

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Abderrahmane Mira de Bejaïa

Faculté de Technologie

Département de Génie des procédés

Mémoire de Fin de Cycle

En vue de l'obtention du diplôme de Master en génie des
procédés

Option : Génie des Matériaux

Thème

Caractérisations physico-chimiques de la
dégradation (photo-dégradation et
chimique) des verres à couches

Présenté Par :

AMEUR Abderraouf

BENDIAB Meziane

Devant le jury composé de :

M^{me} MAHTOUT Laila

M^{me} HAMMICHE Dalila

M^{me} BOUZIDI Nedjima

Pr Université de BEJAIA

Pr Université de BEJAIA

Pr Université de BEJAIA

Encadreur : Pr. N. BOUZIDI

Co- Encadreur : Dr. S. AISSOU

Présidente

Examinatrice

Encadreur

Année universitaire 2020/2021

Remerciement

Ce travail est réalisé au laboratoire de contrôle de qualité des verres à couches de l'usine MFG, et au laboratoire de génie des procédés de l'université de Bejaia.

Nos intenses remerciements à nos familles qui nous ont supportés et encouragés durant toutes ces années.

Nous tenons à présenter nos sincères remerciements et notre gratitude à notre encadreur Mme BOUZIDI NEDJIMA pour sa disponibilité, son aide précieuse, son soutien tout au long de ce travail et ses conseils qui nous ont été très utiles.

On exprime nos sincères remerciements à Mme M. Halla (dirigeante du laboratoire CQ verres à couches de l'usine MFG), ainsi qu'aux membres du laboratoire ainsi que Mme AISSOU Siham.

Nous remercions également la présidente du jury Mme MAHTOUT Laila ainsi que l'examinatrice Mme Hammiche Dalila pour nous avoir fait l'honneur d'examiner et de juger ce modeste travail.

Nous remercions aussi Mme KHALFOUNI Louiza, Mme BRADAI Fatima pour leur accompagnement lors des manipulations des analyses.

Nous remercions aussi à Mr BOUNAB SADDEK et Mr HABEL Abdelouaheb qui nous ont aidé tout au long de notre stage.

Nous tenons également à remercier toutes les personnes qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Enfin nos reconnaissances les plus sincères s'expriment aux proches et aux amis dont l'amour, la patience et le sacrifice s'inscrivent dans chaque page de ce document.

DEDICACES

Chaque fois qu'on achève une étape importante dans notre vie, on fait une pause pour regarder en arrière et se rappeler toutes ces personnes qui ont partagé avec nous tous les bons moments de notre existence, mais surtout les mauvais.

C'est avec grande joie, je dédie ce mémoire à :

Mes très chers parents, YASMINA et BOUALEM qui n'ont jamais cessé de formuler des prières à mon égard, de me soutenir et de m'épauler pour que je puisse atteindre mes objectifs.

Ma chère sœur Céline pour son soutien moral et son aide précieuse depuis toujours.

Ma future femme Dyhia qui m'a aidé, supporté, soutenu et encouragé durant cette longue période.

Tous mes amis sans exception, BENSEBA Lotfi, ILLOUL Omar, NAIT CHADI Chichi, BONSAR Hani, KOURDACHE Mellah, BOUMAZA Yanis, ZAZEN Massinissa et tous ceux qui partagent ma vie.

Mon cher ami AMEUR Abderraouf avec lequel j'ai partagé ces deux années de Master.

Tous ceux qui m'ont aidé, ceux qui sont la source de mon inspiration et mon courage.

MEZIANE ILLULEN USAMER

DEDICACES

Je dédie ce modeste travail à :

Mes parents qui m'ont soutenu et encouragé durant toute ma vie.

C'est avec grande joie, je dédie ce mémoire à :

Mes très chers parents, Nacira et djamel qui mon soutenu et encouragé moralement et matériellement pendant les moments les plus difficiles et durant mes études.

Ma chère sœur Sihem qui m'a soutenu et encouragé depuis mon enfance et à ses petite adorables filles Ikram et Romaisa.

Mes frères Omar et Housseem, qui sont toujours à mes coté dans toutes les périodes de la vie.

Ma partenaire Hafida qui ma aider et partagé les bons moments durant le parcourt universitaire.

Tous mes amis sans exception, Hamaza slamani, Samad SAMAHI, Lounes et nacereddine AMEUR, Ferkos BOULOUFET, Fares MASSOUDI, Fares BESSOUH, Amar AMEUR, Bouhtouri OUCHENI.

Mon cher ami BENDIAB Meziane avec lequel j'ai partagé ces deux années de Master.

Tous ceux qui m'ont aidé, ceux qui sont la source de mon inspiration et mon courage.

GMATHENAGHE RAOUF

LISTE DES FIGURES

Chapitre I

Figure I.1 : Fragments de fulgurite (à gauche) et d'obsidienne (à droite).....	3
Figure I.2 : Cliché de diffraction X d'un verre et d'une phase cristalline correspondante	5
Figure I.3 : Structure chimique de la silice vitreuse	6
Figure I.4 : Rupture d'une liaison SiO par introduction d'une molécule Na O dans le réseau de silice.....	7
Figure I.5 : Structures du verre flotte (gauche) et du SiO ₂ cristallin.....	14
Figure I.6 : Résumé de la variation de la viscosité en fonction température.....	19
Figure I.7 : Empreinte produite par l'indenteur Vickers.....	24
Figure I.8 : Principe de la réfraction de la lumière dans un corps en verre.....	30
Figure I.9 : Indice de réfraction en fonction de la longueur d'onde.....	31
Figure I.10 : Le verre à couches.....	34
Figure I.11 : Processus de croissance de couches : nucléation, croissance des îlots, coalescence des îles.....	37
Figure I.12 : Les trois principaux modes de croissance des couches minces.....	39
Figure I.13 : Les différentes méthodes d'élaboration.....	39
Figure I.14 : Procédé de production du verre à couches déposé sous vide.....	41
Figure I.15 : Procédé de production du verre à couches pyrolytiques.....	42

Chapitre II

Figure II.1 : Géolocalisation de MFG	46
Figure II.2 : Les réseaux de distribution de MFG vers l'étranger.....	47
Figure II.3 : Organigramme de l'entreprise MFG.....	48
Figure II.4 : Unité de transport verre plat MFG.....	50
Figure II.5 : Transmission lumineuse du verre plat.....	51
Figure II.6 : Application du verre feuilleté dans un building.....	52
Figure II.7 : Application du verre à couche	53
Figure II.8 : Fonctionnement optique du verre à couche.....	53
Figure II.9 : Application du MEDISTAR "S"	55
Figure II.10 : Application du MEDISTAR "+S".....	57

Chapitre III

Figure III.1 : Mesure des spectres de réflexion du verre.....	59
Figure III.2 : Modèle CIE LAB (CIE, Lab).....	60
Figure III.3 : Observation visuel de la feuille à la sortie du procédé de dépôt de couche	62
Figure III.4 : Spectrophotomètre lambda 1050.....	63
Figure III.5 : Stratometer G (Appareil de mesure de la résistivité).....	64
Figure III.6 : Représentation schématique de la découpe d'échantillons pour tests laboratoires.....	64
Figure III.7 : Dispositif expérimental de Résistivimètre (type SRM-12 Nagy).....	65
Figure III.8 : Courbe de mesure de résistivité totale corrigé	66
Figure III.9 : Appareil de contrôle de la dureté et de l'abrasion : Erichsen modèle 494.....	67
Figure III.10 : Zones d'exécution des différents tests.....	68
Figure III.11 : schéma de test d'abrasion.....	68
Figure III.12 : Test d'essuyage à sec	69
Figure III.13 : Test d'essuyage humide	69
Figure III.14 : Dispositif expérimental de test de l'ébullition	71
Figure III.15 : Représentation schématique de la chambre de corrosion.....	72
Figure III.16 : Dispositif expérimental de test de Vieillessement « UV ».....	74
Figure III.17 : Chambre d'UV.....	76

Chapitre IV

Figure IV.1 : Processus de fabrication du verre flote.....	78
Figure IV.2 : Chaîne d'enfournement des matières premières.....	80
Figure IV.3 : Chambre de fusion (four de l'industrie MFG).....	81
Figure IV.4 : Régime thermique du four à régénérateurs	83
Figure IV.5 : Les zones du four.....	83
Figure IV.6 : Section du bain d'étain.....	84
Figure IV.7 : Four de refroidissement à rouleau (étenderie).....	85
Figure IV.8 : Ligne de découpe.....	87
Figure IV.9 : Dispositif de la machine à laver et du séchoir.....	89
Figure IV.10 : Aperçu du système Apollon	90
Figure IV.11 : Aperçu du système de dépôt des couches.....	91

Figure IV.12 : Zone de la partie de pulvérisation cathodique.....	93
Figure IV.13 : Représentation schématique des couches déposées.....	95
Figure IV.14 : Mesure des spectres de réflexion du verre	96
Figure IV.15 : Le système de mesure in situ.....	97

Chapitre V

Figure V.1 : La courbe de transmission et de réflexion en fonction de la longueur d'onde pour le verre Star "S".....	99
Figure V.2 : Double vitrage à couche pour l'isolation thermique renforcée.....	102
Figure V.3 : Micrographie de l'échantillon HP1 (I).....	111
Figure V.4 : Micrographie de l'échantillon HP1 (II).....	112
Figure V.5 : Micrographie de l'échantillon HP1 (III).....	112
Figure V.6 : Micrographie de l'échantillon HP1 (IV).....	113
Figure V.7 : Pertes en masse (%) des verres C et S dans HCl (1M), NaOH (1M) et HF (10M).....	117
Figure V.8 : Spectres UV-Visible des verres C et S avant et après attaques HCl (1M), HF (10M) et NaOH (1M).....	118
Figure V.9 : Spectres IRTF des verres (C) et (S) avant et après attaques par HCl (1M), HF (10M) et NaOH (1M).....	119

