

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

**RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET  
POPULAIRE**

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

**MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA  
RECHERCHE SCIENTIFIQUE**

جامعة فرحات عباس – سطيف 1

**UNIVERSITÉ FERHAT ABBAS SÉTIF 1 UFAS (ALGERIE)**

**THESE**

Présentée à l'Institut d'Optique et de Mécanique de Précision

Pour l'obtention du diplôme de

**DOCTORAT EN SCIENCES**

Par

**DAIRI oualid**

Thème

**Etude de la rupture du verre flotté de production  
locale**

Soutenue le : 15/05/2025 Devant le jury composé de Messieurs :

Pr. Bousbaa chaabane	Universite de setif 1	president
Pr. Hamidouche mohamed	Universite de setif 1	rapporteur
MCA. Medjoubi mohamed	Universite de setif 1	co rapporteur
Pr. Bounar nedjmeddine	Universite de jijel	examineur
Pr. Belhouchette hocine	Universite de m'sila	examineur
MCA. Benhamadouche lamia	Universite de m'sila	examineur

## **Remerciements**

*Je tiens tout d'abord à exprimer ma plus vive reconnaissance envers mon directeur de thèse, le Professeur Mohamed HAMIDOUCHE, pour son accompagnement bienveillant tout au long de cette recherche, ses précieux conseils avisés et son expertise scientifique inestimable qui m'ont été d'un soutien inappréciable.*

*Je souhaite également adresser mes plus sincères remerciements à Monsieur Mohamed MEDJOUBI, ancien professeur à l'université Ferhat Abbas Sétif 1, pour indéfectible et son engagement indéfectible depuis le début de cette thèse.*

*Je tiens aussi à exprimer ma plus profonde gratitude envers les distingués membres du jury notamment Monsieur Bousbaa Chaabane , Professeur à l'Université de Sétif 1, en sa qualité de Président, Monsieur Bounar Nedjmeddine (Professeur à l'Université de Jijel), Monsieur Belhouchette Hocine (Professeur à l'Université de M'sila) et Madame Benhamadouche Lamia (Maître de Conférences Associé à l'Université de M'sila), qui ont accepté d'évaluer mon travail avec autant de rigueur. Je les remercie infiniment pour le temps précieux, l'expertise pointue et l'attention soutenue qu'ils y ont consacrés. Leurs retours constructifs sont d'une valeur inestimable pour moi et contribueront assurément à enrichir davantage mon évolution en tant que chercheur.*

*Mes remerciements les plus chaleureux vont également à mon ami HABIA MOHAMED ILYES pour sa contribution précieuse et son aide inestimable.*

*Je tiens aussi à remercier chaleureusement l'ingénieur du laboratoire, BENADDI.Ihadi, ainsi que Monsieur LAAYACHI NOUAR et le Directeur du Laboratoire des Matériaux Non Métalliques qui m'ont permis d'effectuer des essais au sein de leur structure. Mes sincères remerciements vont aussi au technicien du laboratoire, M. NOUARI, pour son aide précieuse lors des essais de caractérisation.*

## ***Dédicace***

*Je dédie humblement ce travail à mes parents bien-aimés, mon père et ma mère, dont l'amour inconditionnel et le soutien indéfectible ont été la source inépuisable de ma motivation et de ma persévérance tout au long de ce parcours. Qu'ils trouvent ici le fruit de leurs innombrables sacrifices et le témoignage de ma profonde gratitude.*

*Je dédie également cette thèse à mes chers frères et à ma sœur bien-aimée, dont la présence affectueuse et les marques d'affection m'ont été d'un réconfort sans faille. Puisse ce modeste aboutissement être à la hauteur de leur estime.*

*Je souhaite également dédier ce travail à ma tendre épouse, dont la patience, la compréhension m'ont été d'un soutien inestimable durant cette aventure. Qu'elle y trouve le témoignage de ma profonde reconnaissance.*

*Enfin, je dédie cette thèse à mes adorés enfants, Wael et Wassim, qui illuminent ma vie de leur joie et leur innocence. Cette réalisation être pour eux une source d'inspiration et de fierté.*

*Je ne saurais oublier de dédier cette thèse à la mémoire des martyrs de Gaza et à tous mes chers amis, dont la présence bienveillante et le soutien indéfectible ont été d'un apport inestimable tout au long de ce parcours.*

<i>Introduction générale</i> .....	1
<i>Chapitre 01 : généralités sur les verres</i> .....	5
1.1 <i>Introduction</i> .....	5
1.2 <i>Verre</i> .....	8
1.2.1 <i>Définition</i> .....	8
1.2.2 <i>Structure du verre</i> .....	9
1.2.3 <i>Familles des verres</i> .....	11
1.2.3.1 <i>Verres d'Oxydes</i> .....	11
1.2.3.2 <i>Verres Chalcogénures</i> .....	12
1.2.3.4 <i>Verres d'Halogénures</i> .....	14
1.2.3.5 <i>Verres Métalliques</i> .....	15
1.2.3.6 <i>Vitrocéramiques</i> .....	17
1.2.4 <i>Propriétés du verre</i> .....	18
1.2.4.1 <i>Transmission optique</i> .....	18
1.2.4.2 <i>Densité du Verre</i> .....	20
1.2.4.4 <i>La Viscosité du Verre</i> .....	21
1.2.4.5 <i>Dureté du verre</i> .....	25
1.3 <i>Ténacité à la Rupture des Verres</i> .....	28
1.5 <i>Élasticité du Verre</i> .....	34
1.6 <i>Propriétés élastiques</i> .....	35
1.6.1 <i>Module de Young</i> .....	35
1.6.2 <i>Coefficient de Poisson dans les Verres</i> .....	37
1.7 <i>Contraintes dans le verre</i> .....	38
1.7.1 <i>Contraintes induites par indentation</i> .....	38
1.7.2 <i>Contraintes induites par trempe</i> .....	41
1.7.2.1 <i>Trempe thermique</i> .....	41
1.7.2.2 <i>Trempe chimique</i> .....	42
1.8 <i>Mesure des contraintes résiduelles dans le verre</i> .....	45
1.8.1 <i>Mesure des contraintes résiduelles par l'indentation Vickers</i> .....	45
1.8.2 <i>Mesure des contraintes résiduelles par photoélasticimétrie</i> .....	46

1.9 Analyse de Weibull .....	48
1.10 Conclusion.....	50
Chapitre 02 : Influence de l'effet chimique sur le verre flotté .....	53
2.1 Introduction .....	53
Figure 2.1: les procédés de fabrication du verre flotté. Pilkington et al (1984). .....	54
2.3 Propriétés physiques.....	56
2.4 Attaque atmosphérique ou altération .....	58
2.5 Propriétés mécaniques .....	60
2.6 Corrosions du verre flotté.....	63
2.7 Attaque par les solutions aqueuses .....	64
2.8 Effets de la corrosion sur les propriétés mécaniques du verre flotté .....	65
2.9 Conclusion.....	67
Chapitre 3 : Partie expérimentale.....	70
3.1 Introduction.....	70
3.2 Matériaux utilisés.....	71
3.2.1 Verre silico-sodo-calcique.....	71
3.2.2 Sels utilisés .....	73
3.2.3 Eau distillée .....	74
3.3 Techniques et moyens utilisés .....	74
3.3.1 Four électrique .....	75
3.3.2 Machine de traction.....	77
3.3.3 Dispositifs d'indentation.....	80
3.3.4 Microscopie optique .....	82
3.3.5 Microscopie à force atomique .....	84
3.3.6 Lampe UV.....	86
3.4 Analyse des contraintes résiduelles d'indentation par photoélasticimétrie .....	87
Chapitre 4 : résultats et discussions .....	91

<i>4.1 Introduction</i> .....	91
<i>4.2 Étude des profondeurs induites par indentation.</i> .....	91
<i>4.4 Étude des contraintes résiduelles d'indentation par photoélasticimétrie</i> .....	100
<i>4.5 Étude de l'effet de l'environnement et la vitesse de chargement sur les paramètres de weibull</i> .....	106
<i>4.6 Analyse des effets des défauts induits par l'indentation Vickers sur la résistance et la probabilité de défaillance du verre flotté lors des tests de flexion anneau sur anneau dans un milieu sec et humide</i> .....	115
<i>4.7 Conclusion</i> .....	122
<i>Conclusion générale</i> .....	125

<b>Figure 1.1 :</b> Verre métallique en vrac (à gauche), verre métallique en ruban (au milieu) et verre de fenêtre (à droite) Hirata, A et al (2016).	17
<b>Figure 1.2:</b> interaction d'une onde lumineuse incidente avec une lame de verre.	20
<b>Figure 1.3:</b> (a) représentation schématique de l'écaillage produit par indentation et (b) variation de $P/hb^{3/2}$ en fonction de $c/hb$ du bord Alain Iost. (2013).	32
<b>Figure 1.4:</b> Courbe d'indentation sous charge imposée X Li et al (1997).	34
<b>Figure 1.5:</b> Zones plastique et élastique après indentation Vickers Eumelen. (2022).....	39
<b>Figure 1.6:</b> Distribution des contraintes principales durant le cycle charge/décharge d'indentation, montrant transition entre compression et tension (Harano, 1982).....	40
<b>Figure 1.7:</b> Schémas de l'échange d'ions : (A) avant l'échange d'ions, (B) après l'échange d'ions Wang et al. (2021).	43
<b>Figure 1.8:</b> Les illustrations sont des sections transversales de verre. (A) avant l'échange d'ions ; (B) après l'échange d'ions Cat-i Glass (2019),	44
<b>Figure 1.9:</b> Configuration d'indentations secondaires placées dans le quadrant formé par les fissures primaires d'une indentation Vickers initiale (Zeng/Rowcliffe, 1994).	46
<b>Figure 1.10:</b> Polariscope circulaire visualisant contraintes d'épaisseur (axe x) et membranaires (axe z) par franges isochromatiques dans verres flotté et trempé (Ramesh, 2016)..	48
<b>Figure 2.1:</b> les procédés de fabrication du verre flotté. Pilkington et al (1984).	54
<b>Figure 2.2:</b> Illustration d'un schéma de diffusion de l'étain à la surface du verre flotté en contact avec le bain d'étain fondu Krohn et al. (2002),	56
<b>Figure 2.3:</b> Les images AFM ont été acquises pour (a) la face non-étain et (b) la face étain Modi et al. (2005).	57
<b>Figure 2.4:</b> Densité du verre en fonction de la concentration corrigée en SnO <sub>2</sub> Ziemath et al. (2005).	59
<b>Figure 2.5:</b> Spectres d'absorption optique d'échantillons de verre contenant différentes concentrations de SnO <sub>2</sub> .: Absorption entre 300 et 650 nm Ziemath et al. (2005).	60
<b>Figure 2.6:</b> Comparaison du module en profondeur sur les faces air et étain d'un verre flotté de 2 mm par indentation (200–15 000 uN) . Howell et al. (2008) en gras) correspond au côté étain, tandis que la ligne en pointillés correspond au côté air Howell et al. (2008)	61
<b>Figure 2.7:</b> Influence des ions étain (Sn <sup>2+</sup> et Sn <sup>4+</sup> ) sur les propriétés mécaniques et acoustiques du verre flotté. Goodman et Derby (2011)	63

<b>Figure 2.8:</b> Dureté Vickers de (A) côté air et (B) côté étain du verre recuit et trempé He et al. (2021)	63
<b>Figure 2.9:</b> La dureté en fonction de la profondeur d'indentation sur les côtés air et étain à différents temps de corrosion Li et al. (2016),	66
<b>Figure 2.10:</b> Dureté et ténacité du verre en fonction de la teneur en eau induites par indentation Vickers (Zheng, 2024).	67
<b>Figure 3.1:</b> Four électrique utilisé.	76
<b>Figure 3.2:</b> Machine de traction ZWICK-ROELL Z250	77
<b>Figure 3.3:</b> Différentes positions des empreintes par rapport à la limite de l'anneau	79
<b>Figure 3.4:</b> Tests de flexion biaxiale concentriques	79
<b>Figure 3.5:</b> Dispositif d'indentation	81
<b>Figure 3.6:</b> Microscope universel Euromex de type OXION	82
<b>Figure 3.7:</b> Le spectromètre de fluorescence des rayons X (XRF)	83
<b>Figure 3.8:</b> Microscope à force atomique (AFM) conventionnel de modèle MFP 3D	85
<b>Figure 3.9:</b> Lampe UV	86
<b>Figure 3.10:</b> Montage utilisé pour la photoélasticimétrie	88
<b>Figure 4.A:</b> Profil et micrographie 3D d'une empreinte avec une charge de $P = 0,5$ N sur un verre brut (côté étain).	94
<b>Figure 4.B:</b> Profil et micrographie 3D d'une empreinte avec une charge de $P = 0,5$ N sur un verre brut (côté air).	94
<b>Figure 4.C:</b> Profil et micrographie 3D d'une empreinte avec une charge de $P = 0,5$ N sur un verre traité chimiquement pendant 2 heures (côté étain).	94
<b>Figure 4.D:</b> Profil et micrographie 3D d'une empreinte avec une charge de $P = 0,5$ N sur un verre traité chimiquement pendant 2 heures (côté air)	95
<b>Figure 4.1:</b> Les figures (A-B-C et D) montrent les micrographies 3D et les profils d'une empreinte de 0,5 N obtenue par AFM sur du verre brut et traité chimiquement pendant 2 heures.	95
<b>Figure 4.2 :</b> évolution de la profondeur en fonction de la charge appliquée pour le côté étain et le côté air	96
<b>Figure 4.3:</b> Évolution de la profondeur en fonction du temps de maintien a) côté étain b) côté air.	97
<b>Figure 4.4:</b> Évolution des contraintes de compression dans le verre trempé chimiquement (côté air et côté étain) indenté avec $P=1$ N.	100

<b>Figure 4.5:</b> Micrographie de l'élasticimétrie par indentation sur la surface faisant face à l'étain avec $P = 0,5, 1$ et $5N$ , et différents temps de maintien de 2, 4 et 6 heures. _____	103
<b>Figure 4.6:</b> Micrographie de l'élasticimétrie par indentation sur la surface air indentée avec $P = 0,5, 1$ et $5N$ , avec différents temps de maintien de 2, 4 et 6 heures. _____	104
<b>Figure 4.7:</b> Isochromes of the tin-facing surface indented with $P = 0.5, 1$ , and $5N$ , and different holding times of 2, 4, and 6 hours. _____	105
<b>Figure 4.8:</b> Isochrones of the indented air-facing surface with $P = 0.5, 1$ , and $5N$ , and different holding times of 2, 4, and 6 hours.....	106
<b>Figure 4.9 :</b> Graphique de distribution log-normale (côté air, 0,3 mm/min, dans l'eau ____	111
<b>Figure 4.10 :</b> Graphique de distribution log-normale (côté étain, 0,3 mm/min, dans l'eau _	111
<b>Figure 4.11 :</b> Graphique de distribution log-normale (côté air, 0,165 mm/min, dans l'air) _____	111
<b>Figure 4.12 :</b> Graphique de distribution log-normale (côté étain, 0,165 mm/min, dans l'air) _____	112
<b>Figure 4.13 :</b> Graphique de distribution log-normale (côté air, 0,165 mm/min, dans l'eau) _____	112
<b>Figure 4.14 :</b> Graphique de distribution log-normale (côté étain, 0,165 mm/min, dans l'eau) _____	112
<b>Figure 4.15 :</b> Graphique de distribution log-normale (côté air, 0,3 mm/min, dans l'air) ____	113
<b>Figure 4.16 :</b> Graphique de distribution log-normale (côté étain, 0,3 mm/min, dans l'air) _____	113
<b>Figure 4.17:</b> lognormal pour trois distances (0 mm, 8 mm, 16 mm) et deux charges (1 N et 10 N).dans un milieu sec _____	120
<b>Figure 4.18:</b> lognormal pour trois distances (0 mm, 8 mm, 16 mm) et deux charges (1 N et 10 N).dans un milieu humide _____	121

<b>Tableau 1.1:</b> La viscosité et la température sont indiquées pour l'épaisseur d'équilibre du verre fondu. Bessmertnyi et Krokhin (2001) .....	23
<b>Tableau 1.2:</b> différents indenteurs, avec l'angle du diamant et la forme associée Shimizu (2021) .....	27
<b>Tableau 1.3:</b> géométrie des différents indenteurs et empreintes correspondantes.....	28
<b>Tableau 1.4 :</b> Valeurs indicatives des modules d'élasticité E de divers matériaux à température ambiante Wilfried Kurz, (1999).....	36
<b>Tableau 3.1 :</b> Propriétés du verre utilisé.....	72
<b>Tableau 3.2 :</b> Composition chimique du verre étudié, déterminée par spectrométrie de fluorescence X (XRF) .....	73
<b>Tableau 4.1 :</b> Profondeur (h) induite par indentation Vickers (côté étain) pour différents temps de maintien et charges appliquées .....	92
<b>Tableau 4.2:</b> Profondeur (h) induite par indentation Vickers (côté air) pour différents temps de maintien et charges appliquées .....	92
<b>Tableau 4.3 :</b> Valeurs de $\eta$ (eta) et $\beta$ (beta) pour $P = 1N$ . .....	116
<b>Tableau 4.4 :</b> Valeurs de $\eta$ (eta) et $\beta$ (beta) pour $P = 10N$ . .....	116
<b>Tableau 4.5 :</b> Valeurs de $\eta$ (eta) et $\beta$ (beta) pour $P = 1N$ . .....	117
<b>Tableau 4.6:</b> Valeurs de $\eta$ (eta) et $\beta$ (beta) pour $P = 10N$ . .....	117

## **Introduction générale**

Le verre, matériau omniprésent dans notre environnement quotidien et technologique, continue de fasciner les scientifiques et les ingénieurs par la complexité de ses propriétés et la diversité de ses applications. Depuis des millénaires, le verre joue un rôle important dans le développement de la civilisation humaine, évoluant d'un simple matériau décoratif à un composant essentiel dans les technologies modernes. Cette thèse se propose d'explorer en profondeur les propriétés mécaniques du verre flotté, en mettant l'accent sur l'influence des traitements de surface, des conditions environnementales et des défauts induits sur son comportement mécanique.

La compréhension des mécanismes qui régissent la résistance et la durabilité du verre est d'une importance capitale dans de nombreux domaines, allant de l'architecture à l'électronique en passant par l'industrie automobile. Les avancées récentes dans les techniques de caractérisation et d'analyse statistique offrent de nouvelles opportunités pour élucider les subtilités du comportement mécanique du verre à différentes échelles. Ces progrès sont essentiels pour répondre aux exigences croissantes en termes de performance et de fiabilité dans des applications toujours plus diversifiées et complexes.

Cette étude s'articule autour de plusieurs axes de recherche complémentaires, chacun apportant une perspective unique sur les propriétés mécaniques du verre flotté :

**Asymétrie des propriétés mécaniques :** Nous examinons en détail l'asymétrie des propriétés mécaniques entre les faces étain et air du verre flotté, résultat direct du processus de fabrication. Cette analyse est fondamentale pour comprendre comment le processus de production influence les caractéristiques finales du matériau et pour optimiser son utilisation dans diverses applications.

**Impact des traitements de trempe chimique :** Nous explorons l'impact des traitements de trempe chimique sur la distribution des contraintes de compression dans le verre. Cette investigation vise à élucider les mécanismes de renforcement et à identifier les paramètres optimaux pour améliorer la résistance mécanique du verre.

**Visualisation des contraintes résiduelles :** La photoélasticimétrie est employée pour visualiser directement les champs de contraintes résiduelles, offrant des insights précieux sur leur

évolution en fonction des conditions de traitement. Cette technique non destructive permet une compréhension approfondie de la distribution spatiale des contraintes dans le matériau.

Analyse statistique des propriétés mécaniques : Une attention particulière est portée à l'analyse statistique des propriétés mécaniques du verre, utilisant le modèle de Weibull pour caractériser la distribution de la résistance à la rupture sous différentes conditions environnementales et de chargement. Cette approche permet d'évaluer non seulement la résistance moyenne, mais aussi la fiabilité du matériau dans diverses conditions d'utilisation.

Influence des défauts de surface : Nous étudions l'influence des défauts de surface induits par indentation Vickers sur le comportement mécanique du verre, en examinant comment leur position et les conditions environnementales affectent la propagation des fissures et la résistance globale du matériau. Cette analyse est essentielle pour comprendre les mécanismes de rupture et pour développer des stratégies de renforcement efficaces.

Effets de l'environnement : Une attention particulière est accordée à l'étude de l'influence de l'environnement, notamment de l'humidité, sur les propriétés mécaniques du verre. Cette analyse est vitale pour prédire le comportement du verre dans des conditions réelles d'utilisation et pour développer des traitements de surface adaptés.

Cette recherche vise à contribuer significativement à la compréhension fondamentale des propriétés mécaniques du verre flotté, tout en fournissant des insights précieux pour l'optimisation des processus de fabrication et de traitement. Les résultats de cette étude ont des implications directes pour l'amélioration de la durabilité des produits en verre dans diverses applications industrielles et architecturales.

La présente thèse s'articule autour de quatre chapitres principaux, organisés de manière logique pour permettre une compréhension approfondie des propriétés mécaniques du verre flotté silico-sodo-calcique et leur évolution suite à un traitement par échange ionique.

Le Chapitre 1 intitulé Généralités sur les verres présente une synthèse des connaissances fondamentales sur les verres : définition, structure atomique (ordre à courte, moyenne et longue portée), principales familles de verres (oxydes, chalcogénures, halogénures, métalliques, vitrocéramiques) ainsi que leurs propriétés physiques et mécaniques. Ce chapitre aborde également les notions essentielles liées à l'échange ionique et à la résistance mécanique du verre, notamment la théorie de Weibull.

Le Chapitre 2 est consacré à l'étude des effets chimiques et environnementaux sur le verre flotté. Il examine en détail les différences entre les deux faces du verre (air et étain), la diffusion de l'étain dans la matrice vitreuse, les phénomènes de corrosion sous contrainte, ainsi que

l'influence de l'humidité sur la propagation des fissures. Les méthodes de caractérisation utilisées pour analyser ces effets sont également décrites.

Le Chapitre 3 présente la partie expérimentale, incluant les matériaux utilisés (verre silico-sodocalcique, sels, eau distillée), les équipements (four électrique, machine de traction, dispositifs d'indentation, microscopie optique et à force atomique) et les protocoles expérimentaux mis en œuvre. Ce chapitre décrit également les techniques employées pour analyser les contraintes résiduelles induites par indentation, notamment la photoélasticimétrie.

Enfin, le Chapitre 4 propose une analyse détaillée des résultats expérimentaux et leur interprétation. Il inclut l'étude des profondeurs induites par indentation Vickers, l'évolution des contraintes résiduelles, ainsi que l'effet du traitement par échange ionique sur les propriétés mécaniques du verre. Des corrélations entre les modifications structurales et les performances mécaniques sont discutées, permettant de tirer des conclusions pertinentes sur l'amélioration de la résistance du verre traité.

Ainsi, cette thèse offre une vue globale et structurée des relations entre la composition, la structure, les traitements thermochimiques et les propriétés mécaniques du verre flotté, avec un focus particulier sur les effets induits par le traitement d'échange ionique.

*Chapitres 01*  
*Généralités sur les verres*

## Chapitre 01 : généralités sur les verres

### 1.1 Introduction

Les verres représentent l'un des états de la matière les plus énigmatiques et fascinants étudiés en physique de la matière condensée. Comme le soulignent Zanotto et Mauro (2017), la définition même de l'état vitreux et son destin ultime continuent de susciter des débats au sein de la communauté scientifique. Bien que l'utilisation des verres remonte à des millénaires, avec des applications allant des outils primitifs aux technologies modernes, notre compréhension de leur nature fondamentale reste incomplète.

Les recherches récentes, telles que celles menées par Yu et al. (2015), ont mis en lumière des comportements inattendus des verres à basse température, notamment une relaxation exponentielle étirée, qui défie les modèles classiques. Cette complexité se reflète également dans la quête de ce que Royall et al. (2018) appellent le "verre idéal", un état hypothétique de la matière qui pourrait nous éclairer sur la nature profonde de la transition vitreuse.

Berthier et Biroli (2011) offrent une perspective théorique sur la transition vitreuse et les matériaux amorphes, soulignant la richesse des phénomènes physiques en jeu et les défis conceptuels qui persistent. Parallèlement, des avancées expérimentales, comme celles rapportées par Ruta et al. (2014), révèlent la dynamique atomique rapide dans les verres de réseau, ouvrant de nouvelles voies pour comprendre leurs propriétés uniques.

La science du verre, bien qu'ancrée dans une histoire millénaire, a connu une évolution remarquable au cours des deux derniers siècles. Comme le soulignent Mauro et Zanotto (2014), l'étude du verre est passée d'un art empirique à une discipline scientifique rigoureuse, marquée par des avancées significatives dans notre compréhension de sa structure et de ses propriétés. Cette transformation a ouvert la voie à des innovations révolutionnaires dans de nombreux domaines technologiques.

Les origines de la fabrication du verre remontent à l'Antiquité, mais ce n'est qu'au cours des dernières décennies que nous avons commencé à percer véritablement ses secrets à l'échelle atomique. Wondraczek et al. (2011) mettent en lumière les progrès récents vers la création de verres ultrasolides, illustrant comment la recherche moderne repousse les limites de ce que nous pensions possible avec ce matériau ancestral.

Malgré des millénaires d'utilisation et des siècles de recherche, le verre continue de fasciner les scientifiques et les ingénieurs. Les défis actuels, tels que l'amélioration de la résistance mécanique et la compréhension approfondie de la transition vitreuse, témoignent de la

complexité persistante de ce matériau apparemment simple. Cette quête de connaissances promet non seulement d'enrichir notre compréhension fondamentale de la matière, mais aussi de catalyser le développement de nouvelles applications transformatrices pour la société moderne.

L'histoire du verre est un domaine fascinant de l'archéologie, offrant des perspectives uniques sur le développement technologique et culturel des civilisations anciennes. Les premières preuves de production de verre remontent à environ 2500 av. J.-C. en Mésopotamie et en Égypte, où il était principalement utilisé pour la fabrication de perles et de petits objets décoratifs (Rehren & Freestone, 2015).

La production de verre à grande échelle a commencé vers 1600-1500 av. J.-C., coïncidant avec l'émergence du Nouvel Empire en Égypte. À cette époque, le verre était considéré comme un matériau précieux, souvent associé à la royauté et utilisé pour imiter des pierres semi-précieuses comme le lapis-lazuli (Duckworth, 2012). La couleur jouait un rôle important dans la perception et la valeur du verre, avec une préférence marquée pour les teintes bleues et turquoise.

Au cours du premier millénaire av. J.-C., la production de verre s'est étendue à travers le Proche-Orient et la Méditerranée. L'analyse des isotopes de néodyme et de strontium a permis aux chercheurs de retracer l'origine et la diffusion des technologies de fabrication du verre (Degryse et al., 2009). Ces études ont révélé que la production primaire de verre était concentrée dans un nombre limité de sites, principalement en Égypte et au Levant, d'où le verre brut était exporté vers des ateliers secondaires pour être façonné en objets finis.

L'époque romaine a marqué une révolution dans la technologie du verre avec l'invention du soufflage au Ier siècle av. J.-C. Cette technique a considérablement accéléré la production et démocratisé l'utilisation du verre, le rendant accessible à une plus large partie de la population (Rehren & Freestone, 2015).

Au Moyen Âge, la production de verre a connu un renouveau en Europe, notamment à Venise. Les verriers vénitiens ont développé de nouvelles techniques et compositions, notamment le cristal, un verre particulièrement clair et transparent (Rehren & Freestone, 2015).

L'étude archéométrique du verre ancien continue de fournir des informations précieuses sur les échanges commerciaux, les transferts de technologies et l'organisation sociale des civilisations passées. Les avancées en matière d'analyse chimique et isotopique permettent aujourd'hui une compréhension plus fine de la provenance et des méthodes de production du verre ancien, ouvrant de nouvelles perspectives sur notre compréhension du passé (Degryse et al., 2009).

L'évolution de la production et de l'utilisation du verre a connu des avancées significatives depuis la révolution industrielle jusqu'à nos jours. Comme le souligne Richet (2021) dans "L'âge

du verre", cette période a marqué un tournant décisif dans l'industrie verrière. Les innovations techniques, notamment dans le soufflage mécanique, ont permis une production à grande échelle, transformant radicalement les procédés de fabrication.

Au cours du XXe siècle, l'industrie du verre a connu une diversification remarquable de ses techniques et applications. Shelby (2020) dans son "Introduction to Glass Science and Technology" met en lumière le développement de procédés novateurs tels que le verre flotté et le verre trempé. Ces avancées ont révolutionné l'utilisation du verre dans l'architecture moderne, permettant la création de grandes surfaces vitrées et de matériaux plus résistants et sécurisés.

L'ère contemporaine a vu l'émergence de nouvelles formes de verre, comme les fibres de verre. Kozhukharov et Tchaoushev (2018) expliquent dans leur ouvrage sur les matériaux composites que ces fibres, légères et résistantes, ont trouvé de nombreuses applications dans l'isolation et les matériaux composites, élargissant considérablement le champ d'utilisation du verre.

Aujourd'hui, comme le montre le rapport de Jain et Velpula (2022) sur le marché du verre intelligent, ce matériau est omniprésent dans notre quotidien. Il est utilisé dans la construction, l'emballage, l'électronique, et même dans les technologies de pointe comme les panneaux solaires et les écrans intelligents. Ashby et Jones (2019) soulignent dans leur livre sur les matériaux d'ingénierie l'importance croissante du verre dans les applications technologiques modernes.

Par ailleurs, Aerts et al. (2021) mettent en évidence dans leur ouvrage sur la chimie et l'histoire du verre son rôle continu dans l'art et l'architecture. Le verre reste un matériau d'expression artistique important, exploité de manière créative dans l'art contemporain.

Enfin, comme le suggèrent Mauro et Zanotto (2022) dans leur article sur les frontières de la science du verre, ce matériau continue d'évoluer. Les recherches actuelles ouvrent la voie à de nouvelles propriétés et applications, promettant un avenir encore plus innovant pour ce matériau millénaire.

Les avancées scientifiques et technologiques dans le domaine du verre continuent de repousser les frontières de sa fabrication et de ses applications. Comme le soulignent Zanotto et Mauro (2017), notre compréhension de l'état vitreux de la matière s'approfondit, permettant le développement de matériaux aux propriétés remarquables. Parmi ces innovations, on trouve le verre ultra-résistant, dont les propriétés mécaniques sont explorées par Wondraczek et al. (2011), offrant des perspectives pour des verres quasi incassables et résistants aux rayures.

Le concept de verre autonettoyant, examiné en détail par Ganesh et al. (2011), représente une avancée significative dans la fonctionnalisation des surfaces vitreuses. Parallèlement, les travaux de Pagliaro et al. (2009) sur les cellules solaires flexibles ouvrent la voie à des

applications de verre flexible, élargissant considérablement le champ des possibles pour ce matériau millénaire.

L'histoire fascinante du verre, racontée par Macfarlane et Martin (2002), témoigne de son rôle central dans l'évolution des techniques, des cultures et des sociétés à travers les âges. De la fabrication artisanale aux procédés industriels modernes décrits par Bourhis (2014), le verre a constamment évolué, s'adaptant aux besoins changeants de l'humanité. Aujourd'hui, il demeure un matériau essentiel et omniprésent dans notre vie quotidienne, des écrans de smartphones aux fenêtres intelligentes, en passant par les instruments optiques de pointe.

## 1.2 Verre

### 1.2.1 Définition

Le verre, omniprésent dans notre environnement quotidien et technologique, représente un matériau d'une complexité remarquable, dont la nature et les propriétés continuent de fasciner les chercheurs. Angell (1995) propose une vision fondamentale du verre comme le résultat d'un processus de refroidissement rapide d'un liquide, où la vitesse de refroidissement surpasse la cinétique de cristallisation. Ce phénomène conduit à la formation d'une structure amorphe, figée dans un état de non-équilibre thermodynamique. Cette interprétation est d'une grande importance pour comprendre la transition vitreuse, un phénomène clé dans la formation du verre.

Zanotto et Mauro (2017) approfondissent cette conception en affirmant que le verre représente un état distinct de la matière. Ils remettent en question la notion simpliste du verre comme un "liquide figé", soulignant ses propriétés uniques qui le distinguent à la fois des liquides et des solides cristallins. Leur travail met en lumière la complexité de l'état vitreux et son importance dans la compréhension des états de la matière.

D'un point de vue structurel, Varshneya (1994) offre une description détaillée du verre comme un réseau tridimensionnel désordonné, principalement composé d'oxydes de silicium. Cette structure atomique, caractérisée par l'absence de périodicité à longue distance, est fondamentale pour expliquer les propriétés macroscopiques du verre. Varshneya souligne l'importance des liaisons covalentes dans ce réseau et comment elles influencent les propriétés physiques du matériau.

Shelby (1997, 2005) apporte une perspective compréhensive sur la relation entre la structure, la composition et les propriétés du verre. Il explique que la structure désordonnée est à l'origine des propriétés optiques uniques du verre, notamment sa transparence et sa translucidité. Shelby détaille la composition chimique typique du verre, dominée par la silice ( $\text{SiO}_2$ ) à 70-74% en

masse, et explique comment l'ajout d'autres oxydes (fondants, stabilisants, intermédiaires et colorants) permet de modifier finement les propriétés du verre. Cette flexibilité compositionnelle est vitale pour adapter le verre à diverses applications technologiques.

Sur le plan mécanique, Rodrigues et al. (2003) offrent une analyse approfondie des propriétés mécaniques du verre. Ils mettent en évidence la dualité entre la dureté et la fragilité du verre. La dureté élevée et le module d'élasticité important sont attribués aux fortes liaisons covalentes dans le réseau vitreux. Cependant, ces mêmes caractéristiques conduisent à une fragilité intrinsèque. Rodrigues et al. Expliquent comment l'absence de mécanismes de déformation plastique à température ambiante résulte en un comportement de rupture fragile, caractérisé par une propagation rapide des fissures sans déformation plastique significative.

Angell (1995) complète cette analyse mécanique en explorant la relation entre la structure vitreuse et le comportement mécanique. Il souligne que l'absence de plans de glissement réguliers, typiques des structures cristallines, empêche la déformation plastique du verre à température ambiante. Cette caractéristique est directement liée à la nature amorphe du matériau et explique son comportement de rupture fragile.

La synthèse de ces perspectives offre une vision multidimensionnelle du verre. Elle intègre les aspects thermodynamiques de sa formation (Angell, 1995), sa nature comme état distinct de la matière (Zanotto et Mauro, 2017), sa structure atomique complexe (Varshneya, 1994), sa composition chimique versatile et ses propriétés optiques uniques (Shelby, 1997, 2005), ainsi que son comportement mécanique particulier (Rodrigues et al., 2003).

Cette compréhension approfondie du verre a des implications significatives dans divers domaines technologiques et scientifiques. Elle guide le développement de nouveaux types de verres aux propriétés spécifiques, comme les verres bioactifs pour applications médicales, les verres à haute résistance mécanique pour l'industrie automobile et aérospatiale, ou encore les verres spéciaux pour l'optique et la photonique.

### **1.2.2 Structure du verre**

Elliott (1991), dans son ouvrage séminal "Physics of Amorphous Materials", propose une analyse exhaustive de la structure des matériaux amorphes, avec un accent particulier sur le verre. Il met en évidence le concept fondamental d'absence d'ordre à longue distance dans la structure atomique du verre, une caractéristique qui le distingue radicalement des matériaux cristallins. Elliott développe une théorie sophistiquée pour expliquer comment cette absence d'ordre périodique influence les propriétés électroniques, optiques et mécaniques du verre.

Spécifiquement, Elliott introduit le concept de "ordre à moyenne portée" (medium-range order) dans les verres, qui décrit les corrélations structurelles au-delà des premiers voisins mais en deçà de l'échelle macroscopique. Cette notion est importante pour comprendre les propriétés de transport électronique et la diffusion de la lumière dans les verres.

Cobb et Kingery (2019) ont apporté une contribution significative à la modélisation de la structure du verre avec leur "modèle de verre sphérique". Ce modèle innovant propose une représentation géométrique de l'agencement atomique dans le verre, offrant une nouvelle perspective sur l'organisation structurelle à l'échelle atomique.

Le modèle de Cobb et Kingery se base sur l'hypothèse que les atomes dans le verre peuvent être représentés par des sphères de différentes tailles, empilées de manière aléatoire mais avec des contraintes géométriques spécifiques. Cette approche permet de simuler la distribution des angles de liaison et des distances interatomiques observées expérimentalement dans les verres. L'importance de ce modèle réside dans sa capacité à prédire certaines propriétés macroscopiques du verre, telles que la densité et le module élastique, à partir de considérations structurelles microscopiques. Il offre également un cadre conceptuel pour comprendre la formation de "vides" dans la structure du verre, qui jouent un rôle très important dans les processus de diffusion et de relaxation structurelle.

Moore et Smart (2001), dans leur ouvrage apportent une perspective chimique essentielle sur la formation du verre. Ils élaborent une analyse détaillée du processus de vitrification, mettant l'accent sur les aspects cinétiques de la transition liquide-verre.

Les auteurs expliquent comment le refroidissement rapide d'un liquide empêche la réorganisation structurelle nécessaire à la cristallisation. Ils introduisent le concept de "température de transition vitreuse" ( $T_g$ ), un paramètre vitale qui marque la transition entre l'état liquide surfondu et l'état vitreux. Moore et Smart soulignent que la vitesse de refroidissement influence directement la structure finale du verre, affectant ainsi ses propriétés thermodynamiques et mécaniques.

Les travaux fondamentaux de Pauling (1960) sur la nature des liaisons chimiques fournissent un cadre théorique essentiel pour comprendre les interactions atomiques dans le verre. Pauling développe une théorie quantitative des liaisons covalentes, particulièrement pertinente pour expliquer la formation et la stabilité des unités structurales de base dans les verres silicatés, notamment les tétraèdres  $\text{SiO}_4$ .

La théorie de Pauling sur la directionnalité des liaisons covalentes et le concept d'hybridation des orbitales atomiques permettent d'expliquer la rigidité et la fragilité caractéristiques du verre. Elle offre également une base pour comprendre la formation de liaisons mixtes ioniques-

covalentes dans les verres multi-composants, un aspect important pour la conception de verres aux propriétés spécifiques.

Zarzycki (1982), dans son ouvrage magistral "Les verres et l'état vitreux", présente une analyse exhaustive de l'état vitreux et des propriétés des verres. Il développe une théorie multi-échelle de l'organisation structurale du verre, allant des liaisons atomiques à courte portée jusqu'à l'arrangement à plus grande échelle des unités structurales.

Zarzycki propose une classification hiérarchique de la structure du verre :

- a) Ordre à courte portée : Concerne les liaisons chimiques et la géométrie locale autour des atomes individuels (ex : tétraèdres  $\text{SiO}_4$ ).
- b) Ordre à moyenne portée : Décrit l'agencement des unités structurales de base sur des distances de quelques nanomètres.
- c) Organisation à longue portée : Caractérise les hétérogénéités structurales à l'échelle micrométrique, telles que les fluctuations de densité ou les micro-séparations de phase.

Zarzycki établit des corrélations quantitatives entre cette structure multi-échelle et les propriétés macroscopiques du verre. Il développe des modèles mathématiques pour prédire des propriétés telles que la viscosité, la conductivité thermique et la résistance mécanique en fonction de la composition et de la structure du verre.

### 1.2.3 Familles des verres

#### 1.2.3.1 Verres d'Oxydes

Selon Musgraves et al. (2019), la production de verres à base de silice remonte à l'aube de l'Antiquité, coïncidant avec la maîtrise du feu par l'homme et l'âge du Bronze. Les auteurs notent que les plus anciens objets en verre façonnés par fusion datent d'environ 6000 ans avant J.-C., soulignant l'ancienneté remarquable de cette technologie. Cette découverte initiale est probablement le résultat d'une heureuse coïncidence, marquant le début d'une longue histoire d'innovation dans la production de verre.

Varshneya (2013) met en évidence la prépondérance des verres d'oxydes, en particulier les verres de silicate, dans la production mondiale de verre. Selon ses recherches, ces matériaux représentent environ 95% de la production totale, témoignant de leur importance déterminante dans l'industrie et la technologie modernes.

Makhloufi (2017), dans sa thèse de doctorat, offre une description détaillée de la structure des verres silicatés. Elle explique que ces verres se composent d'un réseau tridimensionnel de tétraèdres  $\text{SiO}_4$ , interconnectés par leurs sommets oxygène. Dans le cas spécifique du verre de silice pure ( $\text{SiO}_2$ ), chaque atome de silicium est entouré de quatre atomes d'oxygène, formant

ainsi un réseau entièrement polymérisé. Cette structure unique confère aux verres silicatés leurs propriétés caractéristiques.

Phalippou (2001), dans son article technique, souligne que la composition d'un verre industriel est généralement exprimée en pourcentage pondéral d'oxydes. Il explique que la présence de multiples éléments dans ces verres contribue au désordre structurel, facilitant ainsi la formation d'un état vitreux en empêchant la cristallisation lors du refroidissement. Cette observation est fondamentale pour comprendre la diversité des compositions verrières et leur capacité à former des structures amorphes stables.

Le verre sodocalcique, comme le décrit Varshneya (2013), est le plus répandu dans l'industrie. Sa composition typique comprend environ 70% de silice, 15% d'oxyde de sodium ( $\text{Na}_2\text{O}$ ) et 10% d'oxyde de calcium ( $\text{CaO}$ ). Ses principaux avantages sont son faible coût de production et sa bonne inertie chimique. Ces propriétés en font le matériau de choix pour la fabrication de vitres, bouteilles et récipients alimentaires.

Musgraves et al. (2019) mettent en lumière les caractéristiques uniques du verre borosilicaté, comme le célèbre Pyrex. L'ajout d'oxyde de bore ( $\text{B}_2\text{O}_3$ ) confère à ce verre une résistance exceptionnelle aux chocs thermiques. Cette propriété explique son utilisation répandue dans les équipements de laboratoire et les ustensiles de cuisine.

Phalippou (2001) discute des verres silicatés contenant des oxydes de plomb ( $\text{PbO}$ ). Ces verres se distinguent par leur brillance et leur indice de réfraction élevé, malgré la toxicité reconnue du plomb. Leur utilisation reste significative dans les domaines de l'optique et de l'art de la table, où ces propriétés optiques sont particulièrement valorisées.

Makhloufi (2017) évoque les verres aluminosilicatés, caractérisés par l'ajout d'oxyde d'aluminium ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Ces verres se distinguent par leur résistance mécanique et thermique exceptionnelle, ce qui explique leur utilisation dans la production de vitrocéramiques et de matériaux résistants aux hautes températures.

### 1.2.3.2 Verres Chalcogénures

Les verres chalcogénures (ChGs) représentent une classe fascinante de matériaux amorphes qui suscitent un intérêt croissant dans la communauté scientifique et technologique. Ces semi-conducteurs non cristallins offrent une combinaison unique de propriétés optiques, électroniques et structurelles, ouvrant la voie à de nombreuses applications innovantes dans divers domaines technologiques

Comme l'expliquent Eggleton et al. (2011), les verres chalcogénures sont principalement composés d'éléments chalcogènes du groupe 6a du tableau périodique, à savoir le soufre (S), le

sélénium (Se) et le tellure (Te). Ces éléments forment des liaisons covalentes avec des formateurs de réseau tels que l'arsenic (As), le germanium (Ge), l'antimoine (Sb), le gallium (Ga), le silicium (Si) ou le phosphore (P). Cette composition chimique unique confère aux ChGs une structure amorphe caractéristique, qui est à l'origine de leurs propriétés exceptionnelles.

La flexibilité de la composition des ChGs permet une modulation fine de leurs propriétés physico-chimiques. Seddon (1995) souligne que la variation des ratios entre les éléments chalcogènes et les formateurs de réseau peut considérablement influencer les propriétés optiques, thermiques et mécaniques du verre résultant.

L'une des caractéristiques les plus remarquables des verres chalcogénures, mise en évidence par Eggleton et al. (2011), est leur transparence exceptionnelle dans l'infrarouge lointain, s'étendant jusqu'à 20  $\mu\text{m}$  pour certaines compositions. Cette propriété les distingue nettement des verres d'oxydes conventionnels et ouvre de nouvelles possibilités pour les applications optiques dans l'infrarouge.

De plus, les ChGs présentent une non-linéarité optique particulièrement élevée. Eggleton et al. (2011) expliquent que cette caractéristique est due à la polarisabilité élevée des éléments chalcogènes et à la nature des liaisons covalentes dans ces matériaux. Cette non-linéarité peut être exploitée pour créer des dispositifs optiques avancés tels que des commutateurs optiques ultrarapides et des générateurs de supercontinuum.

Seddon (1995) met en lumière une propriété fascinante des ChGs : leur sensibilité photo-induite réversible et persistante. Cette caractéristique permet de modifier localement les propriétés optiques du matériau par exposition à la lumière, ouvrant ainsi la voie à des applications en photonique telles que la fabrication de réseaux de Bragg, de guides d'ondes optiques et de mémoires optiques réinscriptibles.

Les verres chalcogénures trouvent des applications dans un large éventail de domaines technologiques :

**Mémoires à Changement de Phase :** Eggleton et al. (2011) soulignent l'utilisation des ChGs dans les dispositifs de mémoire non volatile, exploitant la transition rapide entre les états amorphe et cristallin de ces matériaux.

**Cellules Solaires :** Seddon (1995) mentionne le potentiel des ChGs dans la fabrication de cellules solaires à couches minces, en raison de leur gap optique ajustable et de leur coefficient d'absorption élevé.

**Capteurs :** La sensibilité des ChGs aux radiations ionisantes, comme le note Seddon (1995), les rend particulièrement utiles pour la détection de rayonnements, tant en imagerie médicale que dans les environnements à haut risque.

