REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

Université de Mohamed El-Bachir El-Ibrahimi - Bordj Bou Arreridj

Faculté *des Sciences et de la technologie*

Département de Génie mécanique

Mémoire

Présenté pour obtenir

LE DIPLOME DE MASTER

FILIERE : **Génie mécanique**

Spécialité : Genie des Matériaux

Par

- **Kessal Mossaab**
- **Chebbah Abdennour**

Intitulé

Étude des propriétés mécanique du verre silico-sodo calcique

Soutenu le : 29/06/2026

Devant le Jury composé de :

Nom & Prénom	*Grade*	*Qualité*	*Etablissement*
M.Saidani L	*Dr*	*Président*	*Univ-BBA*
M.Dairi Walid	*Dr*	*Encadreur*	*Univ-BBA*
M. Ancer M	*Dr*	*Examinateur*	*Univ-BBA*
M. Baali M	*Dr*	*Examinateur*	*Univ-BBA*

Année Universitaire 2025/2026

Remerciements

الحمد لله حمدا كثيرا يليق بجلاله وجهه وعظيم سلطانه وعلّو قدره وواسع فضله

Nous tenons à exprimer notre profonde gratitude aux membres du jury pour l'honneur qu'ils nous font en acceptant d'évaluer ce travail et pour leurs remarques constructives.

Nos sincères remerciements s'adressent également aux ingénieurs de l'Unité de Recherche en Matériaux Émergents de Sétif 1 ainsi que les ingénieurs des laboratoires des matériaux non métalliques pour leur aide précieuse et leur disponibilité tout au long de la réalisation de ce mémoire.

Nous adressons une gratitude particulière à notre encadreur, **M**. **Walid Dairi** , pour son accompagnement, ses conseils avisés et son soutien constant.

Enfin, nous remercions toutes les personnes qui ont contribué, de près ou de loin, à l'aboutissement de ce travail.

Dédicaces

A Mes chers parents A Toute ma famille

A Tous ceux qui me sont chers

A Tous mes amis

Je dédie le fruit de mes 17 ans d'études

Nomenclatures

a	Demi-longueur de fissure	**m** ou **µm**
b	Largeur de l'éprouvette	**mm**
C_0, C_1, C_2	Longueur de fissure	**m** ou **µm**
D	Distance entre les indentations	**µm**
da/dN	Vitesse de propagation de fissure par cycle	**m/cycle**
da/dt	Vitesse de propagation de fissure	**m/s**
E	Module d'Young	**GPa** (ou **Pa**)
E/H	Rapport module d'Young / dureté	**Sans unité**
F	Charge appliquée	**N**
Gc	Énergie critique de rupture	**J/m²**
h	Épaisseur de l'éprouvette	**mm**
KI	Facteur d'intensité de contrainte	**MPa·√m**
KIc	Ténacité critique à la rupture	**MPa·√m**
L	Portée entre appuis	**mm**
P	Charge d'indentation	**N**
P_1	Charge d'indentation principale	**N** (7 N)
P_2	Charge d'indentation secondaire	**N** (1 N)
T	Température de traitement	**°C**
t	Temps de traitement	**h** ou **s**
v	Vitesse de chargement (ou vitesse d'essai)	**mm/min**
Y	Facteur géométrique	**Sans unité**
β	Paramètre de forme de Weibull	**Sans unité**
η	Paramètre d'échelle de Weibull	**MPa**
γ	Énergie spécifique de surface	**J/m²**
ΔK	Variation du facteur d'intensité de contrainte	**MPa·√m**
Φ	Constante géométrique de fissure	**Sans unité**
χ	Constante liée au rapport E/H	**Sans unité**
σ	Contrainte appliquée	**MPa**
σc	Contrainte critique	**MPa**
σf	Contrainte de rupture	**MPa**
σr	Contrainte résiduelle	**MPa**
σt	Contrainte résiduelle de traction	**MPa**
σc,res	Contrainte résiduelle de compression	**MPa**

Liste des figures

Figure 1.2 : Défauts superficiels et mécanismes de rupture du verre **8**
Figure 1.3 : Le processus de fabrication du verre flotté **10**
Figure.1.4 : revêtements localisés **11**
Figure.1.5 : traitements thermiques localisés du verre **12**
Figure.1.6 : critère de Griffith pour la rupture fragile **13**
Figure.1.7 : Le facteur d'intensité des contraintes et les critères de rupture **14**
Figure.1.8 : Mécanismes de vieillissement du verre : approche multi-échelles **16**

Figure. 2.1 : essai de flexion trois points **21**
Figure. 2.2 : Schéma de l'essai d'indentation Vickers et mécanisme de fissuration **23**
Figure. 2.3 : système de fissuration et champs de contraintes lors de l'indentation **24**
Figure. 2.4 : indentations secondaires au voisinage de l'indentation principale **25**
Figure. 2.5 : trempe chimique du verre **27**
Figure. 2.6 : Mécanisme structural et profil de contraintes internes **28**
Figure. 2.7 : Structure en coupe transversale et mécanisme de renforcement **29**
Figure. 2.8 : Comparaison des procédés de trempe thermique et chimique du verre **30**
Figure. 2.9 : Théorie du maillon le plus faible et influence des paramètres de Weibull **32**

Figure 3.1 : Éprouvettes de verre flotté CEVITAL : dimensions et géométrie **39**
Figure 3.2 : Présentation du réactif de trempe chimique **41**
Figure 3.3 : Mise en œuvre du protocole de nettoyage des éprouvettes de verre **42**
Figure 3.4 : Four de traitement thermique Nabertherm **43**
Figure 3.5 : Vue d'ensemble du dispositif de trempage ionique **44**
Figure 3.6 : Vue d'ensemble du dispositif d'indentation **44**
Figure 3.7 : Microscope optique universel Euromex OXION **45**
Figure 3.8 : Spectromètre WDXRF Rigaku ZSX Primus IV **45**
Figure 3.9 : Machine de traction-compression MTS Criterion C45 ..... **46**

Figure 4.1 : Profils de contraintes résiduelles induites par indentation **50**
Figure 4.2 : Vues microscopiques des empreintes d'indentation montrant l'évolution **51**
Figure 4.3 : Comparaison du paramètre de forme ($\beta\beta$) et du paramètre d'échelle ($\eta\eta$) **52**

Liste des tableaux

Tableau 3.1 : Composition chimique (en % massique) du verre flotté CEVITAL **39**
Tableau 3.2 : Caractéristiques usuelles du nitrate de potassium (KNO_3) **40**

Tableau 4.1 : Longueurs des fissures sans présence de l'indentation principale **48**
Tableau 4.2 : Longueurs des fissures en fonction de la distance **48**

Table des matières

Remerciements
Dédicaces
Nomenclature
Liste des figures
Liste des tableaux
Table des matières
Introduction..... 1

Chapitre 1 : *Structure, Fabrication Et Comportement Mécanique*

Introduction..... 4
1.1. Introduction au matériau verre..... 4
1.1.1. Définition et structure amorphe..... 4
1.1.2. Propriétés générales..... 5
1.1.3. Sensibilité aux défauts de surface..... 6
1.2. Le procédé Float et le contexte industriel..... 8
1.2.1. Historique et principe du procédé Pilkington..... 8
1.2.2. Traitements de surface..... 9
1.3. Mécanique de la rupture du verre..... 11
1.3.1. Théorie de Griffith..... 11
1.3.2. Propagation des fissures..... 13
1.3.3. Vieillissement statistique..... 14
Conclusion..... 15

Chapitre 2 : *Méthode De Cractérisation Et Analyse Statistique De La Flabilité*

Introduction **20**
2.1. Essais de sollicitation mécanique **20**
2.1.1. Essai de flexion trois points **20**
2.1.2. Essais d'indentation (Vickers/Knoop) **20**
2.2. Mesure des contraintes résiduelles induites par indentation **23**
2.3. Renforcement du verre : La trempe chimique **25**
2.3.1. Principe de l'échange ionique **25**
2.3.2. État de contraintes résiduelles **26**
2.3.3. Différence avec la trempe thermique **28**
2.4. Analyse Statistique La Loi de Weibull **30**
Conclusion **31**

Chapitre 3 : Partie Expérimental

Introduction **36**
3.1 Matériaux utilisés **36**
3.1.1 Le verre **36**
3.1.2 nitrates de potassium **38**
3.1.3 Acétones **39**
3.2. Matériels utilisés **40**
3.2.1. Four électrique **40**
3.2.2. Dispositif d'émersion **41**
3.2.3. Duromètre **42**
3.2.4. Microscope optique **43**
3.2.5. Spectromètre de fluorescence des rayons X (FRX) **43**
3.2.6. Machine de traction **44**

Chapitre 4 : Résultats Expérimentaux

4. Résultats expérimentaux.....46
4.1 évolutions des longueurs des fissures..... 46
4.2 évolutions des contraintes résiduelles..... 47
4.3 observation microscopique 48
4.4 étude statistique..... 49

Conclusion..... 51

Introduction

Le verre flotté sodocalcique occupe une place centrale dans les secteurs de la construction, de l'automobile et de l'optique, grâce à sa transparence exceptionnelle, sa stabilité chimique et sa facilité de production à grande échelle. Cependant, son utilisation dans des applications structurelles ou de sécurité reste limitée par une fragilité mécanique intrinsèque. Cette vulnérabilité découle directement de sa structure amorphe, dépourvue de mécanismes de dissipation plastique, et de sa sensibilité extrême aux défauts de surface (microfissures, rayures, égratignures). Selon la théorie de Griffith, la résistance réelle du verre peut chuter de plusieurs ordres de grandeur par rapport à sa résistance théorique, la rupture étant gouvernée par le « maillon le plus faible » présent dans la zone sollicitée.

Pour pallier cette limitation, le renforcement de surface par trempe chimique s'est imposé comme une technologie de référence. Ce procédé, basé sur l'échange ionique $Na^+ \leftrightarrow K^+$ dans un bain de sels fondus (généralement KNO_3) à température modérée, induit une couche superficielle en compression résiduelle. Cette contrainte de compression s'oppose mécaniquement à l'ouverture des fissures, reporte l'amorçage de la rupture à des niveaux de charge plus élevés et améliore significativement la fiabilité du matériau. Néanmoins, la caractérisation quantitative précise des champs de contraintes résiduelles et leur corrélation avec le comportement mécanique global restent des défis expérimentaux majeurs, notamment en raison de la finesse de la couche trempée et de la distribution stochastique des défauts.

Dans ce contexte, ce travail de master vise à étudier l'effet d'un traitement de trempe chimique de 2 heures sur le comportement mécanique et la fiabilité du verre flotté de production nationale (groupe CEVITAL, épaisseur 3 mm). L'originalité de cette étude réside dans la mise en œuvre d'un protocole d'indentation couplée (indentation principale à 7 N suivie d'indentations secondaires à 1 N positionnées à des distances contrôlées), couplé à une analyse statistique de Weibull issue d'essais de flexion trois points à différentes vitesses de chargement. Cette approche permet de cartographier indirectement les contraintes résiduelles, de quantifier leur influence sur la propagation des fissures, et d'évaluer l'impact du traitement sur la résistance caractéristique et la dispersion statistique des défaillances.

La méthodologie expérimentale s'articule autour de deux campagnes principales : (i) la caractérisation locale des champs de contraintes et de l'évolution morphologique des fissures par micro-indentation instrumentée et observation microscopique, et (ii) l'évaluation macroscopique de la résistance en flexion et de la fiabilité probabiliste via des essais normalisés et l'analyse des paramètres de Weibull (η et β).

Ce mémoire est structuré en quatre chapitres :

Le Chapitre 1 dresse l'état de l'art sur la structure, les propriétés et la mécanique de rupture du verre flotté, ainsi que sur les principes du renforcement par échange ionique et les fondements de l'analyse de Weibull.

Le Chapitre 2 détaille les méthodes de caractérisation mécanique, le principe de mesure des contraintes résiduelles par indentation, et les modèles théoriques associés.

Le Chapitre 3 présente le dispositif expérimental, les matériaux utilisés, les protocoles de trempe chimique, d'indentation et de flexion trois points.

Le Chapitre 4 expose et discute les résultats obtenus : évolution des longueurs de fissures, profils de contraintes résiduelles, observations microscopiques et analyse statistique de la fiabilité en fonction du traitement et de la vitesse de chargement.

Chapitre 1 *Structure, Fabrication Et Comportement Mécanique*

Sommaire de chapitre 1

Introduction 4

1.4. Introduction au matériau verre 4

1.4.1. Définition et structure amorphe 4

1.4.2. Propriétés générales 5

1.4.3. Sensibilité aux défauts de surface 6

1.5. Le procédé Float et le contexte industriel 8

1.5.1. Historique et principe du procédé Pilkington 8

1.5.2. Traitements de surface 9

1.6. Mécanique de la rupture du verre 11

1.6.1. Théorie de Griffith 11

1.6.2. Propagation des fissures 13

1.6.3. Vieillissement statique 14

Conclusion 15

Introduction

Le verre flotté, matériau omniprésent dans l'industrie moderne, présente un paradoxe mécanique majeur une résistance théorique élevée mais une fragilité pratique due à sa sensibilité aux défauts superficiels. Ce chapitre établit les bases théoriques nécessaires pour comprendre ce comportement. Il examine successivement la structure atomique amorphe du verre sodocalcique, le procédé de fabrication par flottaison Pilkington et ses conséquences sur la qualité de surface, puis les fondements de la mécanique de la rupture fragile selon Griffith. Cette construction progressive fournit le cadre conceptuel indispensable pour interpréter les résultats expérimentaux et justifier les approches de renforcement envisagées.

1.1. Introduction au matériau verre

1.1.1. Définition et structure amorphe

Le verre sodocalcique, matériau fondamental de l'industrie du verre flotté, représente un exemple paradigmaticique des solides amorphes dont la structure atomique défie les règles de périodicité des cristaux. Contrairement au quartz cristallin, qui possède une structure tridimensionnelle parfaitement ordonnée et répétitive, le verre est caractérisé par un désordre à longue distance. Cela signifie que, bien qu'il existe un ordre à courte portée—défini par la géométrie locale des liaisons atomiques—aucune périodicité n'est observée au-delà de quelques distances interatomiques. Cette absence d'ordre à longue portée est la signature même de l'état vitreux, un état métastable résultant du refroidissement rapide (trempe) d'un liquide en dessous de sa température de transition vitreuse (Tg) sans cristallisation [**1-2].**

La structure fondamentale du verre repose sur un réseau de silice (SiO_2). Dans ce réseau, chaque atome de silicium (Si^{4+}) est entouré de quatre atomes d'oxygène (O^{2-}), formant un tétraèdre. Ces tétraèdres se lient entre eux par leurs sommets, c'est-à-dire que chaque atome d'oxygène est partagé entre deux tétraèdres, créant ainsi une liaison Si–O–Si appelée oxygène pontant (OP). Ce modèle, connu sous le nom de réseau aléatoire continu (Continuous Random Network, CRN), a été établi par Zachariasen et reste le cadre structural dominant pour décrire les verres oxydes [**1-3]**. Le pur SiO_2 forme un verre très stable et chimiquement résistant, mais son point de fusion extrêmement élevé (au-delà de 1700 °C) et sa viscosité élevée le rendent peu pratique pour une fabrication industrielle à grande échelle.

Pour rendre le verre plus facile à travailler, on introduit des modificateurs de réseau, principalement l'oxyde de sodium (Na_2O) et l'oxyde de calcium (CaO). Ces composés jouent un rôle crucial en perturbant intentionnellement la continuité du réseau de silice. Lorsqu'une molécule de Na_2O est ajoutée au melt de silice, elle se dissocie en ions Na^+ et O^{2-}. L'ion O^{2-} attaque une liaison Si–O–Si, la rompant pour créer deux oxygènes non pontants (ONP). Chaque ONP, lié à un seul atome de silicium, porte une charge négative qui est compensée par un ion Na^+ voisin. La réaction peut être schématisée comme suit :

Cette rupture du réseau, ou dépolymérisation, a pour effet de réduire considérablement la viscosité du melt et d'abaisser la température de transition vitreuse (Tg), facilitant ainsi le façonnage industriel [**4-5].**

L'ajout de CaO joue un rôle complémentaire et stabilisateur. L'ion Ca^{2+}, étant divalent, agit comme un modificateur de réseau similaire au Na^{+}, mais il a également tendance à se positionner dans les cavités de la structure désordonnée, renforçant la cohésion du réseau et améliorant la durabilité chimique et mécanique du verre final. Il limite notamment la lixiviation des ions Na^{+} par l'eau, un phénomène qui peut altérer la surface du verre [**6-7-8]**

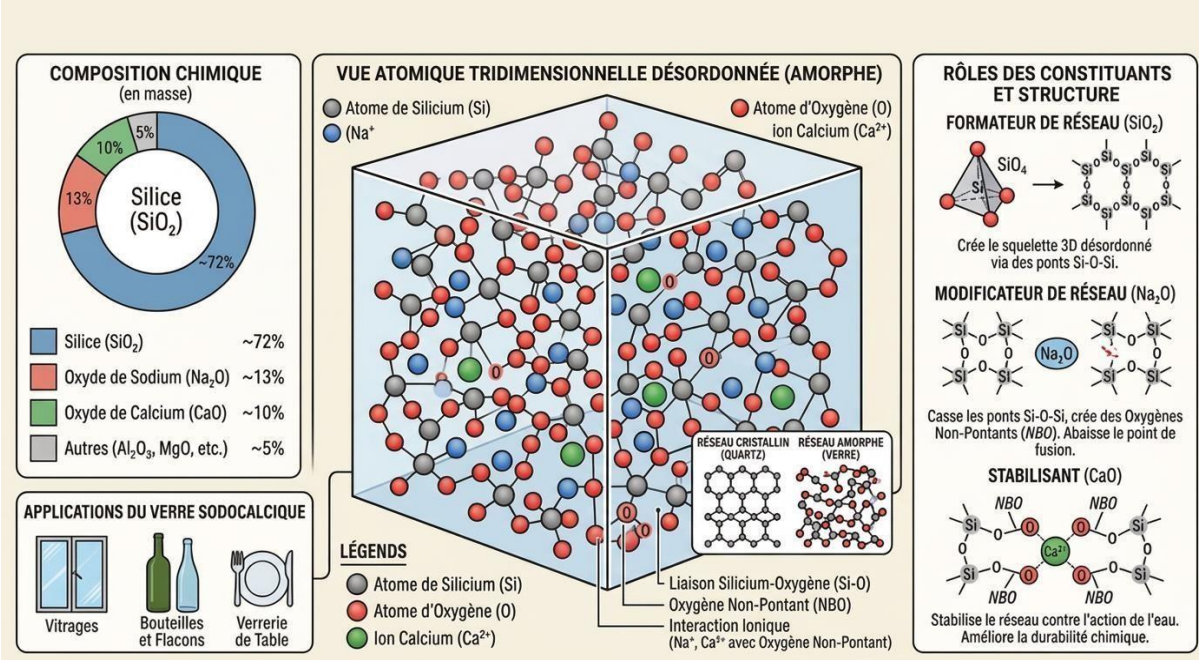


Figure 1.1: Composition, structure atomique et applications du verre sodocalcique

1.1.2. Propriétés générales

La transparence du verre est l'une de ses caractéristiques les plus remarquables. Elle résulte de l'absence de frontières de grains, de pores ou de phases secondaires qui diffuseraient la lumière, une conséquence directe de son homogénéité à l'échelle microscopique malgré le désordre atomique. Contrairement aux polycristaux, où les interfaces entre grains provoquent une diffusion importante, le verre, en tant que matériau isotrope et monophasique, permet une transmission quasi totale de la lumière visible. Cette propriété est fondamentale pour les applications en vitrerie, optique et électronique.

La dureté du verre sodocalcique est modérée, typiquement comprise entre 5,5 et 6,5 sur l'échelle de Mohs. Elle est principalement déterminée par la force des liaisons covalentes Si–O au sein du réseau tétraédrique. L'introduction de modificateurs de réseau (Na_2O, CaO) affaiblit légèrement cette rigidité en créant des oxygènes non pontants, mais le squelette de silice reste suffisamment robuste pour résister à l'abrasion dans des conditions normales d'utilisation. Cependant, cette dureté ne se traduit pas par une résistance

mécanique élevée, ce qui conduit à la fragilité intrinsèque, la propriété la plus critique du verre.

Cette fragilité découle de l'absence de mécanismes de dissipation d'énergie sous contrainte. Dans les matériaux ductiles comme les métaux, la déformation plastique permet de redistribuer les contraintes locales via le mouvement de dislocations. Le verre, en revanche, étant un solide covalent rigide et amorphe, ne possède pas de tels mécanismes. Toute fissure, même microscopique, agit comme un concentrateur de contraintes. Selon la théorie de Griffith, la contrainte locale à l'extrémité d'une fissure peut être amplifiée de plusieurs ordres de grandeur par rapport à la contrainte appliquée macroscopiquement. Ainsi, une petite rayure ou un défaut de surface, inévitable lors de la fabrication ou de l'utilisation, devient le point de départ d'une rupture catastrophique et rapide, sans avertissement plastique préalable. Cette sensibilité aux défauts explique pourquoi la résistance réelle du verre est souvent inférieure d'un à deux ordres de grandeur à sa résistance théorique.