LISTE DES TABLEAUX

Chapitre I

Tableau I.1 : Proportions des matières premières dans le mélange vitrifiable (verres plats)...	9
Tableau I.2 : Valeurs de viscosité pour les différents régimes d'élaboration et de traitement du verre selon PAVLOUCHKINE.....	18
Tableau I.3 : Distribution spectral de rayonnement solaire	27
Tableau I.4 : Composition de la lumière visible	28
Tableau I.5 : Relation entre la réflexion et l'indice de réfraction.....	31
Tableau I.6 : Comparaison entre les technique CVD et PVD.....	40

Chapitre III

Tableau III.1 : Critères d'acceptation d'un type de verre à couche MFG.....	61
Tableau III.2 : Critères de tolérance du verre à couche MFG pour l'émissivité et la résistivité.....	63
Tableau III.3 : Critère de matière rebuté du verre à couche MFG.....	64
Tableau III.4 : Plan d'échantillonnage	65
Tableau III.5 : Critère d'acceptation du verre à couche MFG pour la ternissure	71

Chapitre IV

Tableau IV.1 : Zones de l'étenderie	86
Tableau IV.2 : Formats de verre Float	87
Tableau IV.3 : Types de verres à couche produit par MFG ainsi que les métaux déposés et leurs épaisseurs.....	88

Chapitre V

Tableau V.1 : Résultats des observations visuel	98
Tableau V.2 : Distribution latérale de la résistivité.....	100

Tableau V.3 : Résultats de résistivité et émissivité totale corrigé	101
Tableau V.4 : valeur des constantes	103
Tableau V.5 : les épaisseurs de nos verres	103
Tableau V.6 : Résultat du coefficient Ug double vitrage pour tous les échantillons du verre STAR "S"	103
Tableau V.7 : résultats test d'abrasion après 10 et 40 cours	105
Tableau V.8 : Résultats d'essuyage à sec et humide	106
Tableau V.9 : classement après le test d'essuyage à sec et humide	106
Tableau V.10 : Les résultats du test d'ébullition de l'échantillon K (I) avant et après	107
Tableau V.11 : Résultats du calcul de la ternissure de l'échantillon K (I)	107
Tableau V.12 : Les résultats du test d'ébullition de l'échantillon K (II) avant et après	108
Tableau V.13 : Résultats du calcul de la ternissure pour l'échantillon K (II)	108
Tableau V.14 : Les résultats du test d'ébullition de l'échantillon K (III) avant et après.....	108
Tableau V.15 : Résultats du calcul de la ternissure pour l'échantillon K (III)	109
Tableau V.16 : Les résultats du test d'ébullition de l'échantillon K (IV) avant et après.....	109
Tableau V.17 : Résultats du calcul de la ternissure pour l'échantillon K (IV).....	109
Tableau V.18 : Barème de classement du verre à couche Star "S" au test d'ébullition.....	110
Tableau V.19 : valeurs de la résistivité avant après test de corrosion	110
Tableau V.20 : Résultat de test UV avant et après pour l'échantillon UV I	114
Tableau V.21 : Résultat du test UV avant et après pour l'échantillon UV II	114
Tableau V.22 : Résultats du test UV avant et après pour l'échantillon UV III	114
Tableau V.23 : Résultats du test UV avant et après pour l'échantillon UV IV	115
Tableau V.24 : Pertes de masse dans les milieux HCl(1M), NaOH(1M) et HF(10M).....	116
Tableau V.25 : Les bandes d'absorption enregistrées pour le verre (C) après attaque.....	120
Tableau V.26 : Les bandes d'absorption enregistrées pour le verre (S) après attaque.....	120

TABLE DE MATIERES

Listes des figures

Listes des tableaux

Introduction générale.....01

CHAPITRE I : GENERALITES SUR LES VERRES ET LES VERRES A COUCHES.

I.1. Introduction.....03

I.2. Qu'est-ce qu'un verre ?.....04

I.3. Composition chimiques des verres.....05

I.3.1. Le Sable (SiO_2).....06

I.3.2. Carbonate de soude ($\text{Na}_2 \text{CO}_3$).....06

I.3.3. Calcaire (CaCO_3).....07

I.3.4. Dolomie ($\text{CaMg} (\text{CO}_3)_2$).....07

I.3.5. Les feldspaths [(K, Na) AlSi_3O_8].....08

I.3.6. Le Charbon.....08

I.3.7. Sulfate de soude (Na_2SO_4).....08

I.3.8. Oxyde de fer (Fe_2O_3)08

I.3.9. Le Calcin08

I.4. Classification des verres09

I.4.1. Verres sodocalciques09

I.4.2. Verres au plomb09

I.4.3. Verres borosilicatés10

I.4.4. Verres d'oxydes10

I.4.5. Verres de silice11

I.4.6. Vitrocéramiques11

I.4.7. Verres photochromiques11

I.4.8. Verres fluorés12

I.4.9. Verres de chalcogénures12

I.4.10. Verres métalliques13

I.5. Différents types de verre13

I.5.1. Verres plats14

I.5.1.1. Verre vitrage.....14

I.5.1.2. Verre coulés.....	14
I.5.2. Verre creux	15
I.5.3. Fibres de verres	15
I.5.4. Verres techniques	16
I.5.4.1. Verre optique.....	16
I.5.4.2. Verre de silice.....	16
I.5.4.3. Verre à base de plomb.....	16
I.5.4.4. Verre photochromiques.....	17
I.5.4.5. Vitrocéramique.....	17
I.5.4.6. Verre de mousse.....	17
I.5.4.7. Fibre optique.....	17
I.6. Propriétés des verres	18
I.6.1. Propriétés rhéologique	18
I.6.1.1 Viscosité du Verre	18
I.6.1.2. Tension superficielle	21
I.6.2. Propriétés mécaniques	21
I.6.2.1. Résistance mécanique	21
I.6.2.1.1. Défaut de surface.....	22
I.6.2.2. Ténacité	23
I.6.2.3. Dureté	24
I.6.2.4. Elasticité.....	24
I.6.3. Propriétés chimiques des verres	25
I.6.3.1. Durabilité chimique	25
I.6.3.2. Action des bases et des acides	25
I.6.3.3. Action de l'eau	25
I.6.3.4. Action de l'air	26
I.6.3.5. Action de la lumière	26
I.6.4. Propriétés thermiques	26
I.6.4.1. Chaleur spécifique	26
I.6.4.2. Conductibilité thermique	26
I.6.4.3. Dilatation thermique	27
I.6.5. Propriétés optiques des verres	27
I.6.5.1. Transmission	27
I.6.5.1.1. Transmission dans l'Ultraviolet	28

I.6.5.1.2. Transmission dans le visible	28
I.6.5.1.3. Transmission dans l'infrarouge	28
I.6.5.2. Réfraction	29
I.6.5.3. Réflexion	31
I.6.5.4. Absorption	32
I.6.5.5. Diffusion et diffraction de la lumière	32
I.7. Notions sur les verres à couches	32
I.7.1. Définition d'une couche mince	32
I.7.2. Définition d'un verre à couches	33
I.7.3. Structure d'un verre à couches	34
I.7.4. Le rôle des couches	34
I.7.4.1. Le coefficient de transparence, ou de transmission lumineuse (TL ou T)	34
I.7.4.2. Le facteur solaire (FS ou g)	34
I.7.4.3. Le facteur gain solaire	35
I.7.4.4. L'émissivité « e »	35
I.7.4.5. Le coefficient de transfert thermique U	35
I.7.5. Les fonctions d'un verre à couches	36
I.7.5.1. Les fonctions optiques	36
I.7.5.2. Les fonctions chimiques	36
I.7.5.3. Les fonctions électriques	36
I.7.5.4. Les fonctions multiples	36
I.7.6. Classification des verres à couches dans le bâtiment	36
I.7.7. Mécanismes physiques de formation d'une couche mince	37
I.7.8. Techniques de dépôt des couches minces	39
I.7.9. Différence entre les deux grandes méthodes d'élaboration de la couche mince	40
I.7.10. Nature des couches, procédés de dépôt	41
I.7.10.1. Verres à couches déposées sous vide	41
I.7.10.2. Verres à couches pyrolytiques	41
I.7.10.3. Verres autonettoyants	42
I.7.10.4. Verres antireflets	42
I.7.10.5. Verres à couches réfléchissantes	43
Conclusion.....	43

CHAPITRE II : PRESENTATION DE L'ENTREPRISE MEDITERRANEAN FLOAT GLASS

II.1. Introduction	44
II.2. Présentation de l'entreprise MFG	44
II.3. La vision de MFG	46
II.4. Distribution.....	47
II.5. L'organigramme de l'entreprise	48
II.6. Gamme et qualité	49
II.6.1 Différent types de verres MFG	50
II.6.1.1. Le verre plat	50
II.6.1.1.1. Performances	51
II.6.1.2. Verre feuilleté	51
II.6.1.2.1. Performance	52
II.6.1.3. Verres à couches	52
II.6.3.1 Fonctionnement optique du verre a couche	53
II.6.3.2. Performance	54
II.6.3.3. Gamme des verres à couche	54
II.6.3.3.1. Medistar "S" (low-e)	54
II.6.3.3.2. Medistar "+S" (low-e)	56
II.6.3.3.3. Medireflect (verre réfléchissant)	57
Conclusion.....	58

III. CHAPITRE III : MATERIELS ET METHODES

III.1. Matériels	59
III.2. Méthodes	59
III.2.1. Contrôle de qualité	59
III.2.1.1. Analyse spectrophotométrie Online	59
III.2.1.2. Analyses et tests laboratoires Outline	61
III.2.1.2.1 Contrôle visuel	61
III.2.1.2.2 Mesure des propriétés spectrophotométriques	62
III.2.1.2.3 Analyse de la résistivité latérale et superficielle.....	63
III.2.1.2.4. Test de résistance à l'abrasion et d'essuyage	67
III.2.1.2.5. Teste d'ébullition	70
III.2.1.2.6. Test de Corrosion	72

III.2.1.2.7. Test de vieillissement UV	74
III.2.1.3. Durabilité chimique des verres à couches	76
III.2.1.3.1. Durabilité chimique par rapport à HCl 1M	76
III.2.1.3.2. Durabilité par rapport à NaOH 1M	76
III.2.1.3.3. Durabilité par rapport à HF 10N	77
Conclusion	77

CHAPITRE IV : PROCEDES D'ELABORATION DES DIFFERENTS VERRE.

