

## ETUDE DES CONTRAINTES RESIDUELLES DANS LE VERRE RENFORCE PAR DOUBLE ECHANGE IONIQUE

L. YOUNES<sup>1</sup>, M. HAMIDOUCHE<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Institut d'optique et mécanique de précision, Université Ferhat Abbas, Sétif 1, Algérie.

<sup>2</sup>Unité des matériaux émergents, Université Ferhat Abbas, Sétif 1, Algérie.

### RESUME

Dans ce travail, nous avons étudié les contraintes résiduelles induites par le procédé de double échange ionique du verre silico-sodo-calcique. Nous avons varié le temps d'immersion du premier échange ionique (simple échange : 20h, 30h et 40h). Ces échantillons ont subi un traitement de double échange ionique pendant 10min. Nous avons indenté les échantillons avec une charge de 5N, en utilisant un dispositif d'indentation instrumenté dont l'indenteur est de type Vickers. Les empreintes obtenues sont visualisées à l'aide d'un microscope optique équipé de deux filtres polarisants. Une opération de traitement d'images a été effectuée à l'aide d'un logiciel de traitement d'images. Il apparaît que le champs des contraintes résiduelles d'indentation est en relation directe avec la concentration de l'oxyde de potassium et l'oxyde de sodium en surface.

**Mots clés :** verre, double échange ionique, indentation instrumenté, contrainte résiduelle, photoélasticimétrie.

---

Author Correspondence, e-mail: Leila\_optique@yahoo.fr

### 1. INTRODUCTION

#### 1.1. Les contraintes résiduelles

Depuis que l'homme a commencé à fabriquer et à utiliser des produits verriers, il a appris à prendre des précautions afin de réduire les risques de rupture des articles faits de cette matière

fragile. Notamment, il faut contrôler les contraintes résiduelles qui sont généralement présentes dans les articles en verre [1], soit lors de la fabrication ou suite à des traitements. Tout processus de fabrication ou de façonnage d'un verre se traduit par des gradients de température très grands causant ainsi des contraintes résiduelles. Dans certains cas, des contraintes résiduelles de compression sont introduites intentionnellement pour améliorer les performances mécaniques afin d'empêcher la propagation des fissures superficielles [2]. Parmi ces procédés l'échange ionique, qui consiste à immerger les objets en verre, préalablement chauffés, dans un sel alcalin fondu. Pendant le temps d'immersion, les ions alcalins à la surface du verre sont échangés par diffusion avec ceux du sel fondu [3]. L'échange d'ions alcalins plus volumineux tels que les ions  $K^+$  ( $r=1.33 \text{ \AA}$ ) à partir d'un bain  $KNO_3$  fondu avec des ions comparativement plus petits  $Na^+$  ( $0.98 \text{ \AA}$ ) du verre. Ce traitement thermochimique a lieu à des températures inférieures à la température de transition vitreuse du verre. La diffusion du potassium dans le verre engendre une forte compression superficielle. Habituellement, le verre casse en raison des contraintes de tension appliquées agissant sur les défauts de surface. Par conséquent, l'introduction d'une forte compression superficielle renforce le verre [4].

Le double échange ionique, réalisé par SGLAVO [5,6], se révèle comme le meilleur procédé conduisant à d'importantes contraintes de compression juste au-dessous de la surface du verre, plutôt qu'à la surface. Dans la première étape de ce procédé, des ions de potassium d'un bain de sel fondu sont échangés par des ions de sodium dans le verre. Dans la deuxième étape, une partie du potassium introduit à la surface du verre est remplacée par un échange d'ions de sodium.

## 1.2. Mesure des contraintes résiduelles

Une variété de techniques a été utilisée pour déterminer les contraintes résiduelles, chaque méthode à ses limites. Par exemple, les rayons X ou les techniques de diffraction des neutrons ne peuvent être appliquées efficacement que pour les matériaux cristallins. Les méthodes électriques sont limitées dans leur capacité de distinguer les contraintes résiduelles de la contrainte totale. Les méthodes basées sur la biréfringence ou la photoélasticité sont limitées aux matériaux transparents [7].

La photoélasticimétrie fut développée au début du vingtième siècle par E. G. Coker et L.N.G. Filon [8]. Elle a été largement utilisée pour déterminer expérimentalement l'état des

contraintes en situation réelle. Cette technique de mesure a été appliquée à diverses situations de l'analyse des contraintes [9]. La technique de photoélasticimétrie est fondée sur la physique des ondes lumineuses et la biréfringence de certains matériaux [2]. Cette biréfringence peut être étudiée en analysant la façon dont la polarisation de la lumière est transformée après son passage à travers le matériau [8].