Photonique Intégrée : Eggleton et al. (2011) décrivent en détail l'utilisation des ChGs dans la fabrication de circuits photoniques intégrés, tirant parti de leur non-linéarité élevée et de leur transparence infrarouge.

### 1.2.3.4 Verres d'Halogénures

Les verres d'halogénures représentent une catégorie fascinante de matériaux optiques, dont les propriétés uniques ouvrent de nouvelles perspectives dans le domaine de l'optique et de la photonique. Cette analyse approfondie vise à explorer la composition, les caractéristiques et les applications potentielles de ces verres innovants, en s'appuyant sur des recherches académiques récentes.

Lucas (1986) offre une perspective fondamentale sur ces "nouveaux verres", soulignant que les verres d'halogénures sont principalement composés d'halogénures métalliques. Ces composés incluent des fluorures, des chlorures ou des bromures, associés à des métaux lourds tels que le zirconium, le baryum ou le thallium. Cette composition chimique unique confère à ces verres des propriétés optiques exceptionnelles, notamment une grande transparence dans l'infrarouge. Olivier (2012), dans sa thèse de doctorat, approfondit notre compréhension de la structure de ces verres, en mettant l'accent sur les verres ZBLA (Zirconium, Baryum, Lanthane, Aluminium). Il explique que la faible énergie de phonons caractéristique de ces matériaux est à l'origine de leur remarquable transparence dans l'infrarouge lointain. Cette propriété est particulièrement importante pour les applications en optique infrarouge et en photonique.

La caractéristique la plus remarquable des verres d'halogénures est leur fenêtre de transparence étendue. Strutynski (2016) met en évidence, dans sa thèse, l'importance particulière du fluorure de zirconium ( $ZrF_4$ ) dans cette classe de matériaux. Le  $ZrF_4$  présente une plage de transparence exceptionnellement large, s'étendant de l'ultraviolet au moyen infrarouge (0,35 - 7  $\mu m$ ). Cette propriété fait du  $ZrF_4$  un composant clé dans la fabrication de verres d'halogénures pour diverses applications optiques avancées.

Strutynski (2016) fournit également des détails importants sur la structure cristalline du  $ZrF_4$ . Ce composé, décrit comme un solide incolore et insoluble dans l'eau, cristallise dans une structure de type rutile avec une symétrie tétragonale. Cette structure cristalline joue un rôle important dans les propriétés optiques et mécaniques des verres d'halogénures à base de  $ZrF_4$ . Olivier (2012) explore l'utilisation des verres ZBLA dopés au praséodyme pour la réalisation de guides d'ondes. Ces guides d'ondes, fabriqués par échange ionique, sont particulièrement prometteurs pour l'émission dans le visible. Cette application ouvre des perspectives intéressantes dans le domaine des lasers à fibres et des amplificateurs optiques.

Strutynski (2016) se concentre sur le développement de fibres tellurites pour la génération de sources supercontinuum dans l'infrarouge. Bien que son travail porte principalement sur les verres tellurites, il offre des perspectives pertinentes pour l'utilisation des verres d'halogénures dans des applications similaires, en raison de leur transparence étendue dans l'infrarouge.

Lucas (1986) suggère le potentiel des verres d'halogénures dans les systèmes d'imagerie thermique, tirant parti de leur excellente transmission dans l'infrarouge moyen et lointain.

Capteurs Chimiques et Biologiques La transparence étendue des verres d'halogénures les rend particulièrement adaptés pour la fabrication de capteurs optiques capables de détecter des espèces chimiques ou biologiques dans des régions spectrales inaccessibles aux verres conventionnels.

### 1.2.3.5 Verres Métalliques

Les verres métalliques représentent une classe de matériaux révolutionnaires qui défient la dichotomie traditionnelle entre les structures cristallines des métaux et l'état amorphe des verres. Cette analyse approfondie vise à explorer la nature, l'histoire, les propriétés uniques et les applications potentielles des verres métalliques, en s'appuyant sur des recherches académiques de pointe.

Greer (1995) offre une perspective historique déterminante sur l'émergence des verres métalliques. Il rapporte que le premier verre métallique, composé d'un alliage or-silicium (Au-Si), a été synthétisé en 1959 au California Institute of Technology (Caltech). Cette découverte pionnière a ouvert la voie à une nouvelle ère dans la science des matériaux, remettant en question les conceptions traditionnelles sur la structure des métaux.

Suite à cette percée initiale, Greer détaille l'évolution rapide du domaine dans les années 1960 et 1970, avec la découverte de nouveaux types de verres métalliques, notamment à base de palladium (Pd) et de fer (Fe). Ces avancées ont considérablement élargi la gamme de compositions et de propriétés accessibles dans cette nouvelle classe de matériaux.

Hirata et al. (2016) apportent un éclairage sur les techniques de fabrication des verres métalliques. Initialement, la formation de ces matériaux nécessitait des techniques de refroidissement ultrarapide pour supprimer la cristallisation et maintenir l'état amorphe. Cette contrainte limitait considérablement la taille et la forme des échantillons produits.

Un progrès majeur, souligné par Hirata et al., a été la production du premier verre métallique massif d'une taille d'un centimètre, réalisée avec un système à base de palladium. Cette avancée a marqué un tournant dans le domaine, démontrant la possibilité de produire des verres métalliques à une échelle macroscopique.

Les auteurs mettent également en lumière les développements des années 1990, où des verres métalliques massifs de grande taille ont été synthétisés avec succès en utilisant des méthodes de moulage relativement simples. Cette évolution a considérablement élargi les possibilités d'application industrielle de ces matériaux.

Greer (1995) examine en détail la structure atomique unique des verres métalliques. Contrairement aux métaux cristallins conventionnels, les verres métalliques présentent une structure atomique désordonnée, similaire à celle des liquides figés. Cette structure amorphe est à l'origine de leurs propriétés exceptionnelles.

Hirata et al. (2016) approfondissent cette analyse en utilisant des techniques avancées de modélisation computationnelle, notamment l'homologie computationnelle, pour étudier la structure des verres métalliques à l'échelle atomique. Leurs recherches révèlent des motifs structuraux complexes et des corrélations à moyenne portée qui jouent un rôle important dans les propriétés macroscopiques de ces matériaux.

Greer (1995) souligne les propriétés mécaniques remarquables des verres métalliques, notamment leur haute résistance mécanique, leur élasticité élevée et leur excellente résistance à la corrosion. Ces caractéristiques découlent directement de leur structure amorphe, qui élimine les défauts cristallins typiques des métaux conventionnels.

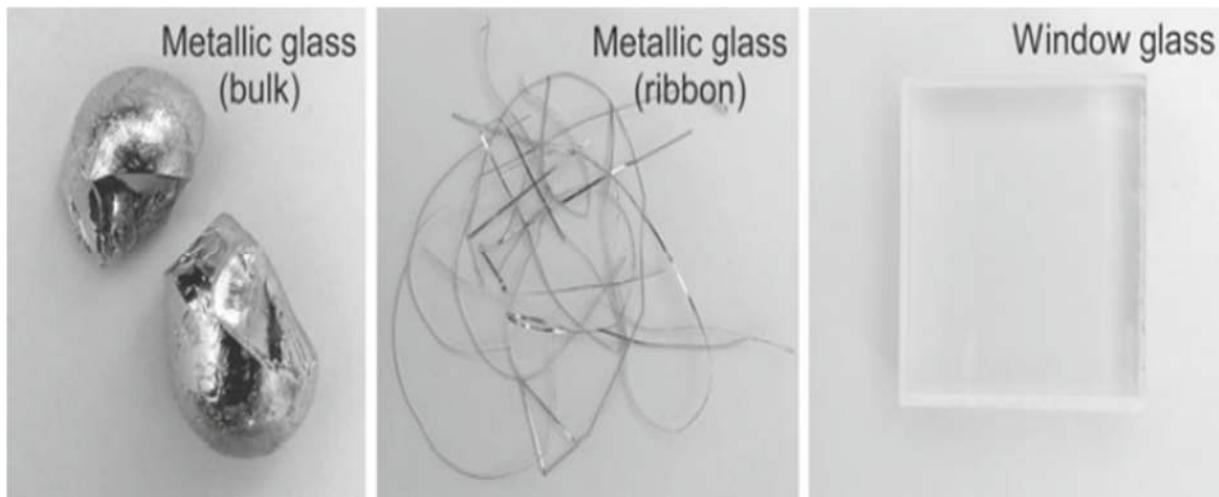
Hirata et al. (2016) complètent cette analyse en explorant les propriétés magnétiques uniques de certains verres métalliques. Ils mettent en évidence comment l'absence d'anisotropie cristalline dans ces matériaux peut conduire à des comportements magnétiques doux exceptionnels, ouvrant de nouvelles possibilités dans le domaine de l'électronique et des dispositifs magnétiques.

Greer (1995) évoque le potentiel des verres métalliques dans la fabrication de composants légers et ultra-résistants pour l'industrie aérospatiale.

Hirata et al. (2016) soulignent l'utilisation croissante des verres métalliques dans les composants électroniques, notamment pour leurs propriétés magnétiques douces.

Les deux études mentionnent le potentiel des verres métalliques dans la fabrication d'implants médicaux, en raison de leur biocompatibilité et de leurs propriétés mécaniques supérieures.

Greer (1995) évoque la possibilité d'utiliser des verres métalliques dans la conception de batteries et de supercondensateurs avancés.



**Figure 1.1** : Verre métallique en vrac (à gauche), verre métallique en ruban (au milieu) et verre de fenêtre (à droite) Hirata, A et al (2016).

### 1.2.3.6 Vitrocéramiques

Les vitrocéramiques représentent une classe de matériaux avancés qui combinent les propriétés uniques des verres et des céramiques. Cette analyse approfondie vise à explorer la nature, les méthodes de production, les propriétés et les applications des vitrocéramiques, en s'appuyant sur des recherches académiques récentes.

Höland et Beall (2012) définissent les vitrocéramiques comme des matériaux polycristallins à grains fins, formés par la cristallisation contrôlée de verres de composition spécifique. Ils soulignent que la transformation d'un verre en vitrocéramique n'est pas universelle, mais dépend de la stabilité et de la tendance à la cristallisation du verre initial.

Karpukhina et al. (2014) détaillent le processus de fabrication des vitrocéramiques, qui implique généralement deux étapes principales :

- Nucléation : Une étape à basse température pour favoriser la formation de nuclei cristallins.
- Croissance Cristalline : Une augmentation de la température pour permettre la croissance des cristaux.

Brow et Watkins (1987) ont utilisé la diffraction des rayons X pour étudier en détail ce processus de nucléation et de croissance, fournissant des insights précieux sur la cinétique de formation des vitrocéramiques.

Zanotto (2010) souligne que les vitrocéramiques sont constituées de plus de 50% de phase cristalline, mais rarement 100%. Cette structure mixte confère aux vitrocéramiques des propriétés uniques, combinant la facilité de mise en forme des verres avec la résistance mécanique des céramiques.

Höland et Beall (2012) décrivent la méthode traditionnelle de production des vitrocéramiques, qui consiste à façonner le matériau à l'état vitreux, puis à le cristalliser par traitement thermique. Dittmer et Rüssel (2012) explorent l'intérêt croissant pour la production de vitrocéramiques à partir de poudre de verre. Cette méthode, similaire à celle utilisée pour de nombreuses céramiques d'ingénierie, implique le pressage de la poudre vitreuse suivi d'un traitement thermique.

Une variante de l'approche par poudre, combinant pressage et frittage en une seule opération à haute température.

Serbena et Zanotto (2012) discutent des contraintes résiduelles internes dans les vitrocéramiques, un facteur Déterminant influençant leurs propriétés mécaniques. Ils notent que ces contraintes peuvent être manipulées pour améliorer la résistance mécanique du matériau.

Montazerian et Zanotto (2016) mettent en lumière l'évolution historique des vitrocéramiques bioactives, soulignant leur importance croissante dans les applications biomédicales.

Dittmer et Rüssel (2012) présentent des vitrocéramiques  $MgO/Al_2O_3/SiO_2$  incolores et à haute résistance pour des applications dentaires, utilisant la zircone comme agent de nucléation.

Montazerian et Zanotto (2016) détaillent l'utilisation de vitrocéramiques bioactives dans diverses applications médicales, telles que les implants osseux et dentaires.

Zanotto (2010) évoque le potentiel des vitrocéramiques dans les applications optiques et électroniques avancées.

## 1.2.4 Propriétés du verre

### 1.2.4.1 Transmission optique

La transmission optique du verre est une propriété fondamentale qui joue un rôle vitale dans de nombreuses applications technologiques et scientifiques. Cette analyse approfondie vise à explorer les mécanismes sous-jacents, les caractéristiques et les applications de la transmission optique dans les verres, en s'appuyant sur des recherches académiques récentes.

Edgar (2019) explique que la transmission optique du verre est intrinsèquement liée à sa structure atomique et électronique. La capacité du verre à transmettre la lumière dépend de l'interaction entre les photons incidents et les électrons dans le matériau. L'auteur souligne que la bande interdite électronique du verre joue un rôle Fondamentale dans la détermination de sa gamme de transmission.

Selon Hartmann (2014), les verres optiques standard offrent une transmission élevée dans une large gamme spectrale, s'étendant typiquement de 200 nm à 7  $\mu$ m. Cette plage couvre le spectre visible, ainsi que des portions significatives de l'ultraviolet proche et de l'infrarouge proche.

Edgar (2019) précise que cette gamme de transmission est directement liée à l'écart énergétique spécifique du matériau vitreux.

Edgar (2019) met en évidence l'importance de la composition chimique du verre dans la détermination de ses propriétés de transmission. Différents éléments et oxydes peuvent modifier significativement le comportement optique du verre.

Hartmann (2014) souligne que la présence d'impuretés ou de défauts structuraux dans le verre peut affecter sa transmission, créant des centres d'absorption ou de diffusion qui altèrent les propriétés optiques.

Les deux auteurs notent que l'épaisseur du verre influence directement sa transmission, avec une atténuation plus importante pour des échantillons plus épais.

Edgar (2019) détaille les techniques de mesure utilisées pour évaluer la transmission optique :

1. Spectrophotométrie : Pour mesurer la transmission en fonction de la longueur d'onde.
2. Ellipsométrie : Pour déterminer l'indice de réfraction et le coefficient d'extinction.
3. Mesures de Réflexion : Pour compléter les données de transmission et calculer l'absorption.

Hartmann (2014) classe les verres optiques en plusieurs catégories :

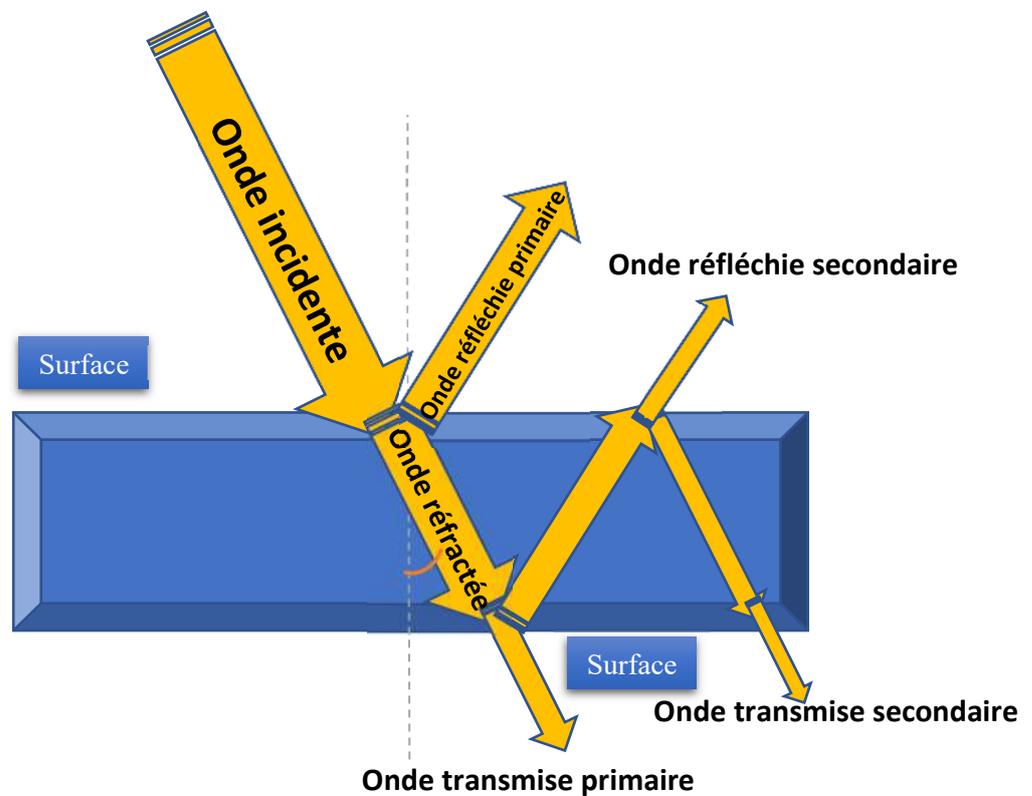
1. Verres de Couronne : Caractérisés par une haute transmission et un faible indice de réfraction.
2. Verres de Flint : Présentant un indice de réfraction plus élevé et des propriétés de dispersion spécifiques.
3. Verres Spéciaux : Conçus pour des applications particulières, comme les verres à haute transmission dans l'infrarouge ou l'ultraviolet.

Edgar (2019) insiste sur l'importance critique de la prédictibilité, de la reproductibilité et de l'homogénéité des verres optiques. Ces facteurs sont essentiels pour assurer des performances optiques cohérentes, particulièrement dans les applications de précision comme l'imagerie scientifique ou les télécommunications optiques.

Hartmann (2014) décrit l'utilisation de verres optiques dans la fabrication de lentilles de haute précision pour la microscopie, la photolithographie et l'astronomie.

Edgar (2019) souligne l'importance des verres optiques dans les fibres optiques et les composants pour les réseaux de télécommunication.

Les deux auteurs mentionnent l'utilisation de verres spéciaux dans les systèmes laser et les dispositifs photoniques avancés.



**Figure 1.2:**interaction d'une onde lumineuse incidente avec une lame de verre.

#### 1.2.4.2 Densité du Verre

La densité du verre est une propriété physique fondamentale qui joue un rôle dans diverses applications, allant de l'industrie manufacturière à l'analyse forensique. Cette étude vise à explorer les méthodes de détermination de la densité du verre, en mettant l'accent sur les techniques applicables aux fragments de verre irréguliers et de petite taille, ainsi que sur les implications de ces mesures dans le domaine de l'analyse forensique.

La densité, exprimée en grammes par centimètre cube ( $\text{g/cm}^3$ ) ou en kilogrammes par mètre cube ( $\text{kg/m}^3$ ), représente la masse par unité de volume d'un matériau. Dans le contexte du verre, cette propriété est particulièrement importante pour la caractérisation et la différenciation des types de verre.

Panadda et al. (2018) ont proposé une méthode innovante basée sur la loi de Stokes pour déterminer la densité de fragments de verre irréguliers et de petite taille. Cette technique est particulièrement pertinente dans le contexte forensique, où les échantillons sont souvent limités en taille et en forme. La méthode implique :

a) La mesure de la vitesse de chute du fragment dans un liquide de viscosité connue.

b) L'application de la loi de Stokes pour calculer la densité du fragment à partir de sa vitesse terminale.

Les auteurs soulignent que cette approche offre une alternative précise et non destructive pour l'analyse de petits fragments de verre, un avantage significatif dans les investigations forensiques.

Beveridge et Semen (1979) ont exploré l'utilisation d'un densitomètre numérique pour la mesure de la densité du verre. Leur étude met en évidence :

a) La précision accrue offerte par les instruments numériques par rapport aux méthodes traditionnelles.

b) La capacité de ces appareils à effectuer des mesures rapides et reproductibles, un atout majeur dans les analyses forensiques.

Les auteurs soulignent l'importance de la calibration précise de ces instruments pour assurer la fiabilité des résultats.

La détermination précise de la densité du verre joue un rôle important dans l'analyse forensique pour plusieurs raisons :

Panadda et al. (2018) soulignent que la densité peut aider à différencier les fragments de verre provenant de différentes sources, une information fondamentale dans les enquêtes criminelles.

Beveridge et Semen (1979) notent que la densité, combinée à d'autres propriétés physiques, peut renforcer la valeur probante des preuves de verre dans les procédures judiciaires.

Les deux études mettent en avant l'importance des méthodes non destructives dans l'analyse forensique, permettant la préservation des preuves pour d'autres analyses ou examens.

Les recherches montrent que la densité du verre varie considérablement selon sa composition:

- Verre de couronne: environ  $2,8 \text{ g/cm}^3$

- Cristal au plomb: environ  $3,1 \text{ g/cm}^3$

- Verre de flint dense: jusqu'à  $7,2 \text{ g/cm}^3$

Cette variabilité souligne l'importance de la densité comme paramètre de différenciation dans l'analyse forensique du verre.

#### **1.2.4.4 La Viscosité du Verre**

La viscosité du verre est une propriété physique fondamentale qui joue un rôle dans la compréhension et la manipulation de ce matériau, tant dans le domaine scientifique qu'industriel. Cette analyse approfondie vise à explorer les aspects théoriques et pratiques de la viscosité du verre, en s'appuyant sur des recherches académiques récentes.

Capps (1952) souligne l'importance croissante de l'étude de la viscosité des liquides, non seulement pour son utilité dans de nombreux secteurs industriels, mais aussi pour sa contribution à la compréhension fondamentale de l'état liquide et des propriétés rhéologiques. L'auteur met en évidence que cette propriété est particulièrement très importante dans l'industrie du verre, où elle influence chaque étape du processus de fabrication.

Selon Capps (1952), la viscosité du verre peut varier de manière spectaculaire au cours du processus de fabrication, allant de quelques centaines de poises à environ  $10^{15}$  poises. Cette énorme plage de variation souligne la complexité du contrôle de la viscosité dans les différentes étapes de production du verre.

Bessmertnyi et Krokhin (2001) introduisent une classification importante des verres basée sur leur comportement visqueux en fonction de la température :

### ***1. Verres "Courts"***

Se solidifient rapidement avec la baisse de température. Idéaux pour la production en continu d'articles tels que tuyaux, tubes, feuilles de verre, et verre renforcé. Permettent une production à haute efficacité sur des lignes de fabrication continues.

### ***2. Verres "Longs"***

Se solidifient plus lentement, offrant une plus grande plage de travail. Prévus pour la fabrication d'articles domestiques complexes et de grande taille. Techniques associées Extrusion, soufflage, moulage pour des formes élaborées.

Capps (1952) identifie plusieurs facteurs clés qui influencent la viscosité du verre :

1. Température : Le facteur le plus important, avec une relation inverse entre température et viscosité.
2. Composition chimique : Différents oxydes peuvent augmenter ou diminuer la viscosité.
3. Histoire thermique : Les traitements thermiques antérieurs peuvent affecter la structure du verre et donc sa viscosité.

Bessmertnyi et Krokhin (2001) discutent de différentes méthodes pour mesurer et estimer la viscosité du verre :

1. Méthode de la fibre étirée : Pour les hautes températures et faibles viscosités.
2. Méthode de la bille tombante : Adaptée pour une gamme moyenne de viscosités.
3. Méthode de la déformation sous charge : Pour les hautes viscosités près de la température de transition vitreuse.

L'importance critique du contrôle de la viscosité dans différentes étapes de la production verrière

1. Fusion : Une viscosité suffisamment basse est nécessaire pour une homogénéisation efficace.
2. Affinage : La viscosité influence la remontée des bulles et l'élimination des gaz dissous.
3. Formage : La plage de viscosité détermine les techniques de mise en forme applicables.
4. Recuisson : Le contrôle de la viscosité est indispensable pour réduire les contraintes internes.

Bessmertnyi et Krokhn (2001) mettent en évidence des applications industrielles spécifiques où la compréhension et le contrôle de la viscosité sont cruciaux :

1. Fabrication de fibres optiques : Nécessite un contrôle précis de la viscosité pour maintenir la géométrie de la fibre.
2. Production de verre plat : La viscosité influence la qualité de surface et l'épaisseur uniforme.
3. Moulage de précision : Essentiel pour la production de composants optiques de haute qualité.

**Tableau 1.1:** La viscosité et la température sont indiquées pour l'épaisseur d'équilibre du verre fondu. Bessmertnyi et Krokhn (2001)

Méthode de Moulage	Intervalle de viscosité de travail (Pa·s)	Intervalle de température de moulage (K)
Extrusion	$10^3 - 10^7$	973 – 1323
Laminage	$10^2 - 10^6$	1073 – 1423
Compression	$10^{2.5} - 10^{6.5}$	923 – 1323
Soufflage	$5 \times 10^5 - 5 \times 10^6$	1023 – 1523
Procédé Float*	$10^3 - 10^4 - 10^7$	1323 – 1193 – 973

Le moulage du verre est un processus complexe qui nécessite une compréhension approfondie de la relation entre la viscosité et la température. Cette analyse se concentre sur les principales méthodes de moulage du verre, en examinant les intervalles de viscosité et de température spécifiques à chaque technique, à la lumière des travaux de Shelby (2005), Zanotto et Mauro (2017), et Dyre (2006).

Avant d'aborder les méthodes de moulage spécifiques, il est important de comprendre la nature fondamentale du verre. Zanotto et Mauro (2017) définissent le verre comme un état de la matière hors équilibre, caractérisé par une structure désordonnée et une absence de périodicité à longue distance. Cette structure unique confère au verre des propriétés viscoélastiques qui varient considérablement avec la température.

Dyre (2006) souligne l'importance de la transition vitreuse dans le comportement du verre. Cette transition marque le passage d'un état liquide surfondu à un état vitreux solide, et joue un rôle Essentiel dans la détermination des plages de température et de viscosité appropriées pour différentes méthodes de moulage.

Extrusion Shelby (2005) explique que l'extrusion du verre implique le passage du matériau fondu à travers une filière pour créer des formes continues. L'intervalle de viscosité de  $10^3$  à  $10^7$  Pa·s correspond à un état où le verre est suffisamment fluide pour être extrudé, mais assez visqueux pour maintenir sa forme après l'extrusion. La plage de température de 973 à 1323 K reflète la nécessité de maintenir le verre dans un état de fluidité contrôlée.

Laminage Le laminage, selon Shelby (2005), nécessite une viscosité plus faible ( $10^2$  à  $10^6$  Pa·s) que l'extrusion pour permettre l'écoulement du verre entre les rouleaux. La température plus élevée (1073 à 1423 K) facilite cet écoulement tout en permettant un refroidissement contrôlé pour figer la forme finale.

Compression Zanotto et Mauro (2017) notent que la compression du verre requiert une plage de viscosité intermédiaire ( $10^{2.5}$  à  $10^{6.5}$  Pa·s). Cette plage permet au verre d'être suffisamment malléable pour prendre la forme du moule tout en résistant à une déformation excessive. La température de moulage (923 à 1323 K) est ajustée pour maintenir cette viscosité optimale.

Soufflage Le soufflage, comme l'explique Shelby (2005), nécessite une viscosité relativement élevée ( $5 \times 10^5$  à  $5 \times 10^6$  Pa·s) pour permettre l'expansion contrôlée du verre sans rupture. La plage de température large (1023 à 1523 K) reflète la variabilité des compositions de verre et des techniques de soufflage utilisées.

Procédé Float Dyre (2006) souligne l'importance de la transition vitreuse dans ce processus. La large plage de viscosité ( $10^3$  à  $10^7$  Pa·s) et de température (973 à 1323 K) reflète les différentes étapes du processus, de l'étalement initial du verre fondu sur l'étain liquide à son refroidissement progressif.

Zanotto et Mauro (2017) expliquent que la relation entre la viscosité et la température dans les verres suit généralement l'équation de Vogel-Fulcher-Tammann (VFT). Cette relation non linéaire explique les larges plages de température nécessaires pour atteindre les intervalles de viscosité désirés dans chaque méthode de moulage.

Dyre (2006) ajoute que les modèles élastiques des liquides formant des verres peuvent aider à comprendre le comportement du verre à différentes viscosités. Ces modèles sont particulièrement pertinents pour prédire le comportement du verre près de la transition vitreuse, un point Essentielle dans de nombreux processus de moulage.

### 1.2.4.5 Dureté du verre

La dureté du verre, une propriété mécanique fondamentale, joue un rôle important dans de nombreuses applications technologiques et scientifiques. Cette analyse vise à explorer en profondeur les mécanismes sous-jacents de la dureté du verre, les méthodes de mesure avancées, et les comportements spécifiques de différents types de verres, en s'appuyant sur des recherches récentes et des études approfondies dans le domaine de la science des matériaux vitreux.

Ying Shi et al. (2023) ont mis en évidence la complexité de la relation entre la composition chimique du verre et sa dureté. Leur étude révèle que cette relation est intrinsèquement non linéaire, soulignant l'importance de considérer les interactions multiples entre les différents composants du verre. Les auteurs ont démontré que la dureté du verre est profondément influencée par sa structure atomique, notamment par la disposition des atomes et la nature des liaisons interatomiques dans le réseau vitreux.

La recherche de Ying Shi et al. (2023) souligne que la dureté du verre est directement liée à l'agencement spatial des atomes et à la force des liaisons chimiques dans la structure vitreuse. Cette découverte met en lumière l'importance de comprendre la structure à l'échelle atomique pour prédire et contrôler la dureté du verre.

Mannan et al. (2023) ont apporté une contribution significative en développant des modèles prédictifs avancés pour la dureté du verre. Leur approche innovante, basée sur des méthodes symboliques, permet de prédire non seulement l'effet de la composition chimique, mais aussi l'influence de la charge appliquée sur la dureté. Cette recherche représente une avancée majeure dans la compréhension des interactions complexes entre les différents composants du verre et leur impact sur les propriétés mécaniques.

Les verres peuvent être classifiés en trois catégories principales selon leur comportement mécanique :

- a) Verres Normaux : Exemplifiés par le verre silico-sodo-calcique, ces verres montrent une diminution de leurs propriétés mécaniques avec l'augmentation de la température fictive et de la pression.
- b) Verres Anormaux : Tels que le verre de germanium, ils présentent une tendance inverse, avec une augmentation des propriétés mécaniques dans des conditions similaires.
- c) Verres Intermédiaires : Ces verres occupent une position médiane, avec certaines propriétés qui restent relativement stables face aux variations de pression et de température fictive.

Le verre de silice, comme l'ont souligné Jebahi et al. (2013), présente un comportement particulièrement intéressant et complexe. Il manifeste des caractéristiques anormales dans ses propriétés thermiques et mécaniques, le distinguant des verres normaux.

Shimizu (2021) a fourni une analyse approfondie des méthodes de nanoindentation, qui sont devenues essentielles pour l'étude précise de la dureté du verre. Ces techniques permettent une évaluation à l'échelle nanométrique des propriétés mécaniques, offrant une résolution sans précédent.

a) Indentation : Cette méthode mesure la résistance du verre à la déformation plastique localisée. Elle implique l'application d'une charge contrôlée via un indenteur de géométrie spécifique.

b) Rayage : Cette technique évalue la résistance du verre aux rayures, fournissant des informations complémentaires sur sa résistance à l'usure et à l'abrasion.

Jebahi et al. (2013) ont mené une étude détaillée sur le comportement du verre de silice sous indentation Vickers, révélant des caractéristiques uniques :

Le verre de silice présente un schéma de fissuration plus complexe que les verres normaux, caractérisé par :

Une forte tendance à former des fissures en anneau à la périphérie de l'empreinte d'indentation. La possibilité de développer des fissures médianes, radiales et latérales, typiques des verres normaux.

La réponse anormale à la fissuration du verre de silice est attribuée à sa propension exceptionnelle à se déformer élastiquement, résistant ainsi à l'écoulement inélastique.

Jebahi et al. (2013) ont également mis en lumière le comportement unique du verre de silice sous pression. Le verre de silice maintient un comportement parfaitement élastique jusqu'à des pressions hydrostatiques d'environ 8 GPa. Au-delà de 8 GPa, le verre de silice commence à manifester des signes de déformation permanente, un phénomène distinct de l'écoulement plastique observé dans les solides cristallins.

Contrairement aux solides cristallins, la déformation permanente du verre de silice s'accompagne invariablement d'un changement de volume, soulignant la nature unique de sa structure amorphe.

Shimizu (2021) a fourni une analyse comparative des différents types d'indenteurs utilisés pour mesurer la dureté :

- **Indenteur Vickers** : Largement adopté pour sa polyvalence, applicable à une vaste gamme de matériaux.

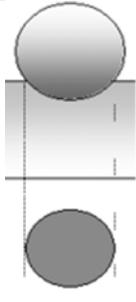
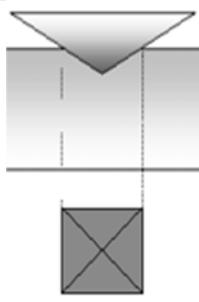
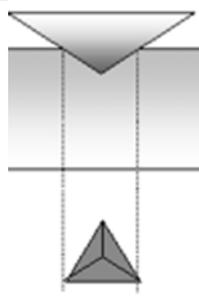
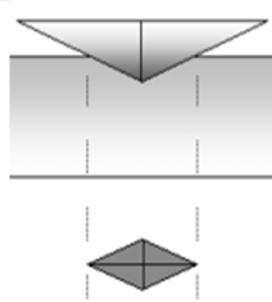
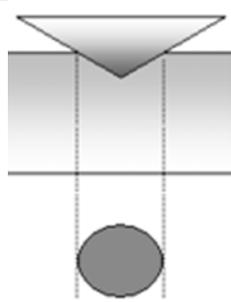
- **Indenteur Knoop** : Particulièrement adapté aux échantillons très fins ou aux mesures à micro-échelle, offrant une haute précision pour les matériaux fragiles.
- **Indenteur Brinell** : Préféré pour les matériaux à structure grossière ou hétérogène, permettant une mesure sur une plus grande surface.
- **Indenteur Rockwell** : Populaire pour les matériaux métalliques, offrant une mesure rapide et facile à interpréter.
- **Indenteur Berkovich** : Utilisé dans les essais de micro-dureté pour les matériaux très durs ou les couches minces, offrant une géométrie optimisée pour la nanoindentation.
- **Indenteur Shore** : Principalement employé pour les plastiques, les élastomères et les matériaux souples, permettant des mesures non destructives sur des matériaux à faible dureté.

**Tableau 1.2:** différents indenteurs, avec l'angle du diamant et la forme associée Shimizu (2021)

Indenteur	Angle du diamant	Forme
Vickers	136°	Pyramide
Knoop	172°	Pyramide allongée
Brinell	Variable	Sphère
Rockwell	120°	Cone
Berkovich	142°	Pyramide
Shore	Variable	Aiguille

Satoshi Yoshida (2020) apporte une contribution essentielle à notre compréhension des mécanismes de déformation et de fissuration induits par indentation dans les verres. En mettant en lumière l'influence de la composition chimique sur ces phénomènes, cette recherche ouvre de nouvelles perspectives pour le développement de verres aux propriétés mécaniques améliorées. Ces avancées sont particulièrement pertinentes pour des applications nécessitant une résistance accrue à la fissuration ou une ductilité spécifique, telles que les écrans de smartphones, les verres de sécurité, ou les matériaux optiques avancés. La complexité des mécanismes mis en jeu souligne la nécessité de poursuivre les recherches dans ce domaine, en combinant des approches expérimentales avancées et des modélisations théoriques sophistiquées pour affiner notre compréhension et notre maîtrise des propriétés mécaniques des verres.

**Tableau 1.3:** géométrie des différents indenteurs et empreintes correspondantes.

Brinell	Vickers	berkovitch	Knoop	Rockwell
				

### 1.3 Ténacité à la Rupture des Verres

Une propriété mécanique fondamentale des matériaux, revêt une importance particulière dans l'étude des verres inorganiques. Cette analyse vise à explorer en profondeur les mécanismes sous-jacents de la ténacité à la rupture dans les verres, en s'appuyant sur des recherches récentes et des études approfondies dans le domaine de la science des matériaux vitreux.

Rouxel (2017) souligne que la ténacité à la rupture, représentée par le facteur d'intensité de contrainte critique  $K_{Ic}$ , est une mesure de la résistance d'un matériau à la propagation des fissures. Pour les verres, matériaux intrinsèquement fragiles, une valeur de  $K_{Ic}$  égale à  $0.75 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  indique une susceptibilité élevée à la fracture en présence de défauts.

Michalske et Freiman (1983) ont proposé un mécanisme moléculaire pour expliquer la corrosion sous contrainte dans la silice vitreuse. Leur modèle décrit comment les molécules d'eau peut interagir avec les liaisons Si-O à la pointe d'une fissure, facilitant ainsi sa propagation. Cette compréhension à l'échelle atomique est fondamentale pour expliquer le comportement macroscopique des verres sous contrainte.

Célarié et al. (2003) ont révélé que, à l'échelle nanométrique, le verre se comporte de manière similaire aux métaux lors de la rupture. Leurs observations montrent la formation de cavités nanométriques devant la pointe de la fissure, remettant en question la vision traditionnelle de la rupture fragile dans les verres. Cette découverte suggère l'existence d'une zone de déformation plastique à l'échelle nanométrique.

Wiederhorn (1967) a mis en évidence l'influence de la vapeur d'eau sur la propagation des fissures dans le verre sodocalcique. Son étude montre que la présence d'humidité peut

drastiquement accélérer la croissance des fissures, soulignant l'importance des facteurs environnementaux dans la détermination de la durabilité des verres.

Guin et Wiederhorn (2004) ont abordé la question controversée de savoir si la fracture des verres silicatés est ductile ou fragile. Leurs travaux suggèrent que, bien que le comportement macroscopique soit fragile, des mécanismes de déformation plastique à l'échelle nanométrique peuvent jouer un rôle important dans le processus de rupture.

Kurkjian et al. (2003) ont examiné la résistance intrinsèque et la fatigue des verres d'oxydes. Leurs recherches mettent en lumière l'écart considérable entre la résistance théorique et pratique des verres, attribuant cette différence à la présence de défauts de surface et à des phénomènes de fatigue.

La compréhension approfondie de la ténacité à la rupture des verres a des implications significatives pour leur conception et leur utilisation dans diverses applications :

Rouxel (2017) suggère que la manipulation de la composition chimique peut améliorer la ténacité à la rupture des verres.

Traitement de Surface : Les travaux de Wiederhorn (1967) soulignent l'importance des traitements de surface pour protéger les verres contre les effets délétères de l'humidité.

Les observations de Célarié et al. (2003) ouvrent la voie à des stratégies de conception visant à exploiter les mécanismes de déformation nanométrique pour améliorer la résistance globale des verres.

Prévention de la Fatigue : Les recherches de Kurkjian et al. (2003) mettent en évidence la nécessité de développer des méthodes pour réduire la fatigue et les défauts de surface dans les verres.

La théorie de la ténacité développée par Alan Arnold Griffith dans les années 1920 représente une avancée fondamentale dans la compréhension des mécanismes de rupture des matériaux fragiles. Son article séminal, (Griffith, 1921), a jeté les bases d'une nouvelle approche de la mécanique de la rupture, particulièrement pertinente pour les matériaux tels que les céramiques et les verres.

Griffith, un physicien et ingénieur britannique, s'est intéressé à un paradoxe apparent dans le comportement des matériaux fragiles. Il avait observé que ces matériaux, en particulier les verres, présentaient une résistance à la rupture expérimentale nettement inférieure à leur résistance théorique calculée à partir des forces de liaison atomique. Cette disparité a conduit Griffith à formuler l'hypothèse que des défauts microscopiques, notamment des fissures internes, pouvaient être responsables de cet affaiblissement significatif.

Dans son article de 1921, Griffith propose une approche énergétique pour expliquer la propagation des fissures. Il postule que la rupture se produit lorsque l'énergie libérée par la croissance d'une fissure est suffisante pour créer de nouvelles surfaces de fracture. Cette théorie établit un lien entre l'énergie de surface du matériau et sa résistance à la rupture.

La formule de Griffith, exprimée sous la forme moderne du facteur d'intensité de contrainte critique ( $K_{Ic}$ ), est donnée par :

$$K_{Ic} = \sigma\sqrt{\pi a} \quad (1.1)$$

Où :

$K_{Ic}$  représente la ténacité à la rupture en mode I (ouverture de fissure)

$\sigma$  est la contrainte appliquée à la pointe de la fissure

$a$  est la longueur de la demi-fissure

Cette équation établit une relation fondamentale entre la contrainte appliquée, la taille de la fissure, et la résistance du matériau à la propagation de la fissure. Elle montre que la rupture catastrophique peut se produire même sous des contraintes relativement faibles si des fissures suffisamment grandes sont présentes dans le matériau.

## 1.4 Détermination de la ténacité de matériaux fragiles

### 1.4.1 Méthodes basées sur la mesure de la longueur des fissures

Avant les travaux d'Irwin, il était déjà reconnu que les essais de dureté sur les matériaux fragiles entraînaient la formation de fissures autour de l'empreinte résiduelle. Cependant, la relation entre ces fissures et la ténacité du matériau restait mal comprise. La période de la Seconde Guerre mondiale a vu une intensification des recherches dans ce domaine, motivée par les besoins urgents en matériaux plus performants et fiables pour les applications militaires et industrielles.

G.R. Irwin. (1948), a apporté des contributions à la mécanique de la rupture Irwin a introduit le concept de facteur d'intensité de contrainte, une avancée majeure qui a permis de quantifier la concentration des contraintes à la pointe d'une fissure. Il a proposé un critère énergétique pour la propagation des fissures, étendant ainsi les travaux antérieurs de Griffith. Irwin a particulièrement mis l'accent sur l'application de ces concepts aux matériaux fragiles, ouvrant la voie à une meilleure compréhension de leur comportement à la rupture.

Malgré ces avancées théoriques, la détermination expérimentale de la ténacité des matériaux fragiles restait un défi. La dispersion élevée des résultats expérimentaux compliquait l'interprétation des données et la formulation de conclusions fiables. Les concepts de la

mécanique de la rupture n'étaient pas encore pleinement établis, ce qui rendait difficile la corrélation entre les observations expérimentales et les prédictions théoriques. La formation et la propagation des fissures dans les matériaux fragiles impliquent des mécanismes complexes à l'échelle microscopique, qui n'étaient pas entièrement compris à l'époque.

L'une des approches développées pour déterminer la ténacité des matériaux fragiles était basée sur la mesure de la longueur des fissures formées lors des essais de dureté. Cette méthode, bien que prometteuse, présentait plusieurs défis :

La mesure précise de la longueur des fissures, souvent microscopiques, nécessitait des techniques d'observation avancées. La formation des fissures pouvait varier considérablement d'un essai à l'autre, affectant la reproductibilité des résultats. Relier la longueur des fissures à la ténacité du matériau nécessitait des modèles théoriques sophistiqués, qui étaient encore en développement.

Plusieurs formules permettant d'évaluer les facteurs d'intensité de contrainte ont été proposées. Parmi elles, les quatre modèles d'indentation (Lawn/Marshall, Antis, Laugier et Zhang) sont particulièrement adaptés aux matériaux fragiles. Ils offrent une méthode simple pour estimer la ténacité à partir de petits échantillons, en prenant progressivement en compte les relations entre propriétés mécaniques et géométrie des fissures, sans recourir à une déformation plastique importante

$$K_c = \chi_r P c^{-3/2} \quad \text{Lawn et al (1978)}$$

$$K_c = (0,016 \pm 0,004) (E/H_0)^{1/2} P c^{-3/2} \quad \text{G.R. Antis et al (1981).}$$

$$K_c = 0,046 (EH)^{1/2} a^2 c^{-3/2} \quad \text{M.T. Laugier, (1987).}$$

$$K_c = 0,0143 \left(\frac{l}{a}\right)^{-1/2} \left(\frac{E}{H}\right)^{2/3} P c^{-3/2}. \quad \text{T. Zhang et al (2010).}$$

Où les identifications représentent respectivement. E : module d'élasticité, H : dureté, a : profondeur de la fissure, c : demi-longueur de la fissure à la surface,

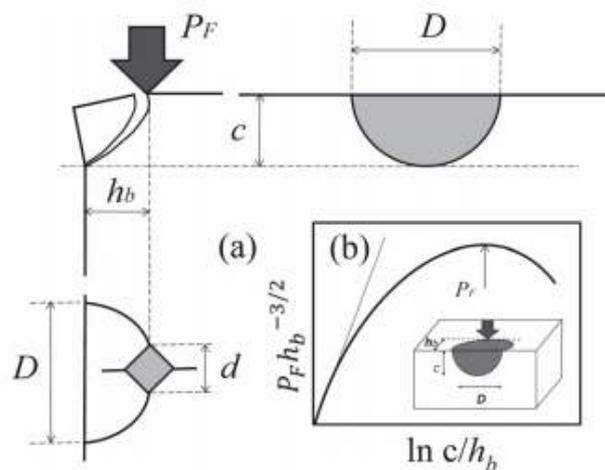
#### 1.4.2 Méthodes ne nécessitant Pas la mesure de la longueur des fissures

Chai et Lawn ont effectué des expériences en appliquant une force sur le matériau jusqu'à ce que l'écaillage se produise. Ils ont observé que les dimensions de l'écaillage variaient de manière linéaire avec la distance  $h_b$  du bord où l'indentation a été faite pour tous les matériaux étudiés. La transparence du verre leur a permis de suivre la variation de la taille de la fissure avec la charge imposée H. Chai, (2007)

La Figure 1.3 présente deux éléments importants à partir duquel Chai et Lawn ont pu calculer la ténacité du matériau.

$$K_c = \frac{1}{\beta} P_F h_b^{-3/2} \quad (1.2) \quad \text{H. Chai, (2007).}$$

L'équation 1.2 est construite en s'inspirant de l'équation (Antis et al) avec des similitudes dans leur formulation mathématique. La constante  $\beta$  a une valeur approximative de 9,3, mais avec une incertitude de  $\pm 1,3$ . Cette constante reste la même pour différents matériaux. Cependant, il faut garder à l'esprit que la valeur réelle de  $\beta$  peut varier dans une plage de  $\pm 25\%$  par rapport à la valeur estimée. Cette incertitude peut être due à des facteurs expérimentaux, des erreurs de mesure ou d'autres sources d'incertitude dans le contexte de l'étude. H. Chai, (2007)



**Figure 1.3:** (a) représentation schématique de l'écaillage produit par indentation et (b) variation de  $P/hb^{3/2}$  en fonction de  $c/hb$  du bord Alain Iost. (2013).

