons de forme parallélépipédique à partir de la même plaque de verre. Les dimensions des échantillons sont de : $(50 \times 12 \times 3) \text{ mm}^3$.

3.4.2- Chanfreinage :

Les échantillons ont été légèrement chanfreinés sur les bords pour minimiser l'effet de bord lors de l'essai de flexion 4 points.

3.4.3-Traitement des échantillons:

Les échantillons ont subi un traitement thermique (recuit), dont le but est la relaxation des contraintes résiduelles. Cette opération de recuit a été effectuée à une température de 530°C , avec une vitesse de chauffe $5^\circ\text{C}/\text{min}$. Les échantillons sont maintenus à cette température durant 30 min. Enfin, on refroidit le verre lentement avec une vitesse de $3^\circ\text{C}/\text{min}$ jusqu'à la température ambiante.

3.5-DEROULEMENT DES ESSAIS

3.5.1- Indentation Vickers:

L'indentation est une méthode simple et efficace pour introduire des défauts artificiels superficiels et mesurables. Nous avons utilisé une pyramide diamantée Vickers avec un temps de maintien de chargement de 15s.

En premier lieu, nous avons réalisé trois empreintes pour chacune des charges

d'indentations utilisées 5 N, 10 N, 15 N et 20 N. Nous avons suivi l'évolution des fissures radiales (2C horizontale et verticale) en fonction du temps (juste après l'indentation, 90 min, 6 h, 24 h, 30 h, 48 h, 54 h, 72 h, 78 h et 96 h). Leur propagation a lieu sous l'effet des contraintes résiduelles d'indentation combinée à l'effet de l'humidité de l'air (corrosion sous contraintes).

Nous avons introduit une seule indentation dont la position et l'orientation sont bien définies comme cela est présenté dans la figure 3.9. Nous avons utilisé des charges variant de 5N à 20N, avec un pas de 5N. Les fissures radiales, visibles à la surface, seront utilisées pour l'étude de l'effet des traitements (recuit et échange ionique).

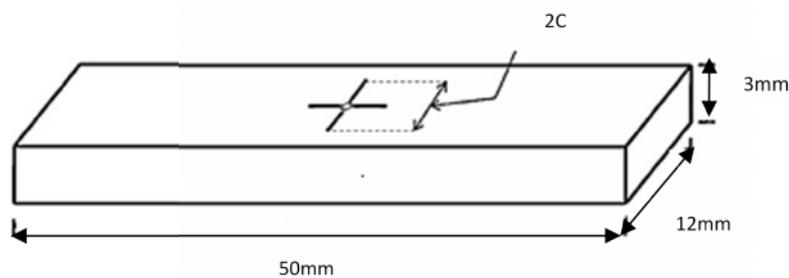


Figure 3.9: Schéma de l'échantillon et la position de l'indentation introduite.

3.5.2-Traitements des échantillons indentés:

Après une stabilisation (relaxation totale) de la propagation des fissures, après un temps de stockage de 3 à 4 jours selon la charge d'indentation, ces échantillons ont subi deux types de traitements (le recuit et l'échange ionique) dans différentes conditions. L'organigramme de la figure 3.10 résume les différents essais de traitement du verre indenté. Après le traitement subi, les empreintes ont été observées à l'aide du microscope Axiovert 40 Mat. Les images obtenues ont été traitées par le logiciel ImageJ afin de mesurer les fissures radiales.

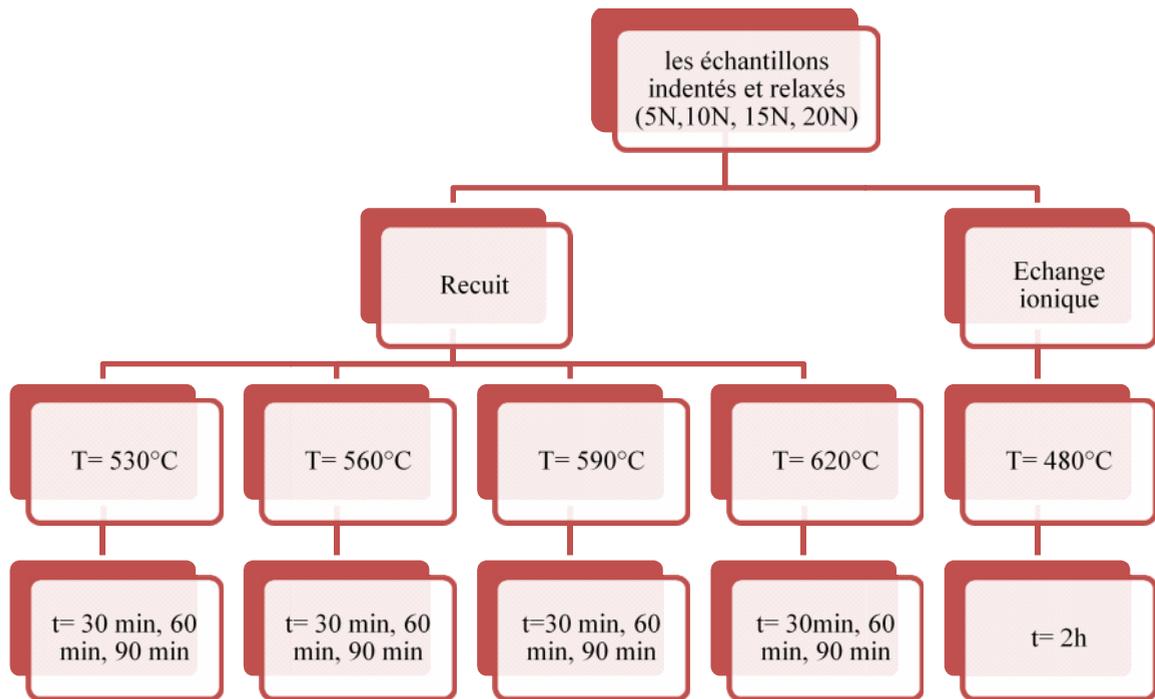


Figure 3.10 : Organigramme du déroulement des traitements des échantillons indentés.

3.5.3- Essai de flexion :

La détermination de la résistance mécanique du verre s'effectue généralement par l'essai de flexion. L'essai de traction pose des problèmes liés au serrage des éprouvettes [KOLL 99], alors que la résistance du verre à la compression est très élevée. La résistance du verre à la compression est supérieure à 1000 MPa. Pour briser un cube de verre de 1 cm d'arête, la charge nécessaire est de l'ordre de 10 tonnes [KALK 07].

En plus, toute la surface de l'éprouvette est soumise à une contrainte de même amplitude, alors qu'en flexion une faible partie seulement de sa section supporte les contraintes maximales diminuant d'autant le risque d'y tomber sur un défaut critique [KOLL 99]. Les essais de flexion les plus utilisés sont les essais avec 3 ou 4 points, dans notre cas on a utilisé le deuxième type.

- Les défauts naturels (fissures naturelles) sont, en effet, souvent trop petits et mal connus. Donc, un essai de flexion 4 points sur des échantillons bruts permettra l'évaluation par calcul du défaut naturel critique, selon la relation 3.2, d'après la théorie de Griffith régissant la rupture des matériaux fragiles [FRAN 01].

$$K_I = 1,122 \sigma \sqrt{\pi a} \quad (3.2)$$

Où : « a » est la taille du défaut alors que "σ" est la contrainte à la rupture.

- A travers cet essai, nous avons aussi déterminé la résistance mécanique des échantillons indentés puis traités soit par recuit ou échange ionique dans les différentes conditions de traitement. Lors des essais de flexion, l'empreinte est positionnée de façon à ce qu'elle soit entre les appuis inférieurs, de telle sorte que les fissures radiales (dans la direction longitudinale) soient en extension comme cela est présenté dans la figure 3.11.

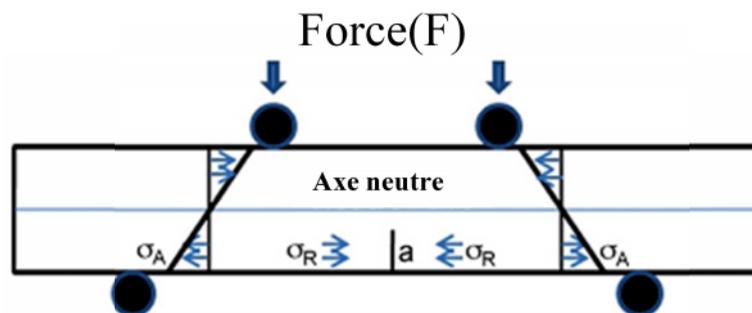


Figure 3.11: Vue de face d'un échantillon de flexion indenté.

3.5.4- Contraintes résiduelles d'indentation:

Comme nous l'avons déjà cité précédemment au chapitre 2, les contraintes résiduelles peuvent être mesurées par des méthodes d'essai non destructives telles que les techniques magnétiques, ultrasonores, de diffraction des rayons X. D'autres méthodes, localement destructives, sont aussi utilisées tel que le trou forant, le tronçonnage en tranches.... Dans cette étude, nous avons évalué les contraintes résiduelles d'indentation d'un verre recuit et l'autre trempé chimiquement (échange ionique) en utilisant la photoélasticimétrie.

La mesure des contraintes résiduelles par photoélasticimétrie nécessite la réalisation des empreintes Vickers avec différentes charges. Ces empreintes sont visualisées avec le microscope Leica DM1000 et les photos des empreintes sont prises avec un appareil numérique dont le grossissement optique est de 3x. Nous avons suivi l'évolution de ces contraintes en fonction du temps (juste après l'indentation, 90 min, 6h, 24 h, 30 h, 48 h, 54 h, 72 h, 96 h).

Une opération de traitement d'image est faite avec le logiciel de traitement d'image Photoshop7. Ces images sont traitées dans un intervalle de longueur d'onde compris entre 445

nm et 500 nm selon les contraintes autour de l’empreinte, avec une tolérance égale à 10. Les valeurs des contraintes sont obtenues par calcul à partir de la relation mentionnée dans le chapitre 2.

CHAPITRE 4 :

RESULTATS ET DISCUSSIONS

4.1- EVOLUTION DES DEFAUTS:

4.1.1- Aspect statistique:

Lorsqu'on réalise des essais de flexion 4 points sur un même lot d'éprouvettes, on observe une dispersion des résultats de la résistance mécanique. Le modèle statistique de Weibull semble être le mieux approprié pour l'étude de la distribution des défauts superficiels dans le cas du verre.

Nous avons préparé plusieurs lots de 20 échantillons chacun. Chaque lot été recuit puis les échantillons ont été indentés avec différentes charges. Enfin, tous les échantillons ont été rompus par flexion 4 points comme cela a été expliqué dans le chapitre 3. Après le calcul des contraintes à la rupture respectives, Ces dernières ont été classées par ordre croissant. A chaque valeur de résistance mécanique est associée une probabilité de rupture. Nous avons tracé les courbes de probabilité $\text{Ln Ln} [1/ (1-P_i)]$ en fonction de $\text{Ln} (\sigma_i)$, sachant que P_i est l'estimateur choisi [$P_i = (i - 0,5)/ n$], avec $n= 20$ et sachant que le rang i varie de 1 à 20. Sur la Figure 4.1, nous avons présenté les courbes obtenues avec différentes charges d'indentations (0N, 5N, 10N, 15N).

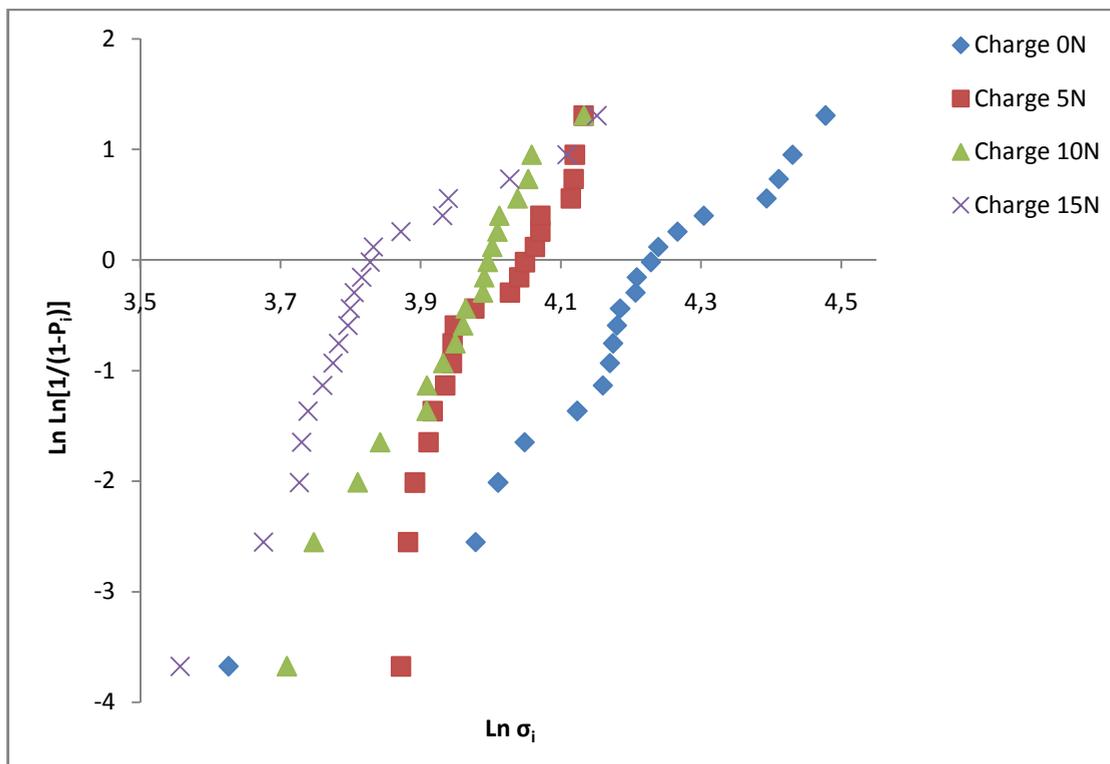


Figure 4.1: Droites de Weibull obtenue après rupture des échantillons indentés sous différentes charges.

Nous remarquons qu'à mesure que la charge augmente, il y a un décalage des courbes vers la gauche c'est-à-dire les faibles résistances. Ces valeurs sont moindres par rapport au verre non indenté. Par contre, la dispersion est plus importante pour ce dernier cas.

A partir de ces droites, nous avons déterminé les valeurs du module de Weibull « m » (présenté sur le tableau 4.1). On constate que les droites de Weibull pour les charges (0 N, 10 N, 15 N) présentent un caractère unimodal, ce qui signifie que pour chaque cas il y a une seule famille de défauts qui gouverne la rupture des échantillons du verre. Ces défauts sont soit naturels (le cas des échantillons non indentés) ou artificiels créés par différentes charges d'indentations (le cas des charges 10 N et 15 N).

Pour la droite de Weibull, des échantillons indentés avec une charge de 5N, Nous notons qu'elle présente un caractère bimodal, ce qui traduit la présence de deux familles de défauts (naturels et artificiels). Les défauts naturels sont ceux préexistants initialement dans le verre alors que les défauts artificiels sont ceux introduits par indentation.

Charge d'indentation (N)	0 N	5 N	10 N	15 N
Module de Weibull m	6,406	m ₁ =8,17 m ₂ = 12,99	11,59	8,009

Tableau 4.1: Valeurs du module de Weibull en fonction de la charge d'indentation.

4.1.2- Détermination de la taille des défauts:

Le profil de fissuration est du type Palmaqvist lorsque la valeur de C/a est petite (C/a<3,5 ou 1/a< 2,5). Dans le cas contraire, il est du type médiane-radiale lorsque la valeur de C/a est grande(C/a ≥2,5).