L'inertie chimique du verre sodocalcique est relative. Le réseau pur de SiO_2 est extrêmement résistant à l'attaque chimique, notamment par l'eau et les acides (à l'exception de l'acide fluorhydrique). Cependant, l'ajout de Na_2O introduit une vulnérabilité : les ions Na^+ sont facilement échangeables avec des protons (H^+) de l'eau, un processus connu sous le nom de lixiviation. Cela peut conduire à une altération de la surface, voire à une dégradation progressive dans des environnements humides. Le CaO joue ici un rôle stabilisateur crucial ; l'ion Ca^{2+}, plus fortement lié au réseau en raison de sa charge double, limite la mobilité des ions Na^+ et renforce la résistance à la corrosion aqueuse [**7-9]**

1.1.3. Sensibilité aux défauts de surface

La résistance mécanique du verre ne constitue pas une propriété matérielle intrinsèque constante, mais dépend de manière critique de l'état de sa surface. Cette sensibilité extrême aux défauts superficiels tels que les rayures, microfissures, égratignures ou inclusions est la conséquence directe de la nature fragile et non ductile du verre, qui ne peut pas dissiper l'énergie de déformation par des mécanismes plastiques comme le font les métaux. À la place, toute contrainte appliquée se concentre localement aux extrémités de ces défauts, créant des amplifications de contrainte qui peuvent déclencher une rupture catastrophique à des niveaux de charge bien inférieurs à la résistance théorique du matériau.

Cette relation fondamentale est décrite par la théorie de la rupture fragile formulée par A. A. Griffith en 1921. Selon ce critère énergétique, la contrainte critique ($\boldsymbol{\sigma_c}$) nécessaire pour propager une fissure est inversement proportionnelle à la racine carrée de la longueur initiale (a) de cette fissure : ($\sigma_c \propto \frac{1}{\sqrt{a}}$). Cette loi implique qu'une microfissure de seulement quelques micromètres peut réduire la résistance pratique du verre sodocalcique de plusieurs ordres de grandeur, passant d'une valeur théorique d'environ 10–20 GPa à des valeurs typiques observées expérimentalement de 30–100 MPa [**10]**. Cette extrême

sensibilité explique pourquoi deux échantillons de verre identiques en composition et en traitement thermique peuvent présenter des résistances très différentes, simplement en raison de l'histoire de leur manipulation ou de leur exposition à l'environnement.

Les recherches expérimentales confirment cette dépendance. Par exemple, une étude sur le verre borosilicate a démontré que la résistance en flexion diminue fortement avec la détérioration de l'état de surface, et que cette dégradation est exacerbée par des vitesses de chargement élevées [**11]**. De même, des tests de rayure contrôlée sur du verre sodocalcique-silice ont montré que, au-delà d'une certaine charge normale, la profondeur de la fissure radiale se stabilise autour de 100 µm, entraînant une perte de résistance résiduelle qui se maintient à environ 40 % de la valeur initiale, indépendamment de charges plus élevées [**12]**. Ces observations soulignent le rôle déterminant d'un seuil critique de défaut, au-delà duquel la résistance devient insensible à l'aggravation du dommage. L'analyse statistique de ces phénomènes repose souvent sur la théorie de Weibull, qui modélise la résistance comme une propriété probabiliste gouvernée par le « maillon le plus faible » c'est-à-dire le plus grand défaut présent dans le volume ou sur la surface soumise à la contrainte maximale [**13-14]**

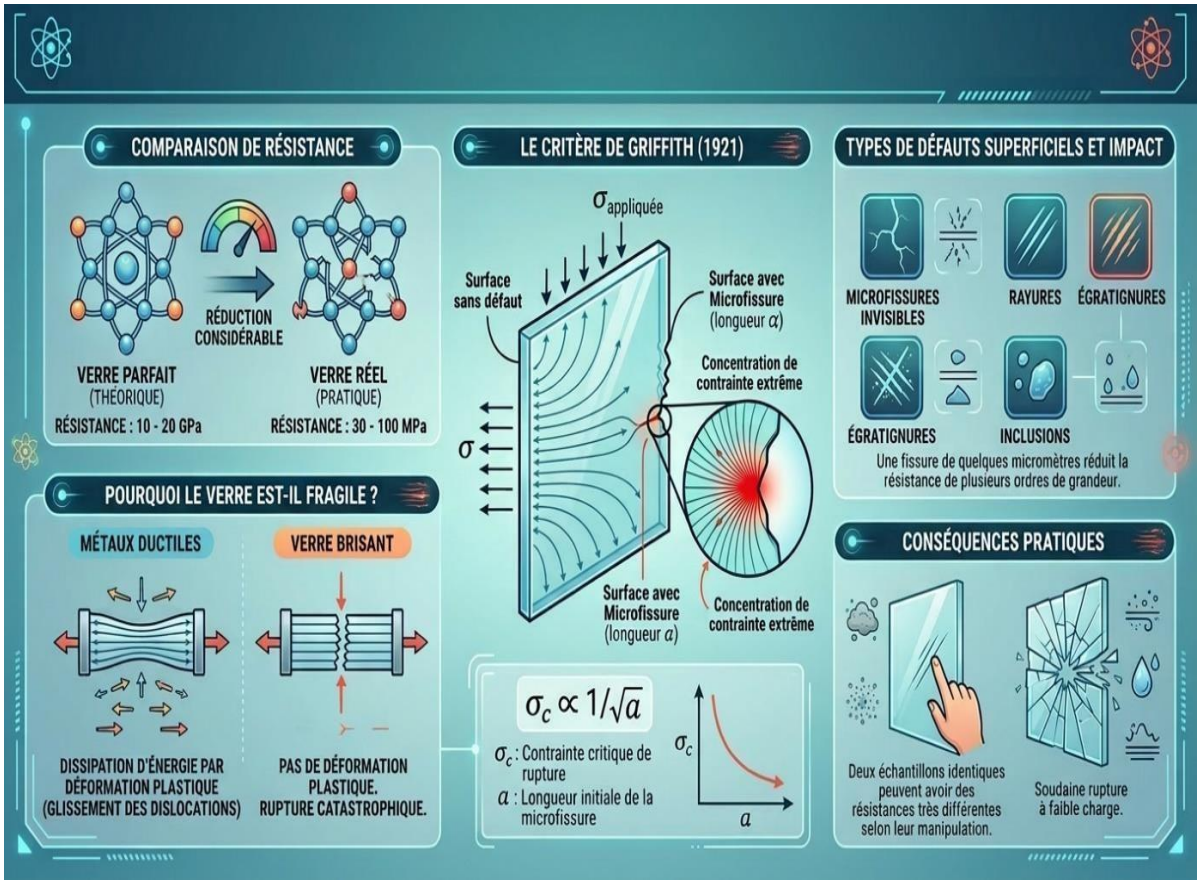


Figure.1.2: Résistance théorique versus réelle : Défauts superficiels et mécanismes de rupture du verre

1.2. Le procédé Float et le contexte industriel

1.2.1. Historique et principe du procédé Pilkington

Le procédé Pilkington, inventé par Sir Alastair Pilkington en 1952, a révolutionné la fabrication du verre plat en permettant une production continue de grandes surfaces de verre d'une planéité et d'une uniformité exceptionnelles. Ce procédé repose sur le principe fondamental de la flottaison, où le verre en fusion est déversé sur un bain d'étain liquide, éliminant ainsi toute nécessité de contact mécanique avec des rouleaux ou des supports qui pourraient altérer la surface.

La première étape, la fusion, se déroule dans un four à cuve (melting tank) à une température extrêmement élevée, autour de 1500 °C. À cette température, le mélange de silice (SiO_2), de soude (Na_2O) et de chaux (CaO) .la composition classique du verre sodocalcique devient un liquide homogène et visqueux. Cette phase est cruciale pour assurer l'absence de bulles et d'inclusions, garantissant la clarté optique finale du produit [**15]**.

Le verre fondu est ensuite acheminé vers la zone centrale du procédé le bain de flottaison (float bath). Ce bain est constitué d'étain métallique pur maintenu à l'état liquide entre 600 et 700 °C. L'étain est choisi pour sa densité élevée (supérieure à celle du verre fondu), son point de fusion relativement bas (~232 °C) et sa faible tension superficielle. Lorsque le verre est déversé sur ce bain, il s'étale spontanément sous l'effet combiné de la gravité et de la tension superficielle jusqu'à atteindre une épaisseur d'équilibre d'environ 6-7 mm. Le tout se déroule sous une atmosphère protectrice composée principalement d'azote (N_2) avec une petite quantité d'hydrogène (H_2) pour empêcher l'oxydation de l'étain [**16]**. C'est au cours de ce séjour sur le bain d'étain que naît l'asymétrie fondamentale du verre flotté. Le côté en contact direct avec le métal liquide absorbe une fine couche d'étain, principalement sous forme d'ions Sn^{2+} et Sn^{4+}, qui pénètrent dans les quelques nanomètres superficiels du verre [**17]**. Cette pénétration modifie localement la structure du réseau vitreux.

Après avoir acquis sa forme plane sur le bain d'étain, le verre entre dans la phase critique de refroidissement contrôlé, également appelée recuit (annealing). Il est transporté sur des rouleaux dans un long four appelé "lehr". Le refroidissement y est soigneusement programmé : il commence lentement pour permettre aux contraintes internes générées par les gradients thermiques de se relâcher, puis s'accélère progressivement une fois que la température est suffisamment basse pour que le verre ne puisse plus se déformer plastiquement. Un recuit mal maîtrisé laisserait des contraintes résiduelles importantes, rendant le verre fragile et susceptible de se briser spontanément [**18]**. Cette étape est essentielle pour conférer au verre ses propriétés mécaniques finales de stabilité et de durabilité.

Enfin, une fois complètement refroidi à température ambiante, le ruban de verre continu est soumis à la coupe automatisée. Des systèmes laser et mécaniques découpent le verre

selon les dimensions requises par les clients, sans altérer la qualité des surfaces obtenues par flottaison.

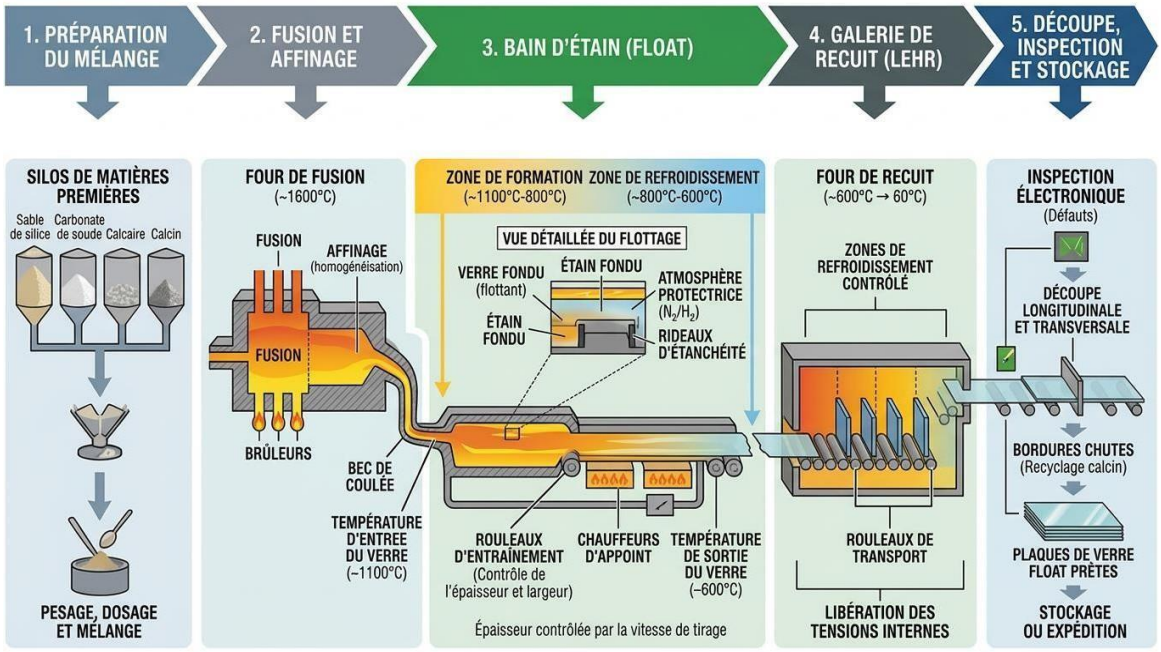


Figure.1.3: Le processus de fabrication du verre flotté

1.2.2. Traitements de surface

Les traitements de surface constituent une discipline fondamentale de l'ingénierie des matériaux, visant à modifier délibérément les propriétés de la couche superficielle d'un composant sans altérer significativement ses caractéristiques volumiques. Cette approche stratégique permet de créer une distinction cruciale entre les échantillons « bruts », qui sont dans leur état initial post-fabrication (ou as-received), et les échantillons « traités », dont la surface a été modifiée pour améliorer des performances fonctionnelles spécifiques telles que la résistance à l'usure, la dureté, la résistance à la corrosion ou l'adhérence. La surface, en tant que frontière dynamique entre un matériau et son environnement, dicte souvent le comportement tribologique, électrochimique et biologique du composant, ce qui rend son ingénierie essentielle.

Parmi les traitements de surface les plus répandus figurent les revêtements et les traitements thermiques localisés. Les revêtements consistent à appliquer une couche de matériau distinct sur le substrat. Cette catégorie englobe une vaste gamme de techniques, allant des procédés industriels classiques comme la galvanisation (dépôt de zinc) ou l'anodisation (formation d'une couche d'oxyde protecteur sur l'aluminium ou le magnésium) [**19-20].**

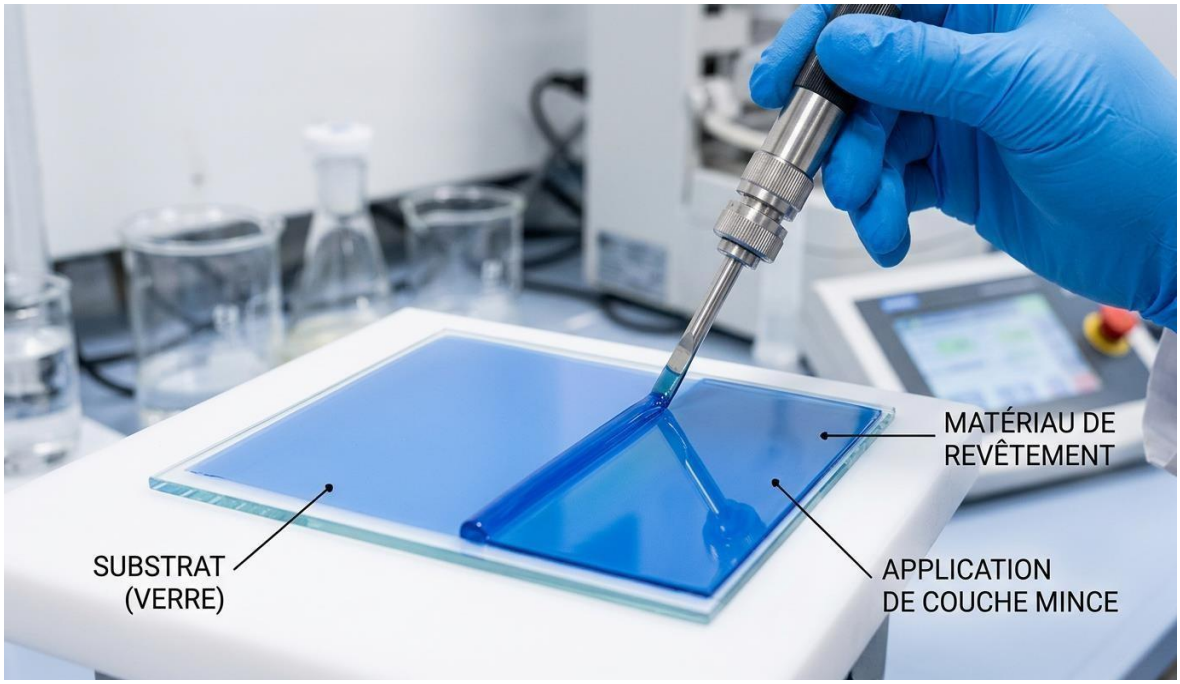


Figure.1.4: Revêtements localisés

aux technologies de pointe telles que le dépôt physique en phase vapeur (PVD) et le dépôt chimique en phase vapeur (CVD). Ces dernières permettent de déposer des couches extrêmement dures et résistantes à l'usure, comme le nitrure de titane (TiN) [**21]** ou des céramiques complexes comme les cermets WC-Co-Cr [**22]**. Par exemple, le dépôt d'un revêtement Cr-Ti par pulvérisation cathodique non équilibrée sur un alliage de titane Ti-6Al-4V a démontré une amélioration significative de sa résistance combinée à la corrosion et à l'usure [**23]**. De même, l'utilisation de la projection au détonateur pour appliquer un revêtement de céramique sur un acier à outils fabriqué par fusion laser sélective a permis d'améliorer considérablement ses propriétés de surface [**22]**.

L'autre grande famille de traitements est celle des traitements thermiques localisés, dont la trempe superficielle est un représentant majeur.



Figure.1.5: Traitements Thermiques localisés du verre

1.3. Mécanique de la rupture du verre

1.3.1. Théorie de Griffith

La théorie de Griffith, formulée par Alan Arnold Griffith en 1921, constitue une avancée fondamentale dans la compréhension de la rupture des matériaux élastiques cassants. Elle résout un paradoxe majeur qui préoccupait les ingénieurs et les scientifiques depuis longtemps [**25].**

Dans un solide élastique soumis à une contrainte, de l'énergie de déformation élastique est stockée. Lorsqu'une fissure s'allonge, le matériau adjacent aux nouvelles faces de la fissure se détend, ce qui entraîne une libération d'énergie élastique. Cette énergie libérée constitue la "force motrice" de la propagation de la fissure. Cependant, pour que la fissure puisse s'étendre, il faut rompre les liaisons atomiques le long de son front, ce qui nécessite une dépense d'énergie. Cette dépense est l'énergie de surface, notée γ, qui représente l'énergie requise pour créer une unité d'aire de nouvelle surface libre. Comme une fissure crée deux nouvelles surfaces, le coût énergétique total pour une extension infinitésimale est de 2γ par unité d'aire.

Le cœur de la théorie de Griffith est donc un bilan énergétique. Pour une fissure de longueur donnée dans un matériau soumis à une contrainte donnée, on peut calculer la variation totale de l'énergie potentielle du système en fonction de la longueur de la fissure. Cette énergie totale est la somme de l'énergie de surface (qui augmente linéairement avec la longueur de la fissure) et de l'énergie élastique libérée (qui augmente quadratiquement avec la longueur de la fissure). Le système atteint un état instable lorsque cette énergie totale atteint un maximum. À ce point critique, toute extension infinitésimale de la fissure entraîne une diminution nette de l'énergie du système, rendant la propagation spontanée et catastrophique.

En modélisant une fissure elliptique dans une plaque mince infinie sous traction uniaxiale, Griffith a pu dériver mathématiquement la relation entre la contrainte de rupture σ_f, la taille de la fissure, et les propriétés matérielles. Pour une fissure centrale de longueur totale 2a, la relation est

$$\sigma_f = \sqrt{\frac{2E\gamma}{\pi a}} \qquad (1.1)$$

Où E est le module d'Young du matériau et γ est l'énergie spécifique de surface. Cette équation est d'une importance capitale car elle établit clairement que la résistance à la rupture n'est pas une propriété intrinsèque constante du matériau, mais dépend fortement de la taille du plus grand défaut présent. Plus précisément, la contrainte de rupture est inversement proportionnelle à la racine carrée de la longueur de la fissure. Cela explique pourquoi une petite rayure ou une microfissure, souvent invisible à l'œil nu, peut réduire drastiquement la résistance d'un composant. Par exemple, une fissure cinq fois plus longue qu'une autre réduit la résistance du composant à environ 45 % de sa valeur initiale ($\sqrt{5} \approx 2.24$). [**26].[27]**.

