

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE FERHAT ABBAS-SETIF
UFAS (ALGERIE)

THESE

Présentée à la faculté des sciences de l'ingénieur
Département d'optique et de mécanique de précision

Pour l'obtention du diplôme de

DOCTORAT EN SCIENCES

Option : Optique et mécanique de précision

Présentée par : MALOU Zahra
(épouse HAMIDOUCHE)

ETUDE DE LA RUPTURE DU VERRE SOUS DES CONTRAINTES THERMIQUES

Soutenue le : 04 /02/2009

Devant la commission d'examen :

Pr. G. FANTOZZI

Prof INSA LYON

Président

Pr. N. BOUAOUADJA

Prof. U.F.A SETIF

Rapporteur

Dr. M. HAMIDOUCHE

M.C. U.F.A. SETIF

Co-Rapporteur

Pr. J. CHEVALIER

Prof. INSA LYON

Examineur

Pr. D. BOUZID

Prof. U.F.A. SETIF

Examineur

DEDICACES

*A mon mari
A mes trois filles*

« Face à la roche, le ruisseau l'emporte toujours, non par la force, mais par la persévérance ». ...

REMERCIEMENTS

Cette étude a été réalisée aux laboratoires des matériaux non métalliques (université de Sétif) et MATEIS (groupe céramiques et composites) de l'INSA de Lyon.

Ma reconnaissance va à mes deux directeurs de thèse Dr. M. HAMIDOUCHE et Pr. N. BOUAOUADJA Sans leurs conseils et orientations, cette thèse n'aurait jamais vu le jour.

Je remercie le professeur G. FANTOZZI qui a réuni toutes les conditions pour mener à bien les travaux effectués en France lors de mes différents séjours. Qu'il trouve ici toute ma reconnaissance et mon estime pour ces orientations scientifiques qui m'ont été d'un grand apport pour mieux cerner les différents aspects de ce travail.

Je le remercie également de m'avoir fait l'honneur de présider le jury de soutenance.

Je remercie sincèrement le professeur J. CHEVALIER pour sa gentillesse et son aide pour réaliser certaines expériences. Je lui exprime ma vive gratitude d'avoir accepté de participer à la commission de soutenance.

Mes vifs remerciements sont adressés aussi au professeur D. BOUZID pour avoir accepté de faire partie du jury de soutenance.

Ma gratitude va également, au professeur Malika SAADAOUI pour ces judicieux conseils et discussions scientifiques et amicales.

Mes remerciements vont également aux membres de l'équipe céramiques et composites du laboratoire MATEIS de l'INSA de Lyon, personnel techniques et administratif. Particulièrement, je cite : J. Ferreira, G. Massal, J. Bigot, A. Hector, Concetta, Antonia,

Je remercie notre technicien de laboratoire H. Bahri et les membres du laboratoire des matériaux non métalliques.

Thèse de doctorat : **ETUDE DE LA RUPTURE DU VERRE SOUS DES
CcONTRAINTES THERMIQUES**

Nom : **MALOU (épouse HAMIDOUCHE)**

Prénom : **Zahra**

Encadreurs : **HAMIDOUCHE Mohamed
BOUAOUADJA Nourredine**

RESUME

Dans ce travail nous avons étudié le comportement du verre silico-sodo-calcique vis-à-vis des contraintes thermiques induites par choc thermique. Ce dernier est de type descendant, réalisé par un refroidissement avec un jet d'air comprimé. Dans la partie bibliographique, nous avons présenté les différentes approches d'analyse du choc thermique.

L'aspect expérimental de ce travail a été abordé sous différents angles.

- L'étude pratique du choc thermique a révélé que les conditions expérimentales jouent un rôle prépondérant pour la résistance au choc thermique.
- L'aspect statistique a été pris en considération en utilisant l'approche probabiliste. Il s'avère que le phénomène du choc thermique est très bien décrit par le modèle statistique de Weibull.
- Les résultats de l'indentation ont permis de mettre en évidence l'effet du champ de contraintes résiduelles d'indentation sur la propagation des fissures radiales.
- L'effet d'un traitement de renforcement par échange ionique a été étudié. Les résultats ont montré que le verre trempé chimiquement résiste bien aux brusques variations de température.
- La modélisation des résultats expérimentaux, par l'approche thermomécanique a permis de caractériser la dégradation engendrée à tout moment et à tout instant du choc thermique. La simulation du choc thermique par l'approche locale est en bon accord avec les résultats trouvés expérimentalement.

En plus du contrôle de l'endommagement par la mesure de la contrainte à la rupture et du module de Young dynamique, l'émission acoustique a été utilisée pour le contrôle in-situ. Les résultats trouvés avec les différentes techniques sont concordants.

Mots clés : *Choc thermique, verre, contraintes, fissuration, statistique, indentation*

SOMMAIRE

SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE

CHAPITRE 1 : CHOC THERMIQUE

1.1- TRANSFERTS THERMIQUES	15
1.1.1- Introduction	15
1.1.2- Notions fondamentales	15
1.2- CONDUCTION	17
1.3- CONVECTION	18
1.4- RAYONNEMENT	21
1.5- CONTRAINTES THERMIQUES	22
I. 6- CHOC THERMIQUE	25
1.7- RESISTANCE AUX CHOCS THERMIQUES	27
1.8- THEORIE THERMOELASTIQUE	28
1.9- THEORIE ENERGETIQUE	33
1.9.1- Considérations énergétiques	34
1.9.2- Analogie des théories thermo élastique et énergétique	40
1.10- APPROCHE THERMOMECHANIQUE	41
1.10.1- Caractère transitoire du choc thermique	45
1.10.2- Distribution des températures	47
1.10.3- Distribution des contraintes	51
1.10.4- Détermination du facteur d'intensité de contraintes	52
1.10.5- Comportement des défauts	52
1.10.6- Evolution du facteur d'intensité de contrainte avec le temps	54
1.11- APPROCHE PROBABILISTE	55

CHAPITRE 2 : RUPTURE DU VERRE

2.1- INTRODUCTION	63
2.2- TYPES DE RUPTURE	63
2.3- COMPORTEMENT ELASTIQUE	64
2.4- COMPORTEMENT FRAGILE	64
2.5- TENACITE	66
2.6- FACTEUR D'INTENSITE DE CONTRAINTES	66
2.7- TECHNIQUE D'INDENTATION	68
2.8- INDENTATION INSTRUMENTEE	69
2.9- PROCEDES DE RENFORCEMENT DU VERRE	73
2.9.1- Décapage par voie chimique	73
2.9.2- Polissage au feu	74
2.9.3-Trempe thermique	74
2.9.4- Méthodes de cristallisation de la surface	75
2.9.5- Trempe chimique	75
2.9.6- Le procédé SCHOTT	78
2.9.7- Désalcalinisation	78
2.9.8- Comparaison des différentes méthodes de renforcement et leurs limites	79

CHAPITRE 3 : PROCEDURE EXPERIMENTALE

3.1- INTRODUCTION	81
3.2- VERRE UTILISE	82
3.2.1- Composition chimique	82
3.2.2 - Caractéristiques usuelles à la température ambiante	82
3.2.3- Propriétés thermoélastiques en fonction de la température	83

3.3- NITRATE DE POTASSIUM	86
3.4- DISPOSITIFS UTILISES	86
3.4.1- Montage de choc thermique	86
3.4.2- Dispositifs de mesure du module élastique dynamique	89
3.4.3- Dispositif de mesure de la contrainte à la rupture	90
3.4.4- Microduromètre	91
3.5- PREPARATION DES ECHANTILLONS ET DEROULEMENT DES ESSAIS	92

CHAPITRE 4 : EFFETS DES CONDITIONS EXPERIMENTALES

A- CONTROLE POST- CHOC THERMIQUE

4.1- EFFET DE LA FORME	95
4.2- EFFET DE L'ÉPAISSEUR	96
4.3- EFFET DE LA DIRECTION DU JET D'AIR	98
4.4- EFFET DE L'ÉTAT DU VERRE	100

B- CONTROLE IN-SITU (émission acoustique)

4.5- MAXIMUM D'ÉMISSION ACOUSTIQUE	103
4.5.1- Effet d'un recuit	103
4.5.2- Effet de la direction du jet d'air	103
4.5.3- Effet de l'épaisseur de l'échantillon	104
4.6- NOMBRE D'ECHOS DE L'ÉMISSION ACOUSTIQUE	105
4.6.1- Effet du recuit	105
4.6.2- Effet de la direction du jet d'air	105
4.6.3- Effet de l'épaisseur de l'échantillon	106

4.7- TEMPS DU DEBUT DE L'EMISSION ACOUSTIQUE	107
4.7.1- Effet du recuit	107
4.7.2- Effet de la direction du jet d'air	107
4.7.3- Effet de l'épaisseur de l'échantillon	108
4.8- TEMPS DE FIN D'EMISSION ACOUSTIQUE	109
4.9- SYNTHESE DES RESULTATS	110

CHAPITRE 5 : INDENTATION ET CHOC THERMIQUE

5.1- INTRODUCTION	112
5.2- EVOLUTION DES LONGUEURS DES FISSURES	114
5.3- INTERACTION ENTRE FISSURES	117
5.4- OBSERVATION AU MICROSCOPE	118
5.4.1- Observation en surface	118
5.4.2- Faciès de rupture	119
5.5 – SYNTHESE	121

CHAPITRE 6: ANALYSE STATISTIQUE DU CHOC THERMIQUE

6.1- INTRODUCTION	123
6.2- CHOC DUR (TREMPE DANS L'EAU ET L'HUILE DE MOTEUR)	123
6.3- EFET DE LA NATURE DU BAIN (eau, l'huile de moteur et l'huile d'olive)	126
6.4- CHOC THERMIQUE DOUX (REFROIDISSEMENT PAR JET D'AIR)	128
6.5- RESULTATS STATISTIQUE POUR L'EPAISSEUR 3mm	131
6.6- SYNTHESE	137

CHAPITRE 7: EFFET DU RENFORCEMENT PAR ECHANGE

IONIQUE

7.1- INTRODUCTION	140
7.2- CARACTERISATION DE LA COUCHE TRAITEE	140
7.2.1- Microanalyse au microscope électronique à balayage	140
7.2.2- Indentation instrumentée	145
7.3- ECHANGE IONIQUE ET RESISTANCE AU CHOC THERMIQUE	148

CHAPITRE 8: MODELISATION DES RESULTATS

8.1- INTRODUCTION	153
8.2- CARACTERISTIQUES THERMOELASTIQUES	153
8.3- MODELE CHOISI	155
8.4- TEMPERATURES TRANSITOIRES	156
8.5- CONTRAINTES TRANSITOIRES	158
8.6- FACTEUR D'INTENSITE DE CONTRAINTE	160
8.7- SYNTHESE	168

CONCLUSION GENERALE

BIBLIOGRAPHIE

INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

Le verre est un matériau présentant des caractéristiques bien spécifiques. Sa bonne transparence et sa facilité de mise en forme n'ont fait que varier ses domaines d'application. Cependant, l'une des principales limitations à son utilisation est sa grande fragilité. La présence de micro-fissures superficielles le rend, de par son élasticité, très sensible vis à vis des contraintes mécaniques et thermiques.

Lors d'un changement brutal de température, l'apparition d'un gradient thermique induit un profil de contrainte. Un choc thermique est la mise en contact brutal d'un corps avec un milieu dont la température est différente de celle du corps. L'intensité du choc est liée à la différence entre la température initiale du corps et celle du milieu dans lequel on le plonge. On distingue deux types de choc thermique: ascendant et descendant. Le premier type est plus néfaste pour les matériaux fragiles.

En engendrant des contraintes de tension à la surface du corps refroidi brusquement, les microfissures préexistantes sont activées. Cela conduit à la dégradation du matériau. Pour l'étude du choc thermique, trois différentes approches ont été proposées. L'approche thermoélastique caractérise la température critique à partir de laquelle se produit la fissuration de l'échantillon. L'approche énergétique caractérise tout à la fois la température critique précédente et le degré d'endommagement subi par l'échantillon. La troisième approche, dite locale, se base sur la première tout en tenant compte de l'évolution des propriétés physiques de l'échantillon durant le choc thermique. De ces approches, deux concepts différents sont dégagés: La résistance aux contraintes thermiques et la résistance à l'endommagement. L'analyse statistique prend en considération l'aspect statistique du choc thermique.

Cette étude s'intéresse d'une part au comportement du verre vis-à-vis des contraintes thermiques induites par choc thermique doux réalisé par un refroidissement avec un jet d'air comprimé. D'autre part à l'appui des résultats pratiques par une modélisation numérique.

Dans la première partie bibliographique, on a représenté quelques généralités sur les transferts de chaleurs, et les différentes théories proposées pour l'étude de l'aspect théorique du choc thermique. Ensuite sans beaucoup s'étaler, l'aspect de la fissuration du verre et quelques différents modes de renforcement ont été présentés brièvement.

Dans la partie expérimentale, on a d'abord présenté le verre étudié ainsi que ses propriétés thermo-élastiques. La description des moyens techniques utilisés a été faite avec grand soin et beaucoup de détails.

Plusieurs points ont été abordés : effet des conditions expérimentales sur la résistance au choc thermique, à savoir: l'état du verre, effet de la forme, d'un traitement

L'aspect statistique a été aussi pris en considération, ainsi que l'effet d'un renforcement par trempe chimique.

En plus du contrôle destructif de l'endommagement par la mesure de la contrainte à la rupture et le module de Young dynamique, l'émission acoustique a été utilisée pour le contrôle in-situ de la dégradation par choc thermique.

La modélisation des résultats expérimentaux trouvés, par l'approche thermomécanique nous a permis de calculer les profils des températures transitoires et ceux des contraintes transitoires, en utilisant le principe de superposition, on a pu calculer le facteur d'intensité de contrainte FIC à tout instant du choc thermique. A travers lequel on a pu suivre le comportement d'un défaut superficiel tout au long du choc thermique, et de caractériser par la même occasion la dégradation par choc thermique à tout moment et à toute instant du choc thermique.

CHAPITRE 1 :
CHOC THERMIQUE

1.1- TRANSFERTS THERMIQUES

1.1.1- Introduction

Les multiples procédés exploités dans l'industrie sont très souvent le siège d'échange de chaleur, soit parce que c'est le but recherché (fours, échangeurs, lampes, refroidissements, etc.....), soit parce que ceux-ci interviennent d'une manière inévitable (choc thermique, pertes thermiques, rayonnement, chaleur liée à la déformation, etc...). Un choc thermique est un phénomène complexe. Son étude fait intervenir des problèmes de thermique et de mécanique. C'est pourquoi, il est important de résumer les modèles de thermique qui nous permettront de calculer le champ de contrainte induit par choc thermique dans un solide refroidi par jet d'air.

1.1.2- Notions fondamentales

L'étude des phénomènes calorifiques a conduit les physiciens à préciser deux notions différentes: celle de température et celle de quantité de chaleur. La distinction entre ces deux notions est due à BLACK, physicien britannique du 18^{ème} siècle.

a- Température

La température est la manifestation mesurable de la chaleur stockée [EYGL 97] [ORF 81]. La « température » caractérise l'état d'un corps. Elle a son origine dans nos sensations : un corps nous paraît, au toucher, froid, tiède ou chaud. Lorsque nous mettons en contact un corps chaud et un corps froid, nous constatons (par le sens du toucher) que le corps chaud se refroidit, le corps froid s'échauffe. En général, on remarque que: « Deux corps mis en contact prolongé se mettent en équilibre thermique ».

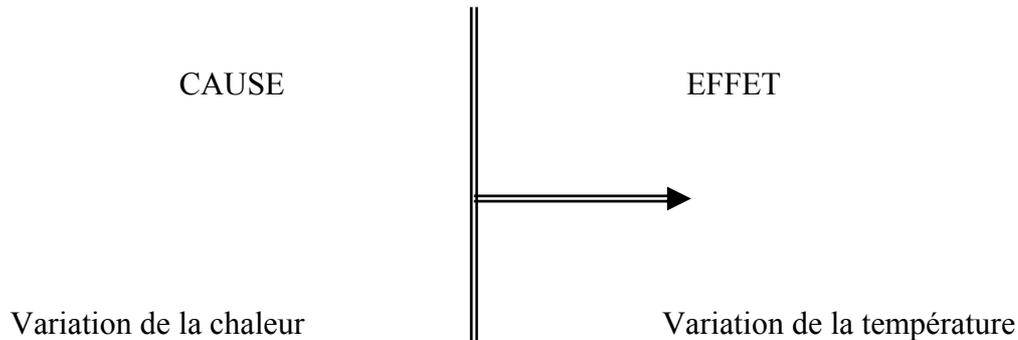
b- Chaleur

C'est une forme de l'énergie. Lorsqu'on introduit une quantité de chaleur dans un corps, la température de ce dernier augmente. Dans le cas d'un changement de phase, tout ou une partie de cette chaleur est utilisée pour satisfaire les besoins thermiques liés à ce phénomène (fusion, évaporation, etc....).

c- Relation entre température et chaleur

Les liens entre température et quantité de chaleur se traduisent par deux types de phénomènes :

- Lorsqu'un corps reçoit une certaine quantité de chaleur, sa température s'élève ou il se produit un changement de phase (fusion, vaporisation, sublimation).
- Lorsque deux corps sont à des températures différentes le plus chaud cède de la chaleur au moins chaud, de sorte que les températures tendent à s'uniformiser [ORF81]. On exprime alors un lien de causalité :



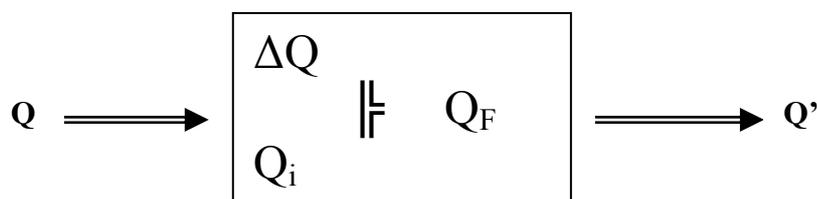
Pour maîtriser la température dans un procédé, il faudra créer des transferts de chaleur et observer, par la mesure ou par le calcul, la nouvelle température obtenue [EYGL 97].

d- Conservation de l'énergie

Une fois que l'énergie a été transformée en chaleur (par combustion, effet joule, frottements, etc.....). Cette dernière se « conserve » lors des différents transferts qu'elle subie. Soit un système (S), par exemple un corps solide.

Q : quantité de chaleur entrant dans (S)

Q' : quantité de chaleur sortant de (S)



Le système a accumulé la quantité de chaleur :

$$\Delta Q = Q - Q' \quad (1.1)$$

S'il possédait Q_i « avant », il contiendra comme quantité de chaleur « après »:

$$Q_f = Q_i + \Delta Q \quad (1.2)$$

La chaleur stockée, suit la relation fondamentale suivante :

$$\Delta Q = m.C_p.\Delta T \quad (1.3)$$

ΔQ : en J, m: en Kg , C_p (chaleur spécifique): en J/Kg °C, ΔT : en °C

Un corps s'échauffe d'autant plus que sa chaleur spécifique est faible [EYGL 97].

e- Transferts thermiques :

C'est un fait d'expérience courante que, dans un milieu matériel, la chaleur se dissipe toujours des zones les plus chaudes vers les zones les plus froides, ces zones pouvant d'ailleurs appartenir au même corps ou à des corps différents. La théorie des échanges thermiques a pour objet l'étude de la propagation de la chaleur. Cette propagation peut s'effectuer de trois façons différentes [BAILLY 79].

1.2- CONDUCTION

La conduction thermique est la propagation de la chaleur de molécules à molécules dans un corps ou dans plusieurs corps contigus et opaques, sans transfert de matière. La chaleur est alors transmise par contact immédiat des particules de températures différentes, ce qui définit l'échange d'énergie entre les molécules, les atomes, et les électrons libres [LEON 79], [ORF 81], [CHAU 69].

Loi fondamentale de la conduction :

- On admet que le flux thermique à l'instant (t) a pour expression la loi de Fourier :

$$d\Phi = -KdS.\frac{\partial\theta}{\partial X} \quad (1.4)$$

Φ : flux de chaleur en Watts

θ : température en degrés Celsius

S: surface d'échange en m²

X: coordonnée du point considéré en m

K: conductivité thermique en Watts /m° C

Le signe – (moins) caractérise le fait que l'écoulement de chaleur s'effectue dans le sens des températures décroissantes, c'est –à- dire du plus chaud vers le plus froid.

Cette loi est aussi bien valable en régime permanent ($\partial\theta/\partial t = 0$) qu'en régime transitoire [CHAU 69]. Un régime permanent est caractérisé par le fait que la température demeure constante en chaque point.

L'étude des régimes variables est complexe. Dans ce cas, la chaleur accumulée (pendant dt) dans la tranche considérée n'est pas nulle (\neq de zéro), donc la température est variable dans le temps.

Remarque : La conductivité thermique K est supposée constante ; pour le verre elle vaut 1 à 1,5 W/m°C [CHAU 69] [ORF 81] [EYGL 97].

1.3- CONVECTION

La convection est le transfert de chaleur par les volumes de gaz ou de liquide se déplaçant dans l'espace. L'échange de chaleur entre un liquide ou un gaz et la surface d'un corps solide s'effectue par convection. Les phénomènes de convection interviennent dans la transmission de la chaleur. Ceci se produit chaque fois qu'un fluide se déplace par rapport à des éléments fixes: murs, plaques, parois de tubes, etc... [CHAUD 69] [LEON 79].

Lorsqu'un solide est baigné par un fluide en mouvement, de la chaleur est échangée par convection thermique entre le solide et les particules de fluide se trouvant à son contact. De même, à l'intérieur du fluide, de la chaleur se transmet par conduction entre deux particules voisines, mais celles-ci se renouvellent en permanence et reviennent au contact de particules différentes.

Bien que le mécanisme élémentaire d'échange soit la conduction thermique, le phénomène global de transmission de chaleur, appelé convection thermique, résulte de la combinaison de cette conduction et du mouvement du fluide et obéit à des lois spécifiques [ORF 81].

Lorsque deux points dans l'espace sont à des températures différentes ($T_1 > T_2$), il y'a échange de chaleur de T_1 vers T_2 . Le flux engendré est "proportionnel " à $(T_1 - T_2)$ et à la section (S) de passage (figure 1.1).

$$\Phi = h.S(T_1 - T_2) \quad (1.5)$$

ϕ : flux de chaleur échangé en Watts.

S: surface d'échange en mètre carré.

T_1 : température ambiante en °C.

T_2 : température de surface du solide en °C.

h: Coefficient de convection en $W/m^2\text{°C}$.

Le paramètre (h) s'interprète comme un coefficient "d'échange" de chaleur. La relation précédente n'est valable qu'au premier ordre car, hélas, h est le plus souvent une fonction de la température [EYGL 97]. Il ne constitue pas une constante absolue, mais dépend de très nombreux facteurs tels que:

- **Les caractéristiques du fluide:** Coefficient de conduction, chaleur spécifique, masse volumique, viscosité, vitesse, température;.....
- **La nature de l'écoulement:** Turbulent ou laminaire.
- **Les caractéristiques de la paroi:** Forme, dimensions, rugosité, température, propreté ;
- **La position respective du fluide et de la paroi:** Angle d'attaque de la paroi par le fluide.

Il est compris entre 1 à 50 (en $Kcal/m^2.h.\text{°C}$) dans le cas d'un transfert entre air et paroi solide [GIBE 63] [ORF 81].

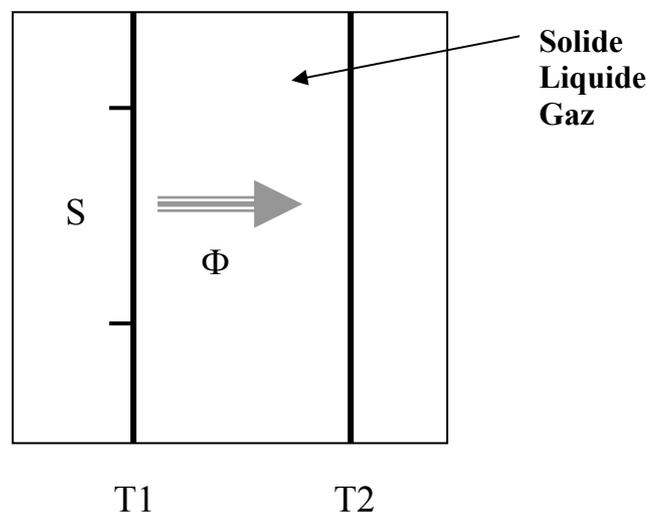


Figure 1.1 : Echange de chaleur [EYGL 97].

La convection peut être naturelle ou forcée. Elle est dite naturelle quand seule la gravité ou le tirage d'une cheminée évacuant les fumées provoquent le mouvement du fluide. Elle est dite forcée quand le déplacement du fluide est activé par un moyen mécanique externe (ventilateur ou pompe par exemple) [BAIL 71].

Le mouvement d'un fluide dans des tubes cylindriques, peut être suivant l'un des deux régimes, laminaire ou turbulent (figure 1.2).

Dans le cas de l'écoulement laminaire, les particules du fluide suivent des trajectoires parfaitement définies. Dans ce régime, les filets du fluide se déplacent parallèlement entre eux et parallèlement à la paroi. C'est par conduction que la chaleur passe de la paroi au fluide en contact immédiat avec elle, et aussi d'un filet aux filets contigus.

Ces effets de convection naturelle sont familiers. On peut les observer quotidiennement dans l'air atmosphérique; dans l'eau que l'on chauffe dans un récipient,.....

Cependant, sous des conditions définies, avec l'augmentation de la vitesse, le mouvement laminaire perd sa stabilité. Les perturbations initiales, en se développant, produisent une nouvelle forme de mouvement qui est un mouvement chaotique des masses du fluide. Le frottement intervenant, il se forme des tourbillons. Le processus de formation et d'évolution des mouvements est aléatoire, et leur étude impose une approche statistique. C'est l'écoulement turbulent (exemple de la circulation des fluides dans des tubes cylindriques). Le régime est laminaire si:

$$R_e = \frac{\rho V D}{\eta} < 2100 \quad (1.6)$$

R_e : Nombre sans unité, appelé nombre de REYNOLDS

V : Vitesse moyenne du liquide, en m/s

ρ : Masse volumique du fluide, en Kg/m³

η : Viscosité dynamique du fluide en PL (poiseuille) ou N.s/m²

D : Diamètre du tube en m.

En général, l'expérience montre que tant que le nombre de Reynolds est inférieur à 2000, l'écoulement est laminaire et que le régime turbulent commence lorsque R_e devient supérieur à 2000. [CHAU 69] [LEON 85] [BORY 68] [BAILL 71].

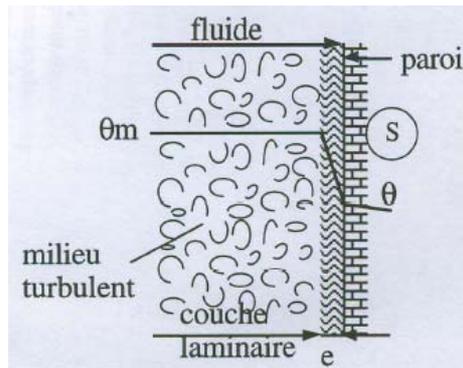


Figure 1.2 : Régime laminaire et régime turbulent [EYGL 97]

1.4- RAYONNEMENT:

Tous les corps solides, liquides ou gazeux, émettent un rayonnement de nature électromagnétique. Il s'agit d'un flux de chaleur. Cette émission d'énergie s'effectue au détriment de leur énergie interne. Ce rayonnement n'est pas monochromatique; Il est composé de radiations de longueurs d'ondes différentes (0,3 μm à 100 μm). Son intensité dépend de la température du corps [EYGL 97].

La transmission de la chaleur par rayonnement, entre les surfaces de deux solides, obéit à la loi de BOLTZMANN. Son exactitude et son accord avec les faits surpassent celles des autres lois de transmission de la chaleur. Cette loi s'exprime par une relation de la forme:

$$\Phi = \varepsilon.F.\sigma.S.(T_1^4 - T_2^4) \quad (1.7)$$

Φ : Flux de chaleur transmis en watts.

T_1 : Température de la surface émettrice en $^{\circ}\text{K}$.

T_2 : Température de la surface réceptrice en $^{\circ}\text{K}$.

σ : Constante de BOLTZMANN égale à $5,73 \cdot 10^{-8} \text{ W/m}^2.\text{K}$.

S: Aire de la surface émettrice;

ε : Coefficient mutuel de rayonnement

F: facteur d'angle de la surface réceptrice par rapport à la surface émettrice [ORF 81].

Dans le cas du rayonnement, le milieu à travers lequel la chaleur est transmise, peut ne pas participer au transfert de chaleur; contrairement à la conduction et à la convection où le milieu participe au processus de transfert [LEON 79].

Du point de vue de l'émission, on distingue :

- Le rayonnement des corps opaques (liquides, solides) qui provient de leur seule surface.
- Le rayonnement des corps partiellement transparents (verres, gaz absorbant, fumées chargées en particules) qui provient de toute leur masse (les corps parfaitement transparents n'émettent aucun rayonnement) [EYGL 97].

Généralement, tous les modes de propagation de la chaleur agissent simultanément, mais selon les cas, ces trois phénomènes sont d'importance relative différente.

Pour des corps plongés dans l'air, c'est l'effet de la convection qui est le plus important (cas des radiations); mais si la température s'élève, le rayonnement prend de plus en plus d'importance. A l'intérieure d'un solide, seule la conduction intervient [CHAU 69].

1.5- CONTRAINTES THERMIQUES :

L'utilisation des matériaux fragiles (céramiques, verres) dans l'industrie est rendue délicate et donc limitée en raison de leur mauvaise aptitude à absorber, sans dommage, l'énergie consécutive à des contraintes mécaniques et thermiques. Les contraintes thermiques constituent la principale cause de l'endommagement des céramiques. Ces contraintes thermiques ont principalement trois origines:

1- A température uniforme, elles peuvent apparaître lorsque les conditions aux limites imposées au système empêchent sa libre dilatation. Si on considère une barre parfaitement élastique fixée rigidement à deux extrémités et soumise à une variation de température uniforme ΔT (figure 1.3), la loi de Hooke en état de sollicitation uniaxiale ($\sigma = \epsilon.E$) entraîne:

$$\sigma = E.\alpha.\Delta T \quad (1.8)$$

σ : Contrainte thermique induite.

E : Module d'Young

α : Coefficient de dilatation thermique

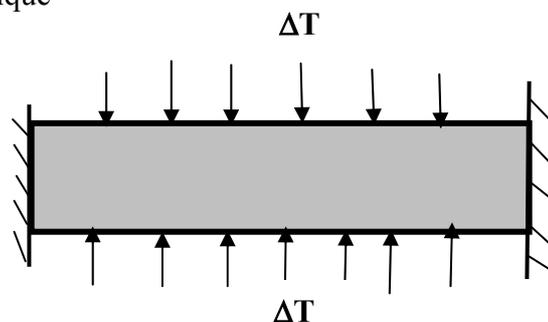


Figure 1.3 : Réchauffement uniforme d'une barre maintenue aux deux extrémités.

2- Des contraintes thermiques peuvent aussi résulter, dans un solide libre, d'incompatibilité de dilatation au niveau microstructural. La microfissuration ou la fissuration aux joints de grains, dans les matériaux cristallins où les grains présentent une dilatation thermique anisotrope, est contrôlée par plusieurs facteurs microstructuraux. En effet, l'orientation relative des grains adjacents (figure 1.4) et la dimension des facettes intergranulaires jouent un rôle important : Par exemple, les deux grains sont supposés avoir leurs directions cristallographiques respectives (a) et (c) parallèles au plan intergranulaire, la différence de dilatation dans les deux directions entraîne des contraintes non négligeables au joint de grain.

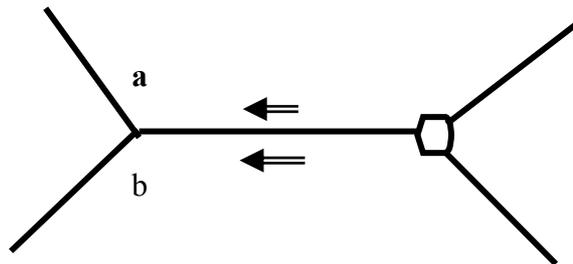


Figure 1.4 : Grains adjacents avec un pore au triple joint [OUAN 83]

- De même, un matériau multiphasé présentant des coefficients de dilatation différents risque d'être microfissuré lors d'un chauffage uniforme.

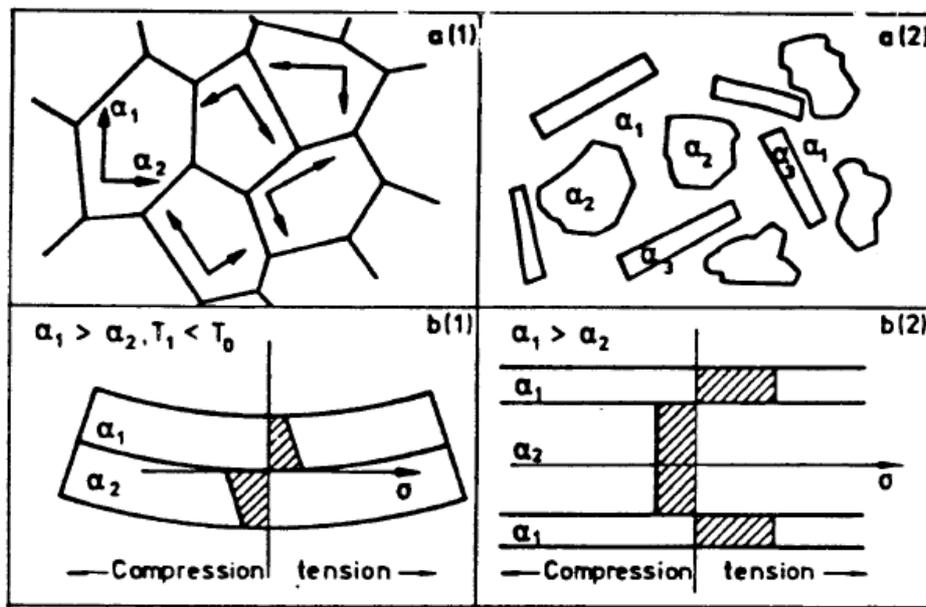


Figure 1.5: Exemple de génération de contrainte dans les céramiques [BUSA 87].

a (1) contraintes dues à l'anisotropie des coefficients de dilatation thermique ($\alpha_1 \neq \alpha_2$)

a (2) contraintes dues à la différence de dilatation thermique ($\alpha_1 \neq \alpha_2 \neq \alpha_3 \dots$)

b(1) et b(2) contraintes dues à la différence de dilatation thermique des composants macroscopiques.

3- Les contraintes thermiques peuvent également résulter de variations brutales de température, généralement, à la surface d'un matériau et qui entraînent des gradients de température qui évoluent en fonction du temps et induit un profil de contraintes; on parle de chocs thermiques. Ces contraintes n'existent que pendant le temps nécessaire au système pour atteindre son nouvel équilibre thermique (contraintes transitoires).

Les contraintes thermiques causées par des gradients thermiques sont les plus rencontrées et les plus dangereuses pour les matériaux fragiles. Par conséquent, elles sont les plus étudiées car, en général, elles conduisent à la dégradation de ces matériaux (absence de relaxation des contraintes par déformation plastique).

Si ces contraintes sont suffisamment importantes, elles peuvent amener à la rupture du matériau. Si elles sont faibles, mais prolongées dans le temps, le matériau se rompt de façon retardée: Ceci est dû au fait que les fissures de taille sous-critique mettent un temps fini pour atteindre la taille critique qui engendre finalement la rupture. Ce phénomène est appelé propagation sous-critique des fissures. Dans le cas où les contraintes sont transitoires, la probabilité de rupture dépend de l'amplitude de la contrainte atteinte au voisinage des défauts préexistants et de la propagation de ces derniers dans ces conditions.

L'endommagement subi sous contraintes thermiques dépend:

1) Des propriétés, physiques, chimiques et mécaniques du matériau tels que la microstructure, le champ interne de contraintes, des défauts préexistants en volume et en surface et de son homogénéité.

2) De la géométrie de la pièce (une pièce dont une dimension est petite s'endommage moins vite).

3) De la distribution de la température, du transfert de la chaleur en surface et de son "histoire" thermique, surtout pour des matériaux qui contiennent des phases vitreuses.

Ces propriétés peuvent permettre une définition de l'aptitude d'un matériau à subir un choc thermique sans endommagement: c'est ce qu'on appelle la résistance au choc thermique du matériau [BUES 55].

Lors d'un choc thermique, il y a dégradation si le facteur d'intensité de contrainte du défaut critique $K_{I}(a_0, t)$ dépasse la ténacité K_{IC} du matériau. La taille du défaut critique a_0 , contenu dans le matériau et responsable de la rupture, est donnée par l'expression de Griffith:

$$K_{Ic} = y \cdot \sigma_a (\pi \cdot a_0)^{1/2} \quad (1.9)$$

σ_a : contrainte appliquée,

a_0 : Longueur initiale de la fissure

K_{IC} : Ténacité du matériau

y : facteur de forme

Ou encore

$$K_{Ic} = y \cdot \sigma_c (\pi \cdot a_0)^{1/2} \quad (1.10)$$

Les deux relations (1.9) et (1.10) sont différentes par le terme concernant la contrainte appliquée. En effet, dans le cas d'un choc thermique, la taille du défaut a_0 n'a pas le temps de croître. Il y a rupture lorsque la contrainte engendrée par le choc atteint une valeur supérieure ou égale à σ_c (relation 1.10): c'est alors le choc thermique.

I. 6- CHOC THERMIQUE:

L'état qualitatif du champ de contraintes à l'intérieur d'un solide thermiquement choqué dépend, particulièrement, du signe de la variation de température imposée. Si la température finale est plus faible que la température initiale, c'est un choc par refroidissement ou choc descendant. La surface refroidie tend à se contracter mais le cœur encore chaud reste dilaté et s'oppose à cette contraction. Il en résulte des contraintes de tension en surface et de compression dans le cœur. Dans le cas contraire (choc thermique par réchauffement ou ascendant), le processus est inversé. La distribution des températures (donc des contraintes) dans le cas d'une plaque est illustrée par la figure 1.6.

Toutefois, il est important de souligner que le verre trempé constitue un cas particulier puisqu'il voit sa surface mise en compression lors d'une trempe thermique par refroidissement; ceci est dû au fait que sa température de trempe est supérieure à sa température de transition vitreuse; par conséquent, le cœur ductile ne s'oppose pas à la contraction de la peau qui devient rigide en premier, celle-ci est ensuite mise en compression par le retrait du cœur.

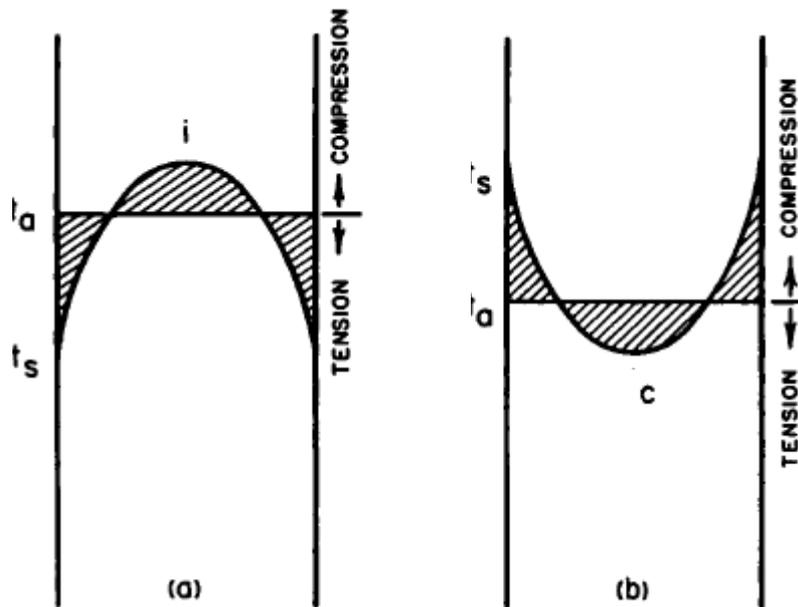


Figure 1.6: Etat des contraintes d'une plaque infinie choquée thermiquement
 a) choc descendant b) choc ascendant

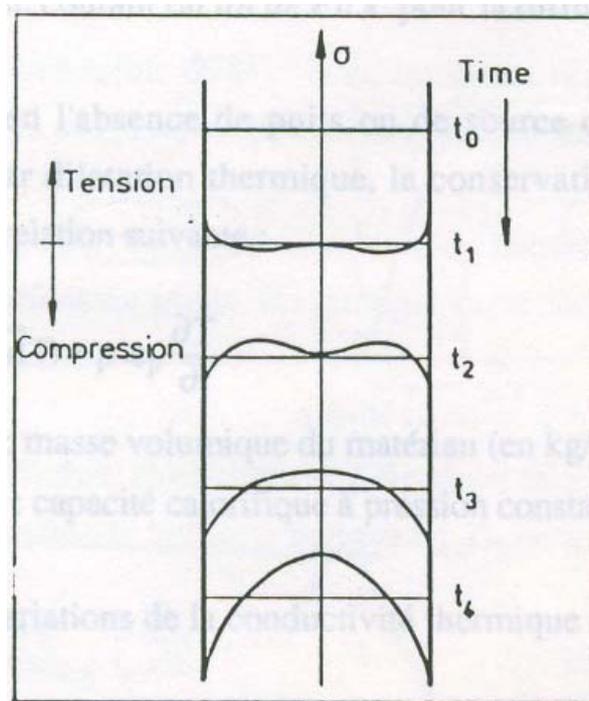


Figure 1.7: Evolution du profil de contraintes lors de la trempe du verre (cité par Peigné [PEIG 91])

1.7- RESISTANCE AUX CHOCS THERMIQUES:

L'aptitude d'un matériau à subir un choc thermique sans endommagement est la résistance au choc thermique; elle dépend non seulement des contraintes dans le corps et des phénomènes transitoires dépendant des conditions de refroidissement (ou de chauffage) mais aussi des caractéristiques du matériau telle que la ductilité, l'homogénéité, la porosité, la géométrie et les défauts préexistants. De ce fait, il est difficile de définir un paramètre de résistance au choc thermique valable pour tous les matériaux céramiques et pour toutes les conditions de tests ou de sollicitations en service.

L'étude bibliographique complète du choc thermique a été déjà faite dans mon mémoire de magister [MALO 99]. D'autres thèses de Doctorats, sous la direction du professeur G. Fantozzi de l'INSA de Lyon ont abordé avec détail la résistance aux chocs thermiques des céramiques [GLAN 81] [OUAN 83] [BUSA 87] [PEIG 91] [SUDR 92] [MIGN 94] [SAAD 96].

L'analyse de KINGERY [KING 55] fondée sur une approche thermoélastique et l'analyse de HASSELMAN [HASS 69] basée sur une approche énergétique ont longtemps prédominé. Ces deux analyses présentent l'intérêt de caractériser deux types de comportements des matériaux céramiques et donc le verre qui en fait partie, aux chocs thermiques: les matériaux résistants à l'amorçage des fissures et les matériaux résistants à l'endommagement (figure 1.8) [GLAN 84].

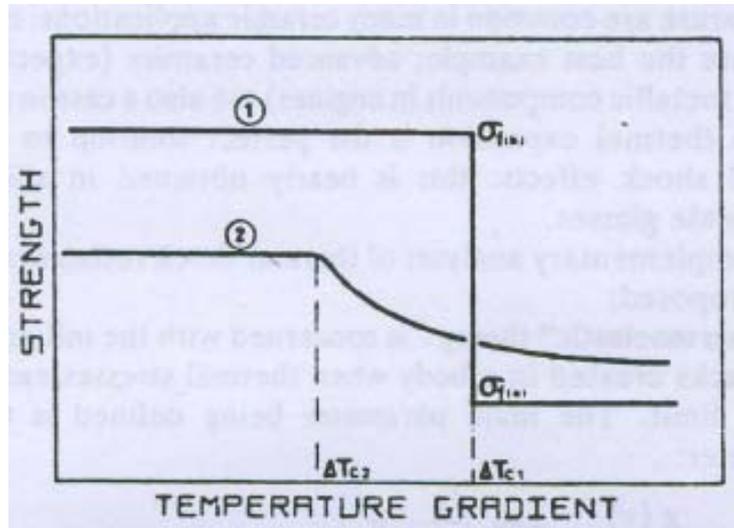


Figure 1.8: Types de comportements des matériaux céramiques aux chocs thermiques [GLAN 84].

- 1- Matériau résistant à l'amorçage de fissure.
- 2- Matériau résistant à l'endommagement.

Nous allons présenter dans ce qui suit, les aspects essentiels des différents modèles qui ont servi à l'étude quantitative du choc thermique en mettant l'accent sur leur validité et leurs champs d'applications.

1.8- THEORIE THERMOELASTIQUE (1955):

Développée par KINGERY [KING 55] dans les années 50, cette approche en terme de contraintes suppose un matériau homogène, isotrope et de comportement mécanique linéaire élastique parfaitement fragile.

Dans le cas d'un solide parfaitement élastique (verre, porcelaine...) la rupture n'intervient que lorsque la contrainte de surface atteint un seuil critique. En état de sollicitation biaxiale (cas d'une plaque infinie), la contrainte thermiquement induite à la surface lors d'un refroidissement instantané est :

$$\sigma_{idéale} = \frac{(E.\alpha.\Delta T)}{(1-\nu)} \quad (1.11)$$

E: Module de Young (MPa)

α : Coefficient de dilatation thermique ($^{\circ}\text{C}^{-1}$)

ν : Coefficient de Poisson

ΔT : Ecart de température ($^{\circ}\text{C}$)

Il y aura dégradation si la contrainte induite par choc thermique atteint localement la contrainte à la rupture du matériau.

Les matériaux céramiques, en particulier le verre, se dégradent rapidement lors de sollicitations thermiques sévères par refroidissement. Ils présentent une résistance à la rupture en compression plusieurs fois supérieures (dix fois pour le verre) à leur résistance à la rupture en traction. D'où leur grande sensibilité vis-à-vis des chocs thermiques descendants. Dans ce cas, c'est au voisinage de la surface sollicitée en tension que la situation sera la plus critique. Nous ne considérons dorénavant que le cas du choc thermique descendant: une pièce chaude est brutalement refroidie.

L'expression 1.11 correspond au cas idéal où la surface de la pièce adopte instantanément la température finale. En réalité, la contrainte induite en surface est inférieure à $\sigma_{idéale}$ car:

- La température de la surface est supérieure à celle du fluide de refroidissement à cause de la discontinuité de température à l'interface,
- La température de surface ne diminue pas instantanément. Le cœur commence à se contracter en évacuant de la chaleur par conduction. Il impose donc à la surface une déformation plus faible que dans le cas idéal.

Dans le cas général, la contrainte thermique n'est qu'une fraction de la valeur précédente. Ce qui a conduit à définir un coefficient de réduction de contrainte (ψ), appelé aussi "contrainte sans dimension"; l'expression 1.11 devient alors:

$$\sigma_{réelle} = \psi \frac{(E.\alpha.\Delta T)}{(1-\nu)} \quad (1.12)$$

$$\sigma_{réelle} = \psi . \sigma_{idéale} \quad (1.13)$$

ψ est une fonction croissante du nombre de Biot β . Ce dernier caractérise la sévérité du choc thermique.

$$\beta = \frac{L.h}{K} \quad (1.14)$$

L: Dimension moyenne de l'échantillon (m)

K: Conductivité thermique du matériau de l'échantillon (W /m °K)

h: Coefficient d'échange superficiel de chaleur (W/m² °K) .

Il est difficile de définir la dimension moyenne de l'échantillon. Dans le cas d'une plaque infinie ou d'un cylindre infini, elle est respectivement choisie égale à la demi-épaisseur ou au rayon. D'une manière générale, L est la dimension de l'échantillon dans le sens du gradient thermique. D'autres auteurs [PIGN 91] [GLAN 81] retiennent pour la valeur de L le quotient du volume de l'échantillon par sa surface ou comme un multiple de ce rapport.

Le coefficient de réduction de contrainte ψ permet de prendre en compte les conditions réelles du choc thermique.

Tel que : $0 \leq \psi(\beta) \leq 1$

- **Choc thermique dur** : Le coefficient de réduction de contrainte $\psi(\beta)$ est proche de 1. La température de surface varie rapidement, les conditions de choc thermique seront proches du cas idéal, à savoir:

- Une faible discontinuité de température à l'interface (h est grand)

- Une faible diminution de la température à cœur (K / L faible).

- **Choc thermique mou** : Dans ce cas, $\psi(\beta)$ est inférieur à 1 et donc plutôt proche de zéro: La température de surface varie lentement.

Le paramètre β est un nombre sans dimension, qui représente l'importance relative des échanges thermiques entre la surface et le milieu (par convection et rayonnement) et des transferts thermiques au sein du matériau par conduction en volume. C'est à dire la cinétique des transferts de chaleur. Ainsi, il apparaît qu'un choc thermique est d'autant plus dur que β est plus grand. Autrement dit que [GABI 94]:

- L'échantillon est de plus grande dimension (épaisseur)

- Le coefficient d'échange thermique h est plus élevé,

- La conductivité thermique du matériau plus faible.

Seul ce dernier facteur est une grandeur intrinsèque du matériau.

Il est intéressant de disposer de paramètres de résistance aux chocs thermiques indépendants des conditions expérimentales (ne dépendant que des caractéristiques du matériau). Or l'expression 1.13 dépend des conditions expérimentales par l'intermédiaire du coefficient de réduction de contrainte (ψ). Nous sommes donc amenés à distinguer deux grandes classes de chocs thermiques: Les chocs thermiques durs (β grand, $\psi \approx 1$) et les chocs thermiques mous (β petit).

Classiquement, les trempes en milieu liquide sont considérées comme dures. Il est alors possible de définir un paramètre de résistance aux chocs thermiques ΔT_c qui est l'écart de température maximal que peut supporter une pièce sans être dégradée thermiquement:

$$\Delta T_c = \frac{\sigma_r (1 - \nu)}{E \cdot \alpha \cdot \psi} \quad (1.14)$$

σ_r est la contrainte à la rupture en tension du matériau.

Pour un choc thermique dur, c'est-à-dire que $\psi(\beta)$ tend vers 1, l'expression 1.14 peut être écrite comme suit:

$$\Delta T_c = R = \frac{\sigma_r (1 - \nu)}{E \cdot \alpha} \quad (1.15)$$

ΔT_c est noté R et est appelé premier paramètre de la résistance au choc thermique.

D'après ce critère, un matériau résiste bien aux chocs thermiques sévères (ΔT_c est important), si [BUES 55]:

- α est petit: Faible déformation entre la surface refroidie et le cœur dilaté,
- E est faible: Bonne accommodation de la surface aux déformations imposées,
- σ_r est important: Grande résistance à la rupture en tension de la surface.

Les chocs thermiques à l'air sont généralement considérés comme mous (peu sévères). Ils correspondent à de faibles valeurs du nombre de Biot β . ψ est alors proportionnel à β (figure 1.9).

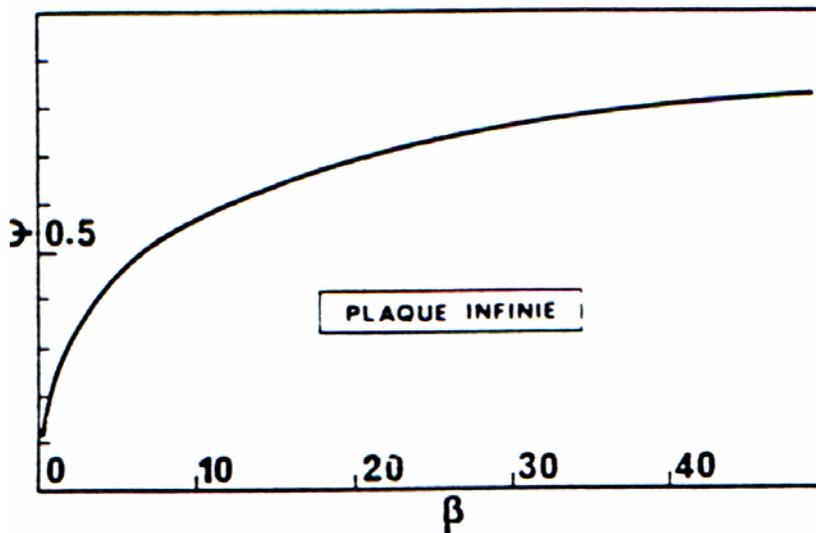


Figure 1.9 : Variation de ψ en fonction de β pour une plaque infinie [PEIG 91]

Dans le cas d'une plaque infinie, Peigné [PEIG 91] propose:

$$\psi(\beta) = \beta / 3,25 \quad \text{d'où :}$$

$$\Delta T_c = \left(\frac{3.25}{L.h} \right) \left(K \frac{\sigma_r (1-\nu)}{E.\alpha} \right) \quad (1.16)$$

Dans le cas d'un choc mou, le phénomène de conduction est prédominant devant la convection en surface. La conductivité thermique K étant une grandeur intrinsèque du matériau d'où l'idée de l'incorporer dans le paramètre de résistance aux chocs thermiques. Ce qui conduit à un deuxième paramètre: $R' = K.R$ ou encore

$$R' = K.R = \frac{K\sigma_r(1-\nu)}{E.\alpha} \quad [\text{W/m}] \quad (1.17)$$

R' représente la quantité de chaleur la plus grande qui puisse traverser une unité de longueur du matériau sans que celui-ci périsse par rupture.

R et R' sont donc des grandeurs qui traduisent l'aptitude d'un matériau à donner naissance à des fissures. Ils sont particulièrement significatifs pour comparer entre eux des matériaux initialement sains, c'est à dire dépourvus de fissures.

Un choix difficile à faire, du moment que l'initiation des fissures est difficile à empêcher. [GABI 94].

Quel que soit le matériau, les valeurs de E , ν et α sont toujours connues avec précision. Le coefficient de conductibilité thermique " K " est aussi généralement bien connu. Le coefficient d'échange superficiel de chaleur " h " est le plus difficile à préciser, vu que son évolution avec la température est mal connue. La non connaissance avec précision du coefficient d'échanges superficiels de chaleur pose un grand problème sur le plan pratique. Nous citons (sans détail) les techniques trouvées dans la littérature: LEGENDRE [LEGE 97] a étudié l'effet des contraintes thermiques sur l'évolution de défauts (Vickers) artificiellement introduits dans le matériau. PEIGNE [PEIG 91] a mesuré expérimentalement le coefficient d'échange superficiel en se basant sur une simulation par différences finies. Il a utilisé des échantillons en carbure de silicium percés à mi-épaisseur où il a introduit deux thermocouples qui ont servi à prendre les températures en surface et dans le cœur de l'échantillon. Le troisième est celui de la soufflerie (température froide). Ensuite, il a simulé par différences finies l'évolution de la température à cœur en faisant évoluer la valeur de h jusqu'à "coller" au profil de température obtenue expérimentalement. GAUDAN [GAUD 93] s'est basé sur le volume de bulles de vapeur (mesuré à l'aide d'une caméra CCD) dégagé lors d'une trempe à l'eau d'échantillons en carbure de Silicium. Alors que d'autres auteurs [MIGN 93] [LANI 00] [NISH 94] utilisent la mesure de la température en temps réel (à la surface ou au cœur de l'échantillon) pour remonter au coefficient d'échange superficiel de chaleur.

En absence de critère de rupture, si l'approche probabiliste de la résistance à la rupture n'est pas retenue, certains auteurs [BUES 55] [GLAN 81] suggèrent de prendre en compte la valeur moyenne de la résistance à la rupture en flexion. D'autres [MANS 55] [BROC 86] suggèrent la plus basse des valeurs de la distribution de Weibull, sans préciser quel type d'essai est mis en œuvre.

On peut se prononcer sur le fait que des échantillons de faibles tailles sont sensés opposer une bonne résistance à la fissuration. D'autre part, la détermination de la dimension moyenne L peut devenir ambiguë. Elle est généralement choisie égale à la demi-épaisseur dans le cas d'une plaque, et au rayon dans le cas d'un cylindre. Elle est aussi définie comme étant le quotient du volume de l'échantillon par sa surface ou comme un multiple de ce rapport [GLAN 81-2]. Elle est prise aussi comme étant la dimension de l'échantillon dans le sens du gradient thermique.

Par ailleurs, il a été démontré [HENC 84] que la taille moyenne de l'échantillon n'a aucun effet sur l'écart critique de température si le transfert de chaleur entre l'échantillon et le milieu est réalisé uniquement par conduction. Tandis que la contrainte thermique maximale augmente avec la taille de l'échantillon si le transfert se fait par convection [KUAN 97].

De leur côté, GAO et al. [GAO 95] ont montré que la distribution de la température dans l'éprouvette est considérablement affectée par les dimensions de cette dernière. A mesure que la taille de l'échantillon augmente, l'écart critique de température diminue. Il est évident que cette résistance sera d'autant meilleure si le matériau possède des valeurs élevées de résistance à la rupture σ_r et de conductibilité thermique K , et de faibles valeurs du module de Young et du coefficient de dilatation.

La théorie thermoélastique dégage deux paramètres de résistance aux chocs thermiques, R et R' , qui permettent de hiérarchiser les matériaux. Ces deux grandeurs sont considérées comme caractéristiques et représentatives du matériau.

Il est toutefois intéressant de signaler que des différences entre les valeurs calculées de R et les écarts de températures critiques obtenus expérimentalement au cours des chocs thermiques traduisent les difficultés liées à la détermination des paramètres R et R' .

Il faut préciser aussi que le choc thermique est un phénomène transitoire, généralement très bref, au cours duquel les paramètres thermo-mécaniques mis en jeu peuvent évoluer de façon importante, et que le choix d'une valeur moyenne, représentative de toute la gamme de température balayée, est délicat. Ce qui explique certainement la discordance trouvée par OUENEZAR [OUAN 83] entre les valeurs de ΔT_c mesurées et les valeurs de R calculées.