Vue la distribution de Weibull bimodale pour la charge 5N (c.à.d. la présence des défauts naturels et artificiels). Nous avons déterminé la taille du défaut naturel « a » à travers la loi de Griffith pour les échantillons non indentés (K_{1c}= 1.122 σ √a, avec K_{1c}=0.74 MPa√m et σ: contrainte à la rupture mesurée pour chaque échantillon). Pour la fissure médiane, on a estimé que la longueur de la fissure médiane est la moitié de la fissure radiale mesurée en surface (profil médian-radial) pour des indentations égales ou supérieures à 5 N. Les différents résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau 4.2, en mentionnant les moyennes et les écarts types.

Nous notons que l'augmentation de la charge d'indentation induit une augmentation de la taille des défauts (fissures radiale et médiane).

Charge d'indentation (N)	Fissure radiale 2C (µm) (moyenne ± écart-type)	Fissure médiane (µm) (mesurée)	Défaut naturel (µm) (calculé)
5	47,003±8,217	23,5015	17,145±8,535
10	52,413 ± 12,065	26,2065	
15	64,411 ± 13,26	32,206	
20	67,305 ± 17,904	33,653	

Tableau 4.2: Taille des défauts naturels (calculés) et artificiels (mesurés).

4.2- PROPAGATION DES FISSURES SOUS CORROSION:

La figure 4.2 présente l'évolution des fissures radiales (2C) du verre recuit en fonction du temps de stockage, après indentation à différentes charges. Nous remarquons que la longueur des fissures radiales dans les deux directions (parallèle et perpendiculaire) des empreintes Vickers augmente avec le temps de stockage quelque soit la charge d'indentation.

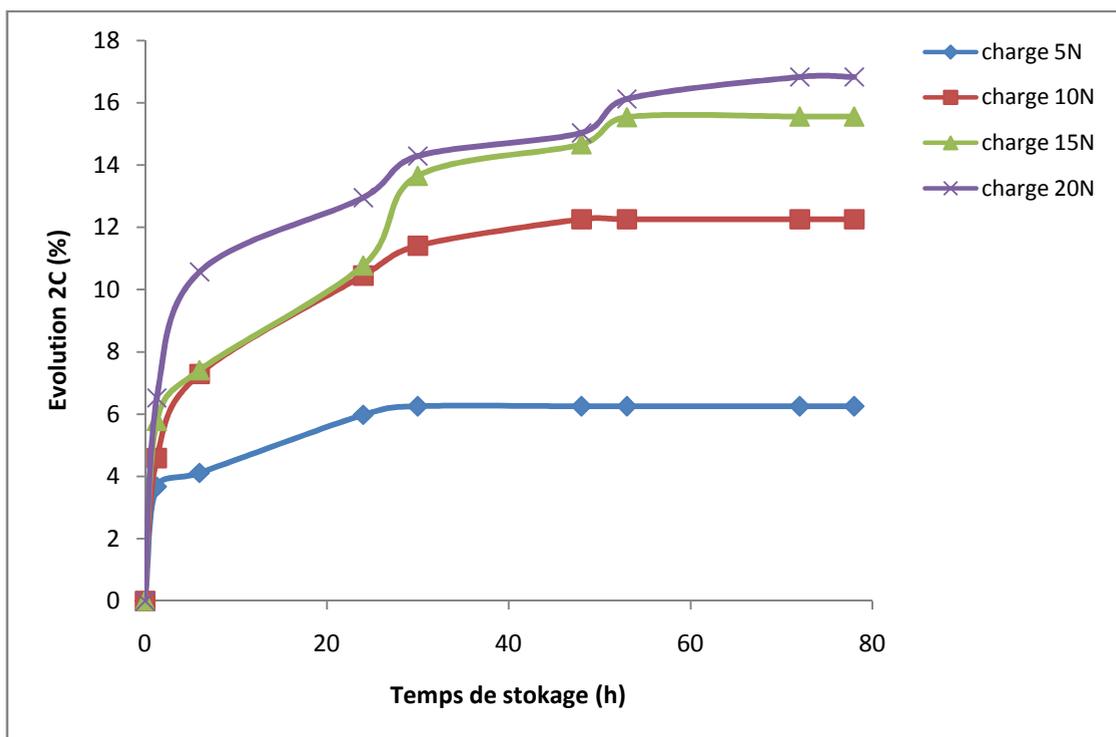


Figure 4.2: Evolution des fissures radiales (2C), après indentation, en fonction du temps de stockage.

Nous notons que durant la première journée (0-24 h), les fissures radiales (2C) croissent rapidement, la pente est plus importante. Au-delà, elles augmentent moins jusqu'à ce qu'elles deviennent stables et cela selon la charge d'indentation. Les fissures réalisées avec une charge de 5N se stabilisent après 30 h alors que celles obtenues avec une charge de 20N se stabilisent après 72 h.

Cette propagation des fissures radiales, dans les deux directions, est due à l'effet des contraintes résiduelles d'indentation. Ces contraintes sont proportionnelles à la charge d'indentation. L'augmentation de la charge d'indentation induit un temps important pour la relaxation des contraintes, par conséquent, un temps plus long pour la stabilisation des longueurs de fissures.

Ceci est expliqué aussi par la figure 4.3 qui présente la variation de la vitesse de propagation des fissures radiales en fonction du temps, cette vitesse de propagation des fissures radiales est très importante surtout après l'indentation, et elle diminue avec l'augmentation du temps.

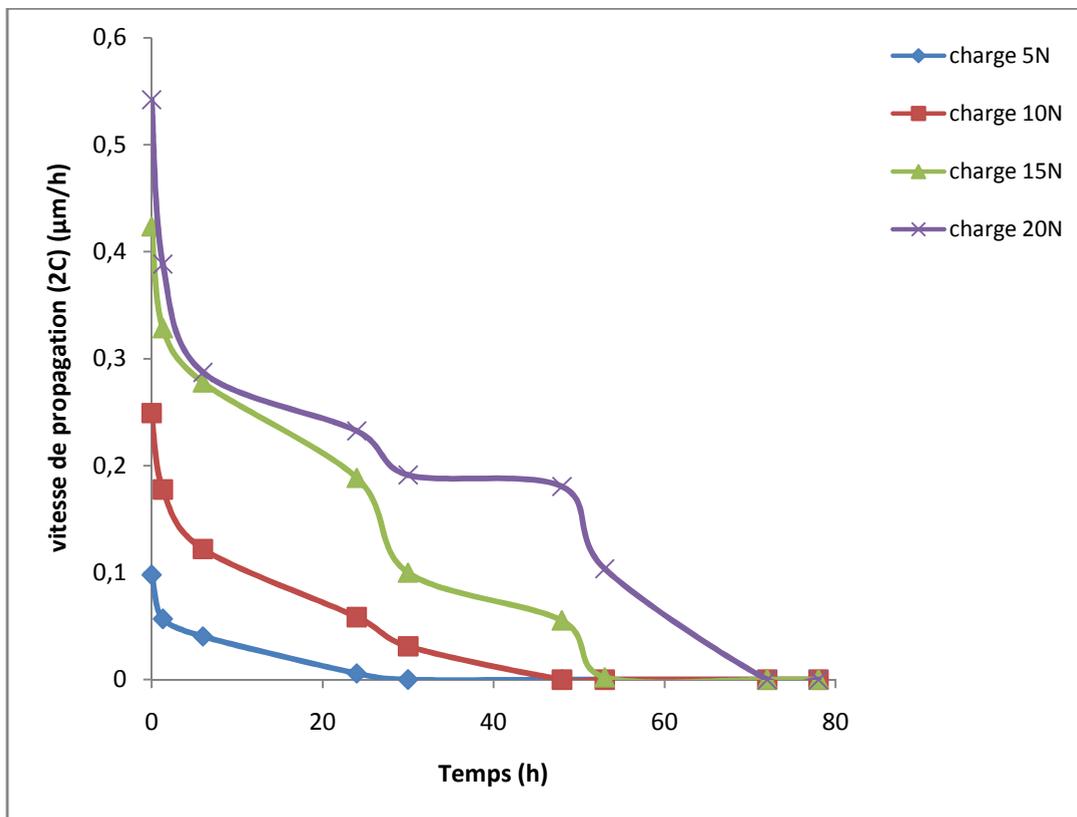
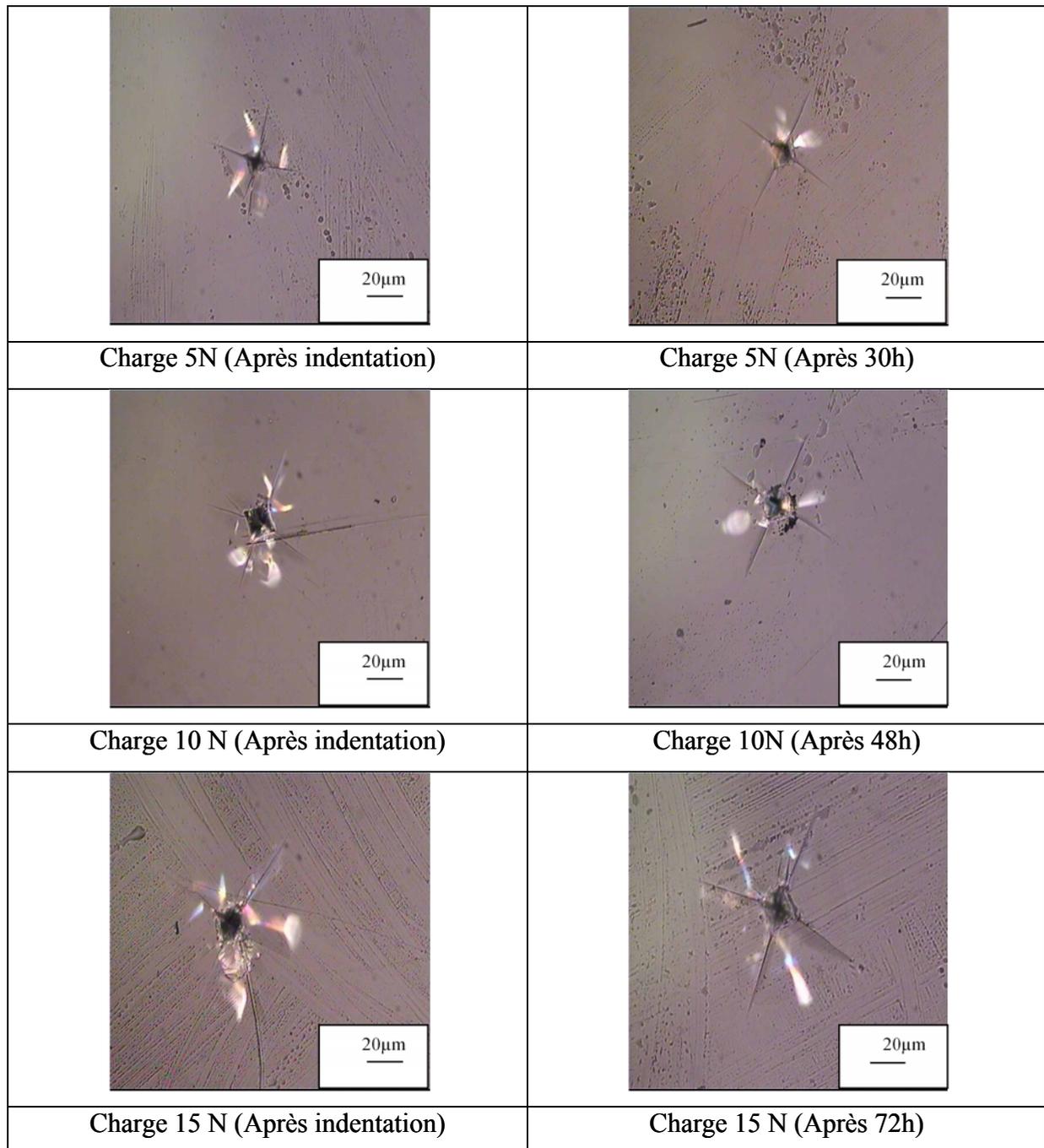


Figure 4.3 : Vitesse de propagation des fissures radiales (µm/h) en fonction du temps de stockage.

La figure 4.4 présente des micrographies d’empreintes Vickers, réalisées avec différentes charges et photographiées après un temps de stockage. Nous observons clairement la propagation sous-critique des fissures radiales (parallèles et perpendiculaires) à travers l’augmentation de ces fissures. Pour chaque charge, la deuxième photographie est prise après la stabilisation des fissures (relaxation des contraintes résiduelles).



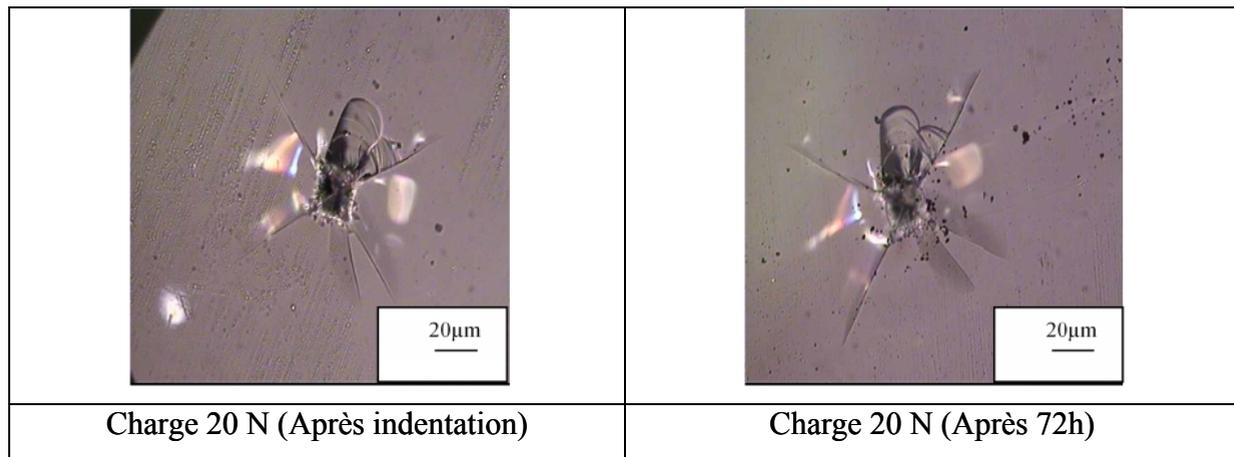


Figure 4.4 : Micrographies d’empreintes Vickers réalisé avec différentes charges (Après indentation, et après le temps de stabilisation de la propagation des fissures).

4.3- EFFET DU RECUIT SUR LES LONGUEURS DES FISSURES:

4.3.1-Effet du temps de maintien de différentes températures de traitement sur les longueurs des fissures radiales :

Le tableau 4.3 représente les valeurs des longueurs 2C (μm) obtenues par indentation avec différentes charges (5N, 10N, 15N, 20N) en fonction de différents temps de maintien (non traité est pris comme référence, 30 min, 60 min et 90 min) à une température de recuit 530°C.

Temps de maintien (min)	2C (P= 5N)	2C (P= 10N)	2C (P= 15N)	2C (P= 20N)
0	199,675 ± 22,85	233,059 ± 7,01	301 ± 10,55	397,46 ± 9,15
30	197,907 ± 27,08	196,95 ± 4,59	290,799 ± 48,35	361,696 ± 25,49
60	164,320 ± 18,68	210,898 ± 11,10	295,353 ± 20,60	378,112 ± 23,86
90	157,5 ± 44,43	212,12 ± 20,87	285,391 ± 20,31	361,487 ± 12,43

Tableau 4.3 : Valeur des fissures 2C (μm) obtenues avec différentes charges d’indentation à une température de recuit 530°C.

La figure 4.5 montre l’évolution du taux de guérison des fissures radiales (2C) après un recuit à une température de 530°C avec différents temps de maintien (30 min, 60 min et 90 min). Nous remarquons que pour un temps de maintien de 30 min, la longueur guérie est maximale pour une charge de 10N, elle est de 233,059 μm à un temps de traitement 30min

avant le traitement est de 196,95µm après ce recuit, mais le pourcentage de guérison diminue pour un temps de maintien 60 min et 90 min.