IV.1. Les différentes étapes de fabrication du verre plat	78
IV.1.1. Traitement du sable brut	78
IV.1.2. Préparation du mélange verrier et enfournement	79
IV.1.3. Procédé de fusion et description du four.....	80
IV.1.3.1. Description du four	80
IV.1.3.2. Procédé de fusion	81
IV.1.3.2.1. Fusion.....	81
IV.1.3.2.2. Affinage.....	82
IV.1.3.2.3. Conditionnement.....	83
IV.1.4. Bain d'étain	83
IV.1.5. Etenderie	85
IV.1.6 La découpe	86
IV.2. Les différentes étapes de fabrication du verre à couches	87
IV.2.1. Déchargeuse	88
IV.2.2. Lavage et séchage du verre	89
IV.2.3. Dépôt de couches	89
IV.2.3.1. Aperçu du système	89
IV.2.3.2. Description générale et principe de fonctionnement	90
IV.2.3.3. Principes fondamentaux du processus	94
IV.2.3.3.1. Pulvérisation cathodique	94
IV.2.3.4. Structure des verres à couches Low-e de MFG (MediStar "-S" et "+S")	95
IV.2.4. Le système de mesure « ex situ »	95
IV.2.4.1. Tête de mesure angulaire (ex situ)	96
IV.2.4.2. Transmission spectrale dans le vide (in situ)	96
IV.2.5. Dépilement à quartes positions	97

Conclusion.....97

CHAPITRE V : CARACTERISATION PHYSIQUE CHIMIQUE DES VERRES

AVANT ET APRES ATTAQUES

V.1. Contrôle visuel.....98

V.2. Résultats spectrophotométrique.....99

V.3. Test de résistivité99

V.3.1. Test de résistivité latérale99

V.3.2. Test de résistivité superficielle101

V.3.3. Calcul du coefficient d'isolation thermique U_g 101

V.4. Test d'abrasion et d'essuyage104

V.4.1. Test d'abrasion104

V.4.2. Test d'essuyage105

V.5. Test d'ébullition.107

V.6. Test de corrosion110

V.6.1. Observation microscopique après test de corrosion111

V.7. Test de Vieillissement UV113

V.8. Durabilité chimique des verres MFG115

V.8.1. Perte en masse116

V.8.1.1. Durabilité chimique dans les milieux HCl (1M), NaOH (1M) et HF (10M).....116

V.8.2. Caractérisation des verres après attaque chimique118

V.8.2.1. Caractérisation par Spectroscopie UV- Visible.....118

V.8.2.2. Caractérisation par Spectroscopie IR.....119

Conclusion.....120

Conclusion générale

Références bibliographiques

Résumé

Introduction générale

INTRODUCTION GENERALE

Le terme « verre » désigne les matériaux utilisés à des fins artistiques ou technologiques, ainsi que les objets, articles ménagers ou composants utilisés dans l'industrie. Le verre fait partie de notre quotidien. Ses innombrables applications sont en perpétuelle évolution. Le verre est peut-être le matériau synthétique le plus ancien de l'humanité. La fabrication du verre était autrefois considérée comme une activité stratégique, longtemps composée de nombreuses techniques et traditionnellement tenue secrète [1]. Les céramistes et chauxfourniers égyptiens ont découvert que le chauffage de la silice SiO_2 (sable), avec du natron, transformé en soude par dessèchement et purification, et de la chaux vive produit un matériau plus ou moins vitreux et transparent. En ajoutant certains ingrédients ou des poudres minérales colorées au mélange, ces premiers verriers obtenaient des verres spécifiques et colorés [2].

Depuis le début des années 90, la manipulation de la matière à l'échelle nanométrique connaît un développement important. A l'aide de méthodes de synthèse variées, il est possible, actuellement de réaliser diverses architectures présentant au moins une dimension nanométrique (nanostructures, nanotube, nanoparticules, etc...) et sous différentes formes (couches minces, poudres, monolithe, etc...) [3]. A côté des applications classiques qui rendent les verres indispensables à l'économie moderne (bâtiment, transport, éclairage, industrie chimique), on assiste également à l'émergence de nouvelles technologies utilisant les verres (laser, téléphonie sur fibres optique, conversion de l'énergie) où le verre apporte des solutions originales [4].

Les verres à couches sont des verres industriels sur lesquels on pulvérise des oxydes métalliques sous forme de couches minces (0,01 μm à 0,8 μm). La présence de la couche modifie le comportement du verre vis-à-vis du rayonnement solaire (dans le domaine du visible et de l'infrarouge), ce genre de verre est utilisé pour diminuer la consommation d'énergie. Ce sont des vitrages de contrôle solaire pour lesquels il est possible de satisfaire simultanément dans chaque cas à toutes les exigences en matière de :

- Contrôle de l'énergie solaire ;
- Contrôle de la luminosité ;
- Esthétique ;
- Economie de conditionnement d'air ou de chauffage (isolation thermique).

Le verre à faible émissivité joue un rôle important en empêchant la chaleur et l'air froid de pénétrer à l'intérieur d'un bâtiment et réciproquement, et joue un rôle important dans la réduction de l'énergie du bâtiment (gaz et électricité) et de la climatisation. Cela signifie des économies de coûts.

Ce travail a pour objectif de suivre le processus de fabrication des verres plats en générale et le verre à couche en particulier tout en passant par les matières premières minérales de base utilisées dans cette usine. En outre, les principaux paramètres physiques requis dans le procédé de fabrication des verres à couche sont identifiés ; ce qui nous permet de contrôler la qualité des différents verres à couche. L'autre partie du travail, consiste à suivre la dégradation physico-chimique des différents verres à couche (photo dégradation, corrosion et durabilité chimique dans des milieux agressifs). Pour cela, on s'est intéressé à l'étude de quatre échantillons de verres, (verres à couche star "S") et un échantillon de verre clair, fabriqués par l'unité Méditerranéen Float Glass (MFG) de Larbaa (Blida, Algérie). Un ensemble de techniques est utilisé pour contrôler la qualité et évaluer les résistances de ces deux produits.

Notre mémoire est organisé en 5 chapitres :

Après une introduction générale, le premier chapitre expose des généralités sur les verres et les verres à couches. Dans le deuxième chapitre, nous présentons le complexe MFG groupe CEVITAL d'une manière générale. Les différents matériels et méthodes utilisées durant notre stage pratique pour la caractérisation de nos échantillons sont présentés dans le chapitre III. Dans le quatrième chapitre nous décrivons le procédé d'élaboration du verre Float et du verre à couches. Puis dans le cinquième chapitre, nous décrivons et discutons tous nos résultats obtenus après les essais de photo dégradation, de corrosion par les gaz et d'attaques chimiques sur les différents verres de l'usine MFG. Nous terminerons ce travail par une conclusion générale.

Chapitre I

Généralités sur les verres et
les verres à couches

CHAPITRE I : GENERALITES SUR LES VERRES ET LES VERRES A COUCHES.

Ce chapitre aborde des informations générales sur le matériau verre : une définition, composition chimique, structure, classification et types de verre, ainsi une description générale des propriétés rhéologiques, optiques, mécaniques et chimiques du verre.

I.1. Introduction

Le verre existe naturellement sur la terre depuis des centaines de milliers d'années. En 100 000 avant notre ère. Les humains préhistoriques ont connu déjà l'obsidienne, un verre naturel dérivé des volcans, et l'ont utilisé pour fabriquer des outils et des pointes de flèches.

Ils ont également utilisé des tectites (roches magnétiques et sédimentaires), des billes de verre formées par impact de météorite, et également utilisées comme bijoux ; et des fulgurites, qui sont des objets tout à fait inhabituels qui sont produits lorsque la foudre frappe le sable.

Généralement de forme creuse et quasi cylindrique, il est aussi totalement opaque étant donné le grand nombre d'impuretés qu'il renferme [5].



Figure I.1 : Fragments de fulgurite (à gauche) et d'obsidienne (à droite) [5].

Le verre a été découvert il y'a environ 5000 ans avant Jésus-Christ dans l'ancienne Mésopotamie. Ce sont des verres de silico-sodo-calciques, et leur composition est très similaire au verre industriel actuel. Ils étaient obtenus en faisant fondre du sable avec des algues marines ou certains minéraux comme le natron (c'est une variété naturelle de

carbonate de sodium. C'est du carbonate de sodium hydraté (formule chimique : $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$). Sa découverte est probablement liée à des activités telles que la métallurgie, la poterie et la céramique. Au début, il était principalement utilisé pour la fabrication de bijoux et de perles. Les plus anciens produits verriers fabriqués par l'homme ont été découverts en Egypte en 3000 avant J.-C. A cette époque, ce n'étaient pas des matériaux transparents ou translucides, mais du verre opaque aux couleurs vertes ou bleues [6].

I.2. Qu'est-ce qu'un verre ?

Bien que les verres soient connus depuis des milliers d'années, ils n'ont pas de définition universelle. En termes simples, le verre est généralement lié au matériau transparent fragile utilisé pour fabriquer des vitres, il un sens plus large et n'est pas facile à définir en langage scientifique. Il existe plusieurs définitions différentes. Selon Zarzyski, la définition la plus appropriée est la suivante : « Le verre est un solide amorphe qui présente un phénomène de transition vitreuse. » [7]. Dans cette définition, il y a une distinction claire entre les matériaux amorphes et le verre. En effet, seul le verre a la capacité de se transformer progressivement et de manière réversible en un état de plus en plus fluide au fur et à mesure que la température s'élève. Au cours de ce processus d'évolution, on assiste à une modification rapide des propriétés au voisinage d'une température, c'est ce qu'on appelle la transition vitreuse. En revanche, D'orémus ne fait pas de distinction entre le verre et les matériaux amorphes dans sa définition [8].

« Un verre est un solide amorphe. Un matériau est amorphe quand il n'a pas d'ordre à longue distance... ».