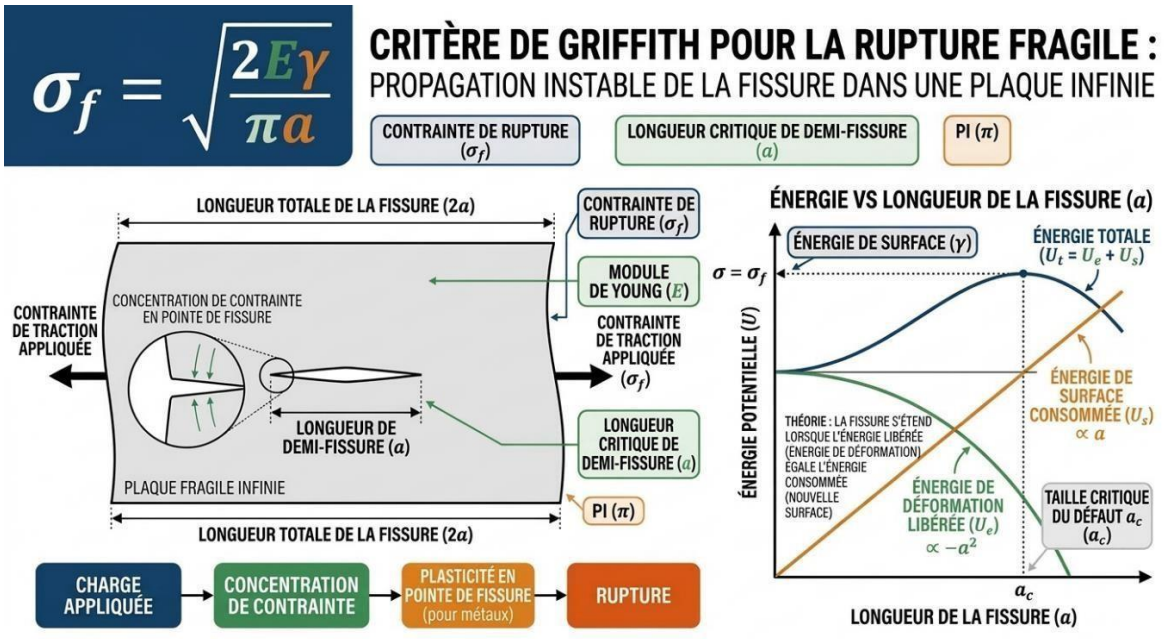


Figure.1.6: critère de Griffith pour la rupture fragile

Il est important de noter que la théorie originale de Griffith s'applique strictement aux matériaux parfaitement fragiles, où la dissipation d'énergie se limite à la création de surface. Pour les matériaux ductiles comme les métaux, une grande quantité d'énergie est dissipée par la déformation plastique localisée à l'extrémité de la fissure. G.R. Irwin a étendu la théorie de Griffith en remplaçant l'énergie de surface γ par une ténacité à la rupture (ou énergie de fracture), notée Gc, qui englobe toutes les formes de dissipation d'énergie, notamment la plasticité. Cette généralisation forme la base de la mécanique de la rupture élastique linéaire (MREL) moderne, un outil indispensable pour l'ingénierie de la sécurité des structures.[**28]**

1.3.2. Propagation des fissures

La propagation des fissures en Mode I, caractérisée par une ouverture symétrique sous l'effet d'une contrainte normale perpendiculaire au plan de la fissure, constitue le mécanisme de rupture fragile le plus fondamental et le plus courant. Ce mode domine dans les matériaux fragiles car il génère une zone de tension hydrostatique intense directement à l'avant du front de fissure, favorisant l'ouverture de micro-vides et la coalescence des dommages. La sévérité de ce champ de contraintes est quantifiée de manière universelle par le facteur d'intensité de contrainte en Mode I, noté (K_I), qui agit comme le paramètre unique décrivant l'état mécanique local à l'extrémité de la fissure dans le cadre de la mécanique linéaire élastique de la rupture (LEFM). La relation entre (K_I), la contrainte appliquée nominale (σ) et la longueur de fissure (a) suit généralement la forme :

$$K_I = Y \sigma \sqrt{(\pi a)} \qquad (1.2)$$

Où (Y) est un facteur géométrique sans dimension qui tient compte de la configuration spécifique de la pièce et de la fissure **[29**].

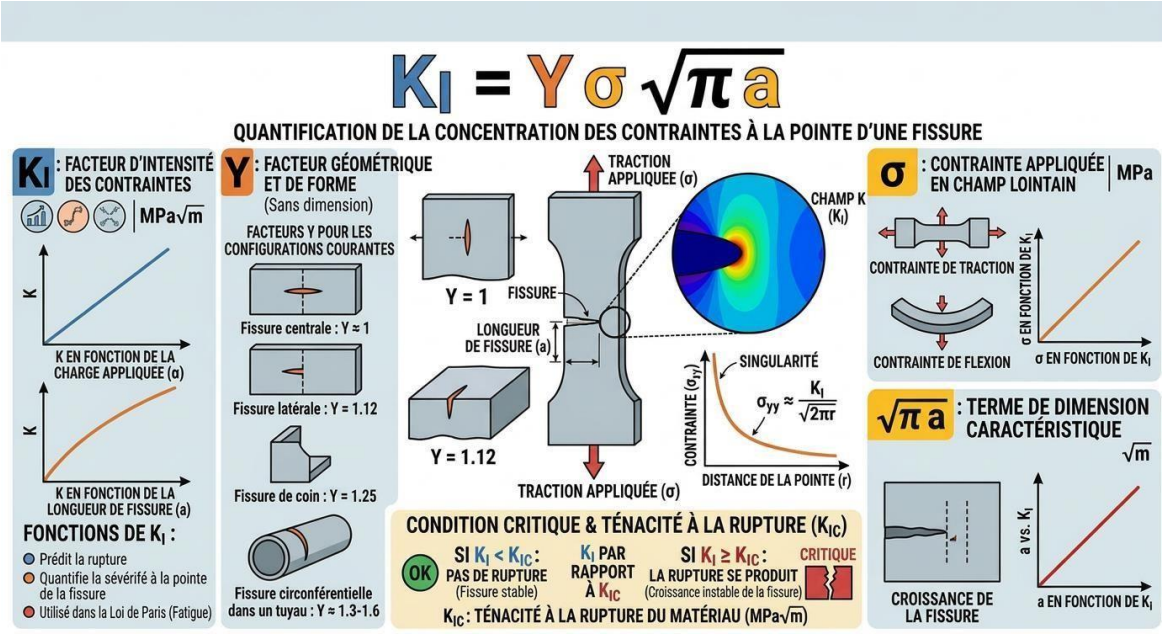


Figure.1.7: Le facteur d'intensité des contraintes et les critères de rupture

La vitesse de propagation d'une fissure en Mode I, (da/dt), est intrinsèquement liée à l'amplitude du champ de contraintes, donc à (K_I). Sous chargement statique, la fissure reste stable tant que (K_I) est inférieur à une valeur critique spécifique au matériau, appelée ténacité en rupture en Mode I, notée (K_{Ic}). Cette propriété intrinsèque, mesurée selon des normes strictes telles qu'ASTM E399 pour garantir un état de déformation plane et une plasticité à petite échelle, représente la résistance ultime du matériau à la propagation d'une fissure préexistante. Lorsque (K_I) atteint (K_{Ic}), une rupture fragile instable se produit. Dans le cas du chargement cyclique (fatigue), la vitesse de propagation par cycle, (da/dN), est gouvernée non pas par la valeur absolue de (K_I), mais par son amplitude (**ΔK**), conformément à la loi de Paris modifiée. Cependant, même sous un chargement statique apparent, le processus de propagation peut être dynamique en raison de vitesses de fissuration extrêmement élevées. Par exemple, des études sur le béton à grains fins ont montré que la vitesse de propagation peut atteindre 723,7 m/s sous chargement statique, transformant effectivement le problème en un scénario dynamique où les effets d'inertie ne peuvent être négligés [**30].**

1.3.3. Vieillissement statique

Le vieillissement statique, également connu sous le nom de croissance sous-critique des fissures, constitue un mécanisme fondamental de dégradation à long terme dans les matériaux fragiles tels que les verres, les céramiques et certaines roches. Ce phénomène se caractérise par la propagation lente d'une fissure existante sous une contrainte constante inférieure à la ténacité à la rupture critique du matériau (K_{Ic}). un processus fortement accéléré par la présence d'un environnement réactif, notamment l'humidité. La relation entre la vitesse de propagation de la fissure (v) et le facteur d'intensité de contrainte (K_I) est classiquement décrite par la loi de puissance de Hillig et Charles, formulée comme

$$v = A \cdot K_I^n \qquad (1.3)$$

Où les paramètres (A) et (n) sont sensibles aux conditions environnementales, en particulier à l'humidité relative.

L'effet de l'humidité sur ce processus est profondément ancré dans la chimie de surface. Dans les silicates, tels que le verre de silice ou les ciments, les molécules d'eau adsorbées à la pointe de la fissure catalysent la rupture des liaisons covalentes Si–O–Si par hydrolyse :

$$Si–O–Si + H_2O \rightarrow 2Si–OH. \qquad (1.4)$$

Cette réaction chimique réduit localement l'énergie de surface requise pour créer de nouvelles surfaces, abaissant ainsi la barrière énergétique à la propagation de la fissure. Une humidité plus élevée augmente la concentration de vapeur d'eau à la pointe de fissure, ce qui accélère la cinétique de cette réaction corrosive. Les études expérimentales confirment systématiquement cette dépendance. Par exemple, des recherches sur les fibres optiques en silice ont montré que la vitesse de croissance des microfissures varie avec la pression partielle de la vapeur d'eau selon une loi de puissance d'exposant environ 2.5 [**31]**. De même, des essais sur des verres sodocalciques ont démontré que la dégradation de la

résistance en fatigue dynamique suit une cinétique d'ordre deux par rapport à l'humidité ambiante, indépendamment du modèle cinétique spécifique utilisé [**32]**.

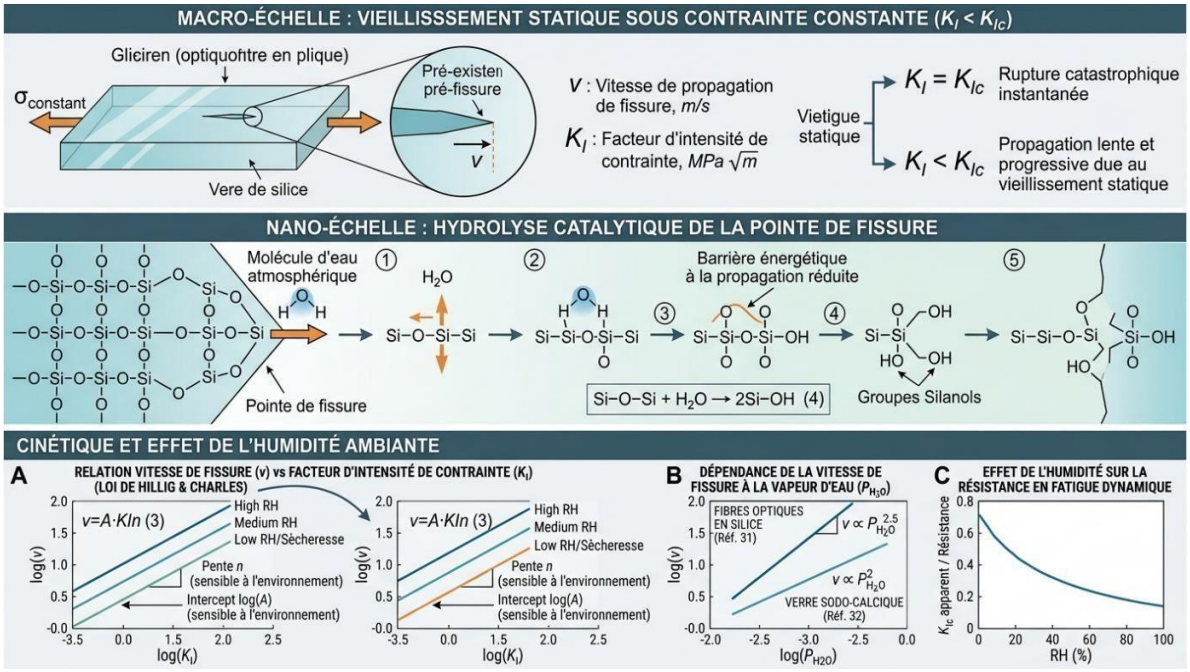


Figure.1.8: Mécanismes de vieillissement du verre : approche multi-échelles

Conclusion

Ce chapitre a établi que la fragilité du verre sodocalcique découle de sa structure amorphe dépourvue de mécanismes de dissipation plastique, et de sa sensibilité aux défauts superficiels régie par la théorie de Griffith ($\sigma_c \propto 1/a$). Le procédé de flottaison, bien qu'il produise des surfaces de haute qualité, génère une asymétrie entre faces atmosphérique et étain, et requiert un recuit maîtrisé pour minimiser les contraintes résiduelles. Le vieillissement statique, accéléré par l'humidité via l'hydrolyse des liaisons Si–O–Si, complète ce tableau de vulnérabilité mécanique. Ces éléments justifient pleinement l'intérêt des traitements de surface, notamment la trempe chimique, pour améliorer la fiabilité du verre par création d'une couche de compression superficielle.

Bibliographie

[1] Hannon, A. C. (2021). Basic Concepts of Network Glass Structure. In Encyclopedia of Glass Science, Technology, History, and Culture (pp. 129–140). Wiley. https://doi.org/10.1002/9781118801017.ch2.1

[2] Gupta, P. K. (1996). Non-crystalline solids: glasses and amorphous solids. Journal of Non-Crystalline Solids, 195(1–2), 158–164. https://doi.org/10.1016/0022-3093(95)00502-1

[3] Jiang, Z.-H., & Zhang, Q.-Y. (2014). The structure of glass: A phase equilibrium diagram approach. Progress in Materials Science, 61, 144–215. https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2013.12.001

[4] Brauer, D. S., & Möncke, D. (2016). Introduction to the structure of silicate, phosphate and borate glasses.

[5] Atila, A. (2020). Atomic Structure and Modifiers Clustering in Silicate glasses: Effect of Modifier Cations (Version 1). arXiv. https://doi.org/10.48550/ARXIV.2007.09247

[6] Chen, Z., Wei, Y., Huang, Y., Ji, W., Yio, M., Cheeseman, C., Liu, L., & Poon, C. S. (2024). Atomic-molecular perspectives on local high-temperature structure and transport properties of CaCO3-foamed glass. Construction and Building Materials, 439, 137347. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2024.137347

[7] Serva, A., Guerault, A., Ishii, Y., Gouillart, E., Burov, E., & Salanne, M. (2020). Structural and dynamic properties of soda-lime-silica in the liquid phase. arXiv. https://doi.org/10.48550/ARXIV.2009.07198

[8] Calahoo, C., & Wondraczek, L. (2020). Ionic glasses: Structure, properties and classification. Journal of Non-Crystalline Solids: X, 8, 100054. https://doi.org/10.1016/j.nocx.2020.100054

[9] Brauer, D. S., & Möncke, D. (2016). Introduction to the structure of silicate, phosphate and borate glasses.

[10] Solinov, V. F. (2015). Ways to Strengthen Glass: Toughening, Ion-Exchange. Glass and Ceramics, 72(5–6), 191–193. https://doi.org/10.1007/s10717-015-9753-z

[11] Nie, X., Chen, W. W., Wereszczak, A. A., & Templeton, D. W. (2009). Effect of Loading Rate and Surface Conditions on the Flexural Strength of Borosilicate Glass. Journal of the American Ceramic Society, 92(6), 1287–1295. https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2009.03019.x

[12] Bensaid, N., Benbahouche, S., Roumili, F., Sangleboeuf, J.-C., Cam, J.-B. L., & Rouxel, T. (2018). Influence of the normal load of scratching on cracking and mechanical strength of soda-lime-silica glass. Journal of Non-Crystalline Solids, 483, 65–69. https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2018.01.004

[13] Pisano, G., & Carfagni, G. R. (2017). A micromechanical derivation of the macroscopic strength statistics for pristine or corroded/abraded float glass. Journal of the European Ceramic Society, 37(13), 4197–4206. https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2017.04.046

[14] Pan, Z., Yang, J., Wang, X.-E., Zhao, C., Wang, Y., & Zhu, Y. (2024). Assessment on flexural performance of monolithic glass considering spatial and depth characteristics of scratches. Engineering Fracture Mechanics, 300, 109964. https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2024.109964

[15] Raič, J., Gaber, C., Wachter, P., Demuth, M., Gerhardter, H., Knoll, M., Prieler, R., & Hochenauer, C. (2021). Validation of a coupled 3D CFD simulation model for an oxy-fuel cross-fired glass melting furnace with electric boosting. Applied Thermal Engineering, 195, 117166. https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2021.117166

[16] Prieto, M., Díaz, J., & Egusquiza, E. (2002). Analysis of the fluid-dynamic and thermal behaviour of a tin bath in float glass manufacturing. International Journal of Thermal Sciences, 41(4), 348–359. https://doi.org/10.1016/s1290-0729(02)01325-x

[17] Zhang, Q., Chen, Z., & Li, Z. (2011). Simulation of tin penetration in the float glass process (float glass tin penetration). Applied Thermal Engineering, 31(6–7), 1272–1278. https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2010.12.030

[18] Zhang, Y., Feng, S., Ding, C., Nodooshan, H. R. J., Ye, S., Jiang, F., Li, Z., Gu, M., & Yu, P. (2020). Investigation of the influences of heat treatment on the microstructures and thermal properties of Al-20Si alloy fabricated by powder extrusion. Materials Characterization, 168, 110522. https://doi.org/10.1016/j.matchar.2020.110522

[19] Hino, M., Murakami, K., Saijo, A., Hikino, S., & Kanadani, T. (2011). Friction and Wear Properties on AZ91D Magnesium Alloy Treated by Anodizing from Phosphate Electrolytic Solution. MATERIALS TRANSACTIONS, 52(9), 1752–1758. https://doi.org/10.2320/matertrans.l-m2011816

[20] WU, C., & ZHANG, J. (2011). State-of-art on corrosion and protection of magnesium alloys based on patent literatures. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 21(4), 892–902. https://doi.org/10.1016/s1003-6326(11)60799-1

[21] Fitrullah, M., Hendra, M., Alhamidi, A. A., Herliawan, A., Aziz, A., Yanyan, D., Adhitya, T., Tri, P., & Andinnie, J. (2015). The Improvement of Product Quality and Production Capacity of Metal Coin Dies by Tempering Treatment and PVD TiN Coating in Isodur^{TM} Steel. Advanced Materials Research, 1112, 323–328. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/amr.1112.323

[22] Sathishkumar, N., & Arumaikkannu, G. (2023). Detonation Spraying of a Cermet Coating to Improve the Surface Properties of Tool Steel Parts Produced by the Selective Laser Melting Process. Journal of Thermal Spray Technology, 32(8), 2439–2459. https://doi.org/10.1007/s11666-023-01651-w

[23] Mallia, B., & Dearnley, P. A. (2007). The corrosion–wear response of Cr–Ti coatings. Wear, 263(1–6), 679–690. https://doi.org/10.1016/j.wear.2006.12.058

[24] ISHIZUKA, M., KAWAKAMI, H., SUZUKI, J., & OZAKI, H. (2014). D38 Study on laser melting quenching with added carbon of low-carbon steel. The Proceedings of The Manufacturing & Machine Tool Conference, 2014.10(0), 261–262. https://doi.org/10.1299/jsmemmt.2014.10.261

[25] Griffith, A. A. (1921). VI. The phenomena of rupture and flow in solids. Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical or Physical Character, 221(582–593), 163–198. https://doi.org/10.1098/rsta.1921.0006

[26] Ma, L., & Sherman, D. (2024). A search for the upper bound of the cleavage energy of silicon crystal. Engineering Fracture Mechanics, 299, 109966. https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2024.109966

[27] Shaheen-Mualim, M., Kovel, G., Atrash, F., Ben-Bashat-Bergman, L., Gleizer, A., Ma, L., & Sherman, D. (2023). From macro fracture energy to micro bond breaking

mechanisms – Shorter is tougher. Engineering Fracture Mechanics, 289, 109447. https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2023.109447

[28] Lou, W. Z., Liu, P., Li, K., & Ding, X. R. (2013). The Reliability of Micro-Spring under Dynamic Circumstances. Key Engineering Materials, 562–565, 1242–1245. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/kem.562-565.1242

[29] Zhou, C., & Zhu, Z. (2019). Study of crack dynamic propagation behavior of fine-grained concrete under static loading. International Journal of Fracture, 220(1), 113–125. https://doi.org/10.1007/s10704-019-00394-6

[30] Zhang, C., Li, D., Zhou, A., Ru, W., Zhu, Q., & Ma, J. (2024). Effect of loading rate on mode I fracture behavior of red sandstone: Insights from AE and DIC techniques. Theoretical and Applied Fracture Mechanics, 131, 104364. https://doi.org/10.1016/j.tafmec.2024.104364

[31] Muraoka, M., Ebata, K., & Abé, H. (1993). Effect of Humidity on Small-Crack Growth in Silica Optical Fibers. Journal of the American Ceramic Society, 76(6), 1545–1550. https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1993.tb03937.x

[32] Armstrong, J. L., Matthewson, M. J., & Kurkjian, C. R. (2000). Humidity Dependence of the Fatigue of High-Strength Fused Silica Optical Fibers. Journal of the American Ceramic Society, 83(12), 3100–3109. https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.2000.tb01689.x

Chapitre 2 *Méthode De Cractérisation Et Analyse Statistique De La Flabilité*

Sommaire de chapiter 2

Introduction 20

2.5. Essais de sollicitation mécanique 20

2.5.1. Essai de flexion trois points 20

2.5.2. Essais d'indentation (Vickers/Knoop) 20

2.6. Mesure des contraintes résiduelles induites par indentation 23

2.7. Renforcement du verre : La trempe chimique 25

2.7.1. Principe de l'échange ionique 25

2.7.2. État de contraintes résiduelles 26

2.7.3. Différence avec la trempe thermique 28

2.8. Analyse Statistique La Loi de Weibull 30

Conclusion 31

Introduction

La caractérisation mécanique du verre exige des méthodologies adaptées à sa nature fragile et probabiliste. Ce chapitre présente les outils expérimentaux et statistiques mobilisés dans cette étude : l'essai de flexion trois points pour la résistance à la rupture, les essais d'indentation Vickers/Knoop pour l'étude des défauts contrôlés, et la méthode des indentations secondaires pour évaluer les contraintes résiduelles. Le renforcement par trempe chimique est distingué de la trempe thermique, et les fondements de l'analyse de Weibull sont exposés pour modéliser la fiabilité des matériaux fragiles selon la théorie du maillon le plus faible.

2.1. Essais de sollicitation mécanique

2.1.1. Essai de flexion trois points

L'essai de flexion trois points constitue une méthode fondamentale en mécanique des matériaux pour évaluer la résistance à la flexion, en particulier pour les matériaux fragiles comme le verre. Son principe repose sur un montage expérimental simple mais rigoureusement défini : une éprouvette prismatique, généralement de section rectangulaire, est posée sur deux appuis simples distants d'une portée spécifiée (L). Une charge concentrée (F) est ensuite appliquée perpendiculairement à l'axe longitudinal de l'éprouvette, exactement à mi-portée, par l'intermédiaire d'un poinçon central. Ce dispositif génère un moment fléchissant qui varie linéairement le long de la poutre, atteignant son maximum précisément sous le poinçon central. En conséquence, la contrainte de flexion maximale se localise également à cet endroit, ce qui permet une détermination directe et ciblée de la résistance du matériau.