Par contre pour une charge de 15N, 20N l'allure des courbes est presque la même, le taux est important pour un temps de maintien 30 min qui diminue légèrement à 60 min après il atteint une certaine amélioration.

Pour une charge de 5N, l'évolution est totalement différente c.à.d. l'augmentation du temps de maintien provoque l'augmentation du taux guérie.

Pour une température de traitement 560°C, le taux de guérison augmente avec l'augmentation du temps de traitement jusqu'à atteindre une valeur de 60min, ce dernier va diminuer pour 90 min, cela pour les charges (10, 15, 20) N, comme est présenté sur la figure 4.6. Cette constatation est remarquée aussi sur la figure 4.7 qui présente l'évolution de la guérison des fissures après un recuit à 590°C à différents temps de maintien.

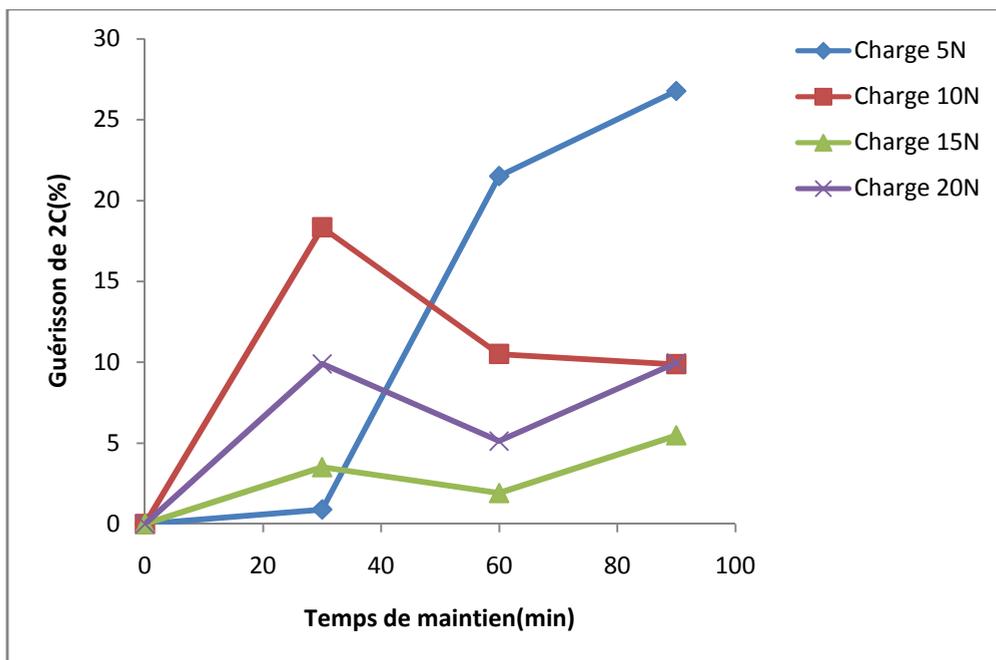


Figure 4.5 : Evolution de la guérison des fissures 2C après un recuit à 530°C à différents temps de maintien.

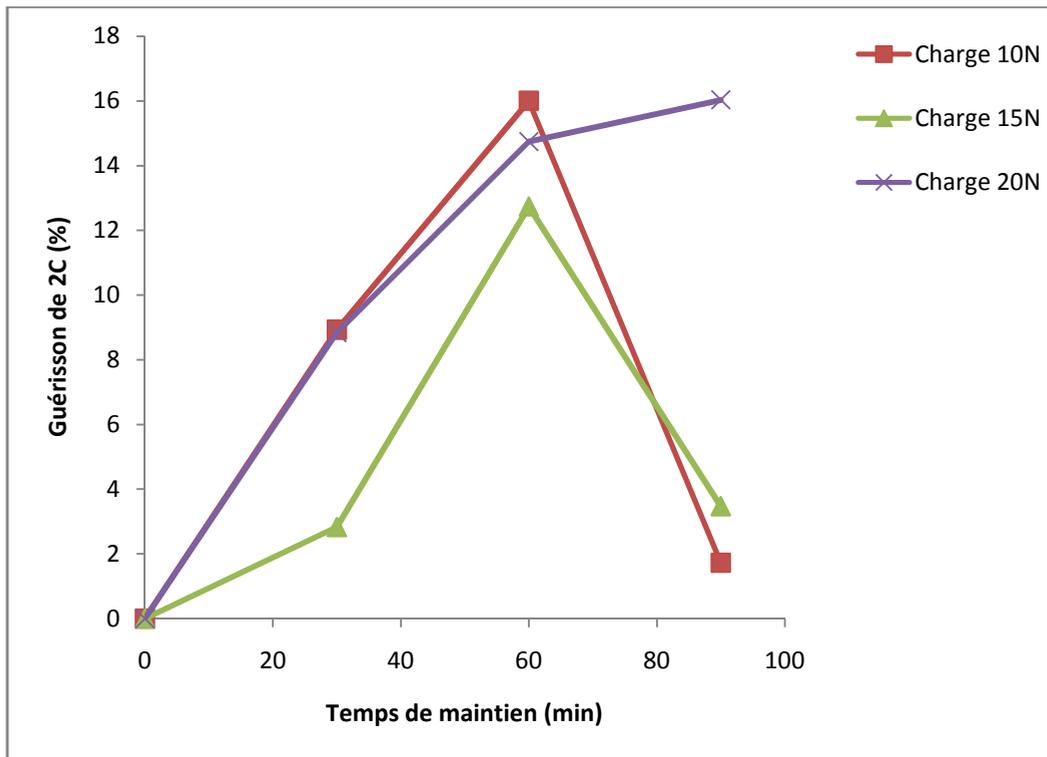


Figure 4.6: Evolution de la guérison des fissures 2C après un recuit à 560°C à différents temps de maintien.

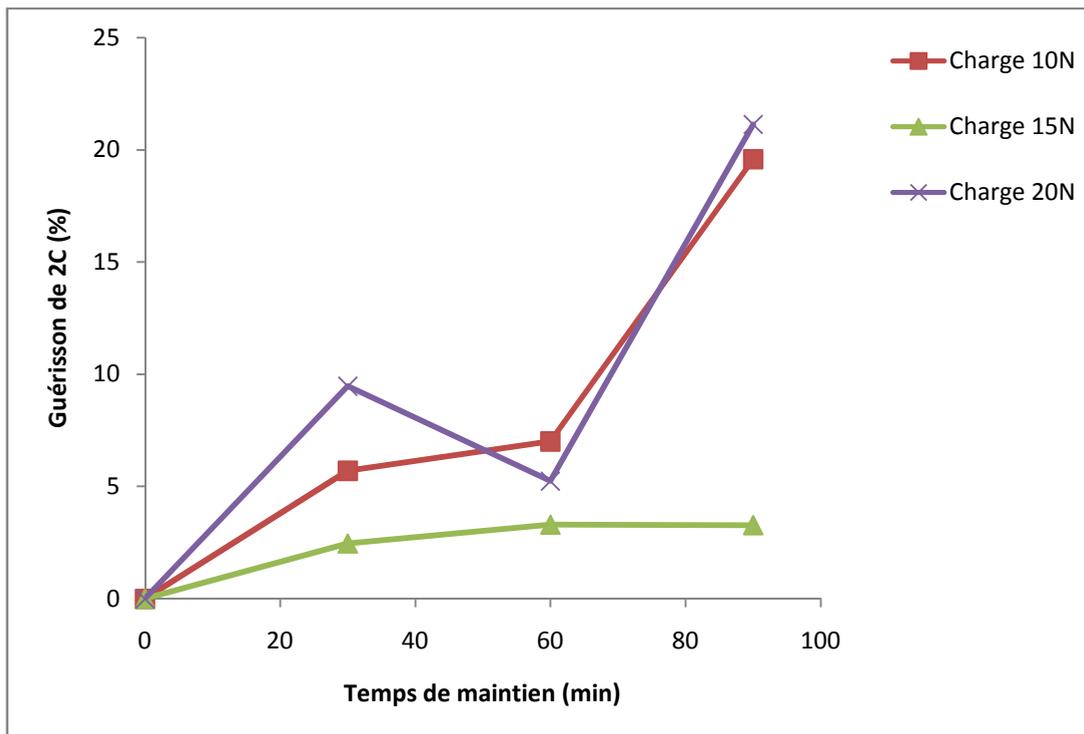


Figure 4.7 : Evolution de la guérison des fissures 2C après un recuit à 590°C avec différents temps de maintien.

A partir de la figure 4.8, on peut remarquer pour une charge d'indentation 5N, le taux de guérison augmente avec l'augmentation du temps de traitement. Mais ce dernier atteint des valeurs importantes pour 30 min puis subit une certaine diminution (60 min) pour les autres charges d'indentation.

L'évolution du taux de guérison en fonction du temps de maintien pendant le recuit montre que les traitements prolongés peuvent mener à une diminution du taux de guérison. D'après P. Hrma et al. [HRMA 88], il peut y avoir des échanges entre le verre et son ambiant. Ces échanges causent selon les mêmes auteurs un développement de nouvelles fissures de longueur dépendante du temps de traitement. Les mêmes échanges peuvent conduire à une propagation des fissures d'indentation.

Aux faibles temps de recuit la propagation des fissures est faible et ne peut pas influencer le résultat de la guérison. Après un certain temps la longueur propagée devient importante et peut influencer la longueur finale de fissure et par la suite le taux de guérison.

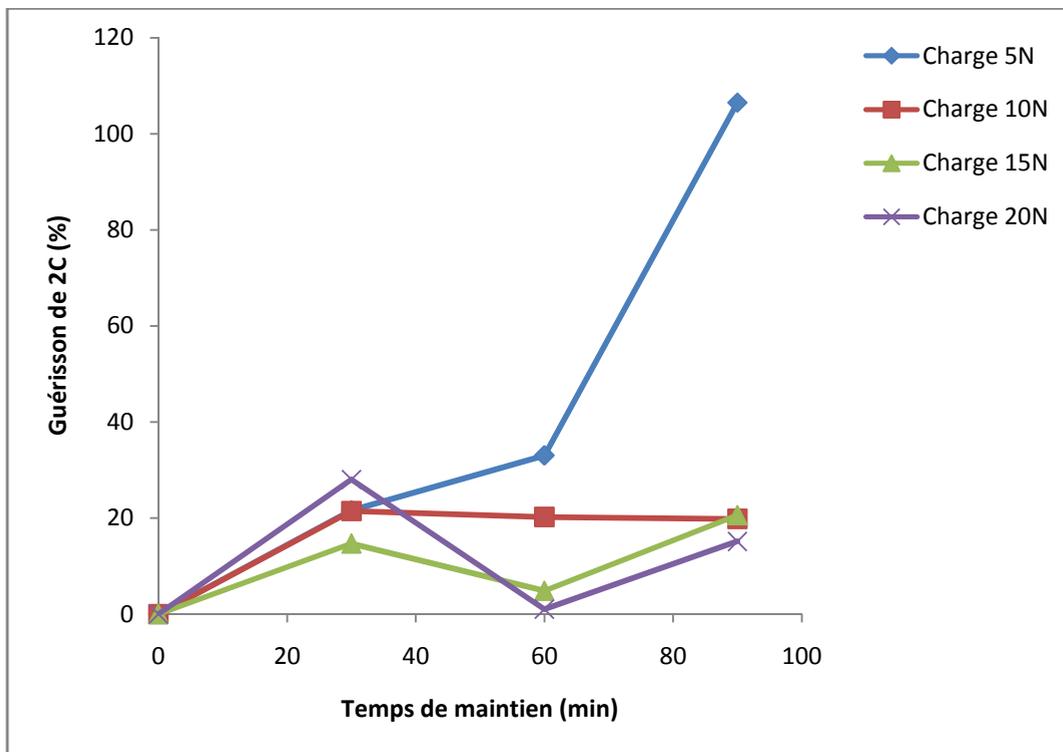


Figure 4.8 : Evolution de la guérison des fissures 2C après un recuit à 620°C à différents temps de maintien.

4.3.2- Effet de la température de traitement sur les longueurs des fissures :

Le tableau 4.4 représente les valeurs des 2C (µm) obtenues par indentation avec différentes charges (5, 10, 15, 20) N en fonction de différentes température de recuit (0, 530, 560, 590, 620) °C, pour un temps de maintien 30 min.

Température de traitement (°C)	2C (P=5N)	2C (P=10N)	2C (P=15N)	2C (P=20N)
0	199,675 ± 22,85	233,059 ± 7,01	301 ± 10,55	397,46 ± 9,15
530	197,907 ± 27,08	196,95 ± 4,59	290,799 ± 48,35	361,696 ± 25,49
560	142,659 ± 10,32	213,958 ± 19,32	292,721 ± 45,70	365,198 ± 17,11
590	149,474 ± 1,83	220,491 ± 23,99	293,739 ± 27,84	363,079 ± 7,06
620	164,209 ± 46,55	191,966 ± 17,65	262,487 ± 52,48	310,552 ± 42,38

Tableau 4.4 : Valeur de 2C (µm) après un recuit à différentes températures pour un temps de maintien 30min.

La figure 4.9 montre l'évolution du taux de guérison des fissures radiales après un recuit à différentes températures (530, 560, 590, 620) °C pour un temps de maintien 30 min. Les longueurs initiales moyennes des fissures radiales pour les charges 5N, 10N, 15N et 20N sont respectivement 199,675 µm, 233,059µm, 301µm et 397,46 µm.

On voit que lorsqu'on augmente la température de recuit, le taux de guérison augmente jusqu'à une valeur maximale où la longueur guérie est de 142,659µm, donc le taux de guérison est de 71,45%, cela à une température de recuit 560°C. Au-delà de cette température, le taux de guérison subit une certaine diminution, cela est pour une charge de 5N. Pour les charges 10N, 15N, 20N L'allure des courbes est presque similaire c.à.d. un taux de guérison important pour une température de 530°C, après le taux subit une diminution à 560°C et 590°C qui prend des valeurs importantes : 82,37%, 87,204%, 78,13% respectivement pour les charges 10N, 15N, 20N à 620°C.

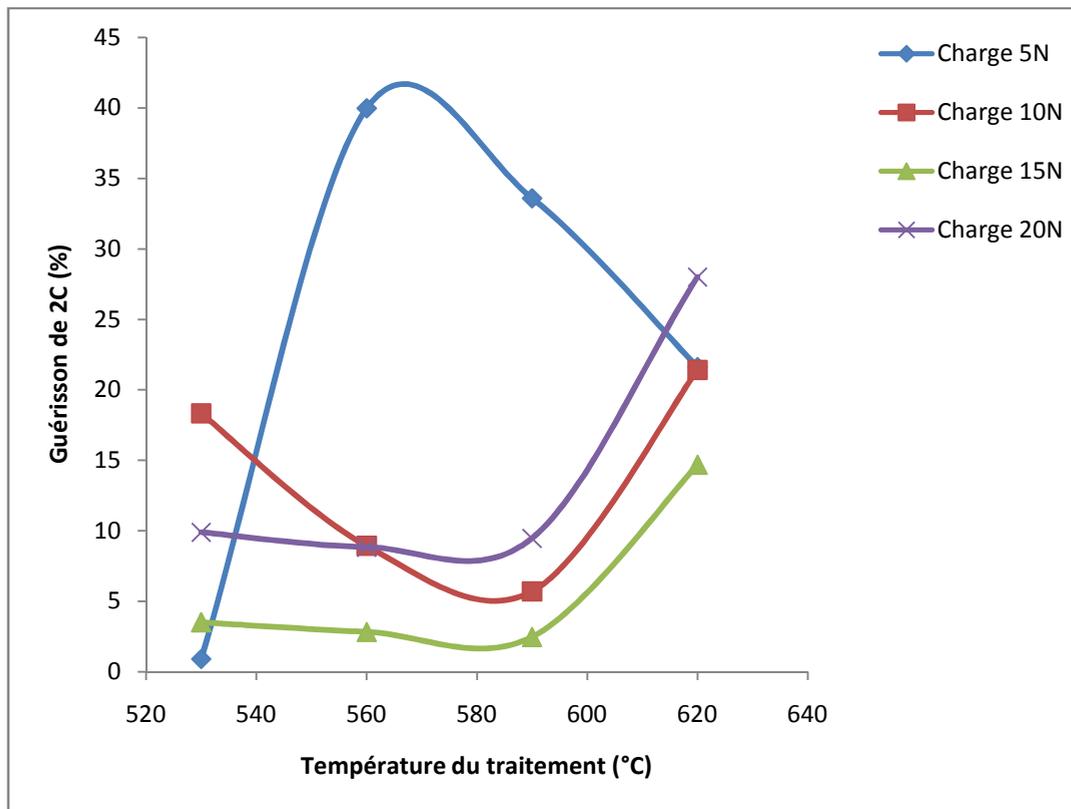


Figure 4.9 : Evolution de la guérison des fissures 2C après un recuit à différentes températures avec un temps de maintien 30 min.