### 1.4.3 Méthodes Énergétiques

L'évaluation de la ténacité des matériaux, en particulier des films minces et fragiles, représente un défi majeur en science des matériaux et en ingénierie des surfaces. Les méthodes énergétiques ont émergé comme des approches analytiques puissantes pour surmonter les limitations des techniques traditionnelles de mesure de ténacité. Cette analyse se concentre sur les avancées significatives dans ce domaine, en s'appuyant sur les travaux d'Oliver et al. (2007) et de Li et al. (1997).

Oliver et al. (2007) soulignent que les films minces et fragiles présentent des défis uniques en termes de caractérisation mécanique. Leur faible épaisseur et leur susceptibilité à la rupture sous contraintes élevées rendent les méthodes conventionnelles de mesure de ténacité souvent inapplicables ou peu fiables. Cette réalité a motivé le développement de nouvelles approches, notamment les méthodes énergétiques.

Li et al. (1997) ont proposé une méthode énergétique innovante utilisant un indenteur en coin de cube pour évaluer la ténacité des revêtements. Leur approche se base sur l'analyse de la courbe de charge-déplacement pendant le processus d'indentation. Les auteurs ont identifié plusieurs phases clés dans cette courbe :

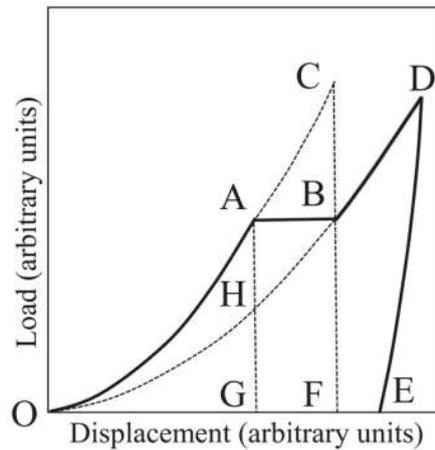
D'après la figure I.2 Au point A de la courbe, une fissure apparaît, entraînant un déplacement rapide de l'indenteur (segment AB).

L'aire OABF de la courbe représente l'énergie stockée dans le matériau en raison de la formation de la fissure. L'aire ABC est interprétée comme l'énergie nécessaire à la propagation de la fissure, notée " $U_{rupt}$ ".

Li et al. Ont développé une formulation permettant de calculer la ténacité du revêtement en utilisant l'énergie de propagation de fissure ( $U_{rupt}$ ). Cette formulation prend en compte une fissure circulaire de rayon  $C_r$  et d'épaisseur  $t$ , offrant ainsi une méthode adaptée aux géométries spécifiques des films minces. Les Avantages de la Méthode Énergétique

1. Applicabilité aux Films Minces : Cette approche surmonte les limitations des méthodes traditionnelles pour les matériaux de faible épaisseur.
2. Sensibilité aux Propriétés Locales : La méthode permet une évaluation précise des propriétés mécaniques à l'échelle locale, pour les films minces et les revêtements.
3. Analyse In Situ : La possibilité d'analyser le processus de fissuration en temps réel offre des insights uniques sur le comportement mécanique du matériau.

$$K_c = \sqrt{\frac{E' U_{rupt}}{A_{rupt}}} = \sqrt{\frac{E' U_{rupt}}{2\pi C_r t}} \quad (1.3) \quad \text{X Li et al (1997).}$$



**Figure 1.4:** Courbe d'indentation sous charge imposée X Li et al (1997).

## 1.5 Élasticité du Verre

L'élasticité du verre, une propriété mécanique fondamentale, joue un rôle dans de nombreuses applications technologiques et structurelles. Cette analyse vise à explorer en profondeur les caractéristiques élastiques du verre, les défis associés à leur mesure et les récentes avancées dans ce domaine, en s'appuyant sur des recherches récentes.

Yağar et al. (2022) soulignent l'importance de l'élasticité du verre dans divers domaines, notamment l'ingénierie structurelle et l'industrie automobile. La capacité du verre à se déformer sous contrainte et à retrouver sa forme originale est essentielle pour sa résistance aux forces extérieures sans rupture. Les auteurs mettent en évidence que l'incorporation de fibres de verre peut significativement améliorer les propriétés élastiques, augmentant ainsi la résistance à la rupture et élargissant le spectre des applications possibles.

Kumar et al. (2022) apportent une perspective critique sur l'application de la théorie de l'élasticité classique aux matériaux amorphes comme le verre. Leur recherche révèle que ces matériaux présentent des comportements élastiques anormaux, caractérisés par des événements plastiques fréquents à l'échelle microscopique. Ces phénomènes influencent de manière significative les propriétés élastiques macroscopiques, telles que les modules d'élasticité, remettant en question les approches traditionnelles de modélisation et de mesure.

Wu et al. (2019) abordent les défis spécifiques liés à la mesure des propriétés élastiques des matériaux fragiles, dont le verre. Les auteurs soulignent que la tendance de ces matériaux à se rompre plutôt qu'à subir une déformation plastique significative complique l'utilisation des méthodes de mesure conventionnelles. Cette caractéristique intrinsèque nécessite le développement de techniques alternatives, à la fois précises et non destructives.

Wu et al. (2019) présentent deux approches prometteuses pour la caractérisation des propriétés élastiques du verre :

1. Méthodes Ultrasoniques : Ces techniques non destructives utilisent la propagation d'ondes sonores pour évaluer les propriétés élastiques sans endommager l'échantillon.
2. Méthodes d'Indentation : Ces approches, bien que partiellement destructives, permettent une analyse localisée des propriétés élastiques à l'échelle micro et nanométrique.

Ces méthodes offrent des avantages significatifs en termes de précision et d'applicabilité à une large gamme de matériaux vitreux.

Les travaux de Yağar et al. (2022) mettent en lumière les implications pratiques de la compréhension et de l'amélioration des propriétés élastiques du verre :

L'utilisation de fibres de verre dans les structures en béton armé offre des avantages en termes de durabilité et de performance mécanique.

L'optimisation des propriétés élastiques peut conduire à des matériaux plus légers et plus résistants, contribuant à la réduction de l'empreinte carbone dans la construction.

## 1.6 Propriétés élastiques

### 1.6.1 Module de Young

Le module de Young, également connu sous le nom de module d'élasticité, est une propriété mécanique fondamentale des matériaux qui joue un rôle dans de nombreuses applications d'ingénierie et de science des matériaux. Cette analyse vise à explorer en profondeur la définition, la mesure et l'importance du module de Young, en s'appuyant sur des normes établies et des références académiques.

Selon la norme ASTM D7012-14 (2014), le module de Young est défini comme le rapport entre la contrainte principale dans une direction donnée ( $\sigma_x$ ) et la déformation correspondante dans la même direction ( $\epsilon_x$ ). Cette définition est exprimée mathématiquement par l'équation :

$$E = \sigma/\epsilon \quad (1.4) \text{ ASTM (2014)}$$

Où E est le module de Young,  $\sigma$  est la contrainte appliquée, et  $\epsilon$  est la déformation résultante.

Dupeux (2004) précise que les contraintes sont généralement exprimées en MPa (ou N/mm<sup>2</sup>), tandis que les déformations sont sans dimension. Par conséquent, le module de Young s'exprime en MPa ou GPa.

Le module de Young est un indicateur clé de la rigidité d'un matériau. Il est essentiel dans divers domaines, notamment :

1. Ingénierie structurelle : Pour le calcul de la déformation des structures sous charge.

2. Conception de matériaux : Pour le développement de matériaux avec des propriétés élastiques spécifiques.

3. Analyse des contraintes : Dans la modélisation et la simulation du comportement des matériaux.

Kurz, Mercier et Zambelli. (1999) fournissent un tableau comparatif des valeurs de module de Young pour divers matériaux à température ambiante. Cette comparaison révèle une large gamme de valeurs, allant de matériaux extrêmement rigides comme le diamant ( $E \approx 1000$  GPa) à des matériaux très souples comme les caoutchoucs ( $E \approx 0.001$  GPa). Quelques exemples notables incluent :

**Tableau 1.4** : Valeurs indicatives des modules d'élasticité  $E$  de divers matériaux à température ambiante Wilfried Kurz, (1999).

<i>Matériau</i>	<i>E [GPa]</i>
Diamant	1000
Carbure de silicium (SiC)	450
Tungstène	400
Alumine (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	400
Fibre de carbone	300
Magnésie (MgO)	250
Acier	210
Cuivre	125
Laiton, Bronze	110
Silice vitreuse (SiO <sub>2</sub> )	95
Or	80
<b>Verre à vitre</b>	<b>70</b>
Aluminium	70
Béton	50
Magnésium	40-45
Bois aggloméré	7
Résines époxydes (réticulées)	2,8-4,2
Polystyrène	2
Polyamide 6-6	2
Polypropylène	1,5
Polyéthylène de densité moyenne	0,7

La compréhension des différences de module de Young entre les matériaux est pour :

1. Choisir le matériau approprié pour des applications spécifiques en fonction des exigences de rigidité.
  2. Combiner des matériaux avec différents modules pour obtenir des propriétés spécifiques.
  3. Utiliser efficacement les propriétés élastiques des matériaux dans la conception de structures.
- Bien que le tableau fourni par Kurz et al. (1999) donne des valeurs à température ambiante, il est important de noter que le module de Young peut varier en fonction de plusieurs facteurs :
1. Généralement, le module diminue avec l'augmentation de la température.
  2. La présence de défauts ou la structure cristalline peuvent affecter le module.
  3. Dans les matériaux anisotropes, le module peut varier selon la direction.

### 1.6.2 Coefficient de Poisson dans les Verres

Le coefficient de Poisson est une propriété mécanique fondamentale qui joue un rôle dans la compréhension du comportement des matériaux, en particulier des verres, sous contrainte. Cette analyse vise à explorer en profondeur les caractéristiques, les implications et les récentes avancées dans l'étude du coefficient de Poisson des verres, en s'appuyant sur des recherches académiques récentes.

Ekiz et Javili (2023) ont apporté une contribution significative à la compréhension du coefficient de Poisson en proposant une explication variationnelle dans le cadre de la périodynamique basée sur les liaisons. Leur étude révèle que, contrairement à la conception traditionnelle d'une constante matérielle, le coefficient de Poisson peut varier en fonction de plusieurs facteurs, notamment la contrainte appliquée, la qualité du matériau et les forces de flexion angulaire dans le système.

Rouxel (2007) a apporté une contribution majeure à la compréhension de la relation entre la structure à courte et moyenne portée des verres et leurs propriétés élastiques, y compris le coefficient de Poisson. Son étude approfondie met en lumière comment la composition et l'arrangement atomique des verres influencent directement leurs propriétés mécaniques. Rouxel souligne que la nature des liaisons chimiques et la topologie du réseau vitreux sont des facteurs déterminants dans le comportement élastique des verres, offrant ainsi un cadre théorique solide pour interpréter les variations du coefficient de Poisson dans différents systèmes vitreux.

Østergaard et al. (2020) ont apporté des éclaircissements significatifs sur la dépendance structurelle du coefficient de Poisson dans les verres de silicate et de borate de césium. Leurs travaux mettent en évidence plusieurs points cruciaux :

Le coefficient de Poisson est étroitement lié à la densité d'empilement atomique ( $C_g$ ) du matériau. Sous haute pression, la silice se densifie, entraînant une augmentation de la densité

d'empilement atomique et du coefficient de Poisson. Une valeur seuil du coefficient de Poisson autour de 0,32 a été identifiée, marquant une transition nette entre un comportement fragile et ductile dans les verres. La plupart des verres à base d'oxydes ont un coefficient de Poisson inférieur à 0,32, ce qui explique leur nature généralement fragile.

Les travaux de Rouxel (2007) soulignent l'importance de comprendre ces relations structure-propriétés pour le développement de verres aux propriétés mécaniques améliorées. Cette compréhension est particulièrement dans diverses applications technologiques, notamment dans la conception d'écrans et de lentilles optiques, où les propriétés mécaniques du verre jouent un rôle central dans la performance et la durabilité des dispositifs.

## 1.7 Contraintes dans le verre

### 1.7.1 Contraintes induites par indentation

L'indentation du verre est un processus complexe qui induit des changements structurels et des réponses mécaniques variées. Cette analyse vise à explorer en profondeur les mécanismes de déformation, la formation et la propagation des fissures lors de l'indentation du verre, en s'appuyant sur des recherches récentes et des études approfondies dans le domaine de la science des matériaux vitreux.

Sellapan et al. (2013) ont mené des études microphotoélastiques sur des verres de silice et sodocalciques lors de l'indentation par bille. Leurs travaux ont révélé la génération de contraintes de traction dans la direction radiale près des surfaces du verre, influençant significativement la formation de diverses géométries de fissures.

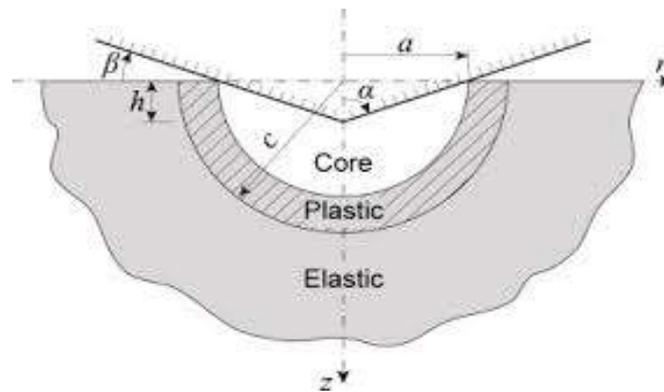
Perriot et al. (2006) ont approfondi notre compréhension des changements structurels induits par l'indentation dans le verre de silicate de sodium. Leurs études ont démontré que la déformation par indentation entraîne une structure de réseau plus désordonnée et hétérogène. Ils ont observé que les modifications des propriétés locales suivent un comportement de décroissance exponentielle à mesure que la distance par rapport à l'empreinte augmente, mettant en évidence les contributions de la densification à la déformation dans les régions éloignées.

Le processus d'indentation génère un champ de contraintes élastiques complexe autour de l'empreinte. Lawn et Marshall (1979) ont fourni une analyse approfondie de ce phénomène, soulignant que les caractéristiques de ce champ dépendent de divers facteurs, notamment le comportement mécanique du matériau et la forme de l'indenteur.

Durant la phase de chargement, le champ élastique induit des contraintes en traction sous la surface et en compression à la surface. Ce phénomène favorise la progression des fissures médianes sous la zone plastiquement déformée.

Lors du déchargement, une inversion du champ élastique se produit, transformant les forces de traction en forces compressives et vice versa. Cette inversion joue un rôle dans la limitation de l'expansion verticale des fissures médianes et la promotion de leur propagation vers la surface. Un champ de contraintes résiduelles émerge de la zone plastiquement déformée, comme l'ont décrit Michałowski et al. (2021). Ce champ résiduel devient le principal moteur de l'initiation et de la croissance des fissures latérales. Ces fissures, débutant à la base de la zone plastiquement déformée, peuvent se propager jusqu'à la surface, entraînant potentiellement un phénomène d'écaillage.

Pour approfondir cette analyse, nous pouvons citer les travaux de Rouxel (2015), qui a étudié en détail la relation entre la composition du verre et sa réponse mécanique à l'indentation. Rouxel a mis en évidence comment la structure atomique du verre influence sa capacité à se déformer plastiquement ou à se fissurer sous contrainte.



**Figure 1.5:** Zones plastique et élastique après indentation Vickers Eumelen. (2022).

La figure 1.5, issue de l'étude d'Eumelen et al. (2022), illustre de manière schématique les étapes d'une expérience d'indentation, mettant en lumière les processus de chargement et de déchargement. Cette représentation est fondamentale pour comprendre les mécanismes de déformation élasto-plastique dans les matériaux, en particulier dans le contexte d'une inclusion hémisphérique en surface.

La phase de chargement est caractérisée par l'application progressive d'une force  $F$  sur l'indenteur. Cette force augmente de zéro jusqu'à une valeur maximale  $F_{max}$ . Simultanément, la profondeur d'indentation  $h$  croît jusqu'à atteindre une valeur maximale  $h_{max}$ . Cette relation entre la force appliquée et la profondeur d'indentation est essentielle pour comprendre la réponse mécanique initiale du matériau.

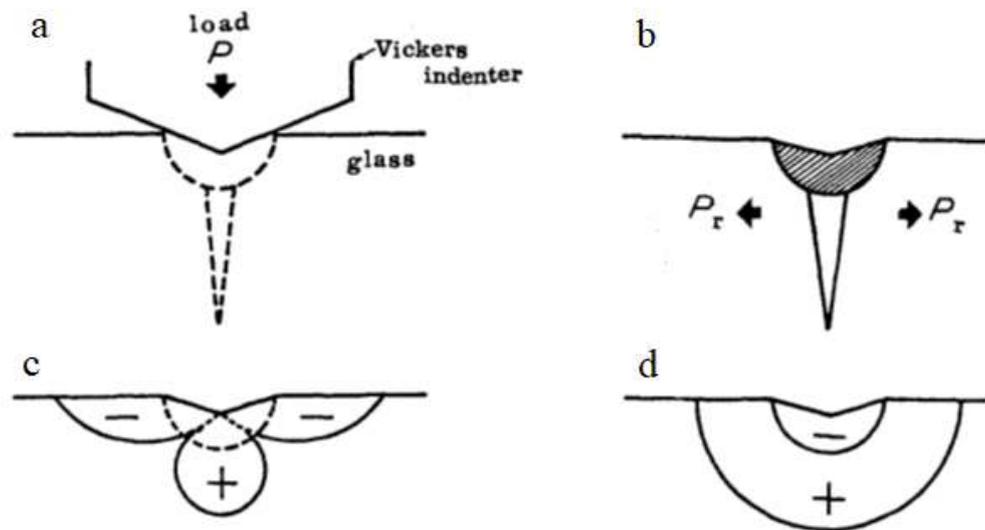
Lors du déchargement, la force appliquée diminue progressivement de  $F_{max}$  à zéro. Ce processus est accompagné d'une réduction de la profondeur d'indentation. Cependant, cette

réduction n'est pas complète, ce qui met en évidence la nature élasto-plastique de la déformation.

**Indentation Résiduelle ( $h_f$ )** À la fin du déchargement, lorsque la force appliquée revient à zéro, une indentation résiduelle  $h_f$  persiste. Cette profondeur résiduelle est une manifestation de la déformation plastique permanente subie par le matériau. Elle est un indicateur clé de la capacité du matériau à résister aux déformations permanentes.

**Indentation Élastique Réversible** La différence entre la profondeur maximale d'indentation ( $h_{max}$ ) et l'indentation résiduelle ( $h_f$ ) représente la composante élastique réversible de la déformation. Cette valeur, exprimée par  $(h_{max} - h_f)$ , quantifie la capacité du matériau à récupérer sa forme originale après le retrait de la charge.

**Raideur de Contact Élastique (S)** La raideur de contact élastique, notée S, est mesurée au début de la phase de déchargement. Elle représente la pente initiale de la courbe de déchargement et fournit des informations sur les propriétés élastiques du matériau dans la zone de contact.



**Figure 1.6:** Distribution des contraintes principales durant le cycle charge/décharge d'indentation, montrant transition entre compression et tension (Haranoh, 1982).

D'après le travail de Haranoh et al en 1982 La Figure 1.6 illustre schématiquement la distribution des contraintes principales normales au plan médian lors d'une indentation Vickers sur du verre sodo-calcique. Cette représentation est importante pour comprendre l'évolution des fissures pendant le processus d'indentation.

Pendant la phase de chargement (Figure 1.6 a), deux champs de contraintes distincts se développent. Un champ de contraintes de tension, indiqué par des signes positifs, s'étend vers

le bas à partir de la zone située sous l'indenteur. Simultanément, un champ de contraintes compressives, représenté par des signes négatifs, se forme près de la surface du verre. Cette configuration particulière des contraintes a une influence directe sur le développement des fissures. En effet, l'extension des fissures à la surface est limitée par le champ de contraintes compressives, ce qui confine leur développement à une forme circulaire durant cette phase.

Lors de la phase de déchargement (Figure 1.6 b), on observe une modification significative de la distribution des contraintes. Le champ de contraintes compressives près de la surface disparaît progressivement. En parallèle, un champ de contraintes de tension se développe autour de la zone indentée. Ce phénomène est attribué à la présence d'une zone irréversiblement comprimée sous l'indenteur, qui persiste après le retrait de la charge.

Cette évolution de la distribution des contraintes a des conséquences directes sur la morphologie des fissures. Après le déchargement, la disparition des contraintes compressives en surface et l'apparition d'un champ de tension autour de la zone indentée permet aux fissures de se propager en surface. Par conséquent, les fissures qui se développent après le déchargement adoptent une forme semi-circulaire caractéristique.

L'analyse de Haranoh et al. (1982) souligne ainsi l'importance de considérer à la fois les phases de chargement et de déchargement pour comprendre pleinement l'évolution des fissures dans le verre lors d'une indentation Vickers. Cette compréhension des interactions entre les champs de contraintes et la formation des fissures est essentielle pour l'étude de la résistance mécanique des verres et leur comportement sous contrainte.

## **1.7.2 Contraintes induites par trempe**

### **1.7.2.1 Trempe thermique**

Le verre architectural a connu une évolution significative au cours des deux dernières décennies, passant d'un matériau principalement décoratif à un élément combinant des fonctions structurelles et de revêtement. Cette transition soulève des questions complexes concernant la résistance et la fiabilité du verre dans des applications structurelles. Contrairement à de nombreux matériaux d'ingénierie, la résistance du verre n'est pas uniquement déterminée par ses propriétés intrinsèques, mais dépend fortement de la qualité du traitement et de l'état de surface du matériau (Veer et al., 2009).

Le verre flotté, en raison de microdéfauts présents à sa surface, est intrinsèquement fragile et susceptible à la corrosion sous contrainte. Sa résistance peut varier considérablement, allant de 14 à 70 MPa, ce qui contraste fortement avec la résistance des fibres de verre quasi-exemptes

de défauts, pouvant atteindre 3 à 7 GPa. Cette variabilité souligne l'importance de la qualité de surface dans la détermination de la résistance globale du verre (Veer et al., 2009).

Pour améliorer la résistance du verre flotté, la trempe thermique s'est imposée comme une méthode efficace. Ce procédé consiste à refroidir rapidement le verre depuis une température proche de sa température de transition vitreuse ( $T_g$ ) jusqu'à la température ambiante. To et al. (2008) expliquent que ce processus génère des contraintes de compression résiduelles à la surface du verre, qui compensent les effets néfastes des micro-défauts superficiels, principaux responsables de la rupture du verre. La distribution des contraintes résultant de ce traitement thermique se caractérise par une surface en compression et un cœur en tension.

Sheth et al. (2019) détaillent les différents traitements thermiques couramment utilisés pour le verre architectural :

**Le recuit :** Un processus de refroidissement lent visant à réduire les contraintes résiduelles et à prévenir le choc thermique.

**La trempe complète :** Un refroidissement rapide qui crée une distribution de contraintes caractéristique, avec une surface fortement comprimée et un cœur en tension.

**Le renforcement thermique (ou trempe partielle) :** Un processus similaire à la trempe complète, mais produisant un profil de contraintes moins prononcé.

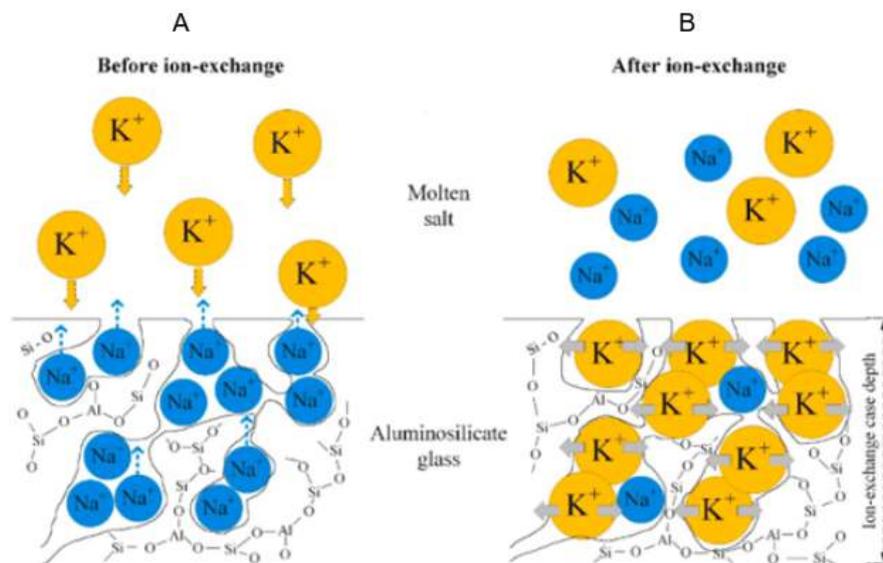
Il est généralement admis que la contrainte de compression en surface détermine la résistance mécanique globale du verre, tandis que l'état de tension au cœur influence le motif de rupture. Le verre trempé, résultant de ces traitements thermiques, présente une résistance et une sécurité suffisantes pour être utilisé comme matériau structural dans la fabrication d'éléments tels que poutres, colonnes, planchers ou façades.

Cependant, To et al. (2008) soulignent que la détermination précise de la résistance du verre trempé et l'évaluation de la fiabilité des structures en verre trempé restent des sujets de recherche active. Les champs de contraintes résiduelles générés par les traitements thermiques jouent un rôle dans la résistance du verre aux charges externes et dans la propagation des fissures. Ils peuvent soit inhiber la croissance des fissures lorsque les contraintes de compression en surface sont dominantes, soit faciliter leur propagation lorsque les contraintes de tension internes deviennent prépondérantes.

### **1.7.2.2 Trempe chimique**

Le renforcement chimique par échange d'ions représente une avancée significative dans l'amélioration des propriétés mécaniques des verres d'oxyde multi-composants. Cette technique, comme l'expliquent Wang et al. (2021), consiste à modifier la composition chimique

superficielle du verre sans altérer fondamentalement sa structure réticulaire. Le processus implique L'échange ionique est un traitement chimique qui consiste à remplacer des ions de petite taille par des ions plus volumineux à la surface du verre, au moyen d'un bain de sel fondu. L'expansion de la structure du verre génère une compression en surface et une tension équilibrante à l'intérieur bousbaa et al (2003), comme illustré dans la Figure I.7. Typiquement, ce processus remplace des ions  $\text{Na}^+$  (102 pm) par des ions  $\text{K}^+$  plus gros (138 pm),



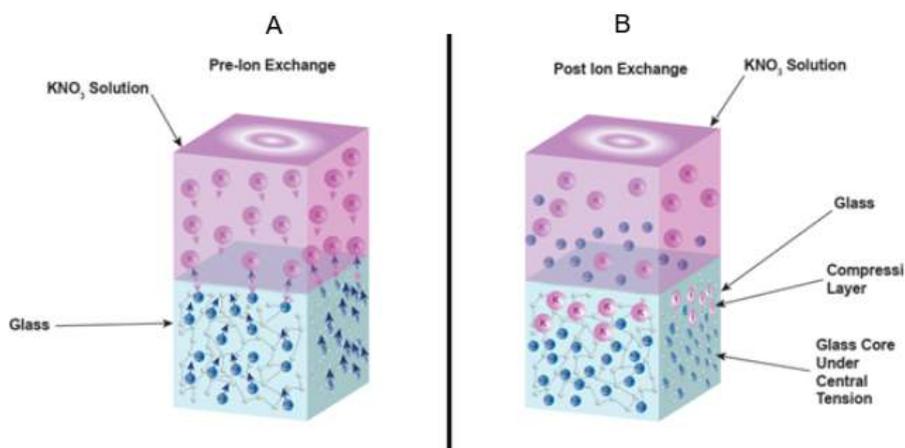
**Figure 1.7:** Schémas de l'échange d'ions : (A) avant l'échange d'ions, (B) après l'échange d'ions Wang et al. (2021).

Berneschi et al. (2021) décrivent en détail la méthodologie de ce processus. Le verre est immergé dans un bain de sel alcalin fondu, généralement du nitrate de potassium ( $\text{KNO}_3$ ), à une température inférieure au point de ramollissement du verre, typiquement entre  $300^\circ\text{C}$  et  $500^\circ\text{C}$ . Durant cette immersion, un processus de diffusion ionique s'opère : les ions sodium près de la surface du verre sont remplacés par les ions potassium du sel fondu. L'efficacité de cet échange ionique dépend de plusieurs paramètres cruciaux, notamment la température du bain, la durée d'immersion, la composition du verre et les interactions à l'interface verre-sel.

Neugebauer et al. (2017) expliquent que ce processus génère une contrainte de compression à la surface du verre. Ce phénomène, souvent décrit comme un "bourrage" ou "blocage", résulte de l'insertion d'ions plus grands dans les sites précédemment occupés par des ions plus petits. Cette compression superficielle renforce considérablement la résistance du matériau en compensant les microfissures et défauts de surface, qui sont généralement les points d'initiation de la rupture dans le verre non traité.

Gridi et al. (2022) fournissent des données quantitatives sur les résultats de ce traitement. Typiquement, le verre sodocalcique trempé chimiquement présente une contrainte de compression en surface d'environ -300 MPa. Cette valeur est significativement plus élevée que celle obtenue par trempé thermique, qui se situe généralement autour de -100 MPa. Cependant, la zone de compression est relativement mince, ne mesurant que 50  $\mu\text{m}$  d'épaisseur environ, contre plusieurs centaines de micromètres pour la trempé thermique. Cette fine couche de compression confère au verre une résistance accrue aux contraintes mécaniques et aux chocs thermiques, tout en préservant sa transparence et ses propriétés optiques.

La Figure 1.8, basée sur les données de Cat-i Glass (2019), illustre le profil caractéristique des contraintes résiduelles dans un verre renforcé chimiquement. On y observe une forte compression en surface qui diminue progressivement vers l'intérieur du verre, jusqu'à atteindre une zone de traction au cœur du matériau. Cette distribution spécifique des contraintes joue un rôle dans l'amélioration des propriétés mécaniques globales du verre. La zone de compression en surface agit comme une barrière à la propagation des fissures, tandis que la zone de tension au cœur maintient l'équilibre des forces internes.



**Figure 1.8:** Les illustrations sont des sections transversales de verre. (A) avant l'échange d'ions ; (B) après l'échange d'ions Cat-i Glass (2019),

Le renforcement chimique offre plusieurs avantages par rapport à la trempé thermique traditionnelle, notamment une plus grande flexibilité dans le traitement de verres de formes complexes ou de faible épaisseur, une meilleure préservation de la planéité de la surface du verre, une résistance accrue aux rayures et à l'abrasion superficielle, ainsi qu'une amélioration de la résistance à la fatigue et à la corrosion sous contrainte.

Cependant, la complexité du processus et la finesse de la couche renforcée nécessitent une maîtrise précise des paramètres de traitement. Des recherches continues sont menées pour

optimiser le processus d'échange ionique, notamment en explorant l'utilisation d'autres ions alcalins ou en développant des compositions de verre spécifiquement adaptées à ce traitement.

## 1.8 Mesure des contraintes résiduelles dans le verre

### 1.8.1 Mesure des contraintes résiduelles par l'indentation Vickers

L'étude des propriétés mécaniques des matériaux fragiles, tels que les verres et les céramiques, est d'une importance dans de nombreux domaines technologiques et industriels. La technique d'indentation utilisant un diamant pyramidal s'est imposée comme un outil particulièrement efficace pour évaluer ces propriétés. Cette revue examine les contributions significatives de plusieurs chercheurs qui ont fait progresser cette méthode, en mettant l'accent sur les modèles mathématiques développés et leur application pratique, illustrée par une figure clé.

Anunmana et al. (2009) ont démontré l'efficacité de la technique d'indentation pour obtenir des informations sur la résistance, la fragilité et la résistance à la rupture des verres et des céramiques. Leur travail a posé les bases de l'utilisation de cette méthode pour évaluer la résistance à la fracture et le module élastique de ces matériaux.

Zeng et Rowcliffe (1994) ont approfondi l'étude du champ de contrainte autour d'une indentation à pointe aiguë. Leur contribution majeure a été la mise en évidence d'un champ de contrainte résiduelle persistant après le retrait de la charge. Ils ont proposé une équation fondamentale (Équation I.6) reliant la longueur de la fissure radiale d'indentation ( $c_0$ ) à la ténacité du matériau ( $K_c$ ) :

$$K_c = \chi P / c_0^{(3/2)} \quad (1.5) \text{ Zeng et Rowcliffe (1994)}$$

Où  $P$  représente la charge d'indentation et  $\chi$  est une constante adimensionnelle liée au rapport entre le module élastique et la dureté du matériau.

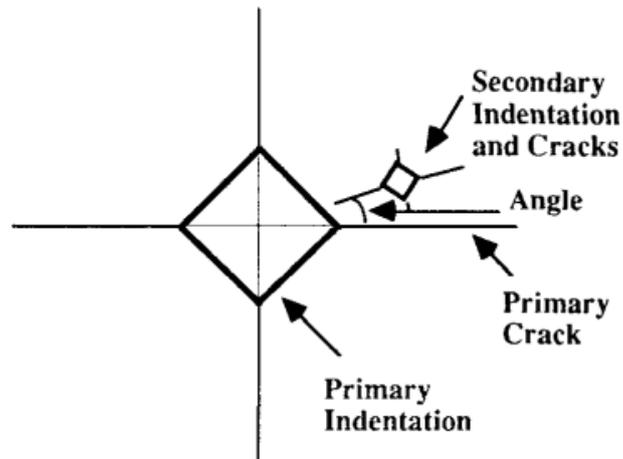
Peitl et al. (2010) ont étendu cette approche en considérant l'effet des contraintes résiduelles sur la longueur des fissures secondaires. Ils ont développé des équations pour calculer les contraintes résiduelles de traction et de compression :

$$\sigma = (K_c / \psi \sqrt{c_1}) * [(c_1 / c_0)^{(3/2)} - 1] \quad (\text{Pour contraintes de traction})$$

$$\sigma = (K_c / \psi \sqrt{c_2}) * [1 - (c_2 / c_0)^{(3/2)}] \quad (\text{Pour contraintes de compression})$$

Où  $c_1$  et  $c_2$  représentent les longueurs des fissures secondaires.

La Figure I.6, inspirée des travaux de Zeng et Rowcliffe (1994), joue un rôle dans la compréhension de la méthodologie expérimentale. Cette figure illustre le schéma d'indentation utilisé pour ces mesures, montrant la disposition des indentations secondaires autour de l'indentation primaire. On peut y observer comment les indentations secondaires sont positionnées stratégiquement dans le demi-quadrant délimité par les deux fissures primaires émanant des coins de l'indentation initiale. Cette configuration permet une analyse détaillée de la distribution spatiale des contraintes résiduelles autour du point d'indentation.



**Figure 1.9:** Configuration d'indentations secondaires placées dans le quadrant formé par les fissures primaires d'une indentation Vickers initiale (Zeng/Rowcliffe, 1994).

Marshall et Lawn (1977) ont adapté cette technique pour les verres trempés, développant une équation pour calculer la contrainte de compression en surface :

$$\sigma_c = (K_{IC} / \sqrt{C}) * [(C / C_0)^{(3/2)} - 1] / m$$

Où  $C$  et  $C_0$  représentent respectivement la moitié de la longueur des fissures radiales du verre trempé et non trempé, et  $K_{IC}$  la ténacité du matériau.

### 1.8.2 Mesure des contraintes résiduelles par photoélasticimétrie

La photoélasticité, découverte au début du 19<sup>ème</sup> siècle par Seebeck et Brewster, s'est imposée comme une technique essentielle pour l'évaluation des contraintes résiduelles dans le verre. Cette méthode, exploitant les propriétés optiques des matériaux sous contrainte, a connu une évolution significative, passant d'une approche qualitative à des techniques quantitatives sophistiquées.

Aben et al. (2008) soulignent que jusqu'au milieu du 20<sup>ème</sup> siècle, l'évaluation des contraintes résiduelles dans le verre par photoélasticité était principalement qualitative, basée sur l'observation des couleurs d'interférence à travers des polariscope simples. Par la suite, comme le note Aben (2005), plusieurs techniques quantitatives ont émergé, incluant la

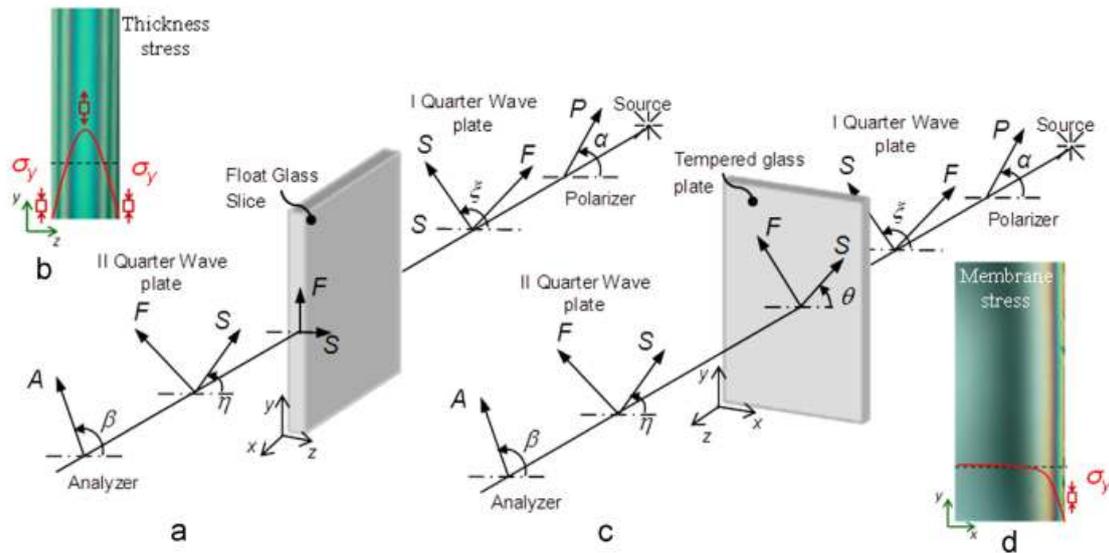
photoélasticimétrie bidimensionnelle pour l'analyse des contraintes membranaires uniformes, la méthode de la lumière diffusée pour évaluer la distribution parabolique des contraintes d'épaisseur, et des approches non destructives pour évaluer les contraintes à la surface des plaques de verre.

Ramesh et Ramakrishnan (2016) expliquent que dans les mesures photoélastiques, seules les composantes de contrainte perpendiculaires à la direction de propagation de la lumière contribuent à l'effet photoélastique. La Figure 1.10 illustre ce concept à travers différentes configurations d'un polariscope circulaire pour l'analyse de divers types de contraintes dans le verre.

La Figure 1.10(a) montre la configuration pour l'analyse de la contrainte d'épaisseur, avec la lumière se propageant le long de l'axe  $x$ . La Figure 1.10(b) illustre les motifs de franges isochromatiques en champ sombre associés aux contraintes d'épaisseur dans une section de verre flotté. Ces isochromatiques apparaissent comme des franges rectilignes avec un gradient croissant vers les bords. Lorsque la lumière traverse dans la direction  $z$ , l'absence de franges discernables indique un retard intégré quasiment nul, dû à la variation parabolique des composantes de contrainte résiduelle  $\sigma_x$  et  $\sigma_y$ .

La Figure 1.10(c) représente la configuration pour l'analyse de la contrainte membranaire, avec la lumière se propageant le long de l'axe  $z$ . La Figure 1.10(d) montre les motifs de franges isochromatiques en champ sombre observés près du bord d'une plaque de verre trempé. Dans ce cas, les franges près du bord reflètent l'effet combiné de  $|\sigma_x - \sigma_y|$  et correspondent à  $\sigma_y$  au niveau du bord. L'espacement entre les franges diminue à mesure qu'on s'éloigne du bord, indiquant une variation de l'intensité des contraintes.

L'analyse des franges isochromatiques fournit des informations précieuses sur la distribution des contraintes dans le verre. Dans le verre flotté, la distribution parabolique des contraintes d'épaisseur est clairement visible. Pour le verre trempé, les franges près du bord révèlent des contraintes significatives, avec une diminution progressive de leur intensité vers le centre de la plaque.



**Figure 1.10:** Polariscope circulaire visualisant contraintes d'épaisseur (axe  $x$ ) et membranaires (axe  $z$ ) par franges isochromatiques dans verres flotté et trempé (Ramesh, 2016).

## 1.9 Analyse de Weibull

L'analyse statistique des propriétés mécaniques des matériaux, en particulier celles liées à la rupture, joue un rôle dans la compréhension et la prédiction de leur comportement sous diverses conditions de sollicitation. Les modèles statistiques de défaillance des matériaux reposent sur le principe fondamental que l'écart entre les performances idéales et réelles est attribuable à la présence de défauts qui amplifient les contraintes locales, conduisant ainsi à une défaillance prématurée.

Tiryakioğlu (2015) a approfondi cette notion en étudiant les mélanges de distributions de Weibull dans les matériaux de fonderie. Ses travaux ont démontré que la présence de multiples populations de défauts peut conduire à des distributions de Weibull mixtes, soulignant l'importance de comprendre ces mécanismes complexes pour une analyse précise de la fiabilité des matériaux.

La théorie du "maillon le plus faible" est au cœur de cette approche. Elle postule que le défaut le plus critique, généralement le plus grand, détermine les propriétés mécaniques liées à la rupture. Cette théorie s'applique particulièrement bien aux matériaux fragiles et quasi-fragiles, où la propagation rapide d'une fissure à partir d'un défaut critique entraîne la rupture de l'ensemble de la structure.

Barbosa et al. (2019) ont présenté une revue complète de l'application des distributions statistiques, notamment Weibull, aux courbes S-N (contrainte-nombre de cycles) pour les

matériaux métalliques et composites. Leurs travaux soulignent l'importance de ces modèles probabilistes pour prédire la durée de vie en fatigue des matériaux, un aspect très important dans de nombreuses applications industrielles.

La distribution de Weibull, introduite par Walodi Weibull, s'est imposée comme un outil statistique puissant pour modéliser ce comportement. Tiryakioğlu et Campbell (2010) ont fourni un guide détaillé pour l'interprétation des graphiques de probabilité de Weibull pour les matériaux de fonderie, mettant en évidence l'importance de la taille de l'échantillon et des méthodes d'estimation des paramètres sur la fiabilité des résultats.

La fonction de probabilité cumulée de la distribution de Weibull s'exprime comme suit :

$$P = 1 - \exp[-(\sigma - \sigma_T / \sigma_0)^m] \quad (1.10) \text{ Tiryakioğlu et Campbell (2010)}$$

Où

P est la probabilité de défaillance à une contrainte donnée  $\sigma$  ou inférieure  $\sigma_T$  est la valeur seuil,  $\sigma_0$  est le paramètre d'échelle, et m est le module de Weibull.

Li et al. (2017) ont proposé une méthode des moindres carrés non linéaires pour estimer le module de Weibull, démontrant que cette approche peut résoudre les problèmes de déviation observés dans les estimations traditionnelles de Weibull.

Le module de Weibull, m, est un paramètre Essentielle qui caractérise la dispersion des défauts dans le matériau. Pardini et Manhani (2002) ont étudié l'influence de la longueur de jauge sur la résistance, le module de Young et le module de Weibull des fibres de carbone et de verre. Ils ont montré que le module de Weibull diminue avec l'augmentation de la longueur de jauge, indiquant une plus grande variabilité dans les propriétés mécaniques pour des échantillons plus longs.

Pour faciliter l'analyse graphique, l'équation de Weibull peut être réarrangée sous une forme linéaire :

$$\ln(\ln(1 / (1 - P))) = m \ln(\sigma - \sigma_T) - m \ln(\sigma_0) \quad (1.11) \text{ Pardini et Manhani (2002)}$$

Trustrum et Jayatilaka (1979) ont examiné les méthodes d'estimation du module de Weibull pour les matériaux fragiles, fournissant des recommandations sur la taille minimale de l'échantillon nécessaire pour obtenir des estimations fiables.

Dans la pratique, pour appliquer cette analyse à un ensemble de données expérimentales, il est nécessaire d'attribuer une probabilité de défaillance à chaque valeur de contrainte mesurée. Zerbo et al. (2019) ont appliqué l'analyse de Weibull à la résistance à la rupture des céramiques

argile-talc, montrant comment la microstructure influence la distribution de Weibull de la résistance à la rupture.

La détermination de la probabilité de survie ( $P_s$ ) est un élément dans l'analyse statistique de la fiabilité des matériaux. Cette probabilité est définie comme le complément de la probabilité de défaillance ( $P$ ), exprimée par l'équation :

$$P_s = 1 - P \quad (1.12)$$

Pour effectuer une analyse de Weibull rigoureuse, il est impératif d'attribuer une probabilité de défaillance, désignée par  $P_i$ , à chaque valeur de contrainte  $\sigma_i$  observée expérimentalement. Cette attribution s'effectue après avoir organisé l'ensemble des valeurs mesurées par ordre croissant. Dans ce contexte, l'indice  $i$  varie de 1 à  $N$ , où  $N$  représente la taille totale de l'échantillon étudié.