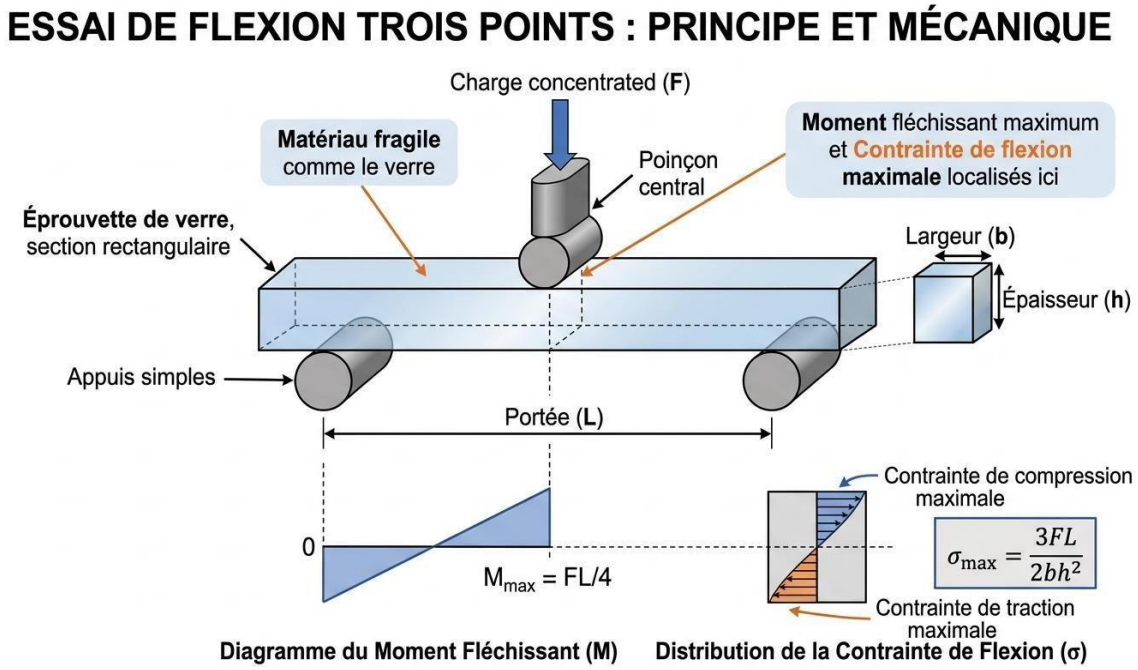


Figure.2.1: essai de flexion trois points

Les avantages de cette configuration sont multiples. Sa simplicité conceptuelle et opérationnelle en fait une méthode largement accessible, reproductible et facile à mettre en œuvre dans tout laboratoire de matériaux. L'interprétation des résultats est également directe, car le calcul de la contrainte maximale repose sur une formule analytique bien établie, issue de la théorie classique de la flexion des poutres (Euler-Bernoulli). Cependant, cette simplicité comporte des inconvénients notables. La principale critique concerne la concentration de contrainte locale sous le poinçon central. Cette singularité peut induire des modes de défaillance non représentatifs du comportement global en flexion du matériau, tels que l'écaillage ou la rupture prématurée due à des défauts de surface microscopiques situés précisément sous le point de chargement. De plus, l'essai est particulièrement sensible aux irrégularités géométriques de l'éprouvette et à la précision de l'alignement du montage, ce qui peut introduire des dispersions dans les résultats, surtout pour des matériaux hétérogènes comme le verre dont la résistance est fortement influencée par la distribution stochastique des défauts de surface [**1-2]**

les normes applicables au verre de construction, plusieurs normes internationaux régissent la mise en œuvre de l'essai de flexion trois points. La norme ISO 1288-5:2022 ("Verre dans la construction Détermination de la résistance à la flexion Partie 5 : Essai de flexion à trois points") fournit des spécifications détaillées concernant les dimensions des éprouvettes, les tolérances de chargement, les conditions environnementales et les critères d'acceptation des résultats. Cette norme s'applique spécifiquement au verre trempé et au verre feuilleté. Historiquement, la norme européenne EN 1288-3 a été largement utilisée pour les essais de flexion quatre points sur le verre plat, et ses principes ont été adaptés pour le verre courbé [**3-4-5]**. Aux États-Unis, la norme ASTM C158-22 ("Standard Test Methods for Strength of Glass by Flexure") est la référence pour déterminer la résistance à la flexion (module de rupture) du verre, bien qu'elle couvre à la fois les configurations trois et quatre points. Ces normes visent à standardiser les procédures afin de garantir la comparabilité des données de résistance, un élément crucial pour la conception et la vérification de la sécurité des structures en verre [**6-7].**

2.1.2. Essais d'indentation (Vickers/Knoop)

Les essais d’indentation Vickers et Knoop constituent des méthodes fondamentales en mécanique de la rupture pour caractériser les matériaux fragiles, notamment les céramiques et les verres. Leur principe repose sur la pénétration contrôlée d’un indenteur pyramidal en diamant dans la surface d’un matériau sous une charge normalisée, générant un endommagement localisé qui inclut à la fois une zone plastique et un système de fissures. Cet endommagement sert de défaut artificiel bien défini, permettant d’étudier les propriétés mécaniques locales telles que la dureté, la ténacité à la rupture et, de manière plus avancée, les interactions entre champs de contrainte résiduels.

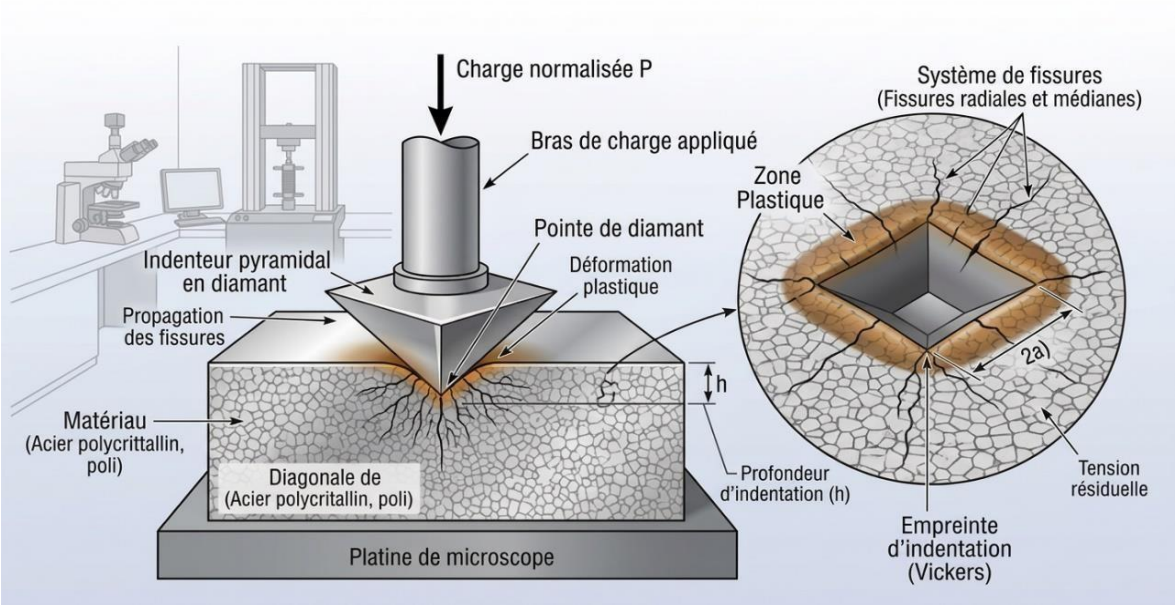


Figure.2.2: Schéma de l'essai d'indentation Vickers et mécanisme de fissuration

Le champ de contraintes induit par une indentation est complexe et tridimensionnel. Sous l'indenteur, une zone plastique se développe en raison des hautes pressions de contact. Lors du déchargement, le retrait élastique du matériau environnant cette zone plastique rigide crée un champ de contraintes résiduelles caractéristique : une zone de compression autour de l'empreinte entourée d'une zone de traction plus diffuse [**8]**. C'est précisément ce champ de traction résiduel qui est responsable de la nucléation et de la propagation des fissures. Dans les matériaux fragiles, deux types principaux de fissures sont observés : les fissures radiales, qui émergent perpendiculairement à la surface depuis les coins de l'empreinte, et les fissures médianes, qui se propagent sous la surface le long des plans de symétrie de l'indenteur avant de se connecter aux fissures radiales [**9]**. La morphologie de ce système de fissuration dépend fortement de la géométrie de l'indenteur. L'indenteur Vickers, à base carrée, génère un système de fissures plus symétrique mais plus profond, tandis que l'indenteur Knoop, à base rhomboïdale allongée, produit une zone plastique plus superficielle et une fissure radiale-médiane dominante le long de son axe long, ce qui le rend particulièrement adapté pour les études de croissance de fissures contrôlées [**10]**.

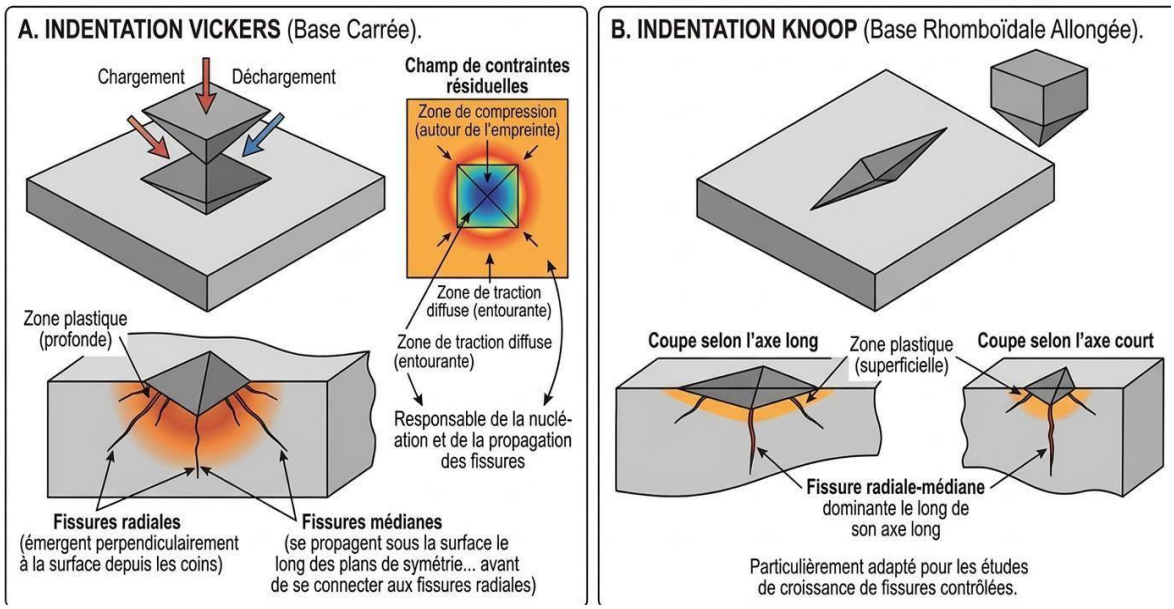


Figure.2.3: système de fissuration et champs de contraintes lors de l'indentation

2.2. Mesure des contraintes résiduelles induites par indentation

L'étude des contraintes résiduelles par indentation, en particulier à travers la création de fissures secondaires à proximité d'une indentation principale, constitue une méthode expérimentale avancée pour cartographier indirectement les champs de contrainte complexes induits dans les matériaux fragiles comme le verre sodocalcique. Cette approche repose sur le principe fondamental que la nucléation et la propagation des fissures sont directement contrôlées par l'état local de contrainte. En introduisant un défaut secondaire (une nouvelle indentation) dans le champ de contraintes résiduelles généré par un premier défaut, on peut observer comment ce champ préexistant module la réponse mécanique locale, révélant ainsi sa nature (compressive ou tractive) et son intensité.

Le protocole expérimental typique commence par la réalisation d'une indentation principale sous une charge suffisamment élevée (par exemple, 7 N, comme mentionné dans les discussions précédentes) pour générer un système de fissures radiales/médianes bien développé et une zone plastique significative. Cette indentation crée un champ de contraintes résiduelles permanent : une zone compressive localisée autour de l'empreinte, entourée d'une zone de traction plus étendue qui est responsable de la propagation des fissures observées après déchargement [**11**]. Ce premier site sert de source perturbatrice dont le champ influence mécaniquement le matériau environnant.

Ensuite, une série d'indentations secondaires sont réalisées à des distances variables (d) de cette indentation principale. La distance d est un paramètre critique qui détermine le degré de superposition entre le champ de contrainte résiduel de la première indentation et celui généré par la seconde. L'observation de la longueur, de la morphologie et même de la probabilité de nucléation des fissures issues de ces indentations secondaires fournit des

informations qualitatives et quantitatives sur le champ résiduel. Par exemple, si une indentation secondaire est placée dans une région où le champ résiduel est fortement compressif, la contrainte effective nécessaire pour initier une nouvelle fissure augmente. Cela se traduit par des fissures secondaires plus courtes, voire par une absence totale de fissuration à très faible distance, un phénomène connu sous le nom d'effet d'écran (screening effect). À l'inverse, si l'indentation secondaire est positionnée dans une zone de traction résiduelle, la contrainte seuil pour la fissuration diminue, conduisant à des fissures secondaires plus longues ou à une nucléation facilitée, illustrant un effet d'amplification [**12]**.

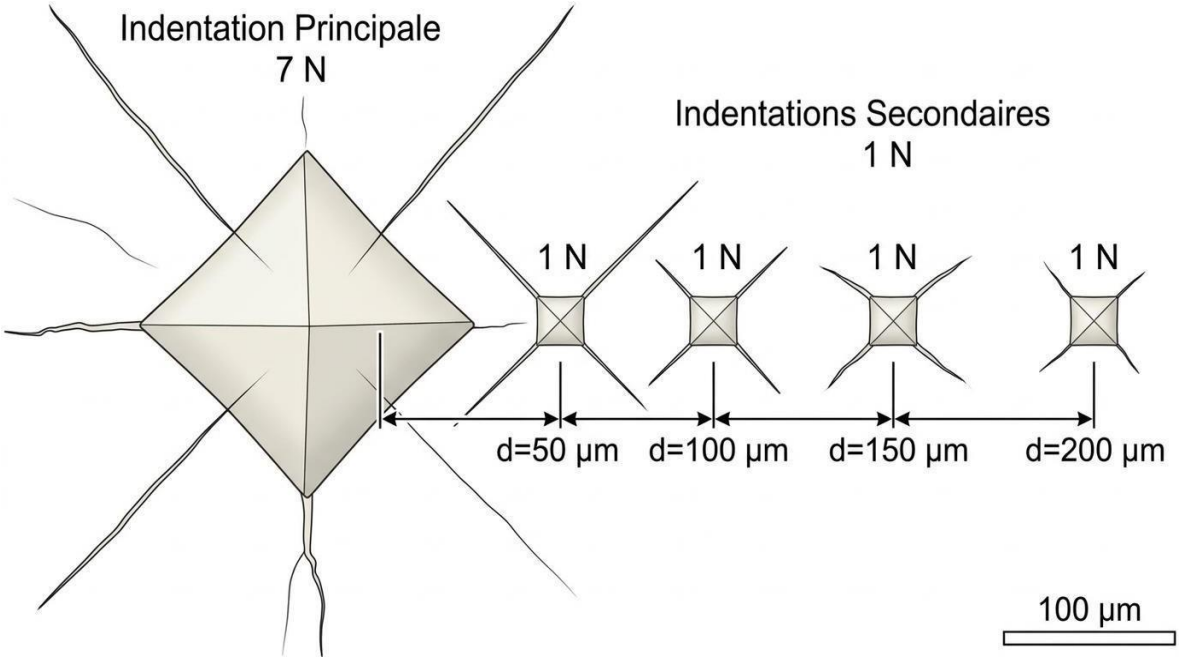


Figure.2.4: indentations secondaires au voisinage de l'indentation principale

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

$$Kc = \chi_r p / c_0^{\frac{3}{2}} \qquad (\mathbf{2.1})$$

Avec : est le facteur d'intensité de contrainte au front de la fissure d'indentation, P est la charge d'indentation, C_0 la longueur de la fissure à cette charge et χ est une constante sans dimension qui est liée au rapport du module d'élasticité à la dureté (E/H). Dans le cas où la deuxième indentation sera effectuée dans un milieu contraint au voisinage d'une première empreinte, la longueur de la fissure de cette deuxième indentation prend la valeur C_1 au lieu de C_0 ($C_0 < C_1$) à cause de l'effet de la contrainte résiduelle extensive σr de la première indentation, ou prend la valeur C_2 ($C_0 > C_2$) à cause de l'effet de la contrainte résiduelle compressive σ_c de la première indentation. Encore, si le facteur d'intensité de

contrainte au niveau du front de la fissure est supposé toujours égal à Kc donc l'équation précédente [**13].**

- Pour contrainte extensive

$$\sigma_r = K_c \frac{1-\left(\frac{c_0}{c_1}\right)^{3/2}}{\phi c_1^{1/2}} \quad \textbf{(2.2)}$$

- Pour la contrainte compressive

$$\sigma_c = -K_c \frac{1-\left(\frac{c_0}{c_2}\right)^{3/2}}{\phi c_2^{1/2}} \quad \textbf{(2.3)}$$

Où Φ est une autre constante liée à la géométrie de la fissure et les conditions de chargement

2.3. Renforcement du verre : La trempe chimique

2.3.1. Principe de l'échange ionique

Le principe de l'échange ionique tel que décrit dans la question—le remplacement systématique des ions Na^+ par des ions K^+ plus volumineux dans un bain de sels fondus comme le KNO_3 nécessite une clarification fondamentale basée sur les lois de la thermodynamique et de la cinétique. Bien que cette description soit couramment utilisée dans le contexte du renforcement chimique du verre, elle repose sur une simplification qui peut induire en erreur si elle n'est pas correctement contextualisée. L'analyse rigoureuse montre que le phénomène observé n'est pas un « échange ionique » au sens classique (comme dans les résines ou zéolithes), mais plutôt un processus de diffusion interstitielle couplée à une relaxation structurale, piloté par un gradient de concentration et non par une affinité intrinsèque du bain fondu pour remplacer Na^+ par K^+.

Dans un bain de KNO_3 fondu, les ions K^+ et NO_3^- sont déjà dissociés et libres ; il n'existe aucune phase fixe chargée capable d'échanger sélectivement des contre-ions. Le moteur du processus réside dans la différence de potentiel chimique entre les ions K^+ dans le bain et les ions Na^+ dans le verre. Lorsqu'un verre sodocalcique est immergé dans un bain de KNO_3 à haute température (typiquement 400–500 °C), les ions Na^+ du verre diffusent vers l'extérieur, tandis que les ions K^+ du bain diffusent vers l'intérieur. Ce mouvement n'est pas dû à une préférence thermodynamique du bain pour K^+, mais à la concentration initiale élevée de K^+ dans le bain et à la mobilité accrue des ions alcalins dans le réseau vitreux à ces températures [**14-15]**.

La clé du renforcement mécanique réside dans la différence de rayon ionique : le rayon ionique de K^+ (~138 pm) est effectivement plus grand que celui de Na^+ (~102 pm) 3.

Lorsque les ions K^+ pénètrent dans les sites initialement occupés par Na^+ dans le réseau silicaté, ils provoquent une dilatation locale du réseau. Cette dilatation génère une contrainte de compression à la surface du verre, ce qui améliore considérablement sa résistance aux dommages [**15-17]**. Cependant, cette insertion n'est pas spontanée au sens thermodynamique pur ; elle est rendue possible par l'énergie thermique fournie par le traitement à haute température, qui permet au réseau vitreux de se relâcher partiellement pour accommoder les ions plus gros [**16]**.

Des études spectroscopiques par XANES ont confirmé que l'échange Na^+/K^+ induit un raccourcissement des distances de liaison Na–O, Ca–O et Mg–O dans le verre, ce qui facilite l'accommodation des ions K^+ plus volumineux et conduit à une relaxation partielle de la contrainte développée [**16]**. De plus, la présence d'impuretés dans le bain de sel, comme les ions Ca^{2+} ou Na^+ résiduels, peut gravement perturber ce processus en « bloquant » les sites d'échange, ce qui réduit la contrainte de compression finale [**18-19-20]**. Cela souligne que le processus est extrêmement sensible à la pureté du bain et à l'historique thermique du verre [**14]**.