L'American Society for Testing Materials (ASTM) définit le verre comme un produit inorganique fondu qui passe du liquide au solide sans cristallisation, à l'exclusion des polymères présentant une transition vitreuse. De même, un verre peut être défini comme une substance obtenue par refroidissement continu à partir de l'état liquide et, en conséquent, il atteint une condition qui est d'un point de vue thermodynamique et structural analogue au liquide mais avec une mobilité atomique (ou fluidité) limitée pour qu'il soit considéré comme un solide [9]. De telle définition limite le terme 'verre' exclusivement aux matériaux non-cristallins obtenus par solidification à partir de l'état liquide en fusion.

D'autre part, il existe des matériaux amorphes (amorphes) obtenus par réaction en phase solide ou par des techniques de dépôts (PVD, CVD), dont les propriétés sont similaires

à celles observées dans le verre obtenu par refroidissement liquide. [10]. Pour cette raison, certains auteurs [10,11] préfèrent définir les verres selon leurs propriétés structurales et thermodynamiques plutôt qu'en termes de technologie utilisée pour les produire.

En effet, quel que soit la définition qui définit le verre, ce dernier est un matériau homogène dont la structure à l'échelle atomique est désordonnée et que l'on peut synthétiser par de nombreuses méthodes. La méthode la plus classique consiste à chauffer un mélange de composants chimiques de départ jusqu'à ce qu'il fonde, puis à le refroidir rapidement afin qu'il n'y ait pas de temps pour que la cristallisation se produise, puis à congeler le matériau dans un état amorphe.

D'un point de vue structural, le verre est un solide amorphe. Par diffraction aux rayons X, il donne des anneaux diffus semblable à ceux d'un liquide, tandis que le spectre du cristal donne des cercles de diffraction comme le montre la figure I.2.

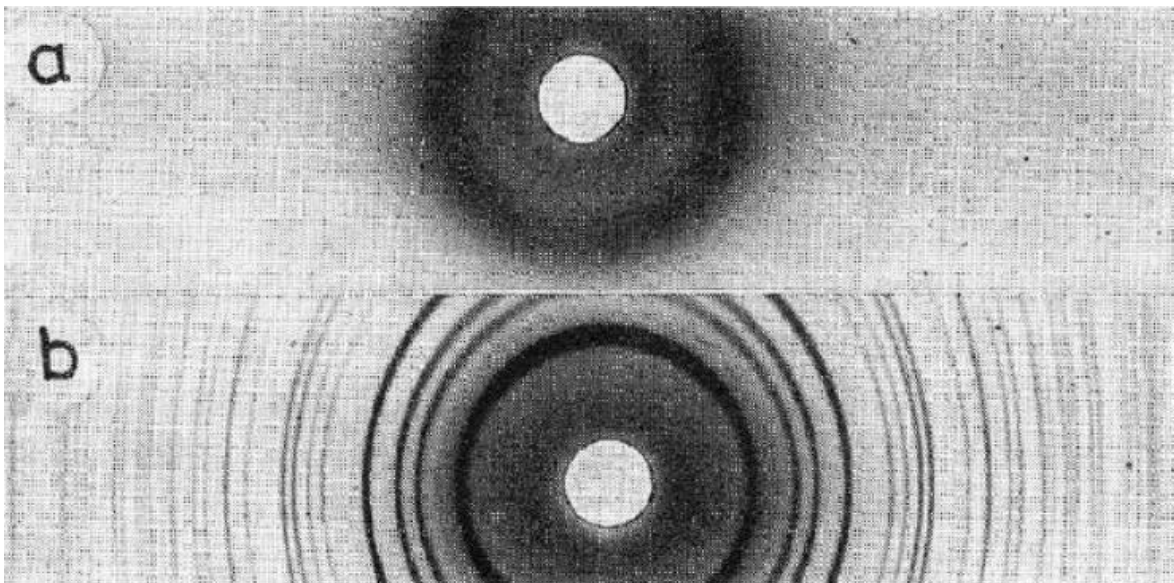


Figure I.2 : Cliché de diffraction X d'un verre et d'une phase cristalline correspondante ; a) silice vitreuse, b) cristobalite. [10].

I.3. Composition chimique des verres

La composition chimique du verre dépend principalement propriétés recherchées et de l'abondance des matières premières. Généralement les minerais composant le verre Float sont le sable, le carbonate de sodium, le calcaire et la dolomie.

Tous ces minerais existent naturellement dans l'environnement. Le but de ces minéraux est d'avoir les oxydes suivants :

I.3.1. Le Sable (SiO_2)

Le sable est une roche naturelle riche en silice (formateur de réseau de verre). Densité apparente est de $1,5 \text{ g/cm}^3$, densité réelle est de $2,65 \text{ g/cm}^3$. Le sable est la principale matière première qui intervenant dans la fabrication du verre. Car il constitue la plus importante source de dioxyde de silicium SiO_2 . Il s'agit d'une substance naturelle et courante.

Le point de fusion du sable est trop élevé environ $1730 \text{ }^\circ\text{C}$. Pour que la fusion soit économique, il faut ajouter un fondant, tel que l'oxyde de sodium, pour réduire la température de fusion [12].

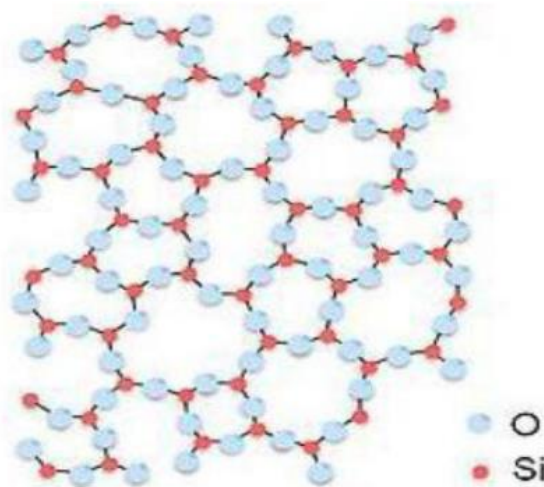


Figure I.3 : Structure chimique de la silice vitreuse [12].

I.3.2. Carbonate de sodium (Na_2CO_3)

L'oxyde de sodium Na_2O est l'alcalin le plus employé comme un oxyde modificateur qui dépolymérise le réseau des oxydes formateurs, abaisse la température de fusion, augmente le coefficient de dilatation et la conductivité électrique [13].

Chaque molécule de Na_2O , provoque la coupure d'une chaîne (2Q4) : $-\text{O}-\text{Si}-\text{O}-\text{Si}-\text{O}$, et la transformation en deux groupements (Q4) : $\text{O}-\text{Si}-\text{O}$ [14].

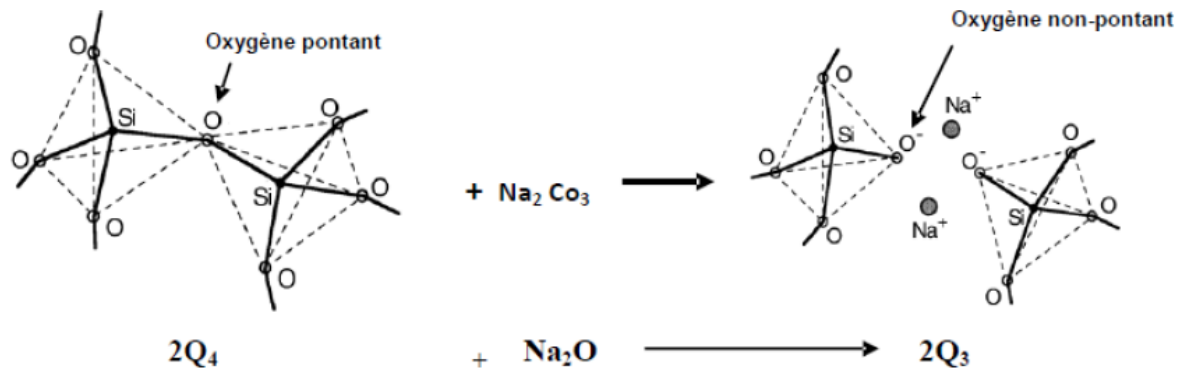
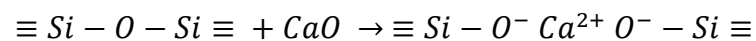


Figure I.4 : Rupture d'une liaison SiO par introduction d'une molécule Na O dans le réseau de silice [12].

I.3.3. Calcaire (CaCO₃)

Le calcaire est riche en oxyde de calcium (CaO) (plus de 58%). L'introduction de CaO dans le verre entraîne l'amélioration de la résistance à l'attaque chimique et l'augmentation de la densité, du coefficient de dilatation thermique et de l'indice de réfraction. Cependant, il décroît la résistance mécanique [15].

Comme celle d'un oxyde alcalin, La présence de CaO provoque la création de deux oxygènes non-pontant, qui conduit un abaissement de la viscosité [16].



I.3.4. Dolomie (CaMg (CO₃)₂)

Dans le verre plat, l'oxyde de magnésium (MgO) est mis essentiellement afin d'éviter la dévitrification. Cependant, le remplacement d'une partie de CaO par MgO entraîne aussi d'autres effets bénéfiques puisqu'une amélioration de la fusion jusqu'à un rapport MgO/CaO de l'ordre 1/3 est constatée, au-delà de cette proportion l'effet contraire se produit.

Le MgO est un meilleur stabilisant pour le verre que CaO. Le remplacement d'une partie du CaO par une quantité équivalente de MgO améliore la résistance chimique du verre [1].

I.3.5. Les feldspaths [(K, Na) AlSi₃O₈]

L'alumine (Al₂O₃) est appelé intermédiaire, car quand il est seul il ne vitrifie pas, par ailleurs il agit comme formateur de verre une fois combiné avec d'autres oxydes comme la silice (aluminosilicates).

Lorsque Al₂O₃ est introduit dans un verre contenant des alcalins, il devient possible à Al³⁺ de se substituer à Si⁴⁺ dans le réseau si à son voisinage se trouve un Na⁺ qui compose la charge négative excédentaire. Chaque Al₂O₃ introduit fait disparaître la paire d'oxygènes non-pontant [1].