1.9- THEORIE ENERGETIQUE (1969):

Cette approche a été proposée par HASSELMAN [HASS 62] [HASS 69-1] [HASS 69-2]. [HASS 70] [HASS 84]. Elle s'applique pour un matériau contenant des défauts préexistants

(microfissures) répartis uniformément. L'approche énergétique rend compte de la stabilité de ces défauts en fonction de l'intensité du choc thermique ΔT .

Ainsi, pour les matériaux qui contiennent déjà des fissures ou des défauts relativement grands, le degré de l'endommagement peut être plus important que la nucléation de nouvelles fissures. Dans ce cas, les paramètres qui affectent la propagation de ces fissures ont le plus d'effet [PEIT 99].

HASSELMAN considère que seul le champ de contraintes à l'intérieur du corps, thermiquement choqué, provoque la propagation des microfissures. Le choix d'un modèle mécanique convenable, doit nécessairement être limité à une géométrie et à un environnement thermique simple. Par conséquent, il retient le modèle mécanique qui correspond à celui d'un solide uniformément refroidi avec un écart de température ΔT et dont les parois sont maintenues à leurs positions initiales. C'est le cas le plus défavorable d'un état de contraintes triaxial d'intensité:

$$\sigma = \frac{E.\alpha.\Delta T}{(1 - 2\nu)} \quad (1.18)$$

De nombreuses hypothèses restrictives sont adoptées:

- Le matériau est supposé pré-fissuré.
- Les fissures sont toutes identiques, en forme de disques de rayon (a) et réparties uniformément dans le matériau.
- Aucune relaxation des contraintes, par fluage, mouvement des dislocations, écoulement visqueux ou micro-plasticité, ne peut intervenir. Cette hypothèse est généralement bien vérifiée par les céramiques.
- La propagation des fissures est purement radiale et intéresse simultanément toutes les fissures.
- Il n'y a pas d'interaction entre les champs de contrainte des différentes fissures.

1.9.1- Considérations énergétiques:

L'énergie totale du corps est la somme de l'énergie élastique de déformation U_E et de l'énergie de surface des fissures U_S .

$$U = U_E + U_S \quad (1.19)$$

L'énergie de surface est donnée par l'expression suivante:

$$U_S = 2\pi.N_v.a^2.\gamma \quad (1.20)$$

γ : Energie de surface du matériau.

N_v : Densité volumique de fissures.

a : Rayon des fissures.

L'énergie élastique par unité de volume (solicitation triaxiale) a pour expression:

$$U_E = \frac{1}{2} \sum_{i=1}^3 \sigma_i.\varepsilon_i \quad (1.21)$$

En état de sollicitation triaxiale:

$$\varepsilon_i = \left[\sigma_i - \nu(\sigma_j + \sigma_k) \right] \frac{1}{E}$$

Compte tenu du modèle retenu et si la distribution de contraintes est supposée uniforme ($\sigma_i = \sigma_j = \sigma_k$) cela entraîne une distribution uniforme des déformations ($\varepsilon_i = \varepsilon_j = \varepsilon_k = \alpha.\Delta T$)

On a alors :

$$\varepsilon_i = \sigma_i(1-2\nu).\frac{1}{E} \quad \text{et} \quad U_E = \frac{E}{2(1-2\nu)} \sum_{i=1}^3 \varepsilon_i^2$$

soit:

$$U_E = \frac{3E(\alpha.\Delta T)^2}{2(1-2\nu)} \quad (1.22)$$

Les paramètres d'élasticité E et ν sont les modules apparents du matériau fissuré:

$$E_0 = E(1 + 2.8N_v a^3) \quad \text{et} \quad \nu_0 = \nu(1 + 1.6N_v a^3)$$

ν_0 et E_0 sont les paramètres élastiques du matériau non fissuré.

En remplaçant E et ν par leurs expressions dans l'équation (1.22), on obtient:

$$U_E = \frac{3(\alpha \Delta T)^2 E_0}{2(1-2\nu_0)} \left[1 + \frac{16(1-\nu_0^2)}{9(1-2\nu_0)} \cdot N_\nu \cdot a^3 \right]^{-1} \quad (1.23)$$

La somme de l'énergie élastique et de l'énergie de surface conduit à l'expression finale suivante :

$$U_t = \frac{3(\alpha \Delta T)^2 E_0}{2(1-2\nu_0)} \left[1 + \frac{16(1-\nu_0^2)}{9(1-2\nu_0)} \cdot N_\nu \cdot a^3 \right]^{-1} + 2 \cdot \pi \cdot N_\nu \cdot a^2 \cdot \gamma \quad (1.24)$$

Si un accroissement de la longueur des fissures entraîne une diminution de l'énergie totale du système:

$\partial U / \partial a \leq 0$, Les fissures seront instables et pourront se propager.

Par contre si :

$\partial U / \partial a > 0$, Les fissures seront stables.

La différence de température critique ΔT_c correspondant à l'instabilité des fissures est déduite de la condition :

$$\partial U / \partial a = 0$$

L'écart critique de température s'exprimera alors comme suit:

$$\Delta T_c = \left[\frac{\pi \cdot \gamma (1-2\nu_0)^2}{2 E_0 \alpha^2 (1-\nu_0^2)} \right]^{1/2} \left[1 + \frac{16(1-\nu_0^2) \cdot N_\nu \cdot a^3}{9(1-2\nu_0)} \right] \cdot [a]^{-1/2} \quad (1.25)$$

IL apparaît que ΔT_c est une fonction du rayon (a) des fissures, pour une densité N , donnée de ces fissures. Elle passe par un minimum à (a) croissant, la courbe sépare une zone de stabilité d'une zone d'instabilité.

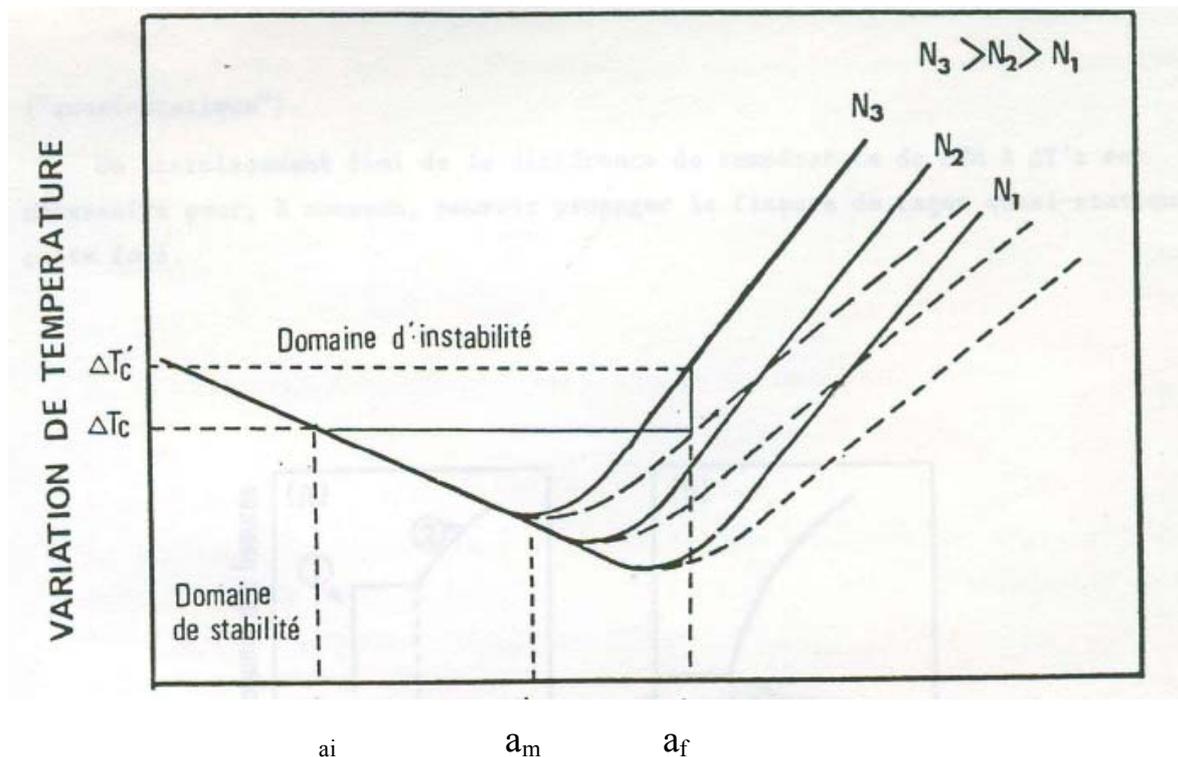


Figure 1.10 : Ecart critique de température en fonction de la longueur des fissures et de la densité de défauts [HASS 69-1].

Deux cas particuliers peuvent être considérés en fonction de la longueur initiale des fissures:

De la propagation des fissures instables résulte une diminution du module de Young et donc une réduction de la force motrice de propagation des fissures. Leur rayon peut alors se stabiliser à une nouvelle valeur (a_f) correspondant à la partie ascendante des courbes de la figure 1.10. A ce moment là, on aura:

$$U(a_f) = U(a_i) \quad (\text{conservation de l'énergie totale}).$$

Avec a_i : rayon initial des fissures, et a_f : rayon final des fissures

Pour des fissures très petites au départ, en supposant $a_f \gg a_i$, le rayon final des fissures se formule ainsi:

$$a_f = \left[\frac{3(1-2\nu_0)}{8(1-\nu_0^2) \cdot a_0 \cdot N_v} \right]^{1/2} \quad (1.25)$$

Par ailleurs, la condition de Griffith en état de déformation plane stipule que la contrainte à la rupture σ_r est donnée par:

$$\sigma_r = \left[\frac{\pi \gamma E_0}{2 a_0 (1 - \nu_0^2)} \right]^{1/2} \quad (1.26)$$

En combinant les deux relations 1.25 et 1.26 (en remplaçant a_0), il vient :

$$a_f = \left[\frac{3(1-2\nu_0)\sigma_r^2}{4\pi N_\nu \gamma E_0} \right]^{1/2} \quad (1.27)$$

Que l'on relie à (S) l'aire traversée par chaque fissure ($S = \pi a_f^2$). L'augmentation de l'aire (ΔS), liée à l'accroissement de la taille des fissures vaut:

$$\Delta S = N_\nu \cdot \pi (a_f^2 - a_i^2) = N_\nu \pi a_f^2 = \frac{3 \cdot \pi^2 (1 - 2\nu) \cdot \sigma_r^2}{8 \cdot \gamma \cdot E_0} \quad (1.28)$$

L'approche énergétique des chocs thermiques consiste à rechercher le paramètre qui gouverne ΔS . En effet, un moyen de caractériser la résistance d'un matériau aux chocs thermiques est de déduire de l'expression ci-dessus (1.28) le terme qui minimise ΔS . On voit que l'accroissement de la surface ΔS est inversement proportionnel au facteur: $\frac{\gamma \cdot E_0}{\sigma_r^2 (1 - 2\nu_0)}$ qui, au coefficient de

Poisson près, est égal au quatrième paramètre de résistance aux chocs thermiques ou plutôt paramètre de résistance à l'endommagement par choc thermique :

$$R'''' = \frac{\gamma E_0}{\sigma_r^2 (1 - 2\nu_0)} \quad [m] \quad (1.29)$$

Une grande valeur de R'''' conduit à une faible augmentation de la surface fissurée et donc à une bonne résistance à l'endommagement par choc thermique.

Nous notons que le raisonnement tenu ci-dessus s'applique à un matériau tridimensionnel. Si l'on considère simplement une plaque d'extension infinie, on écrit alors:

$$R'''' = \frac{\gamma E_0}{\sigma_r^2 (1 - \nu_0)} \quad [m] \quad (1.30)$$

Ce quatrième paramètre R''' est lié au troisième paramètre de résistance à l'endommagement par choc thermique par la relation:

$$R''' = R'''' / \gamma \quad (1.31)$$

Il convient de noter que lorsque la propagation de la fissure est achevée, c'est à dire lorsque cette fissure a atteint sa longueur finale (a_f), elle devient sous critique par rapport à la différence de température ΔT_C qui l'a initiée: Un accroissement de cette quantité ΔT_C est nécessaire pour que la propagation reprenne.

Ceci dit, il faut noter par contre que le calcul de ΔT_C par l'analyse énergétique n'est pas aisé, car il suppose que des grandeurs difficiles à appréhender sont connues, telles que la densité initiale des fissures. La notion de population homogène de défauts va à l'encontre des analyses de Griffith ou de Weibull. L'hypothèse de propagation purement radiale, intéressant tous les défauts à la fois, suppose pour tous les défauts une acuité et un champ de contraintes de défauts voisins est difficilement compatible avec la notion de défauts de grande longueur. L'énergie de déformation élastique est difficile à estimer, et varie avec et au cours du temps (caractère transitoire du choc thermique). L'analyse suppose que l'énergie de déformation élastique se transforme entièrement en énergie de surface lors de la propagation des fissures alors que c'est seulement une fraction dépendant du matériau, de la géométrie des pièces et du milieu de refroidissement, qui se transforme.

Comme application pratique de cette théorie énergétique, on « inspecte » le changement relatif de la contrainte à la rupture en fonction de l'accroissement de l'écart de température ΔT . Le matériau en question est considéré comme préfissuré, à gauche du minimum de la courbe de stabilité de la figure 1.10. Lors de l'initiation de la rupture, la cinétique de propagation des fissures est quasi statique. Nous considérons qu'aucune vitesse de déformation ni aucune fatigue statique ou cyclique n'aura lieu. La figure 1.11 (a et b) schématise l'évolution de la longueur de fissuration, et le changement correspondant de la contrainte à la rupture, en fonction de l'écart de température imposé ΔT . Comme l'illustre cette figure, un écart de température minimal ΔT_c est requis pour initier la rupture. Dans l'intervalle $0 < \Delta T < \Delta T_c$, aucune propagation de fissure ni de changement de contrainte à la rupture n'apparaît. A $\Delta T = \Delta T_c$, la fissure se propage à une nouvelle longueur alors que la contrainte à la rupture chute brutalement (instantanément). Cette nouvelle longueur de fissure est maintenant subcritique

par rapport à ΔT , par conséquent pour qu'elle se propage de nouveau, un nouvel écart de température $\Delta T'$ est nécessaire. Comme résultat, dans l'intervalle $\Delta T_c < \Delta T < \Delta T'_c$, aucun changement de la contrainte n'est observé. Au-delà de $\Delta T'$, la fissure se propage d'une manière quasi statique avec une diminution graduelle de la contrainte lors de l'augmentation de l'écart de température ΔT .

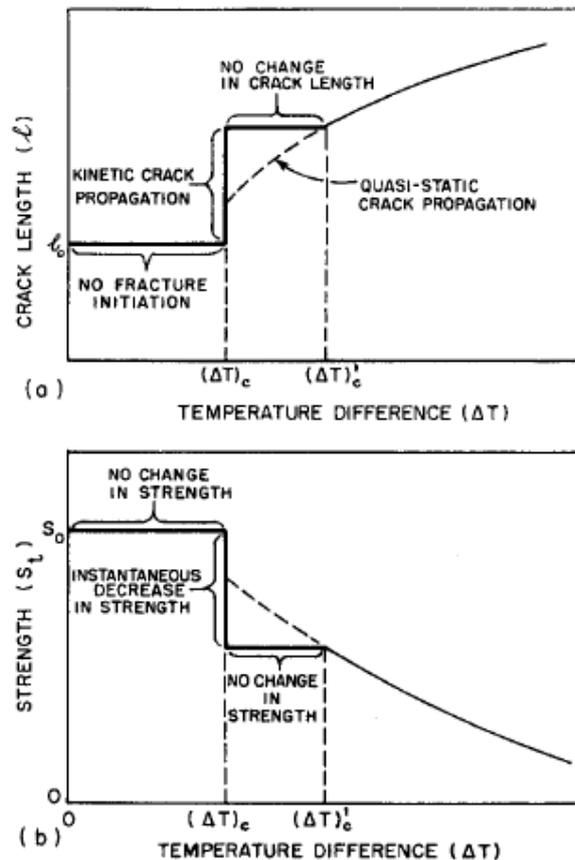


Figure 1.11 : Longueur de fissure et contrainte en fonction de l'écart de température imposé [HASS 69]

1.9.2- Analogie des théories thermo élastique et énergétique :

Le choix d'un matériau est incontestablement un problème délicat. Il n'existe pas de matériau idéalement résistant et à la fissuration et à l'endommagement par choc thermique, c'est à dire résistant à la fois à l'initiation et à la propagation des fissures. L'ambiguïté résulte dans l'existence de deux théories décrivant le même phénomène.

Les paramètres issus de l'analyse de HASSELMAN suggèrent qu'un matériau est résistant à l'endommagement par choc thermique, si son module élastique et son énergie de surface sont

élevés et que sa résistance à la rupture est faible. Ces exigences sont contraires à celles proposées par KINGERY pour une bonne résistance à l'initiation de la fissure gouvernée par le paramètre R' ($R' = K \cdot \sigma_R / E$). Ce qui incite à rechercher une analogie entre ces deux approches.

Sur le plan pratique, deux orientations sont possibles:

- Reculer au maximum l'apparition de la fissuration en acceptant que le composant en service soit inutilisable ensuite (cas de matériaux à microstructure fine, ayant une grande résistance à la rupture).

- Accepter la fissuration précoce du matériau, dont la résistance à la rupture initiale aura été choisie volontairement modeste (cas des matériaux réfractaires à faible résistance initiale).

La figure 1.12 montre que pour des chocs sévères, les deux analyses conduisent à des valeurs comparables de ΔT_C .

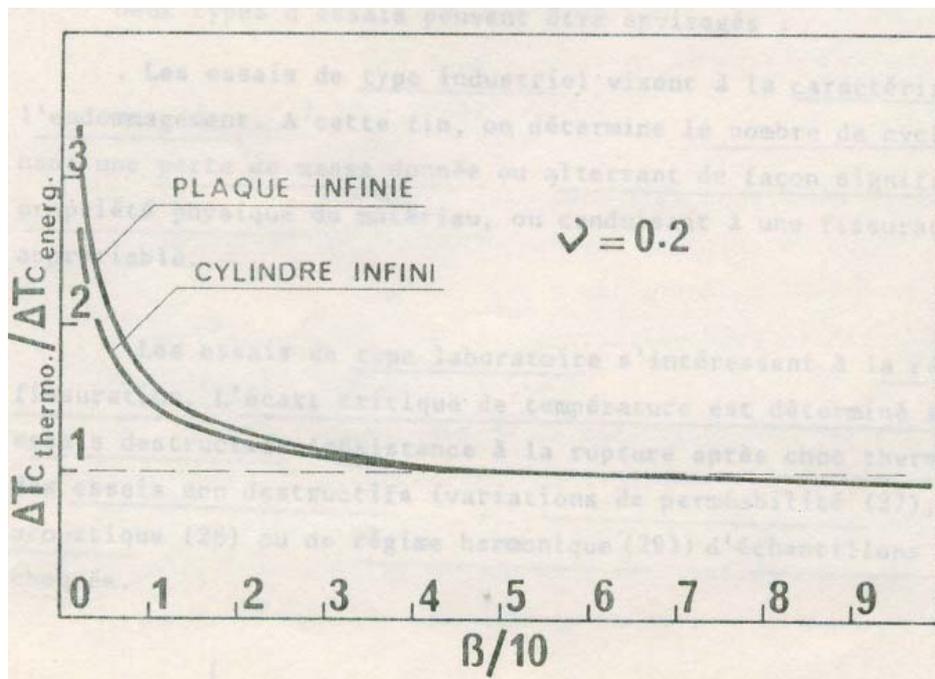


Figure 1.12 : Analyse thermo-élastique et analyse énergétique de la résistance aux chocs thermiques: valeurs calculées de ΔT_C [GLAN 81].

1.10- APPROCHE THERMOMECANIQUE:

Quand un matériau est soumis à un champ de contraintes de tension, les microfissures, pores et les autres hétérogénéités structurales opèrent comme des concentrateurs de contraintes. Conformément à la mécanique linéaire élastique de la rupture, dans le cas d'une fissure de

demi-longueur (a), à une courte distance (r) du fond de la fissure, la contrainte réelle est proportionnelle à ($r^{-1/2}$) avec une amplitude du facteur d'intensité de contraintes (K) dépendant de la longueur de fissure et d'un facteur géométrique Y :

$$K = Y.\sigma(\pi a)^{1/2} \quad (1.32)$$

Dans le cas d'un choc thermique, le champ de contraintes dans le matériau est entièrement d'origine thermique. L'énergie libre totale U_{tot} est la somme de l'énergie élastique U_E générée dans le matériau par le choc thermique et de l'énergie de surface U_S associée à la fissure considérée. La condition de propagation de fissure peut s'écrire :

$$\frac{\partial U_{tot}}{\partial a} \leq 0 \quad \partial a > 0 \quad (1.33)$$

$$U_S = 2.a.\gamma \quad (1.34)$$

γ : Energie de surface

En supposant que la largeur de fissure est égale à l'unité, U_S peut encore s'écrire :

$$U_S = a.G_c \quad (1.35)$$

G_c : Taux de restitution de l'énergie de fissure, souvent appelé énergie de déchirure.

U_S est donc une fonction linéaire de (a). D'autre part, U_E diminue au fur et à mesure que la fissure se propage. La loi de variation n'est pas simple. La figure 1.13 donne une illustration pour un champ de température donné.

G est défini comme suit:

$$G = -\frac{\partial U_E}{\partial a} = \frac{K^2}{E} \quad (1.36)$$

La ténacité sera alors:

$$Kc = (Gc.E)^{1/2} \quad (1.37)$$

Alors la condition de propagation de fissure peut s'écrire encore

$$K \geq Kc \quad \partial a > 0 \quad (1.38)$$

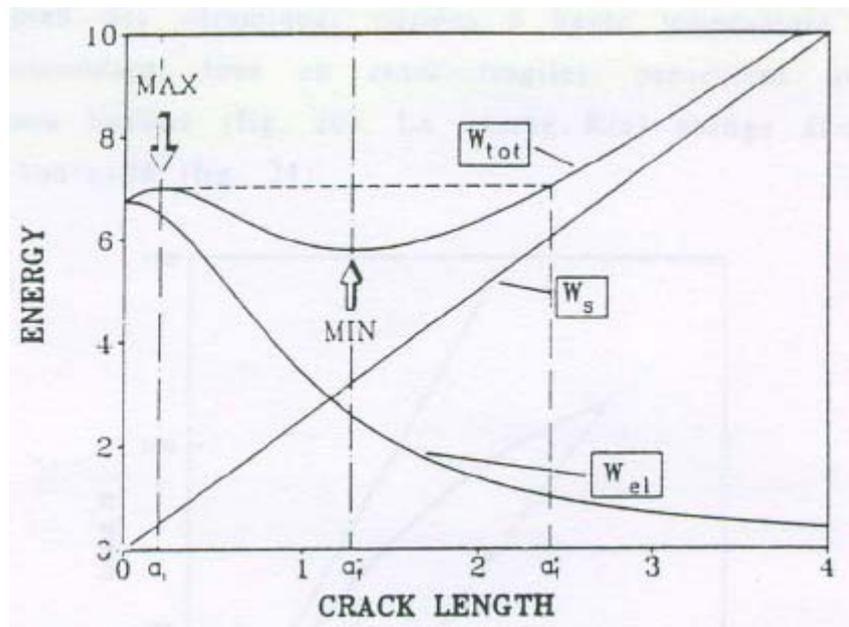


Figure 1.13 : Variation de U_{el} , U_s et U_{tot} en fonction de la longueur de fissure a [SCHN 91]

Bien des céramiques portées à haute température et subissant un choc thermique descendant, tout en étant fragile, présente une courbe contrainte déformation non linéaire. (figure1.14) [SWAI 90]. La courbe Facteur d'intensité de contrainte en fonction de la taille de la fissure $K(a)$ présente une certaine convexité.

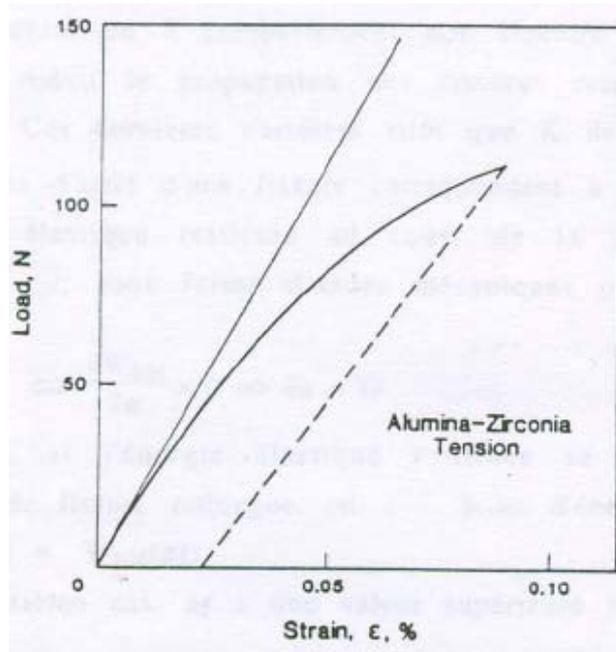


Figure 1.14 : Courbe contrainte-déformation d'une alumine-zircone [SWAI 90].

Lorsqu'une céramique à comportement non linéaire subit un choc thermique, la force motrice, qui induit la propagation des fissures, relaxe en même temps que les fissures se propagent. Ces dernières s'arrêtent sitôt que K devient inférieur à K_C . Les conditions d'arrêt d'une fissure correspondent à deux cas extrêmes.

Si l'énergie élastique restituée au cours de la propagation d'une fissure est immédiatement dissipée, sous forme d'ondes mécaniques par exemple, l'arrêt se produit dès que:

$$K < K_C \Leftrightarrow \frac{\partial U_{tot}}{\partial a} > 0 \quad \Rightarrow \quad \partial a = 0 \quad (1.39)$$

En revanche, si l'énergie élastique restituée se transforme exclusivement en énergie de surface de fissure rallongée, le bilan d'énergie sera comme suit:

$$U_{tot}(a_i) = U_{tot}(a_f) \quad (1.40)$$

Dans ce dernier cas, (a_f) a une valeur supérieure à celle déduite de la condition $(K < K_C)$. En définitive, on peut donc dire qu'une céramique ayant un comportement non linéaire, et possédant une ténacité élevée, possède une meilleure résistance à la propagation des fissures et

donc un meilleur comportement au choc thermique. Ce qui met en évidence le rôle essentiel de la ténacité.

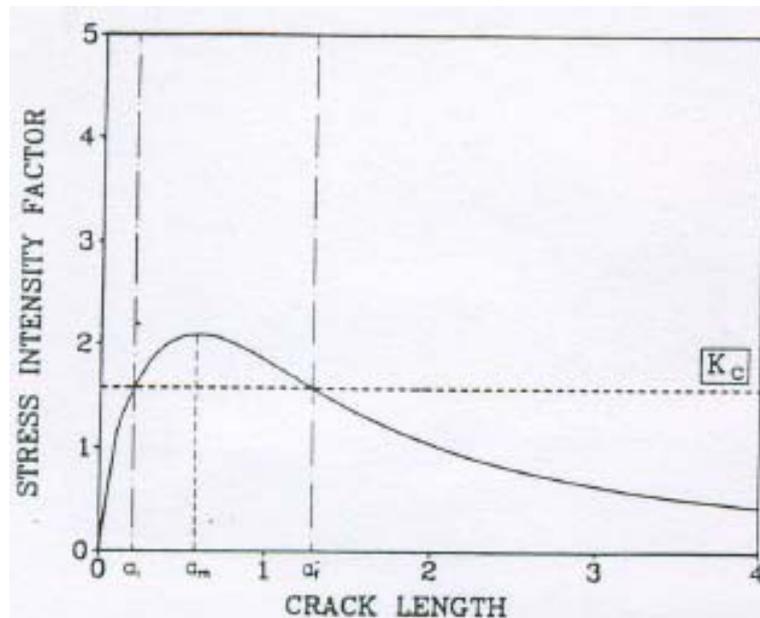


Figure 1.15: Variation de K en fonction de (a) (céramique inélastique) [SCHN 91]

1.10.1- Caractère transitoire du choc thermique

Pour l'étude du choc thermique, il est important de prendre en compte le facteur temps, en particulier la dépendance du facteur d'intensité de contrainte vis à vis de ce paramètre. Jusqu'ici, nous avons supposé que les divers paramètres thermomécaniques étaient constants (analyses thermoélastique et énergétique), autrement dit ils ne dépendaient pas de la température. Or, cette hypothèse implicite est le plus souvent incorrecte.

Par conséquent, la conductivité thermique (K), la diffusivité thermique (χ), le coefficient de dilatation thermique (α), le module élastique (E), le coefficient de Poisson (ν) et la contrainte à la rupture (σ_r) doivent être considérés comme des fonctions de la température [NISH 95]. Il s'ensuit que le calcul des contraintes ou du facteur d'intensité de contrainte dans tout le volume du matériau, en fonction du temps, n'est plus possible par les méthodes classiques.

Modéliser les effets du choc thermique oblige, dès lors, l'emploi de la méthode des éléments finis qui permet d'obtenir les profils des températures transitoires $T(x, t)$, des contraintes transitoires $\sigma(x, t)$ et des facteurs d'intensité de contrainte, dans toute l'épaisseur d'un matériau choqué thermiquement. Le calcul du coefficient d'échange superficiel de chaleur reste toujours difficile à évaluer. On se contente d'hypothèses sur le nombre de Biot. Dans le cas de pièces de

géométrie compliquée, on est amené à introduire d'autres hypothèses simplificatrices qui enlèvent encore un peu plus de garantie aux résultats fournis par la méthode des éléments finis. Toujours est il, que dans tous les cas, on doit faire appel à des essais expérimentaux pour confirmer les calculs numériques. En pratique, on choisit un protocole opératoire aussi représentatif que possible des conditions réelles de service du matériau en question et on mesure par un moyen approprié la dégradation occasionnée par un choc thermique bien défini [GABI 94].

L'analyse de l'endommagement par choc thermique, ne se base plus uniquement sur l'évolution des contraintes, mais fait intervenir le facteur d'intensité de contrainte.

Des approches plus performantes que celles décrites précédemment [KING 55] [HASS 69] se sont avérées nécessaires et ont conduit au développement d'un nouveau modèle donnant des possibilités en calcul numérique et une description plus précise du phénomène du choc thermique. Ce modèle a été développé par EVANS [EVAN 75] [EVAN 77], en adaptant l'analyse thermo-élastique et en intégrant, en plus, la taille des défauts préexistants dans le matériau. Cette approche permet de tenir compte du caractère transitoire du choc thermique et donne à chaque instant :

- Le profil des températures dans le matériau
- Le champ de contraintes dans le matériau
- Le facteur d'intensité de contrainte en fonction de la taille des fissures

EVANS [EVAN 75] est le premier à adapter l'analyse de KINGERY [KING 55]. Il a proposé de prendre en compte la ténacité du matériau comme critère de rupture. SCHNEIDER [SCHE 91] l'a par la suite complétée.

Cette analyse présente l'avantage d'intégrer la taille des défauts préexistants dans le matériau et de pouvoir quantifier la dégradation. Néanmoins le nombre élevé de paramètres impliqués, rend la modélisation et la validation expérimentale extrêmement complexe. Récemment, les possibilités de résolution offertes par les méthodes de calculs numériques ont largement contribué au développement de cette approche.

L'approche locale se décompose en deux parties largement indépendantes :

- A partir d'une géométrie d'échantillon et pour un matériau homogène isotrope et sans défaut, les profils de température $T(x, y, z, t)$ et de contrainte $\sigma(x, y, z, t)$ induits par le choc thermique sont calculés en chaque point et à chaque instant.

- Des défauts sont ensuite introduits dans la structure et leur stabilité est étudiée vis à vis des profils de température et de contrainte calculés précédemment.

Deux possibilités de résolution se présentent:

- Une résolution mathématique exacte.
- Une résolution numérique par différence finie.

Le diagramme de la figure 1.16 montre les étapes transitoires du choc thermique.

1.10.2- Distribution des températures:

Dans le cas de problème simple, une résolution analytique est possible. Pour une plaque infinie de demi-épaisseur L , portée à une température uniforme T_i , qu'on refroidit rapidement en la plaçant dans un milieu de température T_f . A chaque instant, la température notée $T(x, t)$ dépend de la position à l'intérieur de la plaque x ($x = 0$ au centre et $x = \pm L$ en surface). Elle est solution du problème aux limites suivant:

* Transfert conductif en volume, régis par l'équation 1.41.

$$\frac{\partial^2 T(x, t)}{\partial x^2} = \left(\frac{1}{\chi}\right) \frac{\partial T(x, t)}{\partial t} \quad (1.41)$$

χ : Diffusivité thermique du matériau constituant la plaque

* Transfert convectif en surface:

$$K \frac{\partial T(x, t)}{\partial x} + h.T(x, t) = 0 \quad \text{en } x = L \quad (1.42)$$

où K et h désignent respectivement la conductivité thermique du matériau et le coefficient d'échange superficiel de chaleur supposés constants.

La symétrie du refroidissement implique un gradient nul au centre de la plaque.

$$K \frac{\partial T(x, t)}{\partial x} = 0 \quad \text{en } x = 0 \quad (1.43)$$

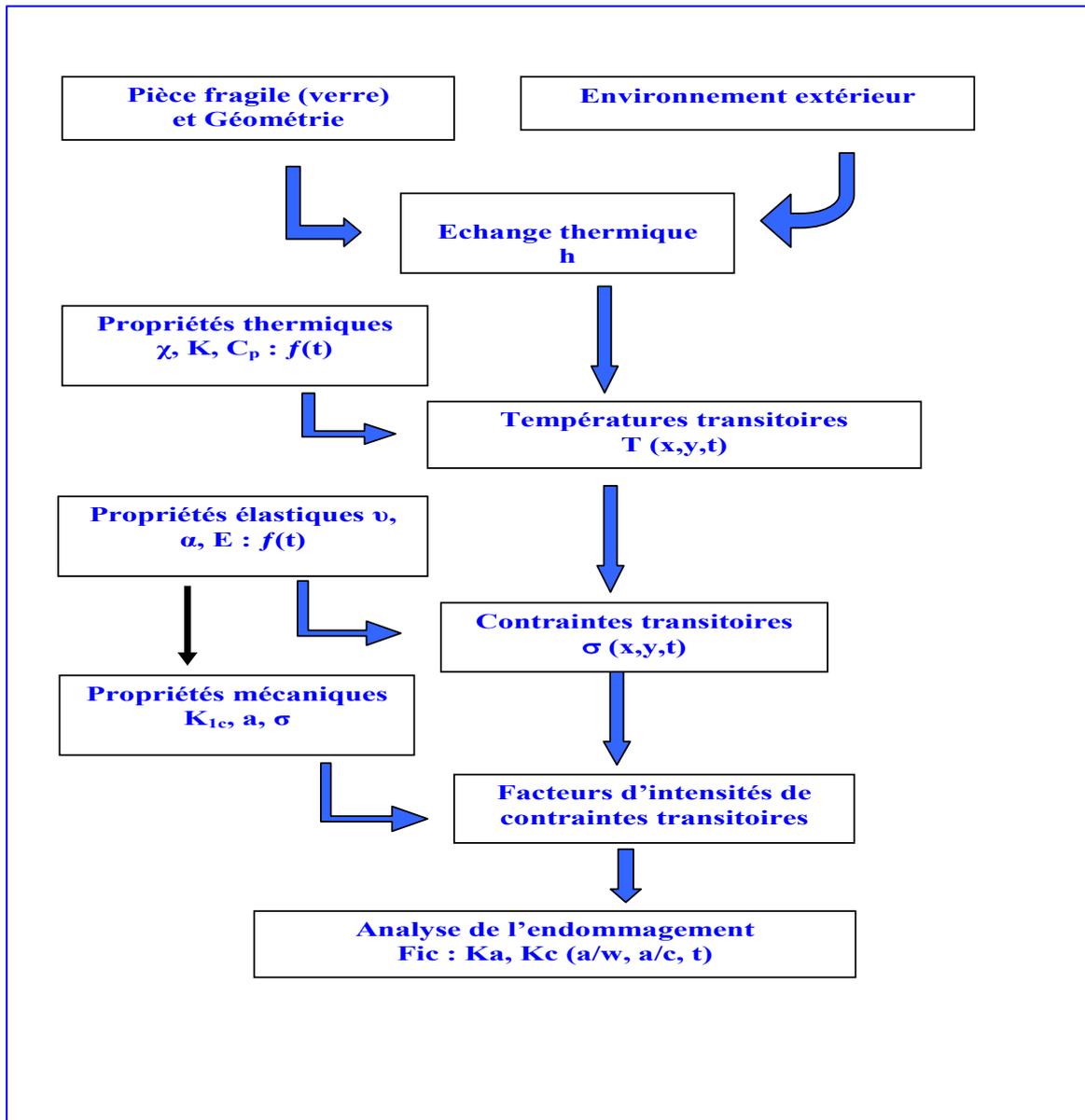


Figure 1.16: Diagramme montrant les trois étapes transitoires du choc thermique

La solution analytique de ce problème est de la forme:

$$\frac{T(x,t) - Tf}{Ti - Tf} = \sum_{n=1}^{\infty} \frac{1}{N_n} \exp(-x \cdot \lambda_n^2 \cdot t) \frac{\sin(\lambda_n L)}{\lambda_n} \cos(\lambda_n \cdot x) \quad (1.144)$$

Où λ_n sont les racines positives de l'équation:

$$(\lambda_n \cdot L) \operatorname{tg}(\lambda_n \cdot L) = \frac{L \cdot h}{K} = \beta$$

et

$$N_n = \frac{L}{2} + \frac{L\beta}{2[(\lambda_n \cdot L)^2 + \beta^2]}$$

Avec :

K : Conductivité thermique

h : Coefficient d'échanges superficiels de chaleur.

L : Demi-épaisseur de la plaque.

La résolution analytique n'est possible que pour des géométries d'échantillons simples. Le recours aux éléments finis est indispensable, si la géométrie est plus compliquée. Nous utiliserons une méthode numérique de discrétisation moins compliquée que les éléments finis : les différences finies. Le profil des températures obtenues par différences finies est le suivant:

$$T_0^i = \left[1 - \frac{\chi(T_0^{i-1})\Delta t}{(\Delta x)^2} \right] T_0^{i-1} + \frac{\chi(T_0^{i-1})\Delta t}{(\Delta x)^2} T_2^{i-1} \quad (1.45)$$

$$T_n^i = \frac{\chi(T_n^{i-1})\Delta t}{(\Delta x)^2} T_{n-1}^{i-1} + \left[1 - 2 \frac{\chi(T_n^{i-1})\Delta t}{(\Delta x)^2} \right] T_n^{i-1} + \frac{\chi(T_n^{i-1})\Delta t}{(\Delta x)^2} T_{n+1}^{i-1} \quad 1 \leq n \leq N-1$$

$$T_N^i = \frac{1}{1 + \frac{h(T_N^{i-1})\Delta x}{K(T_N^{i-1})}} \left[\frac{h(T_N^{i-1})\Delta x}{K(T_N^{i-1})} + \frac{\chi(T_N^{i-1})\Delta t}{(\Delta x)^2} T_N^{i-1} \right] + \left[1 - 2 \frac{\chi(T_N^{i-1})\Delta t}{(\Delta x)^2} \right] T_{N-1}^{i-1} + \frac{\chi(T_N^{i-1})\Delta t}{(\Delta x)^2} T_{N-2}^{i-1}$$

(1.46)

Δx : Intervalle selon l'épaisseur

Δt : Intervalle selon le temps

On constate que ce système de N+1 équations exprime le profil de température à l'instant $(i.\Delta T)$ en fonction du profil de température à l'instant $[(i - 1).\Delta T]$.

Une étude plus détaillée de cette résolution itérative [PEIG 91] montre qu'elle est assortie de la condition de convergence suivante:

$$\frac{1 - 2\chi(T)\Delta t}{(\Delta x)^2} \geq 0 \quad \text{C'est-à-dire} \quad \frac{\chi_{\max} \Delta t}{(\Delta x)^2} \leq \frac{1}{2}$$

La figure 1.17 montre l'évolution de la température à la surface et au cœur de cylindres en verre choqués thermiquement par air froid [OZYE 83].

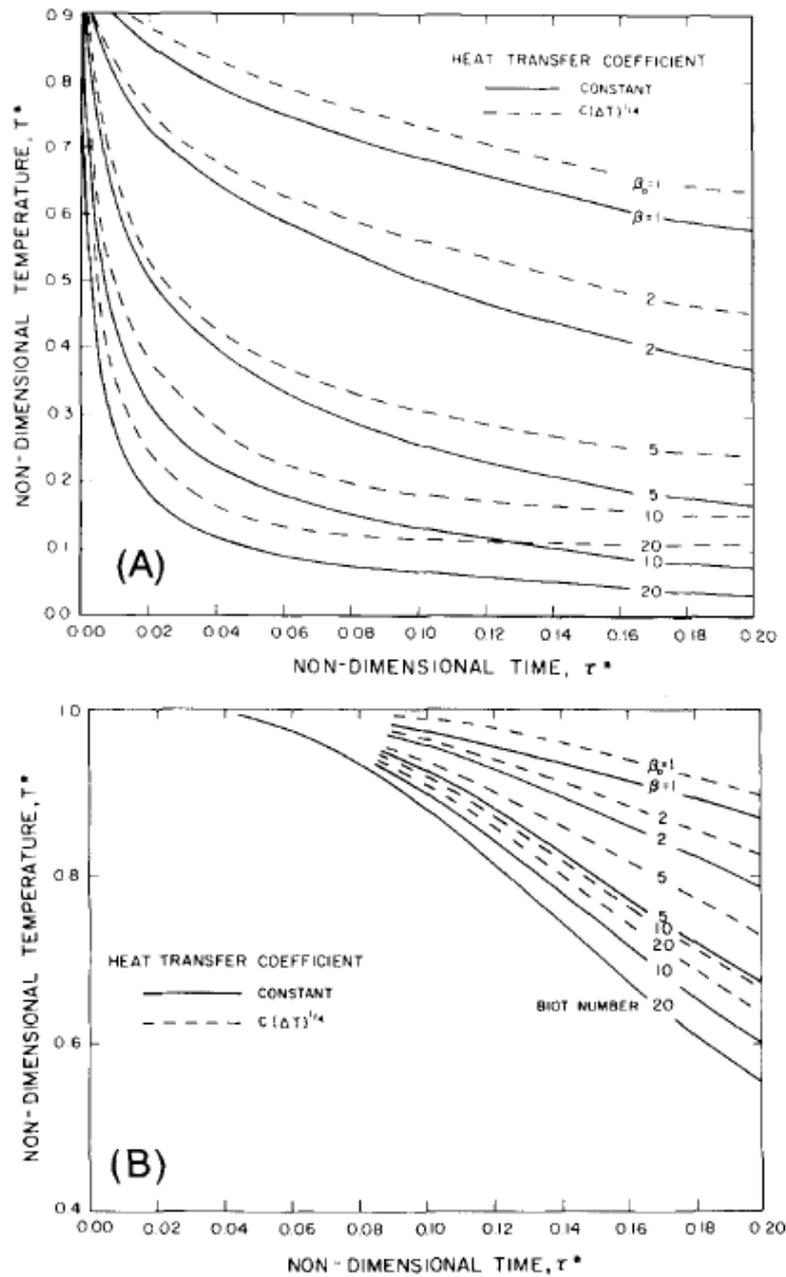


Figure 1.17: Evolution de la température à la surface et au cœur de cylindres (verre) choqués thermiquement : Convection naturelle ($h = C.\Delta T^{1/4}$) et convection forcée ($h =$ constante) pour différents nombres de Biot [OZYE 83].

1.10.3- Distribution des contraintes:

Les contraintes thermiques induites lors d'un choc thermique sont déterminées à partir de la loi de Hooke en déformation biaxiale [$\sigma(x, t) = E(x, t) \cdot \varepsilon(x, t) / (1 - \nu(x, t))$], connaissant le profil des températures et l'évolution des propriétés du matériau en fonction de la température, on aura alors :

$$\sigma(x, t) = \frac{E(x, t) \cdot \alpha(x, t)}{1 - \nu(x, t)} \cdot (T_m(t) - T(x, t)) \quad (1.47)$$

Avec à l'instant t:

$E(x, t)$: Module élastique du matériau à la profondeur x

$\nu(x, t)$: Coefficient de Poisson du matériau à la profondeur x

$\varepsilon(x, t)$: Déformation locale du matériau

$\alpha(x, t)$: Coefficient de dilatation thermique à la profondeur x

$T_m(t)$: Température moyenne dans l'épaisseur de la plaque

$T(x, t)$: Température de la plaque à la profondeur x.

La figure 1.18, représente l'évolution de la contrainte superficielle transitoire lors du choc thermique selon les conditions imposées.

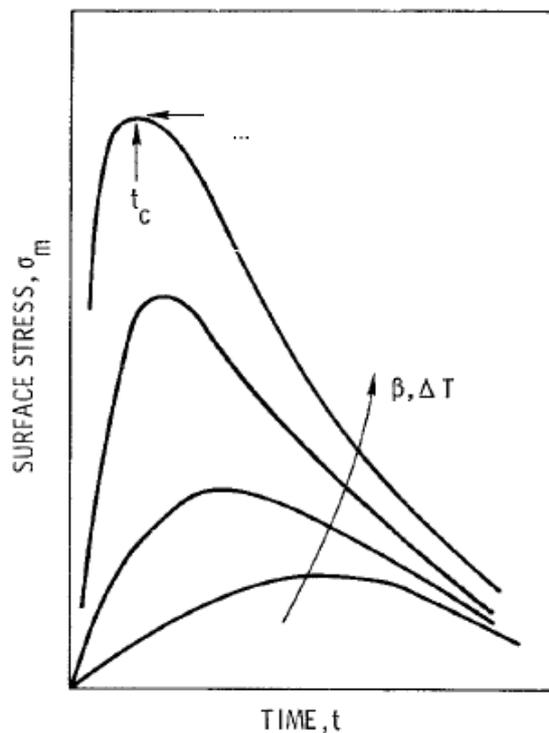


Figure 1.18: Contrainte superficielle transitoire lors du choc thermique [EVAN 77].

Si la baisse du module de Young, parfois remarquée lorsque la température des matériaux augmente, est prise en compte, les contraintes thermiques calculées peuvent être nettement inférieures à celles trouvées en considérant la valeur du module de Young constante. A l'opposé, il n'est pas rare que la conductivité thermique des matériaux diminue avec la température, ce qui a pour conséquence d'augmenter les contraintes thermiques par rapport au cas où la conductivité thermique est constante [SAAD 96], [GABI 94].

1.10.4- Détermination du facteur d'intensité de contraintes :

Connaissant le champ des contraintes thermiques, le facteur d'intensité de contraintes dû au choc thermique (K_1), peut être déterminé à chaque instant en fonction de la longueur de fissure (a). Le calcul peut être effectué soit par une méthode numérique (éléments finis) soit en appliquant la fonction de poids ou la fonction de Green [PEIG 91] [WU 92] [LU 01] [LEE 97]. La fonction de Green intègre la contribution au facteur d'intensité de contrainte du défaut, des contraintes apparaissant le long de la fissure. Ces contraintes sont pondérées par un coefficient dépendant de la distance entre le point d'application de la contrainte et le fond de la fissure.

$$K_1(a, t) = \frac{2}{\sqrt{\pi a}} \int_0^a \sigma(x, t) \cdot g(x) \cdot dx \quad (1.48)$$

Dans le cas d'une plaque d'épaisseur finie présentant une fissure de surface, la fonction de Green après simplification est donnée par l'expression :

$$g(x) = 1.12 \frac{a}{(a^2 - x^2)^{1/2}} \quad (1.49)$$

1.10.5- Comportement des défauts :

Pour l'approche en terme d'intensité de contrainte, la rupture brutale se produit quand la contrainte à la surface de l'échantillon est égale à la contrainte σ_c conduisant à la propagation de la fissure. En d'autres termes, quand le facteur d'intensité de contrainte atteint la ténacité du matériau K_{IC} (figure 1.19).

Dans le cas de fissures naturelles, les défauts ne se propagent pas simultanément, mais plutôt une certaine hiérarchie de propagation s'instaure. L'accroissement des fissures se produit depuis la zone froide, donc depuis la surface, vers la zone chaude. La densité des fissures

augmente avec l'augmentation de la différence de température appliquée [SWAI 94] [EVAN 75-1] [SHNE 91].

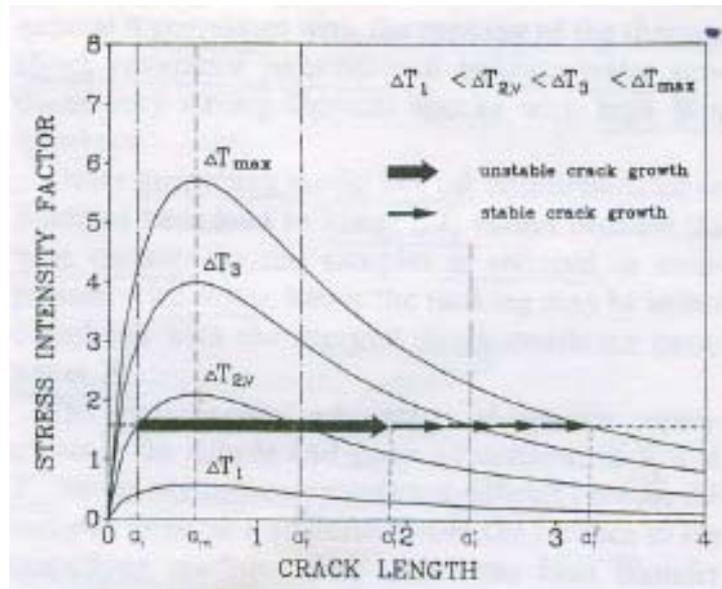


Figure 1.19: Dépendance de $K(a)$, de ΔT et du temps montrant l'initiation à une propagation instable d'une fissure de longueur a_i . La fissure s'arrête à la longueur a_f^1 et la propagation stable de a_f^1 jusqu'à a_f^2 pour des valeurs élevées de ΔT [SCHN 91].

On distingue deux modes de propagation en fonction de la longueur de la fissure initiale [EVANS 75] [MUTO 94] [SCHN 91] [MIGN 95] (figure 1.20).

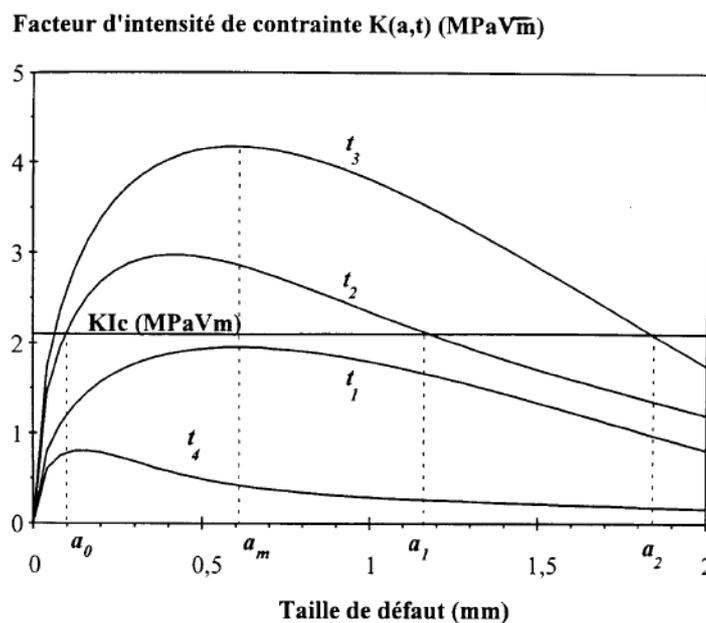


Figure 1.20: Corrélation entre facteur d'intensité de contrainte induit par choc thermique et ténacité du matériau ($t_{n+1} > t_n$) [MIGN 95]

* Si $a < a_m$: L'évolution instable de la fissure est due à l'augmentation du facteur K_I .

* Si $a > a_m$: La fissure ne peut se propager que d'une manière stable.

1.10.6- Evolution du facteur d'intensité de contrainte avec le temps :

La propagation de la fissure est beaucoup plus importante à la surface de l'échantillon qu'au centre [MUTO 94] [BAHR 94].

L'étude du mode de propagation d'une fissure soumise aux profils de contraintes résultant d'un choc thermique se résume comme suit : Sur la (figure 1.21), on a représenté la courbe K_{thm} à différents écarts de température ΔT .

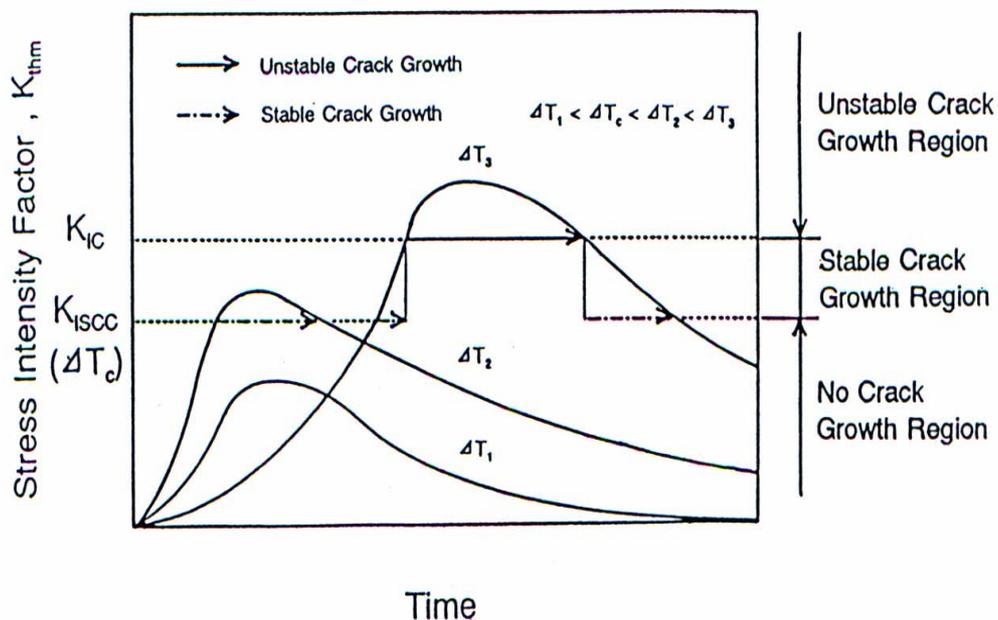


Figure 1.21: Modèle schématique de la propagation de fissure sous choc thermique [MUTO 94]

* $K_{thm} < K_{Isc} \Rightarrow$ Région ΔT_1 : Il n'y a pas de propagation.

* $K_{thm} > K_{Isc} \Rightarrow$ Région ΔT_2 : K_{thm} est supérieur à K_{Isc} mais en restant toujours très inférieur à K_{IC} , alors la propagation est stable.

* $K_{thm} > K_{Isc} \Rightarrow$ Région ΔT_3 : Quant K_{thm} devient supérieur à K_{IC} , la fissure se propage d'une manière instable. Elle se propage encore et au moment où le facteur K_{thm} décroît (quand il devient inférieur à K_{IC}), il se produit la transition de la propagation instable en une propagation stable. La fissure s'arrête finalement à l'instant où K_{thm} est de nouveau

inférieur à K_{Isc} [MUTO 94]. L'évolution de la fissure en fonction de ΔT est représentée sur la figure 1.22 [MIGN 95].

L'approche locale permet d'étudier précisément le comportement d'un défaut placé dans une pièce soumise à un choc thermique. Elle permet d'accéder :

- 1- A l'écart de température
- 2- A deux modes de propagation : brutale et stable tout en les mettant en évidence.
- 3- A quantifier les dégradations occasionnées.

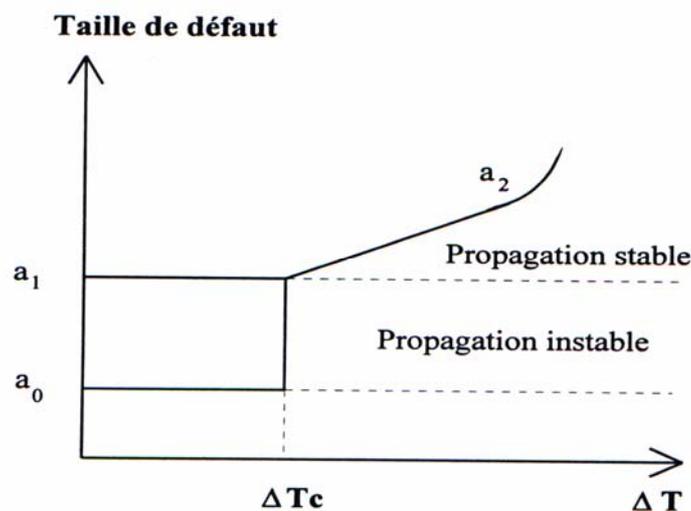


Figure 1.22: Evolution de la longueur de fissure en fonction de l'écart de température [MIGN 94].

1.11- APPROCHE PROBABILISTE

La majorité des matériaux fragiles, le verre en particulier, sont susceptibles de rupture catastrophique sous l'effet de brusques variations de température. L'amplitude de ces variations est fonction de son état initial, de sa géométrie et des dimensions du solide sollicité [HASS 69], [HASS 85]. La fiabilité de ces matériaux est déterminée par deux facteurs importants: le module de Weibull et la contrainte à la rupture.

Lorsqu'on réalise des essais de rupture sur un même lot d'éprouvettes, on observe une dispersion des résultats. Cette dernière dépend de l'état de surface qui influence considérablement la distribution de la taille et de la densité des défauts initiateurs de la fracture [JURG 97]. Par une analyse statistique, une corrélation linéaire entre les paramètres d'endommagement et la taille du défaut le plus critique a été proposée [LAMO 95].