L'évolution de la guérison des fissures 2C après un recuit à différentes températures avec un temps de maintien 60 min est présentée sur la figure 4.10, le taux de guérison maximale est de 75,16%, 83,21% pour les charges 5N, 10N respectivement à une température de recuit 620°C. A une température de traitement 560°C, le taux de guérison est maximal pour les charges 15N, 20N, il est de 88,7% et 87,15% respectivement.

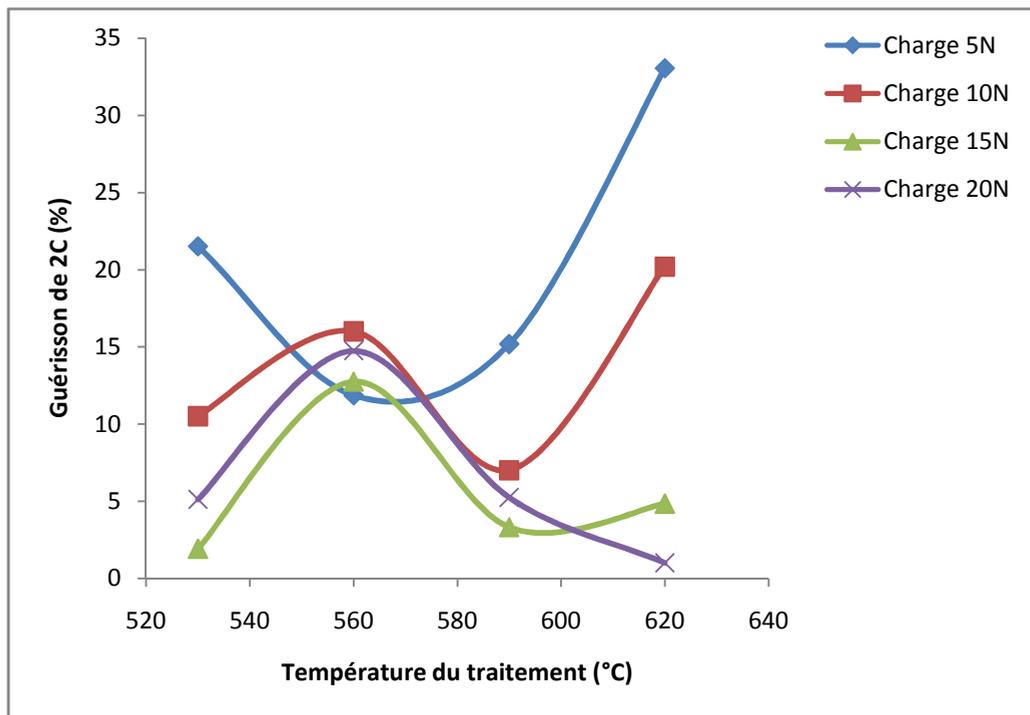


Figure 4.10 : Evolution de la guérison des fissures 2C après un recuit à différentes températures avec un temps de maintien 60 min.

L'évolution de la guérison des fissures après un recuit à différentes températures avec un temps de recuit 90 min est mentionné sur la figure 4.11.

L'allure générale des courbes montre que l'augmentation de la température de recuit cause en premier lieu une augmentation du taux de guérison. Après certaine température (généralement au-dessus de T_g) il y aura une diminution du taux de guérison. Cette diminution peut être expliquée comme suit :

Lorsqu'on chauffe le verre à une température au dessus de T_g et sera refroidi lentement, la dévitrification, peut avoir lieu. Lors du refroidissement, les zones cristallisées ayant des caractéristiques différentes de la structure causent une dilatation préférentielle menant à l'apparition de contraintes. Celles-ci agissent sur la fissure déjà guérie et provoquent une certaine croissance par conséquent le taux diminue. Aussi à haute température, il peut y avoir aussi une adhérence de la poussière à la surface du verre. Cette poussière qui peut avoir des caractéristiques ($E, \alpha \dots$) différentes de celles du verre.

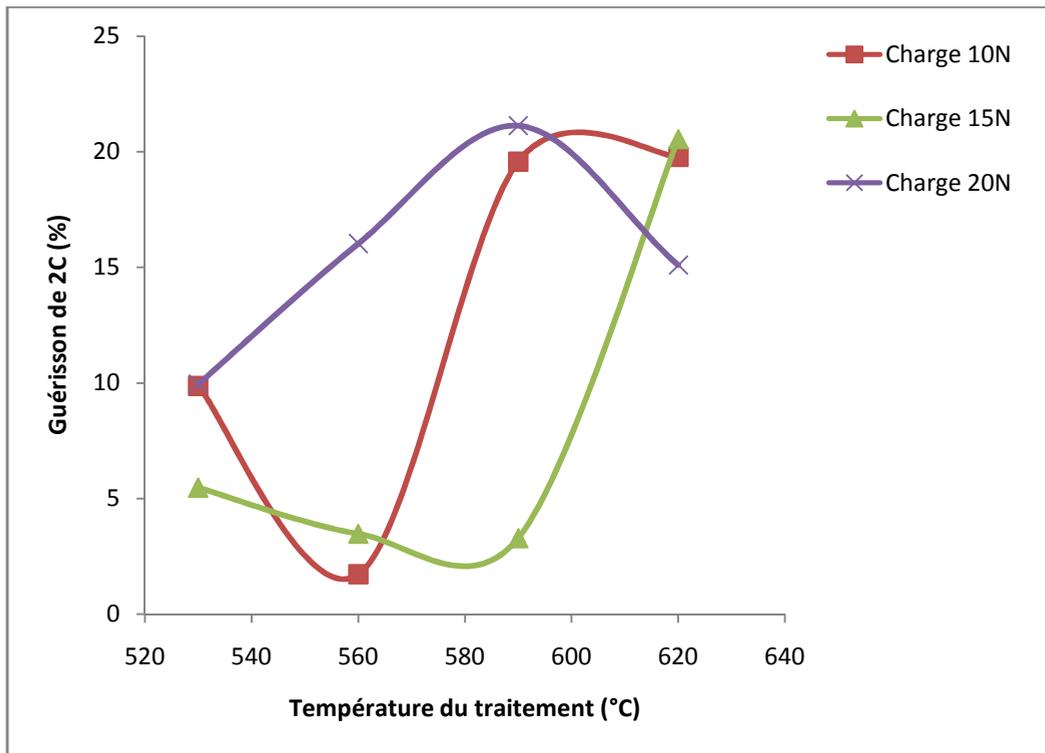


Figure 4.11: Evolution de la guérison des fissures 2C après un recuit à différentes températures avec un temps de maintien 90 min.

La diminution des longueurs guéries a été observée par X. Carbonneau en traitant le zircon indenté (P=98N), à différentes températures [CARB 97]. Elle est observée aussi par M. Kolli en traitant le verre silico-sodo-calcique (fabriqué par SiSicam- Turquie-) à différentes températures de recuit et différents temps de maintien.

Selon Carbonneau [CARB 97], il a été montré que dans les verres, la guérison ne correspondait pas à une diminution de la longueur de fissure. Pour des recuits à la température de transition vitreuse, il y a émoussement du fond des fissures. En général, il y a différentes étapes intervenant lors de la guérison de fissures. Cette dernière se produit par une régression continue à partir du fond de fissure ou par un pontage le long des lèvres de la fissure. Ce mécanisme conduit à la formation de cavités cylindriques instables qui vont ensuite se transformer en sphères. Ces cavités sont par la suite éliminées ou peuvent coalescer. Il existe un lien étroit entre l'ouverture de la fissure et la vitesse de guérison. Les processus de guérison sont donc liés à la taille des défauts [CARB 97].

La figure 4.12 présente quelques micrographies d'empreintes Vickers, réalisé avec différentes charges et traité thermiquement à différentes températures et différent temps de maintien, les autres micrographies sont placées en annexe.

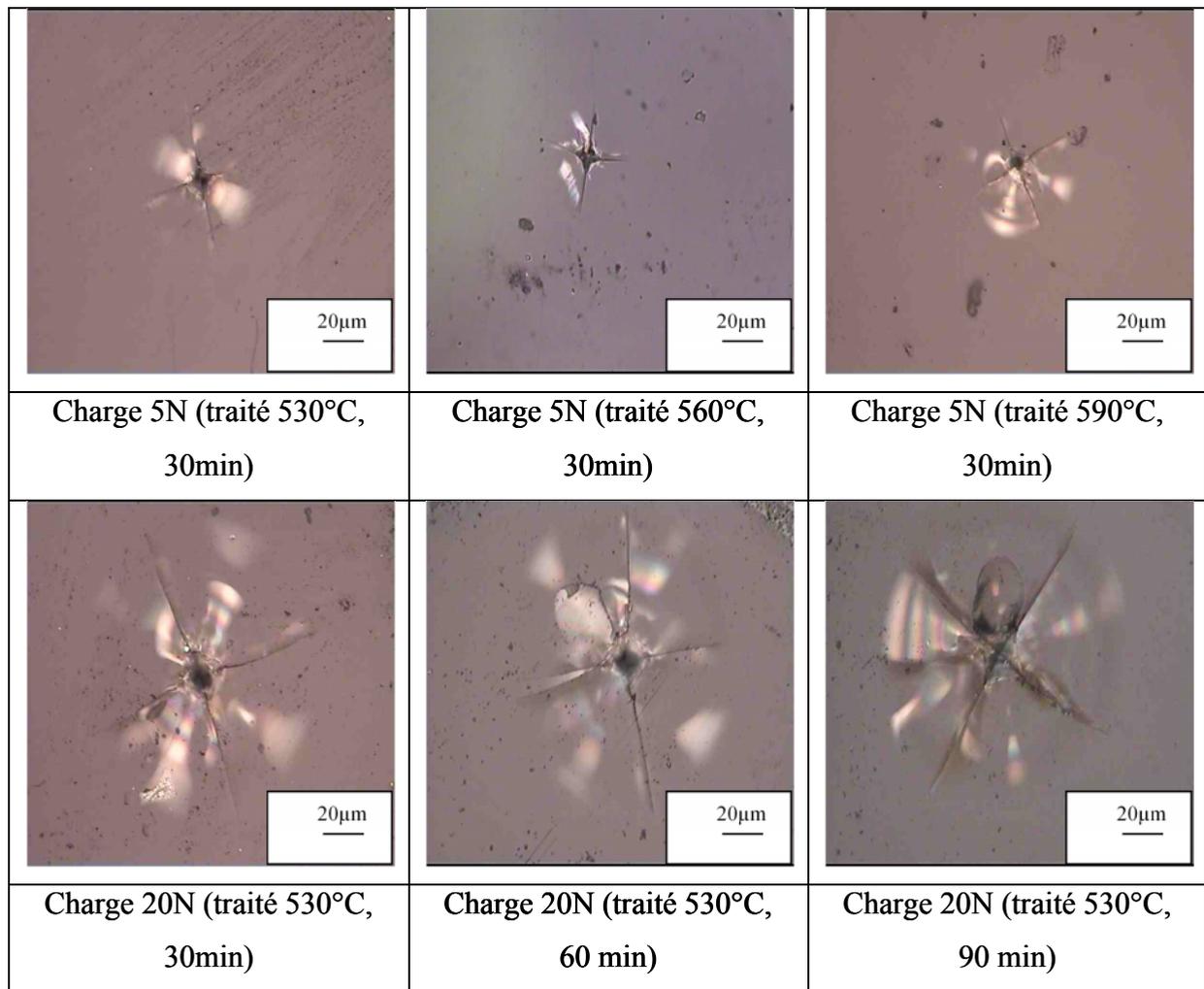


Figure 4.12 : Micrographies d’empreintes Vickers, réalisées avec différentes charges et traitées thermiquement à différentes températures et à différents temps de maintien.

4.4- EFFET DU L’ECHANGE IONIQUE SUR LES LONGUEURS DES FISSURES:

Dans la figure 4.13, nous avons présenté l’évolution de la longueur des fissures radiales avant et après un traitement thermochimique de type échange ionique (KNO_3) effectué à une température de 480°C pendant 2h.

A première vue, nous notons que l’échange ionique provoque une guérison des fissures radiales. Cette guérison est importante pour les faibles charges, mais elle diminue avec l’augmentation de la charge d’indentation. A titre d’exemple, pour une charge d’indentation de 5N, la longueur initiales 2C est de 199 μm , après le traitement, la fissure ne mesure que 116 μm . Pour une charge plus importante (20N), la longueur des fissures radiales avant l’échange ionique est de 397 μm , elles atteignent après échange une longueur de 374

μm (figure 4.14). A mesure que la charge d'indentation est plus importante, les contraintes résiduelles de tension le sont aussi. Par conséquent il est plus difficile de les réduire par l'échange ionique. Ce dernier provoque des contraintes de compression qui s'opposent à celles générées par indentation.

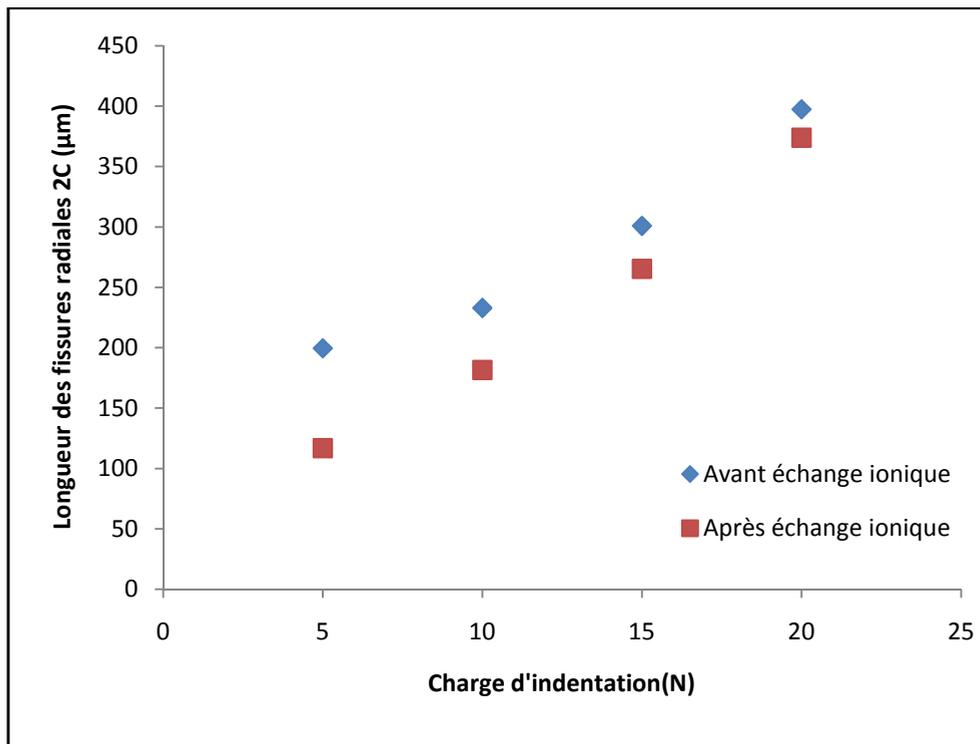


Figure 4.13 : Longueur des fissures radiales (2C) avant et après l'échange ionique.