L'attribution des probabilités de défaillance s'appuie sur l'utilisation d'estimateurs de probabilité, dont le choix peut influencer les résultats de l'analyse. Zerbo et al. (2019) ont discuté de plusieurs estimateurs couramment employés dans la littérature, notamment :

1.  $(i - 0.5) / N$
2.  $i / (N + 1)$
3.  $(i - 0.3) / (N + 0.4)$

Où  $i$  représente le rang de la mesure dans l'ensemble ordonné des données, et  $N$  est le nombre total de mesures dans l'échantillon.

Le choix de l'estimateur approprié dépend de plusieurs facteurs, tels que la taille de l'échantillon et les caractéristiques spécifiques du matériau étudié. Il est important de noter que ce choix peut avoir un impact significatif sur l'estimation des paramètres de Weibull, en particulier pour les échantillons de petite taille.

## 1.10 Conclusion

Ce chapitre a offert un aperçu complet des généralités sur les verres, couvrant un large éventail de sujets allant de leur définition fondamentale à leurs propriétés mécaniques complexes.

Nous avons exploré la nature unique de l'état vitreux, soulignant son caractère amorphe et métastable qui continue de fasciner les chercheurs. L'histoire millénaire du verre, de ses origines

anciennes à ses applications modernes, témoigne de son importance durable dans le développement technologique et culturel de l'humanité.

Les différentes familles de verres - oxydes, chalcogénures, halogénures, et métalliques - ont été présentées, mettant en lumière la diversité des compositions et des propriétés qui en découlent. Cette diversité ouvre la voie à une multitude d'applications, de l'optique à l'électronique en passant par la biomédecine.

Une attention particulière a été portée aux propriétés mécaniques du verre, notamment la transmission optique, la densité, la viscosité, la dureté, et l'élasticité. Ces propriétés sont indispensables pour comprendre le comportement du verre dans diverses applications et pour concevoir des matériaux vitreux aux performances optimisées.

L'analyse des contraintes dans le verre, qu'elles soient induites par indentation ou par trempe thermique et chimique, a révélé la complexité des mécanismes de déformation et de rupture dans ces matériaux. Les techniques avancées de mesure des contraintes résiduelles, telles que l'indentation Vickers et la photoélasticimétrie, ont été examinées, soulignant leur importance dans l'évaluation de la qualité et de la fiabilité des produits en verre.

Enfin, l'introduction à l'analyse statistique de Weibull a mis en évidence l'importance d'une approche probabiliste dans l'étude de la résistance mécanique des verres, reconnaissant la nature stochastique de leur comportement à la rupture.

Ce chapitre pose ainsi les bases nécessaires pour une compréhension approfondie des verres, de leurs propriétés et de leurs comportements, ouvrant la voie à des discussions plus approfondies sur leurs applications spécifiques et les défis technologiques associés dans les chapitres suivants.

## ***Chapitre 02 : Influence de l'effet chimique sur le verre flotté***

## Chapitre 02 : Influence de l'effet chimique sur le verre flotté

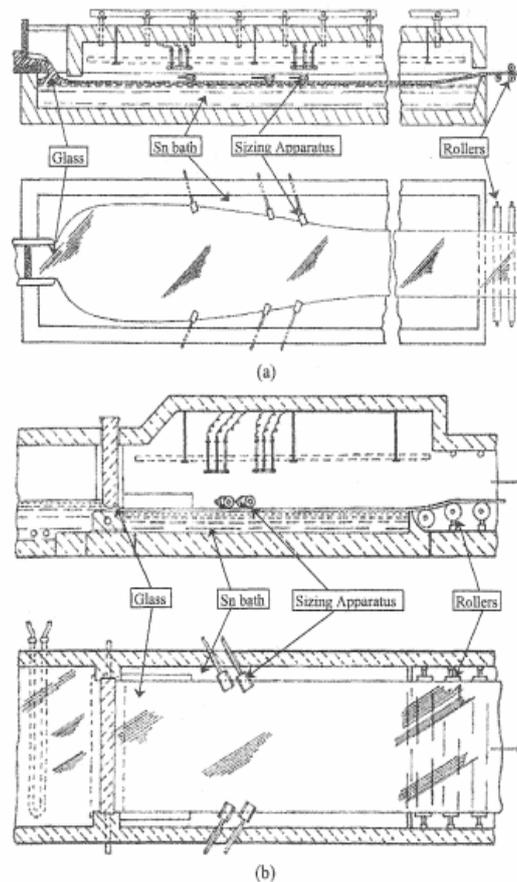
### 2.1 Introduction

Le procédé de fabrication du verre flotté, introduit par Pilkington il y a environ 60 ans, a révolutionné l'industrie du verre plat. Sieger (1975) souligne que cette technique, qui consiste à faire passer un ruban de verre sur un bain d'étain en fusion, est devenue la méthode dominante pour la production de verre plat de haute qualité. Les produits issus de ce procédé sont non seulement adaptés à la plupart des applications qui nécessitaient auparavant du verre de plaque, du verre en feuille ou du verre de fenêtre, mais présentent également, dans certains aspects, une qualité supérieure aux produits plus anciens.

La Figure 2.1 illustre en détail les procédés de fabrication du verre flotté développés par Pilkington (a) et PPG (b), comme le décrit Edge (1984). Cette figure met en évidence les étapes clés du processus : un réservoir de fusion contient le verre fondu qui est ensuite délivré sur un bain d'étain liquide. Le ruban de verre est refroidi progressivement sur toute la longueur du bain d'étain. Une fois que la taille du verre est stabilisée, le ruban est transféré sur des rouleaux et introduit dans un four de recuisson. Après ce traitement thermique, le ruban de verre est prêt à être coupé, emballé et expédié. Cette illustration permet de visualiser clairement les différentes étapes du processus de fabrication du verre flotté, soulignant l'importance du bain d'étain dans la formation d'une surface de verre de haute qualité.

La maîtrise des températures constitue un élément indispensable dans ce procédé. La température du verre fondu atteint approximativement 1550°C dans le réservoir de fusion, puis diminue progressivement jusqu'à environ 600°C à la sortie du bain d'étain. Cette régulation thermique précise permet d'obtenir des surfaces parfaitement planes et parallèles. L'atmosphère contrôlée, composée principalement d'azote et d'hydrogène, prévient l'oxydation de l'étain et garantit la qualité optique exceptionnelle du produit final.

L'innovation de Sir Alastair Pilkington, brevetée en 1959 après sept années de développement intensif, a transformé radicalement l'économie de la production verrière. Avant cette révolution technologique, la fabrication de verre plat nécessitait un polissage mécanique laborieux et coûteux. Bracegirdle et Norris (2002) estiment que le procédé flotté a réduit les coûts de production de plus de 40%, tout en augmentant considérablement la productivité. La transition mondiale vers cette technique s'est opérée rapidement : dès 1970, plus de 50% de la production mondiale de verre plat utilisait ce procédé, proportion qui dépasse aujourd'hui 90%.



**Figure 2.1:** les procédés de fabrication du verre flotté. Pilkington et al (1984).

Frischat (2002) met en évidence une caractéristique importante du verre flotté résultant de ce processus : la différence significative entre ses deux faces. Du côté en contact avec le bain d'étain, la qualité de la surface du verre est principalement influencée par la diffusion de l'étain. Les ions d'étain ont la capacité de migrer dans le verre pendant le processus de fabrication. En revanche, la face exposée à l'atmosphère conserve une structure pratiquement intacte, formée par fusion (polie par le feu). Il est important de noter que les propriétés des deux faces peuvent être modifiées lors de manipulations ou de stockages ultérieurs.

Krohn et al. (2005) soulignent que l'interaction entre l'étain et le verre fondu dans le bain d'étain, visible dans la Figure II.1, est un phénomène complexe qui a fait l'objet de nombreuses études expérimentales et théoriques. La diffusion de l'étain dans le verre flotté est influencée par divers facteurs, notamment la composition du verre, le potentiel redox du verre, l'échange d'ions, l'atmosphère du bain d'étain, la température et la durée de flottaison. Ces paramètres jouent un rôle dans la détermination des propriétés finales du verre flotté.

## 2.2 Pénétration de l'étain dans le verre

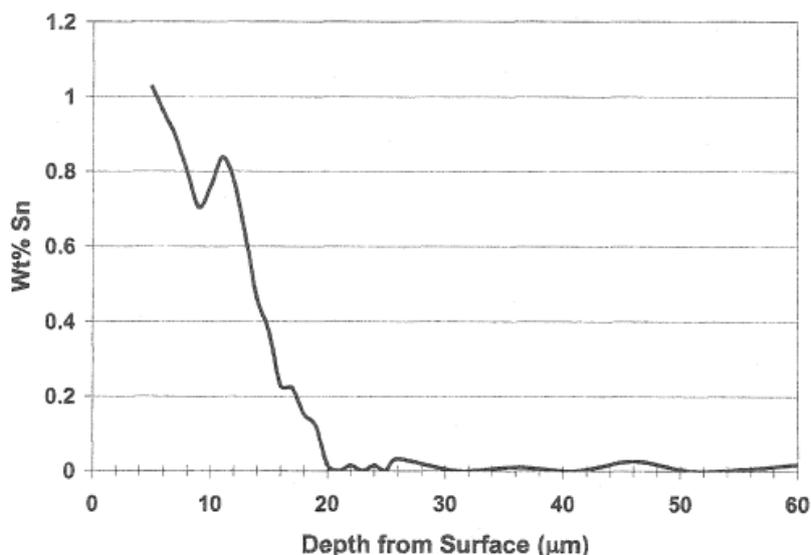
La fabrication du verre flotté implique un processus complexe d'interactions entre l'étain fondu et le verre en fusion, résultant en une pénétration significative de l'étain dans la surface du verre. Ce phénomène, étudié en détail par Zhang et al. (2011), joue un rôle dans la détermination des propriétés finales du verre flotté.

La pénétration de l'étain se produit principalement dans le bain d'étain à haute température. Zhang et al. (2011) expliquent que cette interaction est favorisée par les conditions de température élevée, qui augmentent la mobilité des ions et facilitent les réactions chimiques. Une fois que le ruban de verre passe par le four de cuisson et se refroidit davantage, la capacité de diffusion de l'étain diminue considérablement, "figeant" essentiellement la distribution de l'étain dans la couche superficielle du verre.

À l'intérieur du bain d'étain, un système multiphasé complexe se forme, impliquant l'étain fondu, le gaz réducteur et le verre fondu. Des réactions d'oxydation et de réduction se produisent à l'interface de ces phases, influencées par la température, la composition du verre, et l'atmosphère du bain d'étain. Malgré les efforts pour maintenir un niveau minimal d'oxygène dans le bain d'étain, une faible quantité persiste. Zhang et al. (2011) précisent qu'à 1023 K, la solubilité de l'oxygène dans l'étain fondu est de 0,0049 %. Cette présence d'oxygène conduit à l'oxydation de l'étain métallique à des états supérieurs, principalement  $\text{Sn}^{2+}$  et  $\text{Sn}^{4+}$ , ce qui, combiné à sa diffusion, est responsable de la pénétration de l'étain dans le verre flotté.

Williams et al. (1997) ont approfondi la compréhension de l'état chimique et de la structure de l'étain à la surface d'un verre float commercial. Leurs observations, utilisant la spectroscopie Mössbauer, ont révélé que l'étain se trouve principalement à l'état  $\text{Sn}^{2+}$  près de la surface, qu'il est plus faiblement lié que l'étain dans la masse du verre, et que le rapport  $\text{Sn}^{4+}/\text{Sn}^{2+}$  diminue avec l'augmentation de la distance par rapport à la surface float. Un traitement thermique prolongé (193 heures à 730°C) a entraîné une augmentation significative de la quantité de  $\text{Sn}^{4+}$ , conduisant à la dévitrification du verre et à la formation de  $\text{SnO}_2$  cristallin.

La Figure 2.2, tirée des travaux de Krohn et al. (2002), illustre schématiquement le processus de diffusion de l'étain à la surface du verre float en contact avec le bain d'étain fondu. Cette représentation visuelle aide à comprendre la distribution spatiale de l'étain dans la couche superficielle du verre, montrant une concentration plus élevée près de la surface et diminuant vers l'intérieur du verre.



**Figure 2.2:** Illustration d'un schéma de diffusion de l'étain à la surface du verre flotté en contact avec le bain d'étain fondu Krohn et al. (2002),

Krohn et al. (2002) ont également étudié l'impact de cette distribution d'étain sur les propriétés mécaniques du verre flotté, observant que la présence d'étain à la surface du verre peut influencer sa résistance à la flexion biaxiale et sa fatigue dynamique. La couche enrichie en étain peut agir comme une zone de renforcement, modifiant les caractéristiques de propagation des fissures et, par conséquent, la durabilité globale du verre.

Effet de l'étain sur les propriétés du verre

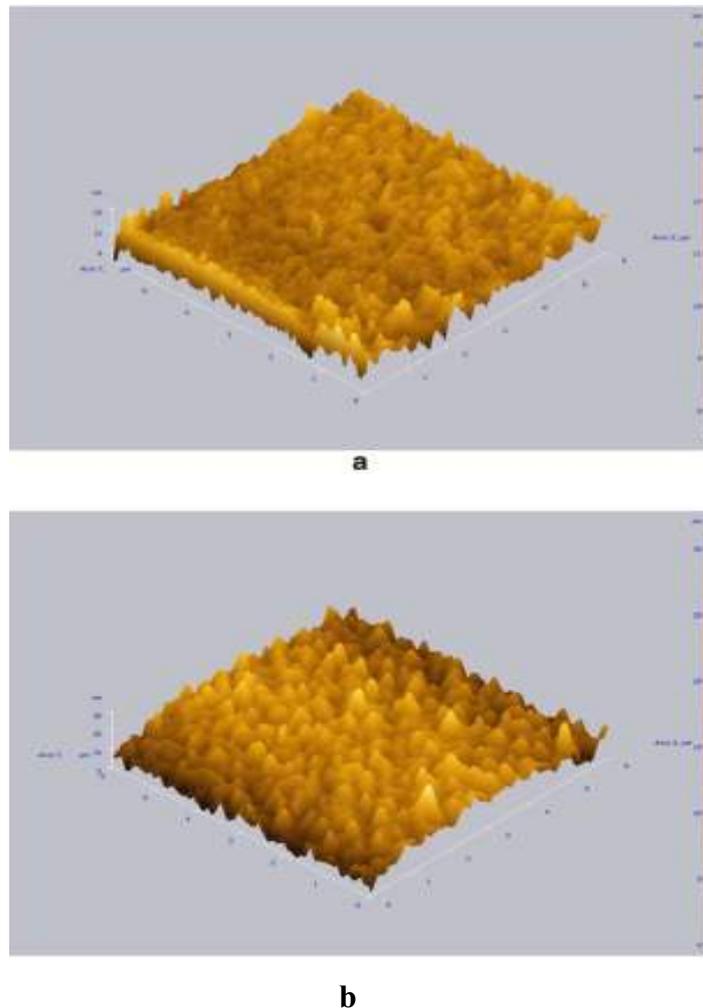
### 2.3 Propriétés physiques

L'incorporation d'étain dans les verres silicatés constitue un sujet d'étude majeur en science des matériaux, en raison de son influence significative sur les propriétés physiques, structurales et optiques du verre. Les travaux de Krohn et al. (2005, 2004), Modi et al. (2005), et Ziemath et al. (2005) ont apporté des contributions substantielles à ce domaine de recherche, offrant une compréhension approfondie des mécanismes en jeu et de leurs conséquences sur les caractéristiques du matériau vitreux.

Krohn et al. (2005) ont démontré que la substitution du sodium par l'étain dans la composition du verre entraîne une réduction de la concentration en oxygènes non-pontants, conduisant à une amélioration de la connectivité du réseau vitreux. Cette modification structurale se manifeste par des changements significatifs des propriétés thermomécaniques, notamment une diminution du coefficient de dilatation thermique (CTE) et une augmentation de la viscosité. Ces effets sont observés tant pour l'incorporation de SnO que de SnO<sub>2</sub>, soulignant l'impact général de l'étain sur la structure du verre.

Les travaux ultérieurs de Krohn et al. (2004) ont corroboré ces observations, mettant en évidence que le remplacement de  $\text{SnO}_2$  par  $\text{Na}_2\text{O}$  conduit à un réseau vitreux plus étroitement lié. Cette modification structurale se traduit par une augmentation de la température de transition vitreuse et du point de ramollissement, ainsi qu'une réduction de l'expansion thermique.

L'étude de Modi et al. (2005) s'est concentrée sur les effets de l'irradiation ionique sur la surface du verre flotté. La Figure 2.3 présente des images AFM comparatives des faces non-étain (a) et étain (b) après exposition à un bombardement ionique d'Ar de 100 keV. Ces images révèlent une différence marquée de rugosité entre les deux faces, la surface du côté étain présentant une rugosité nettement supérieure à celle du côté non-étain suite à l'irradiation ionique. Cette observation suggère une sensibilité accrue de la face étain aux dommages causés par l'irradiation, probablement due à la présence d'étain en surface.



**Figure 2.3:** Les images AFM ont été acquises pour (a) la face non-étain et (b) la face étain Modi et al. (2005).

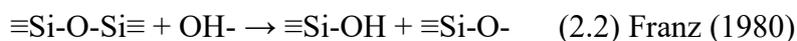
## 2.4 Attaque atmosphérique ou altération

L'étude de Franz (1980) s'est concentrée sur les mécanismes de corrosion des surfaces de verre silicaté. La corrosion dynamique se produit lorsque la surface du verre est en contact avec de l'eau en mouvement, que ce soit sous forme de précipitations ou de condensation. Dans ce scénario, l'eau agit comme un solvant, extrayant continuellement les alcalins de la matrice vitreuse selon la réaction suivante :



Ce processus d'extraction est constamment renouvelé, empêchant ainsi le pH de la solution de contact d'atteindre des niveaux excessivement alcalins Lombardo et al. (2013). La corrosion dynamique est particulièrement préoccupante dans les environnements extérieurs où les surfaces vitrées sont régulièrement exposées aux intempéries.

En revanche, la corrosion statique se manifeste lorsqu'un volume limité de condensat reste en contact prolongé avec une surface de verre importante. Dans ces conditions, le pH de la solution peut augmenter progressivement jusqu'à dépasser 8,5, créant un environnement fortement alcalin. Cette alcalinité élevée déclenche une attaque alcaline sur la structure du verre, représentée par la réaction suivante :



Cette réaction entraîne une dégradation structurelle significative de la surface du verre Franz (1980). La corrosion statique est particulièrement problématique dans les environnements intérieurs où l'humidité peut s'accumuler et stagner sur les surfaces vitrées.

La corrosion dynamique se caractérise par un renouvellement constant de l'eau en contact avec la surface du verre. Ce processus entraîne une extraction continue des alcalins selon la réaction (1), mais le pH reste relativement stable en raison du flux constant d'eau Lombardo et al. (2013)

En revanche, la corrosion statique est une accumulation d'ions hydroxyde à la surface du verre, conduisant à un pH élevé (> 8,5) et à une attaque alcaline plus agressive selon la réaction (2).

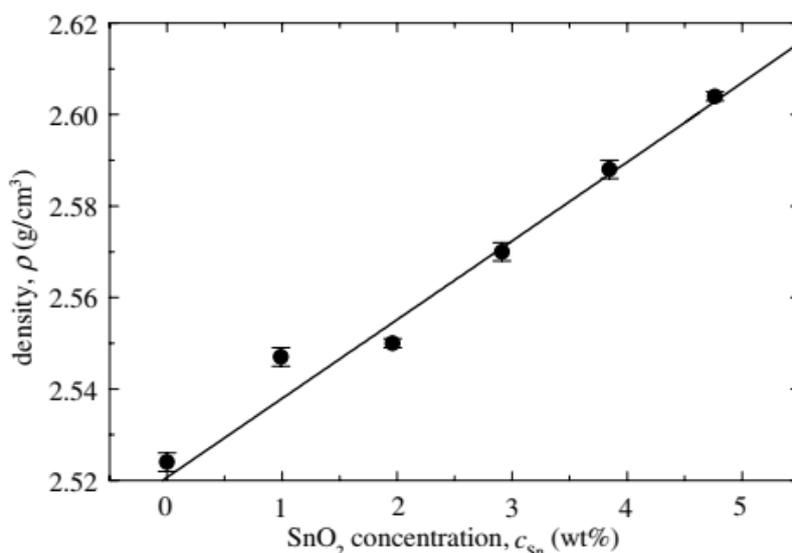
Les travaux de Lombardo et al. (2013) ont approfondi ces observations en étudiant les couches d'altération complexes formées sur des verres médiévaux. Leurs résultats corroborent les mécanismes proposés par Franz, mettant en évidence l'importance des conditions environnementales dans la détermination de la nature et de l'étendue de la corrosion du verre.

Melcher et Schreiner (2005) ont développé une procédure d'évaluation utilisant la microscopie électronique à balayage pour analyser les effets de la lixiviation sur des verres potassiques-

calciques-silicatés de composition médiévale naturellement altérés. Leurs travaux ont permis de mieux comprendre les processus de dégradation à long terme et ont souligné l'importance de la composition chimique du verre dans sa résistance à la corrosion.

Ces études combinées démontrent la complexité des mécanismes de corrosion du verre et soulignent l'importance de considérer à la fois les conditions environnementales et la composition du verre dans l'évaluation de sa durabilité. Les recherches futures dans ce domaine devraient se concentrer sur le développement de stratégies de protection adaptées aux différents types de corrosion, en tenant compte des spécificités de chaque environnement d'exposition.

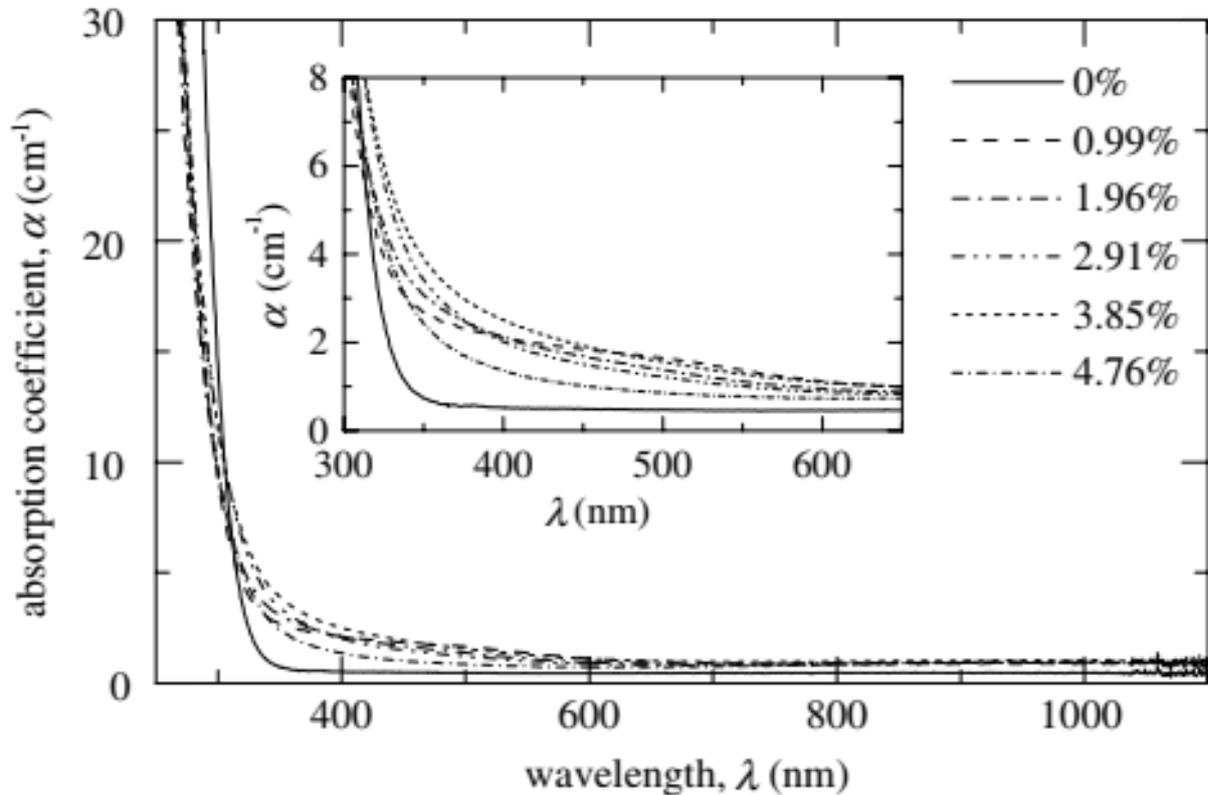
Ziemath et al. (2005) ont apporté des informations complémentaires sur l'effet de l'incorporation de SnO<sub>2</sub> dans les verres silicatés. La Figure 2.4 illustre la relation entre la densité du verre et la concentration corrigée en SnO<sub>2</sub>, montrant une augmentation linéaire de la densité avec l'accroissement de la teneur en SnO<sub>2</sub>. Cette relation confirme l'impact significatif de l'étain sur la structure du verre et pourrait potentiellement être utilisée comme méthode d'estimation de la concentration en étain dans les verres commerciaux.



**Figure 2.4:** Densité du verre en fonction de la concentration corrigée en SnO<sub>2</sub> Ziemath et al. (2005).

Les analyses spectroscopiques, représentées dans la Figure II.5, montrent les spectres d'absorption optique d'échantillons de verre contenant différentes concentrations de SnO<sub>2</sub> dans la plage de 300 à 650 nm. Les variations notables dans l'absorption, particulièrement dans la région UV-visible, suggèrent la formation possible de particules colloïdales d'étain ou d'oxyde d'étain lors du refroidissement du verre fondu. Ces changements dans les propriétés optiques

ouvrent des perspectives intéressantes pour le développement de verres aux propriétés optiques spécifiques.

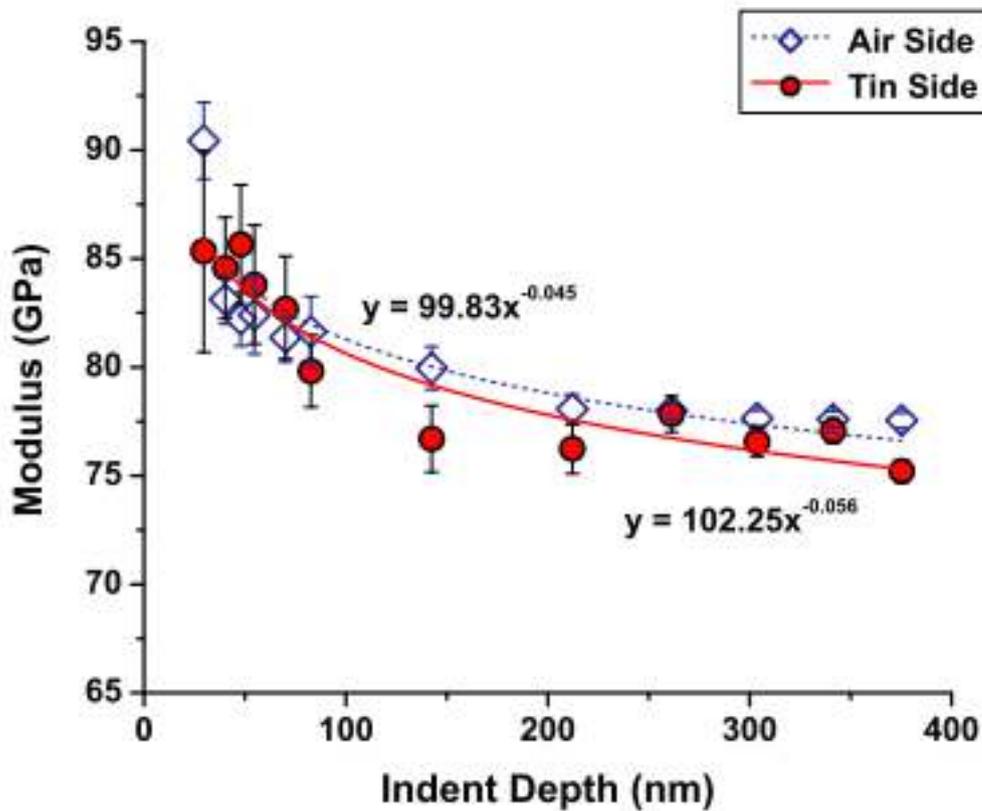


**Figure 2.5** : Spectres d'absorption optique (300 à 650 nm) de verres contenant diverses concentrations de  $\text{SnO}_2$ , d'après Ziemath et al. (2005).

## 2.5 Propriétés mécaniques

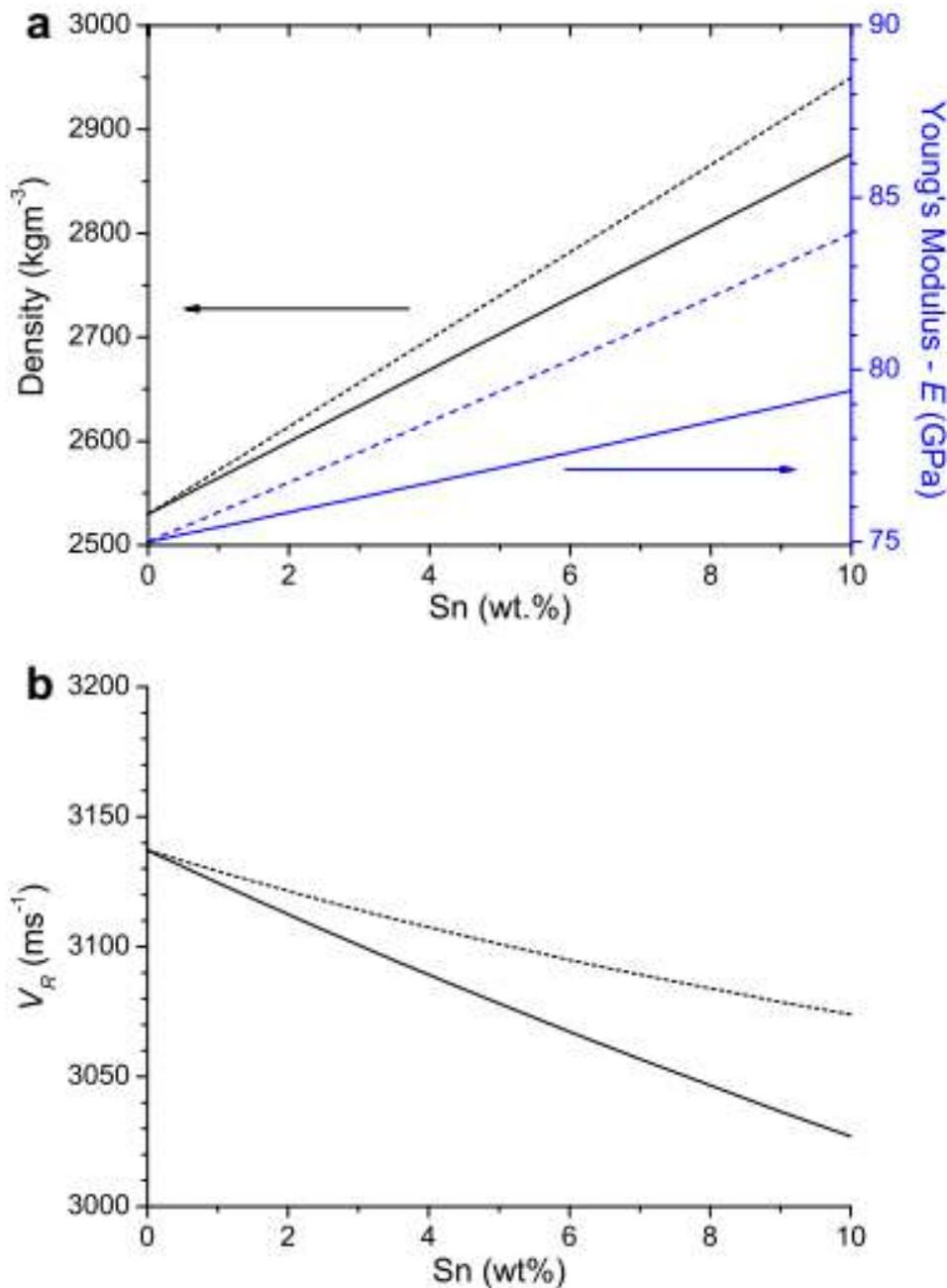
L'étude des propriétés mécaniques et structurales des surfaces du verre flotté a fait l'objet de nombreuses recherches, mettant en lumière des différences significatives entre les faces air et étain, ainsi que l'impact des traitements thermiques et de l'exposition environnementale. Les travaux de Howell et al. (2008), Goodman et Derby (2011), Kolluru et al. (2010), Girard et al. (2014), et He et al. (2021) apportent des éclairages complémentaires sur cette thématique.

Howell et al. (2008) ont mis en évidence des variations significatives du module d'élasticité près de la surface du verre flotté. La Figure 2.6 illustre ce phénomène, montrant une augmentation du module jusqu'à 13% dans les premiers 150 nm sous la surface, tant du côté air que du côté étain. Cette observation suggère que les modifications de propriétés ne sont pas uniquement liées à la présence d'étain, mais probablement à des changements structuraux plus complexes près de la surface.



**Figure 2.6:** Comparaison du module en profondeur sur les faces air et étain d'un verre flotté de 2 mm par indentation (200–15 000 uN) . Howell et al. (2008)

Goodman et Derby (2011) ont approfondi cette analyse en comparant les propriétés élastiques des deux faces du verre flotté. Leurs résultats, présentés dans la Figure 2.7, montrent l'impact de la concentration en ions Sn sur la densité et le module de Young du verre. Ils ont constaté que la face exposée à l'air présente des valeurs plus élevées pour le module de Young et le coefficient de Poisson. Paradoxalement, le module de Young du côté étain est inférieur à ce que la densité du verre dopé à l'étain laisserait présager, suggérant des mécanismes complexes à l'interface verre-étain.



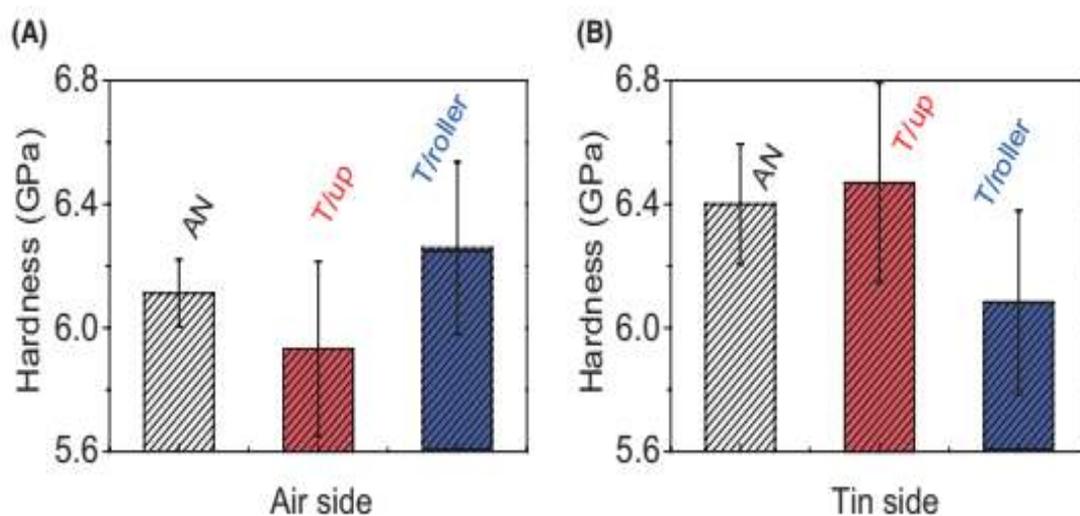
**Figure 2.7** Influence des ions étain ( $\text{Sn}^{2+}$  et  $\text{Sn}^{4+}$ ) sur les propriétés mécaniques et acoustiques du verre flotté. Goodman et Derby (2011)

Kolluru et al. (2010) ont étudié l'effet de l'exposition aux intempéries et de la lixiviation sur la dureté des surfaces du verre flotté. Leurs résultats montrent une diminution significative de la dureté (jusqu'à 25%) du côté air après exposition, tandis que le côté étain reste relativement stable. Cette différence de comportement souligne l'importance de la composition chimique de surface dans la résistance du verre aux agressions environnementales.

Girard et al. (2014) ont examiné l'évolution des fissures sur la face étain du verre sodocalcique après traitement thermique. Ils ont observé des comportements distincts selon l'atmosphère de

traitement, attribuant ces différences à la formation d'une couche "solide" en surface due à l'oxydation des ions Sn. Cette couche influencerait la cicatrisation des fissures, avec des implications importantes pour le renforcement du verre.

He et al. (2021) ont approfondi l'étude des effets de la trempe thermique sur les propriétés des surfaces du verre flotté. La Figure II.8 présente la dureté Vickers des côtés air et étain pour le verre recuit et trempé. Bien que les différences de dureté Vickers soient subtiles, des variations significatives ont été observées dans les réponses à l'indentation nanomécanique et à l'usure mécano-chimique. Ces disparités sont attribuées aux différences de gradient de contrainte interne résultant des conditions de refroidissement et de la composition chimique de surface.



**Figure 2.8:** Dureté Vickers de (A) côté air et (B) côté étain du verre recuit et trempé He et al. (2021)

## 2.6 Corrosions du verre flotté

La corrosion du verre flotté représente un défi majeur pour l'industrie verrière, nécessitant une compréhension approfondie des mécanismes sous-jacents et de leurs implications à long terme. Les travaux de Feldmann et Weißmann (1997), Evans et al. (2007), ainsi que Mishra et al. (2023) ont apporté des éclairages significatifs sur cette problématique complexe.

Feldmann et Weißmann (1997) ont mis en évidence le processus fondamental de corrosion du verre flotté en contact avec l'eau. Leurs recherches ont démontré que l'interaction entre l'eau et la surface du verre entraîne une migration des cations, principalement  $\text{Na}^+$  et  $\text{Ca}^{2+}$ , vers la surface. Ce phénomène conduit à la précipitation de divers composés, dont le  $\text{NaHCO}_3$ , modifiant ainsi la composition chimique de la surface du verre.

Un aspect critique de ce processus, souligné par Evans et al. (2007), est l'augmentation significative du pH des solutions aqueuses en contact avec le verre flotté. En l'absence de renouvellement de l'eau, le pH peut dépasser 9, créant un environnement particulièrement agressif pour le réseau de SiO<sub>2</sub>. Cette élévation du pH augmente drastiquement la solubilité du réseau silicaté, accélérant ainsi la phase finale de la corrosion du verre, caractérisée par la dégradation du réseau de SiO<sub>2</sub>.

Les travaux récents de Mishra et al. (2023) ont apporté un éclairage nouveau sur la complexité des mécanismes impliqués dans la corrosion du verre flotté. Leurs expériences de lixiviation à long terme ont permis d'explorer en détail les processus de diffusion et d'échange ionique, ainsi que l'hydrolyse du réseau silicaté. Cependant, malgré ces avancées, les auteurs soulignent que le chemin exact et les processus menant à l'état d'équilibre à long terme demeurent incertains. Cette incertitude reflète la complexité des interactions entre le verre et son environnement. Les mécanismes de corrosion impliquent non seulement des échanges ioniques et des réactions chimiques à la surface, mais également des modifications structurelles profondes au sein du matériau. La compréhension de ces processus est indispensable pour prédire le comportement à long terme du verre dans diverses applications.

Mécanismes de la corrosion du verre

## 2.7 Attaque par les solutions aqueuses

L'étude de Franz (1980) s'est concentrée sur les mécanismes de corrosion des surfaces de verre silicaté. Une différence marquée dans les mécanismes d'altération entre les deux conditions, la corrosion statique présentant une dégradation nettement supérieure à celle de la corrosion dynamique. Cette observation suggère une sensibilité accrue du verre aux dommages causés par l'exposition prolongée à un environnement alcalin, probablement due à l'attaque des liaisons siloxanes (Si-O-Si) par les ions hydroxyde.

La corrosion dynamique se caractérise par un renouvellement constant de l'eau en contact avec la surface du verre. Ce processus entraîne une extraction continue des alcalins selon la réaction (1), mais le pH reste relativement stable en raison du flux constant d'eau Lombardo, T et al. (2013). En revanche, la corrosion statique, montre une accumulation d'ions hydroxyde à la surface du verre, conduisant à un pH élevé (> 8,5) et à une attaque alcaline plus agressive selon la réaction (2) Franz (1980).

Les travaux de Lombardo et al. (2013) ont approfondi ces observations en étudiant les couches d'altération complexes formées sur des verres médiévaux. Leurs résultats corroborent les

mécanismes proposés par Franz, mettant en évidence l'importance des conditions environnementales dans la détermination de la nature et de l'étendue de la corrosion du verre. Melcher et Schreiner (2005) ont développé une procédure d'évaluation utilisant la microscopie électronique à balayage pour analyser les effets de la lixiviation sur des verres potassiques-calciques-silicatés de composition médiévale naturellement altérés. Leurs travaux ont permis de mieux comprendre les processus de dégradation à long terme et ont souligné l'importance de la composition chimique du verre dans sa résistance à la corrosion.

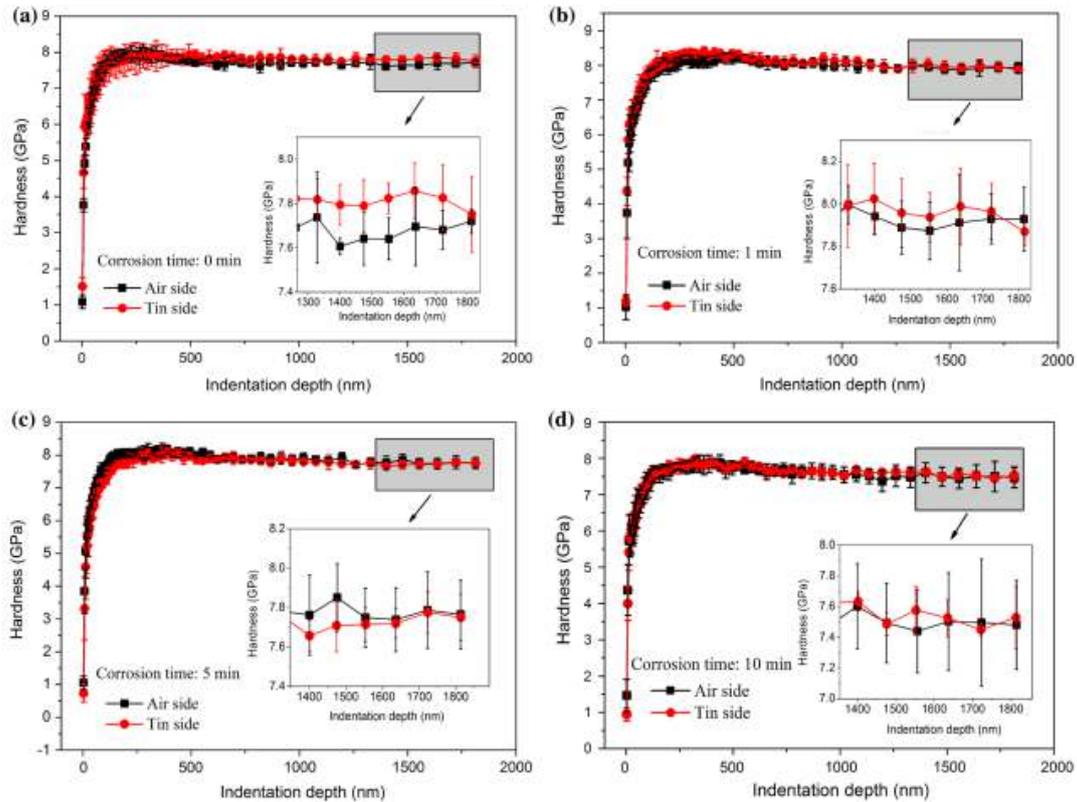
## 2.8 Effets de la corrosion sur les propriétés mécaniques du verre flotté

La compréhension des propriétés mécaniques du verre et de leur évolution sous l'effet de la corrosion et de l'hydratation est importante pour de nombreuses applications technologiques et industrielles. Des études récentes ont mis en lumière des phénomènes complexes qui régissent ces propriétés, notamment la dureté, le module de Young et la ténacité.

Li et al. (2016) ont observé une évolution non linéaire de la dureté et du module de Young du verre au cours du processus de corrosion. Leurs résultats indiquent une augmentation initiale de ces propriétés pendant la première minute d'exposition, suivie d'une diminution progressive. Ce comportement peut être attribué à plusieurs facteurs, notamment la variation de la concentration en ions  $K^+$ , le maximum de contrainte de surface (CS) en subsurface, et l'évolution de la concentration en groupements Si-OH.

Une découverte particulièrement intéressante de cette étude concerne la différence entre les côtés étain et air du verre flotté. Le côté étain présente systématiquement des valeurs plus élevées pour ces paramètres, ce qui pourrait s'expliquer par la présence d'ions d'étain réduisant le nombre d'oxygènes non-pontants et augmentant ainsi la connectivité du réseau vitreux. Cette différence structurelle se traduit par une contrainte de surface (CS) supérieure du côté étain, contribuant à des propriétés mécaniques globalement plus élevées.

La Figure 2.9, tirée de l'étude de Li et al. (2016), illustre l'évolution de la dureté en fonction de la profondeur d'indentation pour les côtés air et étain à différents temps de corrosion. Cette figure met en évidence la différence de comportement mécanique entre les deux faces du verre, ainsi que l'évolution temporelle de la dureté au cours du processus de corrosion. On observe clairement que le côté étain maintient une dureté supérieure tout au long de l'expérience, confirmant l'impact significatif de la présence d'étain sur les propriétés mécaniques du verre.