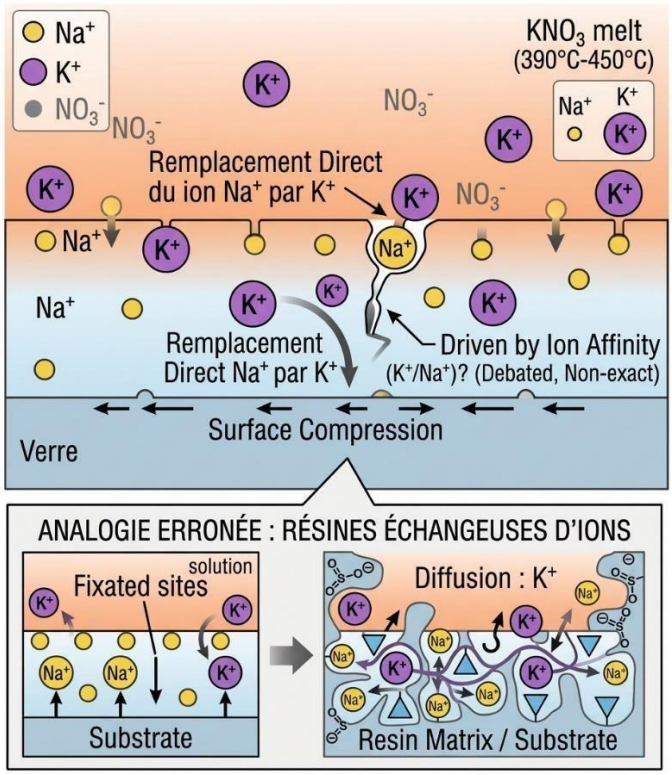


Figure.2.5: trempe chimique du verre

2.3.2. État de contraintes résiduelles

L'état de contraintes résiduelles induit par la trempe chimique dans le verre constitue un mécanisme fondamental d'amélioration de la résistance à la rupture, reposant sur une distribution ingénieuse des contraintes internes. Ce processus repose sur l'échange ionique les ions sodium (Na^+) présents près de la surface du verre sont remplacés par des ions

potassium (K^+) plus volumineux provenant d'un bain de sel fondu, généralement du nitrate de potassium (KNO_3). Cette substitution s'effectue à une température inférieure à la température de transition vitreuse (Tg), ce qui permet aux ions modificateurs du réseau de diffuser tout en maintenant la rigidité du réseau silicaté amorphe [**21]**. L'introduction d'ions K^+ plus gros crée une surcharge locale en volume à la surface, générant une contrainte de compression superficielle significative.

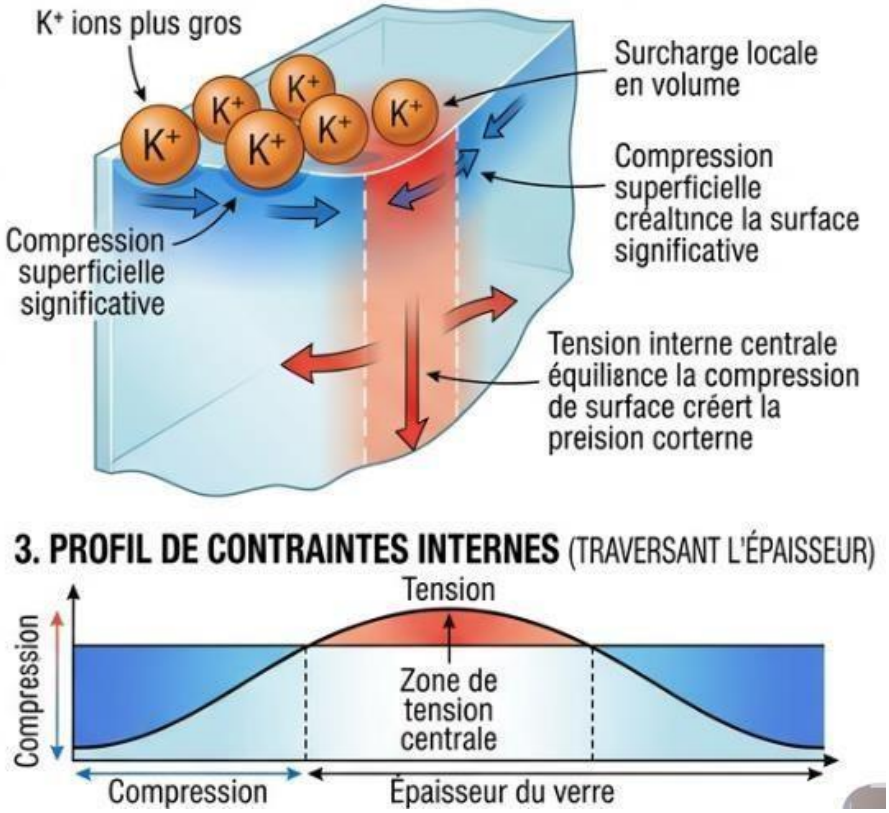


Figure.2.6: Mécanisme structural et profil de contraintes internes du verre trempé chimiquement

Pour préserver l'équilibre mécanique global du matériau car les contraintes résiduelles forment un système auto-équilibré cette compression de surface est nécessairement compensée par une zone centrale soumise à une contrainte de traction. Cette configuration biphasée, avec une couche externe en compression et un cœur en tension, est la signature même des matériaux renforcés par trempe chimique [**22]**. La profondeur de cette couche comprimée, est un paramètre critique déterminé par la cinétique de diffusion des ions, elle même fonction de la température et de la durée du traitement [**23]**.

Le mécanisme par lequel cet état de contrainte inhibe la propagation des fissures est directement lié à la physique de la rupture des matériaux fragiles. Le verre, en tant que matériau intrinsèquement fragile, possède une résistance à la traction extrêmement faible, mais une résistance à la compression très élevée. Une fissure, pour se propager, nécessite un champ de contraintes ouvertes (en traction) à son extrémité (son « front »). Lorsqu'une fissure initie à la surface du verre trempé chimiquement, elle se trouve immédiatement

plongée dans un environnement de contrainte compressive. Cette compression agit comme une force de serrage qui maintient mécaniquement les lèvres de la fissure fermées, empêchant ainsi toute ouverture significative du front de fissure [**24]**.

Pour qu'une fissure puisse progresser, l'énergie mécanique fournie par une charge externe appliquée doit être suffisante non seulement pour vaincre la ténacité intrinsèque du verre, mais

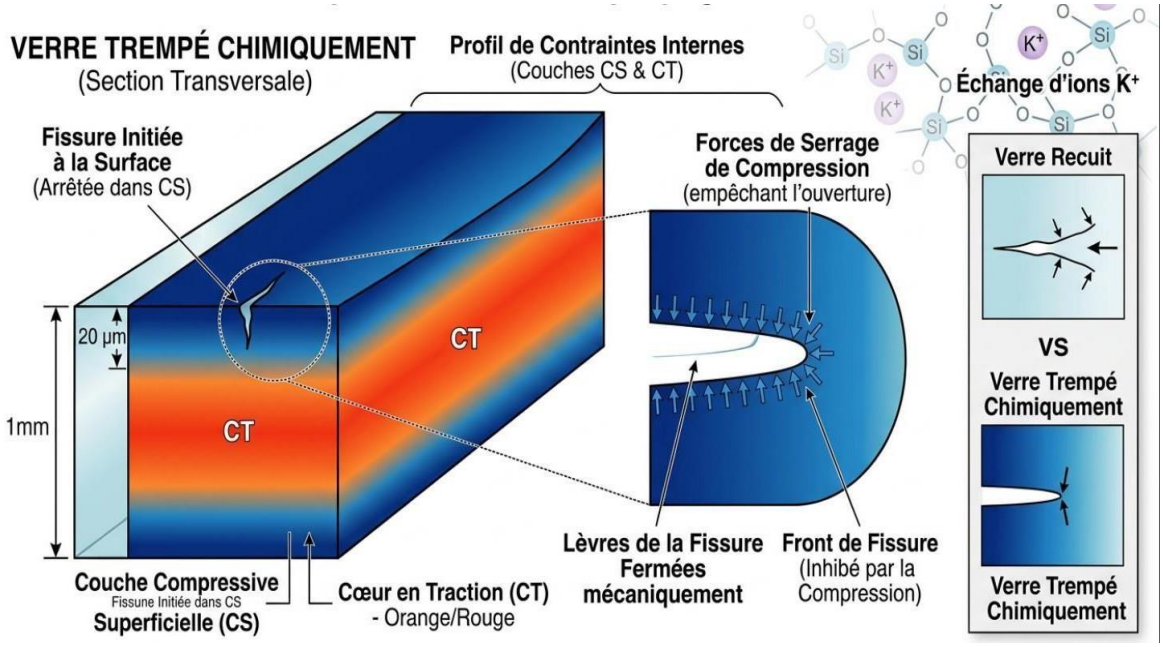


Figure.2.7: Structure en coupe transversale et mécanisme de renforcement d'un verre trempé chimiquement

Aussi pour surmonter cette « dette de contrainte » représentée par la compression résiduelle. En d'autres termes, la fissure doit d'abord s'allonger suffisamment pour traverser entièrement la couche comprimée et atteindre la zone centrale en traction, où les conditions deviennent favorables à sa propagation rapide et catastrophique. Cette exigence impose une longueur critique de fissure bien supérieure à celle observée dans un verre non renforcé. Par conséquent, sous des charges de service typiques, la majorité des microfissures de surface, même si elles sont présentes, restent piégées et inactives dans la zone comprimée, ce qui se traduit par une augmentation spectaculaire de la résistance apparente à la rupture et de la fiabilité du matériau [**25]**.

2.3.3. Différence avec la trempe thermique

La trempe thermique est un procédé physique rapide, généralement mesuré en secondes ou en quelques minutes. Il consiste à chauffer une plaque de verre au-dessus de sa température de transition vitreuse (Tg), typiquement entre 600 et 700 °C pour les verres sodocalciques, puis à refroidir ses surfaces de manière extrêmement rapide, le plus souvent par des jets d'air froids [**26].[27]**. Ce refroidissement inégal crée un gradient thermique : les surfaces se solidifient en premier sous contrainte, tandis que le cœur, encore chaud et

visqueux, continue à se contracter lors de son propre refroidissement. Cette contraction du cœur tire les surfaces déjà rigides vers l'intérieur, générant ainsi un état de contrainte résiduelle caractérisé par une forte compression en surface et une tension compensatoire dans le cœur [**28]**. Cependant, ce processus impose des contraintes géométriques sévères. Pour éviter la déformation par flambage ou la rupture thermique due aux gradients de température, la trempe thermique exige une épaisseur minimale, généralement supérieure à 3 mm, et ne s'applique qu'à des formes simples comme des plaques planes ou très faiblement courbées [**29]**. Toute forme complexe ou tout verre trop fin ne pourrait pas supporter les contraintes thermiques induites sans se déformer ou se briser.

En revanche, la trempe chimique, également appelée renforcement par échange ionique, est un procédé chimique intrinsèquement plus lent, se déroulant sur plusieurs heures. Elle repose sur la diffusion d'ions dans le réseau vitreux. Le verre, contenant initialement des ions modificateurs de petit rayon (comme Na^+), est immergé dans un bain fondu de sel contenant des ions de plus grand rayon (comme K^+) à une température bien en dessous de sa Tg, typiquement entre 400 et 500 °C. À cette température, le réseau silicaté principal reste rigide et ne peut pas se déformer, mais les ions modificateurs restent mobiles. Un échange ionique se produit alors : les ions Na^+ du verre diffusent hors de la surface pour entrer dans le bain, tandis que les ions K^+ plus volumineux du bain diffusent dans le verre pour les remplacer. L'insertion forcée de ces ions plus gros dans des sites conçus pour des ions plus petits génère une puissante contrainte compressive biaxiale dans une couche superficielle, dont la profondeur est contrôlée par le temps et la température du traitement [**30]**. La lenteur de ce processus, gouverné par les lois de la diffusion (Fick), est précisément ce qui lui confère ses avantages majeurs en termes d'applicabilité.

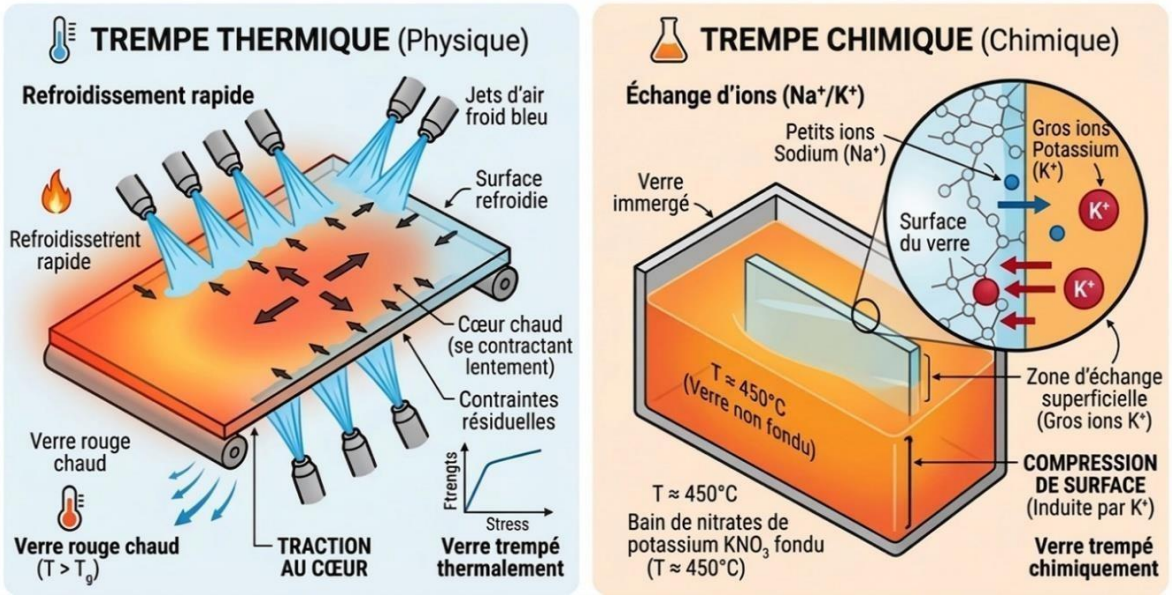


Figure.2.8: Comparaison des procédés de trempe thermique et chimique du verre

2.4. Analyse Statistique La Loi de Weibull

Le fondement physique de l'analyse statistique de la rupture repose sur la théorie du maillon le plus faible. Cette théorie postule qu'un volume de matériau peut être considéré comme une chaîne composée d'une multitude de maillons. La rupture globale de l'échantillon survient dès que le maillon le plus faible correspondant au défaut le plus critique ou "pire défaut » cède sous la contrainte [**31].**

L'analyse de Weibull est une méthode statistique incontournable en ingénierie de la fiabilité et en analyse de survie, privilégiée pour sa capacité à modéliser une grande variété de comportements de durée de vie. Elle se révèle particulièrement efficace pour caractériser les défaillances, car ses paramètres s'ajustent dynamiquement pour refléter des taux de rupture décroissants, constants ou croissants selon la période observée. Cette adaptabilité fait de la distribution de Weibull un outil essentiel pour évaluer la fiabilité des produits, anticiper les risques de panne et orienter les décisions stratégiques dans de nombreux secteurs industriels et scientifiques [**32]**.

Sur le plan mécanique, la dispersion statistique des propriétés de rupture telles que la contrainte à la rupture, l'allongement, la ténacité ou l'endurance en fatigue est intrinsèquement liée à la répartition des défauts dans le matériau. Le principe du « maillon le plus faible » pose ici que le défaut de taille maximale est celui qui dicte la résistance mécanique finale. En se fondant sur cette théorie, Weibull a établi une distribution empirique devenue un standard pour l'analyse des céramiques et des métaux, dont la fonction de répartition est définie comme suit :

$$P = 1 - \exp\left[-\left(\frac{\sigma - \sigma_T}{\sigma_0}\right)^m\right] \qquad \textbf{(2.4)}$$

Dans ce modèle, la variable (P) désigne la probabilité de rupture pour une sollicitation donnée (σ) (telle qu'une contrainte, une déformation ou une durée de vie en fatigue) ou pour une valeur inférieure. Le paramètre de seuil, (σ_T), représente la limite en deçà de laquelle aucune défaillance n'est théoriquement attendue. Par ailleurs, le terme (σ_0) correspond au paramètre d'échelle, tandis que (m) définit le paramètre de forme, également connu sous le nom de module de Weibull. Enfin, la représentation graphique de Weibull constitue la méthode la plus courante pour visualiser l'ajustement des données à cette loi ; elle repose sur une forme réarrangée de l'équation [6], exprimée sous [**33]** :

$$\ln\left[-\ln(1-P)\right] = m\ln(\sigma - \sigma_T) - m\ln(\sigma_0) \qquad \textbf{(2.5)}$$

Il est à noter que l'équation [6] présente une forme linéaire lorsque le membre de gauche de l'équation est tracé en fonction de $\ln(\sigma - \sigma_T)$ avec une pente égale à m et une ordonnée à l'origine de $-m\ln(\sigma_0)$. Alternativement, le tracé probabiliste de Weibull peut être obtenu en représentant le membre de gauche en fonction de $-m\ln(\sigma_0)$. Cette méthode de représentation fournit une relation linéaire uniquement lorsque $\sigma_T = 0$. Le module de

Weibull m est un paramètre du matériau qui caractérise la dispersion des défauts ; il décrit la largeur ou l'étendue de la distribution des tailles de défauts. Une valeur élevée de m correspond à une population de défauts présentant une dispersion de tailles moindre [**34]**.

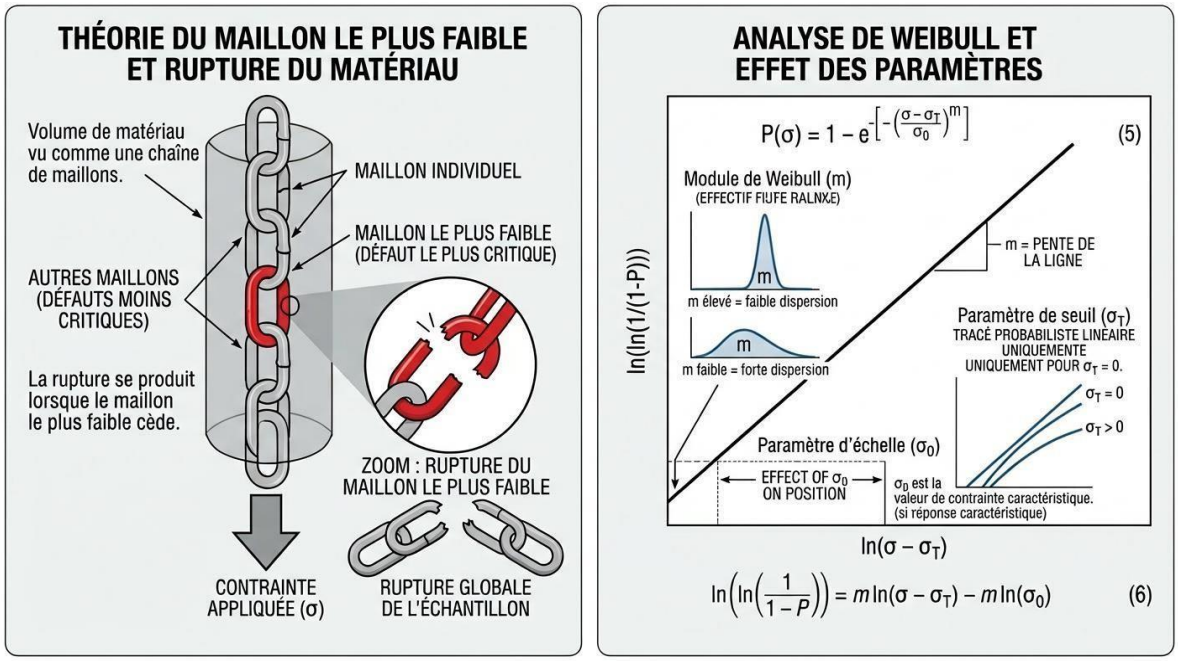


Figure.2.9: Théorie du maillon le plus faible et influence des paramètres de Weibull

Conclusion

Ce chapitre a présenté les méthodes de caractérisation mécanique et les outils statistiques nécessaires à l'évaluation de la fiabilité du verre. L'essai de flexion trois points et les essais d'indentation constituent les approches complémentaires de référence, tandis que la méthode des indentations secondaires permet d'évaluer quantitativement les contraintes résiduelles. La trempe chimique, par échange ionique Na^+/K^+, offre des avantages décisifs sur la trempe thermique pour les géométries complexes et les faibles épaisseurs, via la création d'un profil de contraintes compressives superficielles. L'analyse de Weibull, avec ses paramètres *m* (module de forme) et $\sigma 0$ (paramètre d'échelle), fournit le cadre mathématique pour traiter la dispersion statistique inhérente à la rupture fragile et extrapoler les résultats vers des probabilités de défaillance compatibles avec les exigences structurelles.