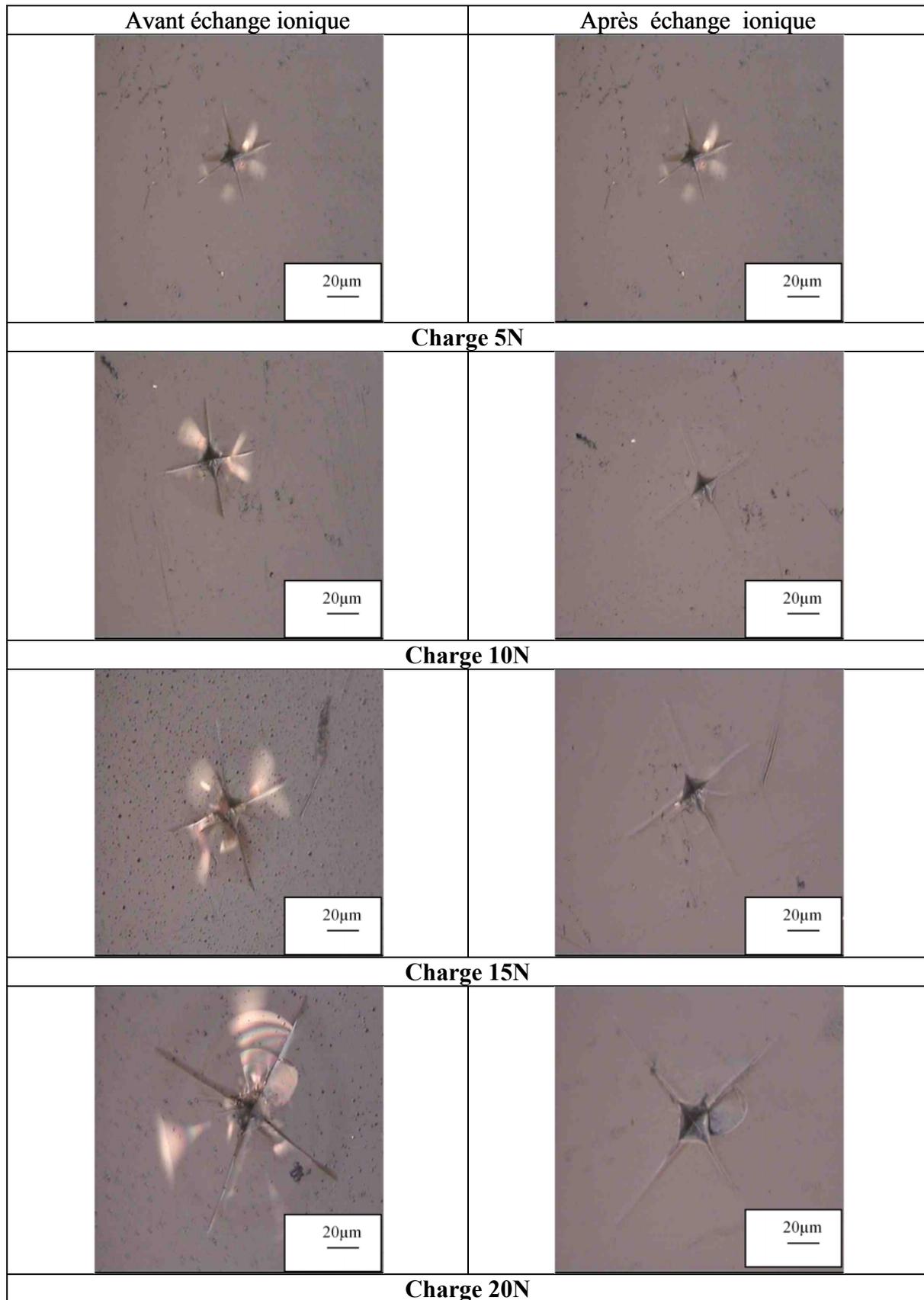


Figure 4.14: Empreintes d'indentation Vickers avec différentes charges avant et après l'échange ionique.

4.5- EVOLUTION DE LA RESISTANCE MECANIQUE :

La figure 4.15 représente l'évolution de la résistance mécanique des échantillons indentés avec une charge de 5N en fonction de la température de recuit (530, 560, 590, 620) °C et pour différents temps de maintien (30, 60, 90) min.

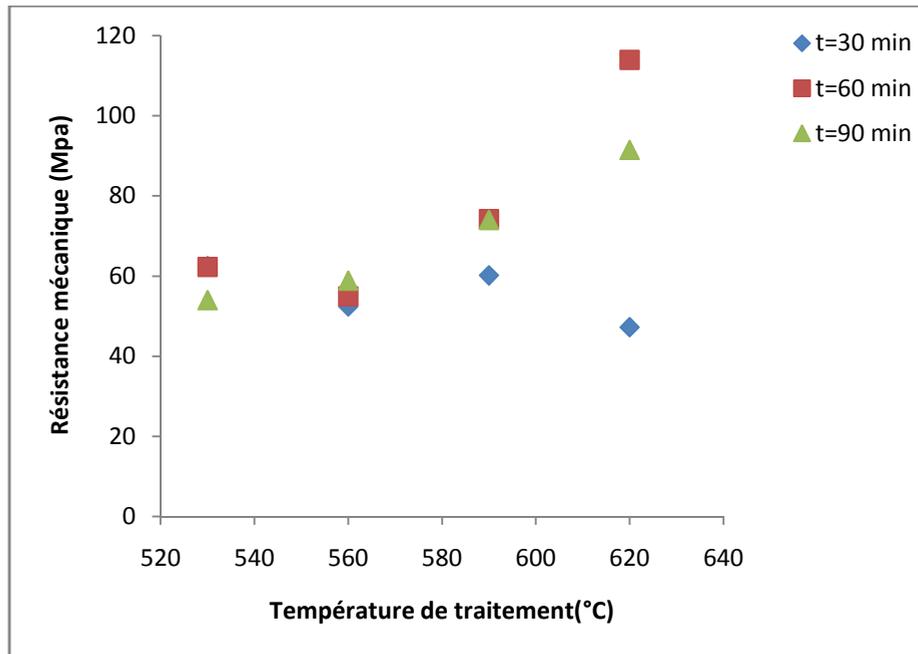


Figure 4.15: Evolution de la résistance mécanique des échantillons indentés avec une charge de 5N en fonction de la température de recuit, pour différents temps de maintien.

On remarque que l'augmentation de la température de recuit provoque l'augmentation de la résistance mécanique, pour des temps de maintien 60 min et 90 min, elle atteint $(113,92 \pm 25,16)$ MPa et $(91,46 \pm 18,26)$ MPa respectivement pour une température de recuit 620°C.

Alors qu'un recuit pendant 30 min, la valeur maximale de la résistance mécanique est $(62,43 \pm 8,09)$ MPa à 530°C, qui diminue légèrement pour les autres températures de recuit.

L'allure des courbes de la figure 4.16 qui présente l'évolution de la résistance mécanique pour une charge de 10N dans les conditions précédentes est presque la même que la figure 4.15.

Pour une charge de 15N comme présente la figure 4.17, la résistance mécanique atteint une valeur maximale $(87,53 \pm 21,52)$ MPa pour un temps de maintien 60 min et a une température 620°C, par contre à 90 min pour la même température, elle est de $(81,69 \pm 20,16)$.

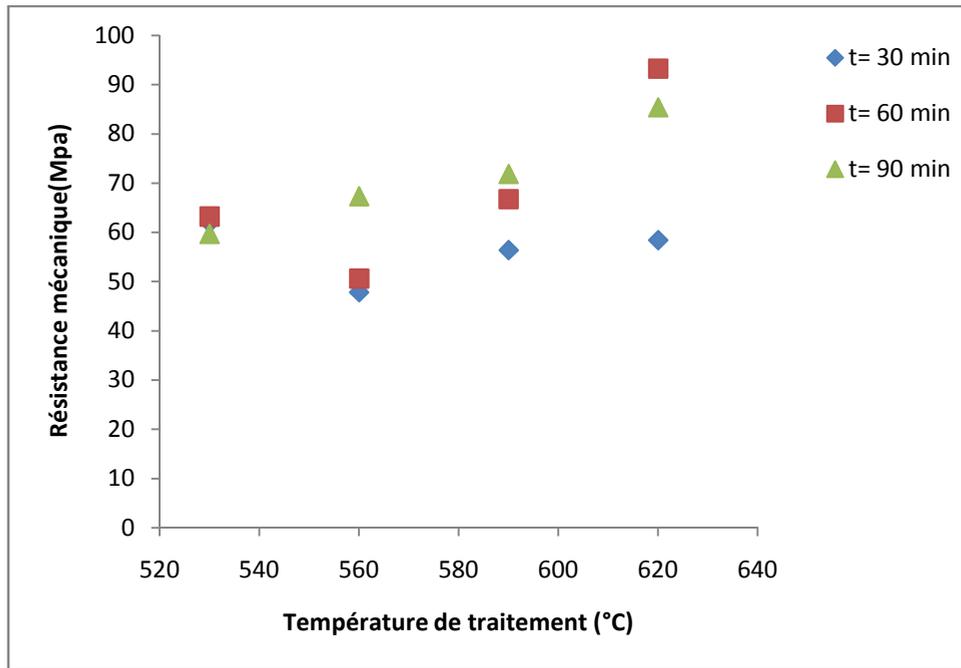


Figure 4.16: Evolution de la résistance mécanique des échantillons indentés avec une charge de 10N en fonction de la température de recuit, pour différents temps de maintien.

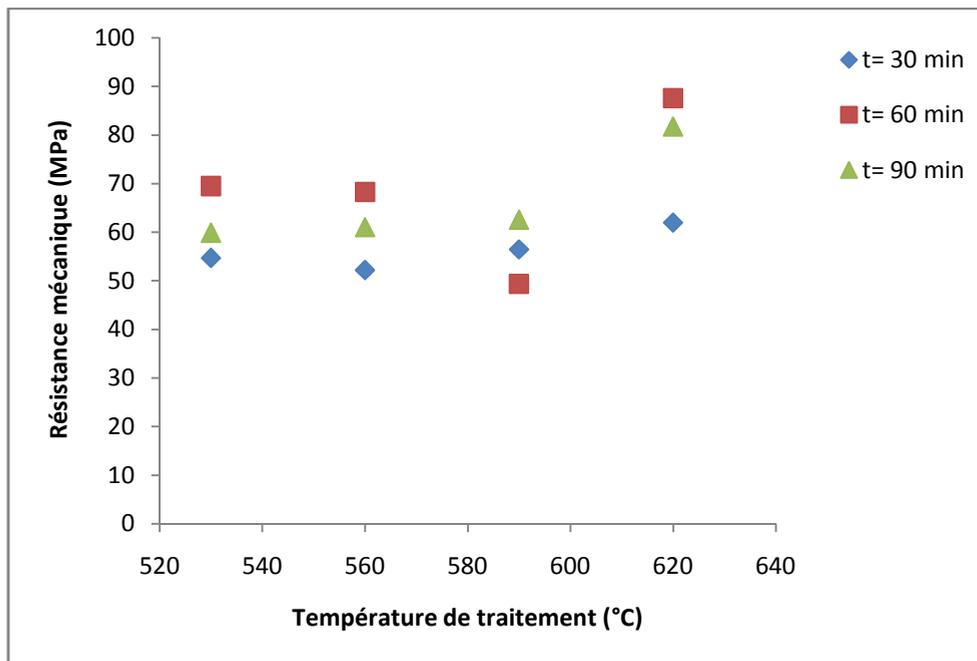


Figure 4.17: Evolution de la résistance mécanique des échantillons indentés avec une charge de 15N en fonction de la température de recuit, pour différents temps de maintien.

On peut conclure que l'augmentation du temps de maintien de recuit induit une diminution de la résistance mécanique et pourtant à 30 min et 620°C la résistance mécanique est $(61,93 \pm 5,46)$ MPa. Il y aura toujours un affaiblissement quand on prolonge la durée de recuit, cet affaiblissement a été attribué à :

- La dévitrification qui peut avoir lieu.
- Le développement de nouvelles fissures de Griffith dues aux échanges du verre avec son ambiant.

La figure 4.18 montre l'évolution de la résistance mécanique des échantillons, indentés avec une charge de 20N, en fonction de la température de recuit à différents temps de maintien.

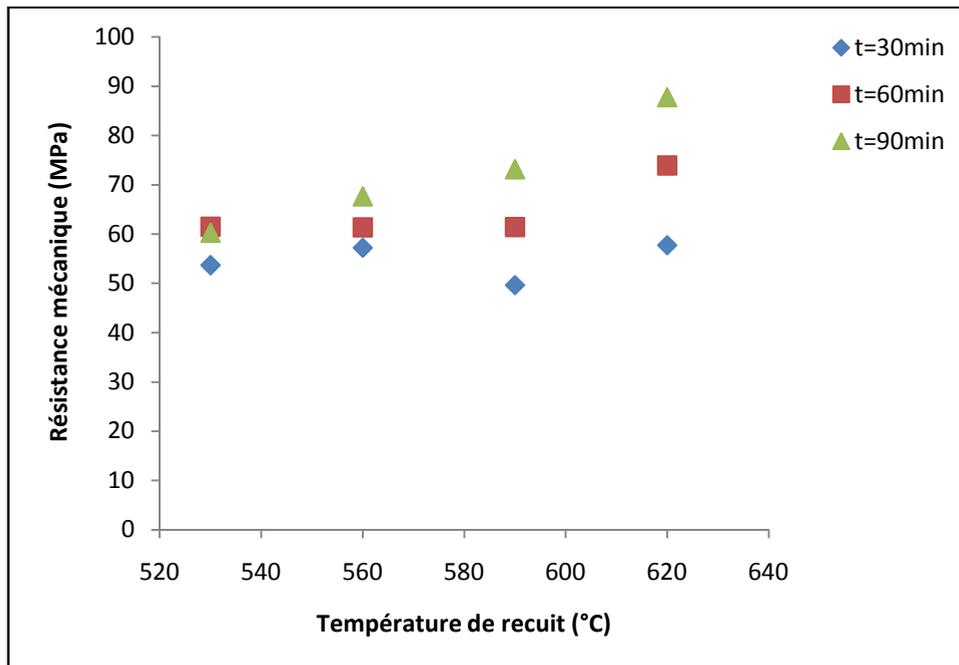


Figure 4.18: Evolution de la résistance mécanique des échantillons indentés avec une charge de 20N en fonction de la température de recuit, pour différents temps de maintien.

Nous remarquons que les allures sont presque identiques pour les différents temps de maintien et les différentes températures. Lorsqu'on élève la température de recuit, la résistance mécanique augmente jusqu'à une valeur maximale 87,72 MPa. Cette valeur s'approche de celle du verre saint (non indenté). Les défauts (fissures médianes) créés par l'indentation diminuent à mesure que la température de traitement augmente (figure 4.19). Cette guérison est causé par l'écoulement visqueux du verre à mesure que la viscosité

diminue (température augmente). Cela influe sensiblement sur les valeurs des résistances mécaniques.