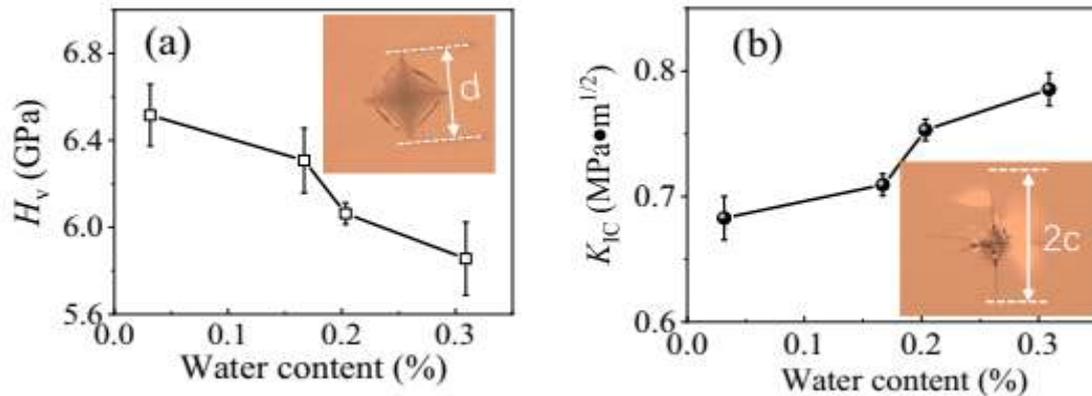


**Figure 2.9:** La dureté en fonction de la profondeur d'indentation sur les côtés air et étain à différents temps de corrosion Li et al. (2016),

Parallèlement, Zheng et al. (2024) ont exploré l'influence de la teneur en eau sur la résistance et la ténacité du verre. Leurs résultats révèlent une relation inverse entre la dureté du verre et sa teneur en eau : une augmentation de la concentration en eau entraîne une diminution de la dureté. Ce phénomène s'explique par l'affaiblissement de la structure vitreuse dû à l'incorporation de molécules d'eau, rendant le matériau plus susceptible à la déformation sous charge.

Cependant, de manière contre-intuitive, Zheng et al (2024). Ont également constaté que la ténacité du verre, c'est-à-dire sa résistance à la propagation de fissures, augmente avec la teneur en eau. Cette observation suggère que l'eau confère au verre une capacité accrue à absorber l'énergie avant la rupture, améliorant ainsi sa résistance aux impacts.

La Figure 2.10, extraite de l'étude de Zheng et al (2024). Illustre graphiquement ces résultats. La partie (a) montre la diminution de la dureté Vickers ( $H_V$ ) en fonction de l'augmentation de la teneur en eau, tandis que la partie (b) présente l'augmentation de la ténacité ( $K_{IC}$ ) avec la concentration en eau. Ces graphiques mettent en évidence le compromis complexe entre dureté et ténacité dans les verres hydratés.



**Figure 2.10:** Dureté et ténacité du verre en fonction de la teneur en eau induites par indentation Vickers (Zheng, 2024).

Ces découvertes sont corroborées par d'autres études récentes. Par exemple, Koike et Tomozawa (2007). Ont démontré que la présence d'eau dans la structure du verre peut modifier significativement sa réponse aux contraintes mécaniques, en accord avec les observations de Zheng et al. Ils ont notamment mis en évidence l'importance de la diffusion de l'eau dans le verre et son impact sur les propriétés mécaniques à long terme.

De même, Barlet et al. (2013). Ont étudié l'influence de la composition chimique sur la dureté et la ténacité des verres borosilicatés sodiques. Leurs résultats ont montré que la présence de certains éléments, comme le bore, peut modifier significativement la réponse mécanique du verre, soulignant l'importance de considérer à la fois la structure du réseau vitreux et la composition chimique dans la détermination des propriétés mécaniques.

## 2.9 Conclusion

Ce chapitre a permis d'explorer en détail l'impact des effets chimiques sur le verre flotté, révélant la complexité des interactions entre le matériau et son environnement, ainsi que les répercussions de ces interactions sur ses caractéristiques physiques et mécaniques.

Les principaux aspects abordés sont les suivants :

Le procédé de fabrication du verre flotté : L'interaction entre le verre en fusion et le bain d'étain joue un rôle central dans la création d'une asymétrie intrinsèque entre les deux faces du verre la face « air » et la face « étain ».

La diffusion de l'étain dans le verre : Cette pénétration influence la structure interne du verre et modifie certaines de ses propriétés, telles que la densité, le module d'élasticité et les caractéristiques optiques.

Les phénomènes de corrosion du verre : On distingue notamment la corrosion dynamique (liée à l'exposition prolongée à l'humidité ou à des solutions agressives) et la corrosion statique (due à l'interaction avec l'environnement ambiant), qui affectent la surface et la durabilité du matériau.

L'effet de l'hydratation et de la corrosion sur les propriétés mécaniques : Ces processus induisent des modifications complexes touchant la teneur en eau, la dureté, ainsi que la résistance à la rupture.

Les différences entre les deux faces du verre flotté : La face en contact avec l'air et celle en contact avec l'étain présentent des comportements distincts en termes de résistance mécanique et de sensibilité à la corrosion.

Ces analyses soulignent que le verre flotté est un matériau vivant, dont les propriétés évoluent au fil du temps sous l'influence des conditions environnementales et de son histoire thermique ou chimique. Une compréhension approfondie de ces phénomènes est essentielle pour optimiser son utilisation dans des applications industrielles et technologiques variées.

Les travaux exposés mettent également en avant l'importance de prendre en compte l'asymétrie fondamentale du verre flotté, avec des propriétés spécifiques selon la face considérée. Cette particularité a des implications concrètes dans la conception de structures vitrées et dans leur intégration fonctionnelle.

Enfin, ce chapitre illustre les défis scientifiques persistants liés à la prédiction du comportement à long terme du verre flotté, notamment concernant sa résistance à la corrosion et l'évolution de ses propriétés mécaniques dans le temps. Ces questions restent au cœur des recherches actuelles et offrent des perspectives prometteuses pour le développement futur des matériaux verriers.

## ***CHAPITRE 3 : Partie expérimentale***

## Chapitre 3 : Partie expérimentale

### 3.1 Introduction

Les propriétés mécaniques du verre sont d'une importance capitale pour de nombreuses applications technologiques et industrielles. La compréhension approfondie des facteurs influençant ces propriétés est essentielle pour optimiser les performances et la durabilité des matériaux vitreux. Les recherches récentes ont mis en lumière la complexité des mécanismes régissant le comportement mécanique du verre, notamment en ce qui concerne les contraintes d'indentation, l'influence de la composition chimique et l'impact des traitements de surface.

Luo et al. (2016) ont démontré que les contraintes d'indentation dans le verre résultent de multiples facteurs, incluant des perturbations structurelles du réseau vitreux. Ces perturbations conduisent à une augmentation du désordre et de l'hétérogénéité locale, entraînant des modifications des propriétés mécaniques qui suivent un profil de décroissance exponentielle à partir du point d'indentation. Les auteurs ont également mis en évidence la compétition entre les contraintes de compression et la diminution potentielle du volume libre, soulignant l'impact différencié des méthodes de renforcement chimique telles que l'échange d'ions et la trempe thermique sur cette dynamique.

Assmann et al. (2018) ont approfondi l'étude des contraintes résiduelles d'indentation dans les verres sodocalciques et borosilicatés. Leurs travaux ont révélé des configurations de fissures distinctes, notamment des fissures annulaires et radiales, dont la formation est influencée par la répartition spécifique des contraintes pendant le processus d'indentation.

La présence d'étain, résultant du processus de fabrication du verre flotté, a été identifiée comme un facteur significatif influençant les propriétés chimiques et physiques du verre. Abd Karim et al. (2014) ont souligné le rôle polyvalent de l'étain divalent dans divers systèmes vitreux, agissant soit comme modificateur, soit comme intermédiaire dans la structure du réseau. Cette étude a également mis en évidence les efforts déployés pour minimiser les défauts liés à la présence d'étain, contribuant ainsi à l'amélioration de la qualité du verre produit.

Dans ce contexte, notre étude vise à approfondir la compréhension des impacts de divers traitements et conditions environnementales sur les caractéristiques mécaniques du verre. Plus spécifiquement, nos objectifs sont les suivants :

Analyser en profondeur les contraintes résiduelles d'indentation sur les faces étain et air du verre, en tenant compte des différences structurelles induites par le processus de fabrication.

Évaluer l'impact des traitements thermiques sur les propriétés mécaniques du verre, en se concentrant sur les changements de la structure du réseau vitreux et leurs conséquences sur la résistance mécanique.

Réaliser une analyse statistique des paramètres de Weibull pour quantifier la fiabilité du matériau et comprendre la distribution des défauts qui influencent les propriétés mécaniques.

Examiner l'influence de l'humidité sur le comportement mécanique du verre à travers des tests de flexion anneau sur anneau dans des conditions sèches et humides, afin de mieux comprendre les mécanismes de fatigue sous-critique.

Utiliser la microscopie à force atomique pour caractériser précisément la topographie des indentations et corrélérer la profondeur d'indentation avec les propriétés mécaniques mesurées.

Cette recherche vise à établir une compréhension plus complète et intégrée des facteurs influençant les propriétés mécaniques du verre. En combinant des approches expérimentales et analytiques, nous cherchons à élucider les mécanismes fondamentaux qui régissent le comportement mécanique du verre à différentes échelles, de l'atomique au macroscopique. Les résultats de cette étude contribueront à l'optimisation des processus de fabrication et de traitement du verre, ainsi qu'à l'amélioration de la prédiction de sa durabilité dans diverses conditions d'utilisation. Cette connaissance approfondie est essentielle pour le développement de verres aux propriétés mécaniques améliorées, répondant aux exigences croissantes des applications technologiques modernes.

## **3.2 Matériaux utilisés**

### **3.2.1 Verre silico-sodo-calcique**

Le matériau vitreux utilisé dans le cadre de cette étude provient de Mediterranean Float Glass (MFG spa), une entreprise de renom spécialisée dans la production de verre plat sur le continent africain. Fondée en 2007 en tant que filiale du groupe industriel CEVITAL, MFG spa s'est distingué par sa capacité à produire localement du verre flotté d'une épaisseur nominale de 3 mm, démontrant ainsi une maîtrise technique avancée dans le domaine de la fabrication verrière.

Le choix de ce fournisseur pour notre étude est motivé par plusieurs facteurs :

1. Expertise régionale : MFG spa représente une source importante de production de verre de haute qualité en Afrique, offrant une perspective unique sur les standards de fabrication régionaux.

2. Processus de fabrication : L'utilisation du procédé de flottage pour la production de verre plat garantit une planéité et une uniformité d'épaisseur exceptionnelles, essentielles pour notre analyse des propriétés mécaniques.

3. Contrôle qualité : En tant que filiale d'un groupe industriel majeur, MFG spa est soumise à des normes de qualité rigoureuses, assurant la fiabilité et la reproductibilité des échantillons utilisés dans notre étude.

4. Épaisseur spécifique : Le verre d'une épaisseur de 3 mm représente un excellent compromis entre maniabilité pour les tests en laboratoire et représentativité des applications industrielles courantes.

Le Tableau 3.1, présenté ci-dessous, fournit une caractérisation exhaustive du matériau vitreux étudié. Ce tableau synthétise un ensemble de propriétés physiques et mécaniques qui sont Indispensable pour notre analyse.

**Tableau 3.1** : Propriétés du verre utilisé.

Propriétés	Valeurs
Module d'élasticité	72 GPa
Coefficient de Poisson	0,22
Dureté Vickers	4,7 GPa
Ténacité	0,74 MPa√m
Coefficient de dilatation thermique	8,1 x 10 <sup>-6</sup> °C <sup>-1</sup>
Densité	2,51 g/cm <sup>3</sup>
Transmission optique	92 %
Indice de réfraction	1,511

La composition chimique du verre utilisé dans cette étude a été déterminée avec précision grâce à la technique de spectrométrie de fluorescence X (XRF). Cette méthode analytique non destructive offre une haute fiabilité pour la quantification des éléments constitutifs des matériaux inorganiques, tels que le verre. Le Tableau 3.2 présente les résultats détaillés de cette analyse, fournissant ainsi une caractérisation approfondie de la matrice vitreuse étudiée.

**Tableau 3.2** : Composition chimique du verre étudié, déterminée par spectrométrie de fluorescence X (XRF)

Oxydes	Masse %
SiO <sub>2</sub>	70,1
Na <sub>2</sub> O	14,4
CaO	9,12
MgO	4,79
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,826
K <sub>2</sub> O	0,515
SO <sub>3</sub>	0,156
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,0749

### 3.2.2 Sels utilisés

Dans le cadre de cette étude, les procédés thermochimiques ont été réalisés en utilisant des sels spécifiques, à savoir les nitrates de potassium (KNO<sub>3</sub>). Ce composé a été sélectionné pour ses propriétés physico-chimiques particulièrement adaptées aux processus d'échange ionique dans les matrices vitreuses. Le nitrate de potassium présente les caractéristiques suivantes :

1. Masse moléculaire : 101,11 g/mol
2. Température de fusion : 334°C
3. Densité : 2,109 g/cm<sup>3</sup>

Le choix du KNO<sub>3</sub> pour les traitements d'échange ionique est justifié par plusieurs facteurs :

- a) Stabilité thermique** : Avec une température de fusion de 334°C, le KNO<sub>3</sub> offre une plage de température opérationnelle adéquate pour les processus d'échange ionique dans le verre, permettant une mobilité ionique suffisante sans risque de détérioration structurelle du substrat vitreux.
- b) Compatibilité chimique** : La nature ionique du KNO<sub>3</sub> facilite l'échange des ions K<sup>+</sup> avec les ions Na<sup>+</sup> présents dans la matrice vitreuse, un processus essentiel pour le renforcement chimique du verre.
- c) Solubilité et viscosité** : À l'état fondu, le KNO<sub>3</sub> présente une viscosité relativement faible, ce qui favorise une diffusion efficace des ions potassium dans la structure du verre.

**d) Pureté et reproductibilité :** L'utilisation d'un sel de composition définie ( $\text{KNO}_3$ ) assure une constance dans la qualité du traitement, essentielle pour la reproductibilité des expériences et la fiabilité des résultats.

**e) Masse moléculaire et densité :** Ces propriétés influencent la cinétique de l'échange ionique et la profondeur de pénétration des ions dans le verre. La masse moléculaire relativement faible du  $\text{KNO}_3$  (101,11 g/mol) favorise une mobilité ionique élevée.

### 3.2.3 Eau distillée

Dans le cadre de notre étude sur les propriétés mécaniques du verre, l'utilisation d'eau distillée pour les essais en milieu humide représente un choix méthodologique. Cette approche permet d'évaluer avec précision l'influence de l'humidité sur le comportement mécanique du verre, tout en minimisant les variables confondantes potentielles. L'eau distillée, caractérisée par sa pureté élevée et l'absence d'ions et de minéraux dissous, offre plusieurs avantages significatifs pour notre investigation :

L'utilisation d'eau distillée assure une constance dans la composition du milieu humide à travers toutes les expériences, facilitant ainsi la reproductibilité des résultats et permettant des comparaisons fiables entre différents échantillons et conditions de test.

L'absence d'ions et de minéraux dans l'eau distillée réduit le risque d'interactions chimiques non désirées avec la surface du verre, qui pourraient autrement influencer les résultats des tests mécaniques.

En utilisant de l'eau pure, nous pouvons isoler spécifiquement l'effet de l'humidité sur les propriétés mécaniques du verre, sans l'interférence potentielle d'autres espèces chimiques présentes dans l'eau du robinet ou les solutions salines.

Bien que l'eau distillée ne soit pas représentative des conditions d'humidité naturelles, elle permet d'établir un point de référence standardisé pour l'étude des interactions entre l'eau et le verre. L'eau distillée facilite l'observation et l'analyse des phénomènes de corrosion sous contrainte (st dans le verre, un mécanisme dans la dégradation des propriétés mécaniques en présence d'humidité.

## 3.3 Techniques et moyens utilisés

Dans le cadre de notre étude sur les propriétés mécaniques et structurelles du verre, nous avons mis en œuvre une approche multidisciplinaire, exploitant une gamme diversifiée de techniques de caractérisation. Cette méthodologie exhaustive a été rendue possible grâce à la collaboration entre plusieurs institutions de recherche de premier plan, permettant ainsi une analyse approfondie et multidimensionnelle de notre matériau d'étude.

Les installations et équipements utilisés pour cette recherche comprennent :

Laboratoire des Matériaux Non Métalliques : Ce laboratoire a fourni l'infrastructure principale pour les analyses spécifiques aux matériaux vitreux. Les équipements disponibles ont permis d'effectuer des tests de propriétés mécaniques, thermiques et optiques du verre.

Unité de Recherche des Matériaux Émergents : Cette unité a offert l'accès à des technologies de pointe pour l'étude des matériaux avancés. Les équipements de cette unité ont été particulièrement utiles pour l'analyse de la microstructure et des propriétés de surface du verre traité.

Laboratoires Pédagogiques de l'IOMP (Institut d'Optique et de Mécanique de Précision) : Ces installations ont fourni des ressources essentielles pour les analyses optiques détaillées et les mesures de précision, pour comprendre les modifications induites par les traitements de surface et les tests mécaniques.

Laboratoire de Chimie Ingénierie Moléculaire et Nanostructure (LCIMN) : Ce laboratoire a apporté une expertise complémentaire en nanotechnologie, permettant une analyse approfondie par microscope à force atomique

### 3.3.1 Four électrique

Dans le cadre de notre étude sur le traitement thermochimique du verre, nous avons utilisé un four électrique sophistiqué de marque FILL MANFREDI, spécifiquement conçu pour des applications de recherche en science des matériaux. Cet équipement présente plusieurs caractéristiques techniques avancées qui ont permis un contrôle précis des paramètres expérimentaux, essentiels pour notre investigation sur l'échange ionique dans les verres.

Spécifications techniques du four :

1. Température maximale : 1100°C
2. Atmosphère de fonctionnement : Air ambiant
3. Système de mesure de température : Thermocouple de type R
4. Système de contrôle : Régulateur programmable avec affichage numérique

Le régulateur programmable constitue un élément clé de ce dispositif, offrant un contrôle précis sur plusieurs paramètres critiques :

- Temps de maintien
- Profils de température
- Vitesse de chauffe
- Vitesse de refroidissement

Cette fonctionnalité avancée permet une gestion séquentielle des différentes étapes du traitement thermique, incluant l'affichage en temps réel du temps de démarrage, de la température du premier palier, et du temps de maintien.

Dans le cadre de notre étude sur le renforcement du verre par échange ionique, nous avons mis en œuvre un protocole expérimental rigoureux utilisant ce four. Le processus d'échange ionique a été réalisé dans les conditions suivantes :

1. Milieu d'échange : Bain de sels fondus de nitrate de potassium ( $\text{KNO}_3$ )

- Pureté du  $\text{KNO}_3$  :  $> 99,9\%$

2. Température de traitement :  $450^\circ\text{C}$

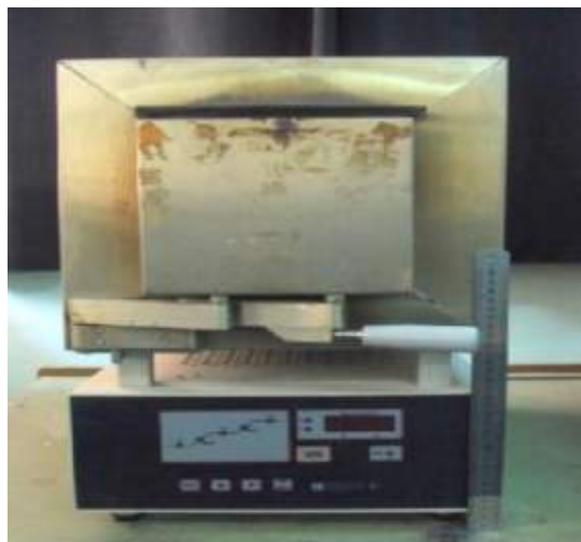
3. Durées de traitement : 2 heures, 4 heures, et 6 heures

Ce choix de paramètres a été motivé par plusieurs considérations :

- La température de  $450^\circ\text{C}$  a été sélectionnée pour être significativement au-dessus du point de fusion du  $\text{KNO}_3$  ( $334^\circ\text{C}$ ), assurant une fluidité optimale du bain de sel, tout en restant bien en dessous de la température de transition vitreuse du verre traité, évitant ainsi toute déformation structurelle.

- Les trois durées de traitement (2h, 4h, 6h) ont été choisies pour étudier la cinétique de l'échange ionique et son impact sur la profondeur de pénétration des ions potassium dans la matrice vitreuse.

- L'utilisation de  $\text{KNO}_3$  de haute pureté ( $>99,9\%$ ) vise à minimiser l'introduction d'impuretés qui pourraient affecter le processus d'échange ionique ou les propriétés résultantes du verre traité.



**Figure 3.1:** Four électrique utilisé.

### 3.3.2 Machine de traction

Dans le cadre de notre investigation sur les propriétés mécaniques du verre, nous avons développé une méthodologie expérimentale robuste pour caractériser avec précision la résistance à la flexion du matériau. Cette approche s'appuie sur l'utilisation d'un équipement de pointe, la machine de traction ZWICK-ROELL Z250, spécifiquement configurée pour des essais de flexion anneau sur anneau.

La machine ZWICK-ROELL Z250 présente les caractéristiques suivantes :

- Capacité de charge : 250 kg
- Extensomètre à longue course ( $L_0 = 200$  mm)
- Système de contrôle informatisé
- Logiciel dédié d'acquisition de données

L'appareil a été équipé d'un accessoire spécialisé pour les essais de flexion anneau sur anneau, garantissant une distribution uniforme des contraintes sur la surface de l'échantillon. Cette configuration minimise les effets de bord, permettant ainsi une évaluation plus précise de la résistance intrinsèque du matériau.

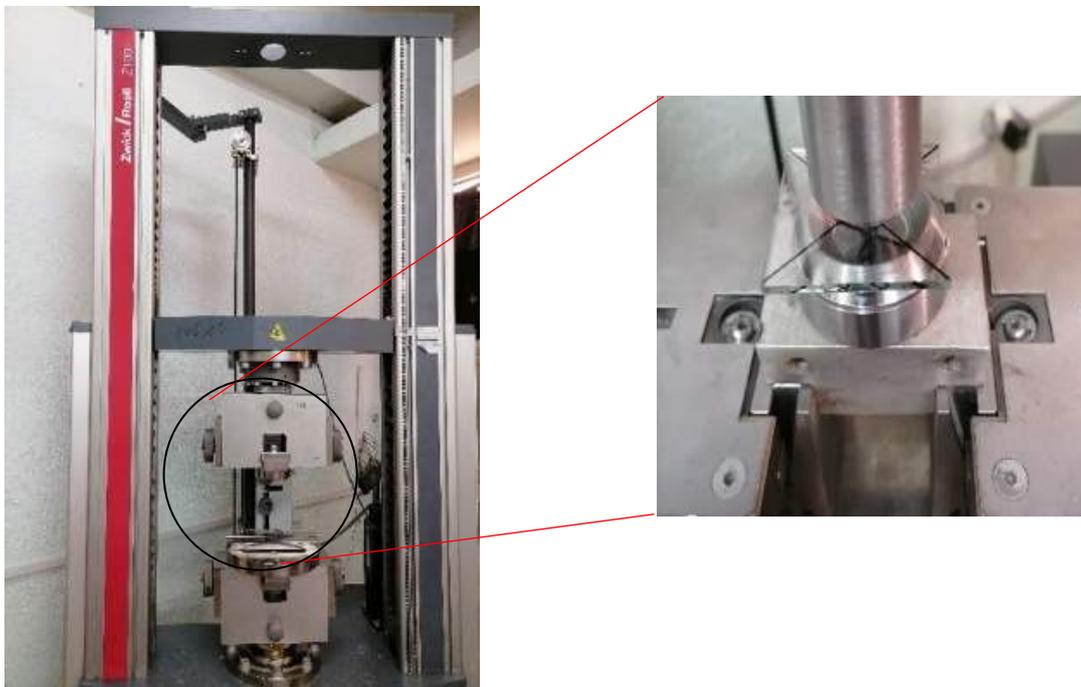


Figure 3.2: Machine de traction ZWICK-ROELL Z250

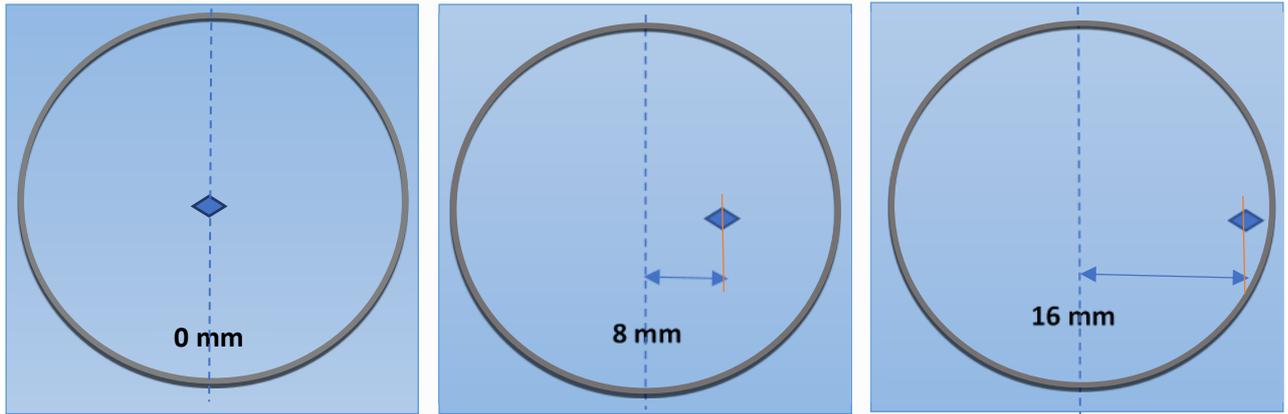
Dans notre étude approfondie sur les propriétés mécaniques du verre, nous avons élaboré et mis en œuvre un protocole expérimental rigoureux visant à évaluer l'impact des défauts de surface sur la résistance à la flexion du matériau. Cette méthodologie a été conçue pour simuler et quantifier l'effet de défauts contrôlés sur le comportement mécanique du verre dans diverses conditions environnementales, tout en assurant une reproductibilité et une précision optimales des résultats.

Les échantillons de verre utilisés pour cette série d'essais avaient des dimensions standardisées de 50x50 mm<sup>2</sup>, offrant un équilibre entre représentativité et maniabilité. Des défauts ont été intentionnellement introduits sur la face inférieure de ces échantillons, comme illustré dans la Figure 3.3, permettant ainsi de simuler de manière contrôlée les imperfections de surface susceptibles d'apparaître lors de la fabrication ou de l'utilisation du verre.

Le protocole expérimental a été structuré autour de plusieurs paramètres clés. Un taux de charge constant de 0,3 mm/min a été maintenu tout au long des essais, assurant une distribution quasi-statique des contraintes et minimisant les effets dynamiques. Deux niveaux de charge distincts ont été appliqués : 1 N et 10 N, chacun pendant une durée de 15 secondes, permettant d'étudier la réponse du matériau sous différentes intensités de contrainte. La position des défauts a été systématiquement variée, allant de 8 mm à 16 mm du centre de l'échantillon, afin d'évaluer l'influence de leur localisation sur la résistance globale du verre.

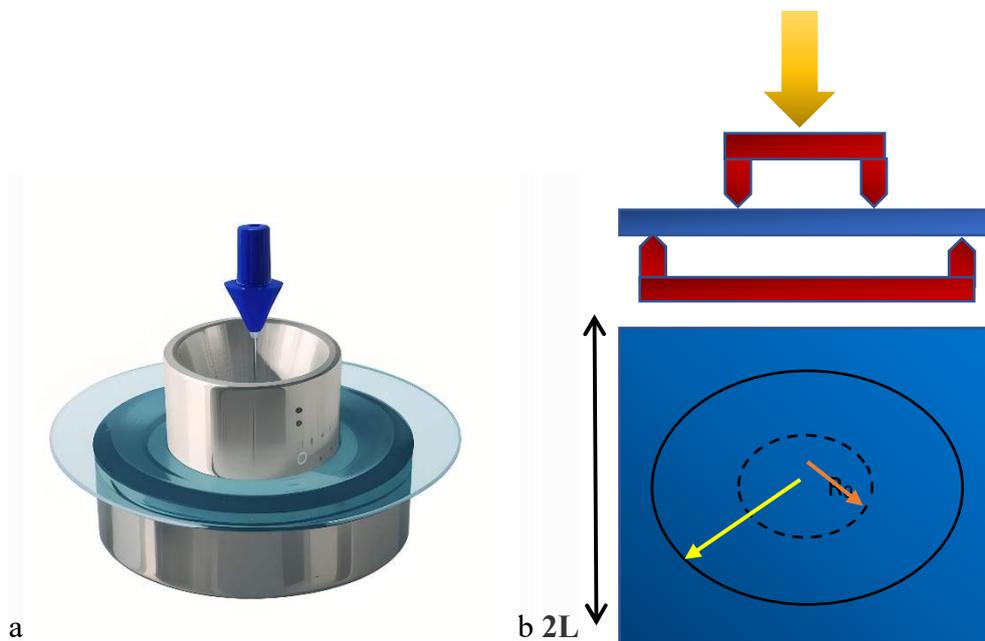
Un aspect important de cette étude a été la prise en compte des conditions environnementales. Les expérimentations ont été menées dans deux conditions distinctes : faible humidité, simulant un environnement sec, et en présence d'eau distillée, représentant un environnement humide. Cette approche permet d'étudier l'influence de l'humidité sur la propagation des fissures et la résistance mécanique du verre en présence de défauts de surface, un facteur souvent critique dans les applications réelles.

Cette méthodologie comparative offre ainsi une meilleure compréhension de la durabilité du verre en conditions réelles, ce qui est essentiel pour garantir sa performance dans des applications structurelles, architecturales ou dans l'industrie automobile, où la sécurité et la fiabilité à long terme sont primordiales.



**Figure 3.3:** Différentes positions des empreintes par rapport à la limite de l'anneau

Les essais de flexion biaxiale concentriques, tels qu'illustrés dans la figure 4a, présentent un avantage significatif par rapport aux dispositifs de flexion à trois et quatre points en atténuant efficacement l'impact des défauts aux bords, ce qui permet d'évaluer la résistance intrinsèque du matériau. Pour ces expériences, des ensembles de 15 échantillons de dimensions identiques ( $50 \times 50 \text{ mm}^2$ ) ont été utilisés. L'appareil de test est composé de deux anneaux : un anneau intérieur de 16 mm de diamètre et un anneau extérieur de 36 mm de diamètre. Les contraintes de rupture ( $\sigma$ ) ont été déterminées en appliquant la relation appropriée. Il est important de suivre une méthodologie précise pour effectuer ces calculs afin d'établir de manière précise les propriétés de résistance du matériau.



**Figure 3.4:** Tests de flexion biaxiale concentriques

La caractérisation de la résistance à travers des tests de flexion biaxiale concentriques est illustrée par la Figure 4a. Cette méthode présente un avantage significatif par rapport aux dispositifs de flexion à trois et quatre points, car elle permet d'éliminer efficacement les défauts aux bords, offrant ainsi la possibilité d'évaluer la résistance intrinsèque du matériau. Pour mener à bien ces études, L'instrument employé dans cette étude est composé d'anneaux intérieurs et extérieurs, avec des diamètres respectifs de 16 mm et 36 mm. La Figure 4b présente les défauts délibérément introduits sur la face inférieure des échantillons. Le taux de déformation a été maintenu constant à 0,3 mm/min pendant toute la durée des essais. Les contraintes de rupture ( $\sigma$ ) ont été déterminées en utilisant l'équation adéquate.

$$\sigma = \frac{3F_R}{2\pi h^2} \left[ (1+\nu) \ln \frac{R_1}{R_2} + (1+\nu) (R_1^2 - R_0^2) / 2R_2^2 \right] \quad (3.1)$$

Dans cette équation, les variables utilisées sont les suivantes :  $F_R$  pour la force de rupture,  $\nu$  pour le coefficient de Poisson du verre, établi à 0,22. La variable  $h$  représente l'épaisseur de l'échantillon, fixée à 3 millimètres. En ce qui concerne les rayons des anneaux,  $R_0$  désigne le rayon de l'anneau intérieur mesurant 8 mm, tandis que  $R_1$  correspond au rayon de l'anneau extérieur mesurant 18 mm.

$$R_2 = L(1 + \sqrt{2}) / 2 \approx 1.21L \quad (3.2)$$

La mesure de la longueur du côté de l'échantillon carré donne 50 mm, ce qui correspond à une valeur de  $2L$ .

### 3.3.3 Dispositif d'indentation

Dans notre étude sur les propriétés mécaniques du verre traité par échange ionique, nous avons développé et mis en œuvre une méthodologie rigoureuse basée sur des techniques d'indentation avancées. Cette approche vise à caractériser avec précision la dureté et la ténacité du verre, deux propriétés indispensables pour ses applications industrielles et technologiques.

Au cœur de notre dispositif expérimental se trouve le duromètre micro QATM, un équipement de pointe capable de réaliser des tests de dureté Vickers, Knoop et Brinell sur une large plage de charges, allant de 0,25 g à 62,5 kg. Cet appareil, doté d'un logiciel intégré pour l'analyse et la documentation des données, offre une flexibilité remarquable grâce à ses tourelles équipées de 6 ou 8 diamants ou lentilles de test alternatives. Cette configuration nous a permis d'adapter



**Figure 3.5 :** Dispositif d'indentation

Précisément nos tests aux spécificités du verre silico-sodo-calcique traité par échange ionique simple et double dans diverses conditions.

Notre protocole expérimental a été soigneusement standardisé pour assurer la reproductibilité et la fiabilité des résultats. Chaque indentation a été maintenue pendant 15 secondes, un temps optimisé pour permettre une déformation stable du matériau sans induire de relaxation excessive. Après chaque test, nous avons méticuleusement mesuré les longueurs des diagonales des empreintes (2a) et des fissures radiales (2C), des paramètres clés pour l'évaluation de la dureté et de la ténacité.

Pour quantifier la dureté Vickers ( $H_v$ ), nous avons appliqué l'équation

$$H_v = 1,854 \times F / (2a)^2, \quad (3.3)$$

Où  $F$  représente la force d'indentation appliquée en Newtons et  $2a$  la diagonale de l'empreinte en millimètres. Cette formule, largement reconnue dans le domaine de la science des matériaux, nous a permis de quantifier avec précision la résistance du verre à la pénétration.

L'évaluation de la ténacité, un aspect important de notre étude, a été réalisée en utilisant le modèle d'Anstis et al., exprimé par l'équation

$$K_c = (0,016 \pm 0,004) (E/H_v)^{1/2} P_c^{-3/2} \quad (3.4)$$

Dans cette formule,

$K_c$  représente la ténacité à la rupture en  $\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ ,

$E$  le module d'élasticité en MPa,

$H_v$  la dureté Vickers en MPa,

$F$  la charge appliquée en N, et

C la longueur des fissures radiales en mm.

Cette méthode nous a permis d'estimer la résistance du verre à la propagation des fissures, un paramètre essentiel pour prédire sa durabilité dans diverses applications.

### 3.3.4 Microscope optique

Dans notre étude approfondie sur les propriétés mécaniques et structurelles du verre traité par échange ionique, nous avons fait appel à des techniques de microscopie optique avancées. L'instrumentation choisie pour cette analyse est un microscope polyvalent de haute précision, le modèle OXION de la marque Euromex, reconnu pour sa versatilité et sa capacité à fournir des images de haute résolution.

Spécifications techniques de l'équipement :

1. Modèle : Euromex OXION
2. Capacité de grossissement : 50x à 1000x
3. Système d'imagerie : Caméra intégrée de 8 mégapixels
4. Interface : Connexion directe à un ordinateur pour l'affichage en temps réel
5. Logiciel d'analyse : Version alpha d'Image Focus

La plage de grossissement étendue (de 50 à 100 fois) offre une flexibilité remarquable, permettant l'observation détaillée des structures microscopiques à différentes échelles. Cette caractéristique est particulièrement précieuse pour notre étude, car elle nous permet d'examiner à la fois les modifications de surface globales induites par le traitement d'échange ionique et les changements structurels plus subtils à l'échelle micrométrique.



**Figure 3.6 :** Microscope universel Euromex de type OXION

L'intégration d'une caméra haute résolution de 8 mégapixels constitue un atout majeur de ce système. Cette caméra, couplée à une connexion directe à un ordinateur, facilite l'acquisition d'images de haute qualité et permet une observation en temps réel sur un écran externe. Cette configuration améliore significativement l'ergonomie du travail d'observation et offre la possibilité d'analyses collaboratives en temps réel.

Le logiciel d'analyse d'images, Image Focus, bien qu'en version alpha, joue un rôle dans notre méthodologie. Il permet non seulement la visualisation des images capturées, mais aussi leur traitement et leur analyse quantitative. Les fonctionnalités de ce logiciel, telles que la mesure précise des dimensions des structures observées, la caractérisation de la morphologie de surface, et potentiellement l'analyse statistique des caractéristiques microstructurales, sont essentielles pour extraire des données quantitatives de nos observations microscopiques.

Analyse élémentaire par spectrométrie de fluorescence X : Une approche quantitative pour la caractérisation chimique du verre

Dans notre étude sur les propriétés et la composition du verre, nous avons eu recours à la spectrométrie de fluorescence X (XRF), une technique analytique non destructive de haute précision. L'instrument utilisé pour cette analyse est le spectromètre Rigaku ZSX Primus IV, un équipement de pointe reconnu pour sa sensibilité et sa fiabilité dans la détermination quantitative de la composition élémentaire des matériaux.



**Figure 3.7** : Le spectromètre de fluorescence des rayons X (XRF)

La spectrométrie de fluorescence X est une méthode d'analyse particulièrement adaptée à l'étude des matériaux vitreux pour plusieurs raisons :

**Non-destructivité :** Cette technique permet l'analyse des échantillons sans altération, préservant ainsi leur intégrité pour d'autres analyses complémentaires.

**Polyvalence :** Le Rigaku ZSX Primus IV est capable de détecter et de quantifier une large gamme d'éléments, du béryllium à l'uranium, ce qui est Déterminant pour l'analyse complète de la composition du verre.

**Sensibilité :** L'instrument offre une excellente sensibilité, permettant la détection d'éléments présents en faibles concentrations, ce qui est particulièrement important pour l'analyse des modifications subtiles induites par le traitement d'échange ionique.

**Capacité d'analyse des oxydes :** En plus de l'analyse élémentaire, le spectromètre peut fournir des données sur la composition en oxydes, ce qui est particulièrement pertinent pour la caractérisation des verres silicatés.

### 3.3.5 Microscope à force atomique

Pour les mesures des profondeurs induites par indentation Vickers du verre brut ainsi que du verre traité par échange ionique, nous avons utilisé la microscopie à force atomique (AFM) afin de caractériser avec une précision nanométrique les empreintes d'indentation. Cette technique de pointe permet d'obtenir des images tridimensionnelles de la surface étudiée en balayant son relief à l'aide d'une pointe extrêmement fine montée sur un levier flexible. Elle s'est révélée particulièrement adaptée pour analyser les déformations locales induites par l'indentation, notamment dans le cas de matériaux fragiles comme le verre, où les informations topographiques à l'échelle submicronique sont Déterminantes pour comprendre les mécanismes de déformation et de rupture.

L'AFM a permis de cartographier avec une grande résolution les zones indentées, fournissant non seulement la profondeur exacte des empreintes, mais aussi des indications précieuses sur leur morphologie, leur rugosité périphérique et les éventuels phénomènes de recouvrement ou d'affaissement après la sollicitation mécanique. Ces données sont essentielles pour une analyse fine des propriétés mécaniques du matériau, notamment pour relier les modifications de structure superficielle dues au traitement par échange ionique à l'amélioration de la résistance mécanique.

L'équipement utilisé pour cette analyse est un microscope à force atomique conventionnel modèle MFP-3D, développé par la société Asylum Research. Cet instrument de haute précision offre une résolution spatiale exceptionnelle — typiquement inférieure au nanomètre — ce qui

en fait un outil idéal pour l'étude des modifications de surface à l'échelle nanométrique. Équipé d'un système de scanner large gamme et d'une tête de détection intégrée sans contact, le MFP-3D permet d'acquérir des données fiables sur des surfaces variées, y compris les surfaces vitreuses polies et modifiées chimiquement.

En combinant ces analyses AFM aux résultats obtenus par microdureté Vickers, il a été possible de corréler les effets macroscopiques de l'indentation avec les changements subis à l'échelle locale, offrant ainsi une vision complète et cohérente de la réponse mécanique du verre avant et après traitement.



**Figure 3.8.** Microscope à force atomique (AFM) conventionnel de modèle MFP 3D

Les paramètres expérimentaux ont été soigneusement optimisés pour assurer la fiabilité et la reproductibilité des mesures :

1. Taux de balayage : Fixé à 1 Hz, offrant un compromis optimal entre la résolution de l'image et le temps d'acquisition.
2. Sondes : Utilisation de sondes AC240TS en mode contact, choisies pour leur sensibilité et leur adaptabilité aux surfaces dures comme le verre.
3. Conditions environnementales : Mesures effectuées à température ambiante (20-25°C) et à humidité relative contrôlée, pour minimiser les variations dues aux facteurs externes.

L'analyse des empreintes d'indentation s'est déroulée en plusieurs étapes :

1. Acquisition d'images topographiques haute résolution de chaque empreinte.

2. Mesure de la longueur de la diagonale entre les extrémités de l'empreinte, utilisant le logiciel AR 14 développé par ASYLUM RESEARCH COMPANY.

3. Établissement du profil de profondeur de chaque empreinte à partir des données topographiques.

L'utilisation du logiciel AR 14 a permis une analyse précise et standardisée des données, réduisant ainsi les erreurs potentielles liées à l'interprétation manuelle des images.

### 3.3.6 Lampe UV

Pour l'identification des deux faces du verre flotté étudié, nous avons mis en œuvre une méthode d'identification non destructive des faces du verre flotté en utilisant la fluorescence induite par rayonnement ultraviolet (UV). Cette technique s'avère particulièrement pertinente pour différencier avec précision la face étain de la face air, une distinction déterminante pour l'analyse des propriétés mécaniques et chimiques du verre traité par échange ionique.

L'utilisation d'une lampe UV constitue le cœur de cette approche. Le principe repose sur la différence de fluorescence entre les deux faces du verre flotté lorsqu'elles sont exposées à la lumière ultraviolette :



**Figure 3.9** : Lampe UV

Face étain : Émet une lumière blanche caractéristique sous illumination UV.

Face air : Présente une fluorescence violette ou bleue distincte.

Cette différence marquée de réponse spectrale permet une identification rapide et sans ambiguïté des faces du verre.

### 3.4 Analyse des contraintes résiduelles d'indentation par photoélasticimétrie

Pour l'étude des contraintes résiduelles induites par échange ionique et par indentation, nous avons mis en œuvre une technique d'analyse avancée basée sur la photoélasticimétrie. Cette méthode non destructive nous a permis d'observer et de quantifier les contraintes résiduelles induites par l'indentation dans les échantillons de verre, offrant ainsi des informations précieuses sur le comportement mécanique du matériau à l'échelle microscopique.

Notre dispositif expérimental comprend un microscope optique équipé de deux polariseurs et d'une caméra CCD haute résolution. Cette configuration permet l'observation détaillée des franges de contraintes autour des empreintes d'indentation, révélant la distribution spatiale des contraintes résiduelles.

Protocole d'analyse :

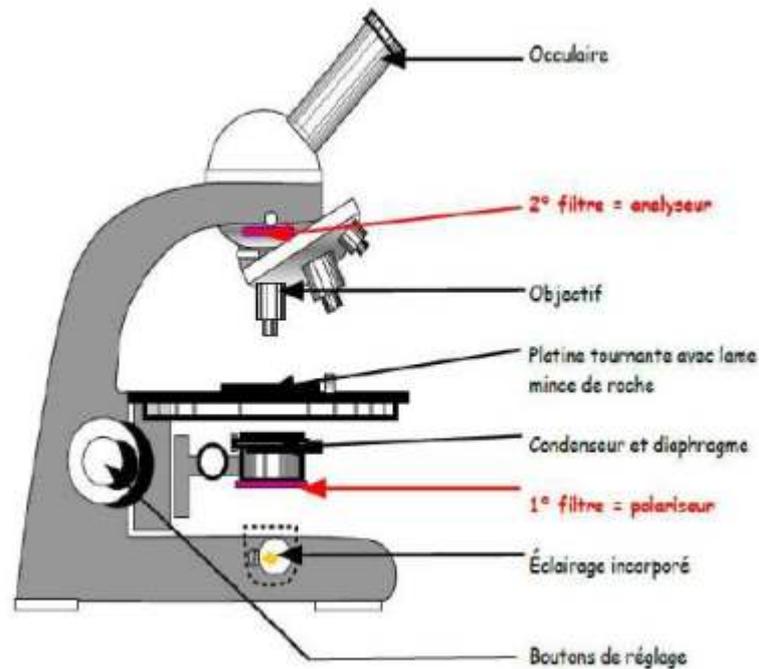
1. Préparation des échantillons : Des échantillons de verre traités par échange ionique pour différentes durées ont été soumis à des tests d'indentation sur leurs faces étain et air.
2. Acquisition d'images : Multiples photographies des empreintes d'indentation ont été capturées sous différentes conditions de contraintes appliquées, permettant une analyse comparative détaillée.
3. Traitement des images : Un logiciel spécialisé a été utilisé pour analyser les images dans une plage de longueurs d'onde spécifique (480-500 nm), correspondant aux couleurs observées autour des empreintes. Cette plage a été choisie pour optimiser la sensibilité de la détection des contraintes.