I.3.6. Le Charbon

Le charbon ou poudre de coke sert de réducteur pour le sulfate de sodium (affinant). Le charbon contient environ 80% de carbone. Un excès de charbon dans la composition engendre des hétérogénéités chimiques siliceuses et son manque provoque des bouillons de sulfate. Il est utilisé aussi comme agent de réduction pour la production d'un verre à faible oxydation de couleur vert ambrée ou parfois transparent [1].

I.3.7. Sulfate de sodium (Na₂SO₄)

Le sulfate de sodium (affinant) est un sous-produit de l'industrie chimique. Densité apparente 1,32 g/cm³, densité réelle 2,70 g/cm³. Le sulfate de sodium Na₂SO₄ est ajouté, en tant qu'agent affinant et oxydant, et constitue une source secondaire d'oxyde de sodium.

Un excès de sulfate dans la composition engendre des bouillons de sel et une corrosion des réfractaires et son manque provoque des ségrégations siliceuses [1].

I.3.8. Oxyde de fer (Fe₂O₃)

L'oxyde de fer est utilisé comme colorant (couleur verte, favorise le transfert thermique) et comme régulateur de la transmission lumineuse, les quantités ajoutées sont faibles [1].

I.3.9. Le Calcin

Le calcin (verre broyé) est considéré comme une matière première (fondant). Une matière première de plus en plus importante, dans la fabrication du verre. Le calcin nécessite une énergie de fusion inférieure à celle des matières premières [1].

Tableau I.1 : Proportions des matières premières dans le mélange vitrifiable (verres plats) [17].

Matières première	Teneur moyenne recette %	Humidité %	Tonnage de MP prévisionnel journalier	Unité	Provenance
Sable	56,29	4,00	413,776	Tonne	Ain Oussara
Carbonate de sodium	18,46	0,10	130,600	Tonne	Espagne / USA
Dolomie	17,13	0,10	121,219	Tonne	Ain M'lila
Calcaire	3,18	0,10	22,483	Tonne	El-khroub constantine
Feldspath	4,13	0,10	29,187	Tonne	Espagne
Sulfate de Sodium	0,76	0,5	5,384	Tonne	Espagne
Charbon	0,03	0,5	227,290	Kg	Espagne
Oxyde de fer	0,02	0,10	117,437	Kg	Espagne
Calcin	20	/	144,000	Tonne	100 % interne - MFG

I.4. Classification des verres

On distingue, selon le domaine d'applications, plusieurs grandes familles :

I.4.1. Verres sodocalciques

L'appellation sodocalcique s'applique à plus de 80% du verre produit industriellement. Il serait préférable d'utiliser une expression comme verre alcali-alcalinoterreux mais par simplicité il y a une tendance à les appeler tous sodocalcique même lorsque l'oxyde alcalin est en partie K_2O et que CaO est accompagné d'autres oxydes alcalinoterreux. Le rôle essentiel de Na_2O (ou de K_2O) est de former avec la silice des silicates de bas point de fusion. Mais les silicates alcalins présentent l'inconvénient d'être soluble dans l'eau. Les silicates de calcium sont bien moins fusibles mais ils ne sont pas solubles [18].

I.4.2. Verres au plomb

Le plomb (PbO) que RAVENSCROFT a introduit dans son verre pour le stabiliser le rendait aussi plus fusible qu'un verre sodocalcique et plus facile à travailler à chaud. Le

plomb augmente aussi l'indice de réfraction et la dispersion de la lumière (propriétés mises en valeur dans les objets en verre taillés).

Des verres riches en plomb sont utilisés par ailleurs pour absorber les rayonnements gamma ou X dangereux. Ils furent d'abord produits pour réaliser les écrans de protection nécessaires en radioscopie puis dans les hublots d'observation pour l'industrie nucléaire. Les enveloppes des tubes à rayons cathodiques doivent absorber aussi des rayons x générés par la haute tension. Ainsi, les premiers tubes TV étaient faits entièrement en verre contenant du PbO. Un très faible jaunissement des tels verres, qui ne posait pas de problème pour l'image en noir et blanc, n'était pas acceptable pour le tube couleur [18].

I.4.3. Verres borosilicatés

OTTO Schott a bien trouvé la faible dispersion des borosilicates (B_2O_3) qui sont maintenant couramment utilisés. Il a vu aussi que cet oxyde permet l'élaboration de verres résistant aux chocs thermiques.

Cette résistance aux chocs thermiques a été développée par Corning pour répondre à un besoin apparu dans les chemins de fer. Il s'agissait d'éviter la casse, en cas de tempête de neige, des verres des lampes de signalisation. A la silice on a ajouté un maximum de B_2O_3 ainsi qu'un peu de (Al_2O_3) tout en gardant un minimum d'alcalin. Le coefficient de dilatation de la composition est d'environ $32.10^{-7} K^{-1}$ (moins de la moitié de celui d'un verre sodocalcique) et il semble qu'il ne soit guère possible de faire mieux en ce qui concerne les verres élaborés de façon classique.

Jesse Littleton (de la firme Corning) a imaginé une troisième application pour ce type de verre, peut-être la mieux connue, dans l'art culinaire. C'était le fond d'un de ces bacs d'accumulateur nickel-cadmium, découpé, qui est allé au four être le premier plat de cuisson en verre. Il s'agit du verre pyrex. Son utilisation est devenue universelle en cuisine, mais également dans les laboratoires et dans l'industrie chimique [18].

I.4.4. Verres d'oxydes

La famille dont l'usage est le plus répandu est la famille des verres d'oxydes. Actuellement, elle représente plus de 90 % des verres produits. La prédominance permanente de cette famille est naturellement liée aux raisons économiques : faible coût des matières premières et température modérée d'élaboration. Tels que : les verres à un composant (formateurs de réseau : SiO_2 , B_2O_3 , P_2O_5 , GeO_2), les verres formés par l'association de

plusieurs formateurs (des verres binaires : $\text{SiO}_2\text{-B}_2\text{O}_3$; $\text{SiO}_2\text{-GeO}_2$; $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$) et les verres formés par l'association des formateurs avec d'autres oxydes. L'adjonction d'autres oxydes permet de modifier dans les larges limites les propriétés des divers verres résultants [19].

I.4.5. Verres de silice

On pourrait considérer la silice vitreuse comme verre spécial dans le sens qu'elle est irremplaçable pour certaines applications. Sa composition, par contre, n'était pas à inventer mais plutôt les moyens pour son élaboration. Ce verre est intéressant pour sa résistance au choc thermique, la transparence aux rayonnements et de l'inertie chimique. On l'utilise notamment pour les gaines d'éléments chauffants, les ampoules de lampes halogène, les pièces d'optique pour l'ultraviolet et le proche infrarouge, les récipients pour la préparation des semi-conducteurs, les hublots de la navette spatiale. Il est difficile à obtenir non seulement à cause de sa température de fusion élevée (1710 °C) mais surtout à cause de la viscosité très forte (105 Pa.s) du liquide à cette température [18].

I.4.6. Vitrocéramiques

Vitrocéramiques sont des matériaux très modernes, dans la première ne fut découvert qu'en 1954. Le point de départ est l'invention de la photo - opalisation par S.D. Stookey de Corning. Elle a trouvé toutefois quelques applications dans le domaine du vitrage sous le nom de Fotalite. Les recherches qui ont suivi cette découverte ont mis à jour d'autres nucléons plus efficaces que les colloïdes métalliques, TiO_2 et ZrO_2 en particulier.

Une vitrocéramique est obtenue par le traitement thermique d'un verre qu'on appelle verre précurseur. Ce verre est ainsi transformé en un corps microcristallin. La nature des cristaux dépend de la nature du verre précurseur. Pour que la cristallisation homogène ait lieu ; il faut la présence d'une forte densité de points de nucléation microscopiques, provenant d'une solution d'un constituant en faible concentration introduite dans le liquide verrogène. Une première famille de nucléons est constituée par certains constituants qui, comme les métaux nobles, sont solubles à haute température dans le liquide verrogène mais précipitent lors du refroidissement sous forme d'agrégats de quelques nanomètres : or, cuivre, argent, sulfure de sélénium, sulfure de cadmium, sels fluorés [18,20].

I.4.7. Verres photochromiques

Les lunettes qui deviennent sombres au soleil et puis claires à nouveau à l'ombre sont une invention de Corning résultant d'une observation de W.H Armisted suivie de travaux de

S.D. Stookey. Le premier avait observé des changements de couleur de verres contenant un précipité de AgCl. Le second, en réduisant la taille des particules de AgCl, a réussi à conserver la transparence du verre et, en les dopant avec du cuivre (agissant en photo sensibilisant), il a obtenu l'effet photochromique maintenant bien connu. La transformation de Ag⁺ en argent métallique ressemble à la réaction qui se produit sur un film photographique. Il est à noter que le degré d'assombrissement dépend des vitesses relatives des deux réactions : la photo réduction d'Ag⁺ et l'oxydation d'Ag. La première dépend de l'intensité de la lumière, la seconde de la température. Ainsi, pour un éclairage donné, l'assombrissement diminue lorsque la température augmente. Cette caractéristique rend difficile l'emploi de ce verre dans d'autres applications, celles du bâtiment par exemple [18].

I.4.8. Verres fluorés

La capacité de BeF₂ de former un verre analogue à SiO₂, est connue depuis longtemps et ne représente qu'un intérêt théorique. Par contre, les verres à base de ZrF₄ découverts en laboratoire en 1974 ont rapidement attiré une attention très grande pour des raisons technologiques. Pour obtenir un verre on doit combiner le ZrF₄ avec d'autres fluorures. Une composition connue sous le nom de ZBLAN est 55% ZrF₄ 18% BaF₂, 5% LaF₃, 4% AlF₃, 18% NaF. Outre ZrF, il existe au moins trois autres « formateurs » de verres fluorés : AlF₃, GaF₃, et InF₃ [21].