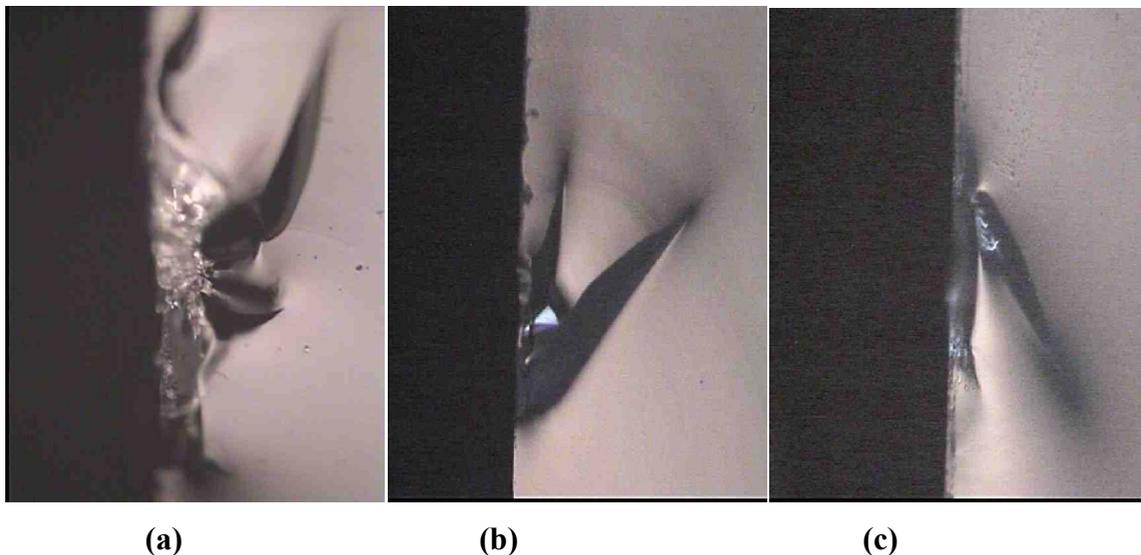


Figure 4.19: Photographies des faciès de rupture. Fissures médianes obtenues à l'aide d'une charge d'indentation de 20N. (a) verre brut, (b) verre recuit à 590°C pendant 30min, (c) verre recuit à 620°C pendant 30min.

Ces résultats ressemblent à ceux trouvés par Yasutake et mentionnés par Carbonneau [CARB 97]. Il a étudié la guérison des fissures dans des monocristaux de silicium en mesurant l'évolution de la contrainte à la rupture en flexion d'échantillons indentés (indentation Knoop) sur la face en tension. L'augmentation de la contrainte à la rupture avec la température de traitement thermique est attribuée à la relaxation des contraintes résiduelles qui permet un rapprochement des lèvres de la fissure, suivi d'un recollement dû à la formation d'une fine couche de silice.

4.6- ETUDE DES CONTRAINTES RESIDUELLES D'INDENTATION PAR PHOTOELASTICIMETRIE:

L'étude des contraintes résiduelles par photoélasticimétrie nécessite la réalisation des empreintes Vickers avec différentes charges. Par la suite, ces empreintes sont visualisées à l'aide du microscope optique Leica DM1000. Les photographies des empreintes sont prises avec un appareil numérique dont le grossissement optique est de 3x. Nous avons suivi l'évolution de ces contraintes en fonction du temps (après indentation), 1.5h, 6h, 24h, 30h, 48h, 54h, 72h et 96h.

L'opération de traitement d'image a été faite en utilisant le logiciel de traitement d'image (Photoshop7). Ces images sont traitées dans un intervalle de longueur d'onde compris entre 445 nm et 500 nm selon les couleurs observées autour de l'empreinte, avec une tolérance égale à 10 nm. Les valeurs trouvées sont présentées par la courbe de la figure 4.20.

Vu le grand nombre des longueurs d'ondes traitées, les différentes charges et la relaxation des contraintes avec les différents temps. Nous présentons ici seulement la relaxation des contraintes résiduelles d'indentation en choisissant la longueur d'onde $\lambda = 475$ nm, dans deux cas : le verre recuit à une température 530°C pendant 30 min et le verre traité thermochimiquement par échange ionique à une température de 480°C pendant 2 h, indenté avec une charge 20N.

La figure 4.21 représente une empreinte d'indentation à 20 N observée par microscope optique muni d'un polariseur et d'un analyseur. Les parties les plus brillantes représentent les zones les plus denses. Par conséquent les contraintes sont plus importantes, ce qui conduit à une différence de chemin optique (δ).

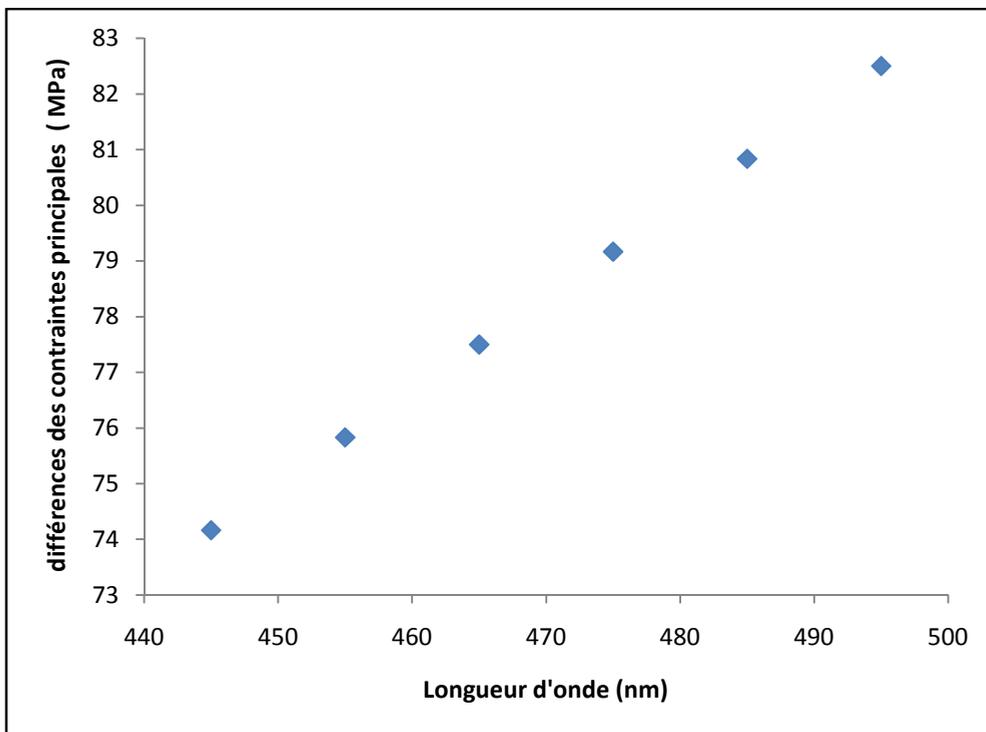


Figure 4.20: Evolution des différences de contraintes principales en fonction de la longueur d'onde.

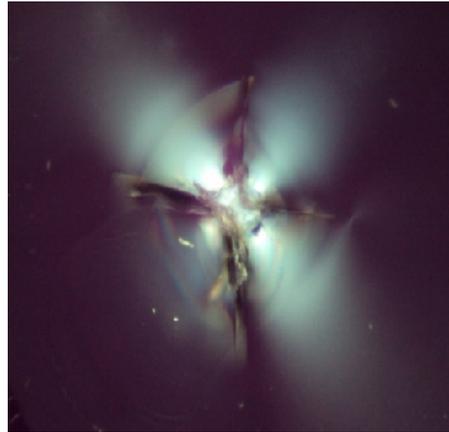


Figure 4.21: Photos d'une empreinte juste après indentation créée avec une charge de 20N sur un verre recuit à 530°C pendant 30min.

Le même traitement optique a été effectué pour les indentations réalisées à 20 N sur du verre ayant subi un échange ionique au nitrate de potassium (à 480°C pendant 2h). La figure 4.22 montre que la superposition des contraintes de compression de la trempe thermo-chimique avec les contraintes d'indentation engendre un état de contraintes résultantes différent de celui observé sur du verre recuit.

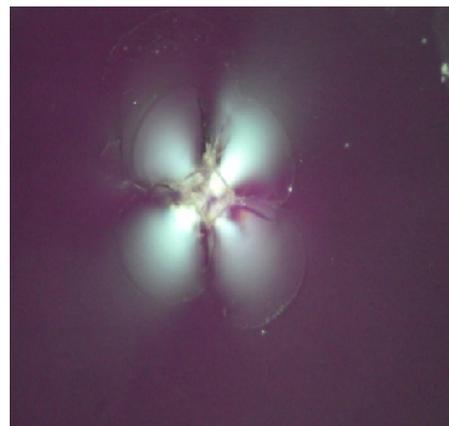


Figure 4.22: Photos d'une empreinte juste après indentation créée par une charge de 20N d'un verre traité chimiquement (échange ionique).

Nous avons suivi, par photoélasticimétrie, la relaxation des contraintes d'indentation en fonction du temps de stockage. La figure 4.23 représente les iso chromes, après traitement des photos, pour des indentations (20 N) effectuées sur du verre recuit à 530°C durant 30 min. Nous notons que les contraintes se relaxent avec le temps. Cela est visible avec la surface des iso chromes qui diminue surtout lors des deux premiers jours de stockage

Les iso chromes obtenus pour les indentations effectuées sur du verre traité par échange ionique sont représentés sur la figure 4.24. Il apparait que le temps de stockage influe d'une façon moindre sur les iso chromes. Ce constat s'explique par les contraintes de trempé qui sont plus intenses relativement au verre recuit.

		
Après indentation	Après 1h30min	Après 6h
		
Après 24h	Après 30h	Après 48h
		
Après 54h	Après 72h	Après 96h

Figure 4.23 : Iso chromes obtenus sur du verre recuit pour une indentation à 20 N ($\lambda= 475$ nm) en fonction du temps.

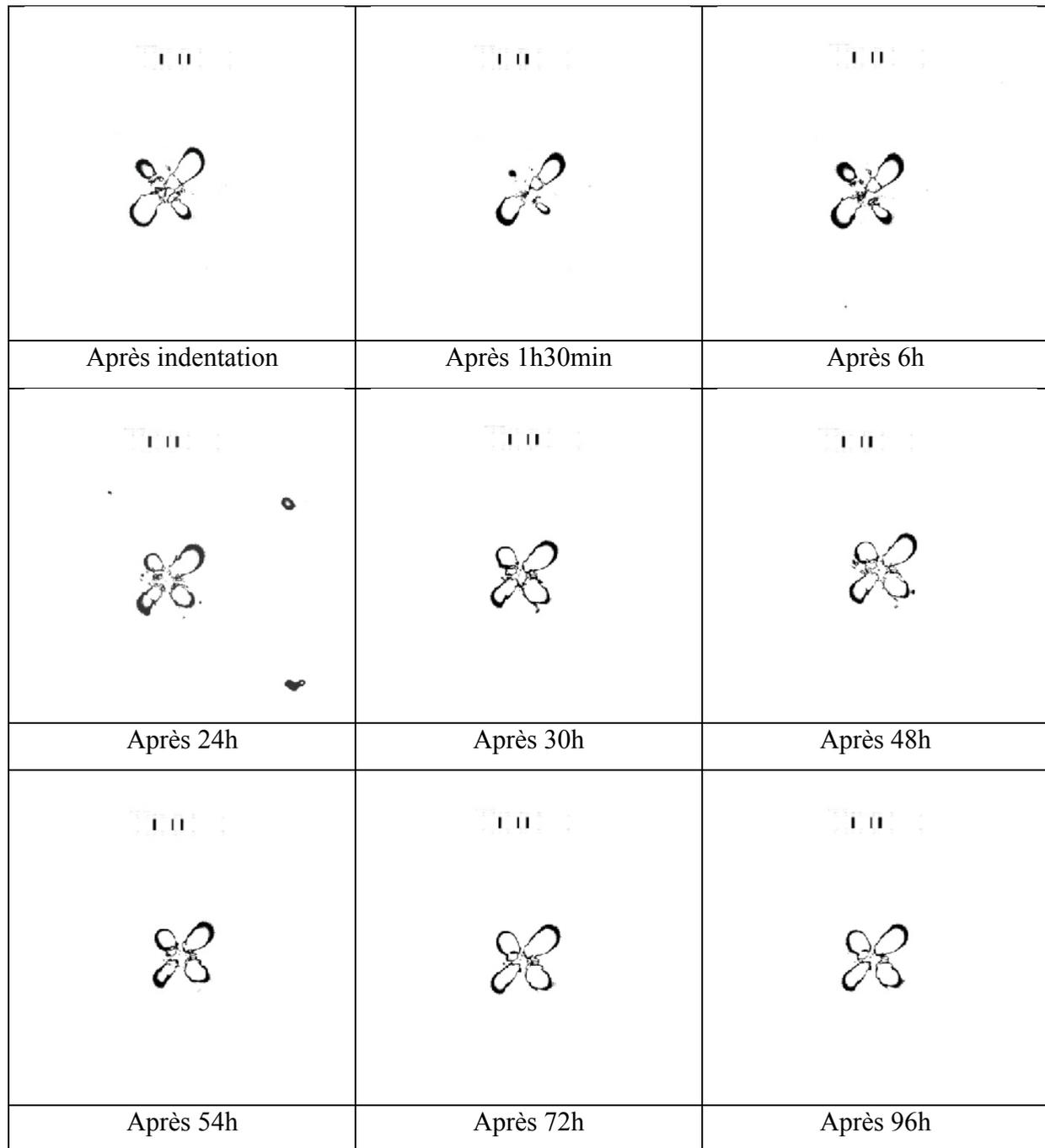


Figure 4.24: Iso chromes obtenus sur une indentation à 20 N, verre trempé chimiquement, avec ($\lambda = 475 \text{ nm}$) en fonction du temps de stockage.

Si une empreinte, réalisée sur du verre recuit, suivi d'un traitement de trempé chimique (après indentation) l'état des contraintes et tout à fait différent comme le montre la figure 4.25. Cela veut dire que lors de la superposition, l'incorporation de contraintes résiduelles d'indentation avant ou après la trempé chimique modifie sensiblement le champ de contraintes résultant.

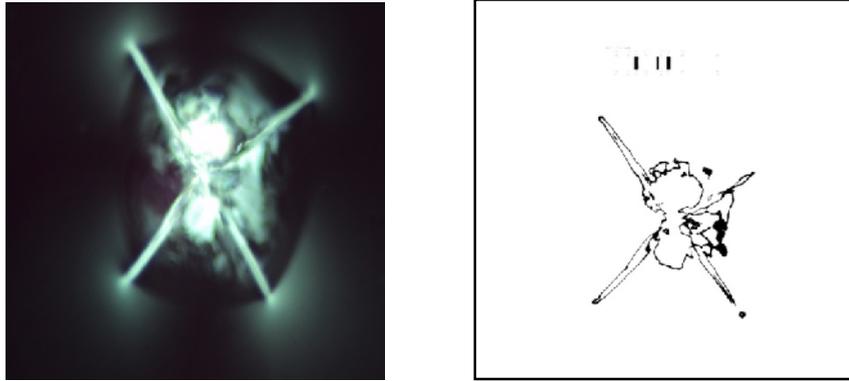


Figure 4.25: Photo d'une empreinte créée par une charge de 20N d'un verre indenté puis traité chimiquement (échange ionique) et de l'iso chrome correspondant.

CONCLUSION GENERALE

A travers cette étude, nous nous sommes intéressés à deux points clés, de la fragilité et la source de la large différence entre la résistance mécanique théorique et pratique du verre, qui sont: les contraintes résiduelles et les fissures superficielles préexistantes.

Nous avons mis en évidence la répercussion du temps de stockage sur les longueurs des fissures radiales produites par différentes charges d'indentation.

Nous avons aussi traité l'effet de deux types de traitements : thermique (recuit), thermochimique (échange ionique) sur :

- L'évolution des fissures radiales obtenues par indentation avec différentes charges (5, 10, 15, 20) N.
- La relaxation des contraintes résiduelles d'indentation. L'influence de ces traitements sur les contraintes est déterminée par photoélasticimétrie.
- La taille de défauts introduits sur la résistance mécanique.