Bibliographie

[1] Tsai, M. Y., Chen, H. J., & Yeh, J. H. (2019). Evaluation of Bending Strength of Window Glass Substrate With Considerations of Uni- and Bi-Axial Loading and Free Edge Stresses. Journal of Electronic Packaging, 141(4). https://doi.org/10.1115/1.4044961

[2] Franco, A., & Royer-Carfagni, G. (2015). Critical issues in the design-by-testing of annealed glass components. Engineering Structures, 99, 108–119. https://doi.org/10.1016/j.engstruct.2015.04.025

[3] Weller Bernhard, Engelmann Michael, Krampe Philipp, & Reich Stefan. (2012). Curved Glass in Four-Point Bending. In Challenging Glass 3. IOS Press. https://doi.org/10.3233/978-1-61499-061-1-865

[4] Bukieda, P., Engelmann, M., Weller, B., & Elstner, M. (2018). Thermally Curved Glass - Research and Standardisation of the Four-Point Bending Test. Challenging Glass Conference Proceedings, Vol. 6 (2018): Challenging Glass 6. https://doi.org/10.7480/CGC.6.2120

[5] Bukieda, P., Engelmann, M., & Weller, B. (2018). Testing Procedure and the Effect of Testing Machinery on Four-Point Bending of Curved Glass. Ce/Papers, 2(5–6), 311–323. https://doi.org/10.1002/cepa.933

[6] Badalassi, M., Biolzi, L., Royer-Carfagni, G., & Salvatore, W. (2014). Safety factors for the structural design of glass. Construction and Building Materials, 55, 114–127. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.01.005

[7] Symoens, E., Van Coile, R., Jovanović, B., & Belis, J. (2023). Probability Density Function Models for Float Glass under Mechanical Loading with Varying Parameters. Materials, 16(5), 2067. https://doi.org/10.3390/ma16052067

[8] Zeng, K., Giannakopoulos, A. E., Rowcliffe, D., & Meier, P. (1998). Residual Stress Fields at the Surface of Sharp Pyramid Indentations. Journal of the American Ceramic Society, 81(3), 689–694. https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1998.tb02390.x

[9] Lube, T. (2001). Indentation crack profiles in silicon nitride. Journal of the European Ceramic Society, 21(2), 211–218. https://doi.org/10.1016/s0955-2219(00)00197-7

[10] Rickhey, F., Lee, J. H., & Lee, H. (2016). XFEM investigation on Knoop indentation cracking: Fracture toughness and aspect-ratio of radial-median cracks. Materials & Design, 107, 393–405. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.06.074

[11] Rickhey, F., Lee, J. H., & Lee, H. (2016). XFEM investigation on Knoop indentation cracking: Fracture toughness and aspect-ratio of radial-median cracks. Materials & Design, 107, 393–405. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.06.074

[12] Zhang, B., Yoshioka, M., & Hira, S. (2008). Experimental observation and numerical analysis of cracking phenomena in adjoining Vickers indentations on glass surface. Journal of

Materials Processing Technology, 208(1–3), 171–178. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2007.12.141

[13] YOUNES L. Effets des traitements sur les contraintes et les fissures d'indentation. Mémoire de Magister en Mécanique Appliquée. Sétif : Université Ferhat Abbas, Institut d'Optique et de Mécanique de Précision, 2011.

[14] Svenson, M. N., Thirion, L. M., Youngman, R. E., Mauro, J. C., Bauchy, M., Rzoska, S. J., Bockowski, M., & Smedskjaer, M. M. (2016). Effects of Thermal and Pressure Histories on the Chemical Strengthening of Sodium Aluminosilicate Glass. Frontiers in Materials, 3. https://doi.org/10.3389/fmats.2016.00014

[15] Thirion, L. M., Streltsova, E., Lee, W.-Y., Bao, Z., He, M., & Mauro, J. C. (2014). Compressive stress profiles of chemically strengthened glass after exposure to high voltage electric fields. Journal of Non-Crystalline Solids, 394–395, 6–8. https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2014.04.003

[16] Ragoen, C., Cormier, L., Bidegaray, A.-I., Vives, S., Henneman, F., Trcera, N., & Godet, S. (2018). A XANES investigation of the network-modifier cations environment before and after the Na+/K+ ion-exchange in silicate glasses. Journal of Non-Crystalline Solids, 479, 97–104. https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2017.10.021

[17] Betke, U., Zander, P. V. D., & Scheffler, M. (2024). Strength Increase of Alumina Foams by a Sodium Aluminosilicate Glass Coating with Subsequent Na⁺ ↔ K⁺ Ion Exchange (Gorilla Glass Coating). Advanced Engineering Materials, 26(18). https://doi.org/10.1002/adem.202400521

[18] LEE, H., KIM, S., KIM, S., & LEE, S. (2021). Additive effect in salt bath for glass strengthening. Journal of the Ceramic Society of Japan, 129(2), 122–125. https://doi.org/10.2109/jcersj2.20144

[19] Xiangchen, Z., Ouli, H., Cengzuo, X., & Yinghuan, Z. (1986). The effect of impurity ions in molten salt KNO3 on ion-exchange and strengthening of glass. Journal of Non-Crystalline Solids, 80(1–3), 313–318. https://doi.org/10.1016/0022-3093(86)90412-6

[20] Sglavo, V. M., Talimian, A., & Ocsko, N. (2017). Influence of salt bath calcium contamination on soda lime silicate glass chemical strengthening. Journal of Non-Crystalline Solids, 458, 121–128. https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2016.12.023

[21] Pintori, G., & Sglavo, V. M. (2023). Electric-field assisted ion-exchange of innovative float glass. Journal of Non-Crystalline Solids, 600, 121994. https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2022.121994

[22] Egboiyi, B., & Sain, T. (2020). The Competing Effect of Initial Crack Depth Versus Chemical Strengthening Parameters on Apparent Fracture Toughness of Sodium Aluminosilicate Glass (Version 1). arXiv. https://doi.org/10.48550/ARXIV.2012.04732

[23] Banapour Ghaffari, O., Eftekhari Yekta, B., & Zakeri-Nasrabadi, M. (2024). Estimating "depth of layer" (DOL) in ion-exchanged glasses using explainable machine learning. Materialia, 33, 102027. https://doi.org/10.1016/j.mtla.2024.102027

[24] Gu, J., Fu, S., Ping, H., Ji, W., Zou, J., Wang, H., Wang, W., Zhang, F., Liu, H., & Fu, Z. (2024). Idea of macro-scale and micro-scale prestressed ceramics. Interdisciplinary Materials, 3(6), 897–906. https://doi.org/10.1002/idm2.12224

[25] Wiederhorn, S. M., & Clarke, D. R. (2022). Architectural Glass. Annual Review of Materials Research, 52(1), 561–592. https://doi.org/10.1146/annurev-matsci-101321-014417

[26] Kim, Y. S., & Jeon, E. S. (2023). Analyzing the stress characteristics of glass as a function of cooling rate when applying air and mist for rapid cooling of glass heated to high temperatures. Thermal Science and Engineering Progress, 46, 102257. https://doi.org/10.1016/j.tsep.2023.102257

[27] Hua, Y., Fengxiao, L., & Liang, T. (2024). Coupled fluid-thermal-structural analysis during the air cooling for glass tempering. Applied Thermal Engineering, 240, 122260. https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2023.122260

[28] Ono, M., Amma, S., Miyajima, T., Yoda, K., Kato, Y., & Ito, S. (2024). Effective thermal strengthening of glass by enhanced configurational entropy at its supercooled state. Materials & Design, 238, 112661. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2024.112661

[29] Jinshu, C., Lianying, Z., & Xianchun, L. (2012). Method Discussion of Glass Tempering. In Cailiao daobao.

[30] Fujiwara, Y., Kashima, I., & Akiba, S. (2018). 31-4: Ultra-Thin Chemically Strengthened Cover Glass with High Impact Failure Resistance for Foldable Devices. SID Symposium Digest of Technical Papers, 49(1), 401–404. https://doi.org/10.1002/sdtp.12584

[31] Ornaghi, B. P., Meier, M. M., Rosa, V., Cesar, P. F., Lohbauer, U., & Braga, R. R. (2012). Subcritical crack growth and in vitro lifetime prediction of resin composites with different filler distributions. Dental Materials, 28(9), 985–995. https://doi.org/10.1016/j.dental.2012.05.001

[32] Osuchukwu, O. A., Salihi, A., Ibrahim, A., Audu, A. A., Makoyo, M., Mohammed, S. A., Lawal, M. Y., Etinosa, P. O., Isaac, I. O., Oni, P. G., Oginni, O. G., & Obada, D. O. (2024). Weibull analysis of ceramics and related materials: A review. Heliyon, 10(12), e32495. https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2024.e32495

[33] Barbieri, R. A., Perottoni, C. A., & Zorzi, J. E. (2012). Influence of Sintering Temperature on the Mechanical Properties of Alumina Springs. International Journal of Applied Ceramic Technology, 9(3), 599–605. https://doi.org/10.1111/j.1744-7402.2011.02682.x

[34] Trustrum, K., Jayatilaka, A. De S. (1979) On estimating the Weibull modulus for a brittle material. Journal of Materials Science, 14. 1080-1084. doi:10.1007/bf00561290

Chapitre 3 *Partie Expérimental*

Sommaire de Chapiter 3

Introduction 36

3.2 Matériaux utilisés 36

3.2.1 Le verre 36

3.2.2 nitrates de potassium 38

3.2.3 Acétones 39

3.3. Matériels utilisés 40

3.3.1. Four électrique 40

3.3.2. Dispositif d'émersion 41

3.3.3. Duromètre 42

3.3.4. Microscope optique 43

3.3.5. Spectromètre de fluorescence des rayons X (FRX) 43

3.3.6. Machine de traction 44

Introduction

Le verre flotté, malgré ses excellentes propriétés optiques et sa résistance à la compression, demeure un matériau fragile en traction en raison de sa structure amorphe et de la sensibilité de ses surfaces aux défauts microstructuraux. La trempe chimique constitue une technique de renforcement privilégiée qui, par échange ionique $Na^+ \leftrightarrow K^+$ en surface, induit des contraintes résiduelles compressives augmentant significativement la résistance mécanique sans déformation dimensionnelle.

La caractérisation de ces contraintes résiduelles et de leur impact sur le comportement mécanique du verre requiert des approches expérimentales complémentaires. La micro-indentation instrumentée permet une évaluation locale des champs de contraintes à l'échelle micrométrique, tandis que l'essai de flexion trois points associé à l'analyse statistique de Weibull fournit une caractérisation structurale et probabiliste de la résistance à la rupture.

Ce chapitre présente la partie expérimentale dédiée à l'étude du verre flotté de production nationale du groupe CEVITAL (dimensions 60 mm × 25 mm × 3 mm), à l'état brut et après trempe chimique de 2 heures. Deux campagnes expérimentales sont conduites : (i) une campagne d'indentation instrumentée combinant une charge principale de 7 N et des charges satellites de 1 N positionnées à des distances variables (100–450 µm), et (ii) des essais de flexion trois points à vitesses de déformation variables, permettant l'extraction des paramètres de Weibull η et β.

3.1 Matériaux utilisés

3.1.1 Le verre

Le matériau étudié est un verre flotté de fabrication nationale produit par le groupe CEVITAL (usine MFG). Il s'agit d'un verre sodocalcique standard d'épaisseur 3 mm, conforme aux spécifications industrielles du procédé de flottage.

À partir de plaques brutes, des éprouvettes ont été découpées aux dimensions suivantes :

- Longueur : 60 mm
- Largeur : 25 mm
- Épaisseur : 3 mm

Ces dimensions ont été choisies en conformité avec les normes d'essai de flexion trois points pour les matériaux fragiles, tout en assurant un rapport longueur/largeur compatible avec les montages d'essai disponibles. Les faces des échantillons ont été conservées dans leur état brut de fabrication (surface de feu côté atmosphère et côté étain), sans polissage ni traitement mécanique de surface préalable, afin de préserver la représentativité des conditions industrielles réelles.

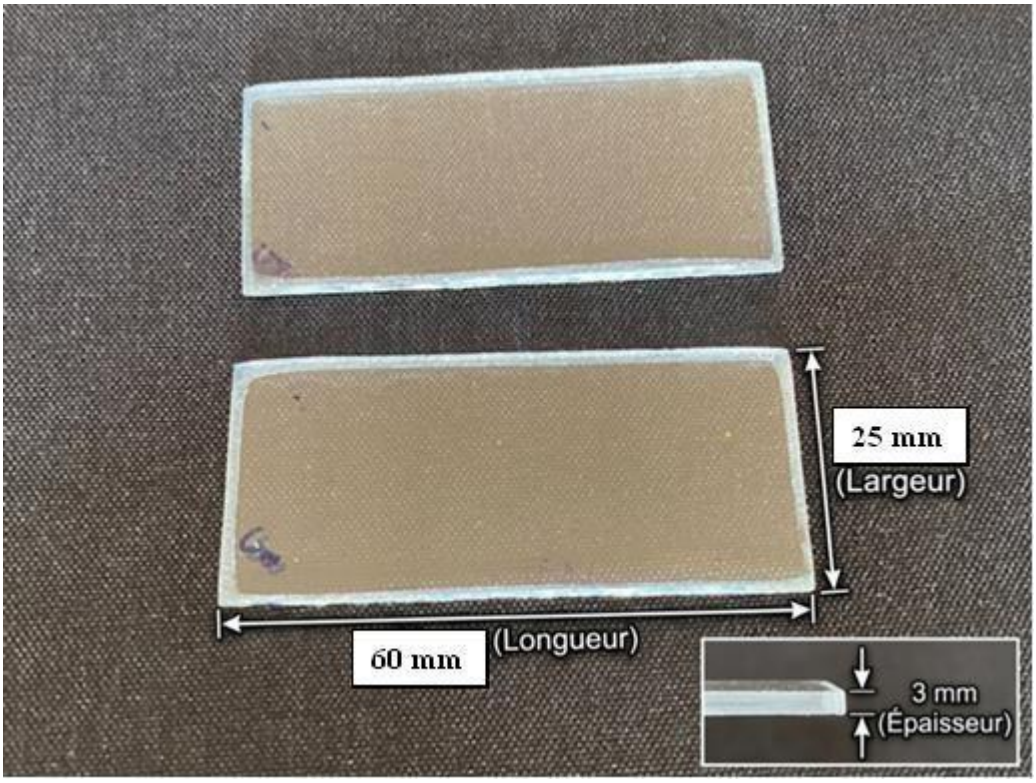


Figure 3.1 : Éprouvettes de verre flotté CEVITAL : dimensions et géométrie.

La composition chimique du verre flotté utilisé dans cette étude, déterminée par analyse chimique, est résumée dans le **Tableau 3.1**. Les principaux constituants sont le dioxyde de silicium (SiO_2), la soude (Na_2O) et la chaux (CaO), caractéristiques d'un verre sodocalcique standard. La présence d'alumine (Al_2O_3) et d'oxyde de magnésium (MgO) contribue à la stabilité chimique et à la durabilité du réseau vitreux, tandis que les oxydes de fer (Fe_2O_3), bien que présents en faible proportion, influencent légèrement les propriétés optiques du matériau.

Tableau 3.1 : Composition chimique (en % massique) du verre flotté CEVITAL (MFG) d'épaisseur 3 mm.

Oxide	**wt%**
SiO_2	70.1
Na_2O	14.4
CaO	9.12
MgO	0.826
Al_2O_3	0.515
K_2O	0.156
SO_3	0.0749

3.1.2 nitrates de potassium

Le renforcement des éprouvettes de verre a été réalisé par trempe chimique ionique selon le procédé d'échange $Na^+ \leftrightarrow K^+$. Le bain de traitement était constitué de nitrates de potassium (KNO_3) d'une pureté chimique de 99 %, fournis sous forme de poudre cristalline blanche. Ce sel fondu, choisi pour sa stabilité thermique et sa capacité d'échange ionique élevée à température modérée.

Les caractéristiques physico-chimiques usuelles du **nitrate de potassium (KNO_3)**, agent de trempe chimique utilisé dans cette étude, sont regroupées dans le **Tableau 3.2**. Ce sel ionique, sélectionné pour sa stabilité thermique et sa capacité d'échange ionique avec le verre sodocalcique, présente un point de fusion d'environ 334 °C, compatible avec les températures de traitement de trempe chimique généralement employées (380–450 °C). Sa masse molaire de 101,10 g/mol et sa densité de 2,11 g/cm³ à 20 °C permettent un calcul précis des quantités de réactif nécessaires à la préparation du bain de sels fondus.

Tableau 3.2 : Caractéristiques usuelles du nitrate de potassium (KNO_3).

Propriété	**Description / valeur**
Nom chimique	Nitrate de potassium
Formule chimique	KNO_3
Aspect	Solide cristallin blanc
Masse maolaire	101,10 g/mol
Densité	2,11 g/cm³ (à 20 °C)
Point de fusion	≈ 334 °C

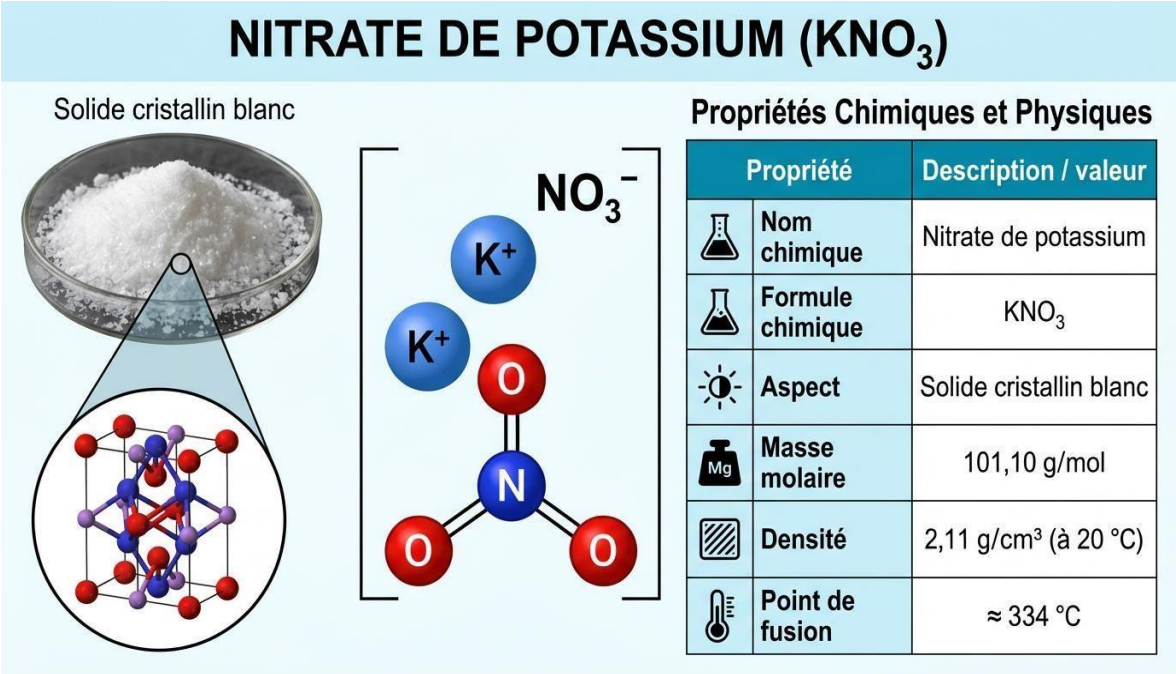


Figure 3.2 — Présentation du réactif de trempe chimique : nitrate de potassium (KNO_3) de pureté 99 %. (a) Aspect du solide cristallin blanc ; (b) Structure cristalline et représentation schématique des ions K^+ et NO_3^- ; (c) Propriétés chimiques et physiques usuelles.

3.1.3 Acétones

Avant tout traitement ou essai mécanique, les éprouvettes de verre ont été soumises à un protocole de nettoyage rigoureux afin d'éliminer les contaminants de surface (graisses, poussières, résidus de coupe) susceptibles d'altérer la qualité de l'échange ionique lors de la trempe chimique ou d'introduire des artefacts lors des essais d'indentation et de flexion. Le nettoyage a été réalisé à l'aide d'acétone (CH_3COCH_3), solvant organique polaire aprotique reconnu pour son pouvoir dégraissant élevé et sa volatilité rapide, minimisant ainsi la contamination résiduelle.

Le protocole appliqué consistait en une immersion des échantillons dans un bain d'acétone analytique (pureté ≥ 99,5 %) suivi d'un rinçage à l'acétone fraîche, puis d'un séchage à l'air ambiant dans un environnement contrôlé. Cette procédure, répétée si nécessaire, garantissait une surface propre et dégraissée, condition préalable indispensable à la reproductibilité des résultats expérimentaux.



Figure 3.3 : Mise en œuvre du protocole de nettoyage des éprouvettes de verre : immersion dans un bain d'acétone analytique (pureté ≥ 99,5 %) sous hotte à flux laminaire.

3.2. Matériels utilisés

3.2.1. Four électrique

Le traitement de trempe chimique ionique a été réalisé dans un four électrique à moufle de marque Nabertherm GmbH, d'une puissance thermique permettant d'atteindre une température maximale de 650 °C. Cet équipement, spécifiquement adapté aux procédés de traitement thermochimique des verres, assure un contrôle précis et reproductible des paramètres thermiques grâce à sa régulation programmée.

Le four est équipé d'un programmateur numérique permettant de définir et de contrôler les grandeurs opératoires suivantes :

- La température de consigne du bain de sels fondus ;
- Le temps de maintien à température constante ;
- La vitesse de chauffage (en $°C \cdot min^{-1}$) ;
- La vitesse de refroidissement (en $°C \cdot min^{-1}$).

Cette programmabilité offre un contrôle rigoureux du cycle thermique, essentiel à la reproductibilité du traitement de trempe chimique. Le préchauffage contrôlé des échantillons de verre avant leur immersion dans le bain de nitrates de potassium fondu est ainsi assuré, limitant les chocs thermiques et garantissant une cinétique d'échange ionique $Na^+ \leftrightarrow K^+$ homogène et maîtrisée.



Figure 3.4 : Four de traitement thermique Nabertherm utilisé pour la trempe des échantillons de verre
(laboratoire des matériaux non métalliques université setif 1)

3.2.2. Dispositif d'émersion

Le dispositif d'immersion thermique comprend un porte-échantillons d'une capacité de douze spécimens, qui est immergé dans un bain d'acier inoxydable contenant du nitrate de potassium (KNO_3) maintenu à une température de 480 °C. Les échantillons y séjournent pendant une durée de maintien de deux heures. À l'issue de cette période, le porte-échantillons est extrait du bain salin et laissé à refroidissement ambiant. Une fois l'ensemble des spécimens refroidis, ceux-ci sont retirés du four, puis nettoyés méticuleusement à l'acétone afin d'assurer une transparence optimale et une qualité de surface maximale, garantissant ainsi une visualisation précise des empreintes et une fiabilité des résultats lors des essais de flexion trois points.