Le grand intérêt de ces verres est que le seuil d'absorption IR est repoussé au-delà de 6µm (puisque, comparativement aux silicates, les liaisons plus faibles formées entre atomes plus lourds vibrent à une fréquence plus basse), on peut espérer développer des fibres optiques utilisant les plus grandes longueurs d'onde.

Une particularité des verres fluorés et leur utilité comme verre laser. Ayant déjà des lanthanides dans leur composition (quelques pourcent), il n'y a pas de problème de dopage avec ces verres à base de lanthanides [21].

I.4.9. Verres de chalcogénures

Les éléments du groupe VI (S, Se, Te) forment des verres lorsqu'ils sont mélangés à un ou plusieurs éléments des groupes IV (Ge, Si) ou V (Sb, As) ou avec des halogènes. On les appelle verres chalcogénures. D'une manière générale la structure locale de ces verres peut être décrite, soit comme un alliage désordonné des éléments, soit comme un arrangement des unités chimiques ordonnées.

Les verres chalcogénures sont exploités pour fabriquer des éléments d'optique de caméras infrarouge et, sous forme de fibres optiques, pour transférer le rayonnement du laser CO₂ et pour la spectroscopie infrarouge à distance. Mais l'application la plus remarquable de cette transition concerne les DVD-RW (digital versatile disc-rewritable).

Les verres Ge-As-Si sont susceptibles d'applications acousto-optiques comme modulateurs et défecteurs de faisceaux infrarouges à cause de leur indice de réfraction élevée et de faibles pertes acoustiques. Il en est de même des verres Ge-As-Se. [22].

I.4.10. Verres métalliques

Les verres métalliques sont des matériaux relativement récents, produits depuis 1960 sous forme de rubans d'épaisseur environ 0,1 mm par trempe sur roue (melt spinning en anglais) puis depuis environ 20 ans sous forme massive. Ces matériaux présentent des caractéristiques uniques, liées à leur structure amorphe, et font l'objet d'intenses recherches, aussi bien par des approches théoriques qu'expérimentales.

Les premiers travaux sur les verres métalliques datent de la fin des années 1950 et ils sont l'œuvre d'un chercheur du Caltech « Pol Duwez », qui a découvert le moyen de refroidir uniformément un métal à la vitesse vertigineuse de 1.000.000 K par seconde. En une durée aussi brève, les atomes de l'alliage n'ont pas le temps de former un réseau cristallin mais adoptent une structure désordonnée, vitreuse donc, rappelant celle des liquides. Les matériaux obtenus possèdent alors des propriétés remarquables.

Ils peuvent être plus résistants que le titane, plus élastiques que la céramique tout en présentant une excellente résistance à la corrosion et à l'usure ainsi qu'une bonne biocompatibilité. En outre, ils fondent à basse température (400 K environ) et peuvent être moulés aussi facilement que le plastique. Toutefois, parce qu'ils ne conduisent pas facilement la chaleur, il est difficile d'obtenir autre chose que des rubans métalliques de faible épaisseur. [18].

I.5. Différents types de verre

Les domaines d'applications du verre sont très variés, de l'utilisation quotidienne à la haute technologie. Ce qui implique une production très importante. Dans cette partie nous allons exposer les différents types de verre qui existent dans le marché mondial :

I.5.1. Verres plats

Ce type de verre est mis au point depuis 1960, il concerne le verre obtenu par le procédé de fabrication float, entièrement automatisé, le verre fondu surnage à la surface parfaitement plane d'un bain de métal (en général de l'étain fondu) pour faire un polissage au feu [23].

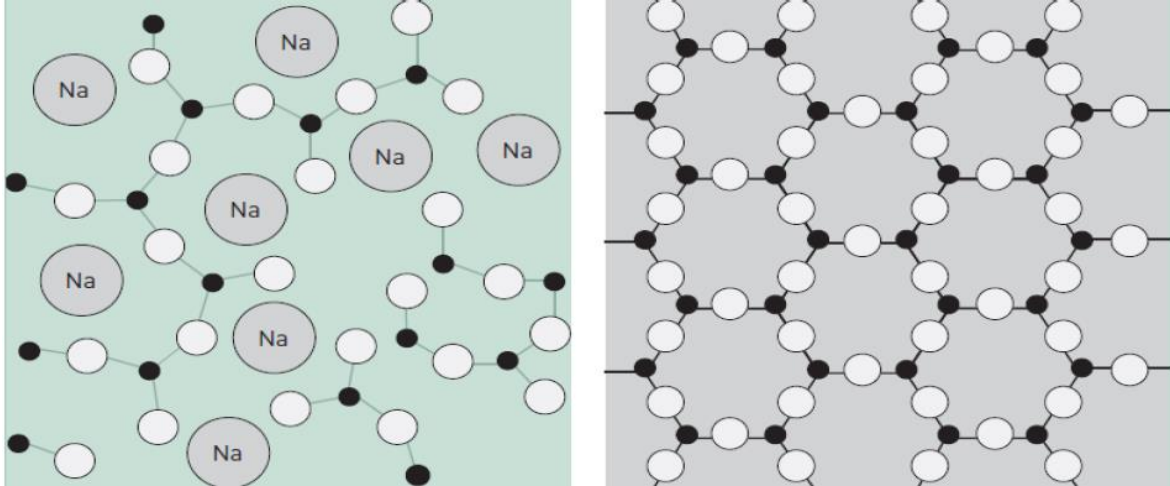


Figure I.5 : Structures du verre flottage (gauche) et du SiO_2 cristallin [23].

Actuellement le procédé float est le plus utilisé pour produire du verre plat de haute qualité au niveau mondial, il remplace quasi intégralement les techniques d'étirage. [7,1] Il se divise en deux types à savoir :

I.5.1.1. Verre vitrage

Les vitres étaient jadis fabriquées par étirage (procédé Pittsburgh), et les glaces, par laminage, suivi d'un travail mécanique. Actuellement, on les prépare par flottage sur un bain d'étain (procédé Pilkington). Le verre s'aplatit sur ce bain et peut présenter toutes les épaisseurs comprises entre 3 et 18 mm [24].

I.5.1.2. Verre coulé

Le procédé utilisé pour la fabrication des verres de vitrage ordinaires ne leur donne pas une épaisseur totalement homogène. Les variations d'épaisseur déforment l'aspect des objets vus à travers les vitres. Pour pallier cet inconvénient, on emploie des verres coulés, ou verres laminés. On les obtient par passage du matériau entre des rouleaux imprimés ou gravés. Lorsque la feuille de verre ainsi obtenue a été recuite, ses deux côtés sont alors polis en continu et simultanément.

Le verre laminé, souvent décoré à l'aide de motifs incrustés dans les rouleaux, est surtout utilisé en architecture. Durant l'opération de laminage, on introduit parfois un treillis en fil de fer dans le verre fondu avant qu'il ne passe entre les rouleaux. Ce type de verre, appelé verre armé, se brise très difficilement. Le verre de sécurité, utilisé notamment dans les parebrises des voitures, est obtenu en plaçant une feuille de plastique transparent entre deux feuilles très minces de verre. Le plastique adhère étroitement au verre et maintient en place les fragments cassés lors d'un choc [24,25].

I.5.2. Verre creux

Les verres creux sont utilisés pour fabriquer les bouteilles, les bocaux, les flacons, les tubes, les ampoules, les briques et les pavés. Le verre fondu est acheminé par un canal en matériau réfractaire jusqu'à la souffleuse, dans laquelle il est réparti par des distributeurs volumétriques. La composition du verre est différente suivant le produit fabriqué. Pour un contenant de produits alimentaires, on emploie un verre sodico-calcique. La teinte verte des bouteilles de vin de Bordeaux, par exemple, provient d'un additif qui rend le vert imperméable au rayonnement qui pourrait altérer la qualité du vin.

Les briques de verre sont des blocs de construction creux, dont les côtés sont striés ou imprimés, et qui peuvent être incorporées dans du mortier et utilisées pour la construction d'une partie de murs extérieurs ou de cloisons intérieures. Ces briques sont obtenues par pressage [25].

I.5.3. Fibres de verres

Ce type de verre est peut-être obtenu sous forme des fibres de verre qui peuvent être tissées ou feutrées, comme les fibres textiles. Pour cela, on étire le verre fondu jusqu'à ce qu'il présente un diamètre compris entre 0,5 et 15 μm (15 millièmes de mètre). Il est possible de fabriquer des fils longs, continus et multifilaires aussi bien que des fibres courtes de 25 à 30 cm de long. Tissées dans certains textiles, les fibres de verre constituent d'excellentes étoffes et de très bons matériaux d'ameublement grâce à leur stabilité chimique, leur solidité et leur résistance au feu et à l'eau. Les fibres de verre seules, ou associées à des résines, forment d'excellents isolants électriques. En imprégnant les fibres de verre de plastique, on obtient une fibre de verre mixte qui allie la solidité et l'inertie du verre à la résistance aux chocs du plastique [26].

On obtient les fibres de verre selon deux procédés. On peut effectuer un étirage mécanique à grande vitesse, la vitesse déterminant le diamètre des fibres qui est compris entre 1 et 8 μm . Ces fibres sont destinées à l'ameublement, au renforcement de matière plastique ou du caoutchouc, du plâtre, du papier, à l'isolement électrique ou à la fabrication de tissus industriels. La deuxième méthode de fabrication consiste à étirer le verre par entraînement de filets fluides de verre par des jets d'air ou de vapeur. On obtient par ce procédé des fibres discontinues, minces et de longueur variable. Elles sont utilisées pour fabriquer des panneaux, de la laine et des cordons (essentiellement pour l'isolation thermique et acoustique) [26].

I.5.4. Verres techniques

Ce sont les verres d'optique et ceux qui présentent des caractéristiques mécaniques ou électriques spécifiques.

I.5.4.1. Verre optique

Les verres d'optique sont utilisés dans la plupart des lentilles des lunettes, microscopes, télescopes, appareils photographiques, etc. Ils sont parfaitement transparents.

Leur fabrication est délicate et minutieuse. Les matières premières doivent être extrêmement pures, et le plus grand soin doit être apporté au procédé de fabrication afin qu'aucune imperfection ni impureté ne puisse s'y introduire [26].