Sur la base des résultats expérimentaux obtenus, nous pouvons conclure que:

- L'augmentation de la charge d'indentation induit une augmentation de la taille des défauts (fissures radiale et médiane).
- La longueur des fissures radiales dans les deux directions (parallèle et perpendiculaire) des empreintes Vickers augmente avec le temps de stockage quelque soit la charge d'indentation jusqu'à la stabilisation après un certain temps de relaxation. Ce dernier dépend directement de la charge d'indentation.
- La température et le temps de maintien du recuit sont des paramètres qui déterminent le taux de guérison des fissures superficielles.
- L'augmentation du temps de maintien pendant le recuit (les traitements prolongés) peuvent mener à une diminution du taux de guérison.
- L'échange ionique provoque une guérison des fissures radiales. Cette guérison est importante pour les faibles charges, mais elle diminue avec l'augmentation de la charge d'indentation.
- Les différents traitements induits des améliorations importantes sur la résistance mécanique.
- La photoélasticimétrie est un moyen efficace pour suivre la relaxation des contraintes résiduelles créées par indentation.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[**ADOB 10**] : **site web** : www.adobe.com, dernière modification de cette page le 30 aout 2010.

[**ANDR 02**] : **ANDREW Rodney**, « First look at adobe Photoshop7 », 2002.

[**ARUN 10**] : **ARUN K.Varshneya**, «The physics of chemical strengthening of glass: Room for new view», Journal of Non-Crystalline Solids, pp. 1-6, 2010.

[**AYAT 10**] : **AYATOLLAHI. M. R, NEJATTI. M**, « Experimental evaluation of stress field around the sharp notches using photoelasticity », Journal of Materials and Design. Vol. 32, pp.561-569, 2010.

[**BERN 06**] : **BERNARD Cédric**, « Indentation et rhéologie de verres inorganique de 20 à 700°C », Thèse de Doctorat, Université de Rennes I, 2006.

[**BIKR 09**] : **BIKRAMJIT. Basu, DEVESH. Tiwari, DEBASIS. Kundu, RAJESH. Prasad**, «Is weibull distribution the most appropriate statistical strength distribution for brittle materials ? », Ceramics International. Vol. 35, pp. 237-246, 2009.

[**BISR 00**] : **BISRAT. Y, ROBERTS. S. G**, « Residual stress measurement by Hertzian indentation », Materials Science and Engineering A, Vol. 228, pp. 148-153, 2000.

[**BREM 04**] : **BREMAND Fabrice**, « Photoélasticimétrie plane », Atelier Photomécanique, Laboratoire de Mécanique des solides, Saint-Etienne, pp. 1-33, 6-12 Juillet 2004.

[**BRUG 03**] : **BRUGGER Charles, PENJALBERT Paul, SIMON Pierre**, «Photoélasticité », 25 Septembre 2003.

[**BOUD 96-1**] : **BOUDISSA FOUZIA**, « Etude du renforcement du verre sodocalcique par trempe chimique », Mémoire de Magister, Sétif, 1996.

[**BOUD 96-2**] : **BOUDOUKHA Lamri**, « Etude par nanoindentation de l'effet de l'implantation ionique sur le comportement mécanique de céramiques », Thèse de Doctorat, Lyon, 1996.

[BOUZ 02]: BOUZID Saïd, «Techniques de dépôt et caractérisation des couches minces», Cours post-graduation option : Optique Appliquée, Sétif, 2002.

[CARB 97]: CARBONNEAU Xavier, «Etude des propriétés thermomécaniques de Mullite Zircon et de Zircon», Thèse de Doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, Lyon, 1997.

[CHAN 07]: CHANG. C. W, LIEN. H. S, «Expansion stress analysis of ferroconcrete corrosion by digital reflection photoelasticity», NDT&E International. Vol. 40, pp. 309-314, 2007.

[CHUC 09]: CHUCHAI Anunmana, KENNETH J. Anusavice, JOHN J. Mecholsky Jr, «Residual stress in glass : Indentation crack and fractography approaches», Dental Materials. Vol. 25, pp. 1453-1458, 2009.

[DAIR 07]: DAIRI Walid, «Etude des contraintes résiduelles d'indentation dans le cas du verre», Mémoire de Magister, Sétif, 2007.

[DEMI 04]: DEMIRCI Ibrahim, «Mécanique de l'endommagement par rayure de polymères», Thèse de Doctorat, Université Strasbourg I, pp. 3, 2004.

[DONA 89]: DONALD.I.W, « Review: Methods for improving the mechanical properties of oxide glasses », Journal of Materials Science. Vol. 24, pp. 4177-4208, 1989.

[FRAN 01]: FRANCOIS Dominique, «Essais de rupture », Techniques de l'ingénieur, Traité Matériaux Métalliques, M126, 2001.

[JAME 05]: JAMES Barton, CLAUDE Guillement, «Le verre : Science et technologie», EDP Sciences, France, 2005.

[JANE 10]: JANET B. Quinn, GEORGE D. Quinn, « Review : A practical and systematic review of weibull statistics for reporting strengths of dental materials», Dental Materials. Vol. 26, pp. 135-147, 2010.

[JOHN 93]: JOHN B. Wachtman, Richard A. Haber, «Ceramic films and coating », The Center for Ceramics Research, Rutgers, the State University of New Jersey, 1993.

[HAUS 05]: HAUSSONNE Marie-Jean, «Céramiques et Verres : Principes et techniques d'élaboration », Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, 2005.

[HOUE 05]: LE HOUEROU Vincent, « Rayabilité des verres silico-sodo-calciques », Thèse de doctorat, Université de Rennes1 ,2005.

[HRMA 88]: HRMA. P, HAN. W. T and COOPER. A. R, «Thermal healing of cracks in glass», Journal of Non-Crystalline Solids. Vol. 102, pp. 88-94, 1988.

[KAIY 94]: KAIYANG Zeng and DAVID Rowcliffe, «Experimental Measurement of Residual Stress Field around a Sharp Indentation in Glass», Journal of American Society. Vol. 77, N°2, pp. 524-530, 1994.

[KAIY 95]: KAIYANG Zeng and DAVID Rowcliffe, «Vickers indentation in glass I. Residual stress fields and iso-stress contour maps», Acta Metall. Mater. Vol. 43, N°5, pp. 1935-1943, 1995.

[KAIY 98]: KAIYANG Zeng, ANTONIOS E. Giannakopoulos, DAVID Rowcliffe and PATRICK Meier, « Residual stress fields at the surface of sharp pyramid indentations», Journal of American Society. Vol. 81, N°3, pp. 689-694, 1998.

[KALK 07]: KALKOUL Mohamed, «L'étude du comportement cinétique et dynamique de l'érosion du verre plat sodo-calcique par sable», Mémoire de Magister, Sétif, 2007.

[KOLL 99]: KOLLI Mustapha, « Etude de la guérison des fissures dans le verre », Mémoire de Magister, Sétif, 1999.

[KOLL 09]: KOLLI Mustapha, HAMIDOUCHE. M, BOUAOUADJA. N, FANTOZZI. G, « HF etching effect on sandblasted soda-lime glass properties», Journal of the European Ceramic Society. Vol. 29. N°13, pp. 2697-2704, 2009.

[KREI 86]: KREIDL. N. J, «Glass: science and technology, volume3, viscosity and relaxation», Department of materials science and engineering, Cambridge, 1986.

[MADJ 04]: MADJOUBI. M. A, «Etude de la fatigue du verres par la technique de double torsion et par indentation», Thèse de Doctorat, Université de Sétif, 2004.

[MAHD 97]: MAHDAOUI Toufik, « Effet des paramètres de dépôt par pyrolyse d'une couche d'oxyde de fer sur un verre plat sur la transmission optique et les caractéristiques mécaniques», Mémoire de Magister, Sétif, 1997.

[MALO 99]: MALOU. Z, «Etude de la résistance au choc thermique du verre silico sodocalcique», Mémoire de Magister, Sétif, 1999.

[MALO 09]: MALOU Zahra, «Etude de la rupture du verre sous des contraintes thermiques», Thèse de Doctorat, Sétif, 2009.

[MANF 03]: MANFRED Dubiel, BERNHARD Roling, MANFRED Futing, « Ac conductivity and ion transport in K^+ -for- Na^+ ion-exchanged glasses: exchange experiments below and above the glass transition temperature», Journal of Non-Crystalline Solids. Vol. 331, pp. 11-19, 2003.

[MATT 06]: MATTHIAS Deuschle, FALK K. Wittel, HENRY Gerhard, GERHARD Busse, BERND-H. Kroplin, «Investigation of progressive failure in composites by combined simulated and experimental photoelasticity», Computational Materials Science. Vol. 38, pp. 1-8, 2006.

[MEI 08]: MEI Wen, CHABAGNO Jean-Michel, GARY Silverman, MAURICE Bourrel, «Edge-strengthening of flat glass with acrylate coatings», Journal of Non-Crystalline Solids. Vol. 354, pp. 5060-5067, 2008.

[PERT 03]: PERTUZ Alberto, « L'indentation Vickers et Knoop des matériaux massifs ou revêtus : Dureté, Ténacité et Adhérence», Thèse de Doctorat, Université des sciences et Technologies de Lille, 2003.

[PERR 05]: PERRIOT Antoine, «Nanoindentation de couches minces déposées sur substrat de verre de silice», Thèse de Doctorat, Université de Paris VI, 2005.

[PETE]: PETE Fuller and CHRISTA Harrelson, «Photoshop7», SDRC Educational Technology Training Center, University of Georgia, Athens GA.

[RENE 08]: RENE Gy, « Review: Ion exchange for glass strengthening», Materials Science and Engineering B. Vol. 149, pp. 159-165, 2008.

[SHI 08]: SHI. Z. M, JI. G. J, «A method to improve mechanical properties of glass plates by surface-coating titania nanofilms with sol-gel technique», Surface and Coatings Technology. Vol. 202, pp. 1350-1356, 2008.

[STEV 99]: STEVE G. Roberts, CHARLES W. Lawrence, and YORDANOS Bisrat, « Determination of surface residual stresses in brittle materials by Hertzian indentation: Theory and Experiment», Journal of American Society. Vol. 82, N°7, pp.1809-1816, 1999.

[TEST]: **TESTU. S, ETIENNE. S, RICARD. J-M**, « Renforcement mécanique du verre par trempe thermique », Laboratoire de Physique des Matériaux, Ecole des Mines de Nancy, Ecole Européenne d'Ingénieurs en Génie des Matériaux.

[TIAG 10]: **TIAGO A. Ferreira and WAYNE Rasband**, « The ImageJ user guide version 1.43 », center for research in Neuroscience McGill University, Montreal, QC, Canada, April 2010.

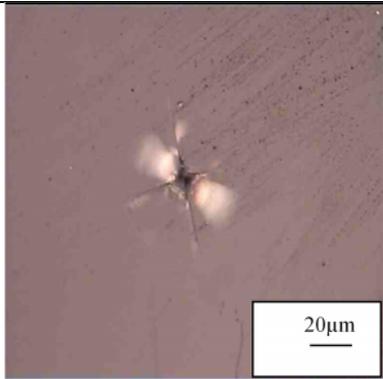
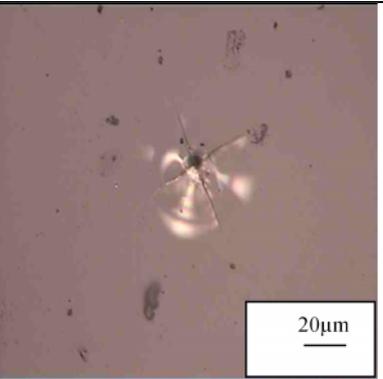
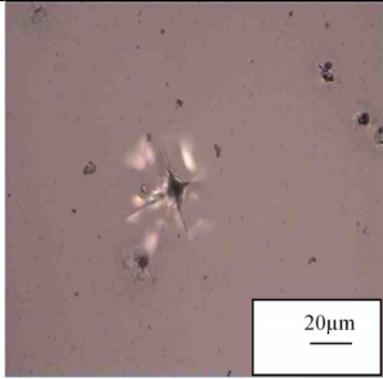
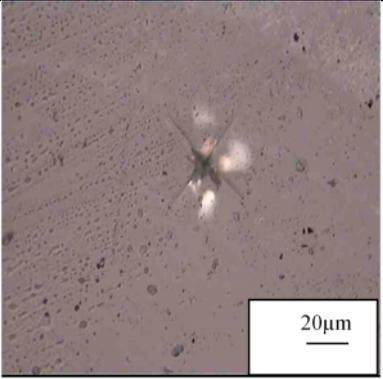
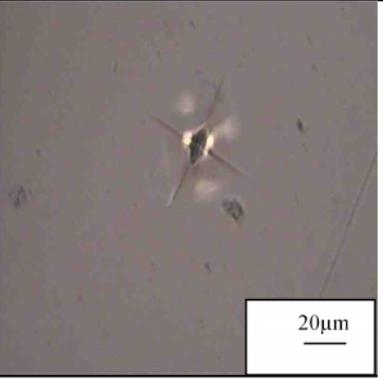
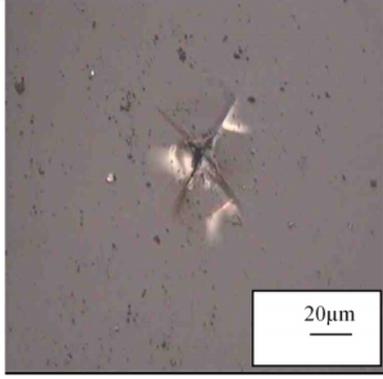
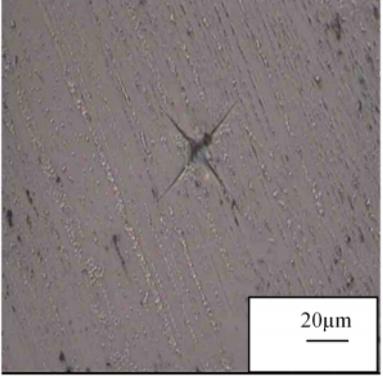
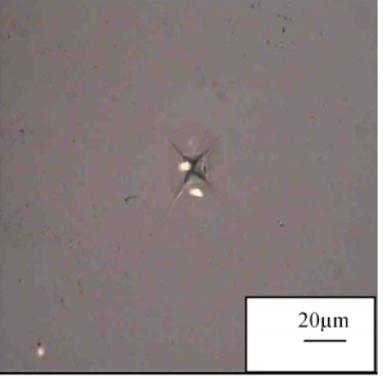
[VINC 08]: **VINCENT Keryvin**, « Contribution à l'étude des mécanismes de déformation et de fissuration des verres », Mémoire pour l'obtention de l'Habilitation à diriger des recherches, Volume 1 : Présentation de l'activité scientifique, Laboratoire de Recherche en Mécanique Appliquée de l'Université de Rennes I, 2008.