La photoélasticimétrie offre plusieurs avantages cruciaux pour notre étude :

1. Visualisation directe : Permet l'observation en temps réel de la distribution des contraintes autour des empreintes d'indentation.
2. Analyse comparative : Facilite la comparaison entre les échantillons traités différemment et entre les faces étain et air du verre.
3. Non-destructivité : Permet des analyses répétées sur le même échantillon sans altération supplémentaire.
4. Haute sensibilité : Capable de détecter de subtiles variations dans la distribution des contraintes, essentielles pour comprendre l'impact du traitement d'échange ionique.

La technique de photoélasticimétrie s'est révélée particulièrement pertinente pour notre étude en raison de sa capacité à révéler les subtilités de la réponse mécanique du verre traité par échange ionique. Les différences observées dans les motifs de franges entre les échantillons

traités et non traités, ainsi qu'entre les faces étain et air, soulignent l'importance de considérer l'hétérogénéité des propriétés mécaniques induites par le traitement de surface.



**Figure 3.10 :** Montage utilisé pour la photoélasticimétrie

### 3.5 Conclusion

Ce chapitre a présenté une méthodologie expérimentale exhaustive et multidisciplinaire pour l'étude approfondie des propriétés mécaniques et structurales du verre, en particulier après traitement par échange ionique. L'utilisation de verre silico-sodo-calcique de haute qualité, caractérisé précisément par spectrométrie de fluorescence X, constitue la base solide de cette étude. Le traitement thermochimique, réalisé avec un four électrique FILL MANFREDI, permet un contrôle précis des conditions d'échange ionique, tandis que la caractérisation mécanique, effectuée à l'aide de la machine de traction ZWICK-ROELL Z100, offre une évaluation rigoureuse de la résistance à la flexion dans diverses conditions. L'analyse de la microstructure, combinant microscopie optique et microscopie à force atomique, ainsi que l'étude des contraintes par photoélasticimétrie, apportent des informations importantes à différentes échelles. Les tests d'indentation Vickers, réalisés avec un duromètre micro QATM, complètent cette approche en fournissant des données précises sur la dureté et la ténacité. Cette méthodologie diversifiée et complémentaire établit une base solide pour une analyse approfondie des effets du traitement d'échange ionique sur le verre, permettant une

compréhension holistique des mécanismes sous-jacents et ouvrant la voie à des applications technologiques avancées et à l'optimisation des processus de traitement du verre.

## ***Chapitre 4 : Résultats et Discussions***

## Chapitre 4 : résultats et discussions

### 4.1 Introduction

Ce chapitre présente une étude expérimentale approfondie des propriétés mécaniques du verre flotté, en se concentrant sur l'influence des défauts de surface, des conditions environnementales et des paramètres de chargement. L'objectif principal est d'élucider les mécanismes complexes qui régissent le comportement mécanique du verre dans diverses conditions, reflétant ainsi les scénarios réels d'utilisation.

La méthodologie employée combine des techniques avancées de caractérisation mécanique, notamment l'indentation Vickers et les essais de flexion anneau sur anneau, avec une analyse statistique rigoureuse basée sur le modèle de Weibull. Cette approche permet d'explorer en détail l'impact des défauts contrôlés, introduits par indentation, sur la résistance et la fiabilité du verre dans des environnements secs et humides.

L'étude examine systématiquement les effets de la charge d'indentation, de la distance des défauts par rapport au point de sollicitation maximale, et de l'exposition à l'humidité. Une attention particulière est portée aux différences de comportement entre les faces étain et air du verre flotté, révélant ainsi l'influence du processus de fabrication sur les propriétés mécaniques locales.

Ce chapitre vise à fournir une compréhension plus nuancée et approfondie du comportement mécanique du verre flotté, essentielle pour optimiser sa conception et son utilisation dans diverses applications industrielles et architecturales.

### 4.2 Étude des profondeurs induites par indentation.

Cette étude expérimentale vise à caractériser le comportement mécanique d'un verre flotté, en mesurant la profondeur d'indentation Vickers sur les deux faces de l'échantillon (côté air et côté étain). Les paramètres étudiés sont les différentes charges appliquées (0,5 N, 1 N et 5 N) ainsi que les temps de trempe chimique (état brut, 2h, 4h et 6h).

L'objectif est de comprendre l'influence des conditions de trempe chimique (temps de maintien) et des charges appliquées sur les propriétés mécaniques du verre, en particulier sa dureté. La comparaison des résultats entre les deux faces de l'échantillon permet également d'évaluer l'impact du procédé de fabrication par flottage sur l'homogénéité des propriétés du matériau.

Le tableau 4.1 résume les résultats obtenus pour la profondeur (h) sur la face étain en fonction de la charge appliquée (P) pour les différents temps de maintien du verre brut. Les résultats de la face air sont répertoriés dans le tableau 4.2.

**Tableau 4.1 :** Profondeur (h) induite par indentation Vickers (côté étain) pour différents temps de maintien et charges appliquées

	brut	2h	4h	6h
P = 0.5 N	723.1±1.5 nm	586.3±2.2nm	564.1±2.1 nm	639.1±2.4 nm
P = 1 N	944.0±1.8 nm	982.0±2.5 nm	955.7±2.8 nm	973.9±1.7 nm
P = 5 N	2433.3±2.2 nm	1977.2±1.1 nm	1883.8±1.9 nm	2331.5±2.1 nm

**Tableau 4.2:** Profondeur (h) induite par indentation Vickers (côté air) pour différents temps de maintien et charges appliquées

	brut	2h	4h	6h
P = 0.5N	756.9±1.4 nm	655.1±2 nm	600.8±1.9 nm	640.0±1.1 nm
P = 1 N	984.0±2.5 nm	906.6±2.6 nm	881.57±1.2 nm	953.9±1.8 nm
P = 5 N	2455.8±2.8 nm	2232.6±2.2 nm	1926.7±2.4 nm	2400±1.3 nm

L'analyse comparative des profondeurs d'indentation mesurées sur les deux faces du verre flotté (face côté air et face côté étain) montre des différences systématiques en fonction de la charge appliquée. Sous une charge de 0,5 N, la profondeur d'indentation atteint 655,1 nm sur la face côté air contre 723,1 nm sur la face côté étain, ce qui représente une différence de 10,3 %. Lorsque la charge est portée à 5 N, ces valeurs passent respectivement à 2232,6 nm pour la face air et 2433,3 nm pour la face étain, soit une différence de 9,0 %. Ainsi, quelle que soit l'intensité de la charge appliquée, la face côté étain présente toujours une résistance légèrement supérieure à la déformation par rapport à la face côté air, ce qui traduit une anisotropie mécanique intrinsèque liée au procédé de fabrication du verre flotté. Cette différence marginale mais constante suggère l'existence de variations structurelles ou chimiques entre les deux surfaces, influençant leurs comportements mécaniques locaux.

Selon Jebahi, M. et al. (2013). L'indentation des verres induit une déformation plastique du réseau vitreux, entraînant une compaction locale du matériau. Cette compaction se traduit par une augmentation de la densité, qui se manifeste macroscopiquement par une profondeur d'indentation croissante avec la charge appliquée.

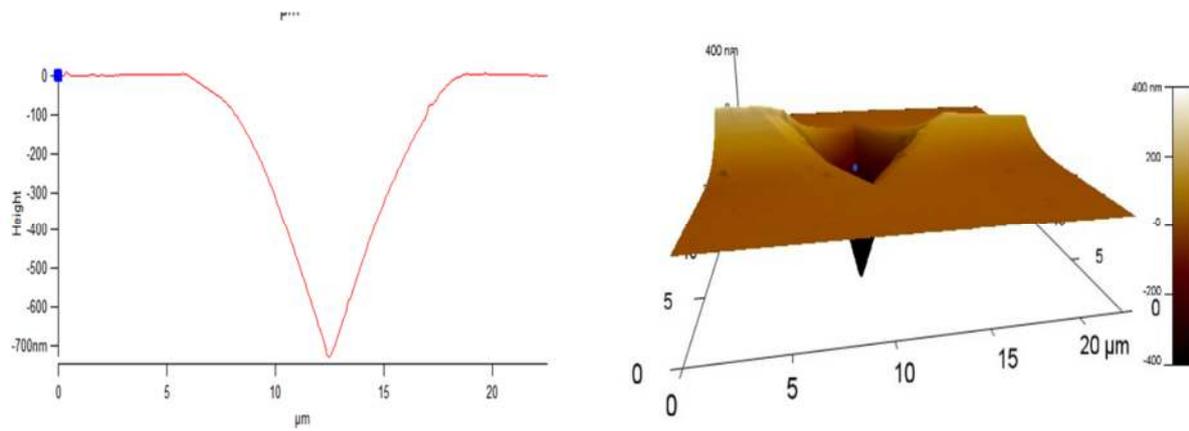
Cependant, les résultats montrent que la face côté air présente des profondeurs d'indentation plus importantes que la face côté étain, et ce, pour une même charge et un même temps de traitement.

Cette disparité de comportement mécanique entre les deux faces s'explique par les variations de structure et de propriétés induites par le procédé de fabrication du verre flotté. En effet, le processus de production entraîne des différences au niveau de la surface des deux faces, notamment en termes de composition chimique, de défauts et de contraintes résiduelles. Ces paramètres influencent directement les propriétés mécaniques du matériau, comme sa dureté. Comme le recommandent plusieurs études Peitl et al. 2014 ; He, H. et al. (2021). Les propriétés mécaniques peuvent varier significativement entre les deux faces en raison des traitements subis lors de la fabrication.

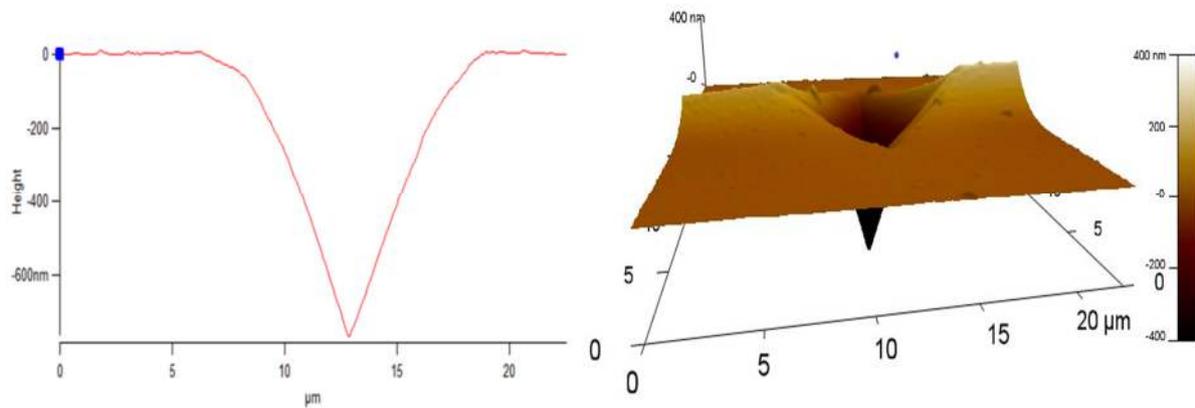
De plus, l'analyse révèle que le temps de traitement de la trempe chimique a une influence notable sur les propriétés mécaniques du verre. En effet, une augmentation de la durée de traitement entraîne une réduction de la profondeur d'indentation, et ce, quel que soit le côté analysé (face air ou face étain).

Par exemple, sur la face côté étain, la profondeur mesurée sous une charge de 5 N diminue de 2433,3 nm après 2 heures de traitement à 1926,7 nm après 6 heures de traitement, ce qui représente une baisse de 21 %. Cette tendance indique une amélioration de la résistance mécanique du verre en raison probablement de l'augmentation des contraintes de compression induites par un échange ionique plus poussé.

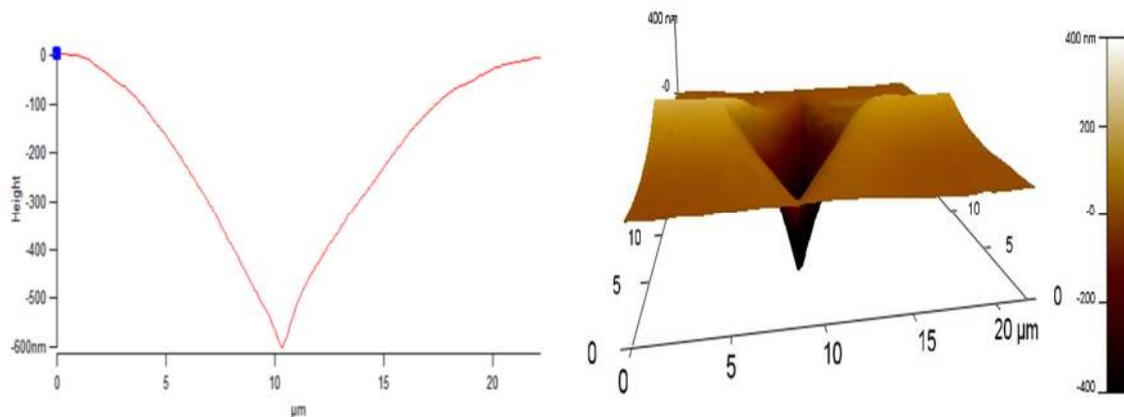
La diminution de la profondeur en fonction de temps de maintien Ce phénomène peut s'expliquer par une augmentation des contraintes de compression dans le matériau au cours du traitement, comme le rapportent Anunmana, C. et al. (2009). et Zeng, K. & Rowcliffe, D. (1994). Et la diminution au-delà de 4h de s'explique par un phénomène de relaxation des contraintes de compression en surface, induit par le traitement de trempe chimique. Au fur et à mesure que le temps de traitement augmente, ces contraintes se relâchent, entraînant une diminution de la dureté du matériau et donc de la profondeur d'indentation. Ce phénomène de relaxation des contraintes est caractéristique des verres trempés chimiquement.



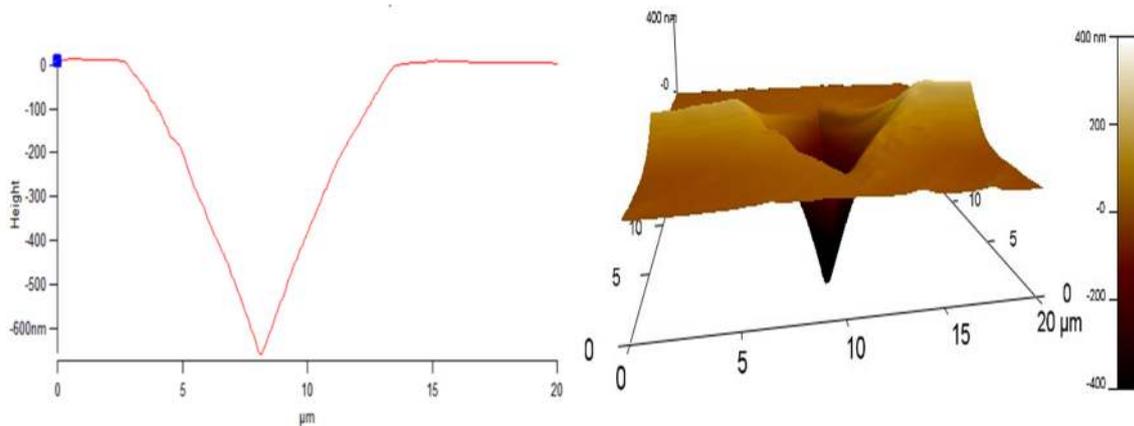
**Figure A :** Profil et micrographie 3D d'une empreinte avec une charge de  $P = 0,5$  N sur un verre brut (côté étain).



**Figure B :** Profil et micrographie 3D d'une empreinte avec une charge de  $P = 0,5$  N sur un verre brut (côté air).



**Figure C :** Profil et micrographie 3D d'une empreinte avec une charge de  $P = 0,5$  N sur un verre traité chimiquement pendant 2 heures (côté étain).



**Figure D** : Profil et micrographie 3D d'une empreinte avec une charge de  $P = 0,5$  N sur un verre traité chimiquement pendant 2 heures (côté air)

**Figure 4.1** : Les figures (A-B-C et D) montrent les micrographies 3D et les profils d'une empreinte de 0,5 N obtenue par AFM sur du verre brut et traité chimiquement pendant 2 heures.

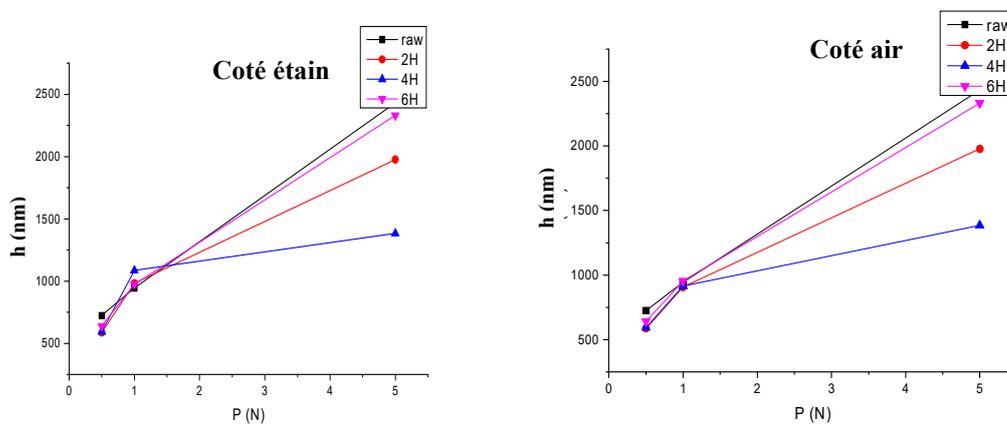
La figure 4.1 représente les images topographiques 3D et les profils de surface présentés ici ont été générés grâce à la puissante technique de microscopie à force atomique (AFM). Cette méthode de pointe permet de sonder la géométrie de surface avec une résolution nanométrique, révélant à la fois la profondeur et la forme précise de la déformation du matériau induite par l'indentation.

Les profils des figures A et B indiquent la profondeur de l'empreinte, mettant en évidence une remarquable asymétrie dans le comportement mécanique du verre flotté. Bien que les deux faces, côté air (Figure. B) et côté étain (Figure. A), soient soumises à une même charge de 0,5 N, la pénétration de l'indenteur est nettement plus prononcée sur la surface exposée à l'air. Cette divergence locale de réponse s'explique par les subtiles variations de structure et de propriétés entre les deux surfaces, engendrées par le procédé de fabrication par flottaison.

Les micrographies 3D, quant à elles, révèlent la forme circulaire bien définie des empreintes, caractéristique de l'indentation Vickers sur un matériau vitreux comme le verre flotté. Les variations de couleur et de relief dans ces images 3D traduisent les différences de profondeur au sein de l'empreinte, les zones les plus sombres correspondant aux zones les plus déformées. En effet, le procédé de production induit des différences significatives en termes de composition chimique, de densité de défauts et de contraintes résiduelles présentes en surface. Ces paramètres influencent directement la dureté et la résistance mécanique du matériau, se

traduisant par cette asymétrie frappante dans la réponse à l'indentation, telle que le révèlent les profils et la morphologie 3D des empreintes.

Les figures C et D apportent un éclairage complémentaire en illustrant l'impact d'un traitement de trempes chimique de 2 heures sur la face côté air. Après ce traitement (Figure. D), les profils et les micrographies 3D montrent une diminution marquée de la profondeur d'empreinte par rapport à l'état brut (Figure. B). Ce phénomène résulte de la relaxation progressive des contraintes de compression en surface, induite par le processus de trempes chimique. Cette détente des tensions internes se traduit par une baisse de la dureté du matériau, limitant ainsi la pénétration de l'indenteur.



**Figure 4.2 :** L'évolution de la profondeur en fonction de la charge appliquée pour le côté étain et le côté air.

L'analyse de la figure 4.2 montre l'évolution de la profondeur d'indentation en fonction de la charge appliquée pour les deux surfaces du verre, à savoir le côté étain et le côté air. Il est évident que, pour les deux côtés, la profondeur d'indentation ( $h$ ) augmente avec l'accroissement de la charge appliquée ( $P$ ). Cependant, une différence notable se manifeste entre les deux faces du verre à des charges égales, le côté air présente systématiquement une profondeur d'indentation plus importante que le côté étain.

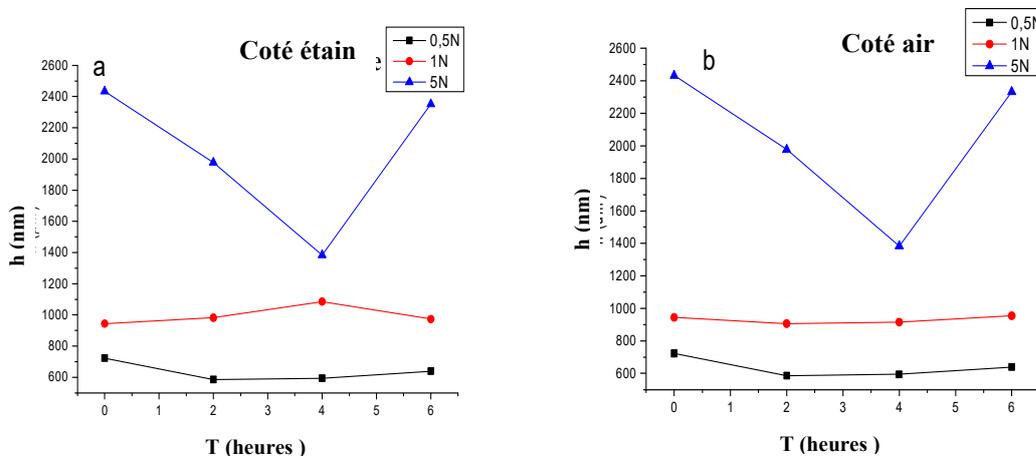
Cette observation suggère que le côté air est plus susceptible de subir une déformation plastique sous l'effet d'une charge, ce qui pourrait être lié à une différence de structure ou de composition chimique entre les deux faces. En effet, le côté étain, ayant été en contact avec le bain métallique lors de la fabrication, pourrait avoir incorporé des éléments qui augmentent sa résistance à la déformation.

Cette différence de comportement mécanique entre les deux surfaces pourrait également être attribuée à des gradients de contrainte interne générés pendant le processus de trempes. Le côté

étain, en raison de la pénétration de l'oxyde d'étain, pourrait avoir une structure plus homogène et résistante, tandis que le côté air, dépourvu de cette couche protectrice, pourrait être plus vulnérable aux déformations sous des charges similaires.

L'évolution de la profondeur avec la charge, en particulier la distinction entre les deux côtés, est un indicateur précieux des variations des propriétés mécaniques induites par le processus de fabrication du verre flotté.

D'après les informations présentées dans la figure 4.3, il est observé que la profondeur moyenne du côté étain varie selon la durée du traitement. Après 2 heures de traitement, la profondeur moyenne obtenue est de  $586,3 \pm 2,2 \mu\text{m}$ . En prolongeant le traitement à 4 heures, la profondeur moyenne diminue légèrement à  $564,1 \pm 2,1 \mu\text{m}$ . On peut expliquer ce phénomène par une hausse des contraintes de compression qui se produisent pendant cette période. En augmentant la durée du traitement à 6 heures, on observe une augmentation de la profondeur moyenne à  $639,1 \pm 2,4 \mu\text{m}$ . On peut expliquer cela par la diminution des contraintes de compression pendant une période prolongée.



**Figure 4.3 :** Évolution de la profondeur en fonction du temps de maintien a) côté étain b) côté air.

De la même manière, la profondeur moyenne du côté atmosphérique varie également en fonction de la durée du processus. La profondeur moyenne est de  $655,1 \pm 2 \mu\text{m}$  avec une durée de traitement de 2 heures et une charge de 0,5 N, ce qui est légèrement plus élevé que la profondeur du côté étain. On peut expliquer cette différence par des différences dans la composition chimique ou la microstructure des deux surfaces du verre. En prolongeant le traitement à 4 heures avec une charge de 0,5 N, la profondeur moyenne diminue à  $600,8 \pm 1,9 \mu\text{m}$ . La durée du traitement a un impact significatif sur les profondeurs des indentations formées

sur les deux surfaces du verre, comme en témoignent ces résultats. En général, prolonger la durée du traitement entraîne une hausse de la profondeur moyenne. On peut expliquer ce phénomène par une migration accrue des ions potassium lors de l'échange chimique, ce qui entraîne la formation d'une couche plus épaisse sous compression et, par conséquent, une empreinte plus profonde. Il faut noter que la profondeur moyenne du côté air est nettement supérieure à celle du côté étain, même si les temps de traitement sont équivalents. La différence dans la réaction au trempé chimique entre les deux faces du verre peut être attribuée à la variation de la composition chimique ou de la microstructure.

### 4.3 Étude des contraintes de compression.

Le verre trempé par traitement chimique est un matériau prisé dans de nombreuses applications, allant des constructions modernes aux dispositifs électroniques, en raison de sa robustesse et de sa longévité remarquable. Ce type de verre subit un processus chimique qui transforme sa structure interne, résultant en une amélioration significative de sa résistance à la compression et à la flexion. Dans ce cadre, il est important d'analyser comment les différentes faces du verre, notamment celle exposée à l'air et celle en contact avec l'étain, affectent ses caractéristiques mécaniques.

Des recherches antérieures ont révélé que la répartition des contraintes au sein du verre trempé chimique n'est pas homogène et varie selon la surface examinée. Ces différences peuvent être attribuées à des éléments tels que la microstructure du matériau, la présence de défauts internes, et les conditions de traitement subies. L'étude des contraintes de compression, exprimées en mégapascals (MPa), offre des informations précieuses sur le comportement du verre lorsqu'il est soumis à des charges spécifiques, permettant ainsi d'optimiser son utilisation dans divers secteurs.

Dans cette recherche, nous analyserons l'évolution des contraintes de compression dans le verre trempé par traitement chimique, en mettant en lumière les distinctions entre la face exposée à l'air et celle en contact avec l'étain. En nous appuyant sur des données expérimentales, notre objectif sera d'établir un lien entre la structure du verre et ses propriétés mécaniques, afin d'apporter une contribution significative à la compréhension de ce matériau captivant et de ses diverses applications.

En raison de l'absence de fissures, l'analyse des contraintes résiduelles liées à la trempé chimique n'a pas permis de déterminer les contraintes résiduelles dans le cas du verre indenté

avec une charge de 0,5 N. On a pu constater cette observation dans les études sur les déformations résiduelles liées à la gravure chimique.

La figure 4.4 examine l'effet de la durée du traitement sur les contraintes de compression dans le verre, spécifiquement pour les surfaces en contact avec l'air et l'étain sous une force d'indentation de 1 N. Les résultats présentés dans cette étude montrent des différences notables dans les niveaux de contraintes de compression entre les surfaces en contact avec l'étain et celles en contact avec l'air du verre flotté.

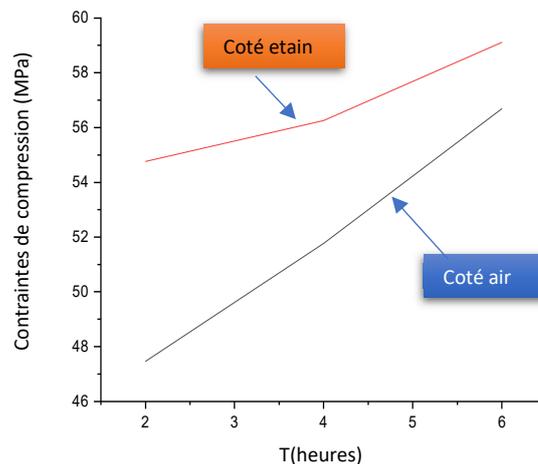
Pour la surface en contact avec l'étain, les contraintes de compression se situent entre  $54,769 \pm 1,75$  MPa et  $59,11 \pm 1,33$  MPa. Ces valeurs élevées indiquent des niveaux de compression significatifs dans cette région du verre. En comparaison, Krohn, et al. (2005) ont rapporté des contraintes de compression comprises entre 60 et 70 MPa pour le côté étain du verre flotté. Bien que légèrement supérieures, ces valeurs sont du même ordre de grandeur que celles obtenues dans la présente étude, confirmant la présence de fortes contraintes de compression sur la surface en contact avec l'étain.

En revanche, la surface en contact avec l'air présente des contraintes de compression légèrement inférieures, allant de  $47,47 \pm 1,75$  MPa à  $56,69 \pm 0,33$  MPa. Cette différence par rapport au côté étain peut s'expliquer par l'absence d'un traitement similaire à l'étain pour cette surface, entraînant des propriétés mécaniques distinctes Krohn, et al. (2005) Dans leur étude, Krohn et al. ont également observé des contraintes de compression plus faibles, comprises entre 40 et 50 MPa, pour le côté air du verre flotté, en accord avec les résultats de la présente étude.

Un facteur explicatif supplémentaire réside dans l'effet du traitement chimique prolongé sur la diffusion des ions. Comme le soulignent les auteurs, une durée de traitement plus longue permet une diffusion plus importante des ions dans le matériau. Cela entraîne la formation d'une zone comprimée plus épaisse, qui agit comme une barrière et consolide le matériau, augmentant ainsi sa résistance aux pressions extérieures Ziemath et al. (2005). Ce phénomène contribue à expliquer les niveaux de compression plus élevés observés sur la surface en contact avec l'étain. De plus, la présence d'étain dans la structure du verre améliore la connectivité du réseau vitreux, ce qui renforce les liaisons entre les atomes de verre et rend la structure plus compacte et solide Ziemath et al. (2005). Cette plus grande connectivité facilite la transmission et l'accumulation des contraintes de compression dans le verre du côté étain, expliquant les niveaux de compression plus élevés observés. Howell et al. (2008). et Goodman & Derby. (2011). Ont également mis en évidence l'influence de la présence d'étain sur les propriétés mécaniques du verre flotté.

Un autre effet lié à la présence d'étain est la modification du coefficient de dilatation thermique du verre. Ziemath et al. (2005) ont montré que l'augmentation de la connectivité du réseau induite par l'étain entraîne une réduction du coefficient de dilatation thermique. Un coefficient de dilatation plus faible signifie que le verre se dilate et se contracte moins avec les changements de température, ce qui peut entraver la diffusion des ions  $K^+$  et diminuer la profondeur de la couche de contrainte, mais augmenter la concentration des contraintes de compression près de la surface.

Ces résultats soulignent l'importance des conditions de surface et leur impact sur les propriétés mécaniques des matériaux verriers. La différence de contraintes de compression entre les deux surfaces peut être attribuée à la présence de l'étain et à son influence sur la structure et les propriétés du verre, comme l'ont également montré des études antérieures Howell, J. A et al. (2008) et Goodman, O., & Derby, B. (2011).



**Figure 4.4** : Évolution des contraintes de compression dans le verre trempé chimiquement (côté air et côté étain) indenté avec une charge 1N.

#### 4.4 Étude des contraintes résiduelles d'indentation par photoélasticimétrie

La compréhension des contraintes résiduelles dans les matériaux transparents, en particulier le verre, revêt une importance capitale dans de nombreux domaines industriels et technologiques. Ces contraintes, qu'elles soient induites par des processus de fabrication, des traitements de surface ou des sollicitations mécaniques, influencent significativement les propriétés et la durabilité des matériaux. Dans ce contexte, la photoélasticimétrie s'impose comme une technique d'analyse non destructive particulièrement pertinente, offrant une visualisation directe et quantifiable des champs de contraintes internes.

Cette étude se propose d'examiner l'interaction complexe entre les contraintes résiduelles générées par l'indentation Vickers et celles induites par un traitement de trempe chimique sur du verre flotté. En exploitant la sensibilité de la photoélasticimétrie aux variations de contraintes, nous cherchons à élucider les mécanismes sous-jacents qui régissent la distribution et l'évolution de ces champs de contraintes sous différentes conditions expérimentales.

Dans l'étude décrite, la photoélasticité a été utilisée pour observer les traces laissées par l'indentation sur la surface de l'échantillon, sous différentes conditions de contrainte appliquées aux deux faces (étain et air) et à différentes périodes de lavage. Vous avez utilisé un microscope avec deux polariseurs et une caméra CCD pour collecter de nombreuses images des traces, qui ont ensuite été classées en isochromes.

Effet de la charge d'indentation :

Les micrographies sont organisées en trois rangées, chacune correspondant à une charge d'indentation différente (5N, 1N, 0,5N). On observe une corrélation directe entre l'augmentation de la charge et l'étendue du champ de contraintes. Pour la charge de 5N, les franges d'interférence (isochromes) sont plus larges et plus intenses, indiquant un champ de contraintes plus étendu et de plus grande amplitude.

À 1N, le champ de contraintes est moins étendu mais toujours clairement visible. À 0,5N, les franges sont moins prononcées, suggérant un champ de contraintes plus localisé et de moindre intensité. Cette observation est conforme à la théorie de la mécanique des contacts, qui prédit une augmentation de la zone plastique et du champ de contraintes élastiques avec l'augmentation de la charge appliquée.

Chaque rangée présente trois micrographies correspondant à différentes durées de traitement chimique (2, 4, et 6 heures). On constate une évolution notable du champ de contraintes avec l'augmentation de la durée du traitement. Pour une charge donnée, l'étendue et l'intensité des franges d'interférence diminuent progressivement de 2 à 6 heures de traitement.

Cette réduction est particulièrement visible pour la charge de 5N, où le contraste entre les durées de traitement est le plus marqué. Ce phénomène peut être attribué à l'augmentation des contraintes de compression induites par le traitement chimique, qui agissent comme une barrière contre la propagation des contraintes d'indentation.

La juxtaposition des figures 4.5 et 4.6 permet une analyse comparative des réponses mécaniques des faces étain et air. On observe des différences subtiles dans la morphologie et la distribution des franges d'interférence entre les deux faces.

Ces différences sont plus prononcées pour les charges élevées (5N) et les durées de traitement plus longues (6 heures).

La face étain semble présenter des champs de contraintes légèrement plus étendus que la face air, particulièrement visible pour la charge de 5N. Ces observations suggèrent une anisotropie dans la réponse mécanique du verre flotté, probablement due aux différences de composition et de structure entre les deux faces, résultant du processus de fabrication.

L'analyse croisée des trois paramètres (charge, durée de traitement, face du verre) révèle des interactions complexes. L'effet du traitement chimique sur la réduction du champ de contraintes est plus prononcé pour les charges élevées.

La différence entre les faces étain et air est plus visible pour les charges élevées et les durées de traitement plus longues.

Pour les faibles charges (0,5N), l'effet du traitement chimique est moins marqué, suggérant un seuil en dessous duquel l'interaction entre contraintes mécaniques et chimiques est moins significative.

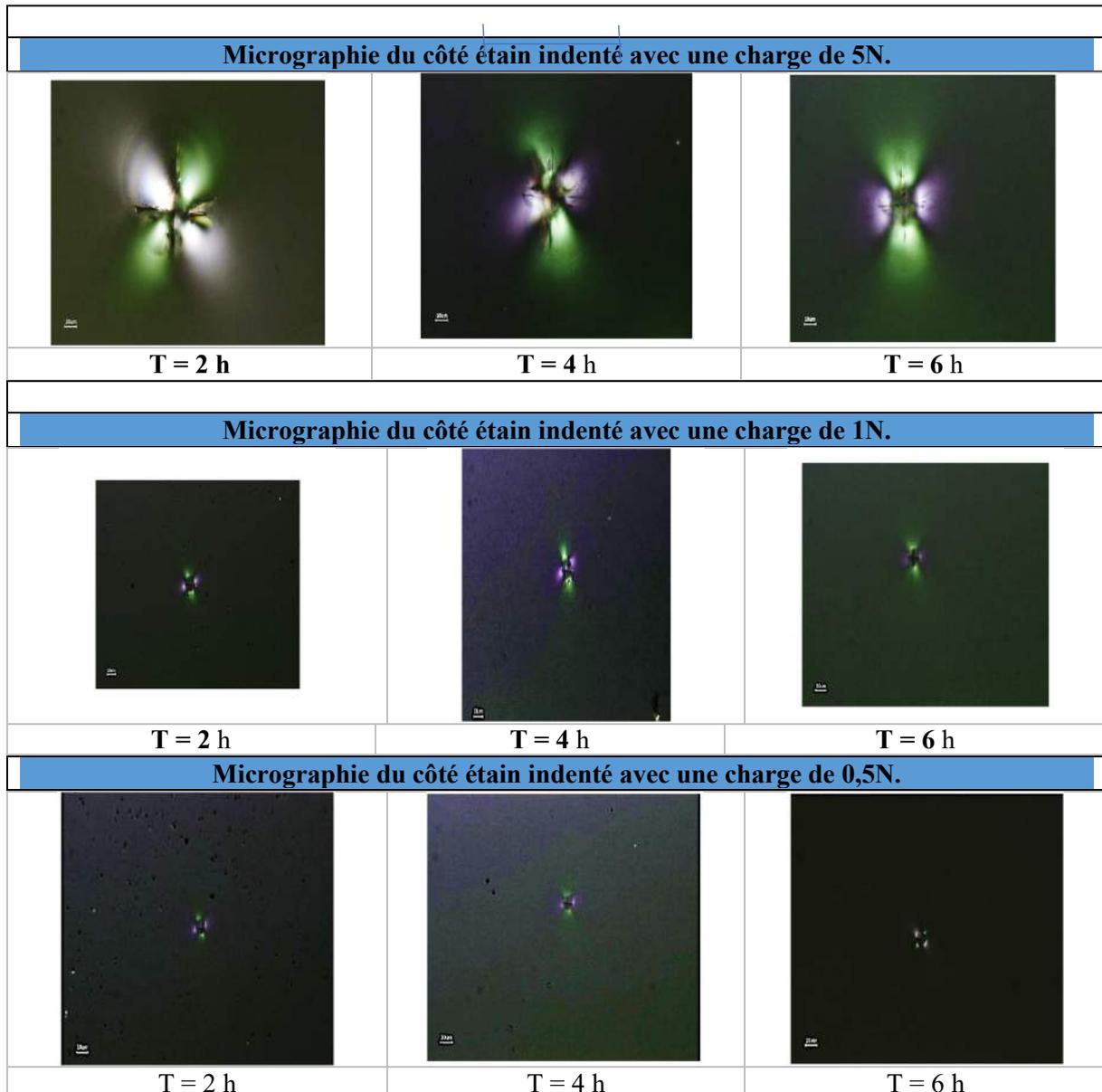
Cette observation est en accord avec les travaux antérieurs de Marshall et al (1977) qui ont quantifié les contraintes résiduelles de compression induites par le trempage thermique du verre. De même, les études d'Aben et al (2008) sur les contraintes résiduelles dans le verre trempé qui ont montré que les contraintes résiduelles de compression induites par la trempe thermique du verre peuvent être visualisées et mesurées par photoélasticimétrie corroborent nos résultats.

Les isochromes pour les côtés étain et air sont affichés dans les figures 7 et 8. On a observé une relation inverse entre le champ de contraintes généré par l'indentation Vickers et le champ de contraintes de compression généré par la trempe chimique. Plus le champ de contraintes de compression est étendu, plus l'amplitude du champ de contraintes d'indentation Vickers est faible. On observe une diminution graduelle du champ de contraintes d'indentation à mesure que la durée de gravure chimique augmente. Cela est illustré dans les figures 7 et 8, où la surface de la zone affectée diminue avec l'augmentation de la durée de gravure pour une charge de 5 N du côté exposé à l'air. Il est important de noter que cette diminution est associée à l'augmentation des contraintes de compression d'origine chimique. On a démontré que le champ de contraintes du côté opposé au gavage chimique est plus faible que du côté gravé chimiquement.

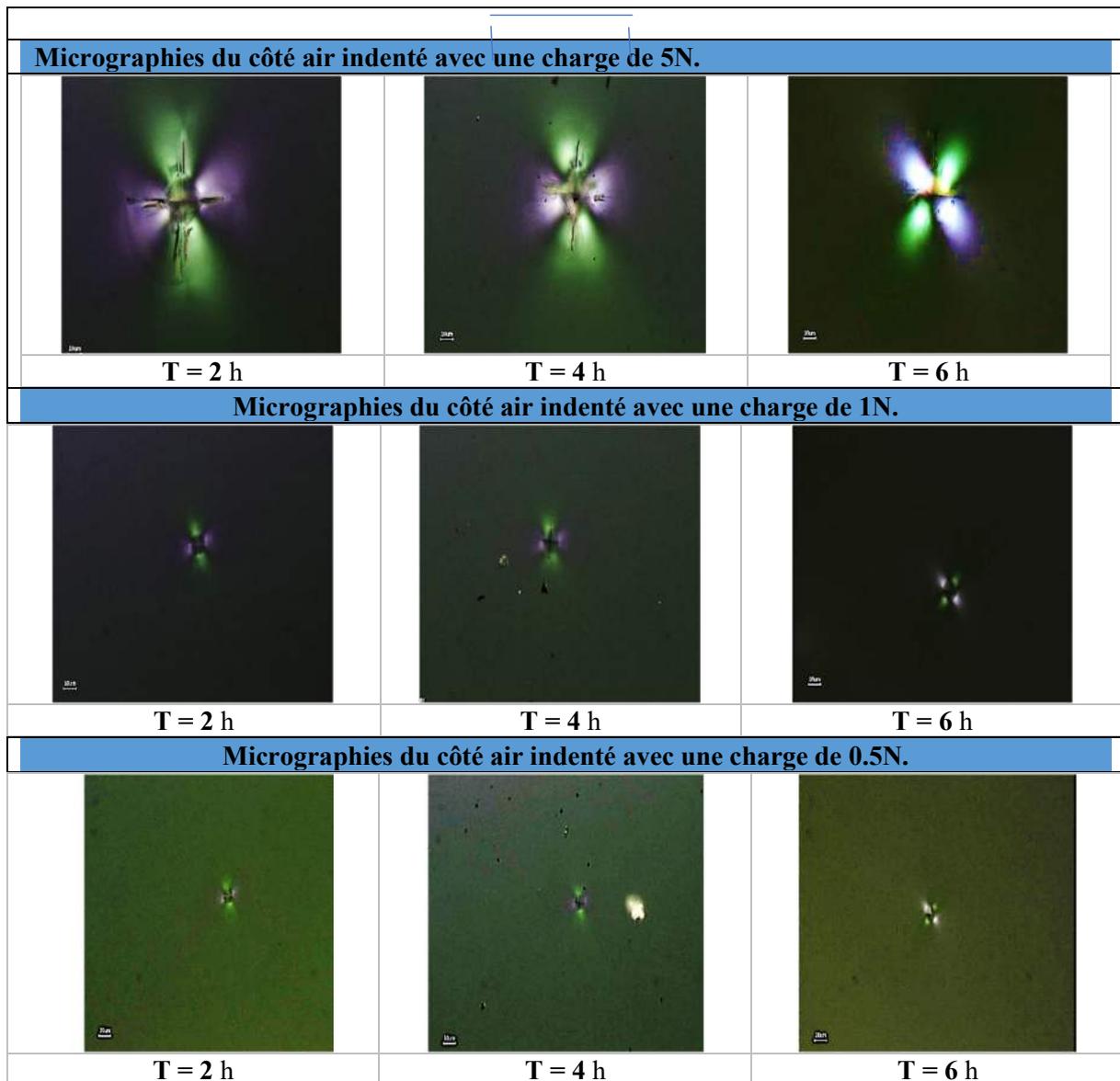
Cette observation peut être attribuée à l'augmentation des contraintes de compression causée par le processus de trempe chimique, qui réduit le champ de contraintes causé par l'indentation de Vickers. Ces observations corroborent les travaux de Younes, L et al. (2019), qui ont également étudié l'impact du traitement chimique sur les contraintes résiduelles dans le verre

flotté. Ils ont constaté que les contraintes de compression induites par le trempage chimique entraînent une diminution significative des contraintes résiduelles d'indentation.

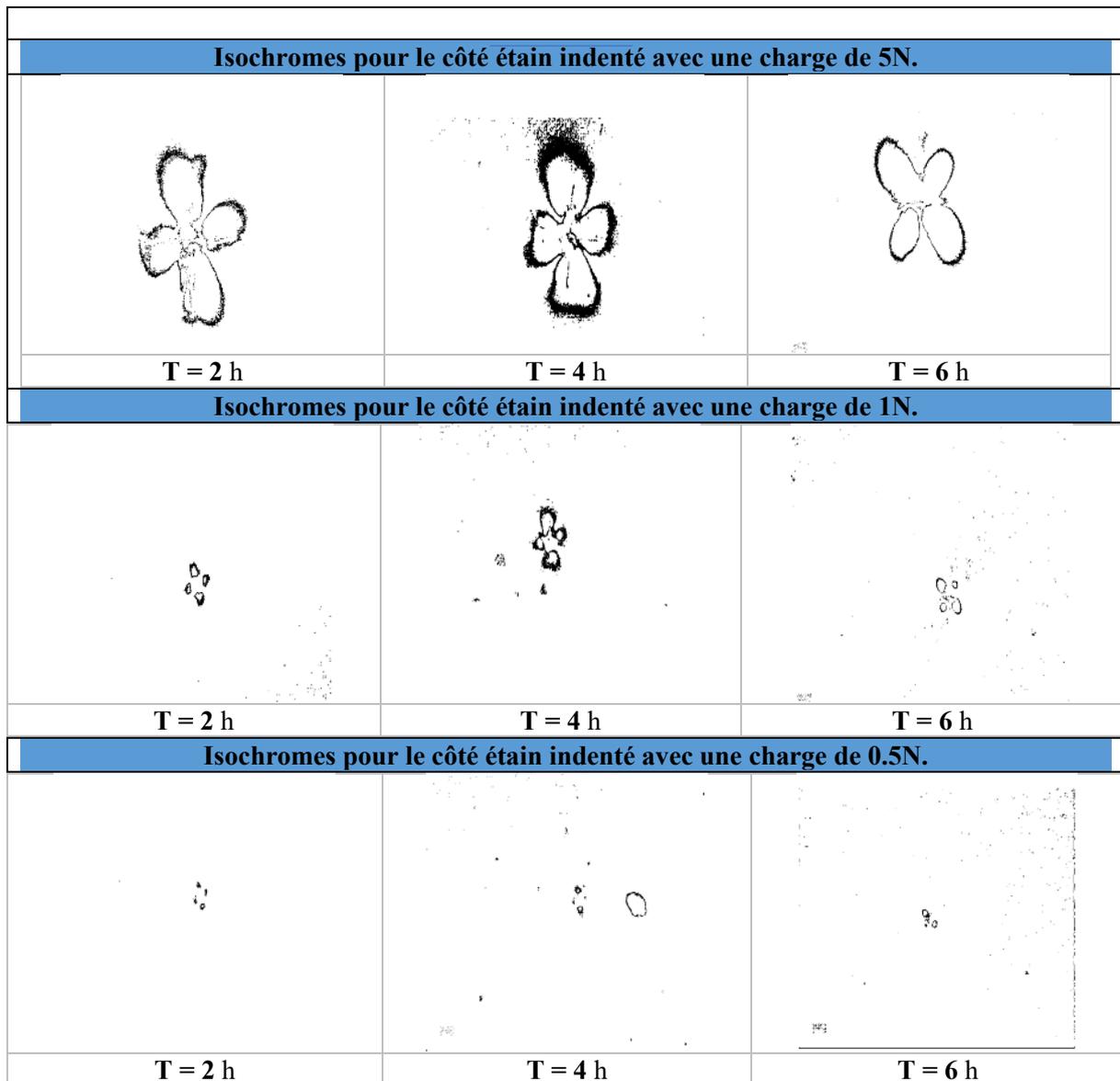
De plus, Peitl et al. (2010) ont mis en évidence un phénomène similaire dans leur étude sur les mesures de contraintes résiduelles dans un verre-céramique bioactif par indentation Vickers. Ils ont observé que le champ de contraintes du côté opposé au trempé chimique est plus faible que du côté gravé chimiquement.