Les fissures superficielles, présentes en grand nombre, sont distribuées d'une manière aléatoire, de sorte que le défaut le plus critique ne peut-être identifié à priori par des moyens non destructifs.

Pour prédire la rupture, on ne peut pas se satisfaire de la seule connaissance des résultats donnés par la mécanique linéaire élastique de la rupture et des résultats de la croissance sous critique à partir des défauts préexistants dans le matériau [POLL 71]. L'utilisation des théories se basant sur la nature statistique de la rupture fragile constitue un élément essentiel dans l'estimation de la rupture probable [HASS 85], [HASS 94].

Il est donc nécessaire de rechercher des méthodes susceptibles de dégager des lois statistiques à partir d'un nombre relativement faible d'informations expérimentales [POLL 71]. Comme la contrainte à la rupture est de nature aléatoire, il semble logique de considérer l'aspect probabiliste de la contrainte thermique.

Le modèle statistique de Weibull semble être le mieux approprié pour l'étude de l'aspect probabiliste de la rupture des matériaux fragiles. Ce modèle repose sur le concept du lien le plus vulnérable appelé « maillon de chaîne le plus faible ». Il considère la structure du matériau comme une chaîne dont la contrainte est contrôlée par celle du maillon le plus faible, équivalent à la région des défauts critiques ayant la plus grande taille. Ce modèle s'avère très commode pour l'étude statistique de la rupture des matériaux fragiles [JURG 97] [MADJ 99].

L'équation de la probabilité cumulée de rupture proposée par Weibull a la forme suivante :

$$P = 1 - \exp \left[- \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad (1.44)$$

σ : La contrainte appliquée.

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 (mesure le degré de dispersion des données de la rupture)

Le module de Weibull représente l'homogénéité de la répartition des défauts. Plus m est élevé, moins la résistance à la rupture dépend du volume sollicité. En linéarisant l'équation (1.44), on aboutit à la relation suivante :

$$\ln \ln \left(\frac{1}{1-p} \right) = m \cdot \ln \sigma - m \cdot \ln \sigma_0 \quad (1.45)$$

La probabilité de survie (P_s) est définie par: $P_s = 1 - p$

Pour une distribution de Weibull unimodale, les paramètres m et σ_0 sont déterminés soit graphiquement à partir des tracés expérimentaux de l'équation (1.45), soit par la méthode du CHI 2.

Un changement dans la pente de la droite indique un changement dans la famille des défauts qui contrôle la rupture.

Les résultats des mesures sont classés par ordre croissant. La probabilité (P_i) correspondant à la contrainte située au rang (i), est calculée à l'aide de plusieurs estimateurs. Ces derniers conduisent à des paramètres statistiques peu sensibles au nombre de mesures. Le plus recommandé est de la forme [MADJ 99]:

$$P_s = 1 - \frac{i}{N + 1} \quad (1.46)$$

N : représente le nombre des valeurs mesurées.

Par cette analyse, le matériau est considéré comme statistiquement homogène, c'est à dire que la probabilité de trouver un défaut de taille donnée, dans un volume arbitrairement petit, est partout la même.

La propagation brutale d'un défaut critique conduit à la rupture catastrophique. Quant celle-ci est initiée, surtout pour des matériaux présentant une contrainte à la rupture élevée, leur propagation, dans presque la majorité des cas, est inévitable et instantanée. Eviter ce phénomène, implique le choix de matériaux avec des propriétés réduisant la probabilité de l'initiation de la rupture, de telle sorte que la propagation des fissures soit totalement minimisée [HASS 69].

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 (1.44) 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 :

$$S_1 = \exp \left[- \left(\frac{\sigma}{\sigma_{0_1}} \right)^{m_1} \right] \quad (1.47)$$

$$S_2 = \exp \left[- \left(\frac{\sigma}{\sigma_{0_2}} \right)^{m_2} \right] \quad (1.48)$$

Où m_1 , σ_{0_1} , m_2 , σ_{0_2} 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 (fissures intrinsèques ou extrinsèques). Dans ce travail, nous avons considéré deux cas possibles : une distribution partiellement concurrente et une exclusive. Pour le cas des distributions partiellement concurrentes, les défauts de la population 1 sont communs à tous les échantillons. Si une fraction “ α ” des échantillons contient seulement ce type de défauts, la partie restante des échantillons $(1 - \alpha)$ contient en plus un deuxième type de défauts. Les deux populations 1 et 2 de défauts sont présentes dans la partie restante de l'échantillon. La probabilité de survie totale résultante est :

$$S = \alpha.S_1 + (1 - \alpha) S_1. S_2 \quad (1.49)$$

Où “ α ” est le paramètre mixte.

Dans le cas où la distribution est exclusive, une fraction α des échantillons contient seulement les défauts de la population 1, la partie restante des échantillons $(1 - \alpha)$, contient seulement les défauts de la population 2. La probabilité totale de survie a la forme suivante :

$$S = \alpha S_1 + (1 - \alpha) S_2 \quad (1.50)$$

Les différents paramètres sont calculés à l'aide de la méthode des moindres carrés et le test du CHI2 [R'MILI]. Un bon accord a été obtenu par la distribution partiellement concurrente et le test du CHI2.

Sous les mêmes conditions de choc thermique, certains échantillons rompent alors que d'autres non [ROGE 87]. MANSON et SMITH [MANS 55] ont introduit l'aspect statistique du choc thermique, en appliquant la formulation de Weibull.

MANSON [MANS 55] annonce que les conditions de rupture lors d'un choc thermique sont réunies, non pas lorsque la contrainte de surface atteint un maximum, mais à un moment plus tard quand la probabilité de rupture est maximale (figure 1.23). Il est possible que ces deux variantes se produisent simultanément pour des valeurs très élevées de m et de β (figure 1.24, courbe horizontale). Au fur et à mesure que m diminue, en atteignant des valeurs assez basses, la différence est de plus en plus appréciable surtout pour des chocs très durs.

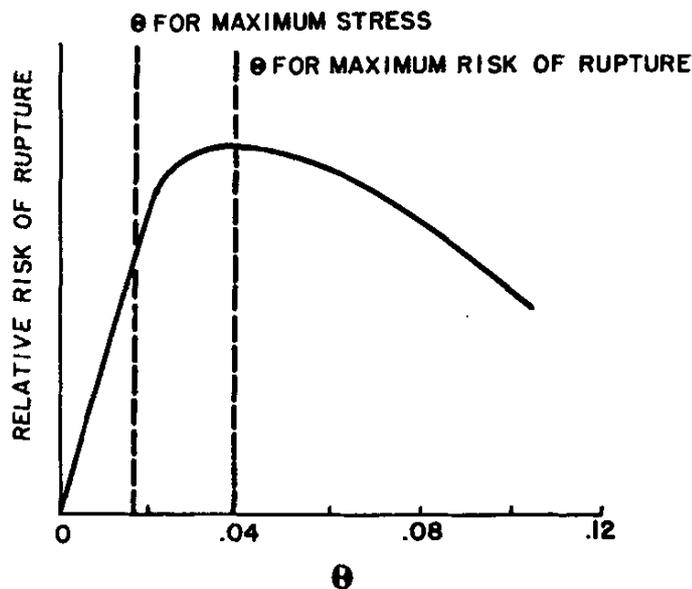


Figure 1.23 : risque de rupture en fonction du temps adimensionnel pour $\beta = 10$, et $m = 3$ [ANS 55].

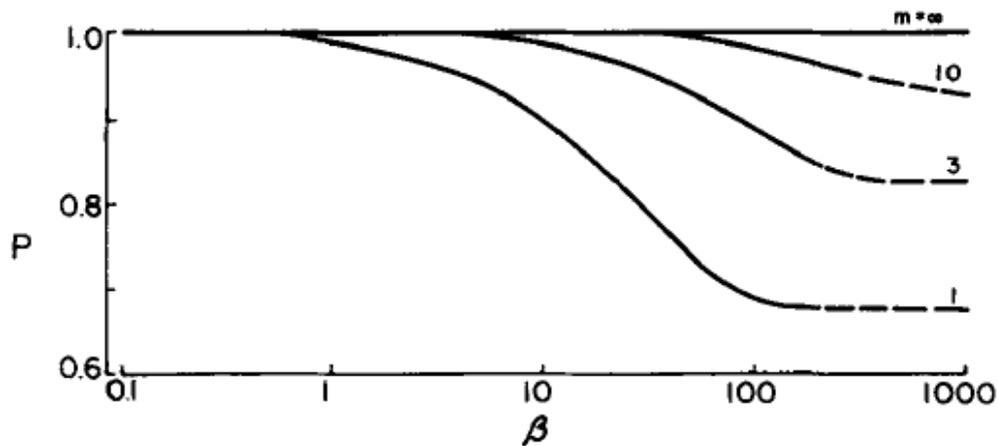


Figure 1.24 : Probabilité de rupture en fonction du nombre de Biot β pour différentes valeurs de m [MANS 55].

La différence de température minimale de rupture correspond à la différence de température où une première fissure est visible, est calculée à l'aide de la formule suivante:

$$\ln \ln \left(\frac{1}{1-P} \right) = m \ln \Delta T + C' \quad (1.54)$$

ΔT : différence de température minimale

p : probabilité cumulée de rupture.

m : module de Weibull.

C' : constante.

Il a été montré que pour prédire une rupture, il est nécessaire de prendre en compte non seulement la contrainte maximale s'établissant dans l'échantillon, mais aussi le gradient de contrainte existant dans une pièce thermiquement choquée [ASHI 83]. Par ailleurs, il a été démontré que pour prévoir la résistance aux chocs thermiques sévères d'un matériau fragile, les propriétés thermo-élastiques du matériau sont des facteurs de première importance [MIRK 81]. L'aspect statistique du choc thermique est évident surtout dans le cas des chocs thermiques durs. WEI [WEI 89], a montré que la différence de température critique ΔT_c est étroitement liée à l'épaisseur de l'échantillon. Il a conclu à travers ses résultats que ΔT_c diminue avec l'épaisseur. Un diamètre plus grand a comme conséquence une probabilité de rupture plus élevée pour un même ΔT . (figure 1.25).

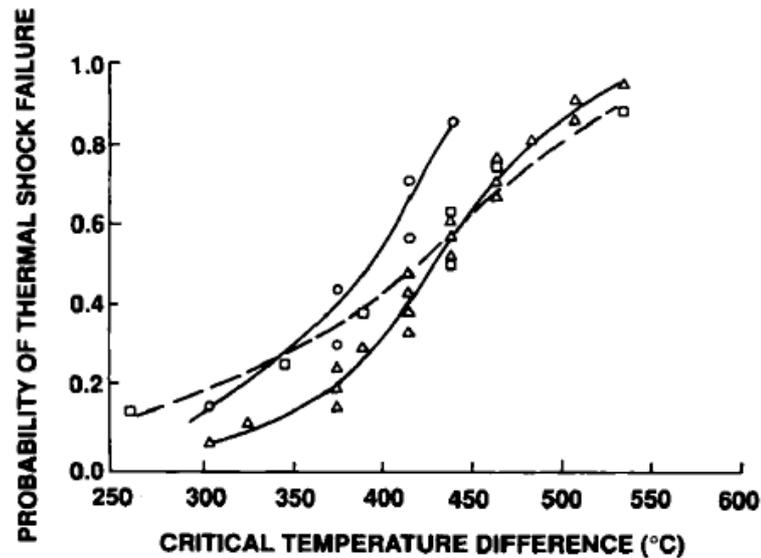


Figure 1.25 : Probabilité de rupture par choc thermique en fonction de la différence de température pour des échantillons d'épaisseur 2 mm de diamètre 19 mm (Δ) et de diamètre 25 mm (\square) puis d'épaisseur 3 mm (O) [WEI 89].

Une corrélation linéaire entre cet aspect de distribution aléatoire des défauts superficiels et les paramètres d'endommagement, en utilisant l'analyse statistique, a été proposée par VOLKOV et ses collaborateurs [VOLK 97].

Comme la rupture du verre est de nature probabiliste, l'aspect statistique de sa résistance au choc thermique doit être logiquement considéré [WERE 99].

CHAPITRE 2 :
RUPTURE DU VERRE

2.1- INTRODUCTION

Un solide, sollicité sous une contrainte modérée, présente jusqu'à une certaine température, un comportement élastique. En d'autres termes, il recouvre sa géométrie initiale après suppression des sollicitations qui ont provoqué sa déformation. Le comportement élastique linéaire est un cas très particulier de ce comportement général. Il caractérise les matériaux présentant un diagramme effort - déformations linéaire. C'est le cas typique des matériaux céramiques à température ambiante et jusqu'à des températures relativement élevées ($T < 1000^{\circ}\text{C}$) [TESS 03]. Les céramiques, entre autre le verre, se caractérisent donc par un comportement fragile et une faible ténacité, due à l'absence de plasticité jusqu'à des températures élevées.

2.2- TYPES DE RUPTURE

Le cas des matériaux fragiles pose problème puisque l'existence d'un défaut critique provoque la rupture brutale, incontrôlable. Si le corps fissuré est en équilibre stable, la fissure se propage de manière contrôlée. Dans certain cas, la propagation n'est pas contrôlée durant l'essai. On dit qu'elle est semi-contrôlée. La figure 2.1 illustre ces cas de rupture. Pour éviter la rupture catastrophique on peut :

- 1- Mettre les défauts de surface (rayures) en compression par des traitements thermiques.
- 2- Renforcer le matériau par des inclusions (granulats, fibres) qui constituent des obstacles à la propagation des fissures et qui augmentent de fait l'énergie de surface.
- 3- Utiliser la plasticité qui augmente cette énergie et qui modifie la géométrie de la fissure.

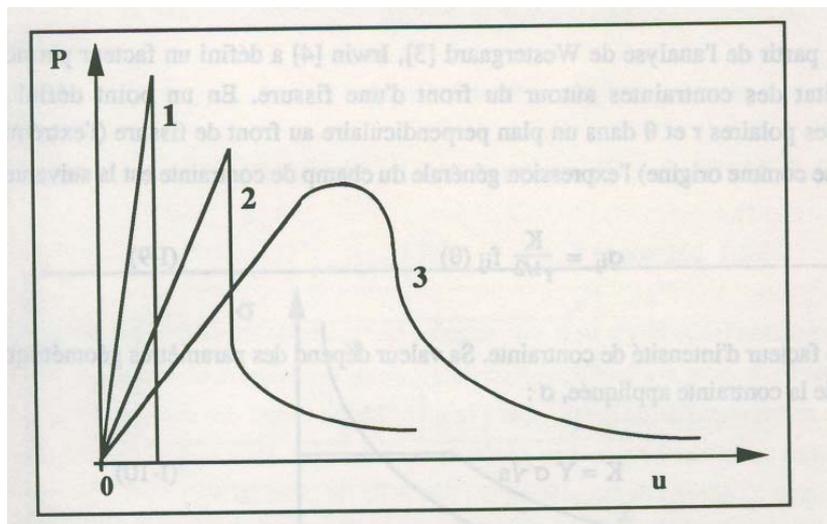


Figure 2.1 : Types de rupture dans le diagramme charge- déplacement

1- Catastrophique, 2- semi-contrôlée, 3- contrôlée (cité par Saadaoui [SAAD 91])

2.3- COMPORTEMENT ELASTIQUE

Le comportement élastique des matériaux céramiques, considérés comme des solides continus, isotropes et homogènes, peut être interprété par la théorie de l'élasticité linéaire (loi de HOOKE). Comparativement aux métaux, la plupart des céramiques possèdent des modules d'élasticité élevés, de faibles coefficients de dilatation thermique et de hautes températures de fusion dues à la très forte intensité de leurs liaisons interatomiques.

2.4- COMPORTEMENT FRAGILE

On a souvent attribué aux défauts du matériau la cause principale de la rupture fragile. La rupture d'un solide, sollicité de manière quelconque, peut résulter de deux mécanismes différents: décohésion ou cisaillement (plan de rupture perpendiculaire ou parallèle à la direction de la charge). Les valeurs mesurées de résistance à la rupture sont considérablement plus basses que les valeurs calculées par les expressions théoriques proposées qui supposent un cristal parfait. Cette différence, qui atteint plusieurs ordres de grandeurs, est attribuée au fait que les solides réels possèdent un grand nombre d'imperfections (microfissures, hétérogénéité, porosité,...). Pour un verre de silice, les contraintes à la rupture théorique σ_{th} est de l'ordre de (~ 20 GPa), alors que les valeurs mesurées expérimentalement σ_{exp} ne dépassent guère ($\sim 0,1$ GPa), ce qui est 200 fois plus faible que la résistance théorique.

Griffith [GRIFF 20] a suggéré que tous les verres contiennent des micro fissures ou des défauts de surface, agissant comme concentrateurs de contraintes. A partir de considérations énergétiques, il suppose, dans sa théorie, l'existence d'un défaut de géométrie elliptique (figure 2.1), et propose des expressions de la résistance à la rupture d'un solide réel. Il intègre dans le bilan énergétique, l'énergie de surface, l'énergie mécanique composée d'un terme de déformation élastique et la variation du travail des forces extérieures en plus d'un terme indépendant de la taille du défaut elliptique. Il considère un corps fissuré comme un système thermodynamique. L'énergie totale :

$$U = U_s - U_d + U^* \quad (2.1)$$

L'énergie de surface est donnée par: $U_s = 4a\gamma_0$

$U_d + W_{el} = - U_d$ (U_d énergie de déformation élastique, W_{el} travail des forces extérieures)

U^* : Terme indépendant de la taille du défaut elliptique a.

L'extension de la microfissure n'est possible que si le gain d'énergie de surface qui lui est associé est au moins compensé par la diminution d'énergie élastique liée à la relaxation des contraintes. La dimension de la microfissure évolue de manière à minimiser U.

- Si $\delta U / \delta a > 0$ la fissure est « stable ».
- Si $\delta U / \delta a = 0$ la fissure est « en équilibre ».
- Si $\delta U / \delta a < 0$ la fissure est « instable ».

Le calcul conduit aux relations suivantes :

$$\sigma_r = \left[\frac{2.E.\gamma_0}{\pi a} \right]^{1/2} \quad \text{en contrainte plane.} \quad (2.2)$$

$$\sigma_r = \left[\frac{2.E.\gamma_0}{\pi a(1-\nu)^2} \right]^{1/2} \quad \text{en déformation plane.} \quad (2.3)$$

E et ν représente respectivement le module de Young et le coefficient de Poisson du matériau [SIMO 89].

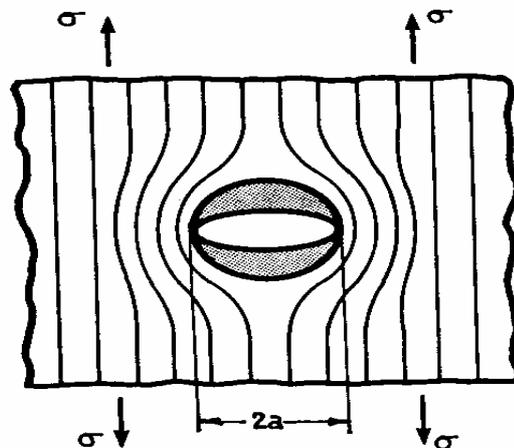


Figure 2.1 : Défaut elliptique et accroissement de fissure

Le modèle de Griffith fut généralisé par Irwin [IRWI 57] qui étudia la vitesse avec laquelle la contrainte autour de l'extrémité de la fissure tend vers l'infini. Il introduisit le facteur de concentration de contraintes K_I se rapportant au mode d'ouverture I. Le mode I est le plus dangereux dans la pratique et les deux autres modes sont le plus souvent complémentaires à ce dernier (figure 2.2).

Il détermina la valeur critique de K_I pour qu'il y ait instabilité à l'extrémité de la fissure de Griffith.

$$K_{Ic} = \sqrt{2\gamma_0 E} = \sqrt{g_F E} \quad (2.4)$$

g_F représente l'énergie de rupture et correspond au double de l'énergie surfacique unitaire. Les deux paramètres K_{Ic} et g_F sont des caractéristiques du matériau liées à la création de nouvelles surfaces libres et sont appelées paramètres de ténacité.

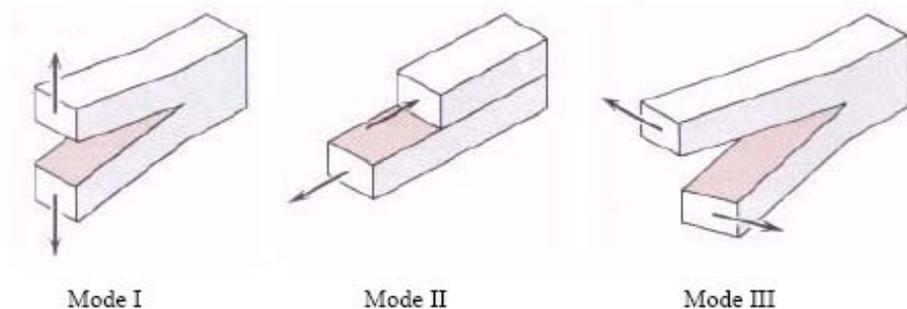


Figure 2.2 : Modes de rupture 1. Ouverture, 2. Cisaillement, 3. Torsion [SIMO 89].

2.5- TENACITE:

Sa mesure correspond à la mesure de l'énergie nécessaire pour rompre un matériau. On constate que selon le comportement ductile ou fragile cette quantité est très variable et que cette notion de ténacité est différente de celle de rigidité ou de ductilité. Si la **résistance** représente la capacité à reprendre une charge par unité de section, la **rigidité** une mesure de la résistance à l'allongement et la **ductilité** l'expression de la possibilité de se déformer de façon permanente avant de se rompre, la **ténacité** est définie comme l'opposition à la propagation brutale de fissures.

2.6- FACTEUR D'INTENSITE DE CONTRAINTES

L'étude de la propagation de fissure, quelle que soit la nature de la sollicitation qui la provoque (fatigue, dynamique, thermique...), ne va pas sans l'identification de la ténacité. Communément notée K_{Ic} , cette quantité désigne la valeur limite de l'intensité de singularité de contrainte à laquelle résiste un matériau. En effet, K_{Ic} est la valeur limite à la rupture du facteur d'intensité des contraintes K_I en mode d'ouverture.

Irwin [IRWI 57] a défini ce facteur qui permet de décrire l'état des contraintes autour du front de fissure. En un point défini par ses coordonnées polaires r et θ dans un plan perpendiculaire au front de fissure (l'extrémité de la fissure prise comme origine) le champ de contrainte a pour expression générale :

$$\sigma_{ij} = K (f_{ij}(\theta)) / r^{1/2} \quad (2.4)$$

Où K est le facteur d'intensité de contrainte.

La fissure se propage lorsque ce facteur atteint la valeur critique K_{IC} .

$$K_{IC} = \sigma_f \cdot Y \cdot (a)^{1/2} \quad (2.5)$$

Y est un facteur qui dépend de la géométrie de l'éprouvette, de la longueur de la fissure et des contraintes.

L'analyse en terme de facteur d'intensité de contrainte, comme celle de Griffith montre que la résistance à la rupture est directement liée à la taille des défauts critiques. Pour des solides réels, une partie de l'énergie mise en jeu est dissipée dans une zone plastique qui modifie la distribution des contraintes au voisinage de la fissure (figure 2.4).

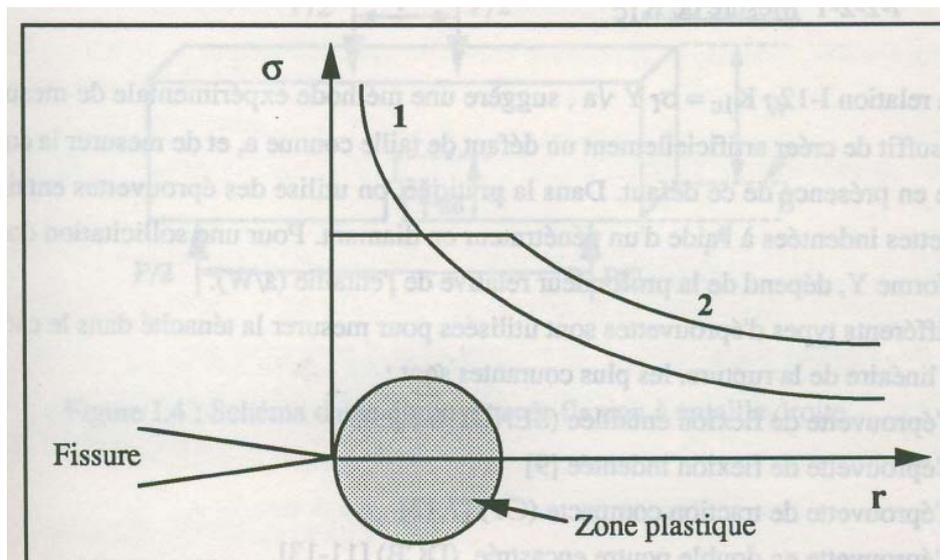


Figure 2.4 : Profils des contraintes en front de fissure [SAAD 91]

1- Matériau fragile idéal ; 2- Plasticité limitée en front de fissure.

La mesure de la ténacité peut se faire soit expérimentalement en créant un défaut artificiel, de taille a et de mesurer la contrainte à la rupture en présence de ce défaut, soit par la technique de l'indentation.

2.7- TECHNIQUE D'INDENTATION

Actuellement, l'indentation est largement adoptée comme technique de caractérisation des propriétés mécaniques intrinsèques des verres et autres matériaux fragiles. Elle présente trois avantages essentiels: simplicité de l'appareillage utilisé, possibilité de produire des défauts de forme, profondeur, orientation et emplacement bien définis et ne nécessite qu'une petite surface polie. Selon la forme de l'indenteur, il existe différents types d'indentation (Vickers, Knoop, Berkovitch, Hertzienne).

L'indentation des matériaux fragiles par un indenteur pointu produit, à partir de l'empreinte un système de fissures (figures 2.5 et 2.6) [SGLA 95] [WHIT 01].

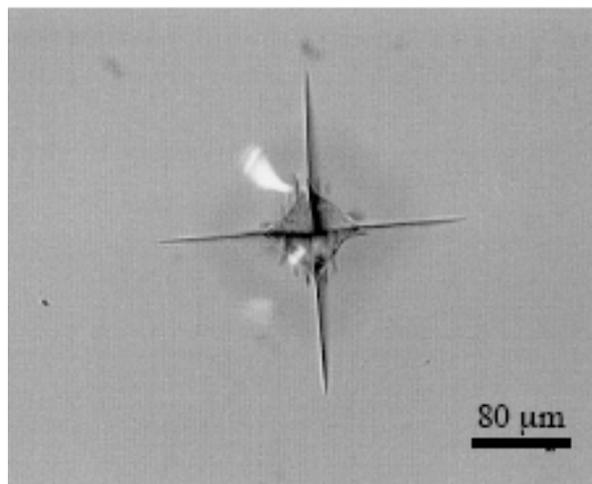


Figure 2.5: Empreinte d'indentation Vickers avec les fissures radiales (P= 20N) [SGLA 95].

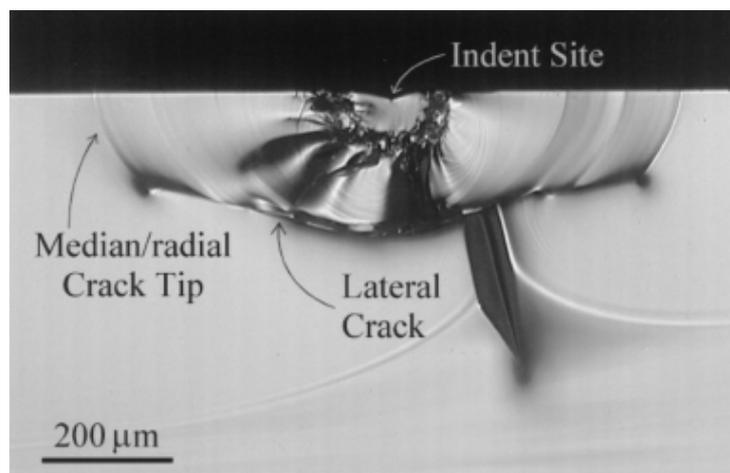


Figure 2.6 : Morphologie d'une empreinte Vickers montrant les fissures latérales et médiane (P= 100 N) [WHIT 01].

La fissure médiane démarre du bout de l'indenteur en profondeur au moment du chargement. Les fissures qui émanent du coin de l'indenteur, sont souvent définies comme médian-radial et considérées comme semicirculaires autour du contact d'origine. Ces fissures peuvent se propager sous l'action d'une contrainte appliquée. Leur extension contrôle la contrainte à la rupture de l'échantillon. Dépendant du matériau et de la charge d'indentation, les fissures médian-radiales peuvent être générées durant le cycle de chargement ou de déchargement et sont visibles en surface [SGLA 95].

Les fissures radiales, visibles à la surface, démarrent des coins de l'empreinte. Elles naissent lors du déchargement sous l'effet des contraintes résiduelles. Le système de fissuration radiale est sans doute le plus largement utilisé pour la caractérisation mécanique des matériaux. Sous l'effet du champ résiduel de contraintes, les fissures latérales émanent parallèlement à la surface. En atteignant cette dernière, elles conduisent à l'écaillage [KWAD 05].

Quand on réalise une indentation Vickers sur du verre silico-sodo-calcique, des contraintes résiduelles sont créées. Cela est causé par le fait qu'une région déformée plastiquement est formée sous l'indenteur. Autour de cette région plastique, le matériau est contraint élastiquement, laissant la matrice en permanence sous contrainte.

2.8- INDENTATION INSTRUMENTEE

Les verres silicatés rompent de manière fragile aux échelles supérieures au micron mais présentent une réponse plastique aux échelles inférieures. Bien que connu depuis un demi siècle, ce dernier phénomène reste mal compris. Maîtrisé, il pourrait ouvrir des perspectives technologiques nouvelles tant pour l'amélioration de la réponse mécanique des verres que pour leur mise en forme à l'échelle locale. Le peu d'études sur ce sujet s'explique par la nécessité d'utiliser des mesures mécaniques à l'échelle micronique.

Avec les récents développements des techniques de nano-indentation instrumentée, cet objectif semble devenir réalisable. Cependant la simple analyse des résultats d'indentation instrumentée (force-pénétration) ne permet pas à elle seule de statuer sur le comportement mécanique des matériaux indentés [COMT 02].

L'indentation instrumentée est une nouvelle technique récemment développée appelée CSM « continuous stiffness measurement », qui a la particularité de tenir compte, d'une manière excellente, de la réponse spécifique des matériaux.

Elle permet entre autre de quantifier les deux propriétés mécaniques mesurées par la plupart des techniques d'indentation qui sont la dureté H et le module élastique E des matériaux

homogènes et isotropes. Ces caractéristiques sont mesurées en un point quelconque tout au long du cycle de chargement-déchargement. Les mesures peuvent être faites à des profondeurs de pénétration de l'ordre du nanomètre. Ainsi, cette technique est idéale pour la mesure des propriétés mécaniques des couches superficielles ou des couches minces de l'ordre du nanomètre, des matériaux inhomogènes ou lorsque la microstructure et les propriétés mécaniques changent avec la profondeur de pénétration.

Au fur et à mesure que l'indenteur agit sur l'échantillon, la déformation élasto-plastique se manifeste.

La nano-indentation a une capacité de résolution spatiale très élevée et permet la mesure d'un point à un autre le champ de contrainte total induit par un traitement de recuit [KWAD 05].

Dans l'essai de l'indentation instrumentée, un indenteur pyramidal est enfoncée dans l'échantillon test, tandis que la force F d'indentation et la profondeur h de pénétration sont recueillies simultanément. La déformation sous la charge est la somme de la déformation verticale du contact du pénétrateur (déformation plastique) et la déformation élastique de la surface du périmètre du contact [PETI 06].

Contrairement aux méthodes conventionnelles, toutes les informations appropriées sont directement extraites à partir des courbes charge- pénétration. Le champ de contraintes sous le pénétrateur fait que cette courbe est représentative de la réponse mécanique du matériau.

La dureté Martens (H) définie par Martens peut être estimée aussi bien que le module de Young (E) [GUBI 96]. La partie chargement de la courbe caractérise la dureté, elle est fondée sur la pente du rétablissement élastique du matériau déformé. Elle peut être estimée à partir du matériau déformé ainsi qu'à partir de la courbe de déchargement à la charge maximale F_{max} . La pente de la partie déchargement de la courbe charge-pénétration permet de déterminer le module élastique. Pendant le processus de déchargement, on observe le retour élastique au voisinage du contact. La courbe de déchargement linéaire peut être approchée par sa tangente au point de contact des deux courbes charge- décharge. COMPTE [COMT 02] a démontré que la nano-indentation est une intéressante alternative pour la détermination du module élastique des couches minces, où l'application des tests mécaniques est presque impossible.

Pour le calcul, les paramètres nécessaires sont la charge maximale (F_{max}), la profondeur à la charge maximale (h_{max}) et la rigidité de contact au déchargement initial (S_{max}) (figure 2.7) [ROOP 02].

Lors du déchargement, la déformation élastique et l'empreinte résiduelle de dureté sont relevées après enlèvement du pénétrateur. De la courbe charge- pénétration, la partie chargement de la courbe, souvent dominée par une déformation plastique, caractérise la

dureté comme elle a été définie par Martens. Une dureté universelle peut être calculée à partir de la force maximale F_{\max} et de la profondeur maximale de pénétration h_{\max} . Ce type de dureté est appelé dureté Martens dans la nouvelle norme ISO/DIS145772 [ULLE 01].

Dans le cas d'un indenteur Vickers elle s'écrit :

$$HM (v) = \frac{F_{\max}}{26,43 \cdot h_{\max}^2} \quad (\text{Indentation Vickers}) \quad (2.6)$$

La dureté Martens, basée sur la pente du rétablissement élastique du matériau déformé peut être estimée comme suit :

$$HM_s = \frac{\left(\frac{d\sqrt{F}}{dh} \right)^2}{26,43} \quad (2.7)$$

La déformation plastique peut être calculée à partir de la séparation de la déformation élastique de toute la déformation enregistrée en employant la pente du déchargement initiale S équation (2.8). E_s est le module élastique de l'échantillon et E_d celui de l'indenteur respectivement, équation (2.10).

$$S = \left(\frac{dF}{dh} \right)_{F=F_{\max}} \quad (2.8)$$

$$HVM = \frac{F_{\max}}{26,43 \left(h_{\max} - 0,64 \frac{F_{\max}}{S} \right)^2} \quad (2.9)$$

$$HVM = \frac{4HM_s(v)}{\left(1 + \sqrt{1 - 12HM_s(v) \left(\frac{1-\nu_s^2}{E_s} + \frac{1-\nu_d^2}{E_d} \right)} \right)^2} \quad (2.10)$$

$E_d = 1000 \text{ GPa}$ et $\nu_d = 0,3$ sont les constantes élastiques de l'indenteur diamanté. La pente S provient du rétablissement élastique du matériau déformé. Elle peut être estimée à partir du matériau déformé ainsi qu'à partir de la courbe de déchargement à la charge maximale F_{\max} . La pente S mesurée augmente avec le module de Young (E_{IT}) et peut être employée pour son calcul (relation 2.11).

$$E_{IT} = (1 - \nu_s^2) \left[\frac{5.66 \cdot \left(h_{\max} - 0.64 \frac{F_{\max}}{S} \right)}{S} - \frac{1 - \nu_d^2}{E_d} \right]^{-1} \quad (2.11)$$

Les courbes charge-profondeur sont par la suite traitées numériquement [ULLN 02] [PETI 06].

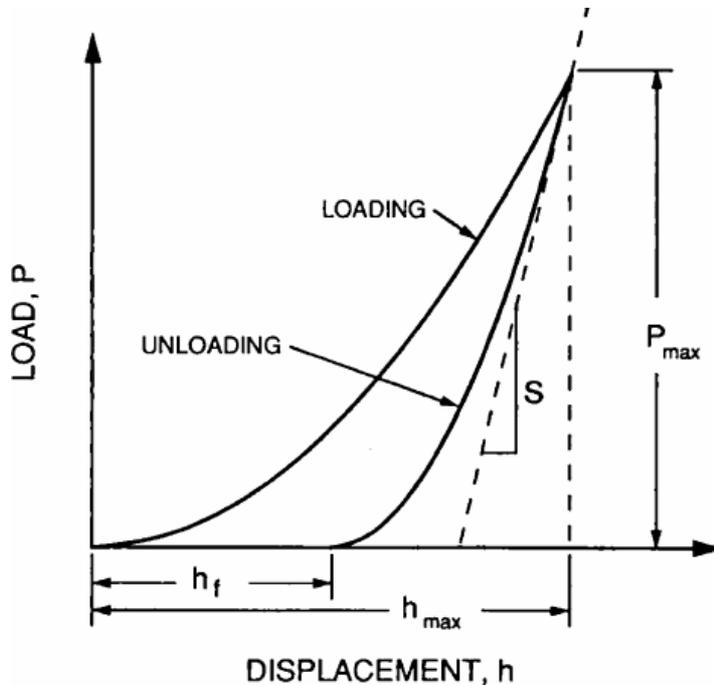


Figure 2.7 : Courbe charge – déplacement (pénétration) lors de l'indentation instrumentée [ROOP 02]

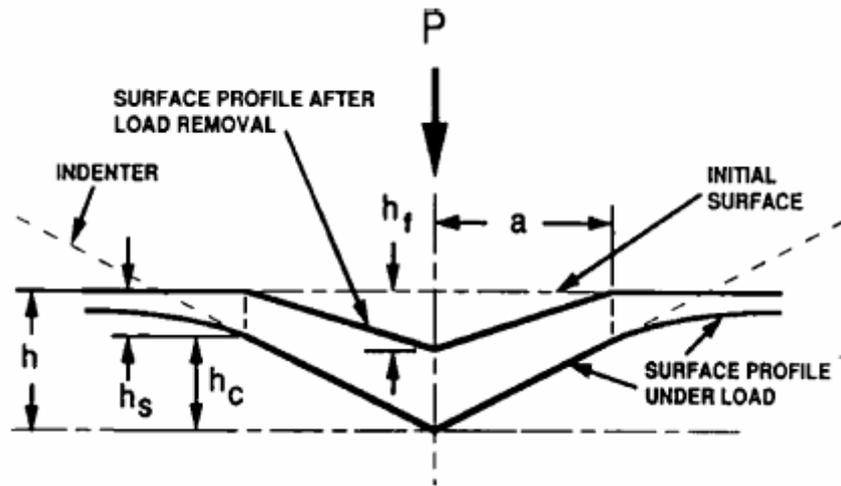


Figure 2.8 : Schéma de représentation du contact indenteur- échantillon [ROOP 02]

2.9- PROCÉDES DE RENFORCEMENT DU VERRE

Les propriétés mécaniques des verres d'oxyde peuvent être améliorées, par un certain nombre de méthodes, qui peuvent être très largement classifiées dans des techniques de surface ou de volume. Les méthodes de surface, sont celles qui opèrent en créant une couche compressive en surface.

Le verre est un matériau fragile, le moindre défaut de surface mis sous tension provoque sa rupture. A l'inverse, la résistance mécanique d'un objet en verre peut être facilement accrue en réduisant la taille des défauts de surface par polissage ou par attaque chimique.

L'origine 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. Il existe plusieurs méthodes pour neutraliser les défauts superficiels initiateurs de la rupture. Les plus utilisées sont celles qui génèrent des contraintes internes de compression à la surface du verre: la trempe chimique et la trempe thermique.

2.9.1- Décapage par voie chimique

Des dommages superficiels peuvent être enlevés par un décapage chimique en utilisant une solution aqueuse diluée d'acide fluorhydrique HF (ou un mélange de HF avec un autre acide, par exemple H_2SO_4 ou HCl). Ces acides permettent la dissolution des composés de fluorure résultants de la réaction entre le HF et le verre). Avec cette méthode, des objets en verre ont montrés des résistances mécaniques très élevées, au-dessus de 1000 MPa [DONA 89].

2.9.2- 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.

Par cette méthode la surface du verre est ramollie par chauffage, conduisant au déplacement de la matière visqueuse, par conséquent à la guérison des fissures.

2.9.3-Trempe thermique

Elle consiste à introduire des contraintes de compression à la surface de l'objet en verre. Cet état de compression de la surface peut être réalisé par un refroidissement rapide du verre à partir d'une température, au-dessus de la température de transition de ce dernier. Le refroidissement rapide est appliqué généralement à l'aide d'un jet d'air dirigé directement sur la surface du verre chaud. Sous l'action de l'air froid, les couches superficielles du verre se rigidifient alors que les couches internes (le "cœur") sont encore visqueuses. Le cœur étant proche de son point de ramollissement va fluer, annulant ainsi les contraintes. A son tour, le cœur se refroidit puis durcit. Sa contraction est toutefois perturbée par les couches superficielles durcies. Une distribution de contraintes dans le matériau (sur l'épaisseur) est parabolique. Les contraintes de compression seront maximales au niveau des peaux alors que le cœur de l'échantillon présentera des contraintes de traction (figure 2.9).

La trempe thermique présente l'avantage de ne pas modifier la composition en surface du verre, et d'être utilisable quelque soit la composition du verre (verre sodocalcique, verre riche en oxyde de plomb, etc...), à condition que le coefficient de dilatation du verre ne soit pas trop faible (silice et certains verres borosilicates).

Les méthodes thermiques se limitent aux articles de verre ayant une forme relativement simple, une dilatation thermique modérément élevée, et à des épaisseurs supérieures à environ 1,5 à 2 mm. La contrainte maximale atteinte par cette pratique est de l'ordre de 350 à 400 MPa, qui est approximativement trois à cinq fois plus importante que celle d'un verre non trempé [DONA 89].

Remarque: Si une fissure, superficielle, atteint la zone en extension, ceci provoque la naissance d'un grand nombre de branchements engendrant ainsi une rupture totale sous forme de petits éléments (pare-brise). Par conséquent, le verre trempé ne peut pas être découpé, la pièce doit présenter sa forme définitive avant la trempe.

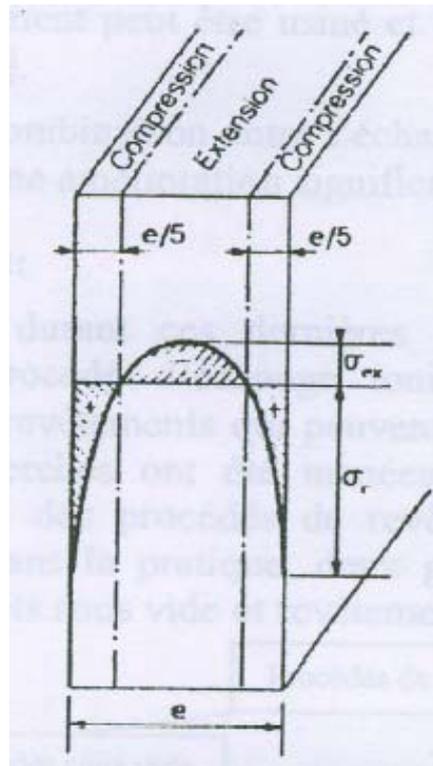


Figure 2.9: Distribution des contraintes dans une plaque de verre trempée thermiquement [DONA 89].

2.9.4- Méthodes de cristallisation de la surface

Un simple traitement thermique sous air pour donner une couche en surface cristallisée qui a une dilatation thermique inférieure à celle de l'échantillon en verre. Au refroidissement du matériau de la température de cristallisation, l'intérieur de celui-ci se contracte plus que la surface, et place ainsi la surface en compression et une tension d'équilibre est créée dans le cœur.

2.9.5- Trempe chimique

Les méthodes chimiques ont l'avantage distinct que presque n'importe quelle géométrie peut être trempée, en outre, les sections très minces (moins de 2 mm d'épaisseur) peuvent être employées, parce que la méthode ne se fonde pas sur l'établissement de gradients thermiques [DONA 89]. Contrairement au renforcement thermique, des verres avec des coefficients de dilatation thermique très bas (même proche de zéro) peuvent être traités avec succès par ces méthodes chimiques. Le traitement est également effectué à des températures inférieures à T_g de telle sorte à éviter les problèmes associés à la déformation visqueuse ainsi qu'à la déformation permanente, pouvant se produire pendant les traitements [JILL 00]. Le produit en

verre renforcé est obtenu généralement en modifiant la composition du verre en surface en réalisant des échanges ioniques. Ainsi, par exemple, le verre sodocalcique est chimiquement trempé en remplaçant les ions petits de sodium par des ions de potassium de taille plus importante. Ces derniers peuvent être fournis en traitant l'article en verre dans un bain fondu de sel mettant ainsi la surface du verre en compression. Une tension d'équilibrage se crée dans le cœur (figure 2.10). Des contraintes à la rupture en flexion dépassant 800 MPa peuvent être obtenues par échange ionique. L'épaisseur de la couche mise en compression peut varier entre quelques micromètres à plusieurs centaines de micromètres, selon la composition du verre. En général, l'épaisseur de la couche mise en compression sera inférieure à celle obtenue par des traitements thermiques. Une limitation de ce procédé est que la rupture reste toujours catastrophique sous des conditions de charge en tension. Un autre inappréciable constat de l'introduction des contraintes de compression en surface, est celui d'une augmentation de la variabilité de la résistance mécanique [JILL 00].

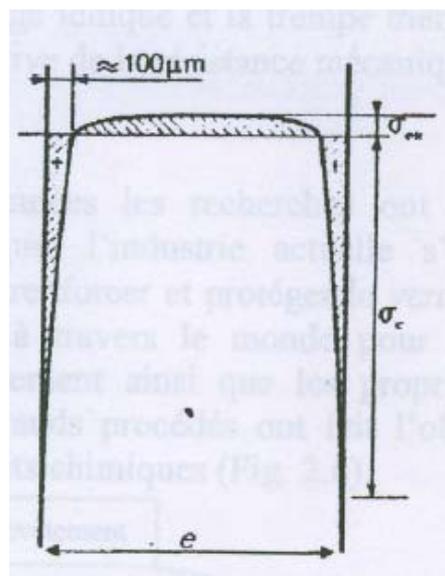


Figure 2.10: Profil de contraintes dans une plaque de verre traitée par trempage chimique [DONA 89].

Les processus qui peuvent être employés pour augmenter la résistance mécanique tout en diminuant sa variabilité sont extrêmement attirants.

Le double échange ionique, réalisé par SGLAVO [SGLA 01-1], [SGLA 01-2], 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 2.11).

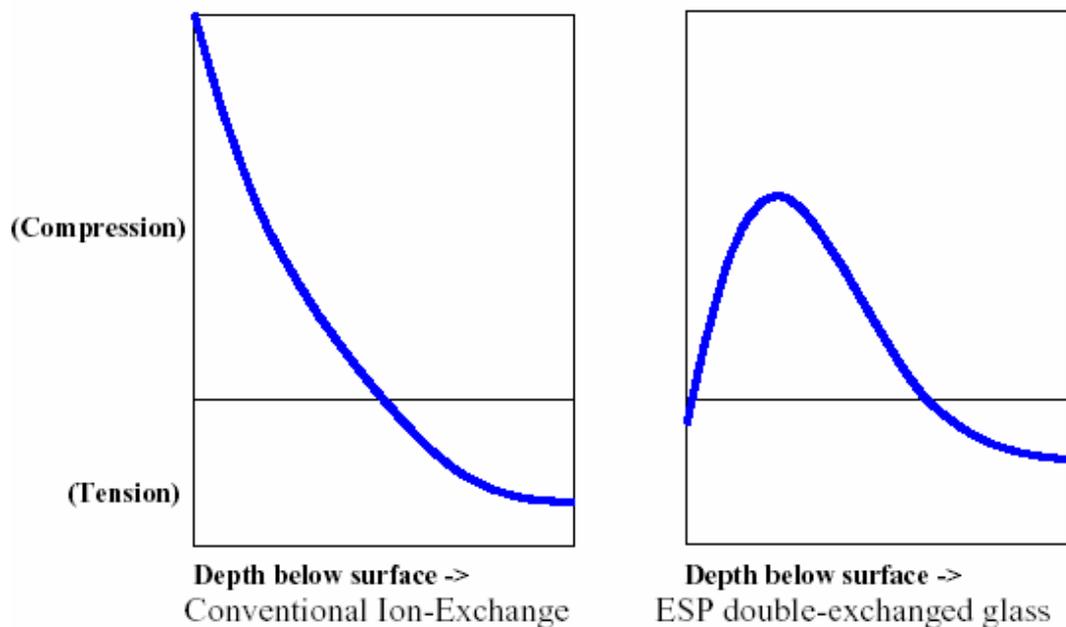


Figure 2.11 : Profils de contraintes induits (sur la demi épaisseur) dans le cas d'un simple et d'un double échange ionique dans du verre [JILL 00].

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.

D'après SHAISHA [SHAI 80], la contrainte maximale produite après un double échange ionique est équivalente à 70% de la contrainte maximale résultante d'une simple trempe chimique.

Ce constat est expliqué tout simplement par la faible concentration en ion potassium au niveau de la couche trempée. Cependant si la température de l'échange est assez élevée, vers T_g , la contrainte en double échange est uniquement ≈ 10 à 40% celle de l'échange simple. Ceci est dû à la relaxation de contrainte qui peut arriver durant le processus.

DUBIEL [DUBI 03], a montré l'effet de la température sur le double échange ionique réalisé avant et légèrement après T_g . Il a constaté que l'échange ionique au-dessus de T_g est similaire à une fusion d'un verre au potassium avec la même composition, à ces températures se produit tout simplement la relaxation structurale. Quand l'échange ionique est fait au-dessous de T_g , il y a formation d'une couche en surface fortement résistante. Cette résistance est d'autant plus grande que le degré d'échange ionique est important et la concentration en ion K^+ est plus élevée, il y a un simple remplacement iso-structural. Si la température de l'échange ionique final est choisie au-dessus de T_g les ions de potassium K^+ diffusent en volume.

PEITL [PEIT 99] a constaté que la théorie unifiée du choc thermique de HASSELMAN [HASS 69], a également fourni une bonne description de la différence de température critique trouvée expérimentalement pour le verre traité par un renforcement par un échange ionique et un verre non traité. Par contre, un certain désaccord est observé dans le nombre de fissures superficielles qui se propagent par choc thermique, calculé par la théorie et celui observé expérimentalement.

Une combinaison entre les différentes méthodes de renforcement ne peut produire qu'un résultat plus efficace.

2.9.6- Le procédé SCHOTT (1891)

Il consiste à ajouter (souder, coller) une couche superficielle d'un verre ayant un coefficient de dilatation plus faible. Au refroidissement ces couches superficielles se contractent moins et sont donc placées en état de compression.

2.9.7- Désalcalinisation

Un verre contenant une teneur moindre de modificateur Na_2O possède un coefficient de dilatation plus faible. Cette méthode consiste à diminuer superficiellement la teneur en Na_2O qui se trouvera en compression lors du refroidissement. Dans la pratique, on y arrive, en

traitant les objets en verre dans une atmosphère contenant du gaz sulfureux et de la vapeur d'eau. Ce traitement est appliqué notamment dans la fabrication des bouteilles [ZARZ 82].

2.9.8- Comparaison entre les différentes méthodes de renforcement et leur limitation.

L'importance de la contrainte de compression qu'on peut obtenir est limitée par plusieurs facteurs tels que les caractéristiques du verre, comme la dilatation thermique.

La trempe se fait à une température voisine de T_g , il est difficile d'éviter complètement le ramollissement et la déformation visqueuse du verre.

Les verres chimiquement renforcés sont malheureusement plus chers que leurs équivalents traités thermiquement. Ce coût élevé est dû en partie au bain de sel fondu, les sels doivent être changés à intervalles réguliers vu le risque de contamination qui réduit l'efficacité du processus. Il est aussi recommandé que la température de traitement doit être soigneusement contrôlée et précise. La dégradation des propriétés des verres traités thermiquement et chimiquement se produit aux températures élevées dues aux effets de la relaxation des contraintes induites par le traitement. En outre, dans le cas du renforcement chimique, la diffusion ionique mène également à une réduction de la résistance, en particulier à l'approche de T_g , ou à des températures qui excèdent la température de traitement. Aussi, sous un chauffage prolongé, la dégradation du verre peut également se produire même à des températures relativement basses.

CHAPITRE 3 :
PROCEDURE EXPERIMENTALE

3.1- INTRODUCTION

La majorité des matériaux fragiles, le verre en particulier, sont susceptibles de rompre d'une manière catastrophique sous l'effet de brusques variations de température. L'amplitude de ces variations est fonction de son état initial, de sa géométrie et des dimensions du solide sollicité. La fiabilité de ces matériaux est déterminée par deux facteurs importants: le module de Weibull et la contrainte à la rupture. Cette dernière dépend de l'état de surface qui influence considérablement la distribution de la taille et de la densité des défauts initiateurs de la fracture. Les fissures superficielles, présentes en grand nombre, sont distribuées d'une manière aléatoire, de sorte que le défaut le plus critique ne peut-être identifié à priori par des moyens non destructifs. Ces défauts exercent une grande influence sur les caractéristiques de la rupture.

L'utilisation des théories se basant sur la nature statistique de la rupture fragile, comme celle développée par Weibull, constitue un élément essentiel dans l'estimation de la rupture probable par choc thermique. Il est donc nécessaire de rechercher des méthodes susceptibles de dégager des lois statistiques à partir d'un nombre relativement faible d'informations expérimentales. Comme la contrainte à la rupture est de nature aléatoire, il semble logique de considérer l'aspect probabiliste des contraintes thermiques.

Pour étudier l'évolution des fissures préexistantes, nous avons utilisé des fissures introduites artificiellement (fissures radiales d'indentation Vickers). Lors du choc thermique, ces fissures radiales sont activées et se propagent sous l'action des contraintes thermiques transitoires.

A travers l'approche locale du choc thermique, nous avons utilisé un modèle de calcul numérique pour l'étude de la résistance au choc thermique du verre. Cette approche en terme du facteur d'intensité de contrainte permet d'étudier précisément le comportement d'un défaut superficiel créé dans une pièce soumise à un choc thermique. Cette analyse permet de déterminer, en tout point et à tout instant du choc thermique, les températures et les contraintes transitoires. Par conséquent, le suivi de l'endommagement à travers le facteur d'intensité de contraintes est possible.

Pour remédier à la faible résistance du verre, plusieurs techniques de renforcement existent (traitement de surface, renforcement en volume). Un traitement thermochimique de type échange ionique a été réalisé. L'effet de ce mode de renforcement, sur la résistance au choc thermique a été étudié.

3.2- VERRE UTILISE

Le verre utilisé est un verre commercial plat de type silico-sodo-calciq. Il se présente sous différentes épaisseurs (3, 4, 5, et 6 mm).

3.2.1- Composition chimique

La composition chimique moyenne a été déterminée au niveau du centre de recherche des matériaux de construction « CETIM » de Boumerdès (Algérie). Elle est présentée dans le tableau suivant :

Oxyde	SiO ₂	CaO	Na ₂ O	MgO	Al ₂ O ₃	K ₂ O	SO ₃	Fe ₂ O ₃	Autre
% (masse)	69,14	8,33	13,2	3,97	1,77	0,83	0,69	0,20	0,88

Tableau 3.1: Composition chimique du verre utilisé en pourcentage de masse

3.2.2 - Caractéristiques usuelles à la température ambiante

Les caractéristiques physiques du verre utilisé ont été mesurées à la température ambiante (tableau 2). Quelques unes ont été déterminées expérimentalement au niveau du laboratoire des matériaux non métalliques (université de Sétif), d'autres l'ont été au niveau du laboratoire MATEIS, de l'INSA de Lyon.

Propriétés	Valeurs et unités	Techniques de mesure
Module élastique E	72 GPa	Grindo-sonic
Coefficient de dilatation thermique α	$8,1 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$	Dilatomètre
Température de transition Tg	550 $^\circ\text{C}$	Dilatomètre
densité	2,5 g/cm ³	Pycnomètre à Hélium
Dureté Vickers H _V	5,6 GPa	Duromètre
Coefficient de Poisson	0,22	Ultrasons
Ténacité K _{IC}	0,75 MPa.m ^{1/2}	Flexion S.E.N.B.
- Transmission optique %	92 %	Densitomètre
- Indice de réfraction	1,52	Réfractomètre d'Abbé

Tableau 3.2: Quelques propriétés physiques du verre utilisé

3.2.3- Propriétés thermoélastiques en fonction de la température

Le verre silico-sodo-calcique à étudier est connu pour sa grande fragilité et sa mauvaise aptitude à absorber les fortes densités d'énergie élastique. De par son élasticité, il est très sensible vis à vis des contraintes mécaniques et thermiques. Avant de réaliser les essais de chocs thermiques, nous avons jugé utile de mesurer expérimentalement quelques unes de ses caractéristiques thermomécaniques en fonction de la température.

3.2.3.1- Module de Young statique

Sur la figure 3.1, on a représenté l'évolution du module de Young statique en fonction de la température. On remarque que la valeur du module reste pratiquement constante jusqu'aux environs de la température de transition pour amorcer une chute importante. Ce comportement s'explique par la perte de rigidité due à la baisse de la viscosité du verre.