I.5.4.2. Verre de silice

Le verre de silice pure ou verre de quartz est un excellent isolant thermique, acoustique et électrique. Il présente un coefficient de dilatation thermique très faible, c'est un excellent diélectrique et il est en général transparent aux rayonnements ultraviolets. Sa propriété la plus remarquable est sans doute sa résistance très élevée aux attaques chimiques. Sa température de fusion est toutefois élevée (1710 °C) et à l'état liquide sa viscosité est très élevée, ce qui rend son travail et sa fabrication difficiles [25,26].

I.5.4.3. Verre à base de plomb

Le verre de table fin, appelé cristal, est un verre à base d'oxyde de plomb (de 18 à 30% du mélange). Il est brillant, très limpide et possède un indice de réfraction de la lumière très élevé. C'est pourquoi on l'emploie pour fabriquer des lentilles et des prismes, ainsi que

des bijoux. Les verres à base de plomb entrent également dans la composition des écrans protecteurs portés par le personnel travaillant sur les installations nucléaires [26].

I.5.4.4. Verre photochromique

Les verres photochromiques sont photosensibles : ils foncent en présence de lumière et retrouvent leur couleur d'origine à l'abri de la lumière. Il existe deux types de verre photochromique. Certains comprennent, dans leur masse vitreuse, de minuscules grains de chlorure ou de bromure d'argent uniformément répartis. L'intensité de ces verres évolue à la lumière en un temps relativement long, de l'ordre d'une minute. On utilise ce genre de verre en lunetterie, en particulier dans certaines lunettes de soleil. D'autres verres photochromiques sont constitués de deux feuilles de verre, entre lesquelles est intercalé un matériau comprenant des particules organiques photochromiques. Ce type de verre a une durée de vie limitée, et s'emploie essentiellement en électronique (flash d'appareil photo) [26].

I.5.4.5. Vitrocéramique

Les vitrocéramiques sont constituées de cristaux de dimension généralement inférieure au micromètre, qui se forment localement et uniformément lorsqu'ils sont soumis à de très hautes températures [26].

I.5.4.6. Verre de mousse

Le verre mousse, utilisé dans des flotteurs ou comme isolant, est obtenu en ajoutant un agent moussant au verre finement dépoli et en chauffant le mélange jusqu'au point de fusion. À cette température, l'agent moussant libère un gaz produisant une multitude de petites bulles à l'intérieur du verre. Il présente ainsi une faible densité [26].

I.5.4.7. Fibre optique

À partir des années 1950, les fibres optiques furent largement employées dans le domaine de la recherche scientifique, médicale et industrielle. Ces fibres de verre à haut indice de réfraction, placées parallèlement les unes aux autres et séparées par de minces couches de verre de faible indice de réfraction, peuvent transmettre des signaux électromagnétiques (dont la lumière) avec des pertes presque nulles et avec des débits très élevés [26].

I.6. Propriétés des verres

Le verre est un matériau utilisé de plus en plus dans la vie courante. Il est nécessaire donc de connaître ces propriétés afin de pouvoir l'utiliser de manière ingénieuse.

I.6.1. Propriété rhéologique

La rhéologie est une science qui étudie les phénomènes de déformation et d'écoulement des solides et des fluides sous l'action des forces extérieures (mécaniques). Les verres par leur structure possèdent un comportement rhéologique très complexe. En effet aux températures très élevées les verres ont les propriétés de liquide visqueux et à des températures inférieures à T_g , la cohésion est grande, ils ont l'apparence d'un solide élastique [24].

I.6.1.1 Viscosité du Verre

Le verre est un liquide en surfusion qui n'a pas de point de fusion défini comme dans le cas des métaux. Ainsi il se ramollit au fur et à mesure de l'augmentation de la température passant par différents domaines de viscosité, celui n'étant pas seulement une propriété essentielle pour la fabrication et le formage du verre, mais elle dépend de la nature et la structure du verre. Le phénomène de viscosité est lié avec les forces de frottement entre deux couches de n'importe quel corps. La cause de la viscosité est la transition des particules d'une couche à une autre [27].

La viscosité a la même mesure que la force (en dynes) qu'il faudrait appliquer à 1cm^2 d'un feuillet du fluide considéré pour le déplacer à une vitesse uniforme de 1cm/s par rapport à un autre feuillet parallèle situé à 1cm du précédent [27].

Tableau I.2 : Valeurs de viscosité pour les différents régimes d'élaboration et de traitement du verre selon PAVLOUCHKINE [27].

Viscosité (Pa.s)	Les points (procédés)
$10^{19} - 10^{20}$	A Température $18 - 26\text{ }^\circ\text{C}$
$10^{13.5}$	Température < Température de recuisons
$10^{12.3}$	Température de transformation T_g
10^{12}	Température > Température de recuisons
$10^7 - 10^8$	Bombage
10^7	Combage

$10^{6.6}$	Température de ramollissement
$10^4 - 10^7$	Pressage
$10^3 - 10^6$	Laminage
10^3	Etirage (procédés fourcault)
$10^2 - 10^{2.5}$	Fabrication manuelle
$10^{1.5}$	Température des liquides
30 - 40	Coulage
10	Température > Température d'élaboration

La viscosité est un paramètre très important dans le processus d'élaboration du verre. En effet la viscosité conditionne le mode de fabrication des verres industriels celle-ci étant un point primordial. Lorsque la température augmente la viscosité diminue tout d'abord peu, puis plus rapidement et enfin plus lentement pour atteindre, aux températures de fusion une valeur de 1012 poises. Ceci peut être expliqué par le fait qu'à haute température le pouvoir de mobilité des éléments structuraux est grand et les forces de liaison tendent à se rompre. Le verre à la température de fusion, la rupture des liaisons est semi totale et qui croît progressivement avec l'énergie thermique, ainsi il apparaît des fragments de dimensions relativement élevées d'où les déplacements sont limités et ainsi une viscosité élevée. Inversement par refroidissement des liaisons se referment progressivement et la viscosité augmente [28].

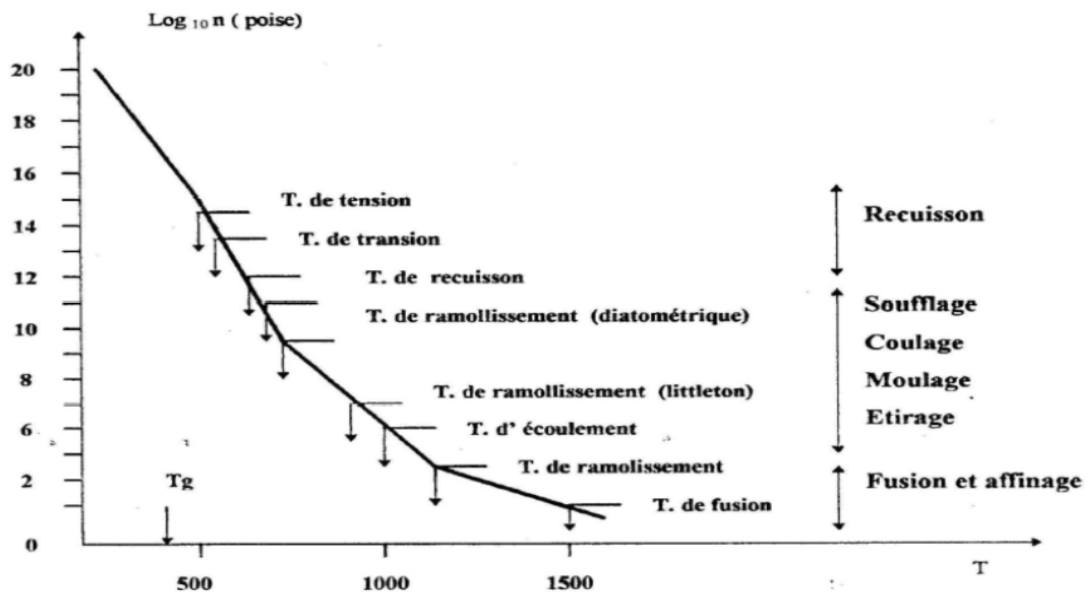


Figure I.6 : Résumé de la variation de la viscosité en fonction température [28].

L'allure thermique de la viscosité est une caractéristique importante dans le processus d'élaboration du verre puisque c'est elle qui détermine le régime de fusion, la recuisons et le mode de façonnage. Cette courbe est caractérisée par la formule suivante [28] :

$$\eta = A \times e^{En/RT} \quad \text{Équation I.1}$$

Avec : $A=N*h/V$, Cette formule est valable pour le domaine [Tg-Tf] ;

A : Constante qui dépend de la composition chimique du matériau ;

N : Nombre d'Avogadro ;

h : Constante de Plank ;

V : Volume molaire du corps ;

E.N : Energie libre d'activation d'écoulement du verre en [Kj /mol] ;

R : constante universelle des gaz, $R= 8.32$ [J/ mol.K]

T : Température en [K] ;

D'autres formules ont été élaborées afin d'approcher au maximum la dépendance de la viscosité en fonction de la température.

- **Equation de TAMMAN- FOGEL –FULCHER [28]**

$$\log \eta = A + B (t - t_0) \quad \text{Équation I.2}$$

Cette formule est valable est précise dans l'intervalle de viscosité Avec :

A, B, T0 sont déterminés expérimentalement en mesurant trois valeurs de viscosité ;

A, B : Constantes qui dépendent de la composition chimique du matériau ;

T : Température en [k] ;

t : temps en [s].

- **Equation d'EUSTROPIEV [28]**

$$\eta = A \times e^{E_0/T_2} \quad \text{Équation I.3}$$

L'énergie d'activation du flux visqueux est la puissance nécessaire pour former les vides et défauts dans la structure du verre et des particules par rapport aux autres dans les vides.

Avec :

E0 : Energie d'activation en [KJ/mol]

A : Constante qui dépende de la composition chimique du matériau

T : Température en (k).

