Renforcement mécanique du verre par trempe thermique

S. Testu[1,2], S. Etienne[1,2], J-M. Ricard[2]

[1] Laboratoire de Physique des Matériaux, Ecole des Mines de Nancy
[2] Ecole Européenne d'Ingénieurs en Génie des Matériaux

Le verre est un matériau fragile. Le moindre défaut de surface mis sous tension provoque la rupture. Ce procédé est par ailleurs utilisé pour découper les plaques de verre en rayant la surface à l'aide d'une pointe diamantée. A l'inverse, la résistance mécanique d'un objet en verre peut être facilement accrue en réduisant la taille des défauts de surface par polissage. Néanmoins, l'utilisation et la manipulation courante d'un objet en verre induit rapidement de nouveaux défauts de surface qui le fragilisent. En 1661, des gouttes de verre trempées furent présentées à la Société Royale de Londres. L'idée était simple : faire chuter une petite quantité de verre en fusion dans un liquide. La partie massive de la goutte de verre ainsi obtenue résistait aux coups de marteaux. Cette observation expérimentale inspira les procédés de trempe du verre apparus vers 1875, qui furent notamment utilisés plus tard pour les besoins du secteur automobile. L'origine du renforcement mécanique du verre par trempe est la création de contraintes internes. Les contraintes de compression localisées au voisinage de la surface de l'objet retardent la propagation des défauts au sein du volume, même sous l'effet de sollicitations mécaniques extérieures. Il existe principalement deux techniques pour générer ces contraintes internes dans un objet en verre : la trempe chimique et la trempe thermique. La trempe chimique consiste à modifier la composition du verre en surface en réalisant des échanges ioniques. Ainsi par exemple le verre sodocalcique est-il chimiquement trempé en remplaçant les ions sodium par des ions potassium de taille plus importante mettant ainsi la surface du verre en compression. Le deuxième procédé, bien connu des industriels du verre float, est la trempe thermique. Le verre chauffé au dessus de sa température de transition vitreuse est ensuite rapidement refroidi par jets d'air. Sous l'action de l'air, la surface du verre est rapidement refroidie. A ce moment là, le cœur de l'objet encore chaud accommode la contraction de la surface et toute contrainte interne est relaxée. Ensuite, lorsque le cœur de l'objet se refroidit à son tour, il se contracte, mettant ainsi la surface sous compression. La trempe thermique présente l'avantage de ne pas modifier la composition en surface du verre, et d'être utilisable quelque soit la composition du verre (verre sodocalcique, verre riche en oxyde de plomb, etc…), mais à condition que le coefficient de dilatation du verre ne soit pas trop faible (silice, certains verres borosilicates).

Le renforcement mécanique du verre par trempe thermique fait actuellement l'objet de travaux de recherche réalisés par Sébastien Testu et Serge Etienne au sein du Laboratoire de Physique des Matériaux de Nancy, avec l'aide technique de Jean-Marie Ricard de l'Ecole Européenne d'Ingénieurs en Génie des Matériaux. Différents types de verres sont à l'étude. Les résultats présentés dans cet article concerneront essentiellement le verre sodocalcique utilisé pour le vitrage. Après de nombreux tests, un dispositif de trempe a été mis au point afin de reproduire des conditions de trempe thermique par jets d'air au sein du laboratoire. Compte tenu des mécanismes physiques mis en jeu au cours de la trempe, l'optimisation des conditions de trempe consiste à contrôler l'écart entre la température de recuit et la température de transition vitreuse (préalablement déterminée par dilatométrie ou spectroscopie mécanique), ainsi que la cinétique et l'homogénéité du refroidissement. Si ces différents paramètres ne sont pas conjointement ajustés, l'objet en verre se fragmente à cause du choc thermique subi.

Pour révéler les contraintes internes engendrées par la trempe thermique, le verre est observé entre polariseurs croisés. La figure 1 montre la présence de contrastes indiquant une biréfringeance du verre induite par les contraintes internes. Un objet en verre non trempé apparaîtrait complètement sombre sur cette figure.

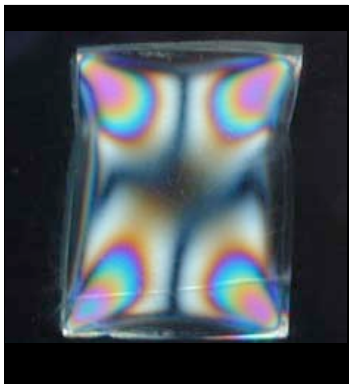

Figure 1. Observation d'un objet en verre trempé en lumière polarisée.

Afin d'évaluer le renforcement du verre par trempe thermique, des essais mécaniques de flexion ont été réalisés. Pour montrer l'importante augmentation de la résistance mécanique du verre, notons que, dans des conditions expérimentales similaires, la force à appliquer pour rompre en flexion un barreau de verre peut passer de 800 N pour le verre non trempé à 3500 N pour le verre trempé. De plus, la rupture d'une éprouvette de verre renforcée par trempe thermique s'accompagne d'une brutale fragmentation en de nombreux morceaux projetés dans toutes les directions de l'espace. A l'inverse, une éprouvette en verre non trempé se scinde essentiellement en deux morceaux. Ce phénomène est lié à l'état contraint du matériau. En effet, une étude plus détaillée de la répartition des contraintes internes observées après trempe thermique montre que si la surface de l'objet est effectivement soumise à des contraintes de compression, le cœur de l'objet est quant à lui soumis à des contraintes de tension. Ainsi le matériau éclate lorsqu'un défaut se propageant depuis la surface atteint la zone sous tension.