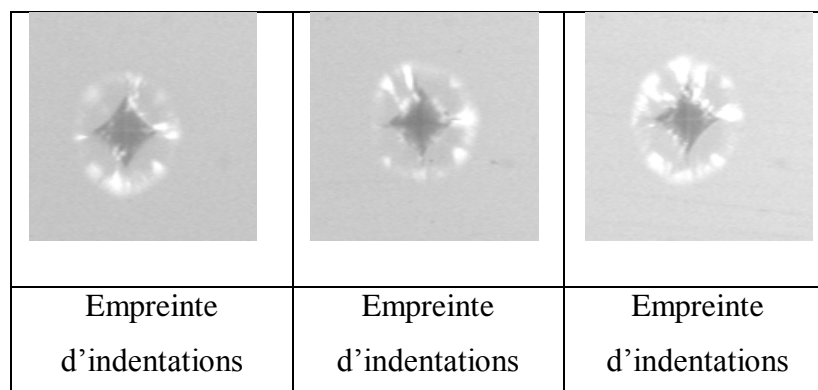
## 2. RESULTATS ET DISCUSSION


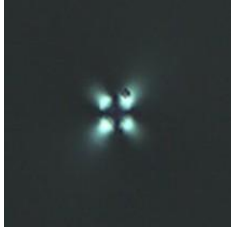




L'étude des contraintes résiduelles d'indentation par photoélasticimétrie nécessite la réalisation des empreintes Vickers. Pour l'observation, nous avons utilisé 2 filtres polarisants qui sont mis perpendiculairement, alors que l'échantillon est placé entre les deux. L'observation a été effectuée à l'aide d'un microscope optique en transmission, muni d'un appareil photo.

L'opération de traitement d'images a été faite en utilisant un logiciel approprié. Ces images sont traitées dans un intervalle de longueur d'onde compris entre 480 nm et 500 nm selon les couleurs observées autour de l'empreinte.

- Les contraintes induites par le simple échange ionique

La figure 1 présente des empreintes d'indentation créée avec une charge 5 N juste après indentation sur des verres traités par le simple échange ionique pendant 20h, 30h et 40h, observée par le microscope optique avant et après le traitement des images des différents types des échantillons traités. On remarque que les isochromes obtenus sur les différents verres traités (simple échange) ont une relation directe avec les champs de contraintes de compression induites. Lorsque le champs de compression augmente les isochromes augmentent.



obtenues sur le verre traité pendant 20h (gross 20X)	obtenues sur le verre traité pendant 30h (gross 20X)	obtenues sur le verre traité pendant 40h (gross 20X)
		
Photos d'une empreinte créée par une charge 5N sur un verre traité pendant 20h	Photos d'une empreinte créée par une charge 5N sur un verre traité pendant 30h	Photos d'une empreinte créée par une charge 5N sur un verre traité pendant 40h
		
Isochrome d'une empreinte créée par une charge 5N sur un verre traité pendant 20h	Isochrome d'une empreinte créée par une charge 5N sur un verre traité pendant 30h	Isochrome d'une empreinte créée par une charge 5N sur un verre traité pendant 40h

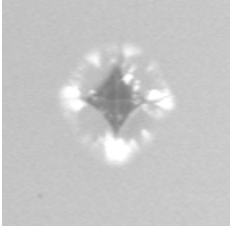
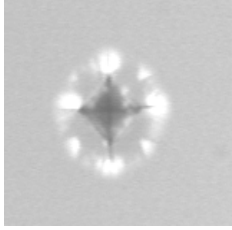
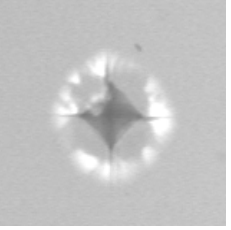

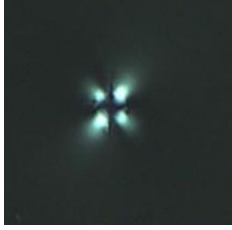

**Fig.1.** Empreintes d'indentation, photos et isochromes obtenus sur le verre traité par le simple échange ionique à différents temps d'immersion et indentés avec une charge de 5N.




Lorsque la surface du verre contient une teneur élevée en potassium, les contraintes seront importantes; ce qui induit des contraintes résiduelles d'indentation moindres c'est le cas de

l'échangé effectué pendant 20h. Quand le temps d'échange est long et la température du traitement est proche de  $T_g$  du verre, on note la possibilité du phénomène de relaxation des contraintes de compression malgré que la concentration du potassium est importante comme dans le cas de temps d'échange 30h et 40h.