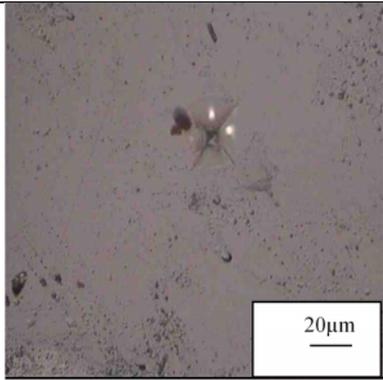
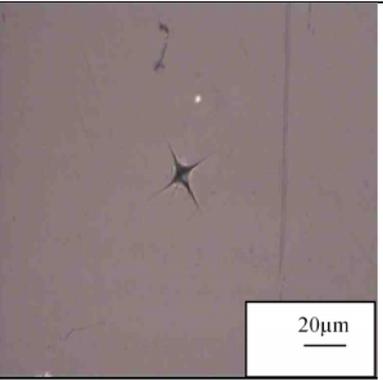
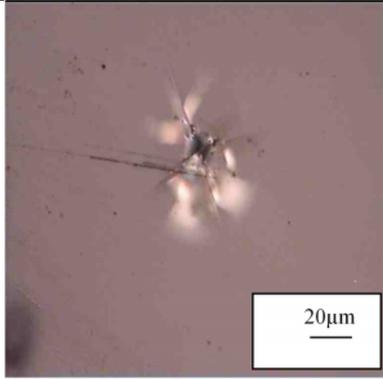
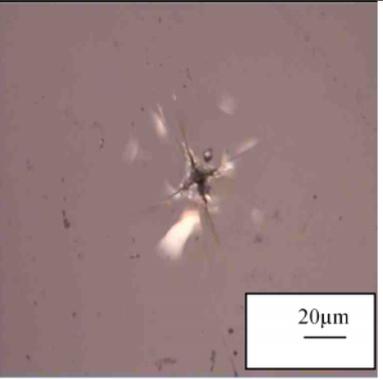
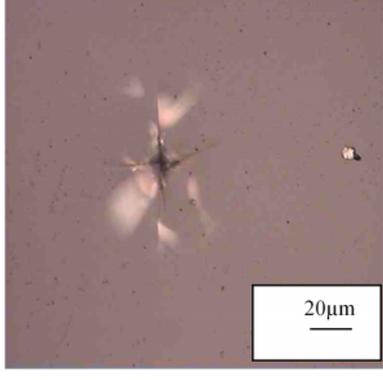
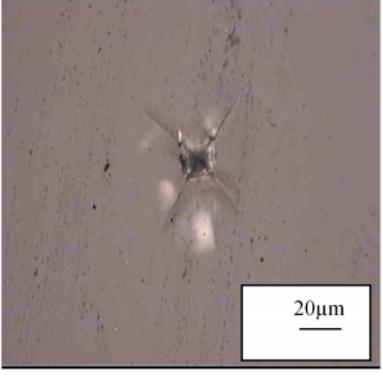
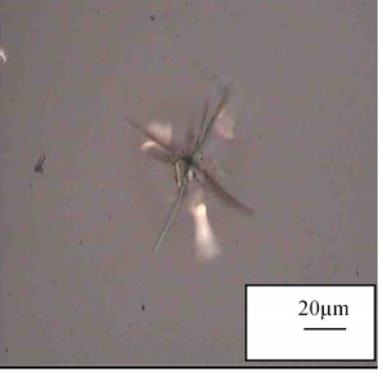
[ZAFE 07]: **ZAFEIROPOULOS. N. E, BAILLIE. C. A**, « A study of the effect of surface treatments on the tensile strength of flax fibres : Part II. Application of Weibull statistics », Composites Part A : Applied science and manufacturing. Vol. 38, pp. 629-638, 2007.

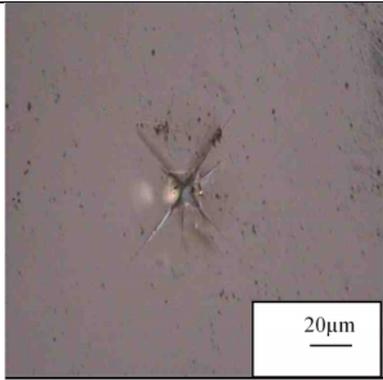
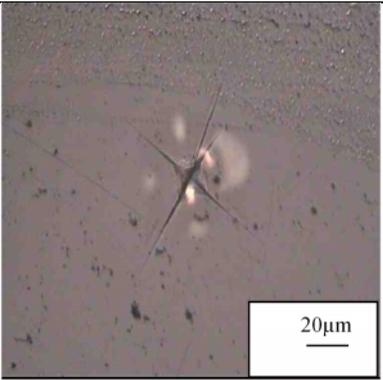
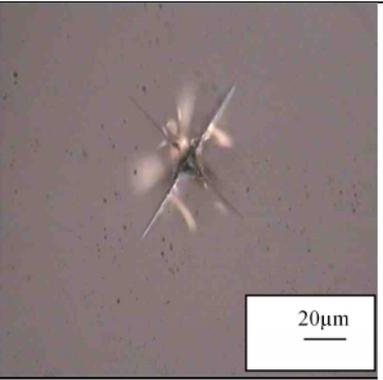
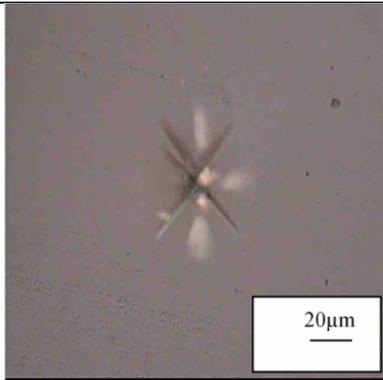
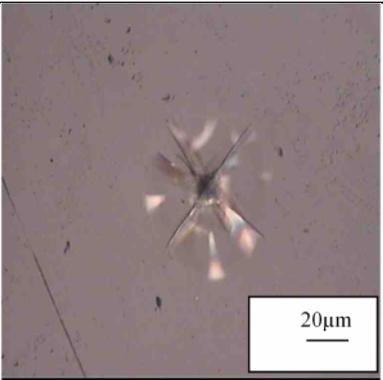
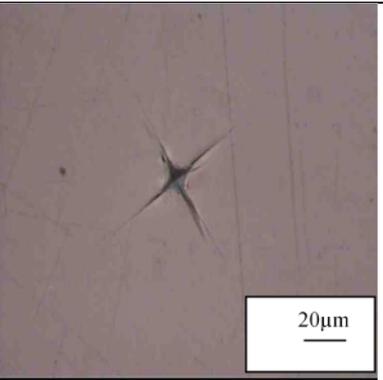
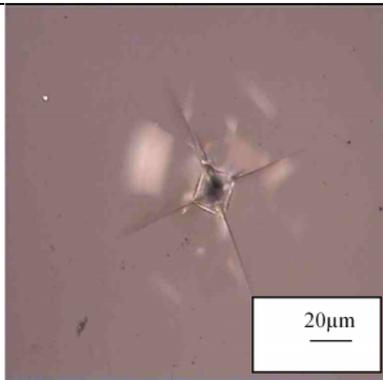
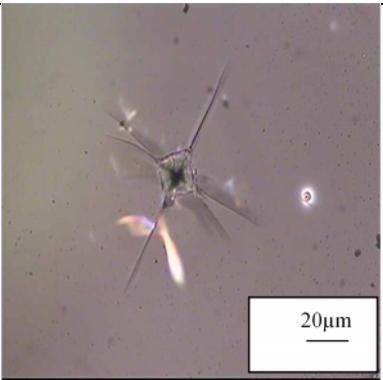
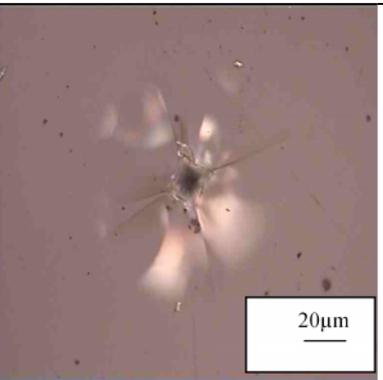
[ZARZ 82]: **ZARZYCKI. J**, « Les verres et l'état vitreux », Masson, Paris, 1982.

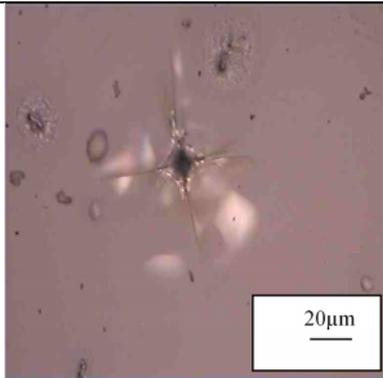
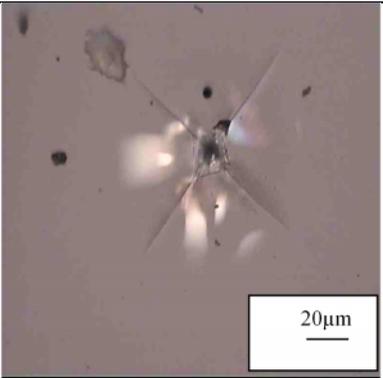
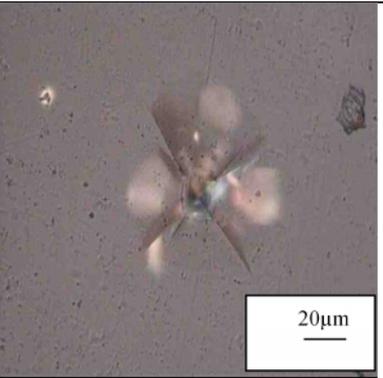
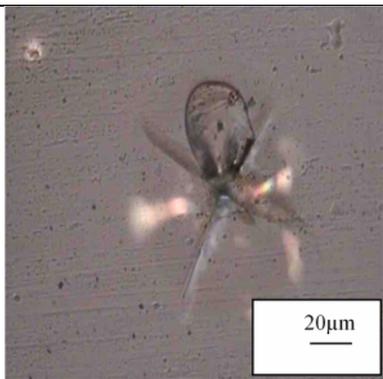
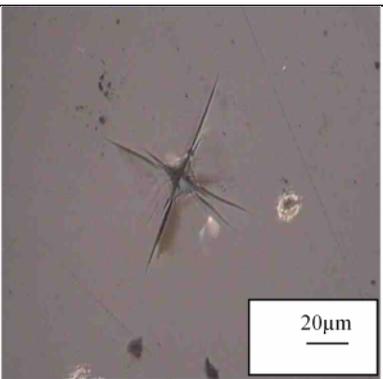
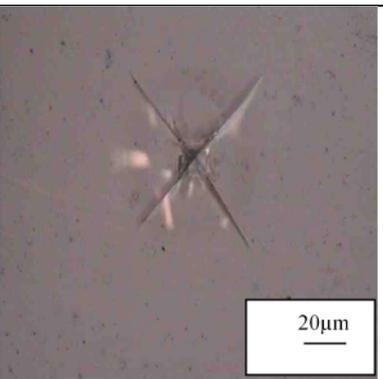
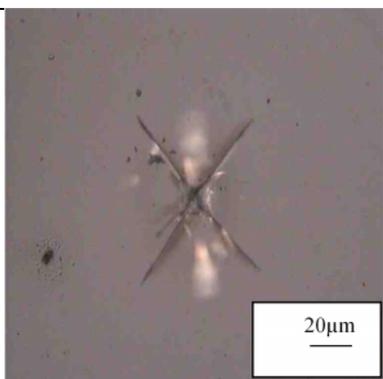
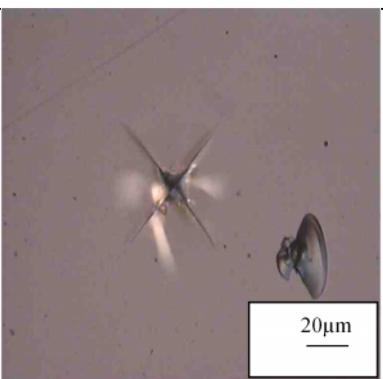
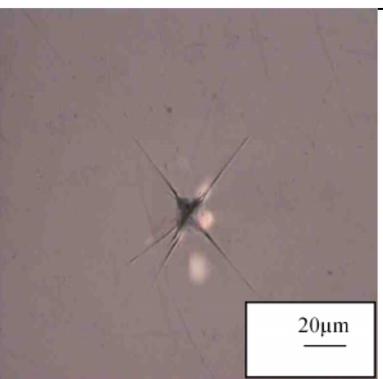
[ZINC 99]: **ZINCK. P, PAYS. M. F, REZAKHANLOU. R, GERARD. J**, « Mechanical characterisation of glass fibres as an indirect analysis of the effect of surface treatment », Journal of Materials Science. Vol. 34, pp. 2121-2133, 1999.

ANNEXES

		
Charge 5N (traité 530°C, 30min)	Charge 5N (traité 560°C, 30min)	Charge 5N (traité 590°C, 30min)
		
Charge 5N (traité 620°C, 30min)	Charge 5N (traité 530°C, 60min)	Charge 5N (traité 560°C, 60min)
		
Charge 5N (traité 590°C, 60min)	Charge 5N (traité 620°C, 60min)	Charge 5N (traité 530°C, 90min)

		
Charge 5N (traité 560°C, 90min)	Charge 5N (traité 590°C, 90min)	Charge 5N (traité 620°C, 90min)
		
Charge 10N (traité 530°C, 30min)	Charge 10N (traité 560°C, 30min)	Charge 10 N (traité 590°C, 30min)
		
Charge 10N (traité 620°C, 30min)	Charge 10N (traité 530°C, 60min)	Charge 10N (traité 560°C, 60min)

		
Charge 10N (traité 590°C, 60min)	Charge 10N (traité 620°C, 60min)	Charge 10N (traité 530°C, 90min)
		
Charge 10N (traité 560°C, 90min)	Charge 10N (traité 590°C, 90min)	Charge 10N (traité 620°C, 90min)
		
Charge 15N (traité 530°C, 30min)	Charge 15N (traité 560°C, 30min)	Charge 15 N (traité 590°C, 30min)

		
Charge 15N (traité 620°C, 30min)	Charge 15N (traité 530°C, 60min)	Charge 15N (traité 560°C, 60min)
		
Charge 15N (traité 590°C, 60min)	Charge 15N (traité 620°C, 60min)	Charge 15N (traité 530°C, 90min)
		
Charge 15N (traité 560°C, 90min)	Charge 15N (traité 590°C, 90min)	Charge 15N (traité 620°C, 90min)

المذكرة: تأثير المعالجات على الإجهادات و التشققات الناتجة بعد النقب.

المؤطر: حميدوش محمد

الإسم: ليلى

اللقب: يونس

ملخص:

تتناول هذه الدراسة انتشار التشققات في الزجاج المنتج محليا (). في المرحلة الاولى قمنا بتعيين الخلل (تشقق) الطبيعي الحرج باستعمال نظرية قريفيت. في المرحلة الثانية أدخلنا شقوق اصطناعية باستعمال ناقب فيكرس. انتشار هذه الشقوق بدلالة الوقت تحت تأثير الإجهادات الباقية و الرطوبة الطبيعية (تآكل كيميائي تحت الإجهاد). ظنا استرخاء هذه الإجهادات الباقية بدلالة الوقت كلما زاد طول الشقوق. تعد معرفة هذه الاجهادات جد مهمة و لهذا قمنا بدراستها باستعمال طريقة بصرية.

الكلمات المفتاحية: زجاج، تشققات، انتشار، إجهادات، معالجات إسترخاء.

Mémoire : EFFETS DES TRAITEMENTS SUR LES CONTRAINTES ET LES FISSURES D'INDENTATION

Nom: YOUNES

Prénom: Leila

Encadreur: Mohamed HAMIDOUCHE

Résumé:

Cette étude traite de la propagation de fissures superficielles dans un verre de production national (MFG- Cévitall). Dans une première étape, nous avons déterminé la taille du défaut naturel critique à travers la loi de Griffith.

Lors de la seconde étape, nous avons introduit des fissures artificielles d'indentation Vickers. Nous avons suivi l'évolution des fissures radiales en fonction du temps. Leur propagation a lieu sous l'effet des contraintes résiduelles d'indentation combinée à l'effet de l'humidité de l'air (corrosion sous contraintes).

Il apparaît que ces contraintes résiduelles se relaxent à mesure que les fissures radiales se propagent en fonction du temps (propagation sous critique). Des essais de flexion 4 points ont été conduits sur des échantillons indentés et des échantillons indentés puis traités (recuit ou échange ionique). Il s'est avéré que les contraintes résiduelles ont une grande influence sur les résultats obtenus.

Les contraintes résiduelles d'indentation, responsables de la propagation sous critique des fissures radiales ont été déterminées par photoélasticimétrie.

Mots clés: Verre, Fissures, Propagation, Contraintes, Traitements, Relaxation.