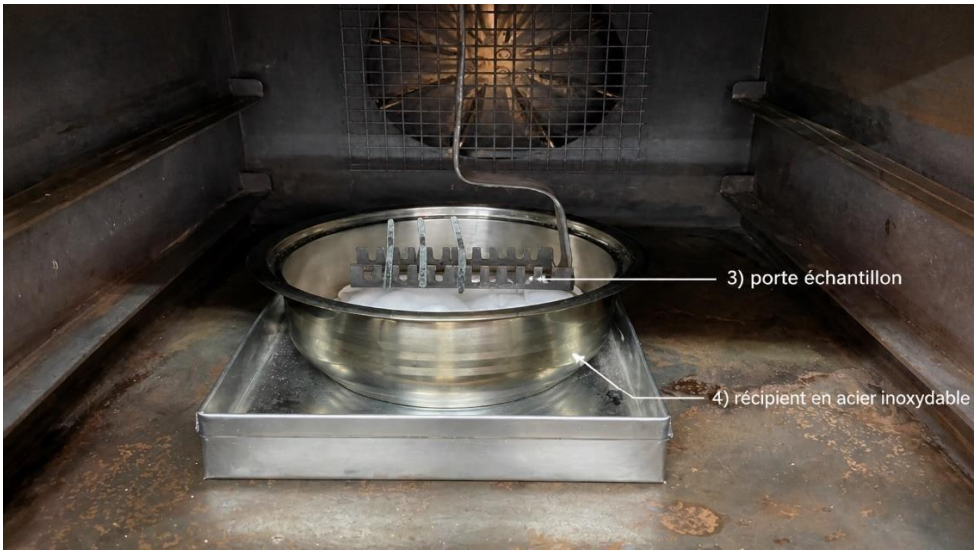


Figure 3.5 : Vue d'ensemble du dispositif de trempage ionique : (a) four de traitement thermique Nabertherm et (b) détail de l'intérieur du four montrant le porte-échantillons et le récipient en acier inoxydable

3.2.3. Duromètre

La mesure des contraintes résiduelles est réalisée au moyen d'un microduromètre instrumenté QNESS M30 équipé du logiciel TX2. Le protocole expérimental consiste en la création d'une indentation principale sous une charge de 7 N, autour de laquelle sont réalisées des indentations secondaires sous une charge réduite de 1 N. Cette méthode d'indentation instrumentée permet d'évaluer les gradients de contraintes résiduelles en surface et en sous-surface du matériau.



Figure 3.6 : Vue d'ensemble du dispositif d'indentation instrumentée QNESS M30 équipé du logiciel TX2
(l'Unité de Recherche en Matériaux Émergents de Sétif 1)

3.2.4. Microscope optique

L'examen microstructural des empreintes induites par indentation vickers des échantillons brut et trempés chimiquement a été effectué à l'aide d'un microscope optique universel Euromex, modèle OXION (Figure 3.6). Conçu pour les applications avancées en science des matériaux, métallographie et biologie, cet équipement offre une résolution d'image élevée grâce à ses éléments optiques de qualité supérieure et à son éclairage LED réglable. Sa configuration comprend une tête triloculaire inclinée à 30° (permettant le couplage d'une caméra numérique), un système d'éclairage en lumière réfléchie adapté à l'analyse métallographique, et une série d'objectifs de grossissement variable (4× – 100×).



Figure 3.7 : Microscope optique universel Euromex OXION équipé d'une caméra numérique pour l'acquisition d'images microstructurales (l'Unité de Recherche en Matériaux Émergents de Sétif 1)

3.2.5. Spectromètre de fluorescence des rayons X (FRX)

L'analyse chimique élémentaire du verre a été effectuée par spectrométrie de fluorescence X à dispersion en longueurs d'onde (WDXRF) sur un spectromètre Rigaku ZSX Primus IV (Figure 3.7). Cette méthode instrumentale offre une détermination quantitative précise et rapide de la composition élémentaire, sans altération de l'intégrité des échantillons. Elle est particulièrement adaptée à la caractérisation des matériaux complexes tels que les alliages métalliques, les minéraux et les verres industriels.



Figure 3.8 : Spectromètre WDXRF Rigaku ZSX Primus IV utilisé pour la détermination de la composition chimique du verre
(l'Unité de Recherche en Matériaux Émergents de Sétif 1)

3.2.6. Machine de traction

Les essais de flexion trois points ont été réalisés sur une machine d'essais universelle MTS Criterion® Model 45 (C45) (MTS Systems Corporation, USA), à bâti sur pied à deux colonnes de guidage et capacité de 50 kN ou 100 kN (Figure 3.8). Pilotée par le logiciel MTS Testing Software (module MTS Flex) via un contrôleur numérique à acquisition de données jusqu'à 1000 Hz, cette machine offre une plage de vitesses de 0,005 à 750 mm/min et une résolution de position de 0,000047 mm. Les échantillons de verre (60 mm × 12 mm × 3 mm) ont été sollicités en flexion trois points à vitesse constante, avec acquisition synchrone des données de force et de déplacement pour la détermination des propriétés mécaniques en flexion.

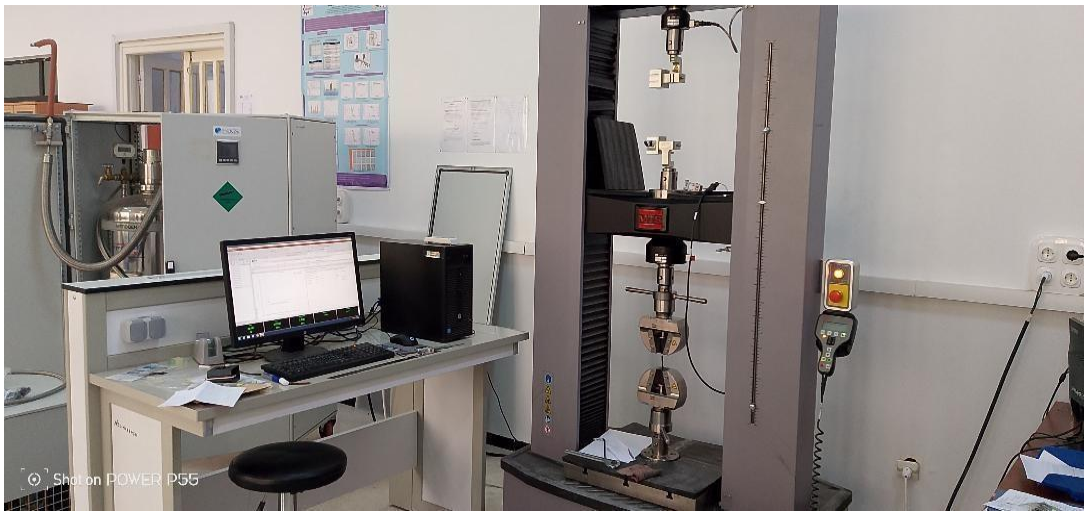


Figure 3.9 : Machine de traction-compression MTS Criterion C45 configurée pourles essais de flexion trois points sur verre
(l'Unité de Recherche en Matériaux Émergents de Sétif 1)

Chapitre 4

Résultats Expérimentaux

Sommaire de Chapiter 4

5. Résultats expérimentaux 46
5.1 évolutions des longueurs des fissures 46
5.2 évolutions des contraintes résiduelles 47
5.3 observation microscopique 48
5.4 étude statistique 49
Conclusion 51

4. Résultats expérimentaux

4.1 évolutions des longueurs des fissures

Le Tableau 4.1 présente les longueurs des fissures primaires mesurées pour les échantillons à l'état brut et après traitement de trempe chimique.

Tableau 4.1 : Longueurs des fissures sans présence de l'indentation principale

Condition	$2c_1$ (µm)	$2c_2$ (µm)	c_1 (µm)	c_2 (µm)	c_0 (µm)
Brut	34,82	35,29	17,41	17,645	17,53
Trempé chimiquement (2H)	20,55	19,87	10,275	9,935	10,11

L'évaluation des contraintes résiduelles induites par indentation est effectuée à partir des longueurs de fissures primaires, selon un protocole impliquant une indentation principale de charge P = 7 N et une série d'indentations secondaires distribuées à des distances contrôlées du point d'impact central.

Le Tableau 4.2 présente les longueurs des fissures secondaires générées par indentation Vickers sous une charge de P = 1 N, à proximité de l'empreinte principale décrite précédemment.

Tableau 4.2 : Longueurs des fissures en fonction de la distance D

Condition	Mesure	D (µm)						
		100	**150**	**200**	**250**	**300**	**350**	**400**
Verre brut	$2c_1$	53,80	43,37	42,61	41,78	40,52	40,38	40,33
	$2c_2$	—	25,68	37,09	40,32	40,40	42,80	40,52
Trempé (2h)	$2c_1$	28,54	24,82	23,57	22,50	22,40	21,05	24,22
	$2c_2$	—	21,50	21,88	21,40	21,80	21,88	22,08

Note : Les longueurs de fissures $2c_1$ et $2c_2$ sont exprimées en micromètres (µm). Le symbole « — » indique l'absence de fissure mesurable. D correspond à la distance.

L'analyse quantitative des longueurs de fissures secondaires (Tableau 4.2) met en évidence trois résultats majeurs caractéristiques du comportement mécanique des verres étudiés. Premièrement, le traitement de trempe chimique induit une réduction systématique de l'extension des fissures, comprise entre 40 et 48 %, avec une valeur moyenne de 44,7 %. Cette diminution significative atteste de l'efficacité du processus d'échange ionique dans la génération de contraintes résiduelles de compression superficielles, qui s'opposent efficacement à la propagation des fissures en mode d'ouverture. Deuxièmement, l'évolution

des longueurs de fissures en fonction de la distance à l'empreinte principale révèle une zone d'interaction mécanique dont la portée s'étend de 250 à 300 µm pour le verre brut, contre 200 à 250 µm pour le verre trempé, correspondant à une réduction d'environ 33 % de cette zone d'influence. Au-delà de ces distances critiques, les longueurs mesurées présentent une stabilisation marquée, avec des variations inférieures à 3 %, indiquant la décroissance rapide du champ de contraintes résiduelles induit par l'indentation principale. Troisièmement, une anisotropie de propagation est mise en évidence : les fissures radiales ($2c_1$) affichent une réduction moyenne de 44,7 %, contre 39,8 % pour les fissures tangentielles ($2c_2$), soit un écart de 4,9 points de pourcentage. Cette différence s'explique par l'orientation relative des fronts de fissure par rapport au tenseur des contraintes locales, les fissures radiales étant plus sensibles à l'effet de compression superficiel. Dans leur ensemble, ces résultats quantitatifs valident la pertinence du protocole d'indentation couplée comme outil de caractérisation fiable, permettant d'évaluer à la fois qualitativement et quantitativement l'état des contraintes résiduelles dans les verres soumis à un traitement de renforcement chimique.

4.2 évolutions des contraintes résiduelles

L'analyse des profils de contraintes résiduelles (Figure 4.1) confirme et précise les tendances observées sur les longueurs de fissures secondaires. Pour le verre brut, le champ de contrainte de traction décroît progressivement de 39 % entre 100 et 300 µm avant de se stabiliser au-delà de cette distance, délimitant ainsi la zone d'influence mécanique de l'indentation principale. À l'inverse, le verre trempé chimiquement présente un profil de compression remarquablement homogène (30–50 MPa) sur l'ensemble de la plage étudiée, avec des variations inférieures à 15 %, attestant de l'effet nivelant du traitement d'échange ionique en surface. Cette distribution uniforme des contraintes de compression s'accompagne d'une réduction systématique des longueurs de fissures secondaires comprise entre 40 et 48 % par rapport au verre brut. La corrélation entre la stabilisation des contraintes au-delà de 250–300 µm et l'atténuation de la propagation fissurale, marquée par une réduction de 33 % de la zone d'influence après trempe chimique, valide le protocole d'indentation couplée comme outil de caractérisation fiable des états de contraintes résiduelles dans les verres renforcés. Enfin, l'anomalie relevée à 350 µm pour l'échantillon trempé, caractérisée par une chute brutale de 76 % des contraintes de traction avant une remontée à 90 MPa, bien que nécessitant une investigation complémentaire, pourrait traduire une hétérogénéité locale de la couche comprimée ou un phénomène de relaxation contrainte-déformation spécifique à cette distance critique.

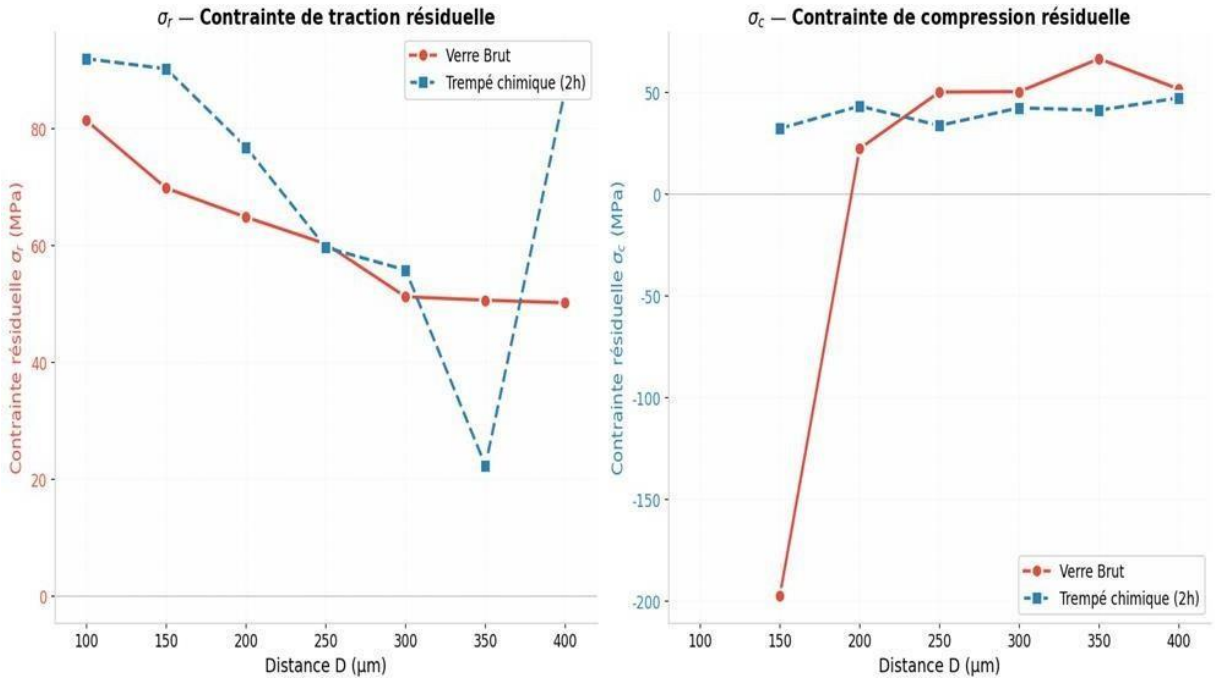


Figure 4.1 : Profils de contraintes résiduelles induites par indentation : comparaison entre verre brut et verre trempé chimiquement en fonction de la distance D

4.3 observation microscopique

L'analyse morphologique des empreintes d'indentation (Figure 4.2) valide visuellement le protocole d'indentation couplée et confirme les tendances quantitatives établies précédemment. Les micrographies révèlent un système de fissures radial-médian caractéristique des matériaux fragiles, avec une symétrie du réseau de fissures autour de l'empreinte principale (P = 7 N) attestant de la qualité de l'essai. La configuration à deux indentations met en évidence l'absence de coalescence des réseaux de fissures, garantissant que les mesures de longueurs de fissures secondaires (P = 1 N) reflètent uniquement l'influence du champ de contraintes résiduelles de l'empreinte principale. La série d'indentations à distances croissantes illustre qualitativement l'atténuation progressive de cette interaction : à courte distance (D < 250 µm), les fissures secondaires présentent une asymétrie marquée due au champ de contraintes, tandis qu'au-delà de 300 µm, elles retrouvent une symétrie quasi-parfaite, en accord avec la zone d'influence de 250-300 µm déterminée quantitativement. La vue d'ensemble confirme la précision du positionnement des indentations et la reproductibilité des essais, avec un alignement rigoureux essentiel pour la fiabilité des mesures de distance. Ces observations morphologiques corroborent ainsi la réduction de 40 à 48 % des longueurs de fissures après trempe chimique et valident l'approche expérimentale comme outil fiable de caractérisation des états de contraintes résiduelles dans les verres renforcés.

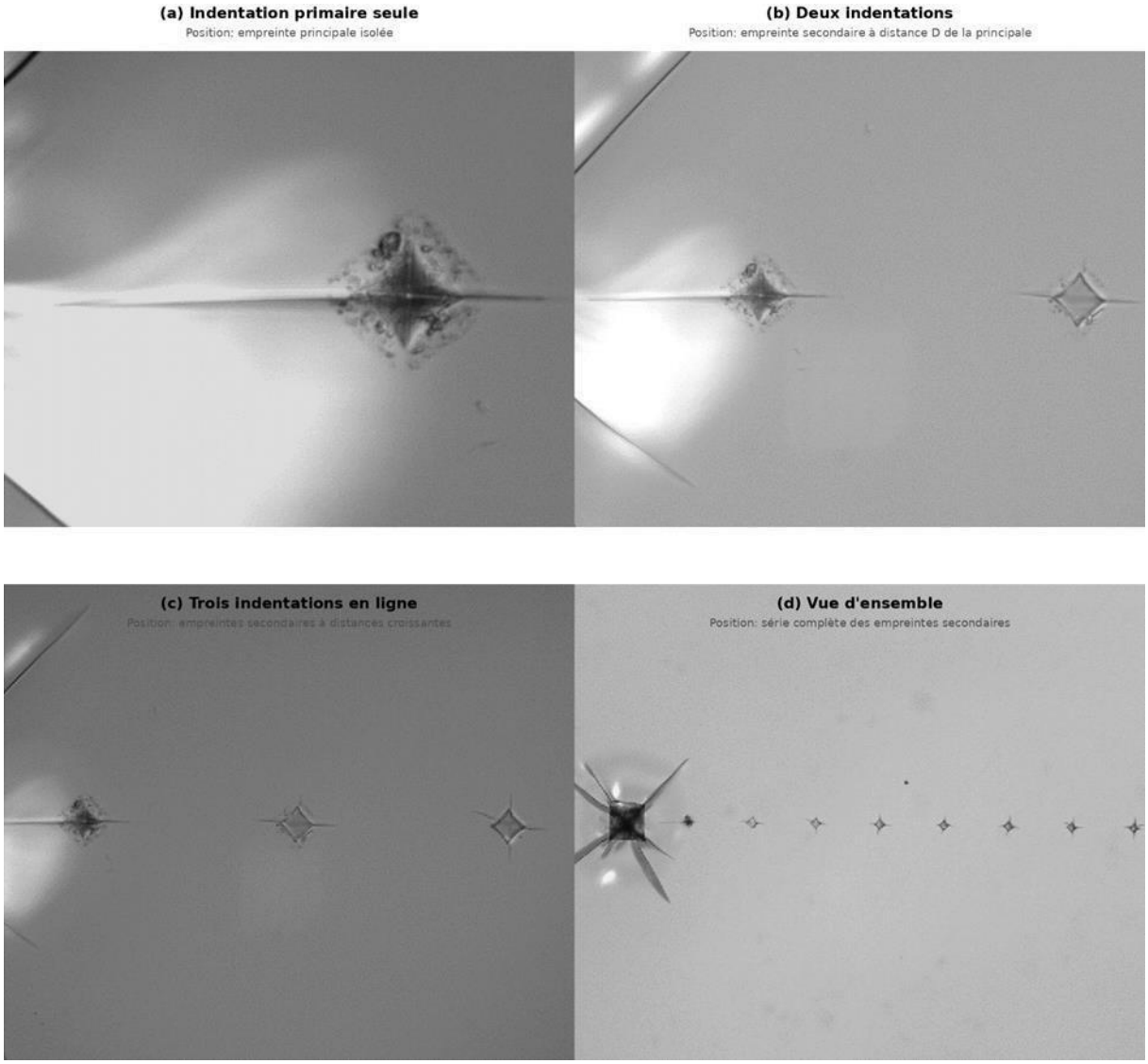


Figure 4.2 : Vues microscopiques des empreintes d'indentation montrant l'évolution de la configuration expérimentale : (a) empreinte isolée, (b) configuration à deux indentations, (c) alignement progressif et (d) vue d'ensemble de la série.