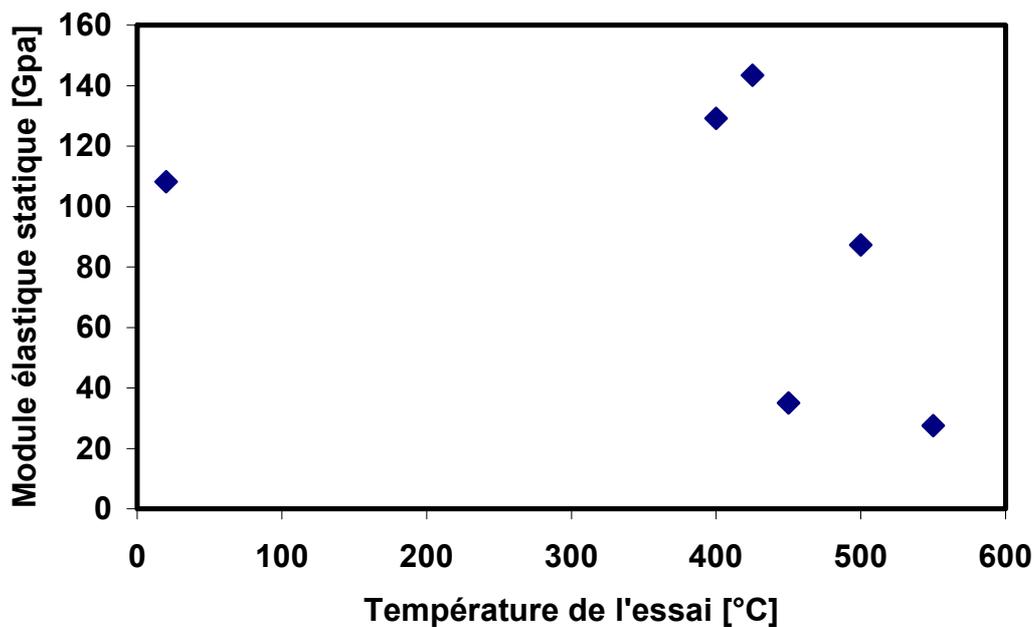


Figure 3.1 : Evolution du module de Young statique en fonction de la température

3.2.3.2- Ténacité par flexion (éprouvette entaillée):

Comme cela a été déjà mentionné auparavant, la ténacité a été mesurée en utilisant des éprouvettes SENB. La figure 3.2 représente l'évolution de la ténacité K_{IC} en fonction de la température. Pour le domaine des températures utilisées (inférieures à T_g), la ténacité est presque constante. Elle présente des valeurs autour de $1 \text{ MPa.m}^{1/2}$. Nous estimons que ces

valeurs sont un peu surestimées, la cause est peut être due au rayon du fond d'entaille qui n'est pas nul.

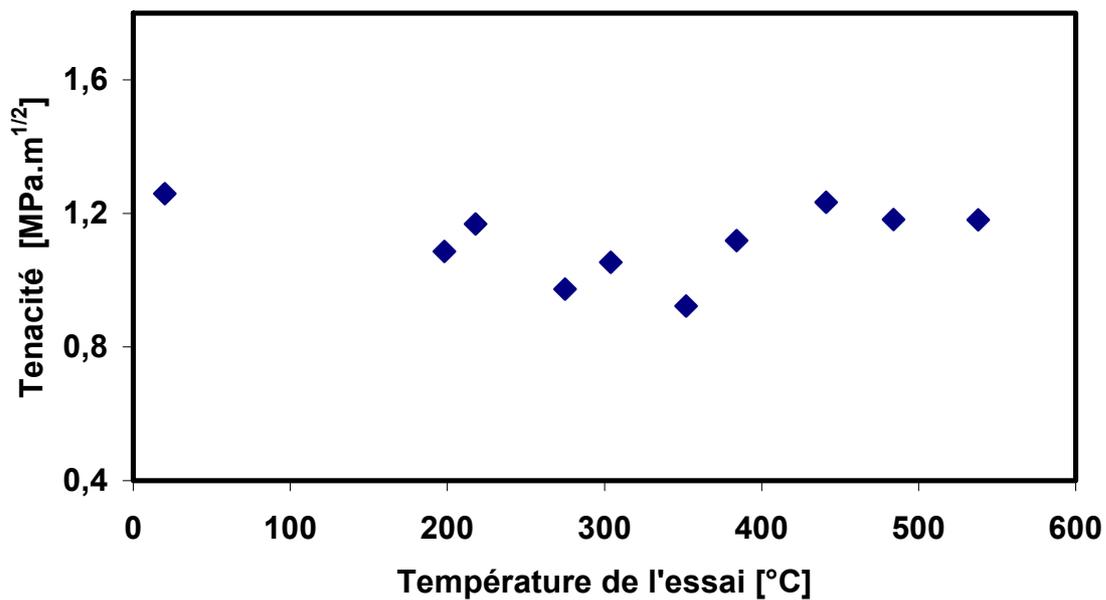


Figure 3.2 : Evolution de la ténacité du verre en fonction de la température

3.2.3.3- Résistance à la rupture en flexion

La contrainte à la rupture relative déterminée en flexion est représentée sur la figure 3.3. Elle semble suivre l'allure du module de Young statique. Elle commence à décroître au voisinage de la température de transition.

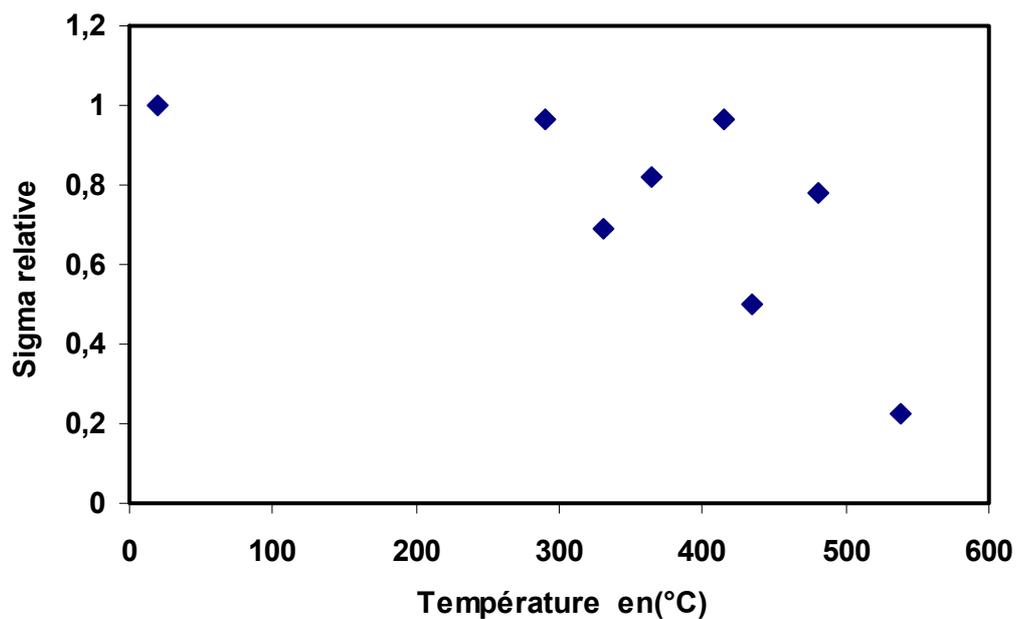


Figure 3.3: Evolution de la contrainte à la rupture en fonction de la température

3.2.3.4- Coefficient de dilatation thermique :

La figure 3.4 représente la courbe dilatométrique. Nous notons que la courbe est linéaire jusqu'à 520°C, température à laquelle elle présente un point d'inflexion.

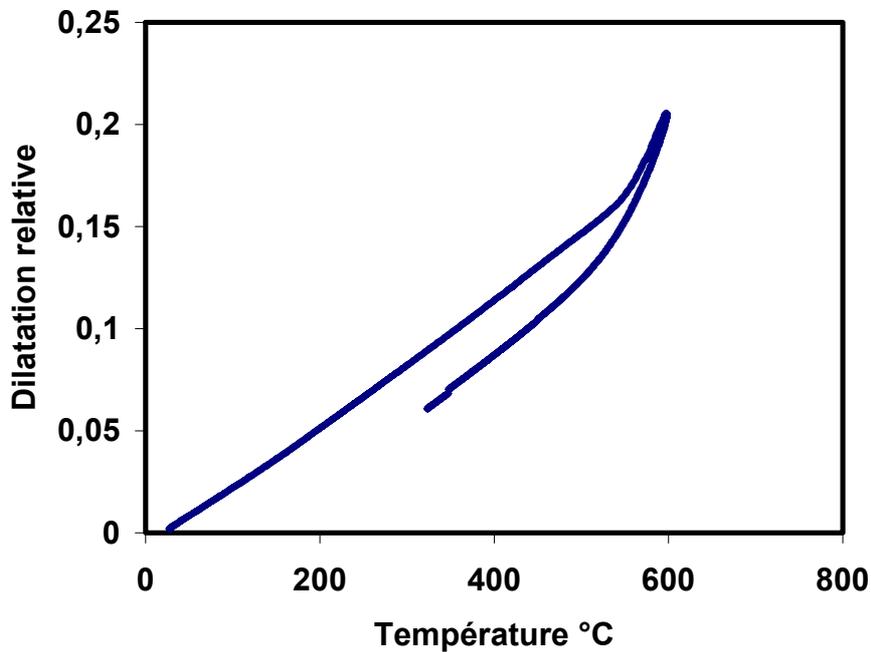


Figure 3.4 : Courbe dilatométrique du verre utilisé

alpha verre

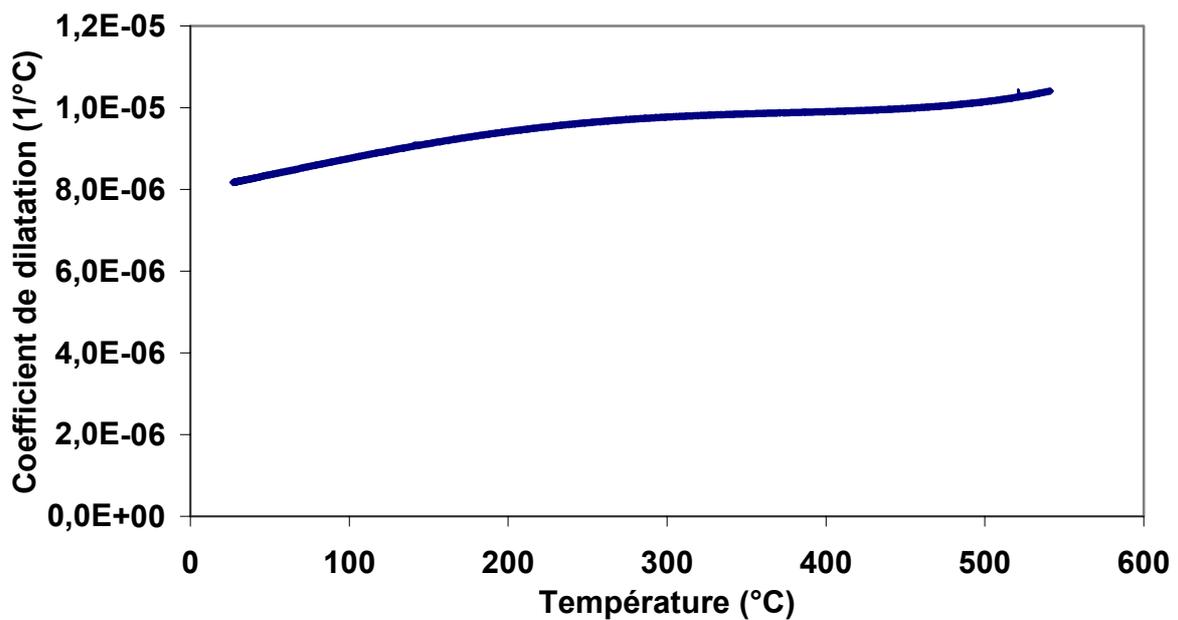


Figure 3.5: Evolution du coefficient de dilatation thermique en fonction de la température

Nous rappelons qu'à partir de la courbe dilatométrique, nous avons trouvé que la température de transition de ce verre est de l'ordre de 550°C. L'évolution du coefficient de dilatation linéaire thermique est représentée dans la figure 3.5. On constate que ce dernier, augmente légèrement en fonction de la température.

3.3- NITRATE DE POTASSIUM

Il est appelé aussi salpêtre (du latin salpetrae) qui veut dire, sel de pierre. Sa formule chimique est KNO_3 . Il est utilisé dans différents domaines : Poudre à canon, engrais, industrie verrière,..... Ses 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: Caractéristiques usuelles du sel KNO_3

Le nitrate de potassium a été utilisé pour le traitement superficiel du verre (renforcement) par échange ionique.

3.4- DISPOSITIFS UTILISES

Le dispositif principal, utilisé lors de ce travail, est le montage de choc et de fatigue thermique. Le refroidissement brutal, de l'échantillon préalablement chauffé, est effectué par jet d'air froid (20°C). Pour contrôler l'endommagement des échantillons choqués thermiquement, nous avons utilisé la machine d'essai mécanique (flexion) et le dispositif de mesure du module élastique dynamique (Grindo-sonic). En plus, d'autres montages et équipements ont été utilisés (duromètre, microscope optique, microscope électronique à balayage,....).

3.4.1- Montage utilisé pour le choc thermique

Le dispositif de choc et de fatigue thermique (figure 3.6), développé par PEIGNE [PEIG 91], est constitué de trois différentes parties: une partie chaude, une partie froide et un

système de transfert de l'échantillon entre les deux parties. La partie chaude est constituée d'un four PYROX pouvant atteindre une température de 1400°C sous air. Le chauffage est assuré par quatre baguettes de carbure de silicium. Sa régulation est de type EUROTHERM 815P. Le refroidissement de l'échantillon est réalisé à l'aide d'un jet d'air comprimé à une pression de 4 bars. Le porte-échantillon permet le transfert de l'échantillon entre les deux zones froide et chaude à l'aide d'un vérin pneumatique. L'autre fonction du porte-échantillon est le recueil de l'activité acoustique au cours du choc thermique. Son matériau en acier réfractaire massif (Z10CNS25-20) et sa structure lui permettent cela. Le guide d'onde est de type Haynes214 (Ni 76,5%, Cr 16%, Fe 3% et Al 4,5%). Il présente une bonne tenue aux chocs et à la fatigue thermiques, une bonne résistance à l'oxydation et une faible conductivité thermique lui permettant d'assurer un bon couplage mécanique entre l'échantillon chaud et le capteur piézo-électrique froid. Ce guide d'onde ne présente aucune transformation de phase aux températures d'utilisation afin d'éviter les émissions acoustiques perturbatrices. L'isolant acoustique et thermique est constitué d'une mousse alumine-silice de type Procelit 160. Deux thermocouples permettent la mesure de la température du four et de l'échantillon. La saisie de l'activité acoustique ainsi que le pilotage de la manipulation sont réalisés à l'aide d'un micro-ordinateur.

Pendant tous les essais de chocs thermiques, l'activité acoustique a été enregistrée, en guise de contrôle non destructif. Lorsqu'un matériau subit une modification structurale sous l'effet d'une sollicitation externe, des processus irréversibles, tels que des microdéplacements locaux, génèrent des ondes élastiques. Ce phénomène est désigné par « Emission acoustique ». Le plus fréquent, les sources d'émission acoustique sont la déformation plastique, localisée ou non, l'initiation et la propagation de fissures, et la transformation de phase.

L'étude de l'émission acoustique dans le domaine des fréquences ultrasonores date des années 1950. Ce n'est que vers 1970, que des études à caractère fondamental visant à relier les mécanismes physiques, sources d'émission acoustique et les ondes recueillies sont entreprises. L'émission acoustique (E.A) est un moyen utilisé pour apprécier in-situ la gravité de l'endommagement par choc thermique. Elle n'est pas un moyen de contrôle non destructif proprement dit, car il n'y a de signaux d'émission acoustique que lorsqu'il y a évolution de l'endommagement.

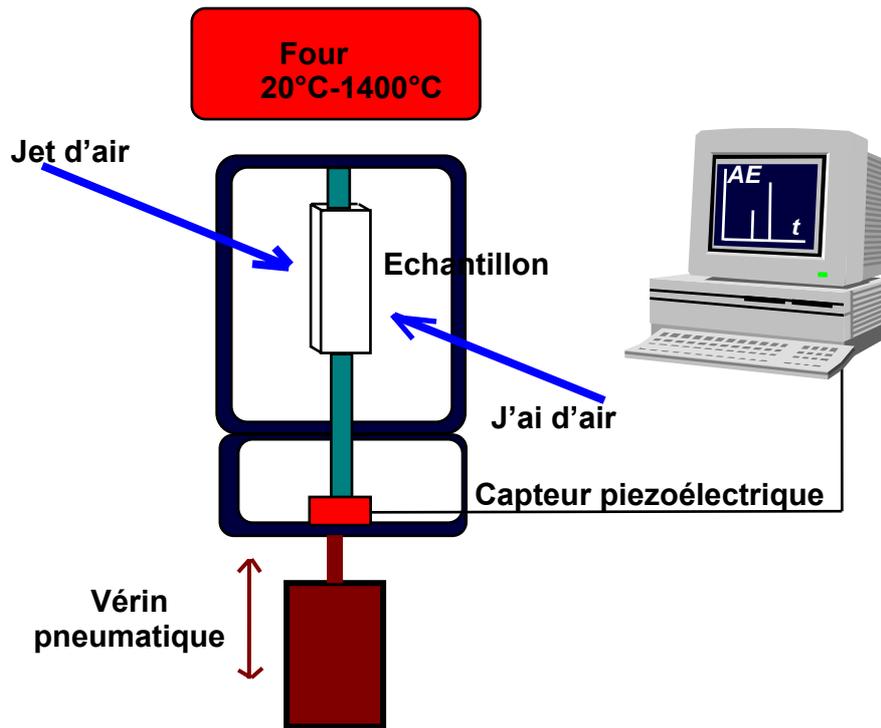


Figure 3.6: Principe du montage du choc thermique

Elle désigne le phénomène de libération d'énergie élastique sous forme d'ondes élastiques transitoires au sein d'un matériau sollicité. Elle désigne également la technique mise en œuvre pour détecter et exploiter ce phénomène [BUSA 87], [OUAN 87], [PEIG 91], [SAAD96-1], [MING 94], [HAMI 02]. Cette méthode est aussi utilisée pour évaluer la formation de la première fissure lors de la dégradation par choc thermique.

Une corrélation entre le nombre de pics d'émission acoustique et le nombre de fissure a été trouvé. Cette corrélation est aussi mentionnée par [SAAD96-1], [MING 94]. Ces derniers ont annoncé qu'il apparaît clairement qu'à chaque écho d'émission acoustique, est associée une propagation de défaut.

Avec cette méthode, on peut aussi déterminer avec précision, en traçant la contrainte à la rupture, le début de la micro-fissuration correspond à la chute brutale de cette dernière.

Pour chaque essai, nous avons enregistré l'activité acoustique durant un refroidissement de 6s, on a aussi noté le nombre d'évènements acoustique, témoignant de l'intensité de la dégradation par choc thermique, le maximum de l'émission acoustique, et le temps du début et de fin de la fissuration.

3.4.2- Dispositifs de mesure du module élastique dynamique:

Dans le cas des verres, la détermination de leurs constantes élastiques (E , G et ν) à partir des essais statiques est un peu onéreuse. Cette difficulté est due aux faibles déformations élastiques causées, la rupture survient juste après cette déformation. Dans ces conditions, les méthodes dynamiques semblent être les mieux indiquées. Ces dernières se basent soit sur la connaissance de la fréquence de résonance (f) d'échantillons vibrants, soit sur l'atténuation des vitesses de propagations des ondes ultrasonores dans ces matériaux.

Dans notre cas, nous avons utilisé la première méthode dynamique (appareil de type Grindosonic, figure 3.7). Son principe de fonctionnement est le suivant: L'échantillon excité par un petit choc, vibre autour de sa position d'équilibre. Ces oscillations sont captées à l'aide du microphone de l'appareil. Après leur analyse, la composante fondamentale est extraite puis sera affichée sous la forme d'une valeur numérique (R). Cette valeur est inversement proportionnelle à la fréquence de résonance (f) de l'échantillon selon la relation suivante:

$$f = 2.10^{10} / R \quad (4.1)$$

R : Durée (en ms) de deux périodes de vibrations fondamentales

En connaissant les dimensions de l'échantillon (B , L , W) ainsi que sa masse (m), on accède à la valeur du module de YOUNG E selon l'expression:

$$E = 0.94642.10^{-9}(m/B)(L/W)^3.f.C \quad (4.2)$$

Le facteur de correction C est donné comme suit:

$$C = 1 + 6,585 (1 + 0,0752\nu + 0,8109\nu^2) (W/L)^2 + 0,868 (W/L)^4 - \{8,34 (1 + 0,2023\nu + 2,17\nu^2) (W/L)^4\} / \{1 + 0,338(1 + 0,14081\nu + 1,53\nu^2) (W/L)^2\}$$

ν : Coefficient de Poisson

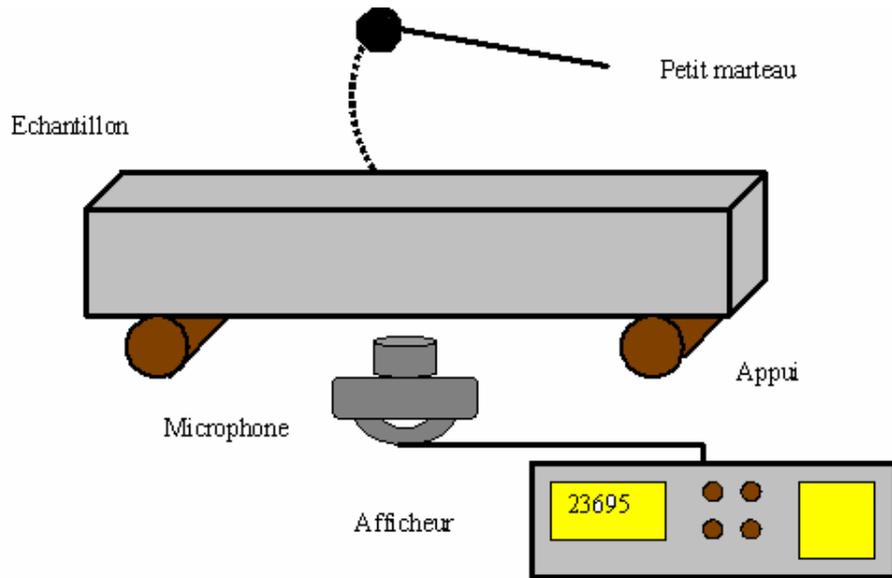


Figure 3.7: Montage de mesure du module élastique dynamique (grindo-sonic).

3.4.3- Dispositif de mesure de la contrainte à la rupture:

Pour les matériaux fragiles les essais de flexion 3 points, 4 points et biaxiale sont les plus communément utilisées. Dans notre cas, nous avons opté pour la flexion 4 points (échantillons de forme prismatique). Les distances entre appuis supérieurs et inférieurs sont respectivement de 10 et 35 mm. Les appuis sont en alumine. Les essais ont été effectués sous air sur une machine d'essais mécaniques de type Schenck-Trebell. Les figures 3.8 et 3.9 montrent la machine utilisée ainsi que le dispositif de flexion 4 points. La mesure de la charge à la rupture P_r permet de remonter à la contrainte à la rupture σ_f selon la relation suivante:

$$\sigma_f = \frac{3.P_r(L-l)}{2.B.W^2} \quad (4.3)$$

L (l) : Distance entre appuis inférieurs L=35 mm (supérieurs l=10 mm)

B: Largeur de l'échantillon

W: Epaisseur de l'échantillon



Figure 3.8 : Machine d'essais mécanique de type Schenck-Trebell

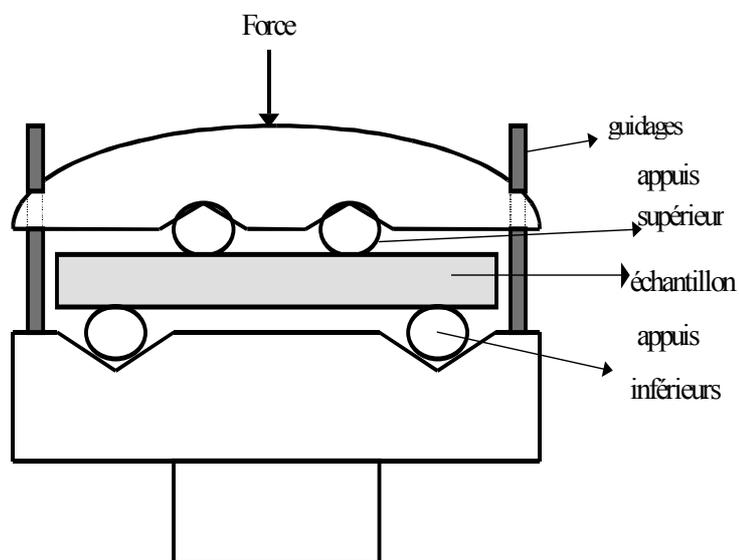


Figure 3.9: Principe du montage de flexion 4points.

3.4.4- Microduromètre:

La dureté d'un matériau est la résistance qu'il oppose à sa pénétration, par un corps pointu plus dur. Le microduromètre utilisé a une gamme de charges variant entre 1 N et 10 N. La dureté Vickers H_v est donnée par la formule suivante:

$$H_v = 1.854 \cdot \frac{P}{(2a)^2} \quad (4.4)$$

P : Charge d'indentation

2a : Diagonale de l'empreinte

En plus de cette empreinte, on remarque la naissance d'un système de fissures en surface. C'est l'évolution des fissures radiales qui émanent des quatre angles de l'empreinte; qui permettent de déterminer la ténacité du matériau.

On a pratiqué une série de 10 mesures pour le calcul de la dureté Vickers, sur du verre brut et sur du verre recuit. Les résultats trouvés sont comme suit :

Pour du verre brut la valeur de la dureté est: $H_v = 5,61 \pm 0,187$ GPa

Pour du verre recuit la valeur trouvée est: $H_v = 5,57 \pm 0,181$ GPa



Figure 3.10: Microduromètre utilisé

3.5- PREPARATION DES ECHANTILLONS ET DEROULEMENT DES ESSAIS

Pour les essais de choc thermique, nous avons utilisé des échantillons en verre d'épaisseurs variables : 3, 4, 5 et 6 mm. Pour la préparation des échantillons, nous avons suivi la même procédure (tronçonnage, rectification, chanfreinage). La grande surface des échantillons est de $50 \times 14 \text{ mm}^2$ (échantillons prismatiques) et les dimensions $3 \times 30 \text{ mm}^2$ (échantillons circulaires).

Dans un premier temps, nous avons réalisé le choc thermique sur cette surface (exposée au jet d'air) pour toutes les épaisseurs. Ensuite, on a changé la position de l'échantillon, uniquement pour la dimension 3 mm, par rapport à la direction de refroidissement en plaçant l'épaisseur face au jet d'air.

Dans le but de mettre en évidence l'effet du recuit et d'une trempe chimique sur la résistance au choc thermique, on a réalisé ces traitements, pour chaque cas, sur une vingtaine d'échantillons d'épaisseur 3 mm.

Les recuits ont été réalisés en chauffant les échantillons de verre à une température de 550°C, correspondant à la température de transition T_g de ce verre. La vitesse de chauffe du four est de 130 °C/h. Après le maintien d'une heure à cette température, les échantillons sont refroidis très lentement dans le four, avec une vitesse de 1° C/min.

La trempe chimique a été réalisée en chauffant les échantillons de verre jusqu'à une température de 480°C, puis on les plonge dans un bain de nitrate de potassium à la même température (dans le four) pendant 5 h. Après leur sortie du bain de sel en fusion, ils sont égouttés dans le four et refroidis lentement avec une vitesse de 1 °C/min, hors du bain de trempe.

Sur une vingtaine d'échantillons, nous avons réalisé une empreinte d'indentation Vickers avec une charge de 10 N pour initier un défaut contrôlé. Un recuit est réalisé systématiquement sur la moitié de ce nombre, pour relaxer les contraintes résiduelles d'indentation. Les échantillons ont été par la suite choqués thermiquement dans les mêmes conditions. Pour tous ces essais, le contrôle de l'endommagement est fait par l'acquisition de l'émission acoustique, par la mesure de la contrainte à la rupture résiduelle et le module élastique dynamique (avant et après le choc thermique).

CHAPITRE 4 :

EFFETS DES CONDITIONS EXPERIMENTALES

Le contrôle de l'endommagement par choc thermique, a été effectué selon deux voies:

a- Après les essais de choc thermique effectués à différents écarts de température, les échantillons ont été testés pour déterminer le module dynamique et la contrainte à la rupture.

b- L'enregistrement in-situ de l'activité acoustique lors du choc thermique d'une durée de 6 secondes. Les résultats seront traités en termes de Maximum d'émission acoustique, nombre d'échos et temps de début d'émission.

A- CONTROLE POST- CHOC THERMIQUE

4.1- EFFET DE LA FORME

Sur la figure 4.1, on a représenté la contrainte à la rupture en fonction de la différence de température, pour les deux formes d'échantillons utilisés (prismatique et circulaire). On constate que les deux courbes se superposent pour tous les écarts de températures. On conclut que pour les dimensions prises dans le cadre de ce travail, la forme de l'échantillon n'a pas d'effet notable sur la résistance au choc thermique. Du fait que le jet d'air est perpendiculaire à la surface, le choc thermique a lieu sur l'épaisseur qui est identique pour les deux formes d'échantillons.

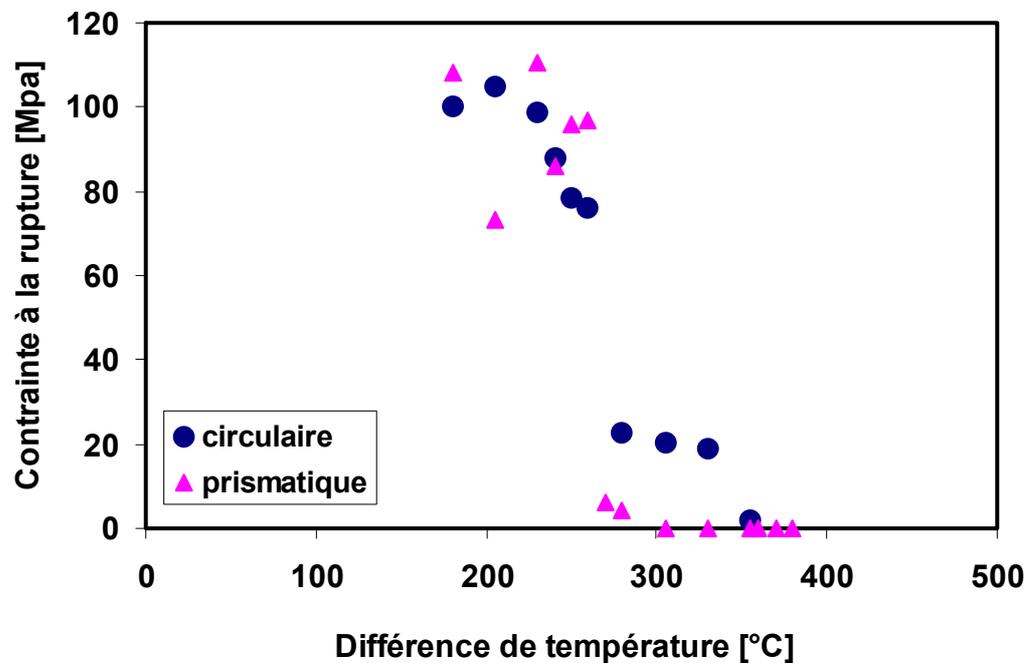


Figure 4.1 : Effet de la forme de l'échantillon (e = 3 mm) sur la résistance au choc thermique

4.2- EFFET DE L'ÉPAISSEUR

La figure 4.2 montre la variation de la contrainte à la rupture relative (celle des échantillons choqués relativement à celle des échantillons non choqués) en fonction de la différence de température pour des échantillons prismatiques de différentes épaisseurs (3, 4, 5, et 6 mm), choqués par jet d'air.

La chute de la contrainte à la rupture relative, est observée pour des différences de température de plus en plus élevées, au fur et à mesure que l'épaisseur de l'échantillon diminue. Le même résultat est constaté par SHERMAN [SHER 00] dans son étude effectuée sur des alumines. Ce comportement s'explique par la baisse rapide de la température à travers un échantillon mince, ce qui empêche l'apparition de gradients thermiques importants.

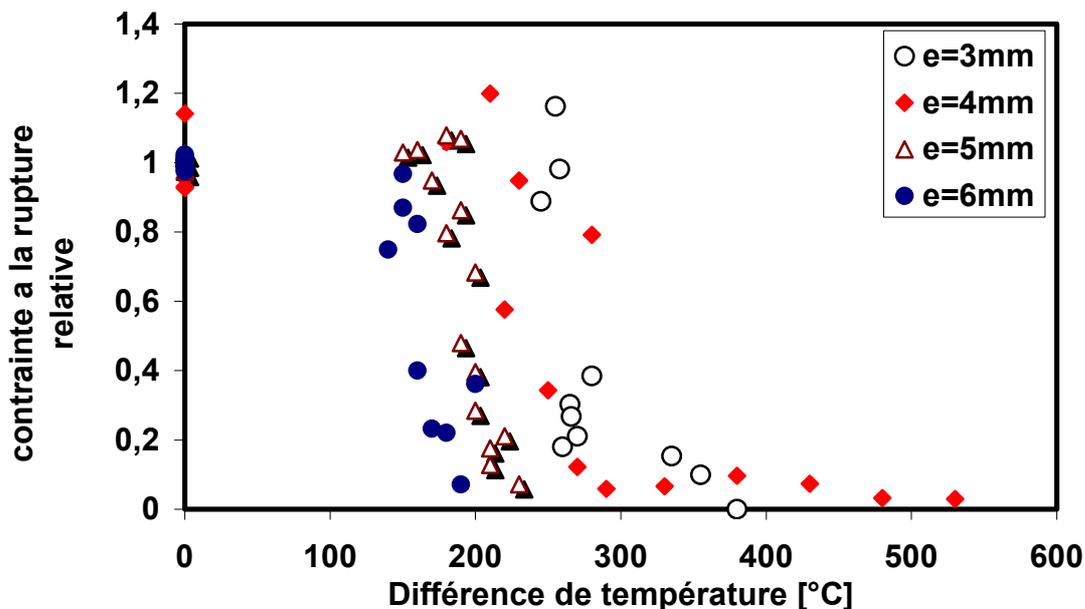


Figure 4.2 : Contraintes à la rupture relatives en fonction de la différence de température pour différentes épaisseurs du verre.

Nous avons calculé les différents paramètres de choc thermique et les différences de températures critiques pour chaque épaisseur en utilisant l'approche thermo-élastique (Tableau 4.1). Nous remarquons que les valeurs trouvées expérimentalement et celles calculées théoriquement sont différentes. Cette divergence est due à la difficulté de déterminer le coefficient d'échange de chaleur h , d'une manière précise. Par conséquent, la non connaissance exacte du facteur de BIOT β , semble être la cause directe de cette discordance.

Dans la pratique, il est préférable d'intégrer la dispersion des tailles de défauts critiques car elle est responsable d'une dispersion non négligeable des écarts de températures critique observés expérimentalement. Ce constat a été déjà signalé par certains auteurs [PEIG 91] [LEWI 80].

Le nombre de Biot est calculé à partir du coefficient d'échange de chaleur $h = 600 \text{ w/m}^2 \cdot ^\circ\text{C}$ et la conductivité thermique du verre $K = 1,5 \text{ w/m} \cdot ^\circ\text{C}$. Le paramètre « taille de l'échantillon » est pris égale à la demi épaisseur.

Le coefficient de réduction de contrainte $\Psi(\beta)$ et la différence de température critique théorique sont calculés par les deux formules proposé par Peigné [PEIG 91] dans le cas d'une plaque infinie pour des chocs thermiques mous :

$$1/\Psi = 3.25 / \beta \quad (4.1)$$

$$\Delta T_c = (3.25 / L.h) \cdot (K(1-\nu) \cdot \sigma_r / E \cdot \alpha) \quad (4.2)$$

Epaisseur (mm)	Contrainte à la rupture σ_r (MPa)	Nombre de Biot	Coefficient de réduction Ψ	ΔT_c expérimental ($^\circ\text{C}$)	ΔT_c Théorique ($^\circ\text{C}$)
3	95	0,6	0,18	270	698
4	81	0,8	0,24	220	448
5	80	1	0,31	190	354
6	81	1,2	0,37	160	296

Tableau 4.1 : Tableau des résultats expérimentaux et théoriques trouvés pour les différentes épaisseurs

Sur la figure 4.3, nous avons représenté le module dynamique résiduel relatif pour les différentes épaisseurs utilisées. Nous remarquons que la chute du module élastique s'effectue d'une manière graduelle, comparativement à l'ensemble des contraintes à la rupture. Ceci est dû au fait que le module élastique est plus sensible aux défauts de volume.

Le module de Young est une caractéristique intrinsèque du matériau traduisant les forces de liaisons interatomiques. Cela le rend moins sensible à une dégradation de surface provoquée par le choc thermique. Lors d'un choc thermique, la détermination de la différence de température critique à l'aide de ce moyen de contrôle n'est pas précise. Ce même constat est signalé par Hamidouche [HAMI 03]. Pour des différences de températures élevées (supérieures à la température critique), les échantillons sont très dégradés, cela ne permet pas à l'appareil de donner des valeurs stables pour le module.

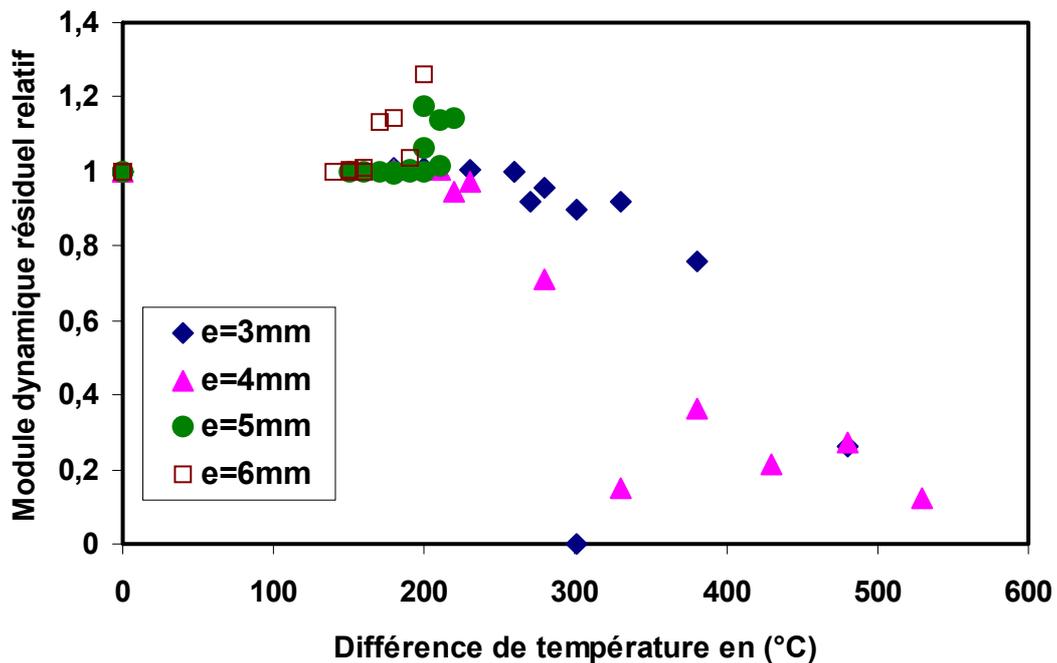


Figure 4.3: Module élastique dynamique résiduel (relatif) en fonction du choc thermique pour les différentes épaisseurs

4.3- EFFET DE LA DIRECTION DU JET D'AIR

Des essais de chocs thermiques ont été conduits selon la direction du jet d'air, par rapport à la surface frontale (direction 1) et latérale (direction 2) de l'échantillon, c'est à dire sur la grande surface et sur l'épaisseur. Les figures 4.4 et 4.5 représentent les contraintes à la rupture résiduelle et les modules élastiques relatifs résiduels en fonction de la température chaude. On remarque que, quand c'est l'épaisseur de l'éprouvette qui est exposée au refroidissement, le choc semble être plus dur, vu que les gradients thermiques (surface-cœur) sont plus importants.

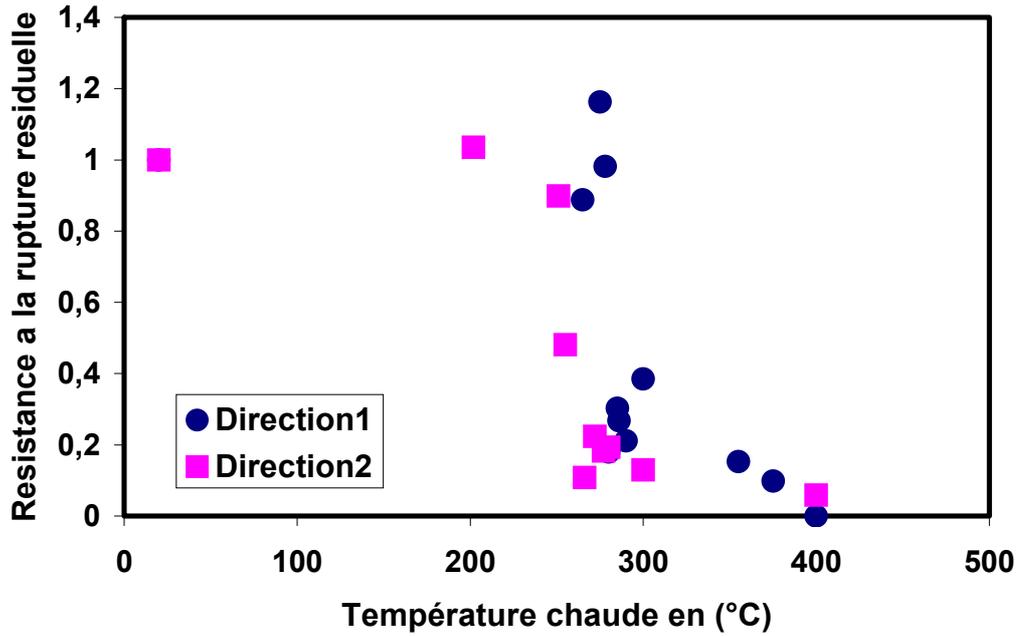


Figure 4.4: Contrainte à la rupture résiduelle en fonction de la température chaude pour les deux directions du jet d'air.

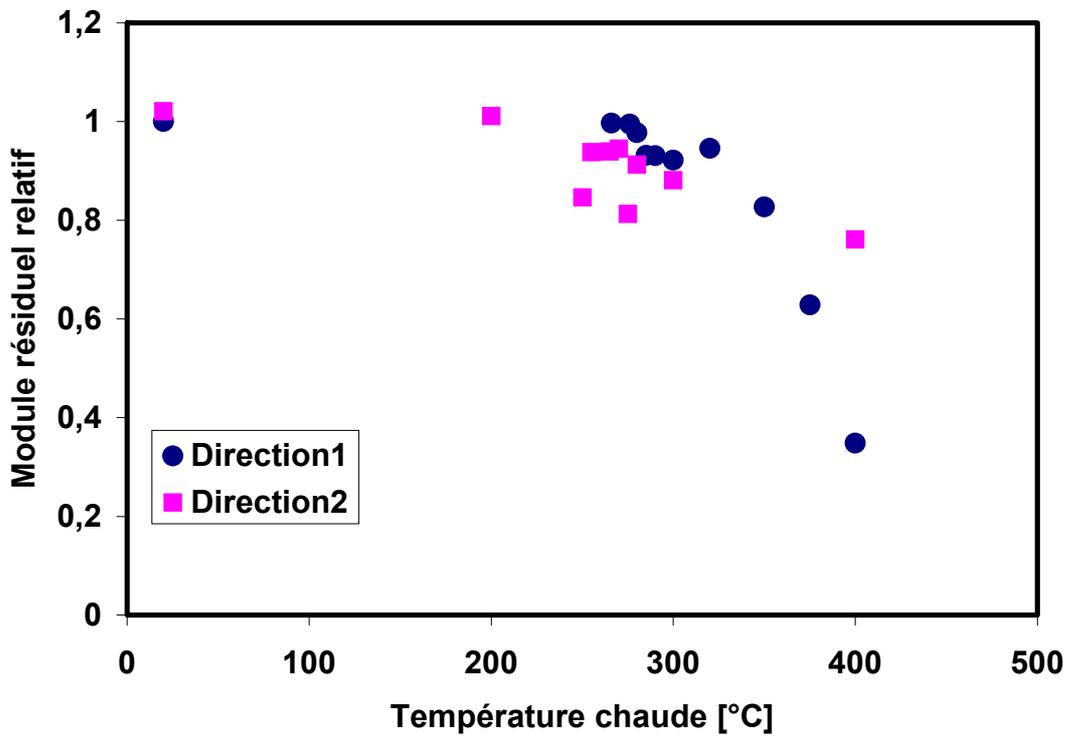


Figure 4.5: Rapport du module élastique dynamique après et avant le choc thermique en fonction de la température chaude pour les deux directions du jet d'air.

4.4- EFFET DE L'ETAT DU VERRE

Les figures 4.6 et 4.7 représentent respectivement la résistance mécanique et le module résiduels pour un verre brut et recuit. On constate qu'ils restent constants, puis chutent brutalement aux températures critiques.

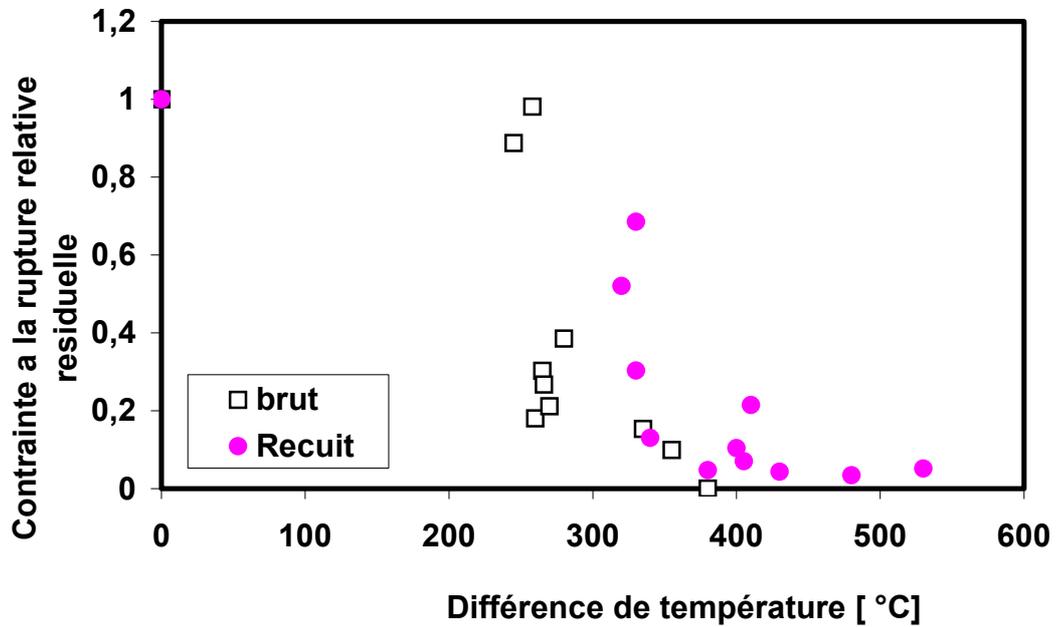


Figure 4.6: Contrainde à la rupture relative résiduelle en fonction de la différence de température pour les deux états du verre (e = 3 mm).

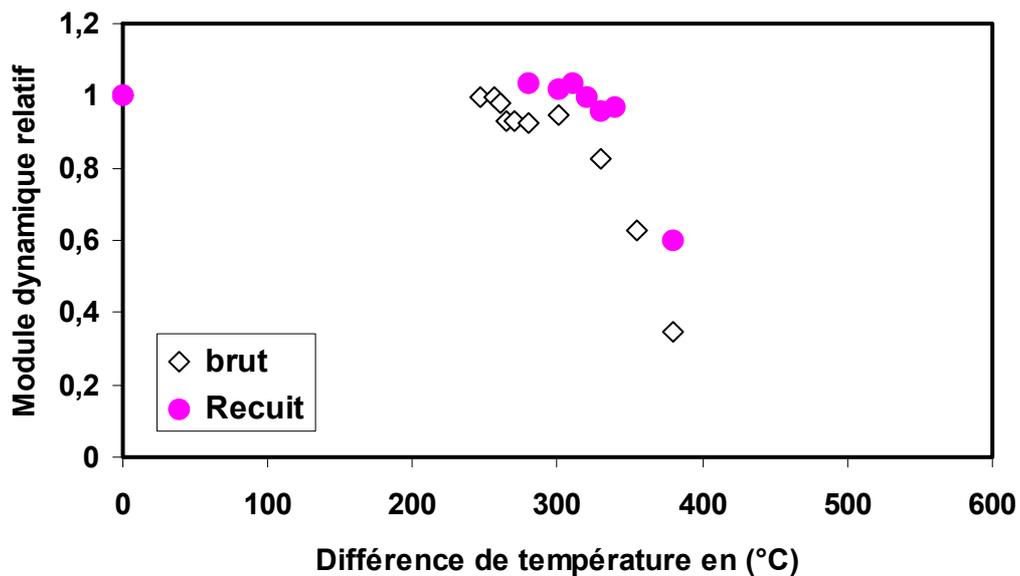


Figure 4.7: Module élastique dynamique en fonction de la différence de température pour différents traitements

De la même façon, nous notons que la résistance mécanique est sensible aux défauts superficiels alors que le module est très influencé par les défauts en volume. Les températures critiques sont plus importantes dans le cas du verre recuit relativement au verre brut. Dans notre cas, la sensibilité au choc thermique se trouve réduite par ce traitement. Le traitement de recuit relaxe les contraintes internes des échantillons. Ce comportement met en évidence la présence de contraintes résiduelles (avant le choc) de type tension à la surface du verre brut. Ces contraintes se superposent aux contraintes thermiques superficielles lors du choc conduisant ainsi à la dégradation « précoce » du verre brut relativement à celui recuit où les contraintes d'origine sont relaxées.

B- CONTROLE IN-SITU (émission acoustique)

Les résultats du contrôle non destructif par émission acoustique sont rassemblés dans ce qui suit. Sur les deux figures 4.8 et 4.9, on a représenté l'intensité de l'émission acoustique enregistrée en fonction du temps de refroidissement.

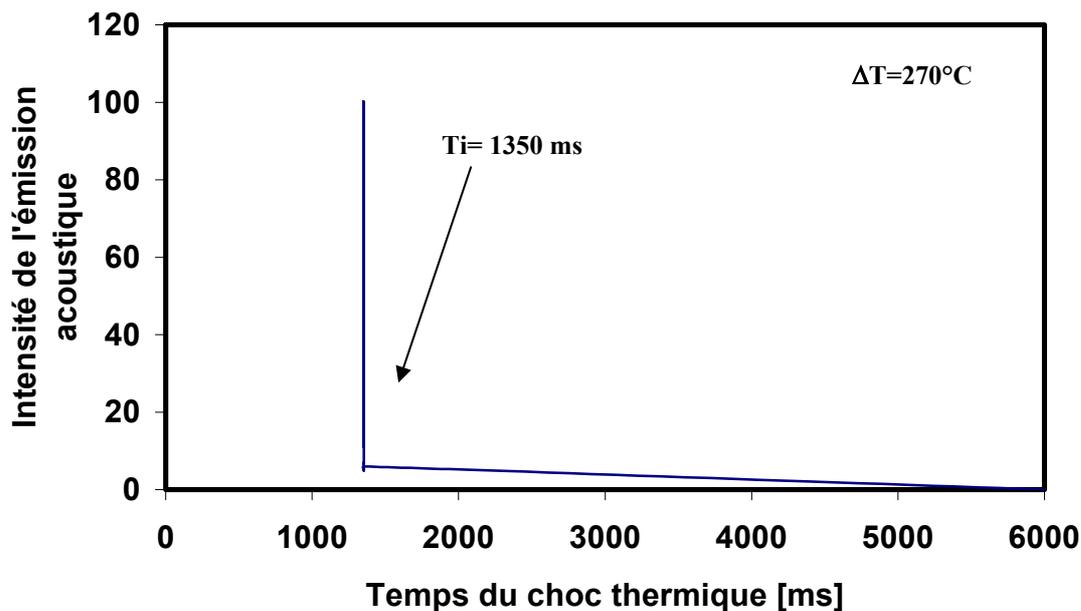


Figure 4.8: Intensité de l'émission acoustique en fonction du temps du choc thermique (cas d'un choc juste critique $\Delta T = 270^\circ\text{C}$) pour l'épaisseur 3 mm

Dans le cas d'un choc juste critique, on note l'existence d'un seul pic d'intensité maximale égale à 100 (la saturation est fixée à 250), indiquant qu'il y a uniquement la propagation brutale du défaut le plus critique. Le même résultat est trouvé par Hamidouche [HAMI 03] et Saadaoui [SAAD 98], un seul pic d'émission acoustique est recueilli pour la température juste critique. Avant cette température chaude de 290°C , il n'y a aucune activité

acoustique. Le même essai est refait avec un autre échantillon, dans les mêmes conditions (figure 4.9), on remarque cette fois-ci qu'il y'a plusieurs pics. On conclut qu'en plus de la propagation du défaut le plus critique, sous l'effet de la contrainte thermique transitoire, il y a la propagation d'autres défauts moins importants.

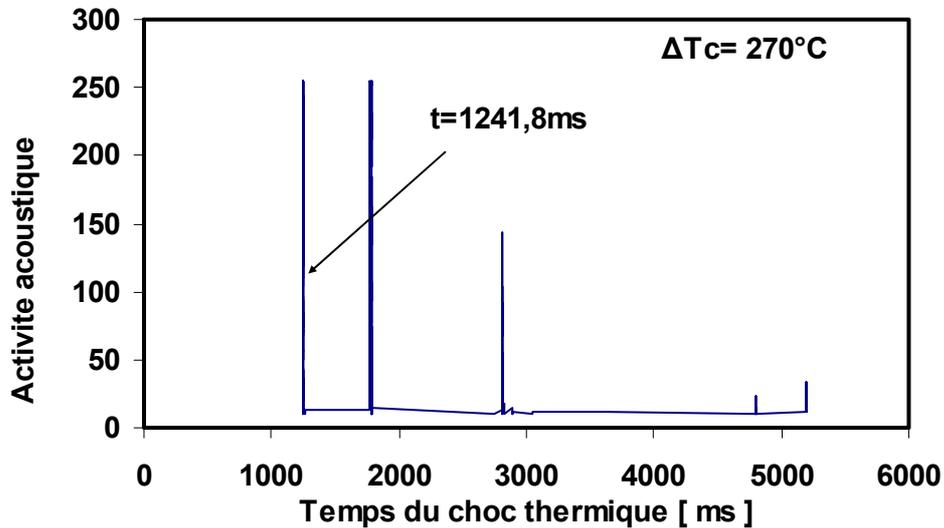


Figure 4.9: L'intensité de l'émission acoustique en fonction du temps de refroidissement dans le cas d'un choc juste critique ($\Delta T = 270^\circ\text{C}$) pour $e = 3\text{ mm}$

Pour un choc sur-critique ($T_c = 400^\circ\text{C}$) (figure 4.10), on constate qu'il y'a plusieurs pics d'intensités plus faibles que dans le cas précédent.

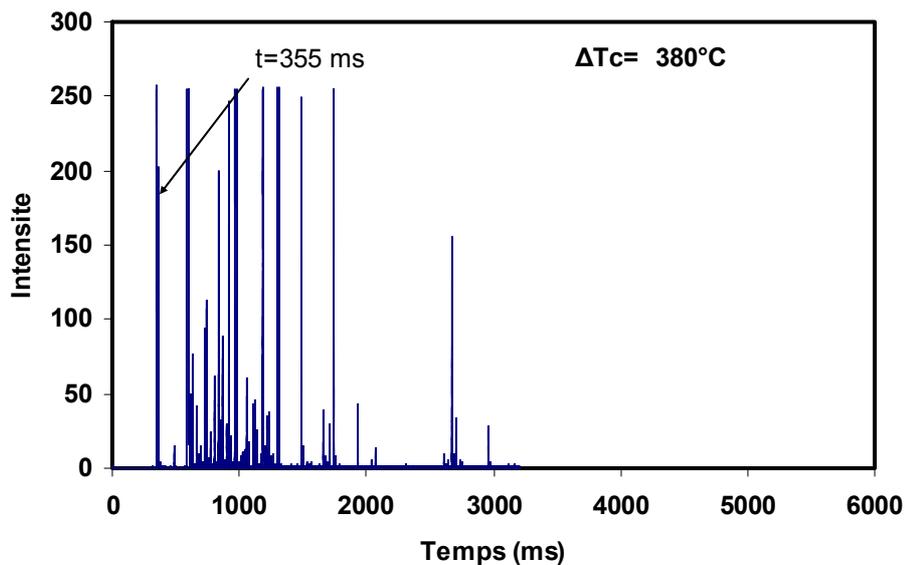


Figure 4.10: Activités acoustiques enregistrées lors d'un choc thermique sur-critique $\Delta T_c = 380^\circ\text{C}$ pour l'épaisseur 3mm

Ceci s'explique par le fait que pour la température chaude critique de 290°C, une seule fissure de taille importante se propage, contrairement au cas sur-critique où l'énergie de rupture est dissipée, par la propagation de plusieurs défauts de tailles plus faibles.

4.5- MAXIMUM D'EMISSION ACOUSTIQUE

4.5.1- Effet d'un recuit

L'amplitude de l'activité acoustique enregistrée est très faible pour des températures inférieures à 350°C, pour le verre recuit. Au-delà de cette température, elle atteint son maximum de 250. Pour le verre brut, le maximum d'émission acoustique est de 150 pour une température sub-critique d'environ 340°C, de par et d'autre de cette température l'amplitude est assez faible (figure 4.11).