- Les contraintes induites par le double échange ionique

La figure 2 présente des empreintes d'indentation, photos et isochromes traités, obtenus avec une charge de 5N sur des verres traités par double échange ionique pendant 10min.

		
Empreinte d'indentations obtenues sur le verre traité pendant 20h10min (gross 20X)	Empreinte d'indentations obtenues sur le verre traité pendant 30h10min (gross 20X)	Empreinte d'indentations obtenues sur le verre traité pendant 40h10min (gross 20X)
		
Photos d'une empreinte crée par une charge 5N sur un verre traité pendant 20h 10min	Photos d'une empreinte crée par une charge 5N sur un verre traité pendant 30h	Photos d'une empreinte crée par une charge 5N sur un verre traité pendant 40h

	10min	10min
		
Isochrome d'une empreinte créée par une charge 5N sur un verre traité pendant 20h 10min	Isochrome d'une empreinte créée par une charge 5N sur un verre traité pendant 30h 10min	Isochrome d'une empreinte créée par une charge 5N sur un verre traité pendant 40h 10min

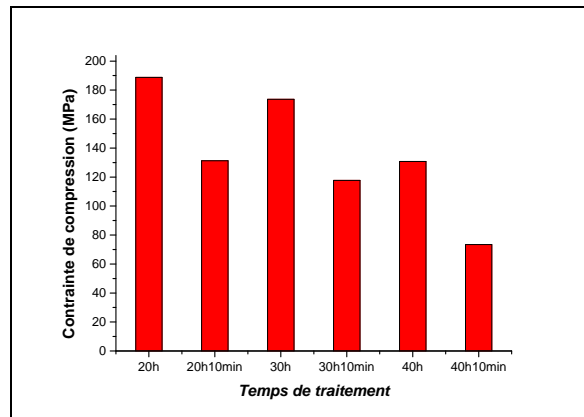
**Fig.2.** Empreintes d'indentation, photos et isochromes obtenus sur le verre traité par le double échange ionique pendant 10 min avec une charge de 5N.

Ces verres ont déjà subi un traitement de simple échange ionique pendant 20h, 30h et 40h. On remarque que les isochromes obtenus sur du verre traités par le double échange augmentent grâce à l'augmentation des contraintes de tension.

La figure 3 présente l'évolution des contraintes de compression superficielles induite par une charge d'indentation 5N des échantillons traité par le simple échange (20h,30h,40h) et le double échange ionique pendant 10min. Pour le simple échange ionique, on note que les contraintes de compression causées ont une relation directe avec le temps de maintien lors du traitement thermo-chimique du verre. Lorsque le temps de maintien augmente, la diffusion des ions  $K^+$  augmente. Lorsque le temps de l'échange est allongé, l'influence de la température de traitement ( $480^{\circ}C$ ). En effet, les contraintes deviennent moindres à cause du phénomène de relaxation des contraintes de compression sous l'effet du flux visqueux du verre pouvant se produire à cette température proche de  $T_g$ .

le double échange ionique a pour conséquence de réduire partiellement la concentration des ions  $K^+$  à la surface du verre produite par la première trempée. Les ions  $K^+$  de la surface sont remplacés par des ions de  $Na^+$ . Ceci réduit la compression en surface causée par le premier

échange ionique. On remarque que la diminution des contraintes de compression en surface, dans le cas du double échange, a une relation directe avec la présence du potassium lors du premier échange (dans le premier échange, la teneur en potassium est élevée implique que dans le deuxième échange les contraintes de compression seront moindres).



**Fig.3.** Evolution des contraintes de compression superficielles induite par une charge d'indentation 5N des échantillons traité par le simple (20h,30h,40h) et le double échange ionique pendant 10min.