4.4 étude statistique

La figure 4.3 présente l'évolution conjointe des paramètres de Weibull β (forme) et η (échelle, en MPa) obtenus lors d'essais de flexion trois points sur des échantillons de verre flotté, comparant l'état brut et l'état trempé chimiquement (2 h) sous deux vitesses de chargement (v = 0,5 et 2,5). L'analyse quantitative met en évidence l'impact déterminant du traitement chimique sur la résistance caractéristique : η progresse de +179,3 % à v = 0,5 et de +175,9 % à v = 2,5, passant d'environ 59 MPa à 165 MPa. Ce gain s'explique physiquement par l'instauration d'une couche de contraintes de compression en surface suite à l'échange ionique (Na/K^+), qui s'oppose aux contraintes de traction induites en fibre inférieure lors de la flexion et reporte l'amorçage de la rupture à des niveaux de charge nettement supérieurs. À l'inverse, le paramètre β, indicateur de la dispersion

statistique directement liée à la distribution des défauts de surface (fissures de Griffith) et à l'homogénéité microstructurale, évolue de manière contrastée il augmente légèrement de +7,4 % à basse vitesse (3,80 → 4,08), traduisant une meilleure uniformité de la population de défauts critiques grâce à l'effet stabilisateur de la couche comprimée, mais chute brutalement de –36,3 % à haute vitesse (4,08 → 2,60), révélant une forte augmentation de la variabilité des résistances. Cette dégradation de la fiabilité sous chargement rapide s'interprète par une sensibilité accrue du verre trempé aux hétérogénéités locales (gradient de compression, défauts en bordure ou en subsurface, variations d'épaisseur de la couche trempée) et par la réduction du temps disponible pour la croissance sous-critique des fissures, qui rend la rupture plus dépendante du défaut le plus sévère présent dans la zone sollicitée et moins pilotée par un mécanisme de propagation stable. Parallèlement, la vitesse de chargement n'influence que marginalement η (variations de +2,0 % pour le verre brut et +0,8 % pour le trempé), ce qui confirme l'insensibilité de la résistance caractéristique à la vitesse dans cette plage quasi-statique, typique d'un comportement dominé par la mécanique élastique de la rupture plutôt que par la corrosion sous contrainte ou les effets viscoélastiques. D'un point de vue dimensionnement et fiabilité, ces résultats illustrent un compromis fondamental pour les verres de sécurité architecturaux : le trempage chimique multiplie par près de trois la charge admissible, mais réduit significativement la reproductibilité du comportement à vitesse élevée, imposant l'usage de coefficients de sécurité adaptés ou d'une approche probabiliste explicite pour garantir la robustesse des structures vitrées soumises à des sollicitations dynamiques ou accidentelles.

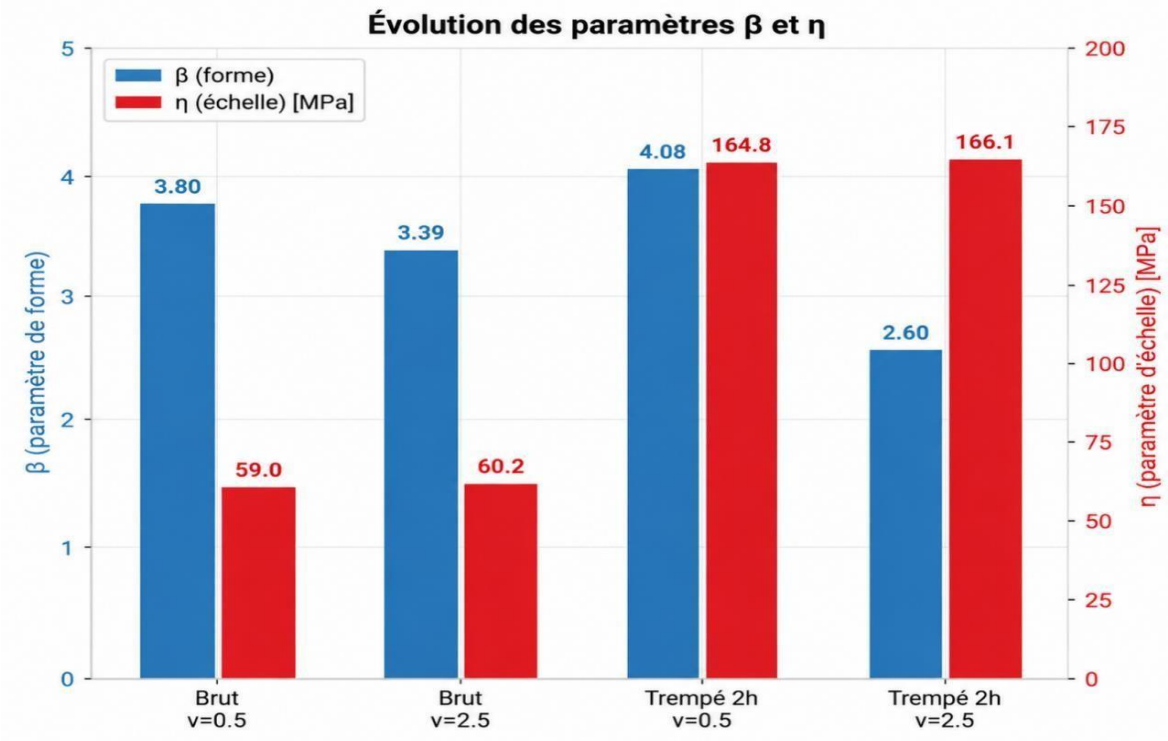


Figure 4.3: Comparaison du paramètre de forme (ββ) et du paramètre d'échelle (ηη) pour les échantillons Bruts et Trempés (2h) aux vitesses v=0.5v=0.5 et v=2.5v=2.5.

Conclusion

Ce travail de recherche a permis d'évaluer de manière quantitative et fiable l'impact d'un traitement de trempe chimique (2 h dans un bain de KNO_3 à 480 °C) sur le comportement mécanique, la propagation des fissures et la fiabilité statistique du verre flotté sodocalcique. L'approche expérimentale, fondée sur un protocole d'indentation couplée et des essais de flexion trois points couplés à une analyse de Weibull, a répondu aux objectifs initiaux et apporté des résultats structurants.

Les principaux enseignements de cette étude sont les suivants :

La trempe chimique induit une diminution systématique des longueurs de fissures secondaires comprise entre 40 et 48 % (moyenne de 44,7 %) par rapport au verre brut. Cette atténuation confirme l'efficacité des contraintes de compression superficielles générées par l'échange ionique Na^+/K^+, qui s'opposent à l'ouverture des fissures en mode I.

- L'analyse quantitative des fissures secondaires a mis en évidence une zone d'interaction mécanique réduite d'environ 33 % après traitement (passant de 250–300 µm à 200–250 µm). Au-delà de cette distance, les longueurs de fissures se stabilisent (variation < 3 %), traduisant la décroissance rapide du champ de contraintes induit par l'empreinte principale. Le profil de contraintes résiduelles calculé révèle une distribution remarquablement homogène en compression (30–50 MPa) pour le verre trempé, contrairement au verre brut qui présente un champ de traction décroissant de 39 % sur la même plage.
- Les observations microscopiques confirment la reproductibilité du protocole d'indentation couplée, l'absence de coalescence des réseaux de fissures, et la transition d'une asymétrie marquée des fissures secondaires (à courte distance) vers une symétrie quasi-parfaite (au-delà de 300 µm). Ces résultats corroborent quantitativement les mesures et valident la méthode comme outil fiable de caractérisation des états de contraintes résiduelles.
- L'analyse statistique de Weibull issue des essais de flexion trois points montre une augmentation spectaculaire du paramètre d'échelle η : +179,3 % à basse vitesse (v = 0,5) et +175,9 % à haute vitesse (v = 2,5), passant d'environ 59 MPa à 165 MPa. Ce gain s'explique par la couche de compression superficielle qui reporte l'amorçage de la rupture. En revanche, le paramètre de forme β évolue de manière contrastée : une légère augmentation (+7,4 %) à basse vitesse témoigne d'une meilleure uniformité de la population de défauts critiques, tandis qu'une chute brutale (–36,3 %) à haute vitesse

révèle une forte dispersion des résistances. Cette dégradation de la fiabilité sous chargement rapide souligne la sensibilité du verre trempé aux hétérogénéités locales et à la réduction du temps disponible pour la croissance sous-critique des fissures.

Cette étude démontre la pertinence du protocole d'indentation couplée comme méthode alternative, peu coûteuse et précise pour évaluer qualitativement et quantitativement les contraintes résiduelles en surface des verres renforcés. Elle établit également un lien clair entre la microstructure des défauts, les champs de contraintes résiduelles et la réponse probabiliste du matériau, fournissant des données cruciales pour le dimensionnement des vitrages architecturaux.

Perspectives de recherche : Plusieurs voies peuvent être envisagées pour prolonger ces travaux

- Optimiser les paramètres de trempe chimique (température, durée, pureté du bain, cycles multi-étapes) pour maximiser la profondeur de couche comprimée (DOL) et l'homogénéité des contraintes.

- Étudier l'effet de la fatigue statique et de l'environnement (humidité relative) sur la croissance sous-critique des fissures dans le verre trempé, en couplant les essais de flexion à des modèles de cinétique de type Hillig-Charles.

- Intégrer les paramètres de Weibull obtenus dans des approches de dimensionnement probabiliste ou des codes de calcul éléments finis, afin de définir des coefficients de sécurité adaptés aux sollicitations dynamiques ou accidentelles.

Annexes

Annexe A : Composition chimique du verre flotté CEVITAL

Tableau A.1 : Composition chimique du verre flotté CEVITAL (3 mm)

Oxide	wt%
SiO_2	70.1
Na_2O	14.4
CaO	9.12
MgO	0.826
Al_2O_3	0.515
K_2O	0.156
SO_3	0.0749

Annexe B : Caractéristiques physico-chimiques du nitrate de potassium (KNO_3)

Tableau B.1 : Propriétés du nitrate de potassium utilisé pour la trempe chimique

Propriété	Description / valeur
Nom chimique	Nitrate de potassium
Formule chimique	KNO_3
Aspect	Solide cristallin blanc
Masse maolaire	101,10 g/mol
Densité	2,11 g/cm3 (à 20 °C)
Point de fusion	≈ 334 °C

Annexe C : Résultats bruts des essais d'indentation

Tableau C.1 : Longueurs des fissures primaires

Condition	$2c_1$ (µm)	$2c_1$ (µm)	c_1 (µm)	c_1 (µm)	c_1 (µm)
Brut	34,82	35,29	17,41	17,645	17,53
Trempé chimiquement (2H)	20,55	19,87	10,275	9,935	10,11

Tableau C.2 : Longueurs des fissures secondaires

Condition	Mesure	D (µm)						
		100	**150**	**200**	**250**	**300**	**350**	**400**
Verre brut	$2c_1$	53,80	43,37	42,61	41,78	40,52	40,38	40,33
	$2c_2$	—	25,68	37,09	40,32	40,40	42,80	40,52
Trempé (2h)	$2c_1$	28,54	24,82	23,57	22,50	22,40	21,05	24,22
	$2c_2$	—	21,50	21,88	21,40	21,80	21,88	22,08

Annexe D : Conditions expérimentales de la trempe chimique

Paramètres opératoires du traitement

- Matériau : verre flotté sodocalcique CEVITAL.
- Dimensions des éprouvettes : 60 × 25 × 3 mm.
- Agent de trempe : nitrate de potassium (KNO_3).
- Température du bain : 480 °C.
- Durée de traitement : 2 heures.
- Refroidissement : à l'air ambiant.
- Nettoyage préalable : acétone analytique (≥ 99,5 %).

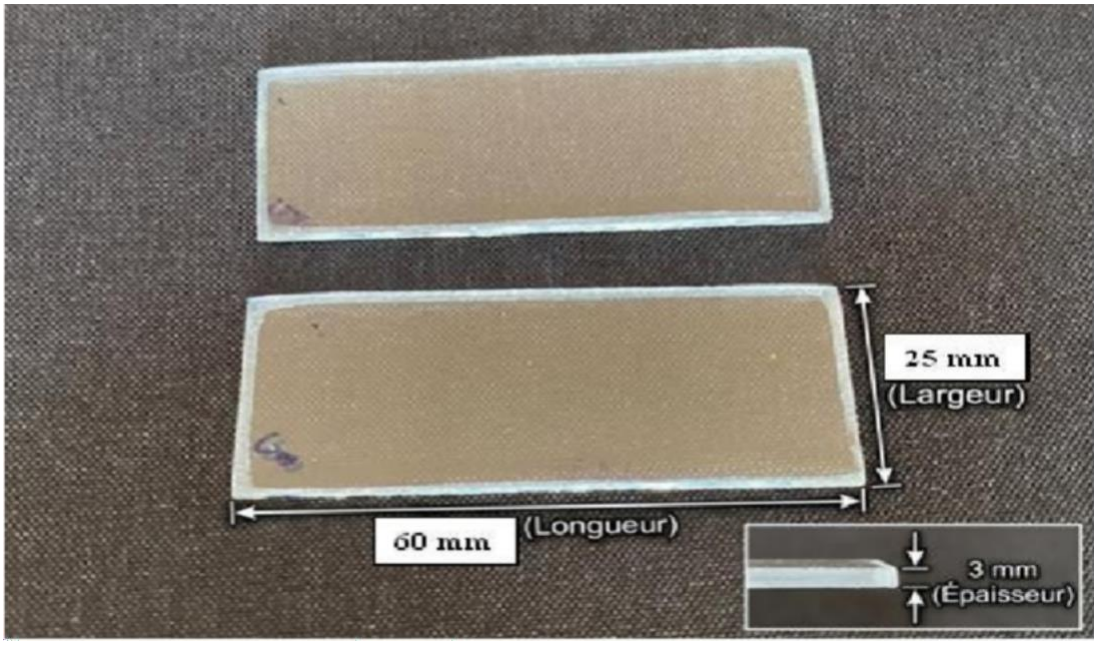


Figure D.1 : Éprouvettes de verre flotté CEVITAL : dimensions et géométrie

Annexe E : Équipements expérimentaux utilisés

Four de traitement thermique

- Marque : Nabertherm GmbH.
- Température maximale : 650 °C.
- Régulation numérique programmable.



Figure E.1 : Four de traitement thermique

Microduromètre instrumenté

- Modèle : QNESS M30.
- Logiciel : TX2.
- Charge principale : 7 N.
- Charge secondaire : 1 N.



Figure E.2 : Microduromètre instrumenté

Microscope optique

- Marque : Euromex.
- Modèle : OXION.
- Grossissements : 4× à 100×.



Figure E.3 : Microscope optique

Spectromètre FRX

- Modèle : Rigaku ZSX Primus IV.
- Technique : WDXRF.



Figure E.4 : Spectromètre FRX

Machine d'essais mécaniques

- Modèle : MTS Criterion C45.
- Capacité : 50–100 kN.
- Type d'essai : flexion trois points.

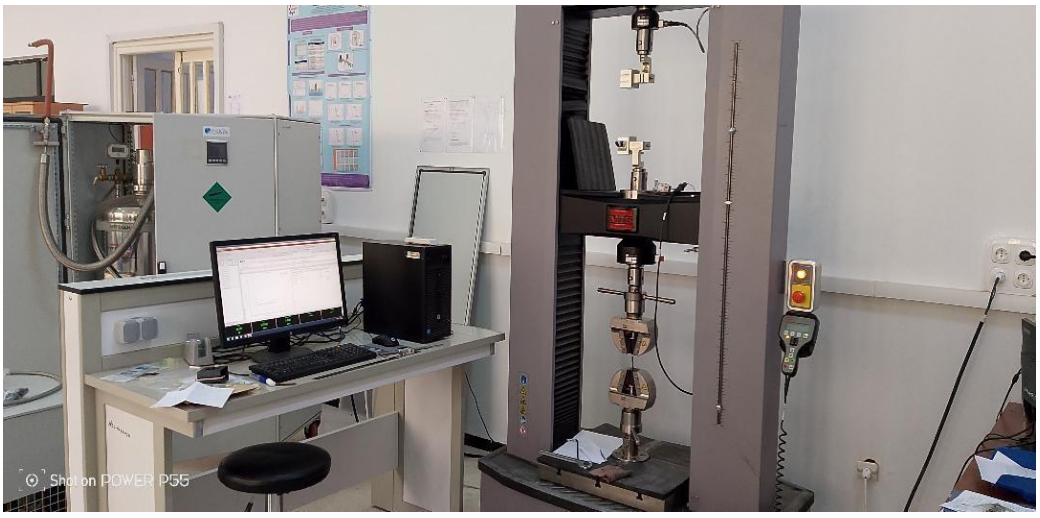


Figure E.5 : Machine d'essais mécaniques

Résumé : Cette étude vise à analyser l'effet de la trempe chimique sur les propriétés mécaniques du verre sodocalcique à travers un traitement par échange ionique dans un bain fondu de nitrate de potassium (KNO_3). Ce procédé repose sur le remplacement des ions sodium (Na^+) présents à la surface du verre par des ions potassium (K^+) de plus grande taille, générant ainsi des contraintes résiduelles de compression capables d'améliorer la résistance à la fissuration et les performances mécaniques du matériau.

Des éprouvettes de verre flotté ont été soumises à un traitement de trempe chimique à 480 °C pendant deux heures. Les contraintes résiduelles ont été évaluées à l'aide de la méthode d'indentation Vickers couplée à l'observation microscopique des fissures générées. Les propriétés mécaniques ont été déterminées par des essais de flexion trois points, tandis que les résultats ont été analysés statistiquement à l'aide de la distribution de Weibull.

Les résultats obtenus révèlent une réduction significative de la longueur des fissures, comprise entre 40 % et 48 % après traitement, confirmant l'efficacité des contraintes de compression induites dans la limitation de la propagation des fissures. L'étude met également en évidence une amélioration notable de la résistance à la rupture et de la résistance mécanique par rapport au verre non traité. L'analyse statistique de Weibull confirme en outre l'effet bénéfique de la trempe chimique sur la fiabilité et la durabilité du matériau.

Ces résultats démontrent que la trempe chimique constitue une technique efficace pour le renforcement du verre sodocalcique et l'amélioration de ses performances mécaniques, ce qui la rend particulièrement adaptée aux applications nécessitant une résistance élevée et une meilleure fiabilité en service.

Mots clés : verre sodocalcique, trempe chimique, échange ionique, nitrate de potassium, contraintes résiduelles, indentation Vickers, flexion trois points, analyse de Weibull, résistance mécanique.

Abstract: This work aims to investigate the effect of chemical tempering on the mechanical properties of soda-lime glass through an ion-exchange treatment in a molten potassium nitrate (KNO_3) bath. This process is based on the replacement of sodium ions (Na^+) present at the glass surface by larger potassium ions (K^+), generating residual compressive stresses that enhance crack resistance and mechanical strength.

Float glass specimens were chemically tempered at 480 °C for two hours. Residual stresses were evaluated using the coupled Vickers indentation method combined with microscopic observation of the generated cracks. Mechanical properties were assessed through three-point bending tests, and the results were statistically analyzed using the Weibull distribution.

The results revealed a significant reduction in crack lengths, ranging from 40% to 48% after treatment, confirming the effectiveness of the induced compressive stresses in limiting crack propagation. The study also demonstrated a substantial improvement in fracture resistance and mechanical strength compared with untreated glass. Weibull statistical analysis further confirmed the positive effect of chemical tempering on the reliability and durability of the material.

These findings demonstrate that chemical tempering is an efficient technique for strengthening soda-lime glass and improving its mechanical performance, making it suitable for applications requiring high strength and enhanced service reliability.

Key words: Soda-lime glass, chemical tempering, ion exchange, potassium nitrate, residual stresses, Vickers indentation, three-point bending, Weibull analysis, mechanical strength.

الملخص :

تهدف هذه الدراسة إلى تحليل تأثير التقسية الكيميائية على الخواص الميكانيكية للزجاج السيليكو-صودا-الجيري من خلال معالجة بالتبادل الأيوني داخل حمام منصهر من نترات البوتاسيوم (KNO_3). تعتمد هذه العملية على استبدال أيونات الصوديوم (Na^+) الموجودة على سطح الزجاج بأيونات البوتاسيوم (K^+) الأكبر حجمًا، مما يؤدي إلى توليد إجهادات انضغاطية متبقية قادرة على تحسين مقاومة بدء الشقوق وانتشارها، وبالتالي تعزيز الأداء الميكانيكي للمادة.

تم إخضاع عينات من الزجاج المصقول بطريقة الطفو (Float Glass) لعملية التقسية الكيميائية عند درجة حرارة ° 480م لمدة ساعتين .وقد تم تقييم الإجهادات المتبقية باستخدام طريقة صلادة فيكرز (Vickers) المقترنة بالملاحظة المجهرية للشقوق المتولدة. كما تم تحديد الخواص الميكانيكية من خلال اختبار الانحناء ثلاثي النقاط، في حين خضعت النتائج التجريبية لتحليل إحصائي باستخدام توزيع ويبل.(Weibull)

أظهرت النتائج انخفاضًا ملحوظًا في طول الشقوق تراوح بين 40%و48 %بعد المعالجة، مما يؤكد فعالية الإجهادات الانضغاطية المتولدة في الحد من انتشار الشقوق. كما أبرزت الدراسة تحسنًا واضحًا في مقاومة الكسر والمقاومة الميكانيكية مقارنة بالزجاج غير المعالج. بالإضافة إلى ذلك، أكد تحليل ويبل الإحصائي الأثر الإيجابي للتقسية الكيميائية في تحسين موثوقية المادة وزيادة متانتها أثناء الخدمة.

وفي الختام، تُظهر هذه الدراسة أن التقسية الكيميائية تُعد تقنية فعالة لتقوية الزجاج السيليكو-صودا-الجيري وتحسين خصائصه الميكانيكية، مما يجعلها مناسبة بشكل خاص للتطبيقات التي تتطلب مقاومة ميكانيكية عالية، وموثوقية أفضل، وعمرًا تشغيليًا أطول.

الكلمات المفتاحية :الزجاج السيليكو-صودا-الجيري، التقسية الكيميائية، التبادل الأيوني، نترات البوتاسيوم(KNO_3) ، الإجهادات الانضغاطية المتبقية، صلادة فيكرز، اختبار الانحناء ثلاثي النقاط، توزيع ويبل، المقاومة الميكانيكية.