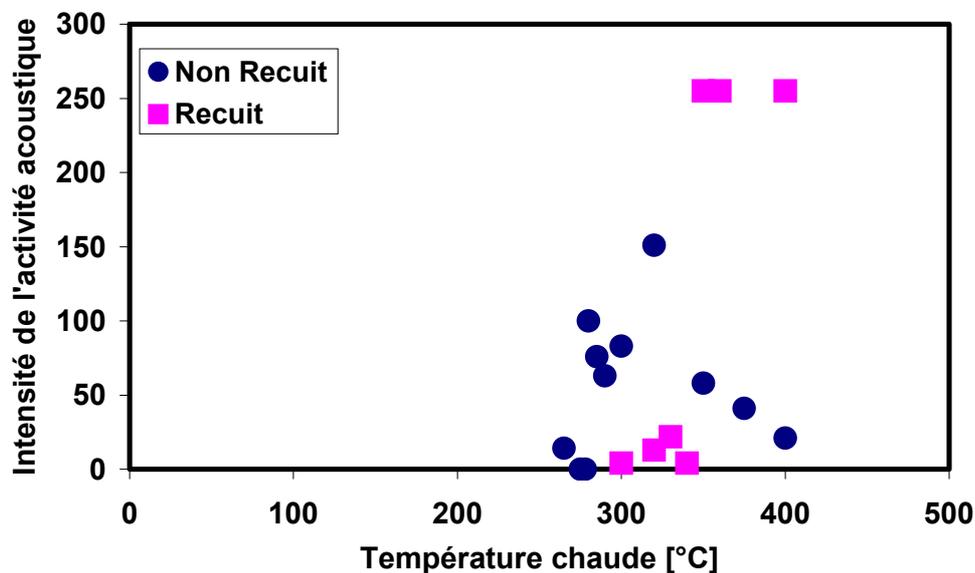


Figure 4.11: Maximum de l'émission acoustique en fonction de la température chaude enregistré dans le cas d'un verre brut et recuit pour l'épaisseur 3 mm

4.5.2- Effet de la direction du jet d'air :

Pour les deux directions du jet d'air, on remarque qu'il n'y a presque aucune activité acoustique, avant la température chaude critique (figure 4.12). Les maximums de l'émission acoustique enregistrés après cette valeur sont donc plus importants pour cette dernière direction que pour la première. En effet, le choc est plus sévère conduisant ainsi à des contraintes thermiques plus importantes.

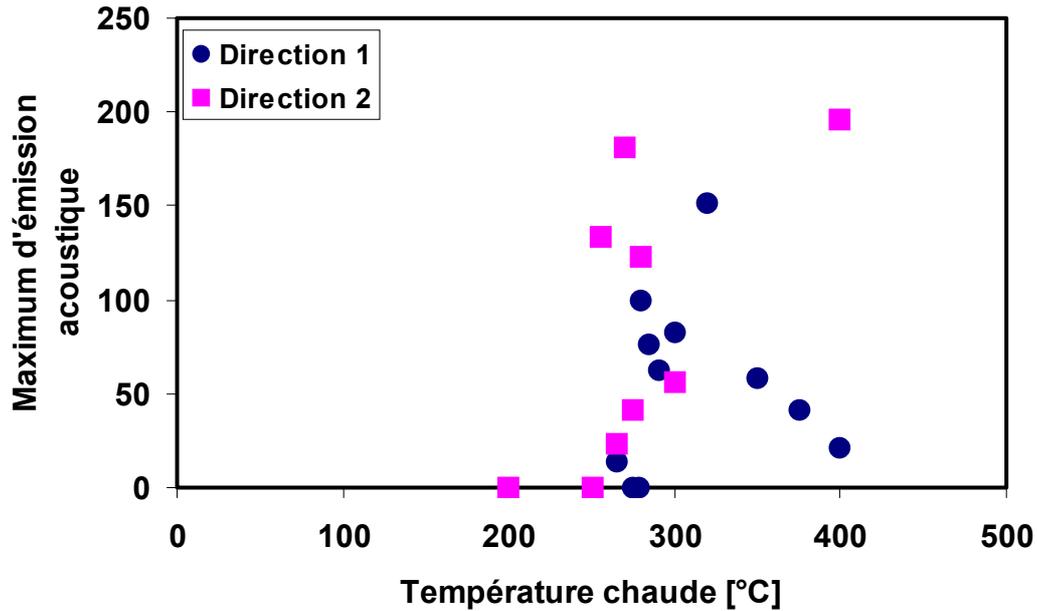


Figure 4.12: Maximum de l'émission acoustique en fonction de la température chaude enregistré pour les deux direction du jet d'air (e=3mm)

4.5.3- Effet de l'épaisseur de l'échantillon :

Nous avons représenté seulement deux épaisseurs pour ne pas encombrer la figure 4.13. L'épaisseur 5 mm présente des maximums d'émission acoustique atteignant 250 (saturation), pour toutes les températures supérieures à 200°C. L'activité acoustique est plus faible pour l'épaisseur 3 mm.

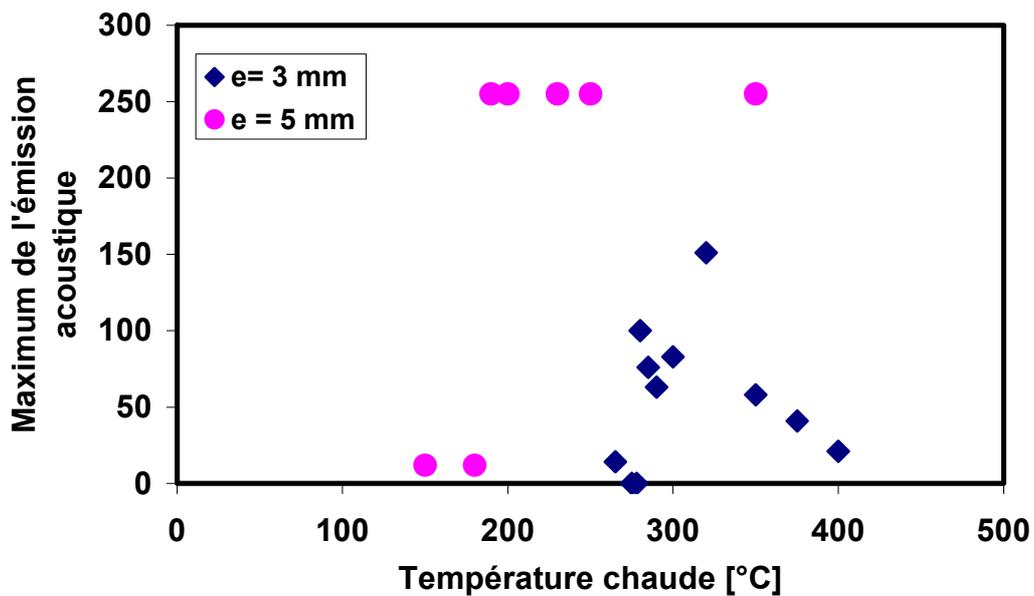


Figure 4.13: Maximum de l'émission acoustique en fonction de la température chaude enregistré pour les deux épaisseurs (3 et 5) mm

4.6- NOMBRE D'ECHOS DE L'EMISSION ACOUSTIQUE

4.6.1- Effet d'un recuit

Le nombre d'échos de l'émission acoustique tend à augmenter en fonction de la température chaude. Le nombre de pics enregistrés pour le verre recuit est plus important, surtout dans le cas des chocs thermiques effectués à des températures élevées (figure 4.14). La propagation des défauts est contrôlée directement par l'aspect statistique de la distribution aléatoire de ces derniers en terme de nombre et aussi en terme de taille.

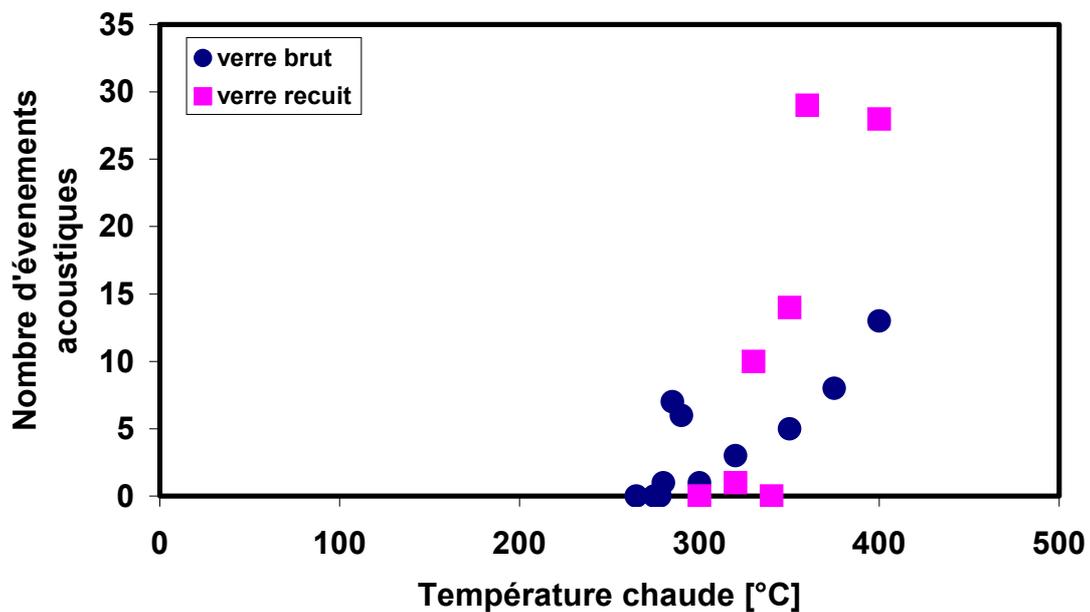


Figure 4.14: Nombre d'échos de l'émission acoustique en fonction de la température chaude dans le cas d'un verre brut et recuit ($e = 3v$ mm)

4.6.2- Effet de la direction du jet d'air :

La direction du jet d'air ne semble pas avoir d'effet notable sur le nombre d'échos (figure 4.15). Les deux courbes ont la même allure et se suivent jusqu'aux hautes températures. Dans le cas de la première direction, ce nombre est enregistré pour des températures plus élevées.

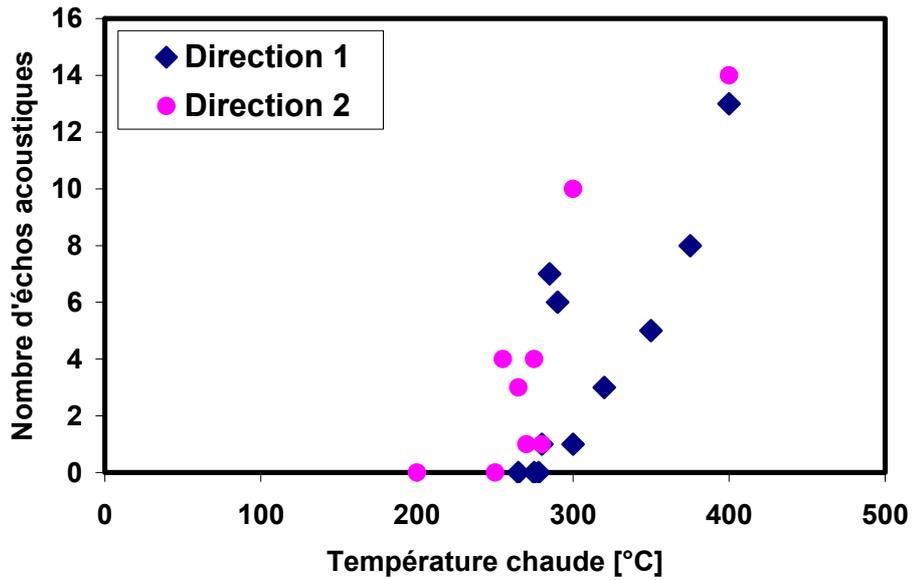


Figure 4.15: Nombre d'échos de l'émission acoustique en fonction de la température chaude dans le cas des deux directions du jet d'air ($e = 3 \text{ mm}$)

4.6.3- Effet de l'épaisseur de l'échantillon :

Le nombre de pics d'émission acoustique est assez faible pour les deux épaisseurs. Il ne dépasse pas 14 pics pour toutes les températures chaudes utilisées. Cependant, l'activité acoustique est enregistrée pour des températures faibles pour l'épaisseur 5mm par rapport à l'épaisseur 3 mm (figure 4.16).

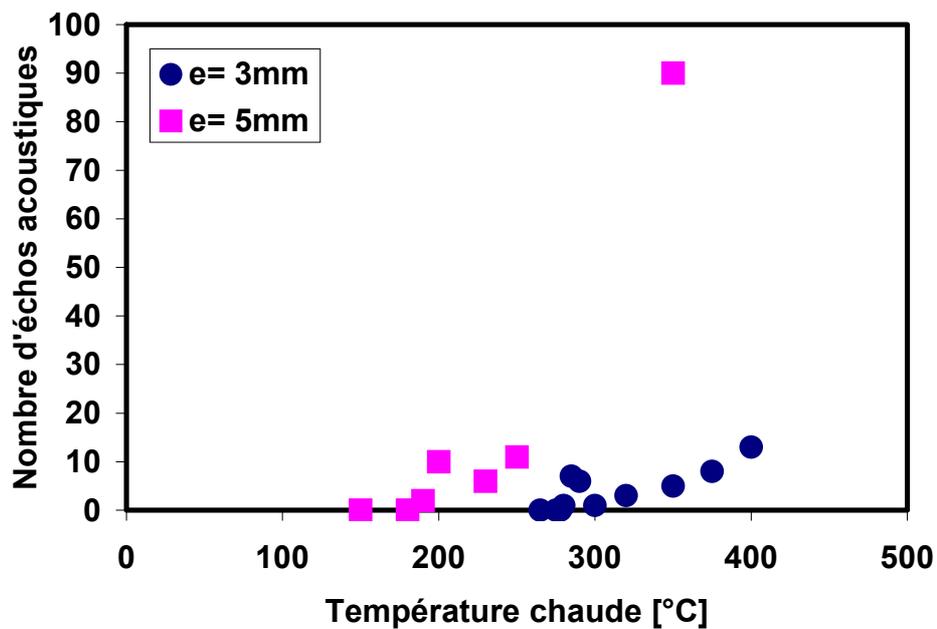


Figure 4.16: Nombre d'échos de l'émission acoustique en fonction de la température chaude pour les deux épaisseurs (3 et 5 mm)

4.7- TEMPS DU DEBUT DE L'EMISSION ACOUSTIQUE

4.7.1- Effet d'un recuit :

Sur la figure 4.17, on a représenté le temps du début de l'activité acoustique en fonction de la température chaude. Il semble que le traitement de recuit retarde la fissuration, ce temps est plus important pour le verre non traité.

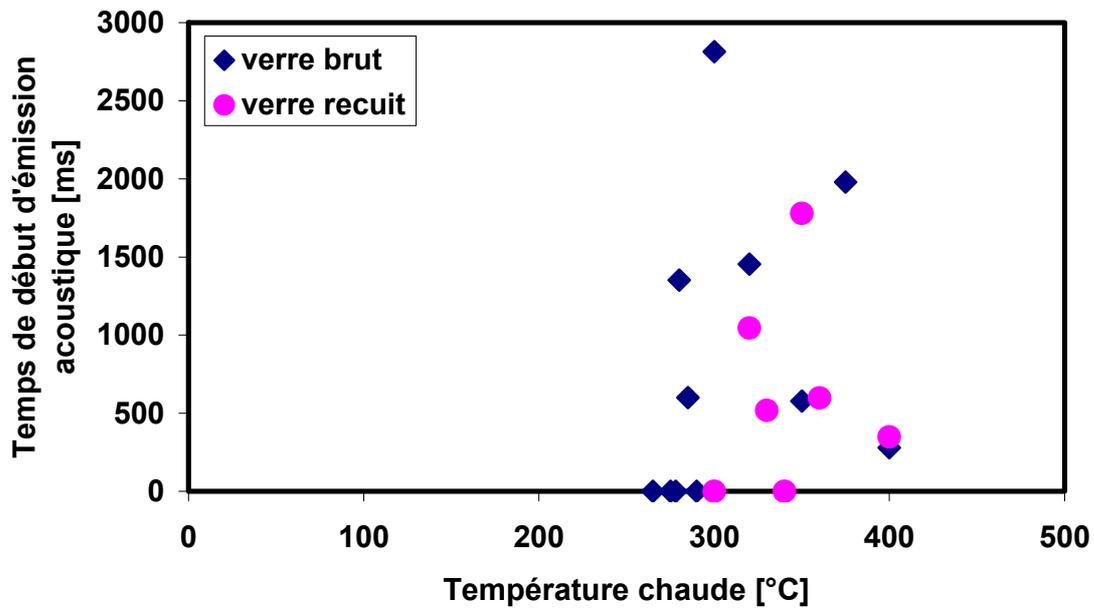


Figure 4.17: Temps initial de l'émission acoustique en fonction de la température chaude dans le cas d'un verre brut et recuit ($e = 3$ mm).

4.7.2- Effet de la direction du jet d'air:

La fissuration est plus précoce pour la deuxième direction. Elle présente les temps initiaux les plus importants (figure 4.18). Ce comportement est dû à l'effet du gradient thermique entre la surface et le cœur qui est plus important dans ce cas.

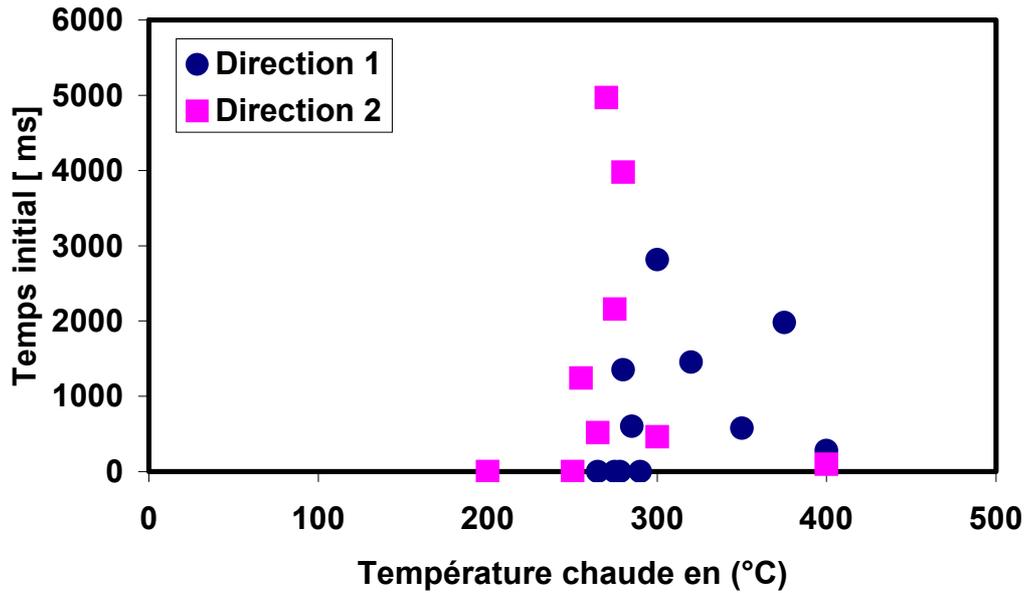


Figure 4.18: Temps initial de l'émission acoustique en fonction de la température chaude dans les deux cas de direction du jet d'air ($e = 3\text{mm}$)

4.7.3- Effet de l'épaisseur de l'échantillon

La figure 4.19 met en évidence l'effet de l'épaisseur sur le début de la dégradation de l'échantillon choqué. L'échantillon le plus épais (5 mm) se dégrade aux premiers instants du choc et a lieu pour des températures plus faibles.

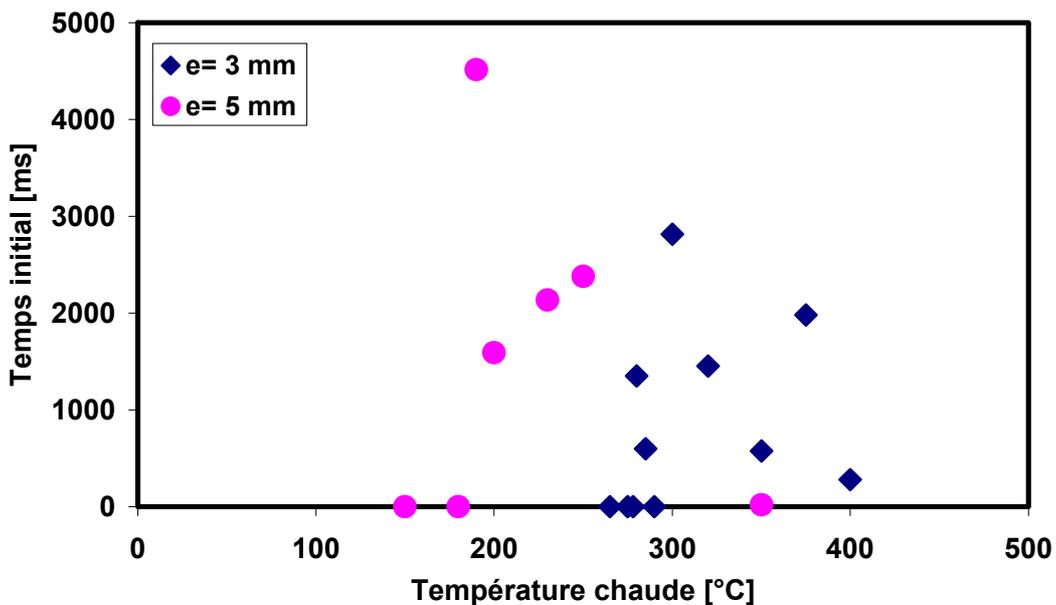


Figure 4.19: Temps initial de l'émission acoustique en fonction de la température chaude enregistré pour les deux épaisseurs (3 et 5) mm

4.8- TEMPS DE FIN D'EMISSION ACOUSTIQUE

Les figures 4.20, 4.21, 4.22, présentent l'évolution de la durée de l'activité acoustique en fonction de la température chaude. On remarque que les temps d'émission acoustique, les plus longs, sont obtenus pour le verre recuit.

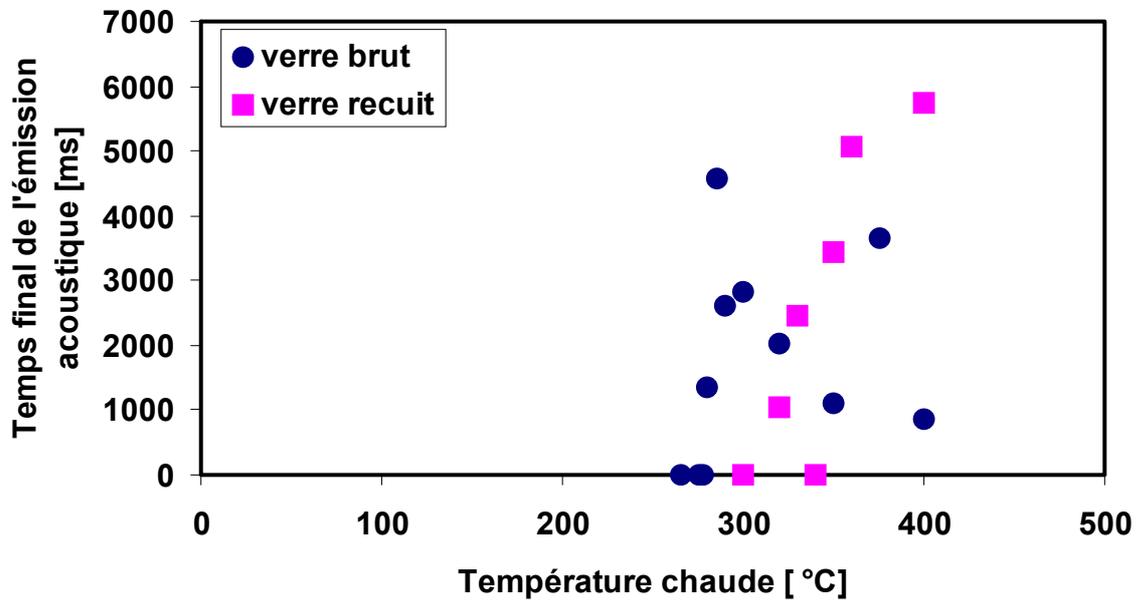


Figure 4.20: Temps final de l'émission acoustique en fonction de la température chaude dans le cas d'un verre brut et recuit ($e = 3 \text{ mm}$)

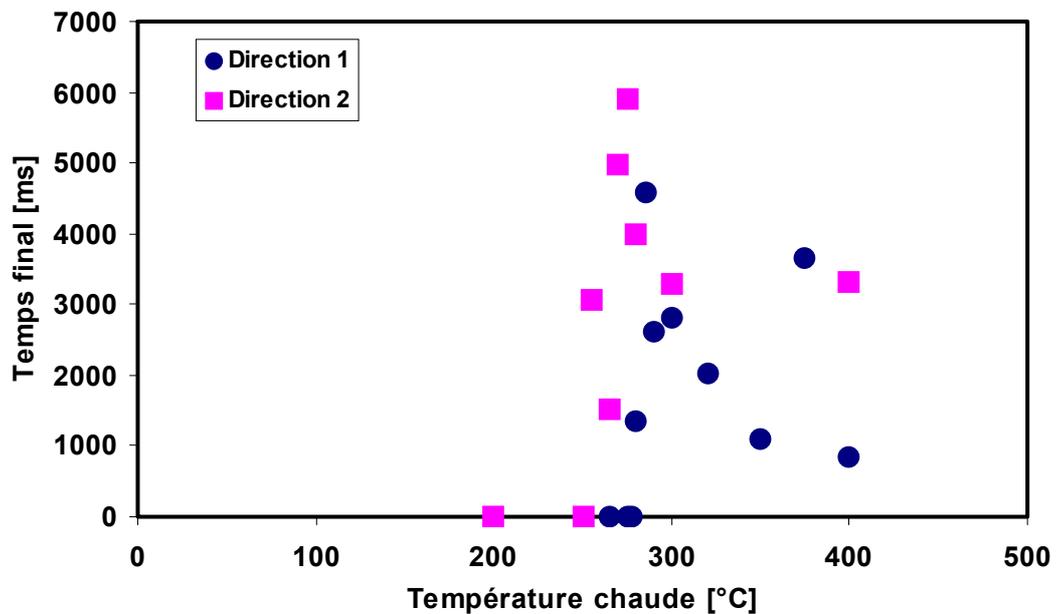


Figure 4.21: Temps final de l'émission acoustique en fonction de la température chaude dans les deux cas de direction du jet d'air ($e = 3 \text{ mm}$)

La deuxième direction du jet d'air (épaisseur exposée au jet) engendre aussi des durées d'émission acoustiques plus allongées. Comme dans les deux cas précédents, l'épaisseur des échantillons allonge le temps d'activité acoustique. Un choc thermique dur emmagasine plus d'énergie pour la dégradation, et donc prend plus de temps pour sa dissipation en créant de nouvelles surfaces libres.

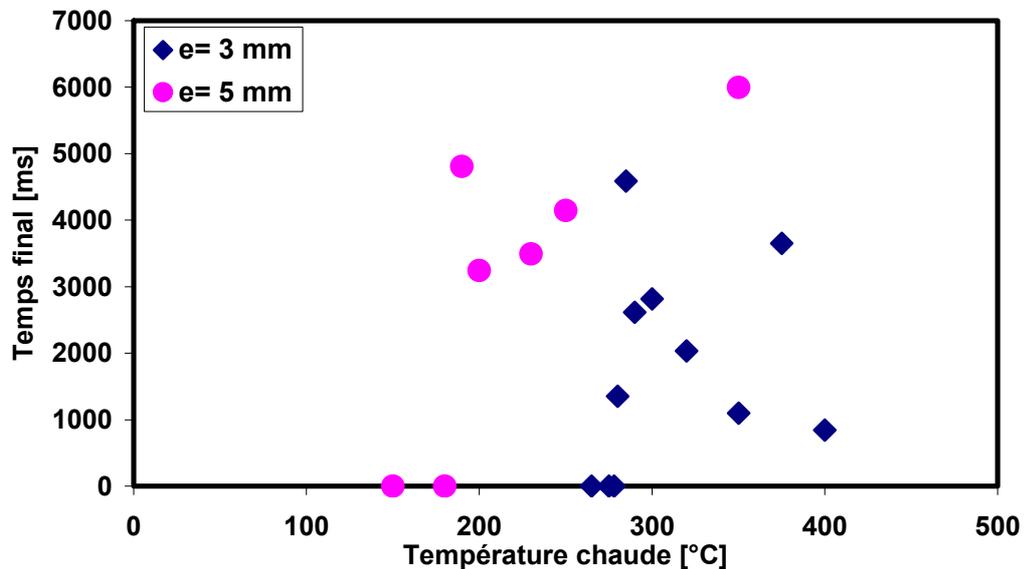


Figure 4.22: Temps final de l'émission acoustique en fonction de la température chaude pour les deux épaisseurs (3 et 5) mm

4.9- SYNTHESE DES RESULTATS

Cette partie, du travail réalisé, concerne le comportement du verre vis à vis des contraintes thermiques dans différentes conditions expérimentales. Les résultats ont conduit aux points suivants:

- A mesure que l'épaisseur du verre augmente, sa sensibilité à la dégradation par choc thermique augmente.
- Un traitement thermique de type recuit conduit à l'amélioration de sa résistance au choc thermique.
- Le refroidissement du verre sur son épaisseur est plus néfaste.
- Pour le contrôle de l'endommagement par choc thermique, les résultats de l'émission acoustique, enregistrée in-situ, concordent bien avec les mesures de la résistance mécanique et du module élastique après le choc.

CHAPITRE 5 :
INDENTATION ET CHOC THERMIQUE

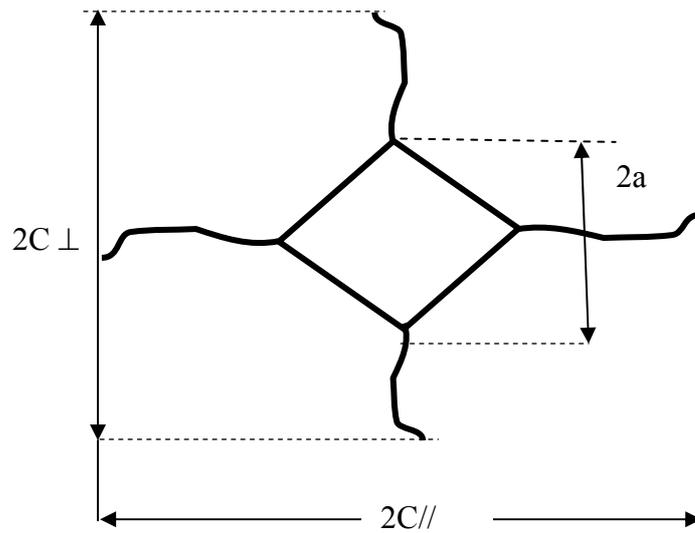
5.1- INTRODUCTION

Pour comprendre les mécanismes de fissuration du verre, nous avons fait appel à la technique d'indentation. Lors de la réalisation d'une empreinte Vickers sur un verre, il y a apparition de trois types de fissures: médiane, latérales et radiales. Les fissures radiales apparaissent aux coins de l'empreinte. Elles continuent à se propager sous l'effet des contraintes résiduelles induites par l'indentation. Elles se propagent aussi sous l'effet des contraintes thermiques, introduites par une brusque variation de température [PONT 85] [MADJ 99-2]. Si une seconde indentation adjacente est réalisée, le champ de contraintes résiduelles produit par la première empreinte influe sensiblement sur le mode de fissuration de l'empreinte voisine [MALO 00].

Dans cette partie, nous présenterons l'évolution d'un défaut contrôlé avant et après sollicitation thermique. Les empreintes Vickers sont réalisées sur trois états du verre : brut-indenté (noté BI), recuit-indenté (noté RI), et recuit-indenté-recuit (noté RIR). L'interaction entre fissures radiales d'empreintes voisines a été aussi abordée.

Les échantillons indentés sont choqués à des écarts de températures égaux et inférieurs à l'écart de température critique. Ce type d'essai de choc thermique, réalisé sur des échantillons indentés, a été conduit dans le but de comprendre le comportement de défauts superficiels du verre vis à vis des brusques variations de température [MALO 99], [HAMI 98], [HAMI 02-1].

Les échantillons tronçonnés à partir d'une même plaque ont les dimensions 50x15 mm². Nous avons utilisé les épaisseurs 3 et 5 mm. Les recuits ont été réalisés comme décrits auparavant. Nous avons mesuré les longueurs des fissures radiales parallèles et perpendiculaires (figure 5.1) après chaque état (brut, recuit, ...) et après le choc thermique. Les empreintes d'indentation ont été réalisées à l'aide d'un indenteur de type « Test WELL: WOLPERT ». Les charges employées sont 20 N et 30 N. La mesure des longueurs des fissures a été faite avec un microscope optique de type ZEISS. Pour étudier l'effet du champ de contraintes résiduelles de la première indentation, des empreintes adjacentes ont été réalisées, la distance entre empreintes voisines a été variée entre 50 et 500 µm. L'angle de déviation des fissures radiales de la seconde empreinte a été mesuré avec un microscope muni d'un oculaire goniométrique (figure 5.2).



2a : diagonale de l'empreinte

2c : longueur des fissures perpendiculaires (\perp) et parallèles ($//$) au bord de l'échantillon

Figure 5.1: Empreinte Vickers et système de fissures radiales

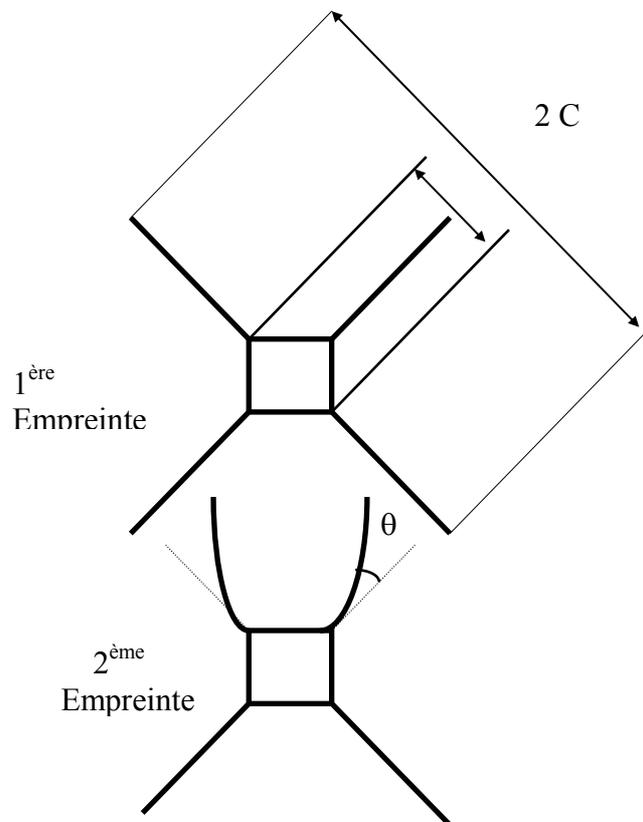


Figure 5.2: Configuration de deux empreintes adjacentes

5.2- EVOLUTION DES LONGUEURS DES FISSURES

La figure 5.3 représente l'évolution des fissures parallèles aux bords de l'échantillon avant et après le choc thermique, dans les cas du verre brut-indenté, recuit-indenté, recuit-indenté-recuit. Nous remarquons que la propagation des fissures, pour les verres brut-indenté et indenté-recuit est presque la même, et qu'elle est très importante après le choc thermique. Par contre, pour le verre recuit-indenté-recuit, la propagation des fissures par rapport aux autres états est insignifiante, et leur évolution après choc thermique est aussi très faible. Nous pouvons dire que, les contraintes préexistantes et le champ de contraintes résiduelles d'indentation, ainsi que les contraintes thermiques induites par le choc thermique, ont un effet considérable sur l'évolution des fissures radiales après le choc thermique du fait que leur taille initiale est assez importante.

Marianne Collin [COLL 02] a étudié l'accroissement des fissures d'indentation et leur morphologie après choc thermique dans le cas de quelques matériaux fragiles, entre autre des alumines et des alumines renforcées. Sur la base de ce travail, elle a divisé la propagation des fissures artificielles en trois régions :

Région A: Pour des différences de températures très faibles, aucune propagation significative des fissures n'est détectée.

Région B: Pour des différences de températures moyennes, la propagation des fissures est stable.

Région C: Pour certaines différences de températures, quelques défauts progressent d'une manière instable jusqu'à atteindre les bords de l'échantillon ou s'arrêtent au niveau d'autres indentations voisines, tandis que d'autres défauts continuent à se propager d'une manière stable ou ne se propagent pas du tout.

Ces régions sont causées par l'action combinée du champ de contraintes résiduelles de l'indentation et celui des contraintes thermiques dues au choc thermique.

Sur la figure 5.4, nous avons représenté l'évolution des fissures radiales parallèles avant et après le choc thermique pour les charges d'indentation de 20 N et 30 N en fonction de la température chaude, dans le cas d'un verre recuit-indenté-recuit. Dans ce cas, on a atténué l'effet de toutes les contraintes résiduelles d'indentation, donc l'évolution des fissures radiales est due uniquement aux contraintes thermiques transitoires causées par le choc thermique. Nous notons, que la propagation des fissures pour la charge d'indentation de 30 N est plus importante que pour celle de 20 N. Ces fissures évoluent considérablement sous l'effet des contraintes thermiques. Une fois qu'elles atteignent une longueur suffisante (critique), elles deviennent instables et se propagent d'une manière catastrophique. Nous

concluons que la longueur des défauts avant le choc thermique a une importance considérable par rapport à leur évolution (donc leur taille finale) sous l'effet de contraintes thermiques.

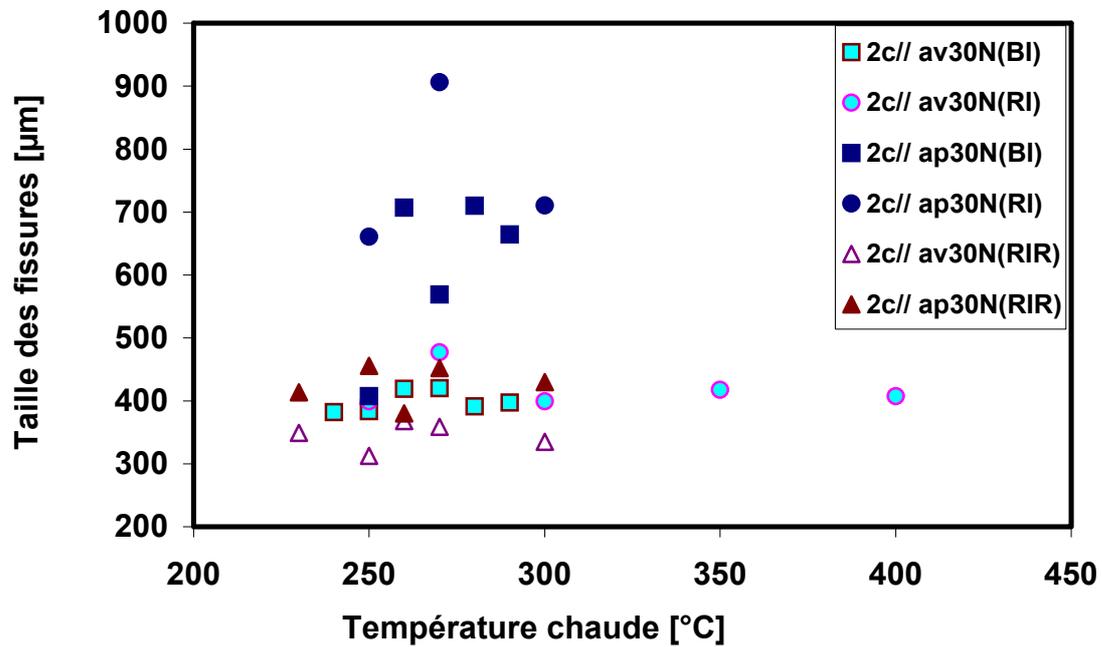


Figure 5.3: 2C// avant et après choc thermique (charge 30 N) en fonction de la température chaude pour un verre brut-indenté, indenté-recuit et recuit-indenté-recuit

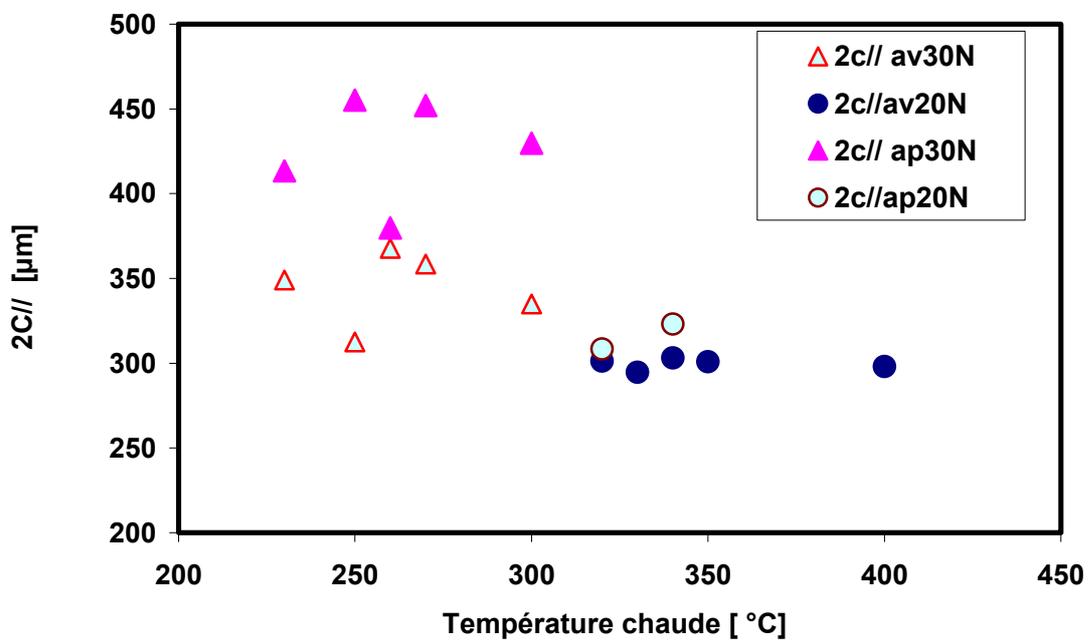


Figure 5.4 : 2C// avant et après le choc thermique en fonction des températures chaudes pour un verre recuit-indenté-recuit.

Sur la figure 5.5, qui montre l'évolution de $2C_{//}$ et $2C_{\perp}$ avant et après le choc thermique pour la charge d'indentation de 30 N en fonction de la température chaude pour un verre recuit-indenté-recuit. Nous constatons que ce sont plutôt, les fissures parallèles à la largeur de l'échantillon qui sont activées sous l'effet des contraintes thermiques. La propagation des fissures perpendiculaires est presque insignifiante (figure 5.6). Le même constat a été fait par Hamidouche [HAMI 03], et Saadaoui [SAAD 98]. Cette dernière a travaillé sur une céramique de type alumine indentée, elle a remarqué que uniquement les fissures radiales parallèles à la direction longitudinale de l'échantillon qui se propagent sous le choc thermique. Ceci est dû au fait que c'est la contrainte thermique $\sigma_{xx}(y, t)$, le long de la direction $x=0$ qui génère un mode d'ouverture, qui est responsable de la propagation de ces fissures. L'effet de la contrainte $\sigma_{yy}(x, t)$ est insignifiant.

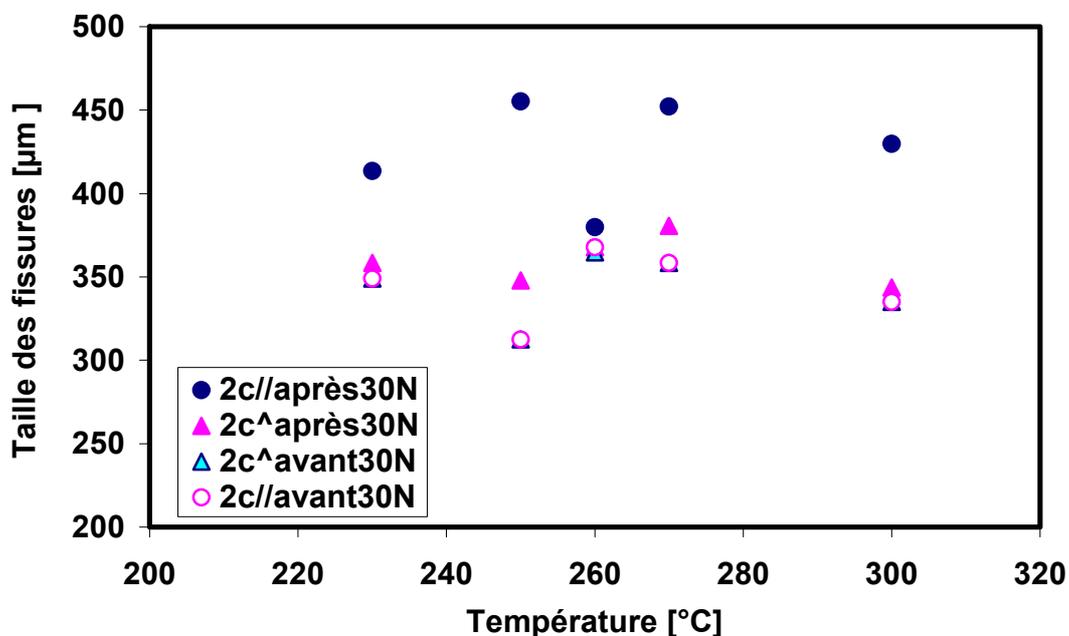


Figure 5.5 : $2C_{//}$ et $2C_{\perp}$ avant et après le choc thermique en fonction de la température chaude pour un verre recuit-indenté-recuit.

L'accroissement des fissures perpendiculaires est de 0,86 %, celui des fissures parallèles est de 8,35%. Les fissures parallèles sont plus importantes que les fissures perpendiculaires de 89,7%. Le choc subi étant de 180°C, on peut conclure que la propagation des fissures est sous critique.

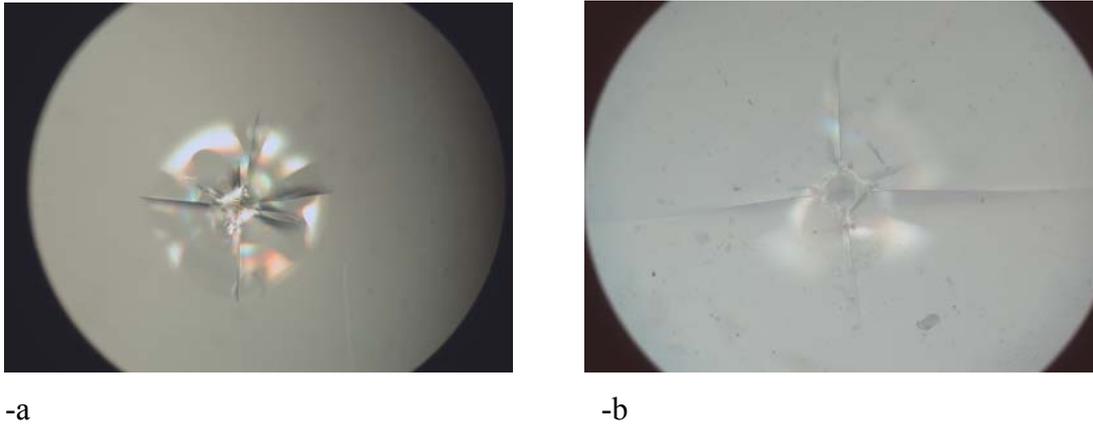


Figure 5.6 : Verre d'épaisseur 3 mm indenté à 20 N choqué à une température chaude de 180°C a- avant b- après 30 cycles de choc thermique (20X)

5.3- INTERACTION ENTRE FISSURES

L'angle de déviation de la seconde empreinte en fonction de la charge d'indentation pour différentes distances entre empreintes est montré sur la figure 5.7. Il y a une légère augmentation de l'angle de déviation de la fissure radiale de la seconde empreinte pour les charges inférieures à 40 N. Nous notons que c'est le cas de toutes les distances choisies. Au-delà de cette charge, l'angle de déviation est plus important et plus particulièrement pour les courtes distances.

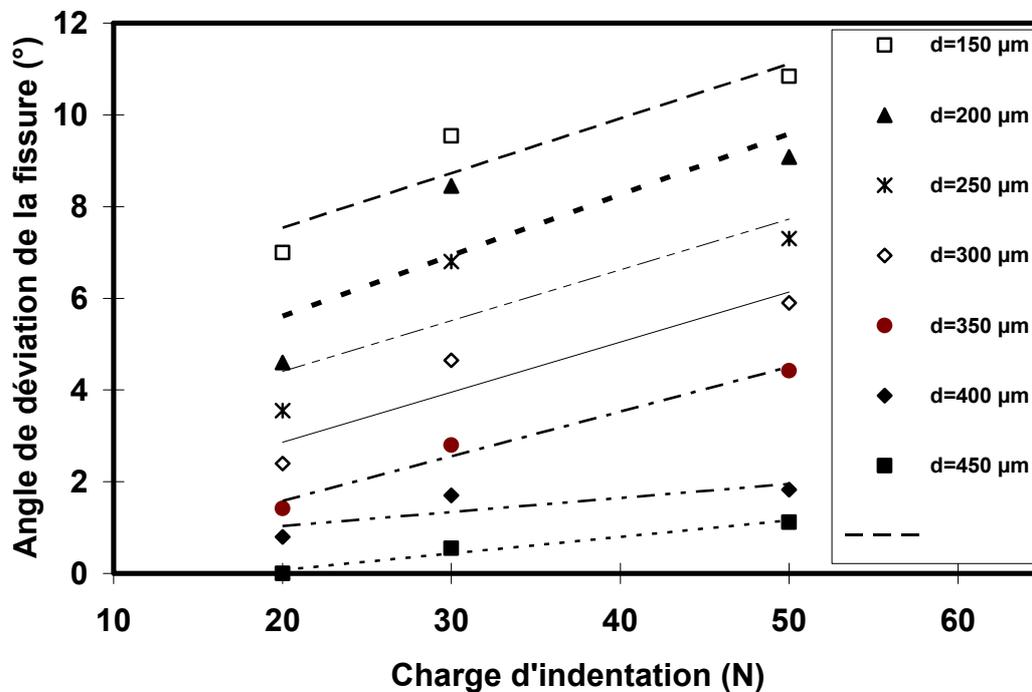


Figure 5.7: Angle de déviation en fonction de la charge d'indentation pour différentes distances entre empreintes

Dans la figure 5.8, on a représenté l'évolution de l'angle de déviation des fissures radiales parallèles de la seconde empreinte en fonction de la distance entre empreintes dans le cas d'un verre brut pour des indentations de 20 N. On remarque que l'angle de déviation diminue à mesure que la distance « d » entre empreintes augmente. Il est maximal aux faibles distances ($d < 150 \mu\text{m}$) et il n'y a presque aucune interaction pour $d = 550, 400$ et $500 \mu\text{m}$. Nous concluons que le champ de contraintes résiduelles d'une première indentation influence le comportement des fissures radiales d'une indentation voisine.

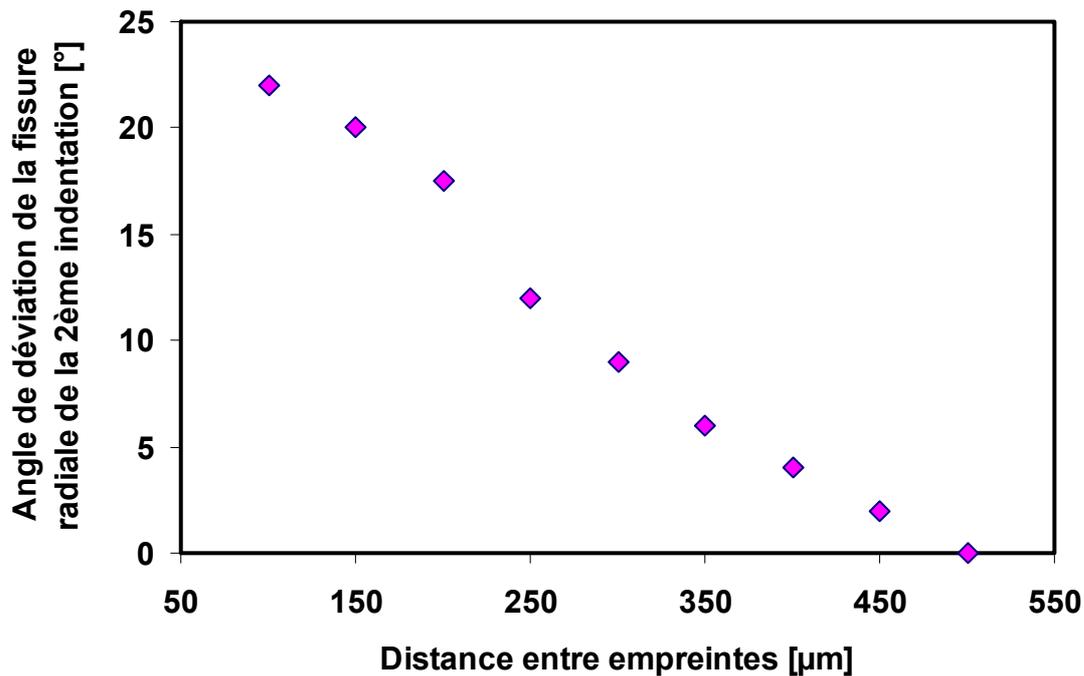


Figure 5.8: Angle de déviation des fissures de la seconde empreinte (P=20N) en fonction de la distance entre empreintes.

5.4- OBSERVATION AU MICROSCOPE

5.4.1- Observation en surface

Sur les micrographies suivantes (figure 5.9 et 5.10), prises dans les mêmes conditions, nous observons clairement la propagation sous-critique des fissures radiales parallèles, sous l'effet du choc thermique pour un verre brut-indenté, étant donné que la température chaude est inférieure à la température chaude critique (290°C).

Pour un choc sur-critique de 400°C (figures 5.11, 5.12), la propagation des fissures est catastrophique; même si toutes les contraintes résiduelles sont neutralisées par le traitement de recuit.

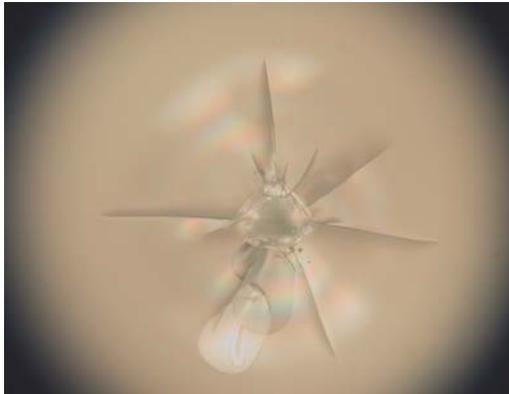


Figure 5.9 : Fissures d'indentation Pour un verre avant choc (brut indenté)



Figure 5.10 : Fissures radiales après choc thermique (P=30N, Tc= 280°C)

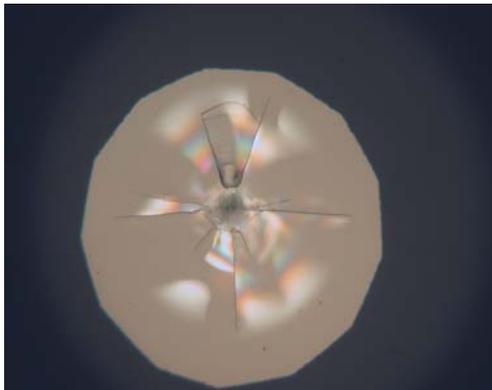


Figure 5.11 : Empreinte sur Verre recuit-indenté-recuit avant le choc

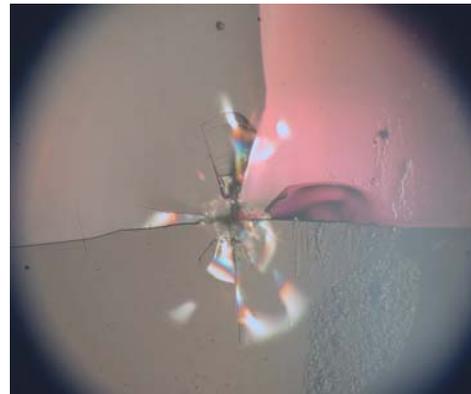


Figure 5.12 : verre recuit-indenté-recuit (P = 20N) après un choc thermique à Tc = 400°C

5.4.2- Faciès de rupture

Sur les observations au microscope optique et au MEB suivantes, nous avons représenté des faciès de rupture pour un verre d'épaisseur 3 mm, indenté avec une charge de 20 N. La contrainte à la rupture a été mesurée dans un milieu inerte, en utilisant l'huile de silicone. La figure 5.13 montre la forme semi-elliptique du faciès de rupture. Les perturbations de cette zone sont montrées sur la figure 5.14 observée au MEB.

Dans un travail sur du verre Silico-sodo-calcique, SGLAVO [SGLA 95] a observé au microscope optique, des faciès de rupture sur des échantillons indentés avec différentes charges dans un milieu corrosif (l'eau) et un milieu inerte (l'huile de silicone). Il a constaté que l'eau favorise la formation de fissures circulaires, qui sont le résultat de la propagation sous critique de la fissure médiane. Alors que l'huile de silicone empêche complètement la

formation de fissures circulaires qui sont plutôt semi-elliptiques. Il a affirmé que le champ de contraintes résiduelles autour de l'indentation a une influence majeure sur la forme de la rupture. Le même résultat, concernant la forme du faciès de rupture, a été trouvé aussi, quelques années auparavant, par Tomozawa [TOMO 86] sur du verre silico-sodo-calcique indenté et dont la contrainte à la rupture a été mesurée dans l'azote. Ce dernier a constaté, entre autre que l'augmentation de la contrainte à la rupture d'un verre indenté et recuit ne doit pas être attribuée à la diminution du champ de contrainte résiduel de l'indentation, mais plutôt à l'émoussement du front de fissure après recuit. Par contre, DIELHOF [DIEL 93] en travaillant sur un verre borosilicaté, a affirmé que non seulement un recuit est capable de neutraliser l'effet du champ de contraintes résiduelles d'indentation, mais en plus il est probable qu'il peut également affecter la distribution de la taille des défauts (guérison des fissures).