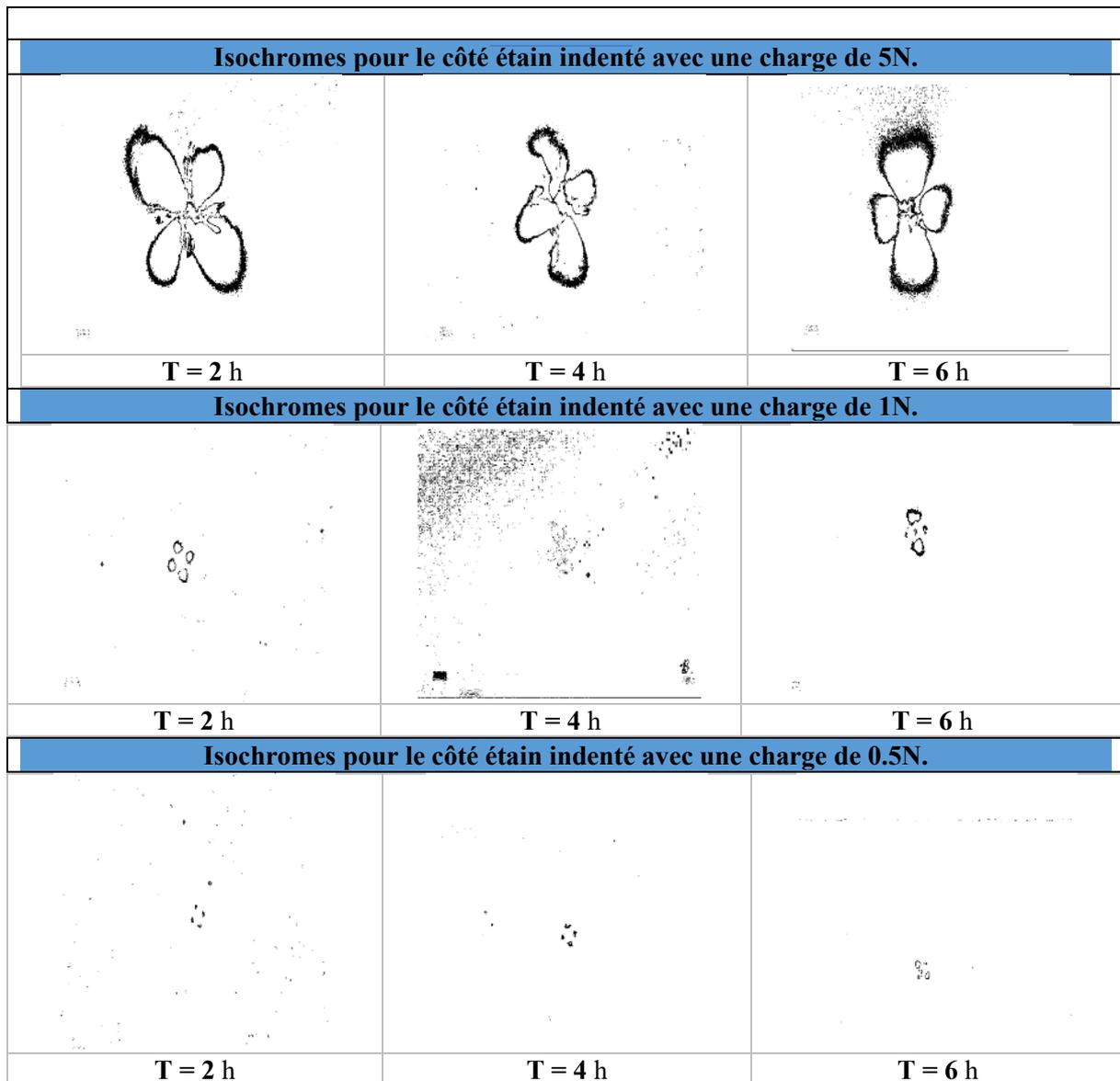
**Figure 4.5** : Micrographie de l'élasticimétrie par indentation sur la surface faisant face à l'étain avec  $P = 0,5, 1$  et  $5N$ , et différents temps de maintien de 2, 4 et 6 heures.



**Figure 4.6 :** Micrographie de l'élasticimétrie par indentation sur la surface air indentée avec  $P = 0,5, 1$  et  $5N$ , avec différents temps de maintien de 2, 4 et 6 heures.



**Figure 4.7:** Isochromes of the tin-facing surface indented with  $P = 0.5, 1,$  and  $5N$ , and different holding times of 2, 4, and 6 hours.



**Figure 4.8:** Isochrones of the indented air-facing surface with  $P = 0.5, 1,$  and  $5N$ , and different holding times of 2, 4, and 6 hours.

#### 4.5 Étude de l'effet de l'environnement et la vitesse de chargement sur les paramètres de weibull

Le verre flotté est un matériau omniprésent dans notre environnement bâti et industriel, jouant un rôle dans divers secteurs tels que l'architecture, l'automobile et l'électronique. La

compréhension approfondie de ses propriétés mécaniques est donc d'une importance capitale pour optimiser sa conception, sa fabrication et son utilisation dans ces applications variées. Cette étude se concentre sur l'analyse du comportement mécanique du verre flotté sous différentes conditions, en utilisant des essais de flexion biaxiale anneau sur anneau, une méthode largement reconnue pour sa précision dans l'évaluation des propriétés mécaniques des matériaux fragiles.

L'objectif de cette partie est d'examiner l'influence de plusieurs paramètres clés sur les propriétés mécaniques du verre flotté, notamment :

1. L'environnement : L'étude compare le comportement du verre dans deux environnements distincts - sec et humide (immersion dans l'eau). Cette comparaison est déterminante pour comprendre comment les conditions environnementales affectent la résistance et la durabilité du verre.

2. La vitesse de chargement : Deux vitesses de chargement sont étudiées - 0,165 mm/min et 0,3 mm/min. L'analyse de l'impact de la vitesse de chargement permet de mieux comprendre la réponse du verre à différentes conditions de sollicitation mécanique.

3. La face du verre : Le processus de fabrication du verre flotté crée deux faces distinctes - une face exposée à l'air et une face exposée à l'étain. L'étude examine les différences de comportement entre ces deux faces, offrant ainsi des insights sur l'influence du processus de fabrication sur les propriétés mécaniques.

4. Les paramètres de Weibull : L'analyse se concentre sur deux paramètres de Weibull essentiels

-  $\eta$  (eta) : Ce paramètre représente la contrainte caractéristique et est lié à la résistance moyenne du matériau.

-  $\beta$  (beta) : Ce paramètre de forme décrit la dispersion des données et est indicatif de la fiabilité du matériau.

Ces paramètres de Weibull sont particulièrement pertinents pour caractériser la distribution statistique de la résistance mécanique du verre, un matériau connu pour sa nature fragile et la variabilité de ses propriétés mécaniques.

L'utilisation de la méthode de flexion biaxiale anneau sur anneau permet une évaluation précise de ces paramètres en minimisant les effets de bord et en assurant une distribution uniforme des contraintes dans la zone d'intérêt.

Cette étude vise à apporter une contribution significative à la compréhension des mécanismes qui régissent le comportement mécanique du verre flotté sous diverses conditions. Les résultats de cette recherche ont des implications importantes pour l'amélioration des processus de fabrication, l'optimisation de la conception des produits en verre, et le développement de normes de sécurité plus précises dans les applications utilisant le verre flotté.

En explorant systématiquement l'interaction entre ces différents paramètres, cette étude cherche à fournir des insights précieux pour les ingénieurs, les concepteurs et les chercheurs travaillant avec le verre flotté, permettant ainsi d'améliorer la fiabilité et la performance de ce matériau dans une large gamme d'applications.

Les études sur les caractéristiques mécaniques du verre flotté mettent en évidence des disparités importantes entre les surfaces exposées à l'air et à l'étain. Dans des tests de flexion biaxiale, le côté exposé à l'air présente une résistance caractéristique supérieure (243 MPa) par rapport au côté exposé à l'étain (114 MPa) Krohn et al. (2002), Toutefois, il n'y a pas eu de variation statistique dans le comportement à la corrosion sous contrainte entre les deux parties Krohn et al. (2004), La résistance augmente avec la vitesse de chargement, comme le démontrent les tests de vitesse élevée en anneau sur anneau, avec une augmentation de 85 % pour les spécimens reçus et de 52 % pour les spécimens pré-endommagés Meyland, M. J., et al. 2018), Les résultats de la nanoindentation et de la microscopie acoustique montrent que la surface exposée à l'air présente un module de Young et un coefficient de Poisson légèrement supérieurs à la surface exposée à l'étain Selon Gorokhovskiy et al. (2000), l'analyse statistique des tests de résistance mécanique met en évidence différents niveaux de résistance. Les deux niveaux les plus bas sont dus aux actions abrasives, tandis que les trois niveaux les plus élevés sont dus aux couches d'inhomogénéité chimique. Ces résultats soulignent la complexité des caractéristiques mécaniques du verre flottant et leur dépendance aux conditions de surface et aux techniques de test.

L'eau a un impact significatif sur les propriétés mécaniques du verre, tant du côté de l'étain que de l'air. Les recherches montrent que l'hydratation affecte la dureté et le module de Young du verre aluminosilicaté échangé d'ions, la face étain présentant une plus grande résistance à l'hydratation. De plus, la présence d'eau dans le verre, influencée par l'atmosphère de

fabrication, affecte la pénétration de l'étain, une teneur en eau plus élevée entraînant une pénétration et une profondeur accrues de l'étain dans le verre Li, X., et al. (2016). De plus, l'eau adsorbée sur la surface du verre modifie diverses propriétés mécaniques telles que l'adhérence, la corrosion sous contrainte, l'indentation, les rayures et les comportements à l'usure, soulignant l'importance de comprendre l'impact de l'eau sur les propriétés mécaniques et mécano-chimiques du verre au silicate Jiang, H., et al. (2015). Ces résultats mettent en évidence le rôle essentiel de l'eau dans la formation des caractéristiques mécaniques du verre, à la fois du côté étain et du côté air.

Dans un environnement sec, à une vitesse de chargement de 0,3 mm/min, les résultats révèlent une contrainte moyenne d'environ 98 MPa pour les deux surfaces du verre (exposée à l'air et exposée à l'étain). Cependant, l'immersion dans l'eau induit une diminution significative de cette contrainte moyenne. Pour la surface exposée à l'air, la contrainte moyenne chute à environ 78 MPa, représentant une réduction de 20%. Plus remarquablement, la surface exposée à l'étain subit une réduction drastique de 54%, atteignant une contrainte moyenne d'environ 45 MPa.

Cette diminution substantielle des contraintes moyennes en milieu aqueux peut être attribuée à plusieurs phénomènes physico-chimiques. Premièrement, l'effet lubrifiant de l'eau réduit les forces de frottement à l'interface verre-environnement. Deuxièmement, les interactions moléculaires, notamment les liaisons hydrogène, entre les molécules d'eau et la surface du verre, modifient les propriétés de surface du matériau. Ces observations corroborent les travaux de Krohn et al. (2004) et Jiang et al. (2015), qui ont mis en évidence l'impact significatif de l'eau sur les propriétés mécaniques du verre, en particulier sur la pénétration de l'étain dans la structure vitreuse.

L'analyse de l'influence de la vitesse de chargement révèle des comportements distincts pour les deux faces du verre. Dans un environnement sec, une réduction de la vitesse de 0,3 à 0,165 mm/min entraîne une augmentation remarquable de la contrainte moyenne de 98 MPa à 151 MPa (soit une hausse de 54%) pour la surface exposée à l'air. En revanche, la même réduction de vitesse provoque une diminution de la contrainte moyenne de 98 MPa à 81 MPa (soit une baisse de 17%) pour la surface exposée à l'étain.

Cette disparité de comportement entre les deux faces du verre en condition d'air sec peut être attribuée à des différences fondamentales dans les processus de déformation et de relaxation des contraintes. Ces observations sont en accord avec les études de Goodman et Derby (2011), et He et al. (2021), qui ont souligné l'importance de la microstructure de surface dans la détermination des propriétés mécaniques du verre flotté.

En milieu aqueux, les mécanismes de déformation et de relaxation des contraintes semblent être moins influencés par la vitesse de chargement. L'eau, agissant comme un agent lubrifiant, facilite l'adaptation du matériau aux déformations, réduisant ainsi la sensibilité à la vitesse de chargement.

Les valeurs du paramètre  $\beta$  de Weibull fournissent des informations sur la distribution des défauts et le mode de défaillance du matériau. À une vitesse de 0,3 mm/min, les valeurs de  $\beta$  sont comparables pour les deux faces du verre dans un environnement donné (environ 3 dans l'eau, 3 dans l'air sec). Cependant, à une vitesse de 0,165 mm/min, des disparités significatives sont observées entre les deux faces, avec des valeurs atypiques de 1 pour l'exposition à l'air et de 2 pour l'exposition à l'étain dans un environnement sec.

Ces résultats suggèrent que la topographie de surface du verre a un impact limité sur le mode de défaillance à basse vitesse (0,3 mm/min), mais pourrait induire des mécanismes de rupture différents à haute vitesse (0,165 mm/min), particulièrement pour la face exposée à l'air. Ces observations sont en accord avec les travaux de Gorokhovskiy et al. (2000) et Pisano et Royer et al. (2015), qui ont démontré que la distribution statistique de la résistance mécanique du verre flotté est fortement dépendante des conditions de surface.

Le paramètre  $\eta$  de Weibull, indicateur des variations dans les distributions de contraintes, présente également des disparités significatives entre les deux faces du verre en fonction de l'environnement et de la vitesse de chargement.

À une vitesse de 0,3 mm/min dans l'eau, une différence notable de la contrainte  $\eta$  est observée entre la face exposée à l'air (86,6 MPa) et la face exposée à l'étain (51,4 MPa). Cette différence peut être attribuée à la variation de la composition chimique et de la microstructure entre les deux surfaces, comme l'ont souligné Krohn et al (2004). et Kolluru et al (2010).

À une vitesse de 0,165 mm/min dans l'eau, les valeurs de  $\eta$  sont comparables des deux côtés, se situant entre 69 et 73 MPa, et sont inférieures à celles observées à 0,3 mm/min. Cette réduction de la contrainte  $\eta$  à haute vitesse dans l'eau est cohérente avec la diminution de la résistance du matériau, comme l'ont démontré Meyland et al. (2018) Dans leurs travaux sur la résistance à la flexion du verre flotté à des vitesses de chargement élevées.

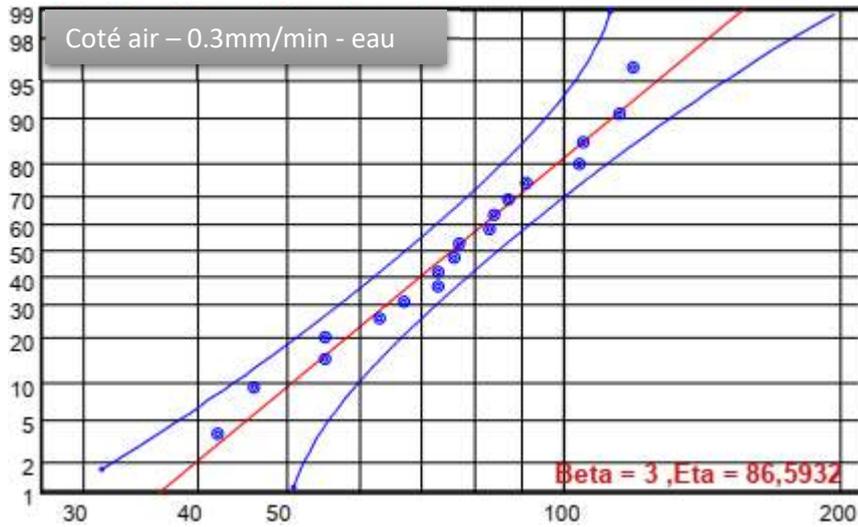


Figure 4.9 : Graphique de distribution log-normale (côté air, 0,3 mm/min, dans l'eau)

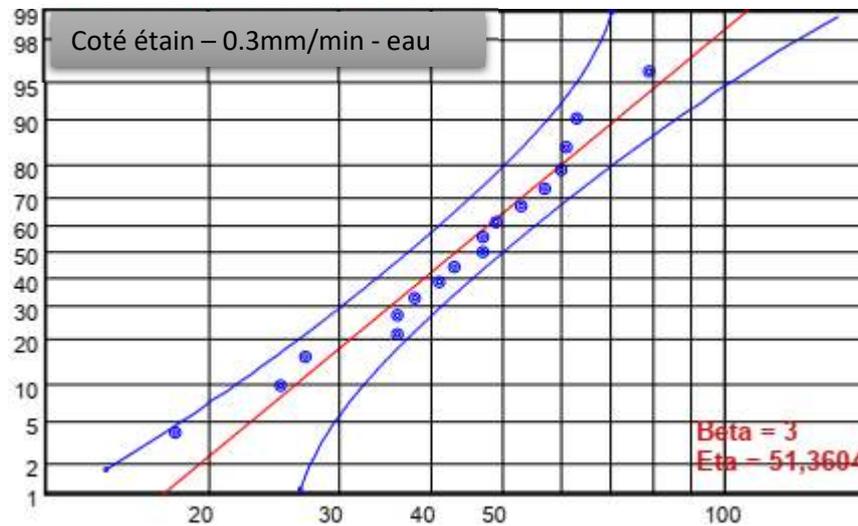


Figure 4.10 : Graphique de distribution log-normale (côté étain, 0,3 mm/min, dans l'eau)

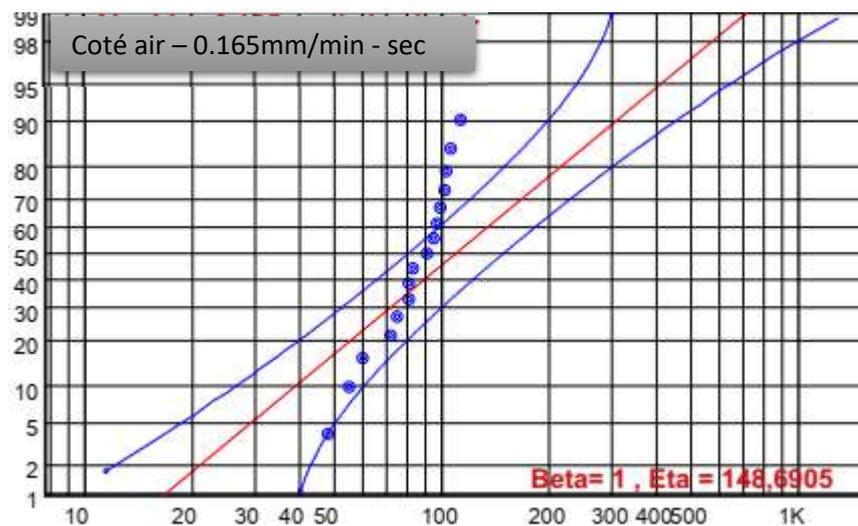


Figure 4.11 : Graphique de distribution log-normale (côté air, 0,165 mm/min, dans l'air)

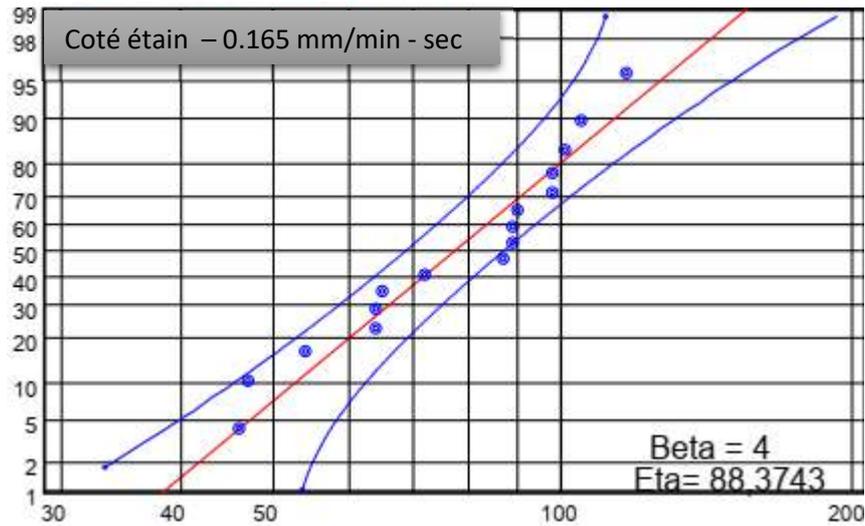


Figure 4.12 : Graphique de distribution log-normale (côté étain, 0,165 mm/min, dans l'air)

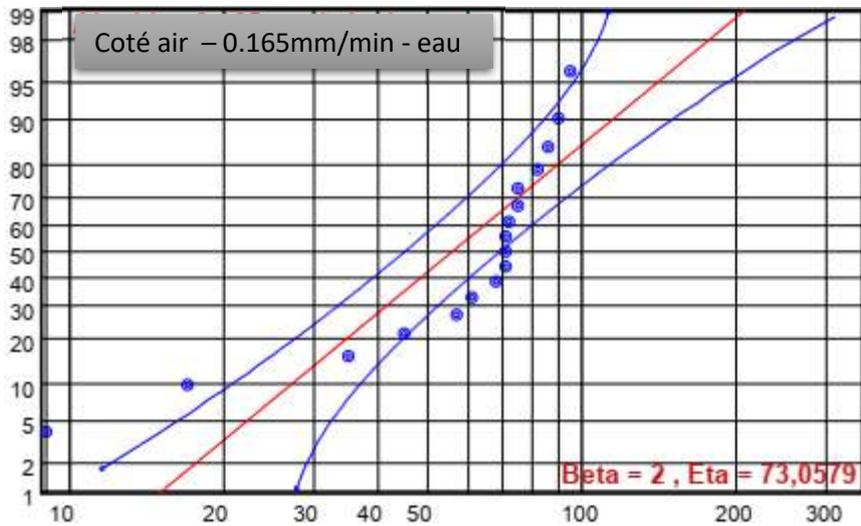


Figure 4.13 : Graphique de distribution log-normale (côté air, 0,165 mm/min, dans l'eau)

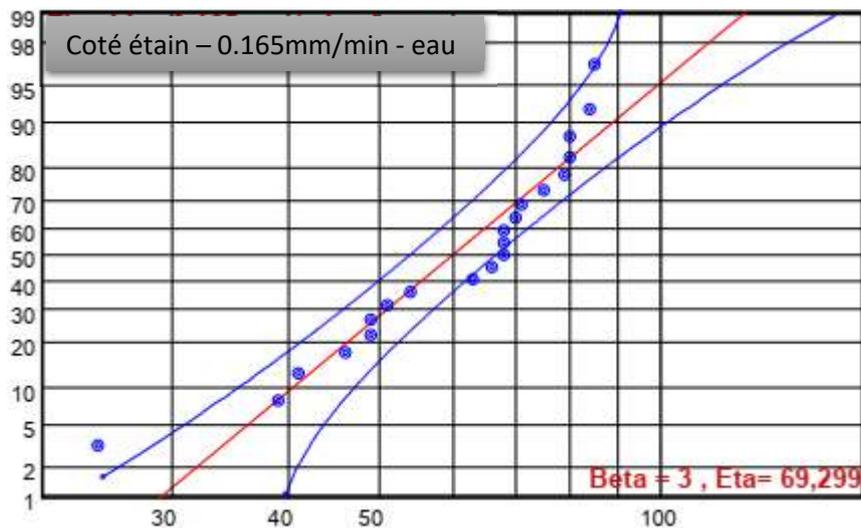
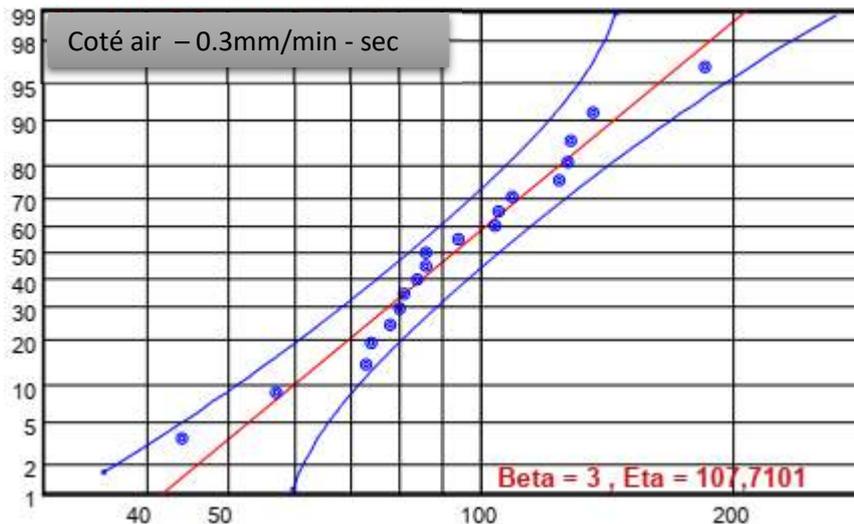
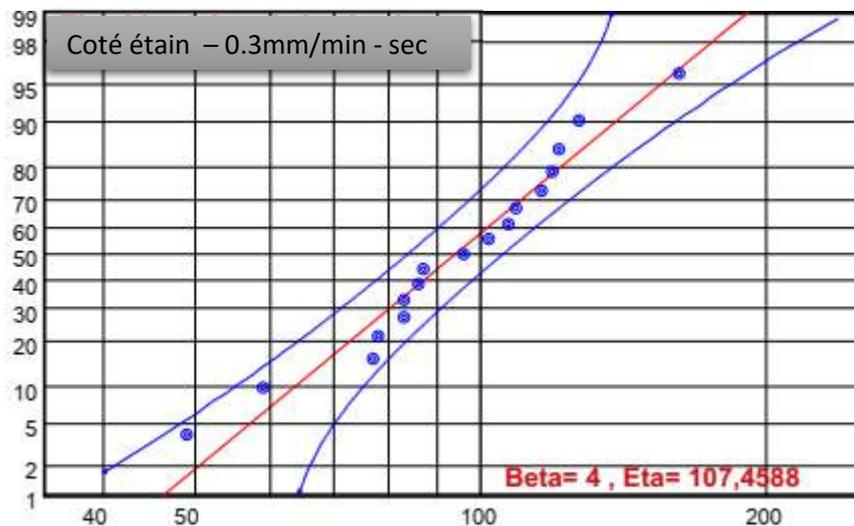


Figure 4.14 : Graphique de distribution log-normale (côté étain, 0,165 mm/min, dans l'eau)



**Figure 4.15** : Graphique de distribution log-normale (côté air, 0,3 mm/min, dans l'air)



**Figure 4.16** : Graphique de distribution log-normale (côté étain, 0,3 mm/min, dans l'air)

Les figures 4.9 à 4.16 présentent des distributions de probabilité de la résistance mécanique du verre flotté sous différentes conditions expérimentales. Une analyse attentive de ces courbes révèle des caractéristiques importantes quant à leur nature unimodale ou bimodale.

La majorité des courbes observées (figures 4.9, 4.10, 4.13, 4.14, 4.15, et 4.16) présentent une nature unimodale distincte. Ces distributions unimodales sont caractérisées par un seul pic prononcé, indiquant une population homogène de défauts ou un mécanisme de rupture dominant. La forme asymétrique de ces courbes, avec une queue plus longue vers les valeurs élevées de contrainte, est typique des distributions lognormales pour les matériaux fragiles.

Cependant, les figures 4.11 et 4.12, correspondant aux essais réalisés dans l'air sec à une vitesse de chargement de 0,165 mm/min, présentent des caractéristiques notablement différentes. Ces

courbes montrent des signes de bimodalité, avec deux pics distincts ou un épaulement significatif.

Les distributions unimodales observées dans la plupart des conditions expérimentales suggèrent un comportement mécanique relativement homogène du verre. Par exemple :

Dans l'eau (figures 4.9, 4.10, 4.13, 4.14) : Les courbes unimodales présentent des pics bien définis avec une dispersion relativement faible. Cela indique que l'eau pourrait avoir un effet homogénéisant sur la distribution des défauts critiques, possiblement en raison de la corrosion sous contrainte qui affecte uniformément la surface du verre.

Dans l'air à 0,3 mm/min (figures 4.15, 4.16) : Les distributions restent unimodales mais avec une dispersion légèrement plus importante que dans l'eau. Cela suggère que, même en environnement sec, à cette vitesse de chargement, un mécanisme de rupture dominant prévaut.

Les figures 4.11 et 4.12, correspondant aux essais dans l'air sec à 0,165 mm/min, présentent des signes de bimodalité. Cette caractéristique est particulièrement intéressante et mérite une attention spéciale :

La présence de deux pics ou d'un épaulement significatif suggère l'existence de deux populations distinctes de défauts ou de deux mécanismes de rupture concurrents.

Cette bimodalité pourrait être attribuée à la combinaison de défauts de surface préexistants et de défauts induits par le chargement lent, qui ont le temps de se développer à cette faible vitesse de sollicitation.

La différence entre les faces air (figure 4.11) et étain (figure 4.12) dans ces conditions suggère que la nature de la surface influence la manifestation de cette bimodalité.

**Unimodalité** : Indique un comportement mécanique plus prévisible et homogène, particulièrement important dans les applications nécessitant une fiabilité élevée.

**Bimodalité** : Révèle une complexité accrue du comportement mécanique, potentiellement liée à des interactions entre les conditions environnementales, la vitesse de chargement et la nature de la surface du verre.

L'utilisation de distributions lognormales pour caractériser la résistance du verre a été validée par de nombreuses études antérieures, notamment celle de Trustrum et Jayatilaka. (1979). L'article de Trustrum et Jayatilaka discute de l'application de l'analyse de Weibull pour les matériaux fragiles, en examinant comment cette méthode statistique peut être utilisée pour

modéliser la résistance et la fiabilité des matériaux qui se cassent de manière inattendue. Notre étude étend leur approche en examinant comment les paramètres de ces distributions varient en fonction des conditions expérimentales.

La bimodalité observée dans certaines conditions spécifiques de notre étude n'a pas été largement rapportée dans la littérature sur le verre. Cependant, des phénomènes similaires ont été observés dans d'autres matériaux fragiles. Par exemple, Danzer et al. (2007) ont discuté de la possibilité de distributions multimodales dans les céramiques, attribuées à différentes populations de défauts.

#### **4.6 Analyse des effets des défauts induits par l'indentation Vickers sur la résistance et la probabilité de défaillance du verre flotté lors des tests de flexion anneau sur anneau dans un milieu sec et humide**

Le verre flotté, matériau omniprésent dans les applications architecturales et industrielles contemporaines, présente des propriétés mécaniques complexes dont la compréhension approfondie demeure essentielle pour optimiser sa performance et sa durabilité. La nature fragile du verre le rend particulièrement sensible aux défauts superficiels et aux conditions environnementales, facteurs qui influencent significativement son comportement mécanique et sa résistance à la rupture.

La présente étude se propose d'examiner, par le biais d'une analyse statistique rigoureuse, la résistance mécanique du verre flotté soumis à des tests de flexion anneau sur anneau, en comparant systématiquement son comportement dans des environnements sec et humide. L'objectif principal de cette recherche est d'élucider les mécanismes par lesquels l'humidité, en synergie avec des défauts de surface contrôlés induits par indentation Vickers, modifie la résistance et la probabilité de rupture du verre.

La méthodologie expérimentale mise en œuvre repose sur l'introduction de défauts calibrés à la surface du verre par indentation Vickers, avec des charges appliquées de 1N et 10N, à des distances précisément définies de 2 mm, 10 mm et 18 mm du centre de l'échantillon. Cette approche permet d'évaluer non seulement l'influence de la magnitude des défauts, mais aussi leur localisation spatiale par rapport au point de sollicitation maximale lors des essais de flexion. Les échantillons ainsi préparés sont ensuite soumis à des tests dans des conditions environnementales contrôlées, sèches et humides, afin d'isoler et de quantifier l'impact de l'humidité sur les propriétés mécaniques du verre.

L'analyse statistique des résultats s'appuie sur le modèle de distribution de Weibull, outil statistique reconnu pour sa pertinence dans la caractérisation de la dispersion des résistances à

la rupture des matériaux fragiles. Cette approche permet non seulement de déterminer la résistance moyenne du verre dans diverses conditions, mais aussi d'évaluer sa fiabilité et de prédire sa probabilité de rupture sous différentes contraintes.

Cette étude vise à contribuer significativement à la compréhension du comportement mécanique du verre flotté dans des conditions représentatives de son utilisation réelle, où l'exposition à l'humidité et la présence de défauts de surface sont inévitables. Les résultats de cette recherche ont des implications importantes pour l'optimisation de la conception et l'amélioration de la durabilité des produits verriers dans un large éventail d'applications industrielles et architecturales.

En outre, cette investigation s'inscrit dans un contexte plus large de recherche sur les matériaux fragiles, contribuant à l'avancement des connaissances sur les interactions complexes entre les défauts de surface, les conditions environnementales et les propriétés mécaniques des matériaux céramiques. Les conclusions tirées de cette étude pourront ainsi servir de base à de futures recherches dans le domaine des sciences des matériaux et de l'ingénierie des surfaces.

Les valeurs de  $\eta$  et de  $\beta$  correspondant aux charges de 1 N et 10 N, dans le milieu sec ainsi qu'aux différentes distances (0 mm, 8 mm et 16 mm), sont répertoriées dans les tableaux 4.3 et 4.4, respectivement.

**Tableau 4.3** : Valeurs de  $\eta$  (eta) et  $\beta$  (beta) pour  $P = 1N$ .

	<b>18mm</b>	<b>10mm</b>	<b>2mm</b>
<b>eta" (<math>\eta</math>)</b>	<b>75,292</b>	<b>98,022</b>	<b>109,61</b>
<b>beta" (<math>\beta</math>)</b>	<b>6</b>	<b>3</b>	<b>2</b>

**Tableau 4.4** : Valeurs de  $\eta$  (eta) et  $\beta$  (beta) pour  $P = 10N$ .

	<b>18mm</b>	<b>10mm</b>	<b>2mm</b>
<b>eta" (<math>\eta</math>)</b>	<b>41,653</b>	<b>51,466</b>	<b>105,59</b>
<b>beta" (<math>\beta</math>)</b>	<b>14</b>	<b>5</b>	<b>6</b>

Pour une charge d'indentation de 1N en milieu sec, le paramètre  $\eta$  montre une décroissance avec l'augmentation de la distance du défaut. Les valeurs obtenues sont de 109,61 pour une distance de 2 mm, 98,022 pour une distance de 10 mm, et 75,292 pour une distance de 18 mm. Cette décroissance représente une réduction de 31,3% entre 2 mm et 18 mm. Le paramètre  $\beta$ , quant à lui, augmente avec la distance, passant de 2 à 2 mm, à 4 à 10 mm, et à 6 à 18 mm. Cette augmentation de  $\beta$  indique une distribution plus étroite des défauts critiques à des distances plus éloignées du point de contact.

Pour une charge de 10N en milieu sec,  $\eta$  diminue également avec la distance, avec des valeurs de 105,59 pour 2 mm, 63,583 pour 10 mm, et 41,653 pour 18 mm. Cette diminution représente une réduction de 60,6% entre 2 mm et 18 mm. Le paramètre  $\beta$  montre une augmentation significative, passant de 6 pour les distances de 2 mm et 10 mm à 14 pour la distance de 18 mm. Cette augmentation de  $\beta$  indique une distribution plus étroite des défauts critiques à des distances plus éloignées du point de contact.

Les valeurs de  $\eta$  et de  $\beta$  correspondant aux charges de 1 N et 10 N, dans le milieu sec ainsi qu'aux différentes distances (0 mm, 8 mm et 16 mm), sont répertoriées dans les tableaux 4.5 et 4.6, respectivement.

**Tableau 4.5 :** Valeurs de  $\eta$  (eta) et  $\beta$  (beta) pour P = 1N.

	18mm	10mm	2mm
eta" ( $\eta$ )	58,0292	63,583	74,483
beta" ( $\beta$ )	4	3	3

**Tableau 4.6:** Valeurs de  $\eta$  (eta) et  $\beta$  (beta) pour P = 10N. **Tableau 4.6:** Valeurs de  $\eta$  (eta) et  $\beta$  (beta) pour P = 10N.

	18mm	10mm	2mm
eta" ( $\eta$ )	31,2512	58,0292	88,144
beta" ( $\beta$ )	4	3	3

En présence d'humidité, pour une charge de 1N,  $\eta$  montre une tendance décroissante similaire à celle observée en milieu sec, mais avec des valeurs généralement inférieures. Les valeurs enregistrées sont de 74,483 pour une distance de 2 mm, 63,583 pour une distance de 10 mm, et 58,0292 pour une distance de 18 mm. Cette décroissance représente une réduction de 22,1% entre 2 mm et 18 mm. Le paramètre  $\beta$  s'est révélé plus uniforme, avec des valeurs de 3 pour 2 mm et 10 mm, et de 4 pour 18 mm. Cette uniformisation de  $\beta$  suggère une distribution plus homogène des défauts critiques en présence d'humidité.

Sous une charge de 10N en milieu humide,  $\eta$  présente une diminution plus prononcée avec la distance, avec des valeurs de 88,144 pour 2 mm, 58,0292 pour 10 mm, et 31,2512 pour 18 mm. Cette diminution représente une réduction de 64,5% entre 2 mm et 18 mm. Le paramètre  $\beta$  reste constant à 3 pour les distances de 2 mm et 10 mm, augmentant légèrement à 4 pour 18 mm. Cette stabilité de  $\beta$  indique une distribution relativement uniforme des défauts critiques en présence d'humidité.

Pour une charge de 1N en milieu sec la tendance indique une réduction de la résistance à la rupture de 31,3% entre 2mm et 18mm. La diminution de  $\eta$  avec la distance peut être attribuée à la décroissance des contraintes résiduelles d'indentation loin du point de contact. L'augmentation de  $\beta$  suggère une distribution plus étroite des défauts critiques à des distances plus éloignées.

Lawn et al. (1983) ont observé une diminution similaire de la résistance à la rupture avec l'augmentation de la distance dans les verres et les céramiques. Cependant, ils ont généralement constaté des diminutions de l'ordre de 50% sur des distances comparables, ce qui est plus important que notre réduction de 31,3%. Cette différence pourrait être due à la composition spécifique de notre verre ou aux conditions expérimentales précises.

Pour une charge de 10N en milieu sec :

La diminution de  $\eta$  est plus prononcée (60,6% entre 2mm et 18mm), indiquant un effet plus important de la charge sur la résistance à la rupture. L'augmentation significative de  $\beta$  à 18mm suggère une sélection plus stricte des défauts critiques à cette distance sous charge élevée.

Cook et Pharr. (1990) ont rapporté une augmentation de la dispersion des résultats de résistance pour les défauts proches du point de contact, ce qui est cohérent avec nos observations à 2mm. Cependant, notre augmentation significative de  $\beta$  à 18mm diffère de leurs observations et pourrait indiquer un mécanisme de sélection des défauts plus prononcé à cette distance dans notre étude.

L'augmentation de la charge de 1N à 10N entraîne :

- Une diminution générale des valeurs de  $\eta$ , particulièrement marquée à 10mm et 18mm
  - Une augmentation des valeurs de  $\beta$ , surtout notable à 18mm
- Ces observations indiquent que la charge plus élevée accentue l'effet de la distance sur la résistance à la rupture et modifie la distribution des défauts critiques, particulièrement loin du point de contact.

Durst et al. (2008) ont montré que l'augmentation de la charge conduit à des contraintes plus importantes et peut activer des défauts plus petits ou plus éloignés du point de contact. Cependant, l'ampleur de l'effet dans notre étude (60,6% de réduction de  $\eta$  entre 2mm et 18mm à 10N) est plus importante que celle rapportée par Durst et al., qui observaient généralement des réductions de l'ordre de 30-40% dans des conditions similaires. Cette différence pourrait s'expliquer par une sensibilité accrue de notre verre aux charges élevées.

Pour une charge de 1N en milieu humide :

$\eta$  est généralement plus faible : 74,483 (2mm), 63,583 (10mm), 58,0292 (18mm)

$\beta$  est plus uniforme : 3 (2mm et 10mm), 4 (18mm)

La diminution de  $\eta$  en milieu humide (22,1% entre 2mm et 18mm) est moins prononcée qu'en milieu sec (31,3%), suggérant que l'humidité atténue l'effet de la distance sur la résistance à la rupture.

Wiederhorn. (1967). a démontré que l'eau favorise la propagation des fissures par corrosion sous contrainte. Cependant, la réduction de  $\eta$  en milieu humide dans notre étude est moins prononcée que celle rapportée par Wiederhorn, qui observait souvent des réductions de résistance de l'ordre de 40-50% en présence d'humidité. Cette différence pourrait indiquer une meilleure résistance à l'humidité de notre verre.

Pour une charge de 10N en milieu humide :

$\eta$  montre une diminution plus marquée : 88,144 (2mm), 58,0292 (10mm), 31,2512 (18mm)

$\beta$  reste relativement constant : 3 (2mm et 10mm), 4 (18mm)

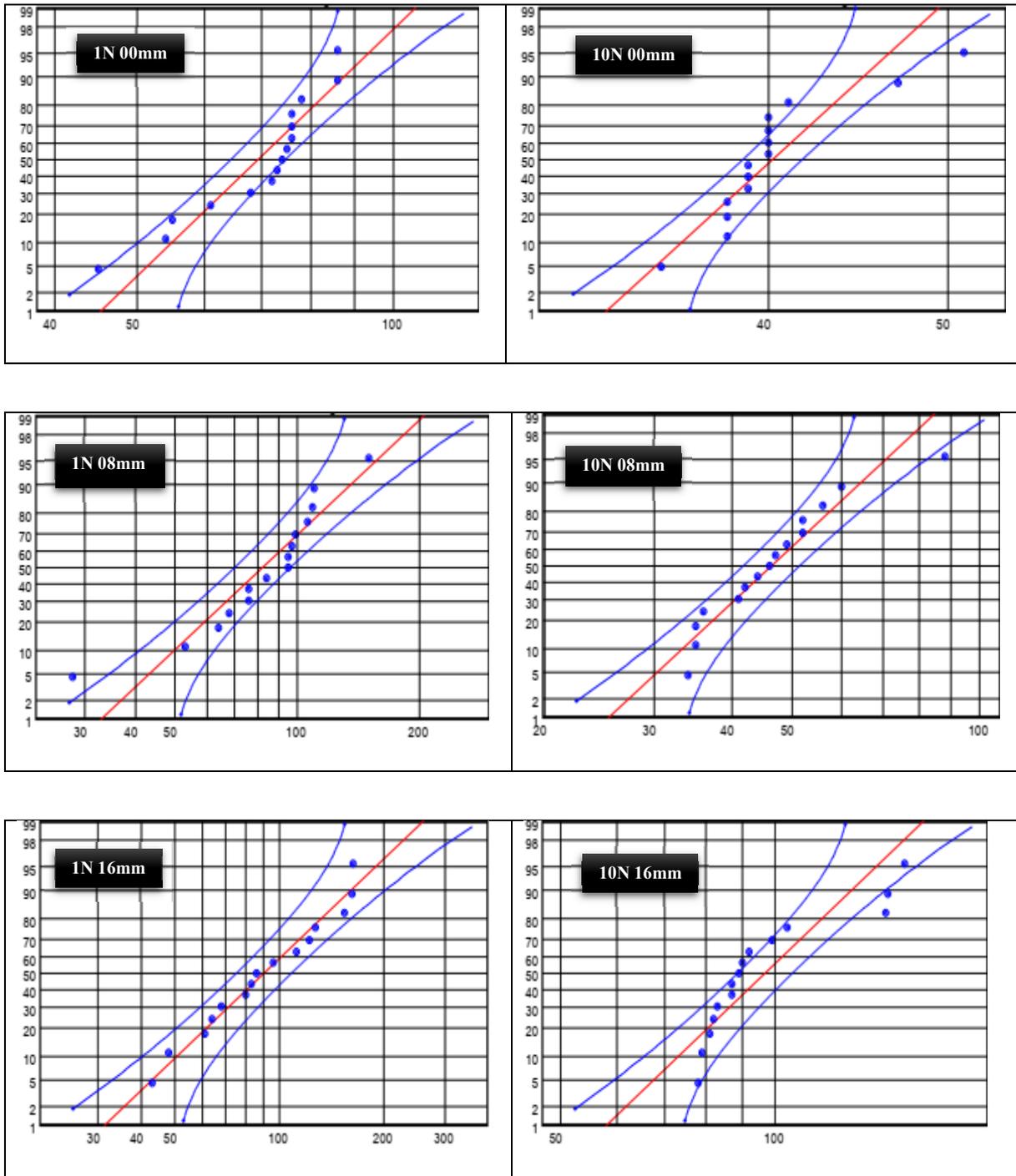
La réduction de  $\eta$  est plus importante (64,5% entre 2mm et 18mm) qu'en milieu sec à la même charge, indiquant une interaction complexe entre la charge élevée et l'humidité.