### 3. EXPERIMENTAL

A l'aide d'une tronçonneuse à meule diamantée, nous avons coupé tous les échantillons à partir de la même plaque de verre plat silico-sodo-calcique. Ce dernier est fabriqué par flottage par l'entreprise méditerranéen float glass MFG, filiale de CEVITAL (Algérie). Les dimensions des échantillons sont (50x12x4) mm<sup>3</sup>. Sa composition chimique en pourcentage massique, obtenue par spectromètre fluorescence X (Element analysis by WDXRF Spectroscopy, marque: Rigaku, ZSX primusseries, Japan) est: SiO<sub>2</sub>: 71,8%, Na<sub>2</sub>O: 13%, CaO: 9,01%, MgO: 4.46%, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: 0,85%, K<sub>2</sub>O: 0,64%, F<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: 0,082%, SO<sub>3</sub>: 0,14%. Ses principales caractéristiques physiques sont : Module d'élasticité: 72 GPa, coefficient de Poisson : 0,22, dureté Vickers: 4,7 GPa, ténacité: 0,74 MPa √m, densité: 2,5 g/cm<sup>3</sup>. Sa température de transition vitreuse (T<sub>g</sub>) est de 590 °C (mesurée par analyse thermique différentielle de type SDT-Q600). Tous les échantillons ont été recuits afin de relaxer les contraintes résiduelles. Le recuit a été effectué à 530 °C durant 30 min, avec une vitesse de chauffe de 5 °C/min alors que la vitesse de refroidissement est de 3 °C/min jusqu'à l'ambiante.

Le simple échange ionique a été réalisé en chauffant les échantillons de verre à une température de 480 °C, puis on les immerges dans un bain de sels fondu de nitrate de potassium (KNO<sub>3</sub>), à la même température (dans le four) durant 20h, 30h et 40h. En sortant les échantillons du bain de KNO<sub>3</sub>, ils refroidissent dans le four avec une vitesse de 1 °C/min. Une deuxième échange (le double échange ionique) a été réalisée dans un bain d'un mélange de nitrate de sodium NaNO<sub>3</sub> (1part) et potassium KNO<sub>3</sub> (1,8 part) c'est-à-dire (NaNO<sub>3</sub> + KNO<sub>3</sub>) à une température de 400°C. Le maintien est de 10 min. Les contraintes de compression induite par chaque temps d'immersion est calculé en utilisant la formule de Marshall et Lawn:

$$\sigma_r = \frac{\left( \frac{P}{C^{3/2}} - \frac{P}{C_0^{3/2}} \right) \sqrt{\pi} K_{IC}}{2mC^{1/2} \left( \frac{P}{C_0^{3/2}} \right)}$$

Avec: P: la charge appliqué, C: demi longueur des fissures radiales (verre traité), C<sub>0</sub> : demi longueurdes fissures radiales (verre non traité), K<sub>IC</sub> : ténacité, m : constante.

#### 4. CONCLUSION

A partir de ces résultats expérimentaux, on peut conclure que :

Le simple échange ionique, réalisé avec un temps de maintien 20h, induit un maximum de contraintes de compression par rapport aux autres temps de maintien 30et 40h.

la température du simple échange ionique (480°C) est proche de la température de transition T<sub>g</sub> du verre, les temps de traitements allongés réduisent les contraintes de compression sous l'effet de la relaxation de ces contraintes.

les contraintes de compression en surface dans le cas du double échange ont une relation directe avec la présence du potassium lors du premier échange.

La photoélasticimétrie est un moyen efficace de visualisation des champs de contraintes résiduelles.

#### 6. REFERENCES

[1]Aben.H et al.Photoelasticity of glass.Springer-Verlag Berlin Heidelberg.1993.19-50

- [2] CHUCHAI A. KENNETH J. Anusavice. JOHN J Mecholsky Jr. Residual stress in glass : Indentation crack and fractography approaches. J. Dental Materials. 2009. 25. 1453-1458
- [3] René G. Ion exchange for glass strengthening. Materials Science and Engineering B. 2008. 149. 159-165
- [4] Arun K V. Chemical strengthening of glass: lessons learned and yet to be learned. Int. J. of Applied Glass Science. 2010. 131-142. Doi: 10.1111/j.2041-1294.2010.00010.x
- [5] SGLAVO V, LARENTIS L. Flaw-Insensitive Ion-Exchanged Glass: I, Theoretical Aspects. J. Am. Ceram. Soc. 2001. 84(8). 1827-1831
- [6] SGLAVO V. Flaw-Insensitive Ion-Exchanged Glass: II, Production and Mechanical Performance. J. Am. Ceram. Soc. 2001. 84 (8). 1832-1838
- [7] BREMAND F. Photoélasticimétrie plane . Atelier Photomécanique, Laboratoire de Mécanique des solides. Saint-Etienne. 2004. 6-12 .1-33
- [8] Ayatollahi m r. Nejatti m. Experimental evaluation of stress field around the sharp notches using photoelasticity. J. Materials and Design. 2010. 32. 561-569.
- [9] Brugger G., Penjalbert P. Simon P. Photoélasticité. 25 Septembre 2003