En se référant au travail déjà cité de M. Collin [COLL 02], dans le cas d'un chargement mécanique en flexion, les efforts sont plus importants en surface qu'en profondeur, la forme circulaire de la fissure se transforme en semi-elliptique après chargement. Il en est de même dans le cas d'un choc thermique, ou le chargement est toujours plus important en surface qu'en profondeur. La forme circulaire d'une indentation Vickers, change en une forme semi-elliptique dans la région de propagation stable des fissures après une trempe dans l'eau, ainsi que la profondeur de la fissure est moins importante en profondeur qu'en surface. La fissure se propage d'une manière stable dans le cas d'un choc doux, alors qu'une propagation instable de fissure est le résultat d'un choc sévère.

Le seuil de contrainte thermique nécessaire pour la propagation de fissure, est plus faible quand un champ de contraintes résiduelles dû par exemple à une indentation, est présent.

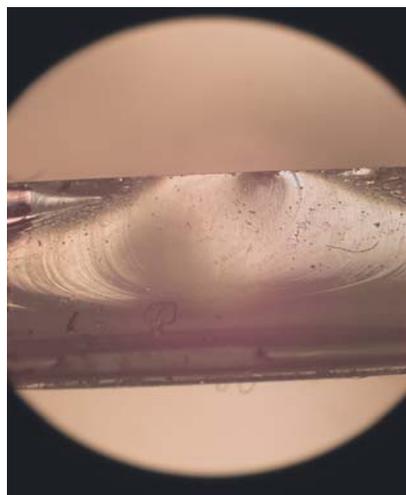


Figure 5.13 : Faciès de rupture pour un verre d'épaisseur 3 mm indenté avec une charge de 20 N (coupe transversale d'un échantillon rompu en milieu inerte: l'huile de silicone)

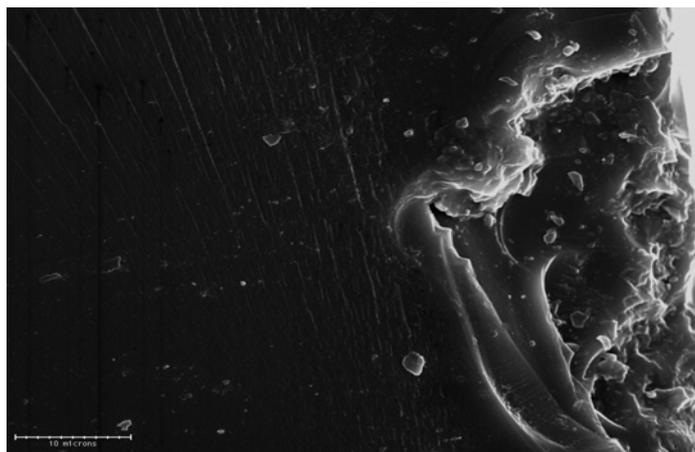


Figure 5.14 : Faciès de rupture (MEB) pour un verre d'épaisseur 3 mm indented avec une charge 20 N (coupe transversale)

5.5 – SYNTHÈSE

Ces résultats ont permis de mettre en évidence l'effet du champ de contraintes résiduelles de l'indentation Vickers, ainsi que l'effet des contraintes thermiques sur l'évolution des fissures d'indentation Vickers. Nous avons trouvé que, pour un verre brut indented et pour une température de 270°C, les fissures parallèles passent d'une longueur de 419,9 μm à une longueur de 569,3 μm .

Alors que pour une température chaude de 300°C, dans le cas d'un verre indented-recuit, les fissures parallèles se sont propagées d'une longueur de 399 μm à une longueur de 710,7 μm . Alors qu'elles sont passées uniquement à 429,8 μm à partir d'une longueur initiale de 335 μm , pour un verre recuit-indenté-recuit.

Le rapport des différences entre les fissures avant et après choc thermique est 3 fois plus important dans le cas d'un verre indented-recuit.

Pour une température de 250°C, la propagation des fissures parallèles est 4 fois plus importante que celle des fissures perpendiculaires, pour un verre recuit-indenté-recuit.

Dans le cas de la présence d'indentations adjacentes, il y a interaction. Les résultats ont montré que les fissures radiales dévient (s'inclinent) d'un angle de 22° pour une distance entre empreintes de 100 μm , cette valeur chute à 2° pour une distance de 450 μm . L'intensité du champ de contraintes résiduelles, introduit par indentation ou par choc thermique, a une influence directe sur la propagation des fissures d'indentation.

CHAPITRE 6:

ANALYSE STATISTIQUE DU CHOC THERMIQUE

6.1- INTRODUCTION

Lorsqu'on réalise des essais de chocs thermiques sur un même lot d'éprouvettes, on observe une dispersion des résultats. Le modèle statistique de Weibull semble être le mieux approprié pour l'étude de l'aspect probabiliste de la dégradation des matériaux fragiles, en l'occurrence le verre, par choc thermique.

Les résultats de cette partie du travail sont présentés dans ce qui suit : Le traitement statistique des contraintes à la rupture a été fait selon les paramètres du modèle de Weibull (m et σ_0).

6.2- CHOC DUR (TREMPE DANS L'EAU ET L'HUILE DE MOTEUR)

La figure 6.1 représente la dispersion des contraintes à la rupture obtenues pour des échantillons choqués dans l'eau à 20°C. Les essais ont été effectués pour différentes variations de la température : $\Delta T = 0^\circ\text{C}$ (non choqué), $\Delta T = 120^\circ\text{C}$ (choc sous-critique), $\Delta T = 150^\circ\text{C}$ (choc critique) et $\Delta T = 180^\circ\text{C}$ (choc sur-critique). Toutes les variations évoluent vers une distribution croissante. Une évolution semblable a été également trouvée par EVANS [AVAN 75-1] sur des disques indentés en verre silico-sodo-calcique.

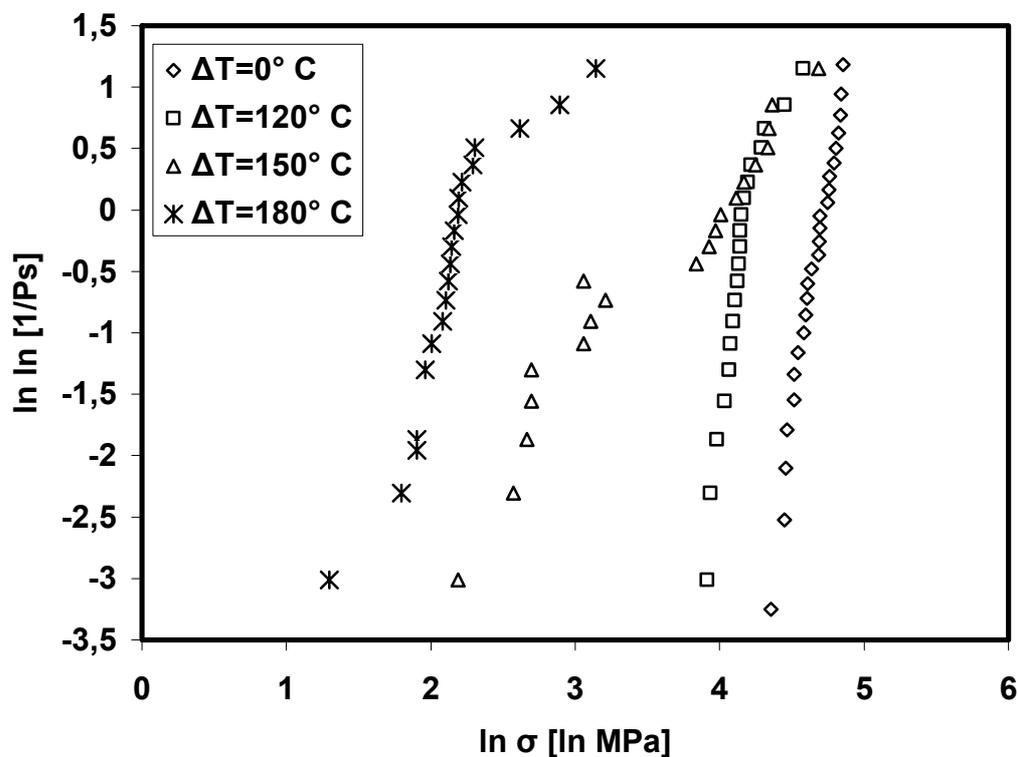


Figure 6.1: Variation de $\ln \ln(1/P_s)$ en fonction de $\ln(\sigma)$ pour des éprouvettes prismatiques ($e = 4 \text{ mm}$) choquées dans l'eau pour différentes températures, testées en flexion 4 points.

Nous remarquons une dispersion étalée, selon la différence de température appliquée. D'après KROHN [KROH 73], si l'aspect de la dispersion de la rupture des verres n'est pas pris en considération, l'estimation de la résistance au choc thermique n'est pas fiable. Il n'est pas facile de faire une comparaison directe, d'un point de vue statistique, entre le choc thermique et les essais mécaniques. Dans le cas des contraintes mécaniques, la charge appliquée varie de zéro jusqu'à une valeur maximale, en tenant compte de la surface sollicitée entre les appuis utilisés (distance entre appuis). Selon KAMIYA et al. [KAMI 89], [KAMI 93], la distribution des efforts est uniforme sur la totalité de la surface dans le cas du choc thermique. Ainsi la probabilité de trouver un défaut critique est plus importante. Afin d'éviter cette difficulté, FABER et ses collaborateurs [FABE 80] ont utilisé des échantillons pré-fissurés, ce qui a conduit à une dispersion statistique minimale.

PEITL [PEIT 99] explique que la différence entre les contraintes à la rupture déterminées par des essais de flexion quatre points et la rupture dans les essais de choc thermique est due à la différence entre la superficie effective du corps d'essai soumis aux efforts de tension. En d'autres termes, pendant le choc thermique la surface entière de l'échantillon est soumise aux efforts de tension, alors que dans un essai de flexion quatre-points, seulement une petite partie de la surface de l'éprouvette est soumise à ces efforts. Il est cependant possible de corréler l'effort de rupture dans un essai de choc thermique et celui déterminé par un essai de flexion quatre-points, en se basant sur les statistiques de Weibull.

D'autre part, ROGERS et al. [ROGE 87] ont relié la dispersion des résultats à la sévérité du choc thermique. Ils ont constaté que le nombre d'échantillons endommagés est d'autant plus important que le choc thermique est plus sévère. Avec des différences de température faibles, le choc thermique induit est insuffisant pour causer la rupture des échantillons. Les contraintes résiduelles dans ces échantillons sont donc équivalentes à celles engendrées avant le choc thermique. Aux températures intermédiaires, la fracture de quelques échantillons se produit à des niveaux de contraintes plus bas. La contrainte résiduelle produite est donc faible et plus dispersée. Avec des différences de températures plus élevées, presque tous les échantillons sont endommagés. La contrainte résiduelle est réduite et devient moins dispersée. Ceci prouve que la différence de température critique n'est pas une valeur constante. Elle peut être bien décrite par une distribution statistique. Ce fait est clairement illustré sur la figure 6.1.

Pour les échantillons non choqués, la dispersion est faible et unimodale. Pour ceux choqués dans les conditions critiques, sous-critiques et sur-critiques, la distribution se déplace vers les faibles valeurs de la contrainte σ et devient plutôt bimodale. Une partie des échantillons

est endommagée par choc thermique tandis que l'autre partie demeure intacte. Ceci est expliqué par l'existence de deux populations de défaut: une partie de défauts préexistants qui n'a pas été affectée par le choc thermique (haute valeurs de résistance), et une population de défauts modifiée par le choc thermique (faible valeurs de la résistance) [ASHI 83]. Dans les cas sous-critiques et sur-critiques, la proportion (α) de défauts naturels, plutôt faible, est beaucoup plus dispersée. À la température critique, ce pourcentage augmente d'une façon importante.

Pour les faibles contraintes à la rupture, les branches sont caractérisées par des pentes notées m_2 (défauts modifiés par choc thermique). Les deuxièmes branches (valeurs élevées des contraintes à la rupture) sont caractérisées par le module de Weibull m_1 (défauts naturels) [OHIR 88]. Dans ce dernier cas, pendant le chauffage des échantillons, les fissures microscopiques peuvent se fermer ou guérir, ce qui se traduit par une relaxation de contraintes. Ceci mène à des échantillons plus résistants et à des contraintes à la rupture plus élevées. Les valeurs des contraintes de normalisation (σ_{01} et σ_{02}), respectivement pour la première et la deuxième branche, diminuent quand les différences de température appliquées augmentent.

La figure 6.2 représente l'évolution de $\ln(1/PS)$ en fonction de $\ln(\sigma)$ pour les échantillons choqués dans un bain d'huile de moteur avec diverses différences de température: $\Delta T = 0^\circ\text{C}$ (non choqué), $\Delta T = 300^\circ\text{C}$ (choc sous critique), $\Delta T_c = 350^\circ\text{C}$ (choc juste critique) et $\Delta T = 400^\circ\text{C}$ (choc sur-critique).

Le bain de trempe, étant moins dur, on n'observe aucune variation significative de résistance entre deux chocs thermiques successifs que lorsqu'on augmente la température de choc avec un pas de 50°C . Le mécanisme de rupture des échantillons choqués dans un bain d'huile est différent de celui des échantillons choqués dans l'eau. Dans le premier cas, la fissuration est unique, tandis que pour le second, elle se fait avec des branchements. KAMIYA [KAMI 93] a signalé que le coefficient "h" de transfert thermique est faible dans le cas d'un bain d'huile. En outre, il a prouvé que la différence de température critique peut être bien exprimée par l'approche statistique de Weibull.

Avec ce moyen de refroidissement, on observe également une distribution bimodale après le choc thermique. Dans le cas sur-critique, les deux populations de défauts présentent la même dispersion et sont presque de proportions égales. En comparaison avec les résultats obtenus par le choc thermique par trempe dans l'eau, les valeurs du module de Weibull dans le bain d'huile sont légèrement inférieures, en particulier les valeurs de m_2 . Ce comportement peut

être expliqué par le fait que la fissuration unique est normale à la surface de l'échantillon. Pendant les essais de flexion, ces défauts sont sollicités en mode d'ouverture (en traction), menant de ce fait à de faibles et dispersées valeurs de contraintes à la rupture. Cela n'est pas le cas pour les essais de choc thermique dans l'eau, où la même fissure présente plusieurs ramifications dans les différentes directions.

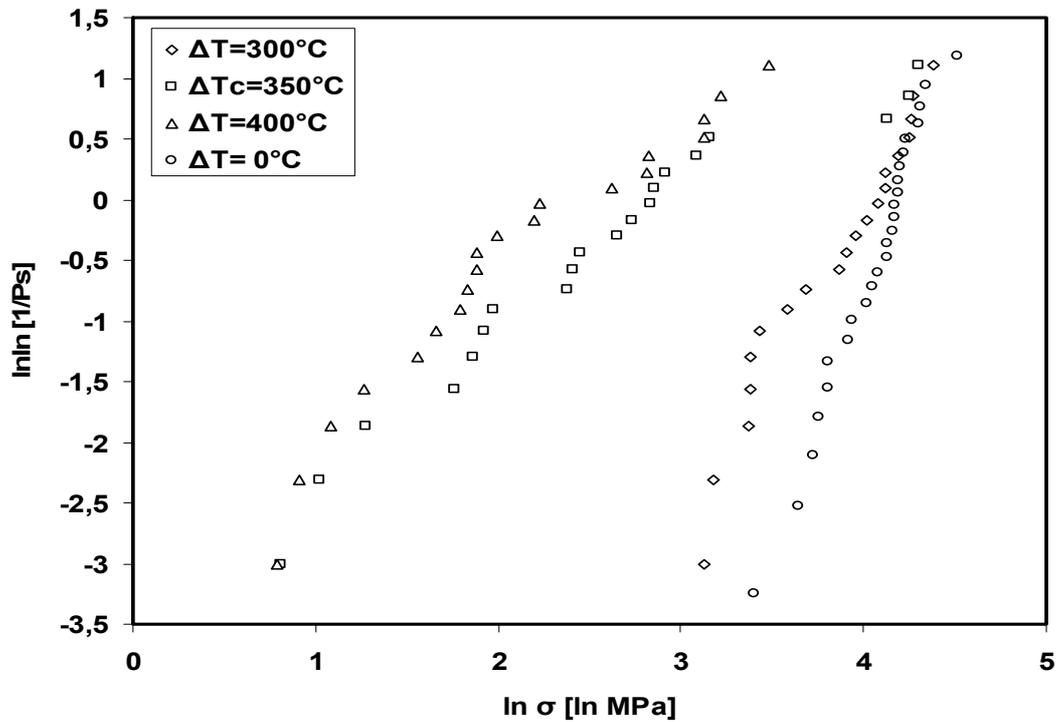


Figure 6.2: Variation de $\ln \ln(1/P_s)$ en fonction de $\ln(\sigma)$ pour des éprouvettes prismatiques ($e = 4 \text{ mm}$) choquées dans l'huile de moteur pour différentes températures, testées en flexion 4 points.

6.3- EFFET DE LA NATURE DU BAIN (eau, l'huile de moteur et l'huile d'olive)

Les résultats obtenus, avec le bain d'huile d'olive pour le choc critique (270°C), sont représentés sur la figure 6.3 avec ceux du bain d'eau et du bain d'huile de moteur. La différence de température juste critique trouvée dans le cas du bain d'huile d'olive et les contraintes à la rupture sont inférieures à celles obtenues pour les autres bains de refroidissements. La dispersion dans le cas du choc thermique par trempe dans l'huile de moteur et dans le bain d'eau est plus étalée. Nous pensons que dans le cas du bain d'huile d'olive, il n'y a pas ou peu de propagation sous-critique. Les valeurs de module de Weibull sont cependant, plus élevées. Les paramètres statistiques obtenus sont regroupés dans le tableau 6.1.

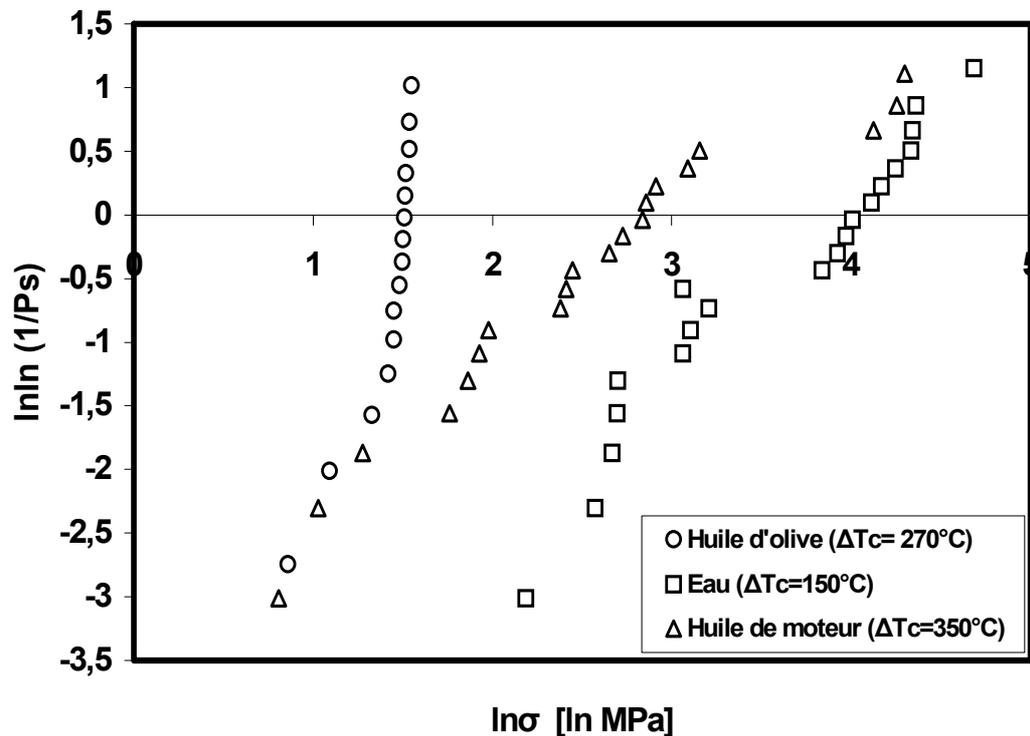


Figure 6.3: Variation de $\ln \ln(1/P_s)$ en fonction de $\ln(\sigma)$ pour des éprouvettes prismatiques ($e = 4$ mm) choquées dans l'eau, l'huile d'olive et l'huile de moteur pour les différences de température critiques testées en flexion 4 points.

ASHIZUKA [ASHI 83] dans son travail sur un verre borosilicaté, choqué dans de l'eau distillée et dans de l'azote liquide, a prouvé que quand les deux distributions sont directement contrasté, il apparaît clairement que l'existence apparente de la propagation sous critique est considérablement accentuée dans le cas de la trempe dans l'eau, pendant le choc thermique, ces conditions de trempe favorisent fortement la propagation sous-critique par la corrosion sous contrainte. Il conclut que la détection de la propagation sous-critique par la mesure de la contrainte à la rupture se fait seulement pour des valeurs de K_I égale à environ $\cong 90\%$ de la valeur du K_{IC} . Il affirme donc que les effets de la propagation sous critique sont mineurs, et que les dommages sévères débutent à l'approche du K_{IC} . BADALIANCE et al. [BADA 74], de leurs cotés, en travaillant sur du verre silico-sodo-calciq, choqué dans de l'eau, confirment que la propagation sous-critique peut être assez importante.

Paramètre	Huile de moteur			Huile d'olive	Eau			Sans choc
	400	350	300		270	180	150	
$\Delta T(^{\circ}C)$	400	350	300	270	180	150	120	0
m1	2,39	0,73	4,69	5,9	1,91	2,40	5,00	6,95
m2	2,38	2,74	7,35	19	14,6	10,6	18,3	////
σ_{01}	23,07	50,2	64,7	95,3	16,6	67,5	85,8	112
σ_{02}	6,11	16,3	29,4	11	8,74	14,8	63,3	///
α	0,41	0,33	0,69	0,82	0,30	0,70	0,27	1
Chi 2	0,4	0,06	0,04	0,034	0,02	0,08	0,02	0,08

Tableau 6.1: Résultats des paramètres statistiques de Weibull pour un verre brut choqué dans l'eau, dans l'huile de moteur et dans l'huile d'olive.

6.4- CHOC THERMIQUE DOUX (REFROIDISSEMENT PAR JET D'AIR)

Les figures 6.4 et 6.5 représentent l'évolution de $\ln(1/P_s) = f(\ln(\sigma))$ pour différentes épaisseurs (3 mm et 4 mm) dans le cas des chocs doux, pour la différence de température inférieure à la température critique ($\Delta T = \Delta T_c - 30^{\circ}C$) et pour les cas critiques ($\Delta T = \Delta T_c$). La différence de température critique de chaque épaisseur est mentionnée sur les graphes.

Les valeurs les plus élevées des contraintes à la rupture sont observées pour la plus petite épaisseur. Ce résultat est conforme à celui rapporté par BROCKENBROUGH et al. [BROC 86], et CHIN- KUANG LIN [CHIN 97]. WEI [WEI 89], pour sa part, a trouvé que pour une probabilité donnée, la différence de température critique est plus faible pour des échantillons de 3 mm d'épaisseur que pour les échantillons de 2 mm. Il conclut qu'une épaisseur plus importante a pour conséquence une probabilité de rupture plus élevée.

La valeur du module de Weibull obtenue pour l'épaisseur 3 mm dans les cas du choc sous-critique et non choqué est légèrement plus élevée. Pour les échantillons choqués, les contraintes de normalisation augmentent avec la décroissance de l'épaisseur. Comparé aux échantillons d'épaisseur 4 mm trempés dans les bains de refroidissement à l'huile et dans l'eau, la dispersion n'a pas beaucoup changé après le choc thermique pour les différences de température sous-critique et pour les échantillons non choqués. Le deuxième mode dans les courbes de Weibull n'apparaît pas avant le cas critique.

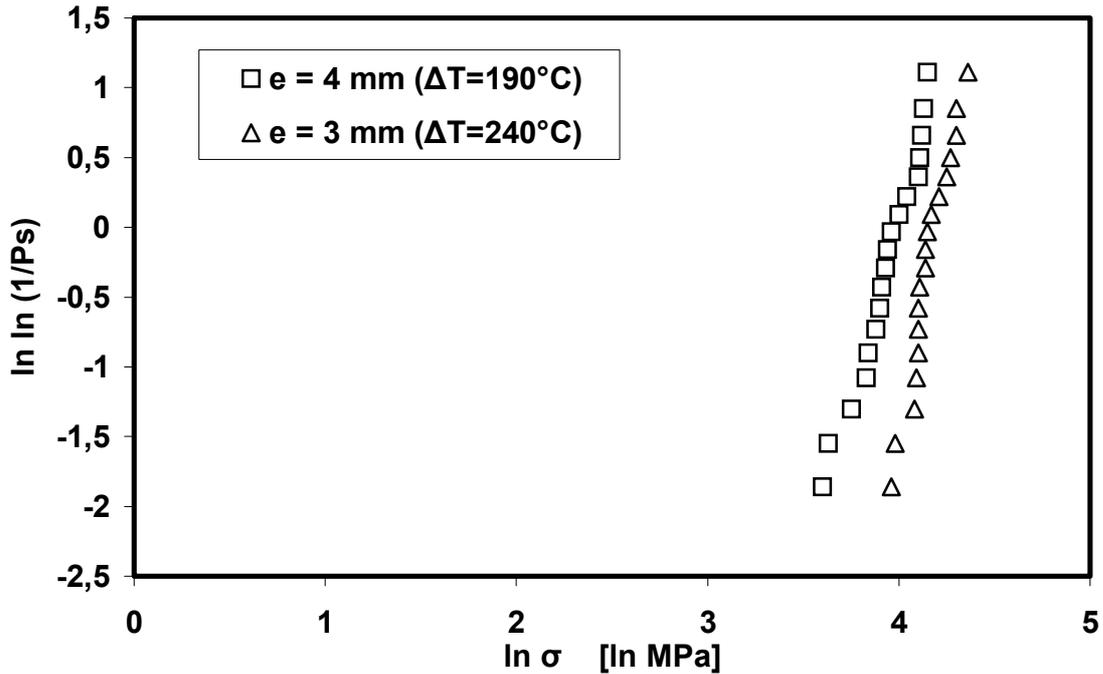


Figure 6.4: Variation de $\ln \ln(1/P_s)$ en fonction de $\ln(\sigma)$ pour un verre choqué par jet d'air pour différentes variations de température testé en flexion 4 points.

Ce fait est probablement dû à la nature du refroidissement par jet d'air, qui induit un choc thermique beaucoup plus doux. Dans le cas juste critique $\Delta T = \Delta T_c$, on observe deux branches pour les deux épaisseurs. Ce qui témoigne de la présence de deux populations de défauts correspondant aux deux pentes dans les droites de Weibull. Pour le cas sous-critique, il représente la population de défauts préexistants sans influence du choc thermique [ASHI 83]. Pour ce type de refroidissement, les valeurs de m_1 pour les deux épaisseurs sont considérablement plus petites que des valeurs de m_2 (tableau 6.2). Nous notons qu'indépendamment du type de bain de refroidissement utilisé, la dispersion la plus grande correspond aux défauts naturels (généralement m_1 est plus bas que m_2).

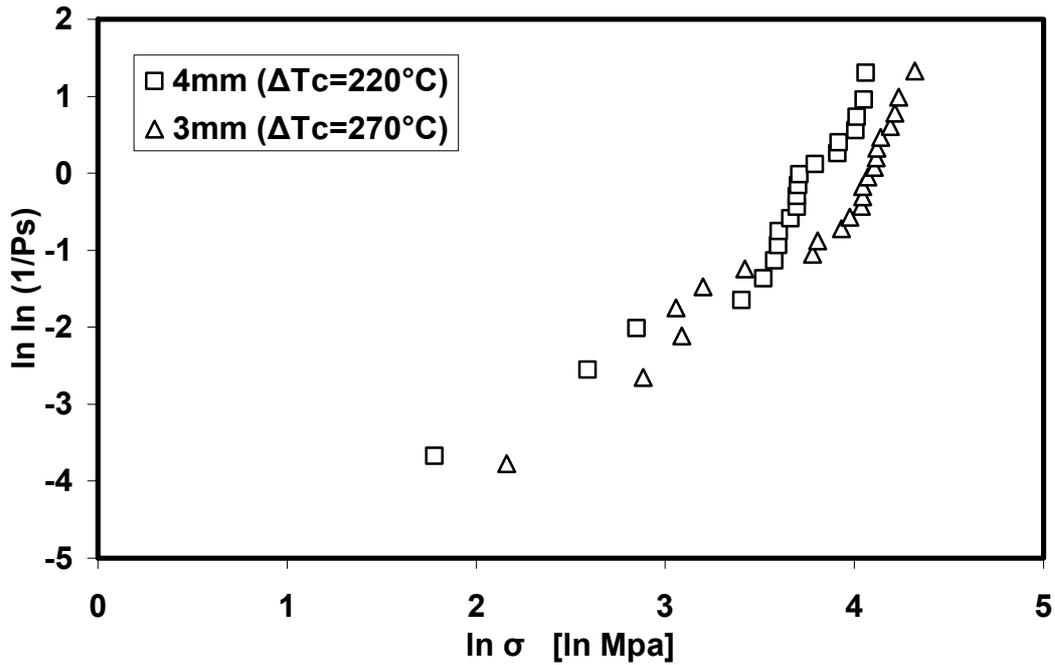


Figure 6.5: Variation de $\ln \ln(1/P_s)$ en fonction de $\ln(\sigma)$ pour différentes épaisseurs choquées par jet d'air ($\Delta T = \Delta T_c$).

ΔT	$\Delta T < \Delta T_c$		$\Delta T = 0$		$\Delta T = \Delta T_c$	
	3 mm	4 mm	3 mm	4 mm	3 mm	4 mm
Epaisseur						
r						
m₁	7,7	6,1	7,6	6,95	1,18	3,6
m₂	\	\	\	\	16,43	15,9
σ_{01}	67,2	55,54	59,3	112,62	88,31	46,23
σ_{02}	\	\	\	\	61,08	5,0
α_1	1	1	1	1	0,12	0,90
Ch2	0,16	0,1	0,13	0,078	0,037	0,128

Tableau 6.2: Paramètres statistiques pour différentes épaisseurs choquées par jet d'air (différences de température sous-critique et juste critique)

Comparé aux échantillons d'épaisseur 4 mm, choqués par différents moyens de refroidissement, les valeurs de la contrainte à la rupture sont légèrement plus hautes que celles trouvées pour les échantillons choqués dans l'eau et dans l'huile. Pour le refroidissement par jet d'air, on remarque que la dispersion est plus importante autour du cas critique. Le type de refroidissement a un effet considérable sur les valeurs du module de Weibull. Les valeurs du module de Weibull, et des contraintes de normalisation sont données dans les tableaux 6.2 et 6.3.

	Bain de l'huile de moteur		Bain d'eau		Refroidissement par jet d'air		Non choqués
	$\Delta T = \Delta T_c$	$\Delta T < \Delta T_c$	$\Delta T = \Delta T_c$	$\Delta T < \Delta T_c$	$\Delta T = \Delta T_c$	$\Delta T < \Delta T_c$	
ΔT	350°C	300°C	150°C	120°C	220°C	190°C	0°C
m_1	0,73	4,69	2,4	5,0	3,6	6,1	6,95
m_2	2,74	7,37	10,65	18,30	15,9	\	\
σ_{01}	50,23	64,72	67,53	85,86	46,23	55,54	112,6
σ_{02}	16,27	29,42	14,83	63,28	5,0	\	\
α_1	0,33	0,69	0,70	0,27	0,90	1	1
Ch2	0,058	0,036	0,083	0,024	0,128	0,1	0,078

Tableau 6.3: Comparaison entre les valeurs des modules de Weibull et des contraintes de normalisation pour l'épaisseur 4 mm sous différents moyens de refroidissement.

6.5- RESULTATS STATISTIQUES POUR L'ÉPAISSEUR 3mm

L'émission acoustique est employée pour détecter les événements dus à la propagation brusque des fissures. L'apparition du premier pic d'émission acoustique pendant un temps très court indique la propagation brutale du défaut le plus critique. Cet événement permet de déterminer la différence de température critique pour chaque épaisseur. La technique d'émission acoustique ne permet pas la détection de la propagation stable des fissures [SAAD 96-1].

Selon KINGERY [KING 55], la différence de température critique est celle pour laquelle une première fissure est visible. Cette différence conduit à la détermination du premier paramètre de résistance au choc thermique R. Dans notre cas pour le verre d'épaisseur 3 mm, aucune activité acoustique n'a été enregistrée avant $\Delta T = 270^\circ\text{C}$. Le premier pic d'émission acoustique d'une amplitude maximale de 250 dB apparaît pour une durée de 1245 ms (figure 6.6). Ce temps correspond à la propagation brutale du défaut naturel le plus critique. Un deuxième pic de la même intensité et encore d'autres pics d'intensité plus faibles suivent, indiquant le début de la propagation instable d'autres défauts.

Ces résultats sont conformes à ceux rapportés dans les travaux d'EVANS [EVAN 75-2] sur du verre silico-sodo-calcique et à ceux de SAADAoui et de FANTOZZI [SAAD 98] obtenus sur l'alumine.

L'échantillon d'épaisseur 3 mm présente une importante dégradation quand la différence de température dépasse 270°C aux premiers moments du refroidissement. Une corrélation entre le nombre d'évènements acoustiques et le nombre de fissures visibles a été obtenue. MIGNARD et ses collaborateurs [MIGN 95], [MIGN 96] et SAADAoui et FANTOZZI, [SAAD96-2], [SAAD 98] ont également mentionné cette corrélation. Ces auteurs ont montré qu'à chaque pic d'émission acoustique est associé une propagation de défauts.

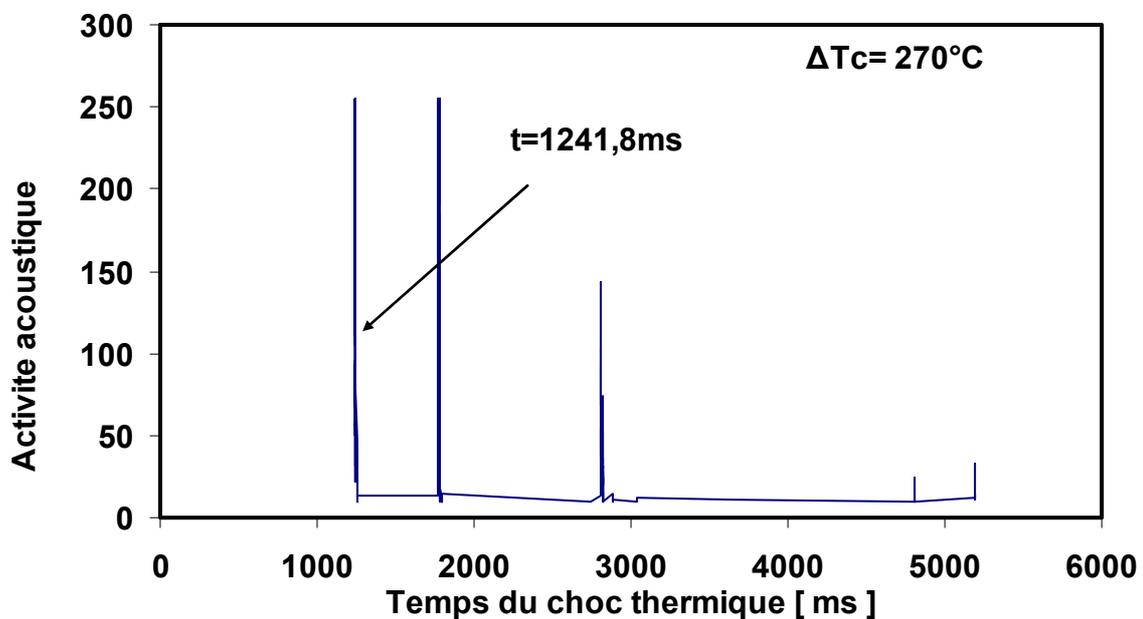


Figure 6.6: Activité acoustique en fonction du temps de refroidissement pour un verre brut d'épaisseur 3 mm, choqué par jet d'air à la différence de température critique $\Delta T = 270^\circ\text{C}$.

La variation de la contrainte à la rupture résiduelle en fonction de la différence de température dans le cas d'un choc thermique doux pour l'échantillon brut d'épaisseur 3 mm est présentée sur la figure 6.7. Il n'y a aucun changement de la contrainte mécanique jusqu'à $\Delta T = 270^\circ\text{C}$. Au delà de ce gradient de température, une décroissance est observée. Pour $\Delta T > 330^\circ\text{C}$, tous les échantillons sont complètement endommagés. Entre ces deux différences de températures, un nombre important d'échantillons présentent une contrainte mécanique semblable à celle de la valeur initiale tandis qu'elle chute considérablement pour d'autres.

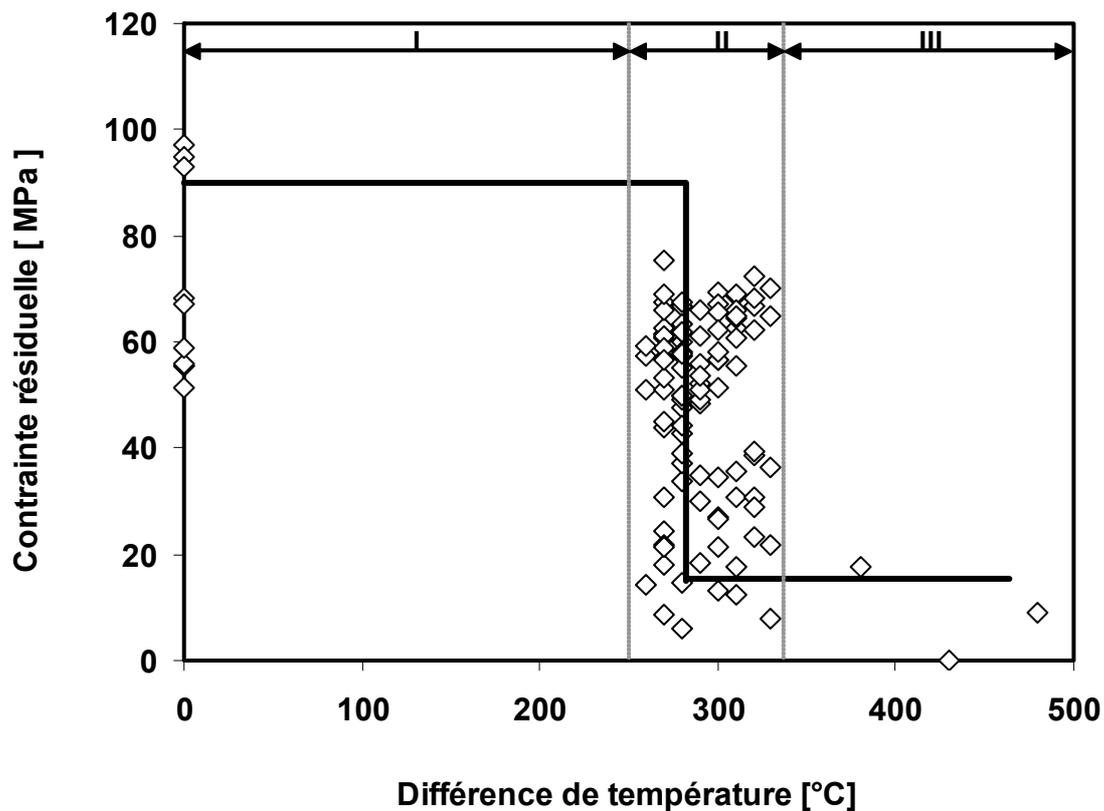


Figure 6.7: Contrainte résiduelle en fonction de la différence ΔT pour un verre brut d'épaisseur 3 mm (choc thermique doux refroidissement par jet d'air).

L'évolution de la contrainte à la rupture résiduelle a été subdivisée par HYUN LEE et collaborateurs [HYUN 02] en trois régions notées I, II, III. Dans la première, il n'y a aucun changement de la contrainte initiale. Dans la seconde, la contrainte résiduelle moyenne décroît graduellement et finalement dans la troisième région, tous les échantillons subissent une dégradation catastrophique avec une chute brutale de la contrainte. L'auteur affirme qu'il est plus intéressant d'étudier les résultats de la deuxième région. Sur la base de cette suggestion, seulement ce domaine a été considéré.

La figure 6.8 montre la variation de la probabilité de rupture en fonction de $\ln(\sigma)$ pour des différences de température dans la deuxième région. A l'exception des échantillons bruts, il y a deux pentes pour tous les cas choqués aux différentes températures. La dispersion de la contrainte mécanique est plus accentuée pour les faibles valeurs. Les valeurs de m_1 sont sensiblement plus hautes que celles de m_2 . Une dispersion de la contrainte de normalisation est également observée (tableau 6.4).

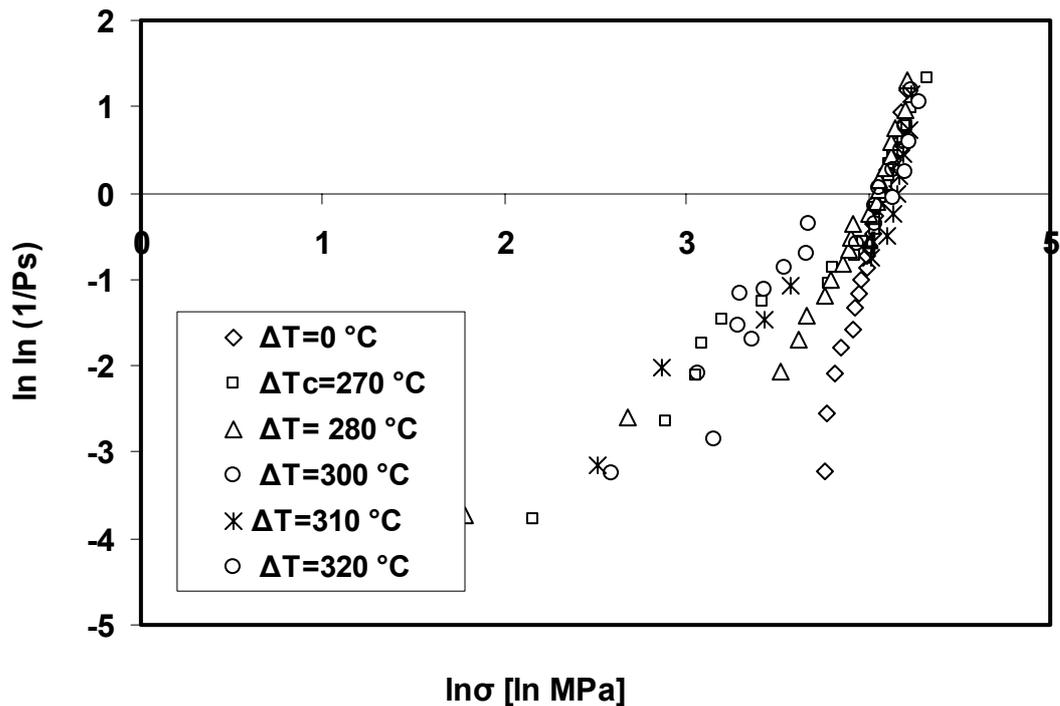


Figure 6.8: Probabilité de rupture en fonction de $\ln \ln(\sigma)$ pour différentes différences de température ΔT pour un verre brut d'épaisseur 3 mm choqué par jet d'air comprimée.

Pour chaque différence de température, le temps du début d'émission acoustique est enregistré. L'évolution de ce temps pour un choc thermique sur-critique est présentée sur la figure 6.9. Le temps diminue rapidement à mesure que la différence de température appliquée augmente. D'autre part, une grande dispersion des valeurs obtenues a été notée pour chaque différence de température. Le plus grand intervalle des valeurs apparaît en particulier pour les chocs thermiques autour du cas critique ($\Delta T_c = 270^\circ\text{C}$).

ΔT (°C)	0	270	280	300	310	320
m_1	7,6	6,37	9,47	8,97	16	12,2
m_2	\	5,29	4,46	3,11	1,7	4,9
σ_{01}	59,3	62,14	61,42	64,36	66,3	69,1
σ_{02}	\	20,68	41,26	26,15	25,3	31,6
α_1	1	0,77	0,61	0,62	0,65	0,52
Ch2	0,16	0,058	0,042	0,027	0,027	0,014

Tableau 6.4: Paramètres de Weibull déterminés pour un verre d'épaisseur 3 mm, choqué par jet d'air à différents gradients de température.

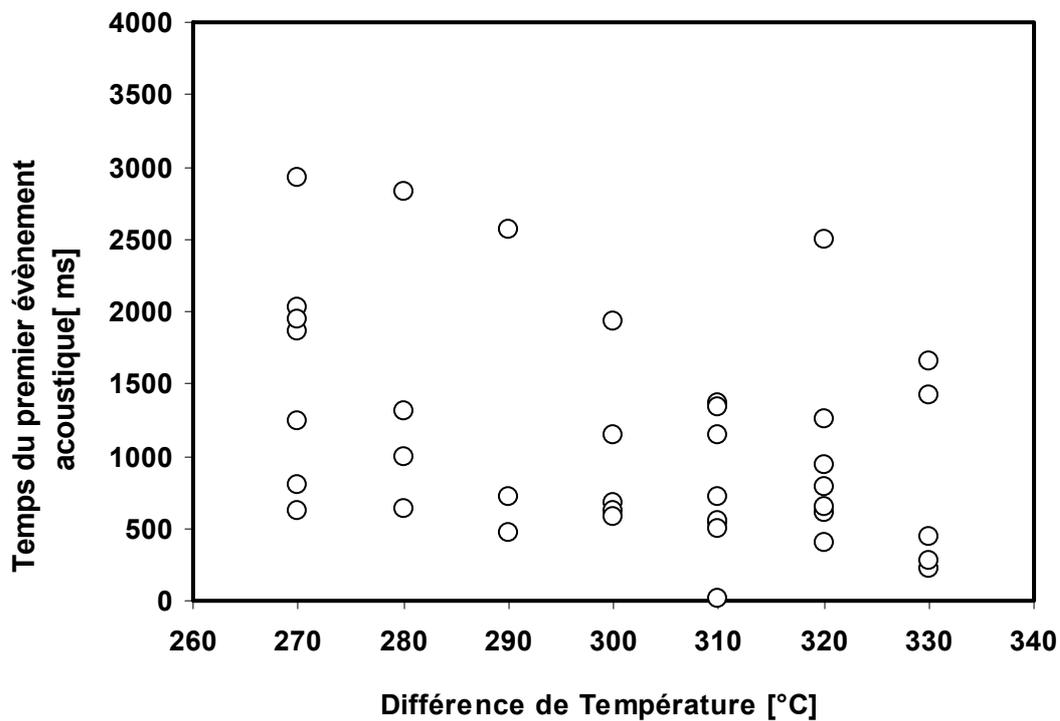


Figure 6.9: Temps d'émission acoustique pour différentes différences de température pour un verre brut d'épaisseur 3 mm choqué par jet d'air comprimé.

Afin de confirmer ce résultat, la variation de $\ln(\ln(1/(1-P_s))) = f(\ln(t))$ est également représentée sur la figure 6.10. Cette fonction indique que la probabilité de rupture se produit au moment correspondant à l'apparition du premier pic de l'émission acoustique. Toutes les courbes sont unimodales et la dispersion du temps de l'émission acoustique est la même pour toutes les différences de température. Les valeurs du module de Weibull sont inférieures aux valeurs trouvées dans le cas des contraintes mécaniques, mais sont proches de la valeur de m_2 trouvée pour le choc sur-critique le plus sévère (310°C) (tableau 6.5). Par analogie avec la variation de la différence de température critique, l'évolution du temps de début de l'émission acoustique, est aussi bien décrite par une fonction de distribution statistique de Weibull dans la région II définie par HYUN LEE [HYUN 02]. Les paramètres de Weibull présentés dans le tableau 6.5 sont déterminés graphiquement.

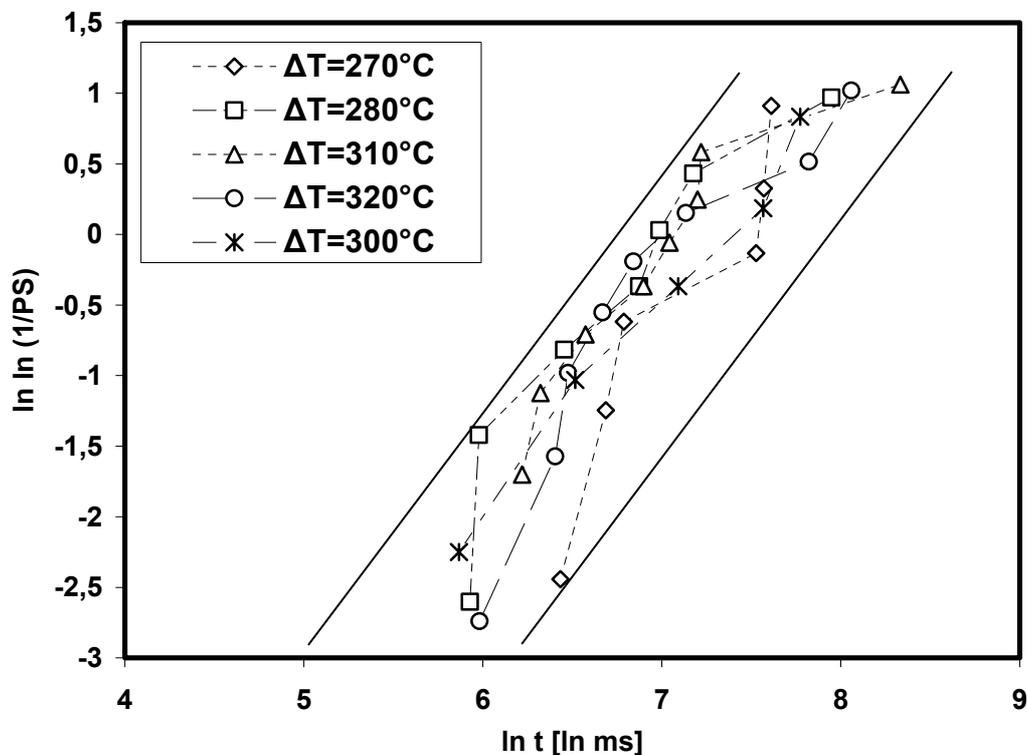


Figure 6.10: Probabilité de rupture en fonction du temps d'émission acoustique t pour différents chocs thermiques doux (par jet d'air) pour l'épaisseur 3 mm.

ΔT (°C)	270	280	300	310	320
m	2,11	1,58	1,50	1,27	1,58

Tableau 6.5: Paramètres de Weibull déterminés pour le temps du début d'émission acoustique au moment où une première fissure apparaît pour des échantillons de 3 mm, choqués par jet d'air à différentes différences de température.

La figure 6.11 montre le nombre d'événements acoustiques en fonction de la différence de température ΔT pour le même verre. Le nombre d'échos d'EA tend à augmenter quand ΔT augmente. Des résultats semblables ont été trouvés par Mignard [MIGN 95] et par Hamidouche [HAMI 03] sur des céramiques.

Le nombre le plus élevé d'échos d'émission acoustique est enregistré aux températures les plus élevées, indiquant une fissuration très intense. Les échantillons choqués à des différences de température sur-critique présentent une importante fissuration et par conséquent une activité acoustique intense (le nombre d'événement le plus élevé recueillie est de 35 échos). Ce nombre est presque proportionnel au nombre de fissures induites par choc thermique.

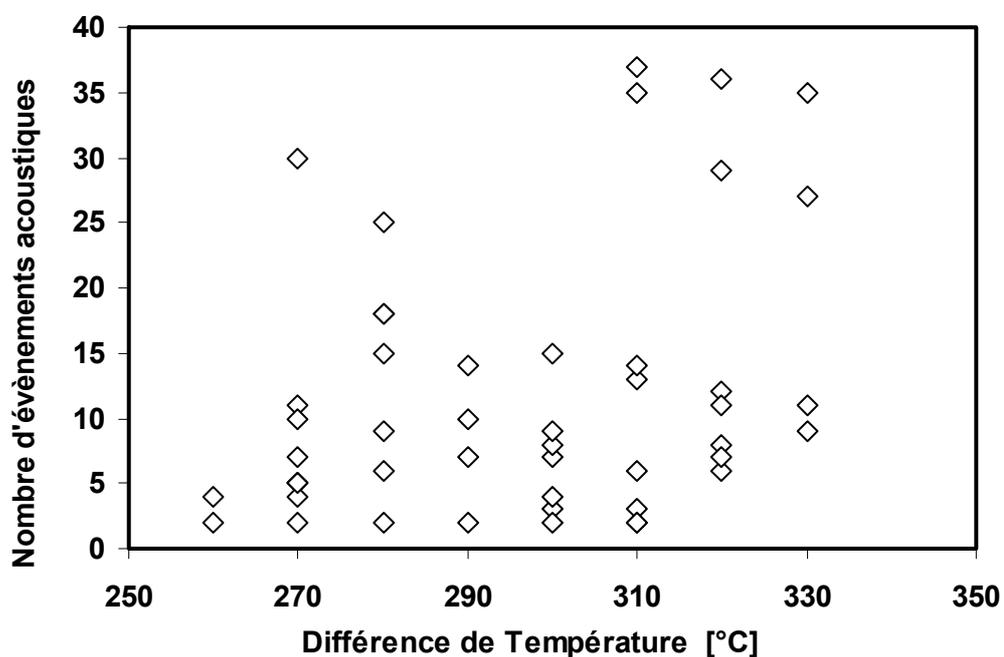


Figure 6.11: Nombre d'événements acoustiques en fonction de la différence de température ΔT pour un verre brut $e=3$ mm (choc thermique par jet d'air).

6.6- SYNTHÈSE

Dans tous les essais, de cette étude statistique sur le choc thermique, effectués dans diverses conditions expérimentales, il s'avère que la différence de température critique ΔT_c ne peut pas être définie par une valeur unique. Sa variation peut être très bien décrite par le modèle statistique de Weibull. Indépendamment du type de refroidissement utilisé, il s'avère aussi que la dispersion est plus importante à l'approche de l'état critique. Cette dispersion est également caractérisée par l'apparition d'un deuxième mode (courbes de Weibull) lié à la sévérité du choc thermique subi. Pour le choc doux (refroidissement par jet d'air comprimé), la contrainte la plus importante est obtenue pour la plus petite épaisseur. Le premier pic d'émission

acoustique obtenu correspond à la propagation instable de la fissure préexistante la plus critique. Cet écho est obtenu pour un temps de début d'émission acoustique, qui diminue rapidement lorsque la différence de température appliquée augmente.

Comme la différence de température critique, ce temps est bien décrit par une distribution statistique de Weibull. Le nombre d'événements de l'activité acoustique tend à augmenter en fonction de la différence de température appliquée et la sévérité du choc thermique induit. Ceci témoigne que dans la deuxième région suggérée par HYUN LEE [HYUN 02], la dispersion est plus prononcée.

CHAPITRE 7:

EFFET DU RENFORCEMENT PAR ECHANGE IONIQUE

7.1- INTRODUCTION

À cause de sa fragilité, le verre est très sensible à la présence de microfissures superficielles. La présence de ces fissures en surface, qui servent de points de concentration des contraintes, abaisse la résistance mécanique de ce matériau de plusieurs ordres de grandeurs. Pour remédier à cette situation, un traitement de surface est indispensable. Le renforcement par trempe chimique, est le traitement qui nous a semblé le plus approprié.

En premier lieu, on a commencé par caractériser la couche de « trempe chimique » formée à la surface du verre, avant d'effectuer les essais de choc thermique.

Pour caractériser la couche trempée chimiquement, les contraintes résiduelles ont été déterminées par la technique d'indentation alors que la concentration en Potassium a été mesurée à l'aide d'un microscope électronique à balayage muni d'une micro analyse.

7.2- CARACTERISATION DE LA COUCHE TRAITEE

En premier lieu on présentera les résultats de la micro analyse. A travers lesquels on a conclu qu'il y a eu bien pénétration de l'ion potassium permettant la mise en compression de la couche superficielle, ainsi que la localisation de la profondeur de cette couche.

7.2.1- Microanalyse au microscope électronique à balayage

Le principe de la technique est de bombarder l'échantillon par un faisceau d'électrons d'énergie de l'ordre de 10 à 40 keV (en pratique, souvent dans un microscope électronique à balayage standard). L'impact provoque l'émission des rayons X caractéristiques des éléments constituant l'échantillon. L'émission se produit dans une « poire » de dimensions de l'ordre du micromètre, avec deux conséquences:

- La résolution spatiale de l'analyse est de l'ordre du micron
- La profondeur analysée est également de l'ordre du micron, fait à tenir en compte dans le cas d'analyse de petites particules ou de films minces.

Pour déterminer le profil de concentration du potassium, le faisceau n'est plus piloté par le système de balayage du MEB mais par l'ordinateur du système de microanalyse et déplacé selon une ligne, choisie à l'avance sur l'image, de point en point avec un pas déterminé par l'opérateur.

L'analyse quantitative point par point sur cette même ligne montre la mesure des intensités des pics des éléments constituant l'échantillon ou le matériau diffusé à l'interface des deux couches. On met en évidence, qualitativement, un phénomène de diffusion d'un élément par rapport aux éléments de base constituant l'échantillon. Dans notre cas c'est la diffusion du potassium à la surface du verre silico-sodo-calcique. Il est possible de réaliser une analyse quantitative point par point et de reporter les résultats sur un diagramme, qui permet une étude quantitative des processus de diffusion.

Sur les deux spectres qui vont suivre (figures 7.1, et 7.2), obtenus par microanalyse, on remarque que pour le premier celui du verre brut, le pic du potassium est pratiquement invisible alors que celui du sodium est assez important. Dans le deuxième spectre obtenu pour le verre trempé chimiquement, il y a apparition d'un pic de potassium, assez important, alors que celui du sodium régresse légèrement, preuve du remplacement de l'ion sodium par l'ion potassium.