L'uniformité relative de  $\beta$  en milieu humide est cohérente avec les travaux de Tomozawa (1996). qui a expliqué ce phénomène par l'effet homogénéisant de l'eau sur la croissance des fissures. Cependant, nos résultats montrent une sensibilité à la charge plus importante en milieu humide que ce qui est généralement rapporté dans la littérature.

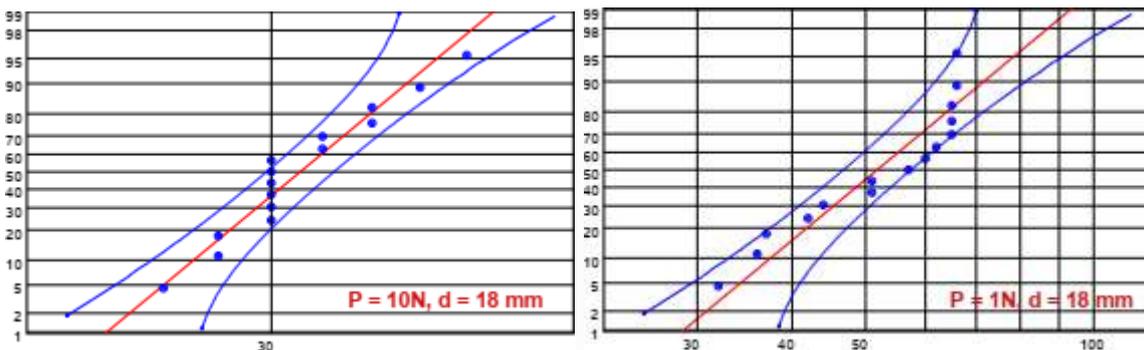
La diminution de  $\eta$  avec la distance peut être expliquée par le modèle de Yoffe. (1982) qui prédit une décroissance des contraintes de tension avec la distance. L'augmentation de  $\beta$  avec la distance, particulièrement en milieu sec, est cohérente avec le concept de "zone de processus" proposé par Swain et Hagan. (1976) où seuls les défauts les plus critiques contribuent à la rupture à des distances plus grandes.

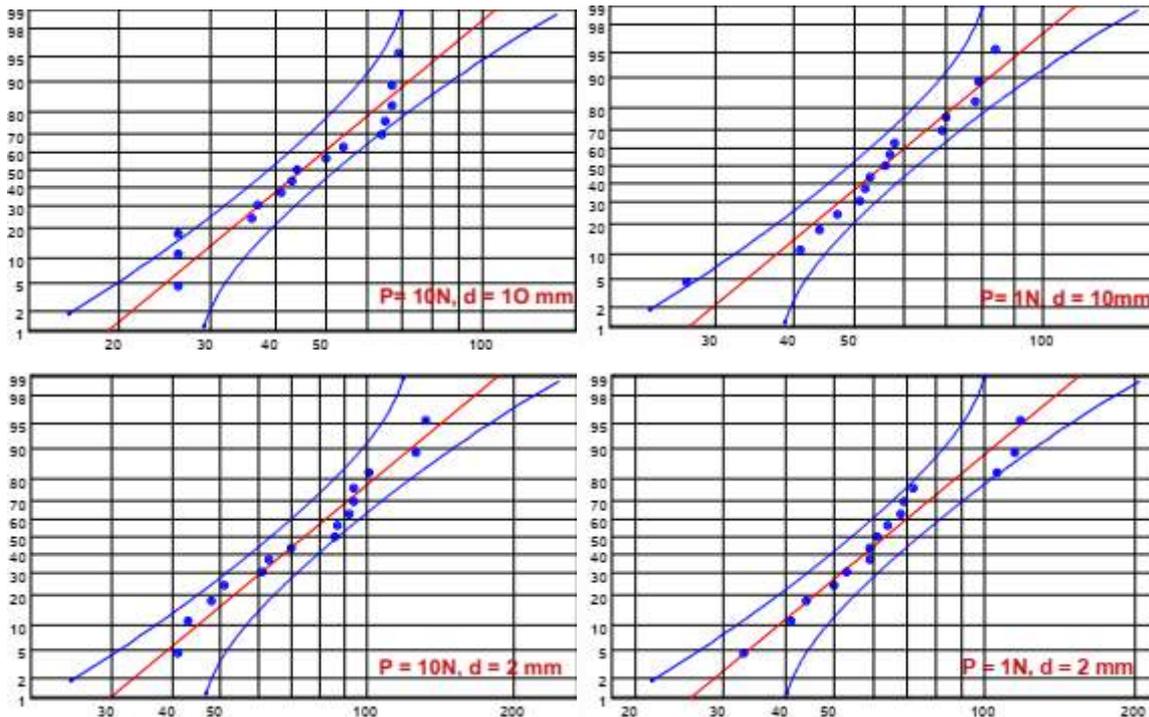
L'effet de l'humidité sur la réduction générale de  $\eta$  peut être attribué au mécanisme de corrosion sous contrainte proposé par Michalske et Freiman. (1983). Cependant, l'atténuation de l'effet de la distance en milieu humide observée dans notre étude n'a pas été spécifiquement rapportée dans la littérature et mérite une investigation plus approfondie.

Facteurs. Ces différences soulignent l'importance d'une caractérisation détaillée pour chaque type de verre et condition d'utilisation.



**Figure 4.17:** lognormal pour trois distances (0 mm, 8 mm, 16 mm) et deux charges (1 N et 10 N).dans un milieu sec





**Figure 4.18:** lognormal pour trois distances (0 mm, 8 mm, 16 mm) et deux charges (1 N et 10 N).dans un milieu humide

Les figures 4.17 et 4.18 présentent respectivement les distributions lognormales des tailles de défauts en milieux sec et humide. Ces distributions ont été analysées en termes de forme générale, position et hauteur des pics, largeur et étalement des courbes, évolution en fonction de la charge appliquée et de la distance du point de contact, avec une comparaison systématique entre les environnements sec et humide. L'analyse statistique a été complétée par une interprétation physique basée sur les théories de mécanique de contact et de propagation des fissures.

Les courbes observées suivent une distribution lognormale, caractérisée par une asymétrie positive, typique des phénomènes physiques ne pouvant prendre de valeurs négatives. L'unimodalité prédominante des courbes suggère un mécanisme principal de formation des défauts, probablement lié à la nucléation et à la propagation de microfissures sous l'effet des contraintes de contact, comme théorisé par Lawn. (1993) Ces observations sont cohérentes avec les travaux de Quinn et al. (2005). Sur la distribution des défauts dans les céramiques usinées.

Dans les deux environnements, une augmentation de la charge de 1N à 10N entraîne un déplacement des courbes vers la droite, indiquant une augmentation de la taille moyenne des défauts. Ce phénomène s'explique par la mécanique de contact hertzienne, où l'augmentation de la charge induit une zone de contact plus large et des contraintes plus élevées. L'effet de la charge est plus prononcé en milieu humide, suggérant une synergie entre la charge appliquée et

l'action de l'humidité. Les courbes à 10N sont généralement plus larges, indiquant une plus grande dispersion des tailles de défauts sous charge élevée.

À mesure que la distance du point de contact augmente, les courbes tendent à s'aplatir et à s'élargir, indiquant une plus grande variabilité dans la taille des défauts. Ce phénomène est plus marqué en milieu humide, où l'effet de la distance semble moins prévisible, particulièrement pour la charge de 10N. Ces observations peuvent s'expliquer par la dissipation des contraintes avec la distance et la complexité croissante du champ de contraintes loin du point de contact. Ces résultats corroborent les travaux de Padture et Lawn. (1995) sur la propagation des fissures sous charge répétée.

Les courbes en milieu humide sont systématiquement plus étalées, indiquant une plus grande dispersion des tailles de défauts. La différence entre les courbes à 1N et 10N est plus prononcée en milieu humide, surtout à des distances plus grandes du point de contact.

En milieu humide, on observe des queues de distribution plus longues, impliquant une probabilité accrue de défauts de très grande taille, particulièrement sous charge élevée.

Altération de l'effet de distance : L'influence de la distance sur la distribution des défauts semble moins systématique en milieu humide, avec un chevauchement plus important des courbes pour différentes distances.

Ces différences peuvent s'expliquer par plusieurs mécanismes :

a) Corrosion sous contrainte : L'humidité facilite probablement la propagation des fissures par interaction avec le matériau sous tension.

b) Plasticité induite par l'environnement : L'eau peut modifier localement les propriétés mécaniques de la surface, affectant la déformation plastique.

c) Effets capillaires : Des phénomènes capillaires dans les microfissures pourraient modifier la distribution des contraintes locales. d) Interaction charge-humidité : L'effet plus prononcé de la charge en milieu humide suggère une synergie entre la charge appliquée et l'action de l'humidité.

Ces observations sont en accord avec les travaux de Zhu et al. (2009) sur l'effet de l'humidité sur la propagation des fissures dans la silice et les observations de Hutchings. (2009) sur l'importance des conditions environnementales dans les processus d'indentation.

## 4.7 Conclusion

Ce chapitre a présenté une analyse détaillée et multifacette des propriétés mécaniques du verre flotté, apportant des insights significatifs sur son comportement sous diverses conditions de charge et d'environnement. Les principales conclusions sont les suivantes

Les études de profondeur d'indentation ont révélé une asymétrie notable entre les faces étain et air du verre, soulignant l'impact du processus de fabrication sur les propriétés mécaniques locales.

L'analyse des contraintes de compression générées par la trempe chimique a mis en évidence une évolution complexe en fonction du temps de traitement, avec des implications importantes pour l'optimisation des procédés de renforcement.

La photoélasticimétrie a fourni une visualisation directe de la distribution des contraintes résiduelles, révélant des motifs complexes qui varient selon la charge appliquée et le traitement de surface.

L'étude statistique basée sur le modèle de Weibull a démontré l'influence de l'environnement et de la vitesse de chargement sur la résistance et la fiabilité du verre, avec une sensibilité particulière aux conditions humides.

L'analyse des effets des défauts induits par indentation Vickers a révélé des mécanismes complexes de propagation des fissures, influencés par la position des défauts et les conditions environnementales.

Ces résultats soulignent la complexité du comportement mécanique du verre flotté et l'importance de considérer multiples facteurs dans sa caractérisation et son utilisation. Les observations faites ont des implications directes pour la prédiction de la durée de vie des produits en verre et la conception de structures verrières plus résistantes.

Cette étude ouvre la voie à de nouvelles perspectives de recherche, notamment dans le développement de modèles prédictifs plus précis et l'optimisation des procédés de renforcement du verre. Les connaissances acquises contribueront significativement à l'amélioration de la conception et de la durabilité des produits en verre dans diverses applications industrielles et architecturales.

## *Conclusion générale*

## Conclusion générale

Cette thèse approfondie a apporté de nouvelles perspectives sur les propriétés mécaniques complexes du verre flotté, un matériau omniprésent dans de nombreuses applications technologiques et architecturales. L'étude systématique des effets des traitements de surface, des conditions environnementales et des défauts induits a permis d'élucider les mécanismes clés régissant le comportement mécanique de ce matériau vitreux.

Les résultats obtenus ont tout d'abord révélé une asymétrie marquée entre les propriétés des deux faces du verre flotté, résultant du processus de fabrication par flottage. L'analyse des profondeurs d'indentation a mis en évidence différences substantielles de dureté et résistance à la déformation plastique entre les faces en contact avec l'étain et exposées à l'air. Ces observations soulignent l'importance de considérer l'hétérogénéité induite par le procédé de production lors de la caractérisation des propriétés mécaniques du verre.

L'évaluation des contraintes résiduelles générées par les traitements de trempe chimique a permis de corrélérer les modifications de la structure interne du verre avec l'évolution de ses propriétés mécaniques. La photoélasticimétrie a fourni une visualisation directe de la distribution des champs de contraintes, révélant des interactions complexes entre les contraintes d'indentation et les contraintes de compression induites par le renforcement chimique. Ces résultats soulignent l'importance de considérer l'influence des procédés de traitement sur la résistance mécanique du verre.

L'analyse statistique basée sur le modèle de Weibull a mis en lumière l'impact déterminant des conditions environnementales, et en particulier de l'humidité, sur la fiabilité et la résistance à la rupture du verre flotté. Les différences observées dans les paramètres de Weibull entre les milieux sec et humide, ainsi qu'entre les vitesses de chargement, ont permis d'identifier les interactions complexes entre les défauts de surface et les mécanismes de propagation des fissures.

Enfin, l'étude approfondie des effets défauts induits par indentation Vickers a révélé des comportements mécaniques subtils fortement dépendants de la localisation des défauts et des conditions d'essai. L'observation de distributions bimodales dans certaines conditions a mis en évidence la complexité des mécanismes de rupture du verre flotté, ouvrant de nouvelles perspectives pour la modélisation de son comportement mécanique.

Dans l'ensemble, cette thèse a apporté une contribution significative à la compréhension des propriétés mécaniques du verre flotté, soulignant l'importance de considérer à la fois les microstructuraux, les procédés de traitement et les conditions d'utilisation pour prédire de manière fiable la performance la durabilité de matériau. Les résultats obtenus revêtent des implications directes pour l'optimisation des processus de fabrication, le développement de nouveaux traitements de renforcement et l'amélioration de la conception des produits verriers. Cette recherche a également la voie à de futurs travaux visant à établir des modèles prédictifs plus sophistiqués, capables de capturer la complexité du comportement mécanique du verre dans des conditions réelles d'application

## *Références*

Abd Karim, M. M., Ariffin, A. K., & Holland, D. (2014). The Role of Tin in Glass System. *EDUCATUM - Journal of Science, Mathematics and Technology*, 1(1), 89-104.

Aben, H. (2005). Photoelastic tomography for residual stress measurement in glass. *Optical Engineering*, 44(9), 093601.

Aben, H., Anton, J., & Errapart, A. (2008). Modern Photoicity for Residual Stress Measurement in Glass. *Strain*, 44(1), 40–48.

Aerts, A., Janssens, K., & Vekemans, B. (2021). *Glass: Chemistry, History, and Conservation*. Royal Society of Chemistry.

Aggleton, B. J., Luther-Davies, B., & Richardson, K. (2011). Chalcogenide photonics. *Nature photonics*, 5(3), 141-148.

Alain Iost. (2013), Détermination de la ténacité de matériaux fragiles ou ductiles à partir de l'essai d'indentation. *Revue de Métallurgie*, 110 215-233.

Ali Cem YAĞAR Ceren İNCE Shahram DEROGAR(2022). FRP Strengthening of RC Structures: Sustainable, Environmental and Structural Evaluations. *Journal of Sustainable Construction Materials and Technologies*. 7 (4), 358 – 374.

Angell, C. A. (1995). Formation of Glasses from Liquids and Biopolymers. *Science*, 267(5206), 1924–1935.

Anunmana, C. et al. (2009). Residual stress in glass: Indentation crack and fractography approaches. *Dental Materials*, 25(11), 1453–1458.

Asai, K., Yoshida, S., Yamada, A., Matsuoka, J., Errapart, A., & Kurkjian, C. R. (2019). Micro-Photoelastic Evaluation of Indentation-Induced Stress in Glass. *Materials Transactions*, 60(8), 1423-1427.

Ashby, M. F., & Jones, D. R. H. (2019). *Engineering Materials 2: An Introduction to Microstructures and Processing* (5th ed.). Butterworth-Heinemann.

Assmann, A., Foerster, C. E., & Serbena, F. C. (2018). Indentation residual stresses in soda-lime and borosilicate glasses. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 500, 277-284. <https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2018.08.022>

ASTM (2014) Standard test methods for compressive strength and elastic moduli of intact rock core specimens under varying states of stress and temperatures. American Society for Testing and Materials Test Designated D7012–14.

Atoshi YOSHIDA (2020). Compositional variation of indentation-induced ded cracking in glass. *Journal of the Ceramic Society of Japan*, 128(7), 340-348.

B.R. Lawn, D.B. Marshall, R.C. Bradt, D.H. Hasselman, et F.F. Lange (1978), "Indentation fracture and strength degradation in ceramics," Plenum Press, New York, 3, 205-229.

Barbosa, J. F., Correia, J. A., Freire Júnior, R., Zhu, S.-P., & De Jesus, A. M. (2019). Probabilistic S-N fields based on statistical distributions applied to metallic and composite materials: State of the art. *Advances in Mechanical Engineering*, 11(8), 168781401987039.

Barlet, M., Kerrache, A., Delaye, J. M., & Rountree, C. L. (2013). SiO<sub>2</sub>–Na<sub>2</sub>O–B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> density: A comparison of experiments simulations, and theory. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 382, 32-44. <https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2013.09.022>

Berthier, L., & Biroli, G. (2011). Theoretical perspective on the glass transition and amorphous materials of *Modern Physics*, 587-645. DO.1103/RevModPhys.83.587

Beveridge, A. D. et Semen, C. (1979). "Glass density measurement using a calculating digital densitometer." *Journal de la Société Canadienne des Sciences Forensiques*, 12(3), 113-116.

Bourhis, E. (2014). *Glass: Mechanics and Technology*. John Wiley & Sons.

- Bousbaa, C., Madjoubi, A., Hamidouche, M., & Bouaouadja, N. (2003). Effect of annealing and chemical strengthening on soda lime glass erosion wear by sand blasting . *Journal of the European Ceramic Society* , 23 (2), 331–343.
- Brow, R. K., & Watkins, R. D. (1987). Nucleation and growth of a glass-ceramic by X-ray diffraction. *Journal of the American Ceramic Society*, 70(12), 891-896. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1987.tb05637.x
- Bunker, B. C. (1994). Molecular mechanisms for corrosion of silica and silicate glasses. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 179, 300-308.
- Capps, W. (1952). Viscosity of glass. *Journal of Colloid Science*, 7(3), 334–342.
- Célarié, F., Prades, S., Bonamy, D., Ferrero, L.,ouchaud, E., Guillot, C., & Marlière, C. (2003). Glass breaks like metal, but at the nanometer scale. *Physical Review Letters*, 90(7), 075504. DOI: 10.1103/PhysRevLett.90.075504
- Chemical Strengthening Data Sheet. (2019). Cat-i Glass.
- Cobb, C.R. & Kingery, W.D. (2019). The spherical glass model for atomic arrangements in glass. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 517, 14-17.
- Conradt, R. (2008). Chemical durability of oxide glasses in aqueous solutions: A review. *Journal of the American Ceramic Society*, 91(3), 728-735.
- Cook, R. F., & Pharr, G. M. (1990). Direct observation and analysis of indentation cracking in glasses and ceramics. *Journal of the American Ceramic Society*, 73(4), 787-817.
- Cormier, L. (2014). Nucleation in glasses–new experimental findings and recent theories. *Procedia Materials Science*, 7, 60-71. DOI: 10.1016/j.mspro.2014.10.009
- D.J. Oliver, J.E. Bradby, J.S. Williams, M.V. Swain, P. Munroe, (2007) *J. Appl. Phys.* 101 043524-043524-9

Danzer, R., Lube, T., Supancic, P., & Damani, R. (2007). Fracture of ceramics. *Advanced Engineering Materials*, 9(12), 1003-1018 .

Ding, L., Lu, R., Wang, L., Zheng, Q., Mauro, J. C., & Zhan, Z. (2024). Nanoindentation-induced evolution of atomic- properties in silicate glass: Insights from molecular dynamics simulations. *Journal of the American Ceramic Society*, 107(3), 1448-1458.

Dittmer, M., & Rüssel, C. (2012). Colorless and high strength MgO/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SiO<sub>2</sub> glass-ceramic dental materials using zirconia as nucleating agent. *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials*, 100(2), 463-470. DOI: 10.1002/jbm.b.31972

Durst, K., Göken, M., & Pharr, G. M. (2008). Indentation size effect in spherical and pyramidal indentations. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 41(7), 074005.

Dyre, J. C. (2006). Colloquium: The glass transition and elastic models of glass-forming liquids. *Reviews of Modern Physics*, 78(3), 953. DOI: 10.1103/RevModPhys.78.953

Edgar, A. (2019). Optical Properties of Glasses. *Optical Properties of Materials and Their Applications*, 83–128.

Edge, C.K., Flat Glass Manufacturing(Updated), in *The Hand book of Glass Manufacture II*, F.V. Tooley, Editor. 1984, Ashlee: New York. p. Sec II.,714-1-714-21.

Ekiz, E., & Javili, A. (2023). The Variational Explanation of Poisson's Ratio in Bond-Based Peridynamics and Extension to Nonlinear Poisson's Ratio. *Journal of Peridynamics and Nonlocal Modeling*, 5, 121–132. DOI: 10.1007/s42102-022-00089-8

Elliott, S.R. (1991). *Physics of Amorphous Materials*. Longman.

Eumelen, G.J.A.M., Suiker, A.S.J., Bosco, E., & Fleck, N.A. (2022). Analytical model for elasto-plastic indentation of a hemispherical surface inclusion. *International Journal of Mechanical Sciences*, Volume 224, 107267.

Evans, P., English, T., Hammond, D., Pemble, M., Sheel D. (2007) The role of SiO<sub>2</sub> barrier layers in determining the structure and photocatalytic activity of TiO<sub>2</sub> films deposited on stainless steel. *Applied Catalysis A: General*, 321(2):140-146.

Feldmann, M., Weißmann, R., (1997), *Journal of Non-Crystallite* 218, 205-209.

Franz, H. (1980) Ability and corrosion of silicate glass surfaces. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 42(1-3), 529–534.

Frischat, G. H. (2002). Tin ions in float glass cause anomalies. *Comptes Rendus Chimie*, 5(11), 759–763.

G.R. Antis, P. Chantikul, B.R. Lawn, D.B. Marshall, (1981). *J. Am. Ceram. Soc.* 64.- 538

G.R. Irwin, (1948) *Trans. ASME J. Appl. Mech.* 24 361-364

Ganesh, V. A., Raut, H. K., Nair, A. S., & Ramakrishna, S. (2011). A review on self-cleaning coatings. *Journal of Materials Chemistry*, 21(41), 16304-16322.

Girard, R., Faivre, A., & Despetis, F. (2014). Crack Healing by Thermal Treatment Glass: The Effect of Tin. *Journal of the American Ceramic Society*, 97(11), 3463–3468.

Goodman, O., & Derby, B. (2011). The mechanical properties of float glass surfaces measured by nanoindentation and acoustic microscopy. *Acta Materialia*, 59(4), 1790–1799.

Gorokhovskiy, A., & Escalante Garcia, J. I. (2000). Mechanical strength of float glass: test results analysis and the nature of differences. *Glastech. Ber. Glass Sci. Technol.*, 73(11).

Greer, A. L. (1995). Metallic Glasses. *Science*, 267(5206), 1947–1953.

Gridi, O. a. H., Zahra Malou and Kermel, Christine and Leriche, Anne (2022). "Mechanical and sandblasting erosion resistance characterization of chemical strengthened float glass." *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio* 61: 229-240.

Griffith, A. A. (1921). The Phenomena of Rupture and Flow in Solids., 221(), 163–198

Guin, J. P., & Wiederhorn, S. M. (2004). Fracture of silicate glasses: ductile or brittle?. *Physical review letters*, 92(21), 215502. DOI: 10.1103/PhysRevLett.92.215502

H. Chai, B.R. Lawn, (2007). *Acta Mater.* 55 2555-2561

Harano, T., Ishikawa, H., Shinkai, N., & Mizuhashi, M. (1982). Crack evolution in Vickers indentation for soda-lime-silica glass. *Journal of Materials Science*, 17\*, 1493-1500.

He, H. et al. (2021). Differences in indentation and wear behaviors between the two sides of thermally tempered soda lime silica glass. *Journal of the American Ceramic Society*, 104(9), 4718–4727.

He, H., Liu, H., Lin, Y., C., Yu, J., & Kim, S. H. (2021). Differences in indentation and wear behaviors between the two sides of thermally tempered soda lime silica glass. *Journal of the American Ceramic Society* 104(9), 4718–4727.

Hirata, A., Matsue, K., & Chen, M. (2016). *Metallic Glasses. Structural Analysis of Metallic Glasses with Computational Homology*

Höland, W., & Beall, G. H. (2012). *Glass-ceramic technology*. John Wiley & Sons. DOI: 10.1002/9781118265987

Howell, J. A., Hellmann, J. R., & Muhlstein, C. L. (2008). Nanomechanical properties of commercial float glass. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 354(17), 1891–1899. I.M. (2009). The contributions of David Tabor to the science of indentation hardness. *Journal of Materials Research*, 24(3), 581-589.

J Neugebauer, I. K., I Blazevic - Świat Szkła (2017). Influence of Distribution of Residual Stress on Strength Tests. glass performance day, Finland.

J. Lucas. Les nouveaux verres. *Revue de Physique Appliquée*, 1986, 21 (11), pp.683-687.

J. Zarzycki, *Les verres et l'état vitreux*, Masson, 1982.

Jain, A., & Velpula, N. (2022). *Smart Glass Market - Global Opportunity Analysis and Industry Forecast, 2021-2030*. Allied Market Research.

Jebahi, M. et al. (2013). Simulation of Vickers indentation of silica glass. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 378.

Jebahi, Mohamed ; André, Damien ; Dau, Frédéric ; Charles, Jean-luc; Ior (2013). Simulation of Vickers indentation of silica glass. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 378(), 15–

Jiang, H., Dai, Z. X., Zhao, H. F., Huang, H. Q., & Zhu, L. F. (2015). Effect of water on tin penetration in subsurface layer of glass. *Materials Research Innovations*, 19(sup10), S10–244–S10–248.

Karpukhina, N., Hill, R. G., & Law, R. V. (2014). Crystallisation in oxide glasses– tutorial review. *Chemical Society Reviews*, 43(7-2186). DOI: 10.1039/C3CS60305A

Koike, A., & Tomozawa, M. (2007). IR investigation of density changes of silica glass and soda-lime silicate glass caused by microhardness indentation. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 353(24-25), 2318-2327. <https://doi.org/10>

Kolluru, P. V., Green, D. J., Pantano, C. G., & Muhlstein, C. L. (). Effects of Surface Chemistry on the Nanomechanical Properties of Commercial Float Glass. *Journal Ceramic Society*, 93(3), 838–847.

Kozhukharov, S., & Tchaoushev, S. (2018). *Synthesis and Properties of Composite and Nanocomposite Materials Based on Glass Fibers*. Materials Research Forum LLC.

Krohn, M. H., Hellmann, J. R., Mahieu, B., & Pantano, C. G. (2005). Effect of tin-oxide on the physical properties of soda-lime–silica glass. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 351(6-7), 455–465.

- Krohn, M. H., Hellmann, J. R., Pantano, C. G., Lower, N., & Brow, R. K. (2004). Effects of Tin on the Physical Properties and Crack Growth in Soda-Lime-Silica Float Glass . *Key Engineering Materials*, 264-268, 859–1862.
- Swain, M. V., & Hagan, J. T. (1976). Indentation plasticity and the ensuing fracture of glass. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 9(15), 2201.
- T. Zhang, Y. Feng, R. Yang, P. Jiang, (2010). *Scripta Mater.* 62 199-201
- To, Q. D., He, Q.-C., Cossavella, M., Morcant, K., Panait, A., & Yvonnet, J. (2008). The tempering of glass and the failure of tempered glass plates with pin-loaded joints: Modelling and simulation. *Materials & Design*, 29(5), 943–951.
- Tomozawa, M. (1996). Fracture of glasses. *Annual Review of Materials Science*, 26(1), 43-74.
- Trustrum, K., & Jayatilaka, A. D. S. (1979). Onating the Weibull modulus for a brittle material. *Journal of Materials Science*, 14(5), 1080–1084.
- Trustrum, K., & Jayatilaka, A. D. S. (1983). Applicability of Weibull analysis for brittle materials. *Journal of Materials Science*, 18(9), 2765-2770.
- VEER, F. A., LOUTER, P. C., & BOS, F. P. (2009). The strength of annealed, heat-strengthened and fully tempered float glass. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 32(1), 18–25.
- Varshneya, A. (1994). *Fundamentals of Inorganic Glasses*. Academic Press.
- Varshneya, A.K. (2013). *Fundamentals of Inorganic Glasses*. Academic Press.
- Wang, Z. a. S., Tao and Manes, Andrea (2021) of chemical strengthening residual stress on the flexural performance and fracture behavior of aluminosilicate glass." *Engineering Fracture Mechanics* 258: 104-108.

Wilfried Kurz, Jean-Pierre Mercier, Gérald Zambelli (1999). *Traité des matériaux - Volume 1 - Introduction à la science des matériaux*. (3eme Edition). Presses polytechniques et universitaires romande.

Wiederhorn, S. M. (1967). Influence of water vapor on crack propagation in soda-lime glass. *Journal of the American Ceramic Society*, 50(8), 407-414. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1967.tb15145.x

Williams, K.F.E., et al., (1997). Tin Oxidation state, depth profiles of Sn<sup>2+</sup> and Sn<sup>4+</sup> and oxygen diffusivity on float glass by Mössbauer Spectroscopy. *Journal of NonCrystalline Solids*, 211: p. 164-172.

Wondraczek, L., Mauro, J. C., Eckert, J., Kühn, U., Horbach, J., Deubener, J., & Rouxel, T. (2011). Towards ultrastrong glasses. *Advanced Materials*, 23(39), 4578-4586. DOI: 10.1002/adma.201102795.

Wu, Shih-Jeh; Chinei-Chieh; Liu, Hawking (2019). Measurement of Elastic Properties of Brittle Materials by Ultrasonic and Indentation Methods. *Applied Sciences*, 9(10), 2067.

X. Li, D. Diao, B. Bhushan, (1997). *Acta Mater.* 45 4453-4461

Younes, L., Hamidouche, M., & Ayadi, K. (2019). Optical and mechanical behavior of glass treated by ion exchange. *Journal of the Australian Ceramic Society*.

Yoffe, E. H. (1982). Elastic stress fields caused by indenting brittle materials. *Philosophical Magazine A*, 46(4), 617-628.

Ying Shi, Binghui Deng, Jörg Neuefeind, Qi Zhou, Morten M. Smedskjaer, Stephen R. Elliott, and Mathieu Bauchy. (2023). "Influence of atomic structure on glass hardness." *Phys. Rev. Materials*, 7, 013602.

Zanotto, E. D. (2010). A bright future for glass-ceramics. *American Ceramic Society Bulletin*, 89(8), 19-27. (Pas de DOI disponible pour cet article de bulletin)

- Zanotto, E. D., & Mauro, J. C. (2017). The glassy state of matter: Its definition and ultimate fate. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 471, 490-495. DOI: 10.1016/j.jnoncrysol.2017.05.019
- Zanotto, E.D. & Mauro, J.C. (2017). The glassy state of matter: Its definition and ultimate fate. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 471, 490-495.
- Zeng, K. & Rowcliffe, D. (1994). Experimental Measurement of Residual Stress Field Around Sharp Indentation in Glass. *Journal of the American Ceramic Society*, 77(2), 524–530.
- Zheng, Q., Ma, X., Ma, Y., Yu, J., & Yue, Y. (2024). Impact of aqueous corrosion-induced altered layer on mechanical properties of pharmaceutical glasses. *NPJ Materials Degradation*, 8(17). <https://doi.org/10.1038/s41529-024-00123-2>
- Zhu, T., Li, J., Lin, X., Yip, S. (2009). Stress-dependent molecular pathways of silica–water reaction. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 57(2), 319-347.
- Ziemath, E. C., Saggiaro, B. Z., & Fossa, J. S. (2005). Physical properties of silicate glasses doped with SnO<sub>2</sub>. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 351(52-54), 3870–3878.
- Zhang, Q., Chen, Z., & Li, Z. (2011). Simulation of tin penetration process in the surface layer of soda-lime-silica float glass. *Science China Technological Sciences*, 54(3), 691–697.
- Krohn, M. H., Hellmann, J. R., Shelleman, D. L., Pantano, C. G., & Sakoske, G. E. (2004). Biaxial Flexure Strength and Dynamic Fatigue of Soda-Lime-Silica Float Glass. *Journal of the American Ceramic Society*, 85(7), 1777–1782.
- Kumar, Avnish , Moshe, Michael , Procaccia, Itmar , Singh, Murari (). Anomalous elasticity in classical glass formers. *Physical Review*
- Kurkjian, C. R., Gupta, P. K., Brow, R. K., & Lower, N. (2003). The intrinsic strength and fatigue of oxide glasses. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 316(1), 114-124. DOI: 10.1016/S0022-3093(02)01943-9

Kwadwo O. Kese, (2004)"Relaxation and Nanomechanical Studies of the Vickers Residual Stress Field in Glass," Doctoral Thesis, Department of Materials Science and Engineering, Royal Institute of Technology, SE-100 44 Stockholm, Sweden, , pp. 17.

L. Pauling, *The Bond*, Cornell University Press, 1960.

Lawn, B. R., & Marshall, D. B. (1979). Hardness, toughness, and brittleness: an indentation analysis. *Journal of the American Ceramic Society*, 62(7-8), 347-350. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1979.tb19075.x

Lawn, B. R., Marshall, D. B., & Chantikul, P. (1983). Mechanics of strength-degrading contact flaws in silicon. *Journal of Materials Science*, 18(9), 2785-2797.

Lawn, B.R. (1993). *Fracture of Brittle Solids*. Cambridge University Press, 2nd edition.

Li, T., Griffiths, W. D., & Chen, J. (2017). Weibull Modulus Estimated by the Non-linear Least Squares Method: A Solution to Deviation Occurring in Traditional Weibull Estimation. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 48(11), 5516–5528.

Li, X., Jiang, L., Li, L., & Yan, Y. (2016). Effects of HF etching on nanoindentation response of ion-exchanged aluminosilicate float glass on air and tin sides. *Journal of Materials Science*, 52(8), 4367–4377. <https://doi.org/10.1007/s10853-016-0680-3>

Lombardo, T., Gentaz, L., Verney-Carron, A., Chabas, A., Loisel, C., Neff, D., & Leroy, E. (2013). Characterisation of complex alteration layers in medieval glasses. *Corrosion Science*, 72, 10-19. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2013.02.004>

Luo, J., Lezzi, P. J., Vargheese, K. D., Tandia, A., Harris, J. T., Gross, T. M., & Mauro, J. C. (2016). Competing Indentation Deformation Mechanisms in Glass Different Strengthening Methods. *Frontiers in Materials*, 3. <https://doi.org/10.3389/fmats.2016.00052>

M. Feldmann, R. Weißmann, (1997), *Journal of Non-Crystallite Solids*, , 218, 205-209.

M. Tiryakioğlu: *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 46A, pp. 270-280, 2015

M., Sorgho, B., Lecomte-Nana, G., Gomina, M., & Blanchart, P. (2019). Microstructure and Weibull distribution of rupture strength of clay-talc ceramics. *Cerâmica*, 65(374), 240–245.

M.Hna, J.R. Hellmanna, B. Mahieub, C.G. Pantano, (2005) Effect of tin-oxide on the physical properties of soda-lime-silica glass, *Journal of Non-Crystalline Solids* 351 455-

M.T. Laugier, (1987). *J. Mater. Sci. Lett.* 355-356

Macfarlane, A., & Martin, G. (2002). *Glass: A World History*. University of Chicago Press.

Makhloufi, R. (2017). *Synthèse et caractérisation de nouveaux verres à base d'oxysulfure d'antimoine* (these doctorat, Université Mohamed Khider Biskra).

Mannan, S., Zaki, M., Bishnoi, S., Cassar, D. R., Jiusti, J., Faria, J. C. F., ... Krishnan, N. M. A. (2023). Glass hardness: Predicting composition and load effects via symbolic

MARSHALL, D. B., & LAWN, B. R. (1977). An Technique for Measuring Stresses in Tempered Glass Surfaces. *Journal of the American Ceramic Society*, 60(1-2), 86–87.

Mauro, J. C., & Zanotto, E. (2014). Two of Glass Research: Historical Trends, Current Status, and Grand Challenges for the Future. *International Journal of Applied Glass Science*, 5(3), 313-327. DOI: 10.1111/ijag.12087

Mauro, J. C., & Zanotto, E. D. (2022). *Frontiers in Glass Science*. *Journal of Non-Crystalline Solids*: X, 13, 100070.

Melcher, M., & Schreiner, M. (2005). Evaluation procedure for leaching studies on naturally weathered potash-lime-silica glasses with medieval composition by scanning electron microscopy. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 351(1-5), 1210-1225. <https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2005.02.020>

Meyland, M. J., Bøn, C. K. T., Eriksen, R. N. W., & Nielsen, J. H). An experimental investigation of the flexural strength of soda–lime–silica glass at high loading rates. *Glass Structures & Engineering*.

Michalske, T. A., & Freiman, S. W. (1983). A molecular mechanism for stress corrosion in vitreous silica. *Journal of the American Ceramic Society*, 66(4), 284-288.

Michel Dupeux. (2004). *Aide-mémoire science des matériaux*. Edition Dunod.

Mishra, V., Gedeon, O., & Gavenda, T. (2023). Surface and subsurface alterations in freshly fractured and corroded soda-lime float glass". *Journal of the American Ceramic Society*, pp. 3426-3437.

Modi, M. H., Lodha, G. S., Tiwari, M. K., Rai, S. K., Mukharjee, C., Magudapathy, P., ... Nandedkar, R. V. (2005). Ion irradiation damage on tin side surface of float glass. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 239(4), 383–390.

Montazerian, M., & Zanotto, E. D. (2016) and trends of bioactive glass-ceramics. *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, 104(5), 1231-1249. DOI: 10.1002/jbm.a.35639

Moore, E.A. & Smart, L.E. (2001). *Solid State Chemistry: An Introduction*. CRC Press.

Musgraves, J. D., Hu, J., & Calvez, L. (Eds.). (2019). *Springer Handbook of Glass*. Springer Handbooks.

Olivier, M. (2012). *Guides d'ondes ZBLA dopés Praséodyme réalisés par échange ionique pour émission dans le visible [Thèse de doctorat, Université Rennes 1]*. *Glass | (2014) | Hartmann | Publications - SPIE.*" SPIE, 11 Aug. 2014

Østergaard, M. B., Bødker, M. S., & Smedskjaer, M. M. (2020). Structure Dependence of Poisson's Ratio in Cesium Silicate and Borate Glasses. *Materials*, 13(12), 2837. DOI: 10.3390/ma13122837

- P. Evans, T. English, D. Hammond, M. Pemble, D. Sheel (2007) The role of SiO<sub>2</sub> barrier layers in determining the structure and photocatalytic activity of TiO<sub>2</sub> films deposited on stainless steel. *Applied Catalysis A: General*, 321(2):140-146.
- Padture, N.P., Lawn, B.R. (1995). Fatigue in ceramics with interconnecting weak: a study using cyclic hertzian contacts. *Acta Metallurgica et Materialia*, 43(4), 1609-1617.
- Pagliaro, M., Ciriminna, R., & Palmisano, G. (2009). Flexible solar cells. *ChemSusChem: Chemistry & Sustainability Energy & Materials*, 2(7), 638-643.
- Panadda, R., Ratchapak, C., & Nathinee, P. (2018). Density determination of irregular shaped and small glass fragments by Stoke's law: An alternative technique the forensic analysis of glass. *Journal of Physics: Conference Series*, 1144, 012033.
- Pardini, L. C., & Manhani, L. G. B. (2002). Influence of the Testing Gage Length on the Strength, Young's Modulus and Weibull Modulus of Carbon Fibres and Glass Fibres. *Materials Research*, 5(4), 411–420
- Peitl, O. et al. (2010). Internal Residual Stress Measurements in a Bioactive Glass-Ceramic Using Vickers Indentation. *Journal of the American Ceramic Society*, 93(8), 2359–2368.
- Peitl, O., Serbena, F. C., Mastelaro, V. R., & Zanotto, E. D. (2010). Internal Residual Stress Measurements in a Bioactive Glass-Ceramic Using Vickers Indentation. *Journal of the American Ceramic Society*, 93(8), 2359–2368.
- ippou, J. (2001). Verres - Aspects théoriques. *Techniques de l'Ingénieur*, af3600.
- Quinn, G.D., Ives, L.K., Jahanmir, S. (2). On the nature of machining cracks in ground ceramics: Part I: strengths and fractographic analysis. *Machining Science and Technology*, 9(2), 169-210.
- Ramesh, K., & Ramakrishnan, V. (2016). Digital photoelasticity of glass: A comprehensive review. *Optics and Lasers in Engineering*, 87, 59–74.
- Richet, P. (2021). *L'âge du verre*. Odile Jacob.

Rodrigues, A.C. et al. (2003). Mechanical characterization of glasses: a historical of Non-Crystalline Solids, 321(1-2-15).

Rouxel, T. (2007). Elastic properties and short-to medium-range order in glasses. *Journal of the American Ceramic Society*, 90(10), 3019-3039. DOI: 10.1111/j.1551-2916.2007.01945.x

Rouxel, T. (2015). Driving force for indentation cracking in glass: composition, pressure and temperature dependence. *Philosophical Transactions of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 373(2038), 20140140. DOI: 10.1098/rsta.2014.0140

Rouxel, T. (2017). Fracture surface energy and toughness of inorganic glasses. *Scripta Materialia*, 137, 109-113. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2017.05.005

Royall, C. P., Turci, F., Tatsumi, S., Russo, J., & Robinson, J. (2018). The race to the bottom: approaching the ideal glass? *Journal of Physics: Condensed Matter*, 30(36), 363001. DOI: 10.1088/1361-648X/aad10a

Ruta, B., Baldi, G., Chushkin, Y., Rufflé, B., Cristofolini, L., Fontana, A., Zanatta, M., & Nazzani, F. (2014). Revealing the fast atomic motion of network glasses. *Nature Communications*, 5, 3939. DOI: 10.1038/ncomms4939

Satoshi SHIMIZU (2021). The Basics of Nanoindentation Method. *Journal of the Japan Society for Precision Engineering*, Vol.87, No.4. 358-362.

Seddon, A. B. (1995). Chalcogenide glasses: a review of their preparation, properties and applications. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 184, 44–50.

Serbena, F. C., & Zanotto, E. D. (2012). Internal residual stresses in glass-ceramics: A review. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 358(6-7), 975-984. DOI: 10.1016/j.jnoncrysol.2012.01.040

Shelby, J. E. (2005). *Introduction to glass science and technology*. Royal Society of Chemistry. DOI: 10.1039/9781847551160

Shelby, J. E. (2020). *Introduction to Glass Science and Technology* (3rd ed.). Royal Society of Chemistry.

Shelby, J.E. (1997). *Introduction to Glass Science and Technology*. Royal Society of Chemistry.

Sheth, N., Howzen, A., Campbell, A., Spengler, S., Liu, H., Pantano, C. G., & Kim, S. H. (2019). Effects of tempering and heat strengthening on hardness, indentation fracture resistance, and wear of soda lime float glass. *International Journal of Applied Glass Science*.00:1–10.

SIEGER, J. S). CHEMICAL CHARACTERISTICS OF FLOAT GLASS SURFACES. *Glass Surfaces*, 213–220.

Simone Berneschi, G. C., Stefano Pelli (2021). "The Role of Ion-Exchange in Modern Technology." *Appl. Sci* 11: 4610.

Strutynski, C. (2016). *Fibres tellurites pour sources supercontin*

## ملخص

الزجاج، وهو مادة منتشرة في بيئتنا اليومية والتكنولوجية، لا يزال يثير اهتمام العلماء والمهندسين بسبب تعقيد خصائصه وتنوع تطبيقاته. تستكشف هذه الأطروحة بعمق الخصائص الميكانيكية للزجاج العائم، مع التركيز على تأثير المعالجات السطحية، والظروف البيئية، والعيوب المستحدثة على سلوكه الميكانيكي. فهم الآليات التي تحكم مقاومة وديمومة الزجاج أمر حاسم في مجالات متعددة بدءًا من الهندسة المعمارية إلى صناعة السيارات.

### **Abstract**

Glass, a material ubiquitous in our daily and technological environment, continues to fascinate scientists and engineers due to the complexity of its properties and the diversity of its applications. This thesis deeply explores the mechanical properties of float glass, focusing on the influence of surface treatments, environmental conditions, and induced defects on its mechanical behavior. Understanding the mechanisms governing glass resistance and durability is crucial in various fields, from architecture to the automotive industry.

### **Résumé**

Le verre, matériau omniprésent dans notre environnement quotidien et technologique, continue de fasciner les scientifiques et les ingénieurs par la complexité de ses propriétés et la diversité de ses applications. Cette thèse explore en profondeur les propriétés mécaniques du verre flotté, en se concentrant sur l'influence des traitements de surface, des conditions environnementales, et des défauts induits sur son comportement mécanique. La compréhension des mécanismes qui régissent la résistance et la durabilité du verre est cruciale dans des domaines allant de l'architecture à l'industrie automobile.