Pour quantifier le renforcement mécanique du verre, en réduisant les effets néfastes de l'état de surface, des mesures d'indentation Vickers ont été réalisées avant et après trempe. Cette technique largement utilisée en science des matériaux permet de mesurer la dureté en pénétrant le matériau avec une pointe pyramidale en diamant. Pour le verre, comme pour tout autre matériau fragile, l'empreinte de dureté Vickers est accompagnée d'un réseau de fissures. La figure 2, qui représente ce type d'empreinte, montre l'effet de la trempe thermique sur la résistance à la fissuration du verre. Après trempe, la taille des fissures radiales observées au microscope otique est sensiblement plus faible. Le même effet a pu être observé dans d'autres verre d'oxydes, comme le verre riche en oxyde de plomb (figure 3). Il est donc clair que la propagation des défauts de surface est considérablement retardée par la présence des contraintes internes induites par trempe thermique.

De manière plus quantitative, l'analyse des fissures radiales engendrées par indentation Vickers permet de calculer la ténacité du verre. Le calcul nécessite la connaissance des constantes élastiques préalablement déterminées par des mesures de vitesses de propagation d'ondes ultrasonores. Les valeurs obtenues pour le verre sodocalcique et pour le verre riche en oxyde de plomb sont rassemblées dans le tableau 1. L'ensemble des résultats montre que la macrodureté et les contantes élastiques du verre ne sont pas significativement affectées par la trempe thermique. Par contre, la ténacité est considérablement améliorée. Pour le verre sodocalcique, la ténacité peut passer de 0,78 MPa $m^{1/2}$ avant trempe à 2,08 MPa $m^{1/2}$ après

trempe. De la même manière, pour le verre riche en oxyde de plomb, la ténacité peut passer de 0,48 MPa $m^{1/2}$ (verre plus fragile que le sodocalcique) à 2,20 MPa $m^{1/2}$. Cette évolution dépend bien entendu des conditions de trempe.

Tableau 1. Constantes élastiques des verres d'oxydes obtenues par mesures de vitesse de propagation d'ondes ultrasonores. E: module d'Young, G: module de cisaillement, B: module de compression, ν: coefficient de Poisson.

	E (GPa)	G (GPa)	B (GPa)	ν
verre sodocalcique	74,05	30,38	43,88	0,22
verre riche en oxyde de plomb	54,87	22,45	32,93	0,22

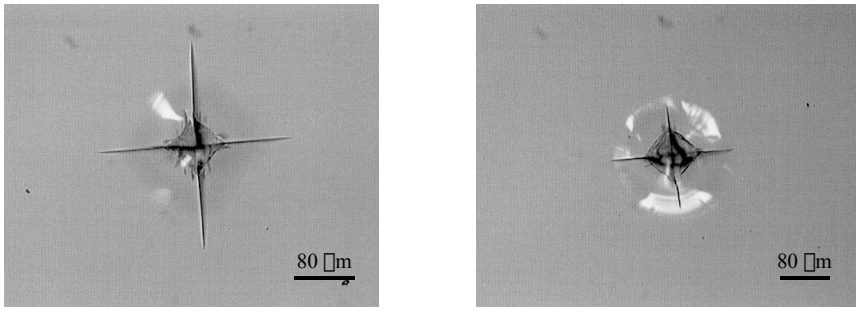

Figure 2. Empreinte d'indentation Vickers (20 N) observée au microscope optique en réflexion sur la surface du verre sodocalcique non trempé (à gauche) et trempé par jets d'air (à droite).

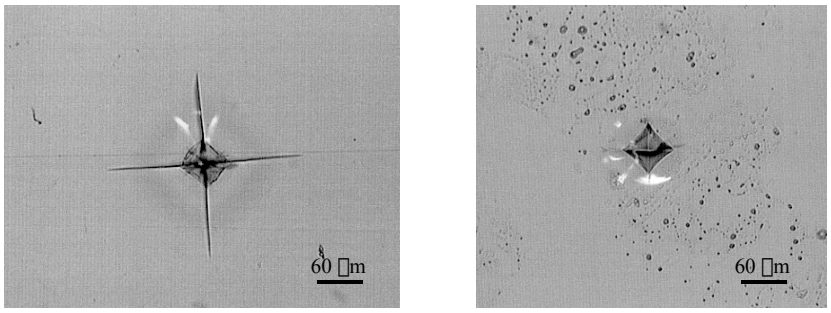

Figure 3. Empreinte d'indentation Vickers (10 N) observée au microscope optique en réflexion sur la surface du verre riche en oxyde de plomb non trempé (à gauche) et trempé par jets d'air (à droite).

Le renforcement mécanique du verre par trempe thermique est donc typiquement un problème scientifique apportant des solutions techniques ici inhérentes à la fragilité du verre. Les résultats expérimentaux montrent l'ampleur du renforcement ainsi obtenu. Il serait intéressant d'étudier plus en avant l'influence de la composition du verre et des conditions de trempe sur l'indice de trempabilité, mais également d'affiner la compréhension des mécanismes de déformation et de propagation des fissures au sein du verre, afin de les relier aux interactions ioniques dans le réseau verrier. Il est également envisagé de poursuivre cette étude à l'aide d'autres techniques d'analyse des surfaces telles que les tests de rayure et de nanoindentation.