La figure 7.3 représente le profil du taux de l'oxyde de potassium en fonction de la distance à partir de la surface. Nous notons que la diffusion du potassium dans le verre ne dépasse pas 15 μm . La teneur en K_2O à la surface du verre est de 6,5% alors qu'elle n'est que de 0,4% à une profondeur de 12 μm .

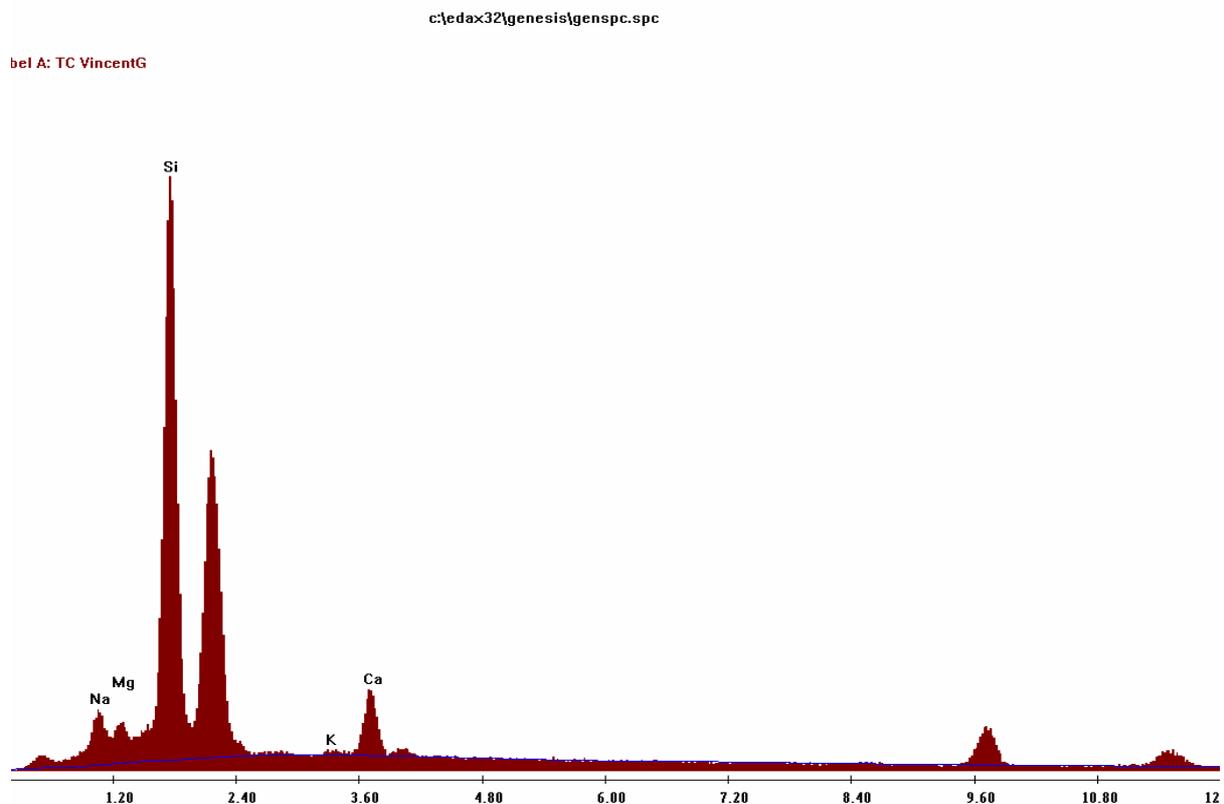


Figure 7.1: Spectre obtenu avec la micro analyse (surface du verre brut)

Label A: TC VincentG

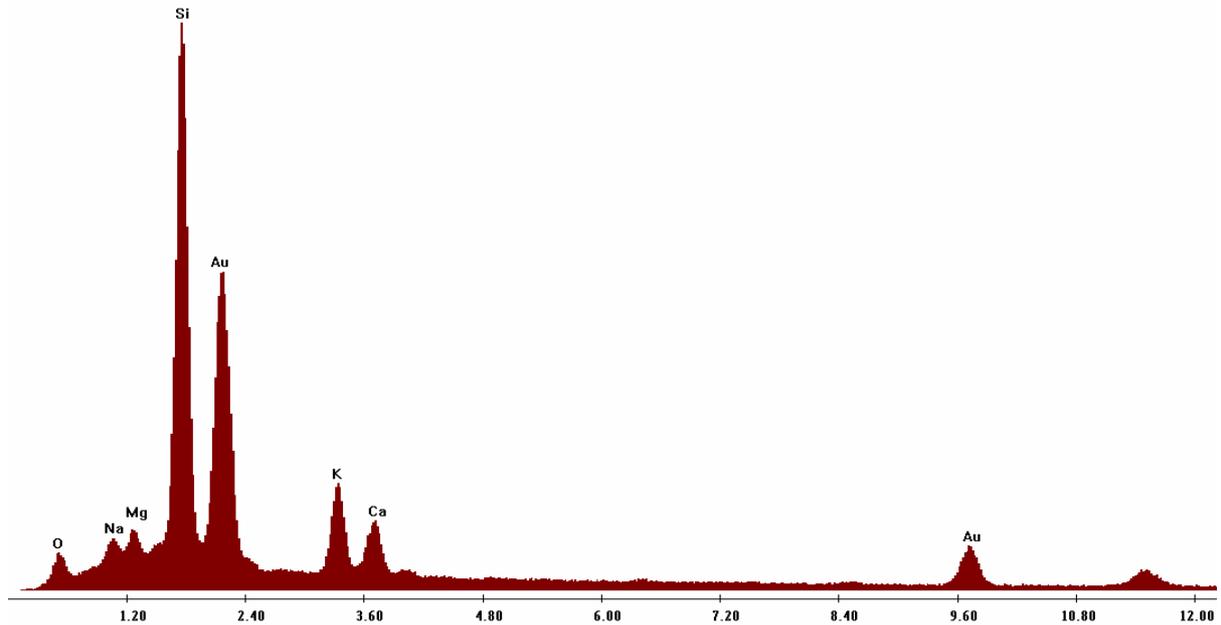


Figure 7.2: Spectre obtenu avec la micro analyse (surface verre traité)

Comme le montre la figure 7.4, l'intensité des contraintes de compression, causées par le traitement thermo-chimique, diminue à mesure qu'on s'éloigne de la surface du verre. Nous estimons que la différence entre les contraintes à la rupture des deux états du verre est approximativement égale à la contrainte de compression induite par l'échange ionique. Il apparaît aussi que l'intensité des contraintes est directement liée à la concentration en oxyde de potassium. C'est-à-dire que le nombre d'ions de potassium ayant diffusés dans le verre détermine directement la contrainte de compression induite.

Cette contrainte de compression notée σ_r a été calculée en utilisant la formule de Marshall et Lawn [MARS 77] :

$$\sigma_r = \frac{\left[\frac{P}{C^{3/2}} - \frac{P}{C_0^{3/2}} \right] \pi^{1/2} K_c}{2mC^{1/2} \left(\frac{P}{C_0^{3/2}} \right)} \quad (7.1)$$

Avec :

P : charge appliquée en N

C : demi-longueur des fissures radiales (verre traité) en μm

C_0 : demi-longueur des fissures radiales (verre non traité) en μm

K_C : Ténacité du matériau en $\text{MPa m}^{1/2}$

m : constante (m égale à l'unité pour un verre silico-sodo-calcique)

La contrainte à la rupture des échantillons traités est de l'ordre de 320 MPa alors qu'elle n'est que de 95 MPa pour le verre brut. Le renforcement induit par l'échange ionique multiplie la résistance mécanique par un facteur de 3,5. Pour la même charge d'indentation, les fissures radiales induites sont plus importantes dans le cas du verre non trempé (figure 7.5).

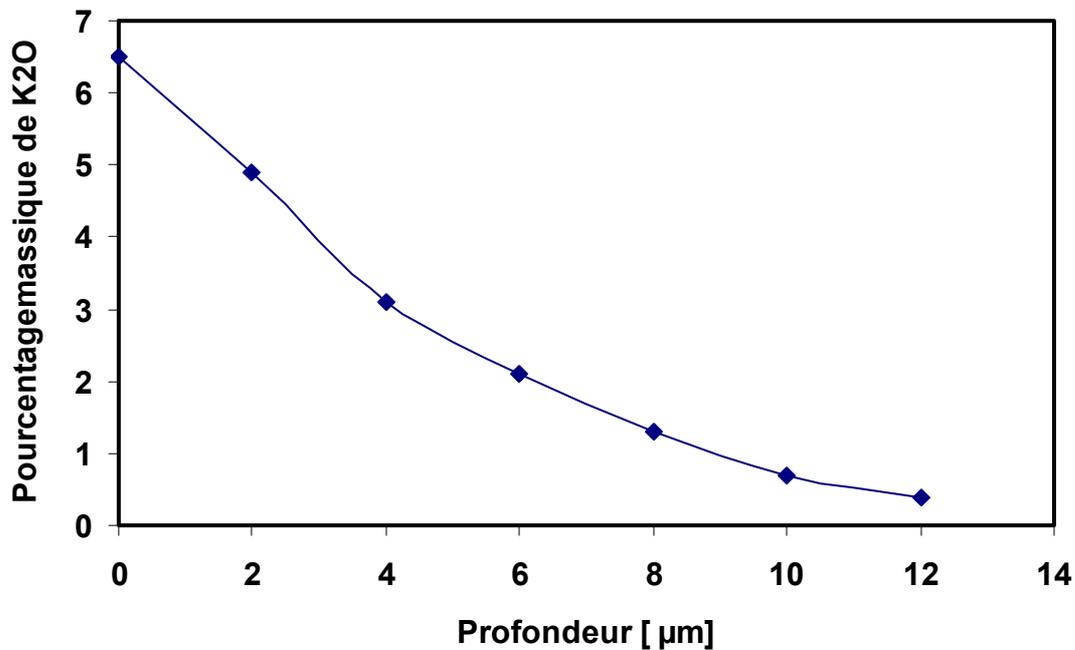


Figure 7.3: Concentration en K_2O en fonction de la profondeur

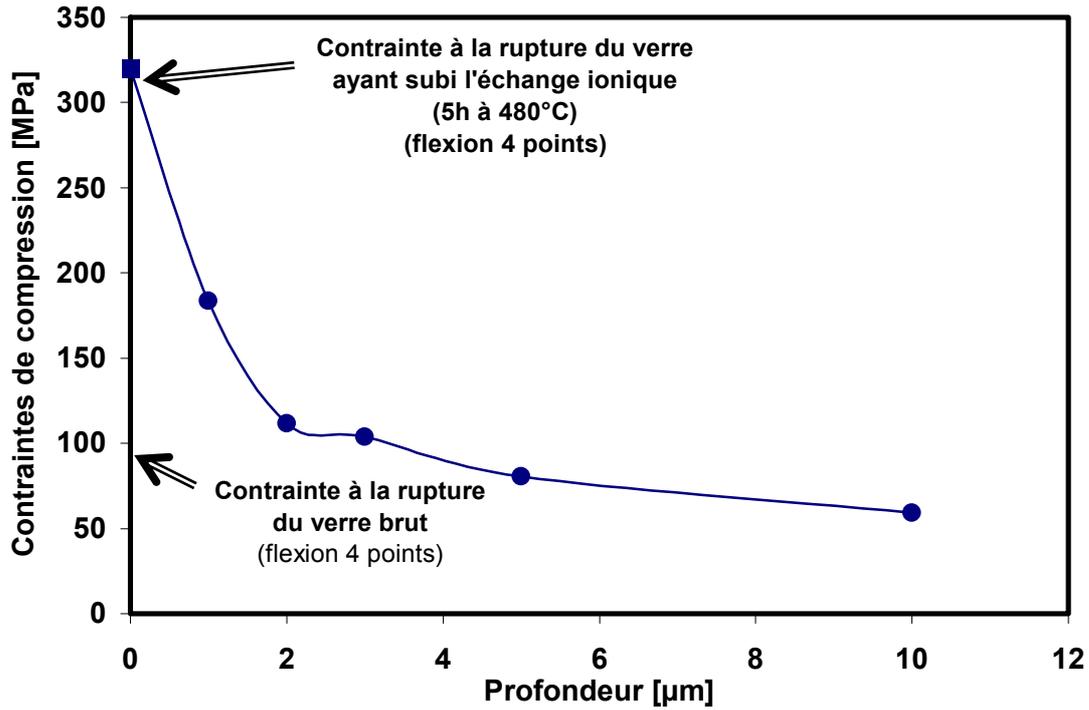


Figure 7. 4: Profil des contraintes de compression induite par l'échange ionique

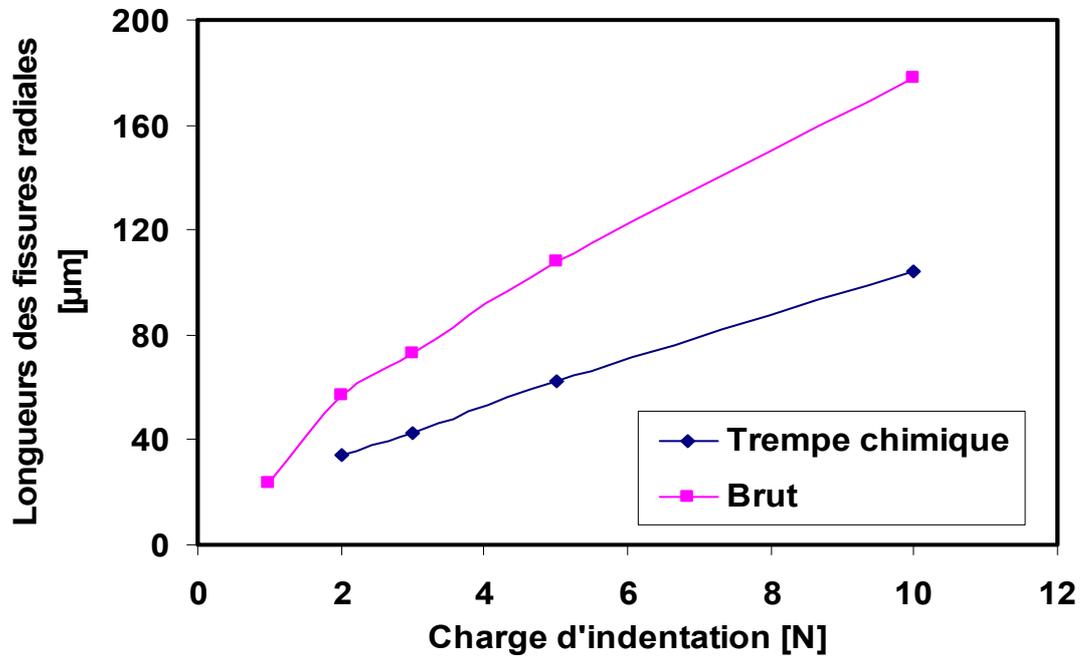


Figure 7.5: Longueurs des fissures radiales pour les deux états du verre: brut et traité

La figure 7.6 met en évidence la différence entre les indentations des deux états du verre. Ce changement dans la ténacité apparente du verre met en évidence la présence de

fortes contraintes de compression. Nous observons sur les micrographies que les empreintes sont du même ordre de grandeur, c'est-à-dire que l'effet de l'échange ionique est moindre sur la dureté. Par contre, il apparaît nettement que le traitement thermo-chimique fait accroître sensiblement la résistance à la fissuration du matériau. Cette constatation est justifiée par les contraintes de compression engendrées par le traitement thermo-chimique qui s'opposent aux contraintes résiduelles de traction causées par l'indentation et qui sont responsables de la fissuration radiale.



**Figure 7 .6: Empreintes Vickers et fissures radiales (P =3 N) des deux verres:
a) Brut b) trempé**

7.2.2- Indentation instrumentée

L'indentation instrumentée est une technique récemment développée appelée CSM «continuous stiffness measurement», elle permet de mesurer deux propriétés : La dureté H et le module élastique E. Ces dernières sont mesurées en un point quelconque tout au long du cycle de chargement et pas seulement après le déchargement total comme dans les méthodes conventionnelles.

Contrairement aux méthodes classiques, toutes les informations appropriées sont directement extraites à partir des courbes charge-pénétration. Le champ de contraintes sous le pénétrateur fait que cette courbe est représentative de la réponse mécanique du matériau. La figure 7.7 montre les courbes chargement-déchargement en fonction de la profondeur. Lors d'une indentation instrumentée, des deux verres brut et trempé chimiquement, pour une charge de 5 N.

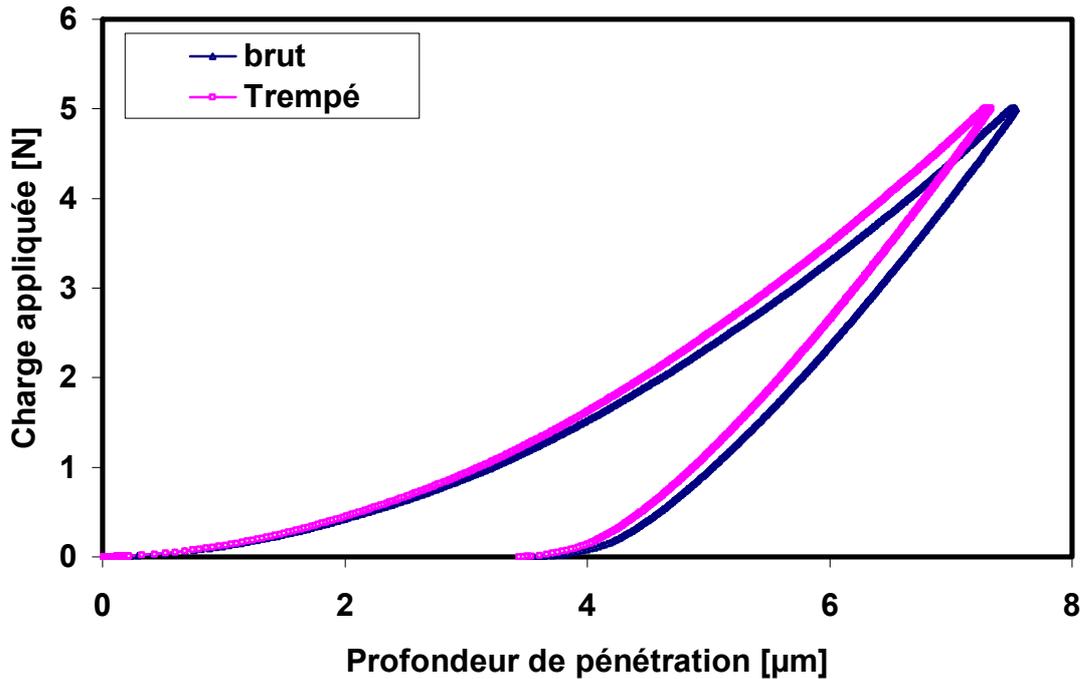


Figure 7.7: Charge appliquée en fonction de la profondeur de pénétration pour les deux verres recuit et trempé chimiquement

Pour les deux verres, nous remarquons que l'allure des deux courbes est similaire. Les cycles chargement et déchargement des courbes ne sont pas linéaires, les réponses sont de ce fait irréversibles. Cela laisse penser, qu'à cette échelle, le verre brut et le verre renforcé par échange ionique se comportent d'une manière élasto-plastique.

On remarque que les deux courbes sont légèrement décalées l'une par rapport à l'autre, les pentes des courbes déchargements sont à priori différentes. La profondeur finale est presque la même pour les deux verres.

Le module élastique est déterminé à partir de la pente de déchargement de la courbe charge-pénétration. La figure 7.8 montre le module élastique pour les deux verres en fonction de la charge d'indentation. Nous remarquons que le module élastique (E_{it}) du verre trempé chimiquement décroît au fur et à mesure que la concentration en Potassium diminue. Comparé au module élastique du verre brut, il est plus faible pour les pourcentages de potassium élevés au voisinage de la surface, il devient supérieur au module du verre brut vers la charge d'indentation de 0,5 N, à une profondeur de pénétration d'environ 3 μm .

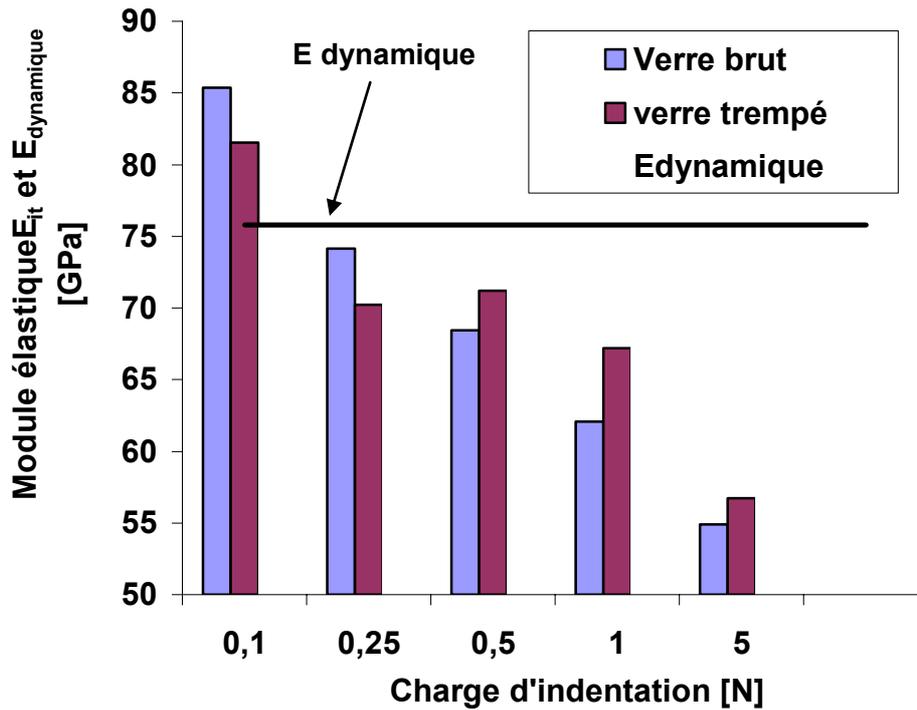


Figure 7.8: Module élastique E_{it} pour les deux états du verre (trempé et recuit)

Sur le même graphique, nous avons représenté la valeur du module dynamique du verre brut seulement car cette valeur est proche de celle trouvée pour le verre renforcé. Le module dynamique, calculé par l'intermédiaire du Grindo-sonic, est inférieur aux deux autres modules statiques pour les pourcentages de potassium les plus élevés, c'est-à-dire près de la surface. Plus on pénètre vers l'intérieur du matériau, plus le module augmente. Cette différence peut être due au fait que la nano indentation est un essai statique, l'échantillon est en équilibre stable alors que le module mesuré par grindo-sonic est plutôt dynamique.

Pour cette dernière méthode, l'échantillon vibrant est hors équilibre. Par conséquent, le module élastique qui caractérise la rigidité du matériau sera différent.

Les duretés H_v des deux verres en fonction de la charge d'indentation sont représentées dans la figure 7.9. Il apparaît nettement que la dureté du verre renforcé par échange ionique est plus grande. Le décalage entre les deux est de plus en plus important, à mesure que la charge appliquée augmente. Les deux courbes ont tendance à se rejoindre à mesure que la concentration en potassium diminue.

Les mesures de la dureté avec la méthode de l'indentation instrumentée montrent un meilleur accord relativement à celle de la méthode conventionnelle.

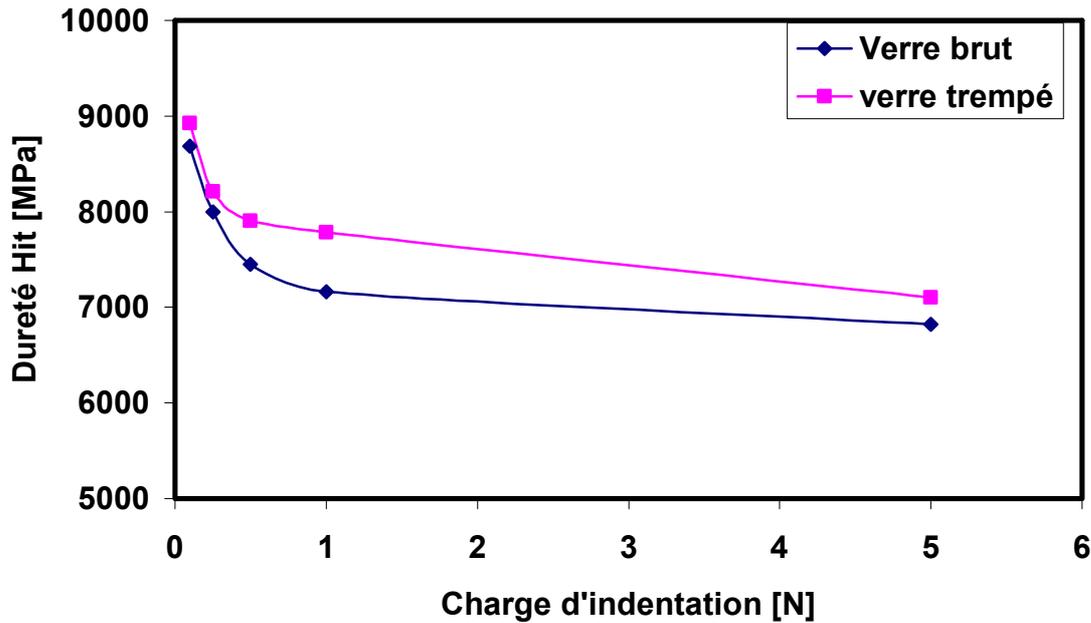


Figure 7.9: Dureté Hit en fonction de la charge d'indentation pour les deux états

7.3- ECHANGE IONIQUE ET RESISTANCE AU CHOC THERMIQUE

Les résultats du choc thermique du verre brut et du verre ayant subi un traitement par échange ionique de 5h à 480°C sont rassemblés dans les figures ci-dessous. Les figures 7.10 et 7.11 représentent respectivement la résistance mécanique et le module élastique résiduels. Nous remarquons que ces deux caractéristiques restent constantes, puis chutent brutalement aux températures critiques. Le léger décalage entre les deux caractéristiques est causé par le fait que la résistance mécanique est sensible aux défauts superficiels alors que le module est très influencé par les défauts en volume. L'écart de température critique causant la dégradation des échantillons est de $\Delta T_c = 270^\circ\text{C}$ et $\Delta T_c = 480^\circ\text{C}$ respectivement pour les verres non traité et traité. La sévérité du choc thermique se trouve réduite par ce traitement. Ce comportement met en évidence la présence de contraintes résiduelles (avant le choc) de type tension à la surface du verre brut.

Ces contraintes se superposent aux contraintes thermiques superficielles lors du choc conduisant ainsi à la dégradation « précoce » du verre recuit où les contraintes d'origine sont relaxées. Dans le cas du verre trempé chimiquement, la présence de contraintes de compression en surface s'opposent aux contraintes thermiques de tension et réduisent de ce fait leur influence néfaste.

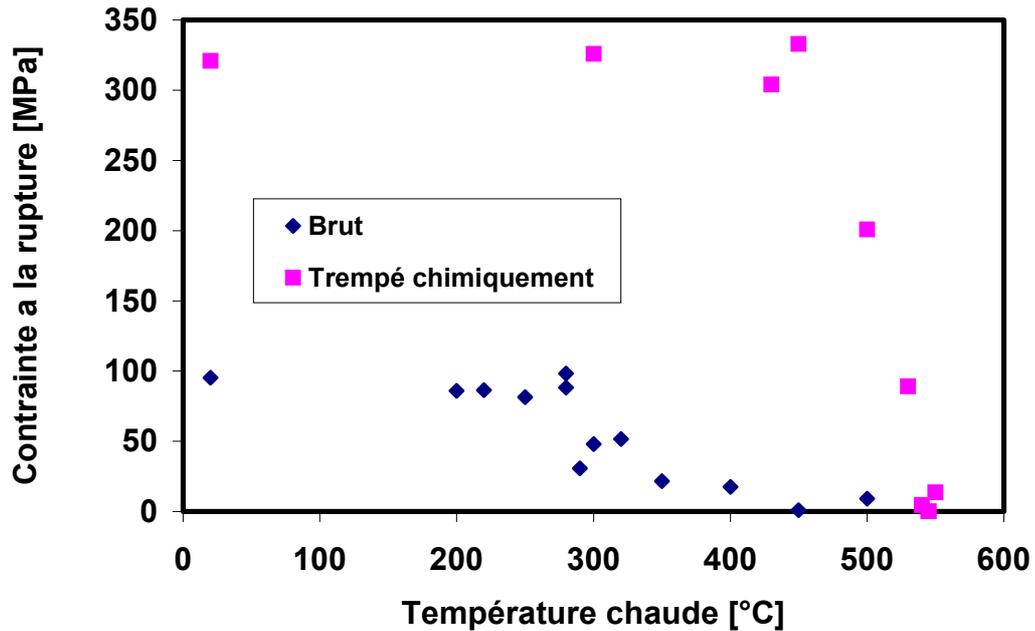


Figure 7.10 : Contrainte à la rupture en fonction de la température

Nous remarquons que les échantillons choqués à des températures inférieures aux deux températures critiques présentent des contraintes à la rupture en flexion 4 points avec un facteur de 3,5 fois supérieur pour ceux ayant subi le traitement d'échange ionique.

Les résultats de l'émission acoustiques (maximum d'émission acoustique et nombre d'événements acoustiques) confirment le comportement des deux états du verre vis à vis du choc thermique. Nous notons qu'à la température critique (480°C), la chute de la résistance mécanique du verre traité est plus prononcée. A ces températures voisines de la température de transition, la relaxation des contraintes de compression induites par l'échange ionique est prépondérante. Pour ce verre c'est à ce moment là, à l'approche de la température de transition du verre, qu'on récolte l'activité acoustique la plus intense, le maximum est à 250 dB. Le nombre d'événements acoustiques augmente remarquablement vers ces températures. Contrairement, pour le verre brut, l'activité acoustique débute bien avant et atteint son maximum aux environs de la température critique.

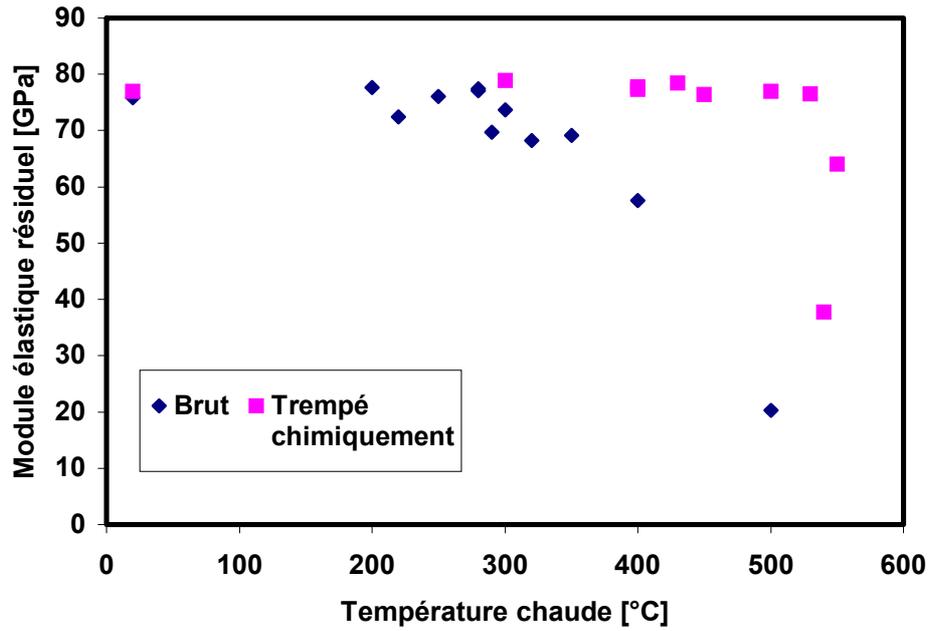


Figure 7.11: Module élastique en fonction de la température du choc thermique pour les deux états du verre

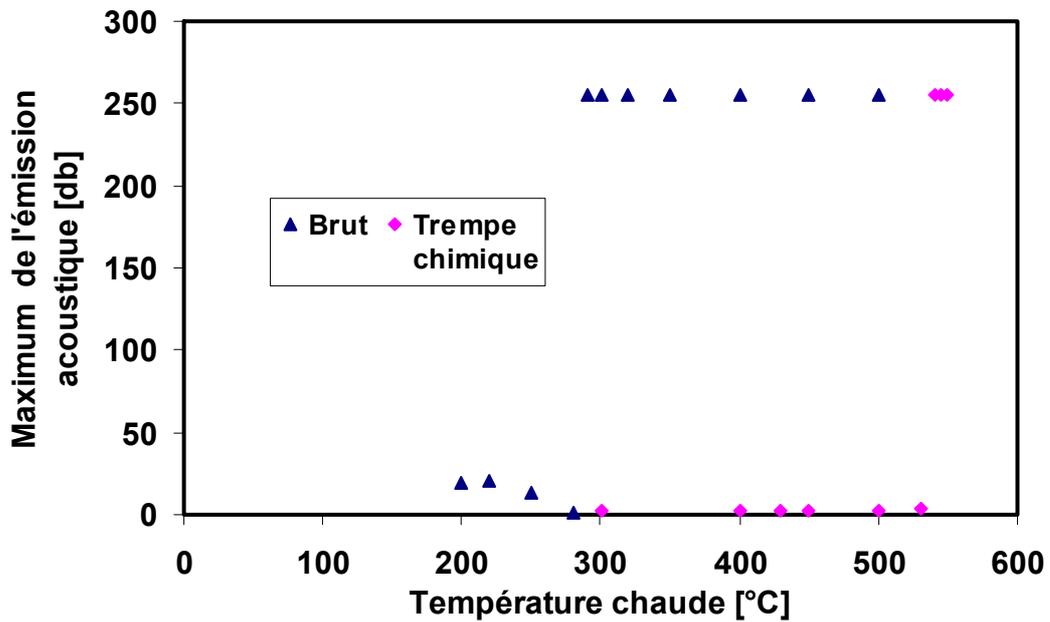


Figure 7.12 : Maximum d'émission acoustique lors du choc thermique des deux états

CHAPITRE 8:
MODELISATION DES RESULTATS

8.1- INTRODUCTION

Pour modéliser nos résultats pratiques (approche thermomécanique), nous avons fait appel à un programme bidimensionnel en calcul numérique. Nous avons utilisé trois différentes épaisseurs: (2, 4 et 8 mm) en verre silico-sodo-calcique ayant subi un choc thermique descendant par jet d'air. Les hypothèses prises en compte lors de la simulation sont comme suit:

Le refroidissement des échantillons en verre chauffés à différentes températures, inférieures à sa température de transition, est fait par jet d'air à 20°C pendant 6 secondes. Ce temps est suffisant pour que la température des échantillons atteigne l'ambiante. Le coefficient de transfert de chaleur est de 600 W/°C.m². Les températures chaudes ont été variées entre 100°C et 450°C. Lors des calculs, nous avons intégré l'évolution, en fonction de la température, des propriétés thermoélastiques du verre.

Dans un premier temps, nous avons déterminé les températures et les contraintes transitoires dans l'échantillon à tout instant du choc thermique. A partir des profils des températures transitoires et ceux des contraintes transitoires, en utilisant le principe de superposition [WU 92], nous avons calculé le facteur d'intensité de contrainte FIC à tout instant du choc thermique. Cela permet de suivre le comportement d'un défaut superficiel tout au long du choc thermique. Cette approche, dite locale, a conduit au développement d'un modèle utilisant le calcul numérique.

Enfin, les FIC calculés sont comparés à la ténacité (K_{Ic}) du matériau. Cette dernière a été mesurée en utilisant la mécanique linéaire de la rupture. Nous avons vérifié que quand le facteur d'intensité de contrainte (FIC) atteint la valeur de la ténacité (K_{Ic}) dans la zone des défauts critiques, ces derniers se propagent d'une manière brutale causant ainsi la dégradation de l'échantillon. Par cette technique, nous avons directement accès à l'écart de température critique au delà duquel le verre rompt.

8.2- EFFET DE LA TEMPERATURE SUR LES CARACTERISTIQUES THERMOELASTIQUES

Vu les températures auxquelles sont conduits les essais de choc thermique, nous nous sommes intéressé surtout à l'évolution des caractéristiques thermoélastiques entre 20°C et 500°C. Ces caractéristiques seront intégrées, lors de la simulation, dans les calculs des températures et des contraintes transitoires du choc thermique.

Le module d'élasticité est une caractéristique intrinsèque du matériau. Il a été déterminé en fonction de la température par la technique de la fréquence de résonance à l'aide d'un

instrument de type Grindo-sonic. L'expression régissant son évolution en fonction de la température (T) est de la forme:

$$E(T) = 74 - 23,22 \cdot 10^{-3}T + 86,1 \cdot 10^{-6}T^2 - 20 \cdot 10^{-8}T^3 \quad [\text{GPa}] \quad (8.1)$$

De la bibliographie [MALO 99], nous avons tiré la variation de la chaleur spécifique Cp en fonction de la température, elle est représentée par la relation suivante:

$$C_p = 217,7 + 1,01T - 8,10^{-4} T^2 \quad [\text{J/kg } ^\circ\text{C}] \quad (8.2)$$

En fonction de la température, la conductivité thermique K suit les variations de la chaleur spécifique [MALO 99]. Pour des températures inférieures à 500°C, l'évolution de K est régi par l'équation suivante:

$$K = 1,576 + 9,1 \cdot 10^{-4}T - 3 \cdot 10^{-6}T^2 \quad [\text{W/m } ^\circ\text{C}] \quad (8.3)$$

A travers un essai dilatométrique effectué entre 20°C et 500°C, nous avons pu obtenir le coefficient de dilatation thermique α en fonction de la température. L'équation régissant son comportement est de la forme :

$$\alpha(T) = 8,1 \cdot 10^{-6} + 2 \cdot 10^{-9} \cdot T \quad [^\circ\text{C}^{-1}] \quad (8.4)$$

La densité est fonction de la composition chimique. Entre la température ambiante et la température de transition elle est linéaire. Elle suit la relation suivante:

$$\rho = 2500 - 0,051 \cdot T \quad [\text{kg/m}^3] \quad (8.5)$$

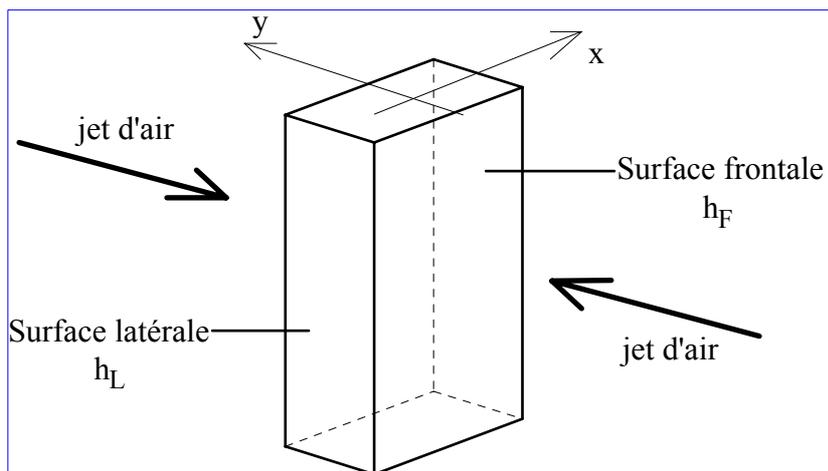
Le coefficient de Poisson de la plupart des verres est voisin de 0,22. Cette valeur évolue faiblement en fonction de la température. La ténacité est la résistance qu'oppose un matériau à sa fissuration. Elle est quantifiée par le facteur d'intensité de contrainte critique en mode I (K_{IC}).

Dans le cas du verre, pour des températures inférieures à la température de transition, le facteur d'intensité de contrainte évolue peu avec la température.

L'approche en terme de facteur d'intensité de contrainte a été utilisée pour simuler les essais de choc thermique. Cette analyse présente l'avantage d'intégrer la taille des défauts préexistants dans le matériau pour quantifier la dégradation. Elle tient compte du caractère transitoire du choc thermique, et permet de calculer la température en tout point de la pièce et à tout moment du refroidissement. L'évolution des contraintes transitoires induites est ensuite calculée à partir des profils des températures transitoires et des propriétés thermo-élastiques du verre. Enfin le calcul, des facteurs d'intensité de contrainte (FIC ou K_I) engendrés, fournit une analyse complète et précise de l'endommagement.

8.3- MODELE CHOISI

La simulation a été effectuée selon un modèle bidirectionnel (figure 8.1). Il s'agit d'une plaque infinie, initialement chauffée à des températures comprises entre 100°C et 450°C.



$$T_f = 20 \text{ } ^\circ\text{C}, \quad h_f = h_l = 600 \text{ w /m}^2\text{/}^\circ\text{C}, \quad T_i \leq T_g$$

Figure 8.1: modèle de refroidissement

L'échantillon maintenu à la température chaude T_i est uniformément refroidi à l'aide d'un jet d'air (20°C) au milieu de ces deux faces jusqu'à la température ambiante T_f . La durée du choc thermique est de 6 secondes. Dans ce type de refroidissement, il est important de signaler que le coefficient d'échange superficiel de chaleur latéral et frontal sont identiques, et indépendant de la température ($h = h_f = h_l = 600 \text{ W}/(\text{m}^2 \cdot ^\circ\text{C})$) [HAMI 03]. Les propriétés thermo-élastiques du verre silico-sodo-calcique ont été intégrées dans les calculs. Un programme de calcul en langage Turbo Pascal a été utilisé.

8.4- TEMPERATURES TRANSITOIRES

A partir du modèle décrit précédemment, nous avons calculé les températures transitoires et contraintes transitoires. En appliquant la fonction de poids, nous avons représenté les FIC en fonction de la taille du défaut [HAMI 02-2]. En premier lieu, nous avons représenté les résultats obtenus pour l'épaisseur 3 mm, ensuite nous avons comparé ces résultats et ceux obtenus pour les trois épaisseurs considérées.

La dégradation par choc thermique pour cette épaisseur commence à la différence de température critique de 270°C . C'est la température de choc thermique critique. Par conséquent les températures et les contraintes transitoires représentées sont celles calculées pour cette température. Le profil de température transitoire en surface et dans le cœur en fonction du temps de refroidissement est représenté par la figure 8.2. La différence de température ($T_c - T_s$) entre le centre de l'éprouvette ($x = 1,5 \text{ mm}$) et sa surface ($x = 0$) en fonction du temps de refroidissement est déterminée pour $\Delta T_c = 270^{\circ}\text{C}$. La figure 8.2 montre que les températures à la surface et dans le cœur diminuent de la température chaude de choc $T_i = 290^{\circ}\text{C}$ jusqu'à l'ambiante. La température du cœur est légèrement supérieure à celle de la surface, ces températures finissent par se confondre à la fin du refroidissement.

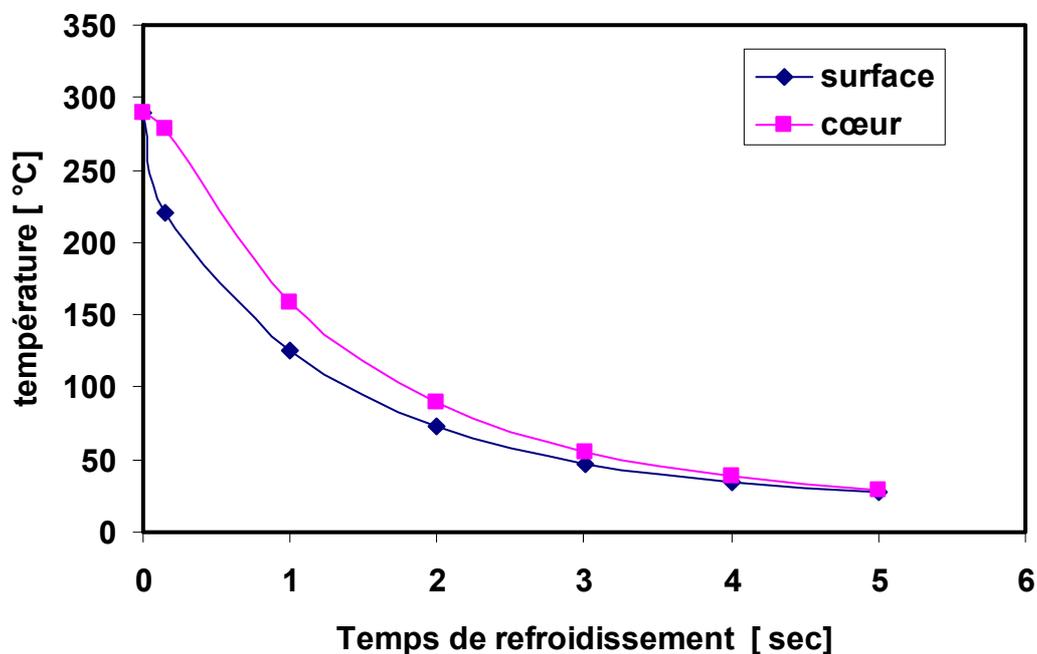


Figure 8.2: Température transitoire au cœur et en surface pour le verre brut d'épaisseur $e = 3 \text{ mm}$

Dans la figure 8.3, nous avons représenté les températures transitoires en fonction de la demi-épaisseur pour différents temps de refroidissement. La température la plus importante

est obtenue pour le temps de 0,144 s, donc au début du refroidissement. Pour les autres temps, au fur et à mesure que l'échantillon est refroidi, les températures sont plus faibles.

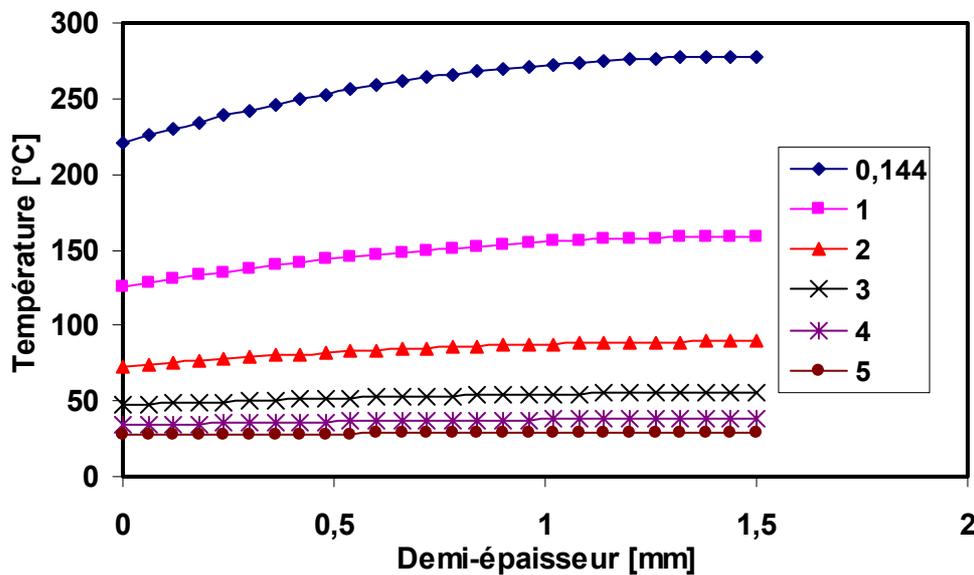


Figure 8.3 : Température transitoire en fonction de la demi-épaisseur pour différents temps de refroidissement pour le verre brut d'épaisseur $e = 3$ mm

L'écart de température (centre-surface) augmente au début du choc thermique jusqu'à un maximum avant de diminuer et atteindre l'équilibre thermique (figure 8.4).

A l'instant critique ($t = 124.18$ ms), la température superficielle de l'échantillon est de 221°C , tandis qu'au centre de l'échantillon, elle vaut $277,7^{\circ}\text{C}$.

La différence de température transitoire, entre la surface de l'éprouvette et son centre pour chaque instant du refroidissement, est déterminée pour une température de début de choc thermique de 290°C . La différence de température maximale ($T_c - T_s$) est de $56,8^{\circ}\text{C}$ après un temps de refroidissement de 144 ms. Ce temps est plus faible que celui obtenu expérimentalement par l'émission acoustique. Cette différence a été aussi constaté par Mignard [MIGN94] en travaillant sur des céramiques. Il l'a expliqué par le fait que cet instant est très dépendant de la température de sollicitation dans le domaine de l'écart de température juste critique.

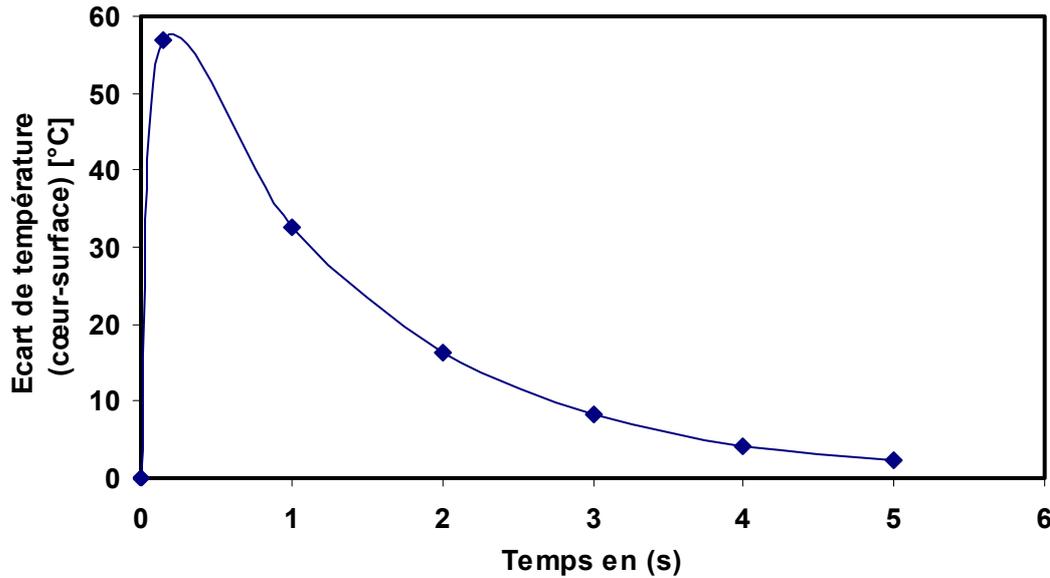


Figure 8.4: Ecart de température ($T_c - T_s$) en fonction du temps de refroidissement pour un choc juste critique (verre brut épaisseur 3 mm)

8.5- CONTRAINTES TRANSITOIRES

En utilisant les températures transitoires, nous avons numériquement calculé les contraintes transitoires en utilisant les équations linéaires d'élasticité. Dans ces calculs, nous avons également considéré la dépendance des propriétés élastiques de la température au moment où une fissure apparaît. L'effort de tension maximal est obtenu sur la plus grande surface du spécimen, précisément au milieu de cette surface où la propagation de fissure a été observée. La figure 8.5 représente l'évolution des contraintes transitoires en surface et dans le cœur en fonction du temps de refroidissement.

La contrainte de tension en surface augmente à une valeur maximale de 34,2 MPa, elle diminue ensuite jusqu'à s'annuler à la fin du refroidissement. Même comportement pour la contrainte de compression en Profondeur qui augmente mais négativement vers la valeur de -16,4 MPa et s'annule à la fin du refroidissement.

La contrainte transitoire $\sigma(0, t)$ en surface pour un choc thermique critique est décrit par la figure 8.6. Comme les températures transitoires, cette contrainte superficielle atteint son maximum à 34 MPa après un temps de refroidissement de 144 ms. La valeur de la contrainte superficielle calculée correspond à la diminution du champ de contrainte de la contrainte à la rupture mécanique à la différence de température critique.

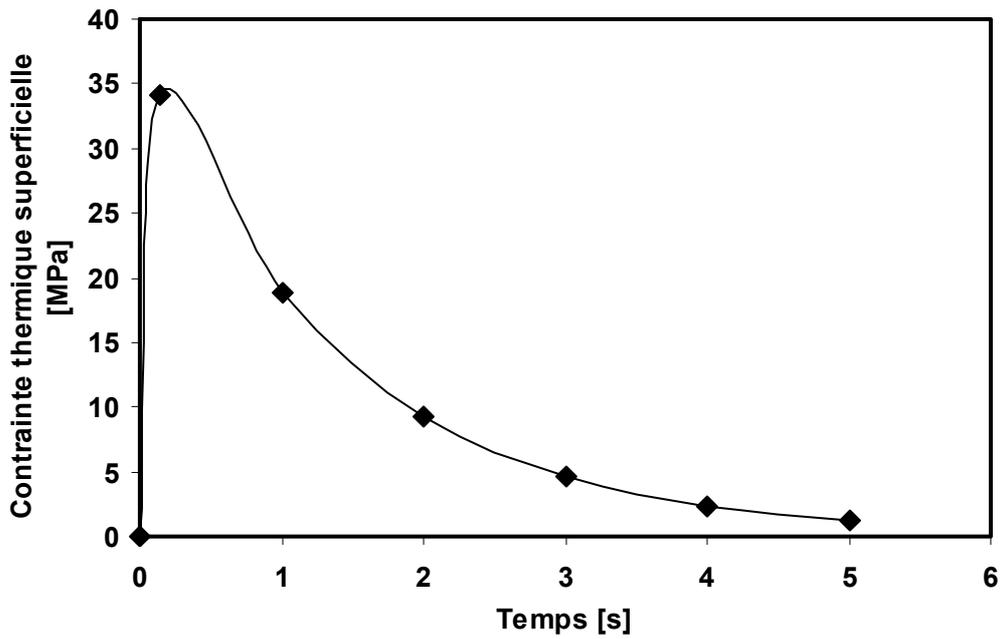


Figure 8.5: Contrainte transitoire superficielle σ en fonction du temps de refroidissement pour un verre brut choqué par jet d'air ($\Delta T_c = 270^\circ\text{C}$)

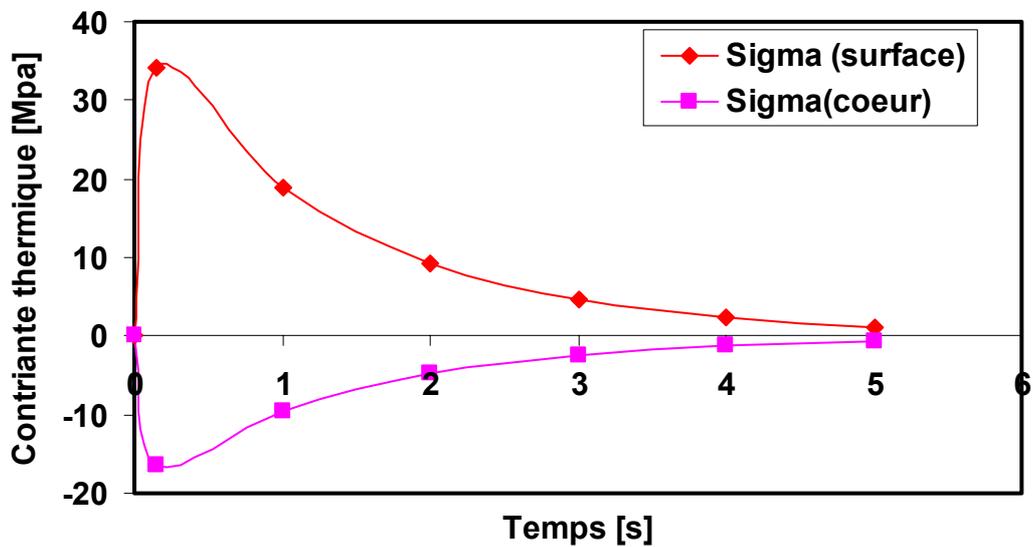


Figure 8.6 : Contraintes thermiques transitoires en fonction de la profondeur à différents temps de refroidissement pour une différence de température ($\Delta T_c = 270^\circ\text{C}$), pour un verre brut d'épaisseur 3 mm.

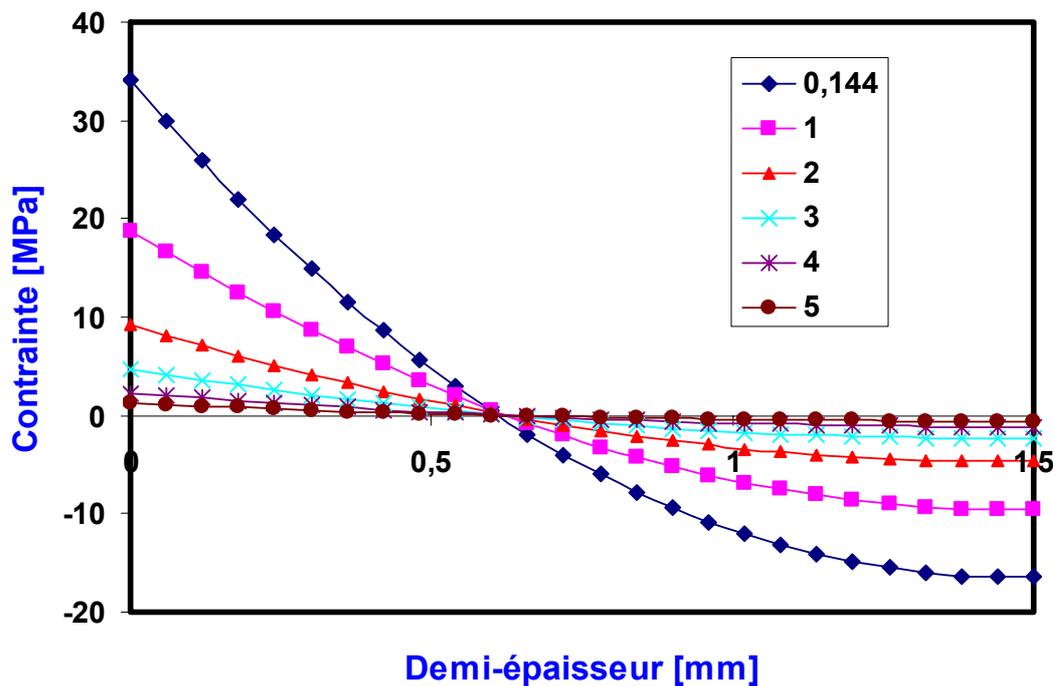


Figure 8.7: Contraintes thermiques transitoires à la surface et au cœur de l'échantillon (e = 3 mm) lors d'un choc juste critique

La figure 8.7 montre l'évolution de la contrainte transitoire en fonction de la profondeur pour différents temps de refroidissement pour un verre silico-sodo-calcique refroidi d'une température de 290°C à 20°C pendant 6 s. Nous pouvons voir que la contrainte de tension est maximale à la surface et diminue au fur et à mesure qu'on s'approche de la profondeur. Elle devient compressive après une profondeur correspondant à $x = (1/5)e$. La contrainte de compression au centre de l'échantillon est d'environ la moitié de la contrainte de tension maximale en surface.

8.6- FACTEUR D'INTENSITE DE CONTRAINTE

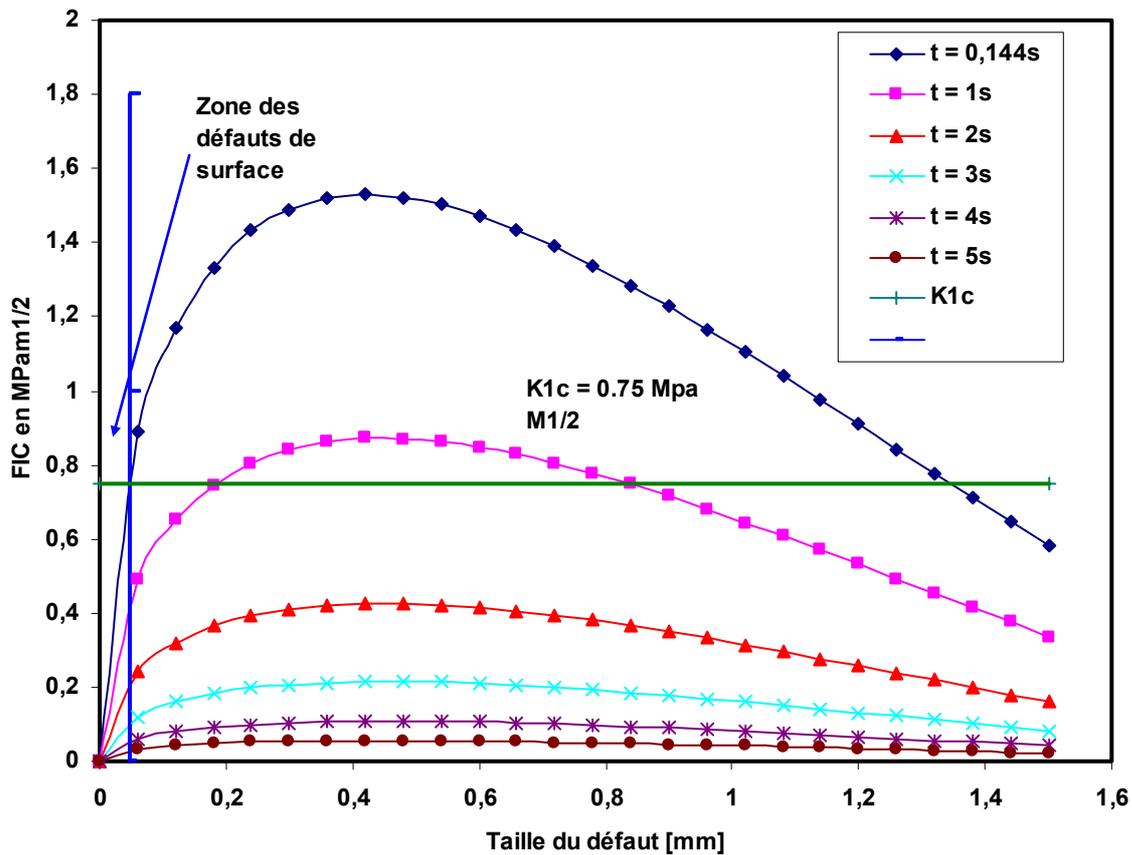
Le facteur d'intensité de contrainte a été évalué en tenant compte des l'hypothèse de Wu [WU 92], dans le cas d'une propagation de fissure unidirectionnelle soumise à un profil de contrainte $\sigma_{xx}(x, t)$.

Sur la figure 8.8, nous avons représenté les variations du facteur d'intensité de contrainte $K(a, t)$ pour la température chaude de 290°C, en fonction de la taille de la fissure calculés à partir des distributions des contraintes transitoires représentées sur la figure 8.5. L'enveloppe des courbes atteint un maximum à $t = 144$ ms. Le facteur d'intensité de contrainte $K(a, t)$ est plus grand que la ténacité K_{IC} du matériau pour ce temps et pour une taille de défaut de 49 μm . Cette taille critique de fissure a été déterminée selon la relation :

$$K_{IC} = \sigma_r \cdot y \cdot \sqrt{a_c} \quad (8.6)$$

y: est un facteur de forme, σ_r : contrainte à la rupture du matériau, a_c : la taille critique de fissure, K_{IC} : facteur d'intensité de contrainte critique

La taille du défaut critique a été déterminée à la température ambiante en utilisant la formule 8.6 de Griffith. À la fin du choc thermique, une fissure de taille de 49 μm atteindra une longueur finale a_f correspondant à 1350 μm . Les résultats expérimentaux montrent qu'à un choc thermique critique la contrainte mécanique à la rupture se trouve réduite de 30% environ. La longueur a_f du défaut a été calculée avec la nouvelle contrainte, elle vaut 550 μm . La différence est probablement liée au mode de rupture.



Taille du défaut critique: Verre (e = 3 mm): $a_c = 49 \mu\text{mm}$

Figure 8.8 : Facteurs d'intensité de contrainte thermique FIC en fonction de la taille du défaut à différents temps du choc thermique pour une température chaude de 290°C

La fissuration par choc thermique est multiple, elle est répartie sur tout le volume de l'échantillon. Par contre en contrainte mécanique, l'échantillon est soumis à une flexion appliquée, en mode d'ouverture, à une zone limitée de l'échantillon.

Sachant qu'il n'y a aucun mécanisme de renforcement dans l'échantillon en verre, le facteur d'intensité de contrainte demeure le seul critère de caractérisation des dommages thermiques. Sur les deux figures 8.9 et 8.10 on a représenté les FIC pour différentes températures chaudes au moment critique en fonction de la taille du défaut. On a aussi représenté la ténacité du matériau et la zone des défauts critiques. On remarque dans la partie zoomée de la figure, que la courbe qui passe par la droite du K_{IC} dans la zone des défauts critiques est celle de la température chaude de 290°C, donc c'est la température chaude critique pour ce verre et pour cette épaisseur de 3 mm. Les mêmes calculs ont été fait pour les autres épaisseurs. Les résultats étaient les mêmes que ceux trouvés expérimentalement.

Par la suite une modélisation a été faite pour les trois épaisseurs (2, 4, 8) mm, en guise de comparaison, les résultats trouvés sont comme suit:

Sur la figure 8.11, nous avons représenté l'évolution des températures sur la demi-épaisseur (vu la symétrie du système), c'est à dire de la surface vers le cœur des échantillons, pour les trois épaisseurs utilisées. La température chaude avant le choc est de 250°C. Nous remarquons qu'en s'éloignant de la surface et en s'approchant du milieu, la température augmente. Cela montre que les couches superficielles sont refroidies plus rapidement. L'écart de température cœur-surface est maximal aux premiers instants du choc thermique. Ils sont respectivement de $t = 0,075$ s, $t = 0,23$ s et $t = 0,659$ s pour les épaisseurs 2 mm, 4 mm et 8 mm. A ces instants du choc thermique, les différences de température entre le cœur et la surface ($T_s - T_c$) sont respectivement de 35,5°C, 60°C et 92,4°C pour les trois épaisseurs. Nous notons que la plus importante différence est celle obtenue pour l'épaisseur 8 mm.

Les courbes représentées sur la figure 8.12, montrent l'écart de température ($T_c - T_s$) entre le cœur et surface en fonction de la température chaude (température avant le début du refroidissement) pour les trois épaisseurs du verre. Nous remarquons que cet écart augmente linéairement à mesure que la sévérité du choc augmente. La pente des droites est plus importante pour les échantillons les plus épais

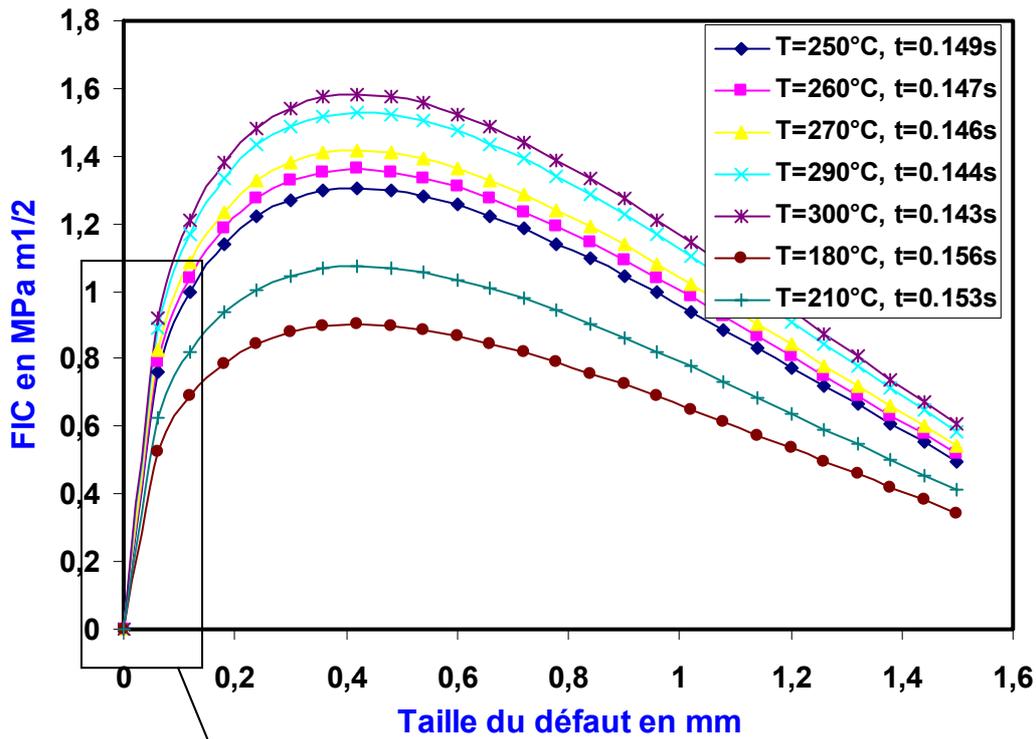


Figure 8.9 FIC à différentes températures du choc thermique et aux instants critiques ($e = 3 \text{ mm}$)

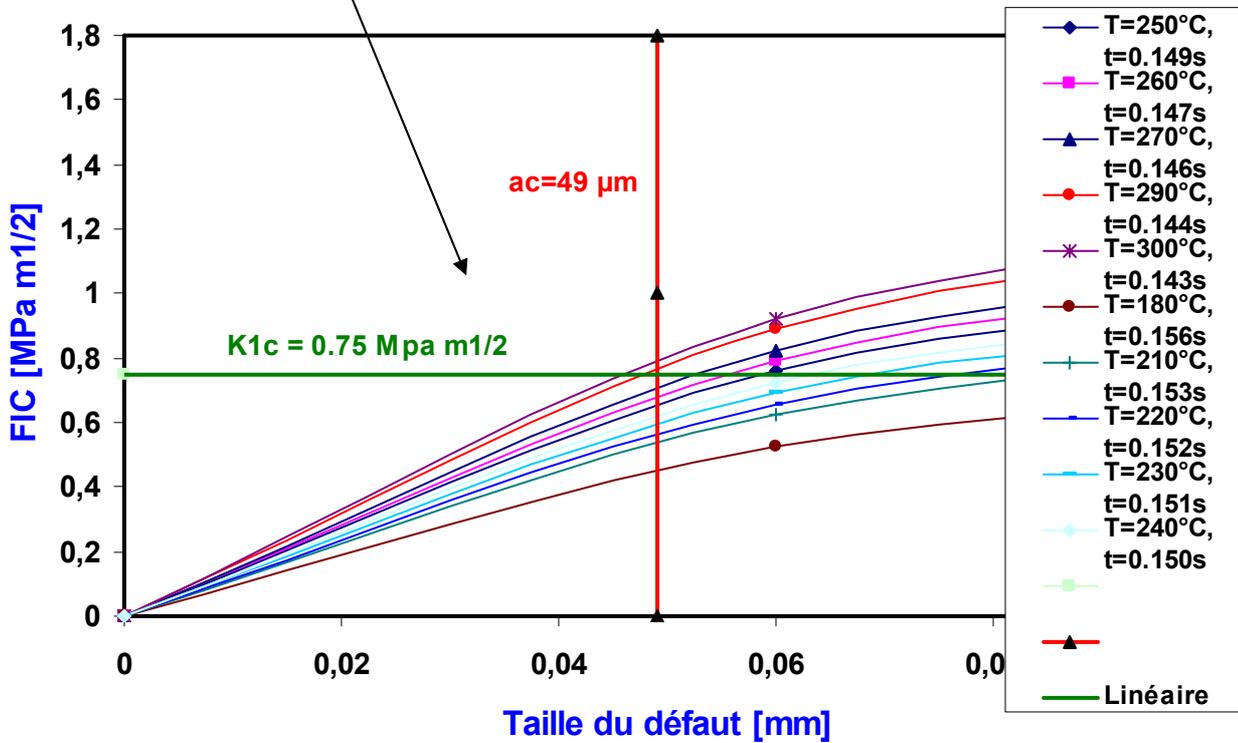


Figure 8.10 : Détermination de la température critique pour le verre $e = 3 \text{ mm}$

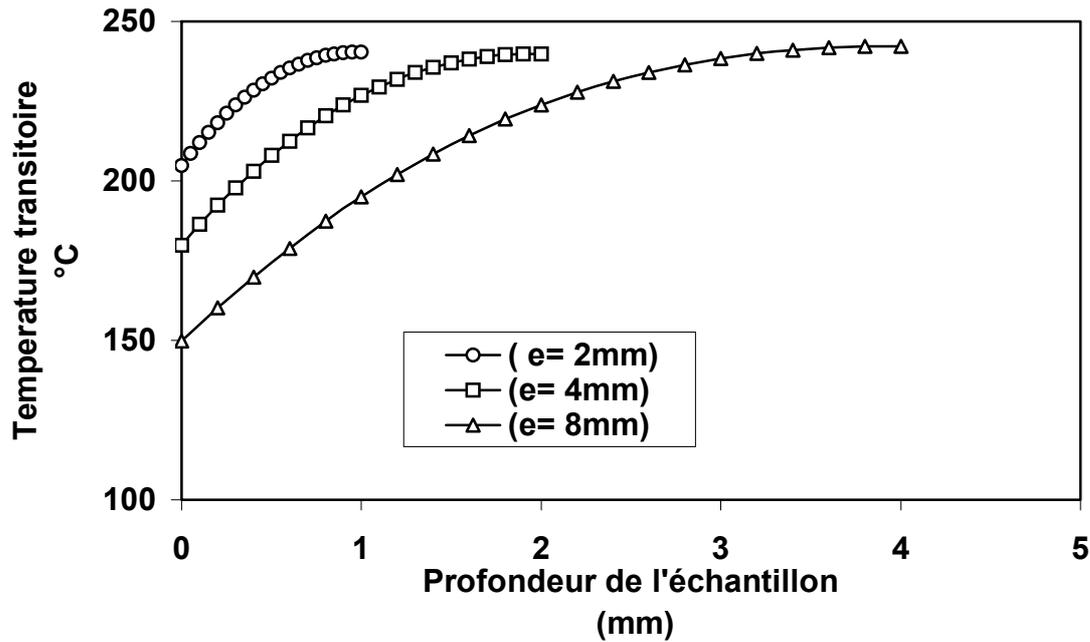


Figure 8.11 : Température transitoire en fonction de la profondeur pour différents temps de refroidissements et différentes épaisseurs (température chaude de 250°C)

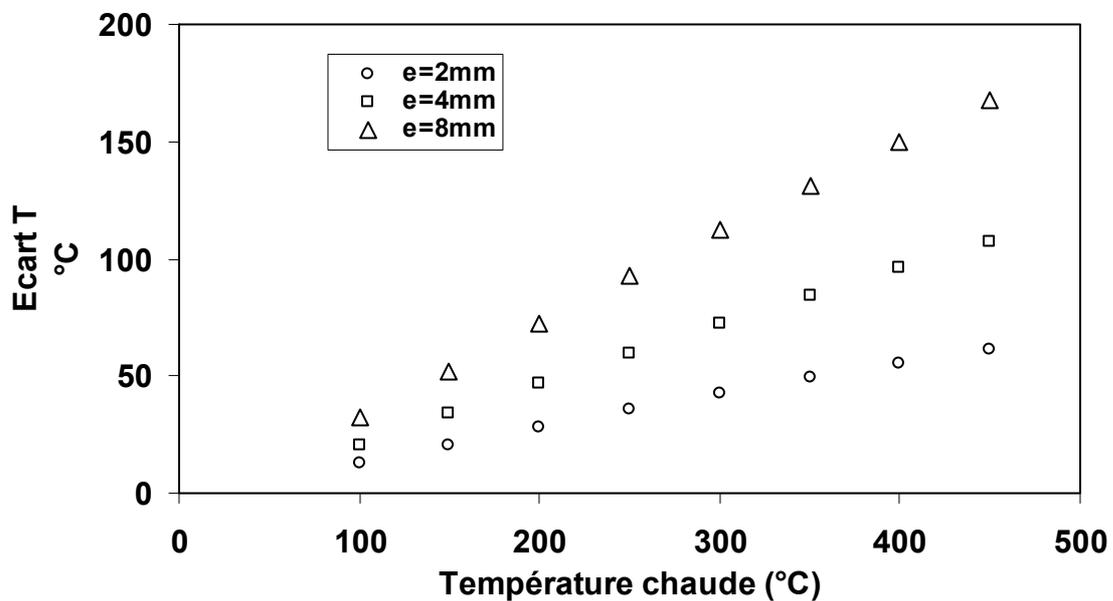


Figure 8.12 : Ecart de température maximal (cœur-surface) en fonction de la température chaude pour différentes épaisseurs

La figure 8.13 représente l'évolution de la contrainte thermique superficielle en fonction du temps de refroidissement pour les trois épaisseurs dans le cas d'un choc effectué à partir d'une

température chaude de 250°C. Nous constatons que les contraintes en surface atteignent leurs maximums au début du refroidissement. Ces temps correspondent à ceux définis précédemment dans le cas des températures transitoires. La contrainte la plus importante est atteinte pour l'échantillon le plus épais (56,2 MPa), cette valeur diminue pour s'annuler à la fin du refroidissement. Pour les deux autres épaisseurs (4 mm et 2 mm), la contrainte thermique transitoire superficielle est de 36 MPa et 21,2 MPa respectivement.

A mesure qu'on se rapproche de la fin du choc (6 s), la contrainte thermique transitoire diminue. Dans ce cas, l'échange de chaleur par conduction entre le cœur et la surface se produit jusqu'à ce que la température de l'échantillon soit uniforme. La contrainte thermique ainsi que l'écart de température s'annule pour que l'équilibre thermique soit rétabli au sein du solide.

A partir des contraintes transitoires déterminées, et de la fonction de poids, le même programme de calcul conduit au facteur d'intensité de contraintes (FIC).

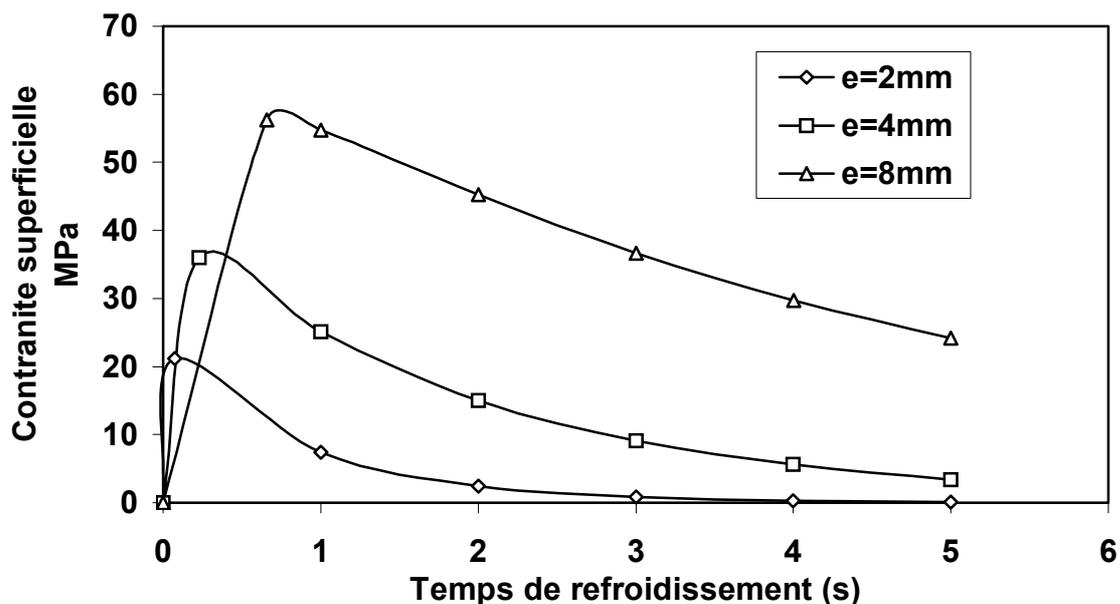


Figure 8.13 : Contrainte superficielle en fonction du temps de refroidissement pour différentes épaisseur pour une température chaude $T_c = 250^\circ\text{C}$

La figure 8.14 représente le FIC induit par choc thermique, réalisé à partir d'une température chaude de 250°C, en fonction de la taille normalisée des défauts superficiels pour les épaisseurs 2 mm, 4 mm et 8 mm. Sur la même figure, nous avons aussi représenté la valeur du K_{Ic} (ténacité) et la zone des défauts naturels.

La taille des défauts critiques de ce type de verre, a été déterminée en utilisant la relation de Griffith $K_{Ic} = \sigma \cdot y \cdot \sqrt{a}$ (a: taille du défaut, σ : contrainte à la rupture et y: un facteur de forme). Les calculs ont donné une valeur de l'ordre de $a_c = 52 \mu\text{m}$. Pour les différentes épaisseurs, nous remarquons que le FIC augmente pour atteindre une valeur maximale, puis diminue. Nous constatons que les deux courbes correspondant aux épaisseurs 4 mm et 8 mm, coupent la droite du K_{Ic} dans la zone des défauts critiques. Cela démontre que la dégradation du matériau est inévitable pour un choc thermique (par jet d'air) à partir d'une température chaude de 250°C pour les deux épaisseurs considérées 4 mm et 8 mm.

La longueur finale qu'atteindrait une fissure de taille critique initiale d'environ $100 \mu\text{m}$ pour l'épaisseur 4 mm, à la fin d'un choc thermique de 250°C , est de l'ordre de $1800 \mu\text{m}$. Cette longueur correspond à la deuxième intersection de la courbe du FIC et de la ténacité. La taille de la fissure finale, pour l'épaisseur 8 mm est plus importante même si sa taille initiale est moins longue.

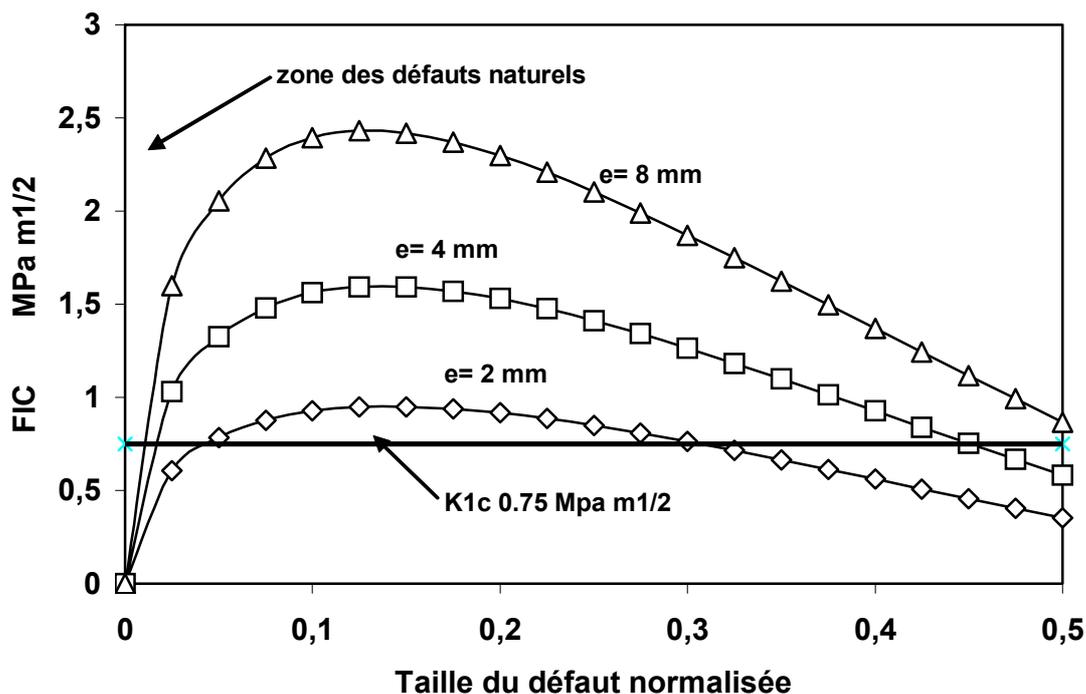


Figure 8.14 : Facteur d'intensité de contrainte en fonction de la taille du défaut normalisé (a/e) lors d'un choc thermique effectué à partir d'une température chaude de 250°C

La différence de température critique (ΔT_c) dans le cas de l'épaisseur 2 mm est de 350°C . Les défauts préexistants se propagent uniquement d'une manière stable.

Sur la figure 8.15 on a représenté l'évolution de la taille finale de la fissure en fonction de la température chaude pour différentes épaisseurs. La longueur la plus importante est atteinte dans le cas de l'échantillon le plus épais même si le choc thermique est de sévérité moindre.

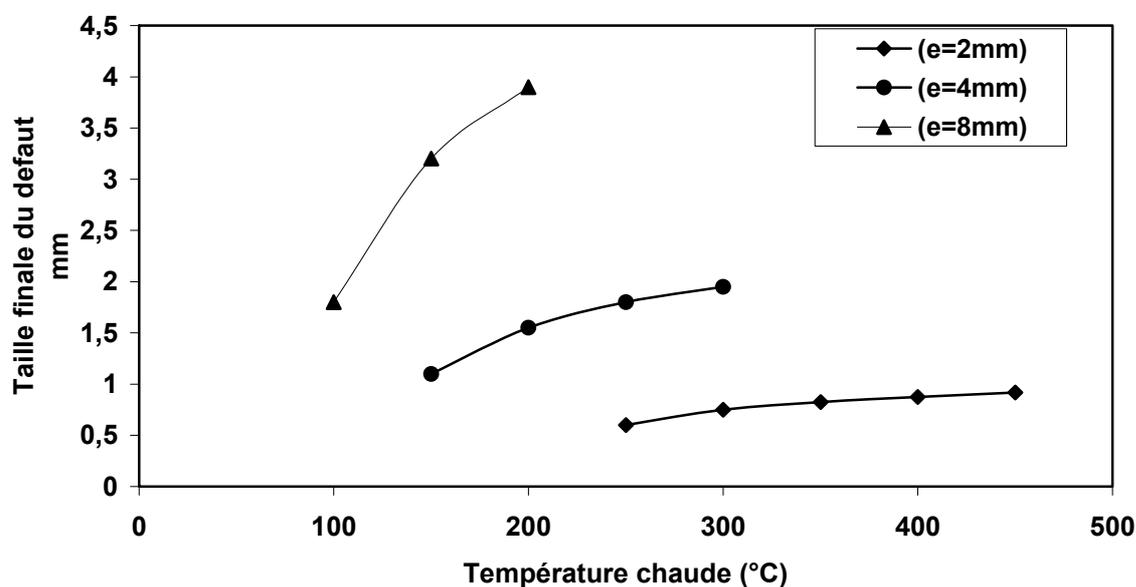


Figure 8.15 : Evolution de la longueur du défaut final en fonction de la température chaude dans le cas des trois épaisseurs

Epaisseur (mm)	Tcoe - Tsurf (°C)	σ_{\max} Surf. (MPa)	Temps crit. (sec)	ac (μm)	Tc simulation (°C)	Tchaude exp. (°C)
3	56,8	34,2	0,144	49,5	290	290
4	60	35,9	0,238	67,5	230	240
5	57,5	34,4	0,35	69,1	> 210 < 220	210
6	64,2	32,5	0,47	68,5	> 200 < 210	180

Tableau 8.1 : Tableau résumant les résultats trouvés par simulation pour les différentes épaisseurs

Dans le tableau 8.1 on a regroupé les résultats trouvés par la simulation pour les différentes épaisseurs.

8.7- SYNTHÈSE

- Pour le gradient de température critique imposé $\Delta T_c = 270^\circ\text{C}$, à l'instant critique ($t = 124,18$ ms), l'écart de température entre la surface de l'échantillon et son cœur ($T_c - T_s$) est de $56,8^\circ\text{C}$.
- La contrainte de compression au centre de l'éprouvette en verre est égale à la moitié de la contrainte de tension maximale en surface.
- Les contraintes thermiques en surface conduisant à la rupture sont plus faibles que la contrainte à la rupture mécanique du matériau.
- La simulation du choc thermique par l'approche locale est en bon accord avec les résultats trouvés expérimentalement.

Nous avons trouvé qu'un choc thermique effectué à partir d'une température chaude de 250°C conduit à des écarts de température cœur – surface plus importants à mesure que l'échantillon est plus épais. Ces conditions engendrent des contraintes transitoires maximales de (21,2 MPa, 36 MPa et 56,2 MPa) aux premiers instants du refroidissement (0,075 s, 0,23 s et 0,659 s) respectivement pour les épaisseurs : 2 mm, 4 mm et 8 mm. L'évolution des facteurs d'intensité de contrainte FIC montre que les défauts préexistants atteignent la longueur la plus grande après le choc thermique pour l'échantillon le plus épais. Le choc thermique descendant est plus néfaste pour la plus grande l'épaisseur.

CONCLUSION GENERALE

CONCLUSION GENERALE

Cette étude nous a permis de mettre l'accent sur le comportement du verre vis à vis des contraintes thermiques, elle nous a conduits à conclure les points suivants :

La sensibilité à la dégradation par choc thermique du verre étudié augmente à mesure que son épaisseur augmente.

La technique de l'émission acoustique est très adaptée à l'étude de la résistance au choc thermique du verre. Elle permet une bonne détection de la propagation critique, et peut être exploitée comme un révélateur d'endommagement. Les résultats trouvés par le biais de cette technique sont très concordants avec les mesures de résistance mécanique et du module élastique.

Les résultats de l'indentation ont permis de mettre en évidence l'effet du champ de contraintes résiduelles de l'indentation Vickers et de son atténuation, ainsi que l'effet des contraintes thermiques dues à un gradient thermique.

De l'étude statistique on peut conclure que la dispersion est plus importante à l'approche de l'état critique. Elle est plus accentuée si le choc subi est plus sévère.

Dans le cas du verre, la différence de température critique n'est pas définie par une valeur distincte. Elle est très bien décrite par le modèle statistique de Weibull.

Le temps de début de l'émission acoustique suit également une distribution statistique de Weibull. La fissuration est plus précoce quand le choc est plus dur.

Un résultat très intéressant se dégage aussi de cette étude est que le traitement de renforcement par échange ionique repousse l'écart critique de température vers la température de transition. La résistance mécanique du verre renforcé augmente considérablement.

En fin la modélisation de l'état de contrainte généré par choc thermique est quantifié en utilisant l'approche en terme de facteur d'intensité de contrainte. Ce qui nous a permis d'accéder théoriquement aux différents paramètres caractéristiques de la dégradation par choc thermique.

Les calculs numériques, à travers l'approche thermomécanique, présentent l'avantage de fournir des résultats très fiables en confirmant ceux trouvés expérimentalement.

Toutefois si cette étude a permis d'éclaircir quelques problèmes ponctuels relatifs à la résistance au choc thermique du verre silico-sodo-calcique, il serait plus intéressant de l'approfondir et l'orienter vers les axes de recherche suivant:

- o Etude de la propagation sous critique des fissures (fatigue thermique).
- o Etude de la résistance au choc thermique d'un verre renforcé par double échange ionique.

BIBLIOGRAPHIE

BIBLIOGRAPHIE GENERALE

[ASHI 83] ASHIZUKA M., EASLER T. E., BRADT R. C., Statistical study of thermal shock damage of a borosilicate glass, J. Am. Ceram. Soc., Vol. 66, N°8, 1983, pp. 543-551

[BADA 74] BADALIANCE, R., KROHN, D.A., HASSELMAN, D.PH., Effect of slow crack growth on the thermal-stress resistance of an Na₂O-CaO-SiO₂ glass,

[BORY 68] C. BORY, Energétique : Les échange de chaleur par convection, 1^{ère} partie Tome I, Bordas / Mouton 1968, pp. 223.

[BROC 86] BROCKENBROUGH, J.R., FORSYTHE, L.E., ROLF, R.L., Reliability of brittle materials in thermal shock, J. Amer. Ceram. Soc., (1986), Vol. 69, N° 8, P. 634-637

[BUES 55] W.R. BUESSEM, Thermal shock testing, J. of Amer. Ceram. Soc., Vol. 38, N°1, 1955, pp. 15-17

[BUSA 87] M. BUSAWON, Etude par émission acoustique de la résistance au choc et à la fatigue thermiques des matériaux céramiques, thèse de Doctorat, INSA Lyon, 1987, 127 p.

[CHAU 69] C. CHAUSSIN, G. HILLY, J. BARRALIS, Chaleur et thermodynamique, 5^{ème} édition, Dunod Paris, 1969, 370 p.

[CHIN 97] CHIN- KUANG LIN et TSUNG- CHIH KUO, Effect of specimen size on thermal shock properties on an alumina, Engineering Materials Vols. 132-136 (1997) pp. 599-602

[COLL 02] M. COLLIN, D. ROWCLIFFE, The morphology of thermal crack in brittle materials, Jour. of Eur. Ceram. Soc. Vol. 22, (2002), pp. 435-445

[COMT 02] C. COMPTE, J. V. STEBUT, Microprobe-type measurement of Young's modulus and Poisson coefficient by means of depth sensing indentation and acoustic microscopy, Surf. and Coatings Tech., Vol.154, 2002, pp. 42-48

[DIEL 93] M.H. DIELFHOF, L.J.M.G. DORTMANS, G. de WITH, Fractography of Borosilicate Glass tested in three and four points bending, Jour. of Eur. Ceram. Soc. Vol. 12, 1993, pp. 215-220

[DONA 89] I. W. DONALD, Review Methods for improving the mechanical properties of oxide glasses, J. of Mat. Sci. Vol. 24, 1989, pp. 4177-4208

[DUBI 03] M. DUBIEL, B. ROLING, M. FEUTING, A conductivity and ion transport in K^+ for Na^+ ion-exchanged glasses: exchange experiments below and above the glass transition temperature, J. of Non-Cryst. Sol., Vol. 331 (2003), pp. 11-19.

[EVAN 75-1] A. G. VANS, Thermal shock fracture in ceramic materials, Proc. Br. Ceram. Soc., Vol. 25, 1975, pp. 217-235

[EVAN 75 - 2] A. G. EVANS, H. JOHANSON, D.P.H. HASSELMAN, Thermal fracture, studies in ceramic system using an acoustic emission technique, J. Mater. Sci., Vol. 10, 1975, pp. 1608 - 1615

[EVAN 77] A. G. EVANS, E.A. CHARLES, Structural integrity in severe thermal environments, J. Amer. Ceram. Soc., Vol 60, N°1-2, 1976, pp. 22-28

[EYGL 97] B. EYGLUNENT, Manuel de thermique théorie et pratique, 2^{ème} édition, HERMES, 1997, 374 p.

[GAO 95]- GAO, T., NISHIKAWA, T., HAWADA, N., TAKATSU, M., Effect of temperature dependence of material properties on the critical quenching temperature difference under thermal shock test of ceramic, J. Ceram. Soc. Japan, Int. Edition, (1995), Vol. 101, P. 995-1001

[GAUD 93] GAUDON, A., Etude expérimentale et numérique de la résistance aux chocs thermiques de céramiques thermomécaniques, Thèse de Doctorat, Université Paul Sabatier, 1991, 156 p.

[GLAN 81] GLANDUS, J. C., Rupture fragile et résistance aux chocs thermiques de céramiques à usage mécanique, Thèse de Doctorat, ENSCI, Limoges, 1981, 280 p.

[GLAN 81-2] J.C. GLANDUS, P. BOCH, Influence of the size factor on the thermal shock resistance of ceramic samples, Intern. Jour. of Thermophysics, Vol. 2, N°1, 1981, pp. 89-101.

[GLAN 84] J.C. GLANDUS, P. BOCH, Main testing methods for thermal shocks, Interceram, N°5, 1984, pp. 33-37.

[GIBE 63] R. GIBERT, Transmission de la chaleur, conduction, convection, rayonnement, échangeurs de chaleur, Génie chimique Tome II, Eyrolles Paris, 1963, 272.

[GUBI 96] CUBICZA J., JUHASZ P., ARATO P., VOROS G., Determination of the hardness and elastic modulus from continuous Vickers indentation testing, Journal of Materials Science, Vol. 31, 1996, pp.3109-3114

[HAMI 98] Z. HAMIDOUCHE, M. HAMIDOUCHE, H. OSMANI, K. LOUCIF, N. BOUAOUADJA, C. BOUSBAA, Effets des conditions expérimentales sur la résistance au choc thermique du verre, 6 èmes Journées Maghrébines des Sciences des Matériaux Annaba, 9-11 Nov. 98

[HAMI02-1] M.HAMIDOUCHE, Etude de la résistance au choc thermique, a la fatigue thermique et au fluage des céramiques à base de mullite et de Zircon, Thèse de Doctorat, Université FERHAT ABBAS, SETIF, 2002,163p.

[HAMI 02-2] M. HAMIDOUCHE, Z MALOU, M/A MADJOUBI, C. BOUSBAA, N. BOUAOUADJA, Thermal shock behaviour of soda lime glass, 2002 GLASS ODYSSEY 6th ESG Conference, June 2-6(2002), Montpellier, France.

[HAMI 03] M. HAMIDOUCHE, N. BOUAOUADJA, C. OLAGNON, G. FANTOZZI, Thermal shock behaviour of mullite ceramic, Ceramics International, Vol. 29, 2003, pp.599-609

[HASS 62] D.P. H. HASSELMAN, Elastic energy at fracture and surface energy as design criteria of thermal shock, J. Amer. Ceram. Soc., (1962), Vol. 46, N° 11, pp. 535-540.

[HASS 69-1] HASSELMAN, D.P.H., Unified theory of thermal shock fracture initiation and crack propagation in brittle ceramics, J. Am. Ceram. Soc., Vol. 52, N°11, 1969, pp.600-604

[HASS 69-2] D.P. H. HASSELMAN, Griffith criterion and thermal shock resistance of single-phase versus multiphase brittle ceramics, J. Amer. Ceram. Soc., Discussion and notes, pp. 288-289.

[HASS 70] D.P. H. HASSELMAN, Strength behaviour of polycrystalline alumina subjected to thermal shock, J. Amer. Ceram. Soc., (1970), Vol. 53, N° 9, pp. 490-495.

[HASS 84] D.P. H. HASSELMAN, J.P. SINGH, Role of mixed-mode crack propagation in thermally shocked brittle materials, Theoretical and Applied Fracture Mechanics, N°2, (1984), pp. 59-65.

[HASS 85] HASSELMAN, D. P. H., Thermal stress resistance of engineering ceramics, Mat. Sci. and Engin., Vol. 71, 1985, pp. 251-264

[HASS 94] HASSELMAN, D. P. H, On the nature of crack propagation during thermal shock of brittle ceramics, Fract. Mec. of Ceram., Vol. 11: R-Curve, Toughness Determination and Thermal Shock , Bradt (Eds.), 1994

[HENC 84]- HENCKE, H., THOMAS, J. R., HASSELMAN, D. PH., Role of materials properties in thermal-stress fracture of brittle ceramics subjected to conductive heat transfert, J. Am. Ceram. Soc., (1984), Vol. 67, N°6, P.393-398

[JILL 00], S. Jill Glass, M. Abrams, R.V. Matalucci, New glass for ehanced architectural surety engineered profiles (ESP) in soda-lime-silica glass, SAND2000-3001 (2000), Sandia National Laboratories USA, 37 p.

[JURG 97] S. JURGEN S., C. NILS, R. JURGEN, Reliability of Alumina Ceramics. 2: Effect of Processing, J. European. Ceram. Soc., Vol.17, 1997, pp. 727-733

[KAMI 93] N. KAMIYA, Thermal proof test of ceramics, thermal shock and thermal fatigue behaviour, Advanced Ceramics, 1993, pp. 473-482

[KING 55] W. D. KINGERY, W.D., Factors affecting thermal stress resistance of ceramic materials, J. Amer. Ceram. Soc., Vol. 38, N° 1, 1955, pp. 3 - 15

[KROH 73] KROHN, D.A., HASSELMAN, D.PH., Effect of abrasion on strength and thermal-stress resistance of a soda-lime-silica glass, J. Amer. Ceram. Soc., 1973, pp.

[KUAN 97]- KUANG-LIN, C., CHIH KUO, T., Effect of specimen size on the thermal shock properties of an alumina, Engen. Mater., (1997), Vols. 132-136, P. 599-602

[KWAD 05] K. KWADWO, M. TEHLER, B. BERGMAN, Contact residual stress relaxation in soda-lime glass, Part I: Measurement using nanoindentation, J. of the Eur. Cer. Soc. Vol., 2006, pp. 1003–1011

[LAMO 95] J. LAMON, La rupture des céramiques, Revue de Métallurgie, 1995, pp.

[LANI 00] A.AG. LANIN, L. TKACHEV, Numerical method of thermal shock resistance estimation by quenching of samples in water, J. of Mater. Sci. Vol 35, 2000, pp. 2353- 2359.

[LEE 97] K.Y. LEE, J. S. KIM, Determination of thermal shock stress intensity factor for elliptical crack by modified vainshtok's weight function method, Engin. Fract. Mech., Vol. 56, N°3, 1997, pp. 423-435.

[LEON 85] A. LEONTIEV, Théorie des échanges de chaleur et de masse, traduction française, édition MIR, MOSCOU, 1985, 567 p.

[LEWI 80] LEWIS, D., Comparison of critical ΔT_c values thermal shock with the R parameter, J. Am. Ceram. Soc., Vol. 63, N°11-12, 1980, pp. 713-714

[LU 01] Y.L. LU, H. JIA, Z.Q. YU, Finite element implementation of thermal weight function method for calculating transient SIF's of a body subjected to thermal shock, Inter. Jour. of Fract., Vol. 108, 2001, pp. 95-117.

[MADJ 99-1] M.A. MADJOUBI, C. BOUSSBAA, M. HAMIDOUCHE, BOUAOUADJA, Weibull Statistical Analysis of the mechanical Strength of a Glass Eroded by Sand Basting, J. Eur. Ceram. Soc., Vol. 19, 1999, pp. 2957-2962

[MADJ 99-2] M.A. MADJOUBI, M. HAMIDOUCHE, N. BOUAOUADJA, Comportement à la rupture du verre par les techniques d'indentation », Sciences & Technologie, Juin, 1999, pp.37-42

[MALO 99] Z. MALOU, Etude de la résistance au choc thermique du verre, thèse de Magister, Université de Sétif (Algérie), 1999, 145 p.

[MALO 00] Z. MALOU, M. HAMIDOUCHE, M.A. MADJOUBI, K. LOUCIF, H. OSMANI, N. BOUAOUADJA, Interaction between indentation cracks in soda-lime glass, Glass Technology, Vol.41, N°2, 2000, pp. 55-58.

[MANS 55] MANSON, S.S., SMITH, R.W., Theory of thermal shock resistance of brittle materials based on Weibull's statistical theory of strength, J. Amer. Ceram. Soc., Vol. 38, N° 1, 1955, pp. 18- 27

[MARS 77] MARSHALL, D.B., LAWN, B.R., An indentation technique for measuring stresses in tempered glass surfaces, J. Amer. Ceram. Soc., Vol. 60, N° 1, 1977, pp. 86- 87

[MAUR 71] B. MAURICE, Thermodynamique technique : Production et transfert de la chaleur, écoulement, Bordas Paris- Montréal, Collection études ,1971 N°131, pp. 710 509

[MIGN 94] F. MIGNARD, Etude du comportement au choc et à la fatigue thermique de céramiques pour applications industrielles, Thèse de Doctorat, INSA, Lyon, 1994, 193 p.

[MIRK 81] V.V. MIRKOVIC V. V., K.E. BEIL, A novel method for predicting thermal shock resistance of brittle materials, Journal of the Canadian Ceramic Society, Vol. 56, 1981, pp. 29-32

[MIGN 95] F. MIGNARD, C. OLAGNON, G. FANTOZZI, Acoustic emission monitoring of damage evaluation in ceramics submitted to thermal shock , J. Eur Ceram. Soc., Vol. 15, 1995, pp. 651 - 653

[MIGN 96] F. MIGNARD, C. OLAGNON, M. SAADAOU, G. FANTOZZI, Thermal shock behaviour of a coarse grain porous alumina, J. of Mater. Sci., Vol.31, 1996, pp. 2437-2441

[MUTO 94]- MUTOH, Y., ARAKAWA, S., “On the criterion of crack growth under thermal shock in SIALON”, Fract., Mec. Ceram., Vol. 11: R-Curve, Toughness Determination and Thermal Shock , Bradt (eds.), 1994, 12 p.

[NISH 94] T. NISHIKAWA, T. GAO, M. HIBI, M. TAKATSU, Heat transmission during thermal shock testing of ceramics, J. of Mater. Sci., Vol. 29, 1994, pp. 213-217.

[NISH 95] T. NISHIKAWA, T. MIZUI, M. TAKATSU, Effect of the temperature dependence of thermal properties on the thermal shock tests of ceramics, J. of Mater. Sci, Vol. 30, 1995, pp. 5013-50-19.

[ORFE 81] M. ORFEUIL, A. ROBIN, Electrothermie industrielle: Fours et équipements thermiques électriques industriels, Editions Dunod, 1981, 150 p.

[OUAN 83] N., OUANEZAR, Etude par émission acoustique de la résistance aux chocs thermiques des matériaux céramiques, Thèse de Doctorat, INSA, Lyon, 1983, 130 p.

[OZYE 83] T. OZYENER, K. SATHYAMURTHY, C.E. KNIGHT, J. SING, D.P.H. HASSELMAN, G .ZIEGLER, Effect of ΔT -and spatially varying heat transfer coefficient on thermal stress resistance of brittle ceramics measured by the quenching method, J. of Amer. Ceram. Soc., Vol. 66, N°1, 1983, pp.53-58

[PEIG 91] P. PEIGNE, Résistance aux chocs thermiques des céramiques thermomécaniques, Thèse de Doctorat, INSA Lyon, 1991, 190 p.

[PEIT 99] O. PEITL, E.D. ZANOTTO, Thermal shock properties of chemically toughened borosilicate glass, J. of Non-Cryst. Solids, 247, 1999, pp 39-49

[PETI 06] F. PETIT, V. VANDENEDE, F. CAMBIER, Relevance of instrumented micro-indentation for the assessment of hardness and Young's modulus of brittle materials, *Mater. Sci. and Engin.*, A 456, 2007, pp. 252–260

[POLL 71] A. POLLARD, C. RIVOIRE, Fiabilité et statistiques prévisionnelles, *Méthode de Weibull*, Edition Eyrolles, 1971, 140 p.

[POMP 93]- POMPE, W.E., thermal shock behaviour of ceramic materials modelling and measurement, *Thermal shock and thermal fatigue behaviour of advanced ceramics*, G.A. Shneider and G. Petzow (eds.), (1993), P. 3-14.

[PONT 85] C.B.Ponton, R.D. Rawlings, Vickers indentation fracture toughness test. Part I: Review of literature and formulation of standardised indentation toughness equation”, *Mater. Sci. and Technology*, Vol5, 865 (1985)

[R'MILI 07] 9- R'MILI, M, SCHULTE C, Statistical fracture of E-glass fibres using a bundle tensile test and acoustic emission monitoring, submitted to: *composite science and technology*.

[ROGE 87] ROGERS W. P., EMERY A., BRADT R. C., KOBAYASHI A. S. , Statistical study of thermal fracture of ceramic materials in the water quench test, *J. Amer. Ceram. Soc.*, Vol. 70, 1987, pp. 406-412

[ROOP 02] R. ROOP, A. KUMAR, M. WANG, Modulus and hardness evaluations of sintered bio ceramic powders and functionally graded bioactive composites by nano-indentation technique, *Mater. Sci. and Engin.*, A00, 2002, pp. 1-7

[SAAD 91] M. SAADAOU, Etude de la résistance à la propagation de fissures dans des céramiques monolithiques de type alumine et zircone, *Thèse de Doctorat*, INSA Lyon, 1991, 170 p.

[SAAD 96-1] M. SAADAOU, Contribution à l'étude du comportement thermomécanique des matériaux céramiques à effet de courbe R: Choc et fatigue thermiques, *Thèse de Doctorat*, Université Mohamed V, Mohamadia (Maroc), 1996, 173 p.

[SAAD 96-2] SAADAOUI, M., OLAGNON, C., FANTOZZI, G., Evaluation of short crack R-curve behaviour under thermal shock loading, *J. Mater. Sci. Letter.*, Vol. 15, 1996, pp. 64-66

[SAAD 98] M. SAADAOUI, G. FANTOZZI, Crack growth resistance under thermal shock loading of alumina, *Mater. Sci. and Engin.*, A247, 1998, pp 142-151

[SCHN 91] G.A. SCHNEIDER, Thermal shock criteria for ceramics, *Ceram. Inter.*, 1991, Vol. 17, p. 325-333.

[SCOT 07] P. SCOTT, P. FILLERY, F. LANGE, Ion-Exchanged glass laminates that Exhibit a Threshold Strength, *J. Am. Ceram. Soc.*, 2007, pp. 1–8

[SHAI 80] E.E.SHAISHA, A.R. Cooper, residual stress in singly and doubly ion-exchange glass, *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol.64, N° 1, 1980, pp.34-36

[SHER 00] D. SHERMAN, D. SCHLUMM, Thickness effect in thermal shock of alumina ceramics, *Scripta mater*, Vol. 42, 2000, pp. 819- 825

[SIMO 89] SIMONNEAU, A. M., Résistance aux chocs thermiques et à la fatigue thermique de céramiques thermomécaniques, influence des conditions expérimentales, Thèse de Doctorat, Université de Limoges, 1989, 182 p.

[SGLA 95] V. M. Sglavo, D. J. Green, Subcritical growth of indentation median Cracks in Soda-lime-Silicate Glass, *Jour. Amer. Ceram. Soc*, Vol. 78, N° 3, 1995, pp. 650–56

[SGLA 01-1] V. SGLAVO, L. LARENTIS, Flaw-Insensitive Ion-Exchanged Glass: I, Theoretical Aspects, *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 84, N° 8, 2001, pp. 1827–1831

[SGLA 01-2] V. SGLAVO, Flaw-Insensitive Ion-Exchanged Glass: II, Production and Mechanical Performance, *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 84, N° 8, 2001, pp. 1832–1838

[SUDR 92] SUDREAU, F., Méthodes d'analyse et de simulation de la fatigue thermique de céramiques thermomécaniques, Thèse de Doctorat, INSA, Lyon, 1992, 273 p.

[SWAI 90] M.V. SWAIN, R-curve Behaviour and thermal shock resistance of ceramics, J. of Amer. Ceram. Soc., Vol. 73, N°3, 1990, pp. 621-628.

[TESS 03] N. TESSIER-DOYEN, Etude expérimentale et numérique du comportement thermodynamique de matériaux réfractaires modèles, Thèse de doctorat, Université de Limoges (France), Ecole doctorale Science-Technologie-Santé, 2003, 120 p.

[TOMO 86] M. TOMOZAWA, K. HIRAO, P. E. BEAN, Origin of strength increase of abraded or indented glass upon annealing, J. Am. Ceram. Soc., Vol. 69, N°8, 1986, C186-C188.

[TOTH 04] Z. TOTH, A. NAGY, G. STEINBACH, A. JUHASH, Investigation of indentation-caused cracking in surface-modified silica glasses, Mater. Science and Engineering, A387-389, 2004, pp. 542-545

[ULLN 02] C. ULLNERA, J. BEKMANA, R. MORRELLB, Instrumented indentation test for advanced technical ceramics, J. of the Eur. Cer. Soc., Vol 22, 2002, pp. 1183–1189

[VANS 97] VANSSE, O., KUTSCHERA, U, LEGENDRE, B., OSTERSTOCK, F., Quantitative approach of the effective coefficient of heat transfert during quenching Vickers indented ceramic samples, Engen. Mater., Vols. 132-136, 1997, pp. 607- 610

[WERE 99] 16- WERESZCZAK A, SCHEIDT FERBER R. M., BREDER K., Probabilistic thermal shock strength testing using infrared imaging, J. Amer. Ceram. Soc., Vol. 82, 1999, pp. 3605-608

[WHIT 01] WHITLE B. R., HAND R. J., Morphology of Vickers indent flaws in soda-lime-silica glass, J. Am. Ceram. Soc. Soc., Vol. 84, N° 10 (2001), pp. 2361-65

[WU 92] WU, X.R., Application of weight function method for crack analysis in thermal stress field, edition G.A. SHNEIDER, Academic publisher, Germany, 1992, pp.1-21

[ZARZ 82] ZARZYKY, J., Le verre et l'état vitreux, Editions Masson, Paris (1982), 390p.

أطروحة دكتوراة : دراسة إنكسار الزجاج تحت تأثير الاجهادات الحرارية

اللقب: مالو (زوجة حميدوش) الإسم: زهرة المؤطران: حميدوش محمد و بوعواجة نور الدين

الملخص

في هذا العمل درسنا سلوك الزجاج تحت تأثير الاجهادات الحرارية الناتجة أثناء الصدمات الحرارية التنازلية.

الجانب التجريبي لهذا العمل يتمحور على عدة نقاط أهمها:

تأثير العوامل التجريبية على مقاومة الزجاج للتغير المفاجئ للحرارة

- دراسة الجانب الاحصائي للنتائج نظرا للتوزيع العشوائي للقياسات
 - متابعة انتشار الشقوق أثناء الصدمة الحرارية بإستعمال الحساب لدراسة تدهور خواص الزجاج.
 - تبين النتائج أن الزجاج لا يتحمل التغيرات الحرارية المفاجئة (خاصة التنازلية) نظر لحساسيته لإجهادات الشد السطحية الناتجة من الصدمة الحرارية.
- كلمات مفتاحية:** الزجاج - الاجهادات الحرارية - انتشار الشقوق - الصدمات الحرارية - الجانب الاحصائي

Thesis : **STUDY OF THE FRACTURE OF GLASS UNDER THERMAL STRESSES**

Name: **MALOU (Mme HAMIDOUCHE)** First name: **Zahra**

Directed by: **HAMIDOUCHE Mohamed & BOUAOUADJA Nourredine**

SUMMARY

In this work we studied the behaviour of glass under thermal stresses induced by thermal shock. The experimental aspect was approached under various angles. The practical study revealed that the experimental conditions play a dominating part for its thermal shock resistance. The statistical aspect was taken into account by using the probabilistic approach. It proves that the phenomenon of the thermal shock is very well described by the statistical model of Weibull. The results of the indentation made show the effect of the residual stress of indentation on the propagation of the radial cracks. The ion exchanged glass resists well to the thermal shock. The modelling of the experimental results, by the thermomechanical approach made it possible to characterize the degradation generated any moment of the thermal shock. The thermal shock simulation by the local approach corresponds to the experimental results. Thermal shock damage control made by acoustic emission leads to results similar to those obtained by measuring the residual strength and Young's modulus. The acoustic events number and the emission starting duration are directly related to the thermal shock severity. Results found with the various techniques are concordant.

Key word: Thermal shock, glass, stresses, cracking, statistic, indentation

Thèse: **ETUDE DE LA RUPTURE DU VERRE SOUS DES CONTRAINTES THERMIQUES**

Nom : **MALOU (épouse HAMIDOUCHE)** Prénom : **Zahra**

Nourredine Encadreurs : **HAMIDOUCHE Mohamed & BOUAOUADJA**

RESUME

Dans ce travail nous avons étudié le comportement du verre vis-à-vis des contraintes thermiques induites par choc thermique descendant. L'aspect expérimental de ce travail a été abordé sous différents angles. - L'étude pratique du choc thermique a révélé que les conditions expérimentales jouent un rôle prépondérant pour sa résistance. L'aspect statistique a été pris en considération en utilisant l'approche probabiliste. Il s'avère que le phénomène du choc thermique est très bien décrit par le modèle statistique de Weibull. Les résultats de l'indentation ont permis de mettre en évidence l'effet du champ de contraintes résiduelles d'indentation sur la propagation des fissures radiales. Les résultats ont montré que le verre trempé chimiquement résiste bien aux brusques variations de température. La modélisation des résultats expérimentaux, par l'approche thermomécanique a permis de caractériser la dégradation engendrée à tout moment et à tout instant du choc thermique. La simulation du choc thermique par l'approche locale est en bon accord avec les résultats trouvés expérimentalement. En plus du contrôle de l'endommagement par la mesure de la contrainte à la rupture et du module de Young dynamique, l'émission acoustique a été utilisée pour le contrôle in-situ. Les résultats trouvés avec les différentes techniques sont concordants.

Mots clé : choc thermique, verre, contraintes, fissuration, statistique, indentation