I.6.1.2. Tension superficielle

La tension superficielle joue un grand rôle lors de la fusion du verre et au cours des étapes de fabrication. On la définit comme suit :

Une particule située à l'intérieur d'un corps est attirée par toutes les particules voisines, si bien que la résultante est nulle. Si au contraire cette particule se trouve à la surface, il n'y a pas de force de ce côté et il s'en suit une force résultante dirigée vers l'intérieur, pour amener une particule de l'intérieur à la surface, il faut fournir un travail déterminé, les corps ayant une grande surface ont une énergie plus grande et ont tendance à prendre une énergie plus faible en diminuant la surface, les liquides prennent ainsi la forme sphérique.

L'agrandissement d'une particule suppose le transport de particules depuis l'intérieur vers l'extérieur, ce qui exige par conséquent une dépense d'énergie : l'énergie nécessaire pour former une nouvelle surface de 1 m^2 est dite énergie libre superficielle, elle a pour unité $[\text{J}/\text{m}^2]$. En général, la notion de tension superficielle est mesurée en N/m est plus courante.

$$\sigma = A / S [\text{J} / \text{m}^2] \qquad \text{Équation I.4}$$

La diminution de l'énergie superficielle n'a pas seulement lieu physiquement par changement de la forme de la surface mais il peut y avoir aussi une influence chimique par le fait que se rassemblent les particules qui sont liées à l'intérieur par des forces moindres [28].

I.6.2. Propriétés mécaniques

I.6.2.1. Résistance mécanique

Le verre est caractérisé par sa grande dureté liée aux fortes liaisons atomiques du réseau tridimensionnel de silice. L'absence de plasticité à grande échelle dans le verre empêche toute adaptation du matériau aux efforts locaux. Par conséquent, il n'y a pas d'arrangement moléculaire à la pointe des fissures. C'est pourquoi la résistance mécanique est gouvernée en particulier par les défauts de surface. C'est l'une des raisons qui fait que le verre est vulnérable aux agressions extérieures [29]. Plusieurs phénomènes peuvent contribuer aux faibles valeurs de la résistance mécanique, On cite :

I.6.2.1.1. Défaut de surface

Ces défauts réduisent considérablement la résistance des produits verriers. Ceci peut être expliqué par le fait que [30] :

- La plupart des fractures sont initiées à partir de la surface du verre.
- Avec des échantillons dont la surface n'a pas été en contact avec d'autres objets durant la fabrication ou ultérieurement, de hautes valeurs de résistance peuvent être atteintes et la dispersion des valeurs expérimentales peut être réduite à environs (1 à 3%).

Lorsque la couche superficielle d'un objet verrier fabriqué ordinairement est éliminée (exemple par attaque à l'acide fluorhydrique), la résistance mécanique sera fortement améliorée.

Le renforcement est dû à la réduction de la longueur des fissures et à l'arrondissement de leurs bouts [29].

Suivant leurs origines, les défauts de surface peuvent être divisés en quatre groupes :

a. Grandes fissures causées par des endommagements mécaniques

Les endommagements mécaniques sévères (rayage, impact...) causent la formation de fissures superficielles de profondeur de l'ordre de plusieurs dizaines de micromètres détectables au microscope optique ou même à l'œil nu, et qui diminuent la résistance à des valeurs inférieures à 60 MPa [30].

b. Fissures microscopiques

Ces défauts proviennent durant la formation du verre ou durant son contact avec d'autres objets. Leur densité s'élève à plusieurs centaines, ou même parfois à quelques dizaines de milliers par centimètre carré. Ils réduisent la résistance des verres ordinaires aux valeurs courantes de 60 à 90 MPa [31].

c. Particules adhérant à la surface

Les particules microscopiques de poussière et les impuretés qui adhèrent à la surface du verre à des hautes températures représentent des points d'affaiblissement à ne pas négliger. Les fissures ne sont pas introduites directement, mais il semble que ces particules

peuvent cependant jouer le rôle de point d'initiation de la fracture. Ces particules sont plus dangereuses dans le cas où elles ont un module d'élasticité ou un coefficient de dilatation différent de ceux du verre. Ces défauts sont responsables de l'affaiblissement, le plus souvent, des produits de haute résistance [31].

d. Changement dans la surface du verre

La résistance mécanique du verre est influencée par la couche superficielle qui a une composition, une structure ou des propriétés mécaniques ou thermiques différentes. Les causes possibles peuvent être une cristallisation superficielle, des réactions chimiques..., durant la fabrication ou les traitements [31].

d.1. Défauts en masse

En plus des défauts de surface, le verre peut contenir en masse plusieurs inhomogénéités et défauts structurelles (vides, infondés, cristaux, particules étrangères...). Ils peuvent réduire la résistance même plus que les microfissures superficielles courantes car ils peuvent mener à des contraintes localisées très importantes [30].

d.2. Contraintes internes

Les contraintes résiduelles distribuées irrégulièrement et résultant d'un refroidissement incontrôlé, peuvent réduire la résistance mécanique des objets en verre. Dans certains cas, les contraintes sont si hautes qu'en présence de défauts critiques (en surface), il peut y avoir une destruction spontanée de l'objet. Le verre subit dans la plupart des cas à une opération de refroidissement très lent appelée recuit pour minimiser au maximum ces contraintes [31].

I.6.2.2. Ténacité

La ténacité à la rupture KIC permet de caractériser l'aptitude que possède un matériau à résister l'initiation et à la propagation des fissures. L'introduction d'un tel paramètre en résistance des matériaux est très importante, car sa connaissance permet d'évaluer la taille des défauts critiques. C'est-à-dire la taille maximale acceptable peut avoir un défaut apte à la croissance [30]. Pour un verre silicosodocalcique, par exemple KIC varie de 0,7 à 0,9 MPa/m.

I.6.2.3. Dureté

La dureté en général est la résistance d'un solide à la pénétration d'une pointe, d'une bille d'un outil, c'est à dire à la déformation de la surface.

Dans l'industrie verrière, la dureté est une des propriétés les plus importantes, c'est une grandeur qui nous détermine les verres durs et les verres tendres. Pour différencier les verres à faible coefficient de dilatation qui se ramollissent à température élevée (verres durs), des verres à coefficient de dilatation élevée (supérieur à $50 \times 10^{-7} \text{ k}^{-1}$) qui se ramollissent à température relativement basse (verres tendres).

Le classement des verres, au point de vue de la dureté dépend de la méthode d'essai. Ces différentes méthodes : rayure, abrasion, empreinte reposent sur des principes différents, elles conduisent donc à des résultats qui ne sont pas comparables. D'autres essais tel que celui du célérimètre ont été faits pour établir un classement plus précis. Ce classement se base soit sur la valeur de la force nécessaire pour créer une rayure de dimension donnée, soit sur les dimensions d'une rayure créé sous l'effet d'une donnée [28].

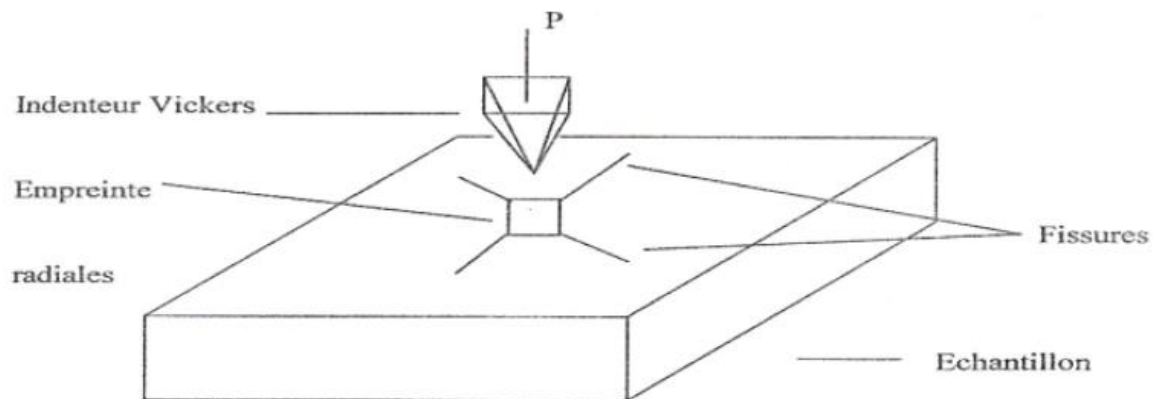


Figure I.7 : Empreinte produite par l'indenteur Vickers [31].

I.6.2.4. Elasticité

Un corps est dit élastique si sous l'action d'une sollicitation, il engendre une déformation réversible dite élastique. Celle-ci disparaît par suppression de cette force appliquée. La loi de Hooke stipule que la déformation ε est proportionnelle à la contrainte appliquée σ [31] :

$$\sigma = M \times \varepsilon \quad \text{Équation I.5}$$

Où M : coefficient de proportionnalité, généralement appelé module.

Le comportement d'un solide est le plus souvent caractérisé par le module d'élasticité E appelé aussi module de Young et par le coefficient de Poisson.

I.6.3. Propriétés chimiques des verres

Les verres de silicate se classent parmi les matériaux commerciaux les plus inertes chimiquement. Ils ne réagissent avec presque aucun liquide ou aucun gaz aux basses températures (inférieures à 300 °C), sauf à l'acide fluorhydrique et faiblement avec l'eau [31].

I.6.3.1. Durabilité chimique

L'expression « durabilité chimique » fait référence à la corrosion produite par l'eau, les atmosphères humides et les agents chimiques en général.

Pour un verre, elle exprime sa résistance à la dégradation dans les solutions aqueuses. Cette grandeur est généralement rapportée à l'unité de surface de matière par unité de temps. Les tests de corrosion sont adaptés à la fonction du verre. Mais en général, on exprime la perte en masse de l'échantillon par unités de temps et de surface.

La cinétique d'attaque dépend fortement de la température. Il a été montré que l'attaque chimique est environ 10 fois plus forte pour une élévation de température de 20 °C et que des verres tout à fait stables à la température ambiante peuvent ainsi subir des dommages considérables à 100 °C [32].

I.6.3.2. Action des bases et des acides

Les bases ont surtout pour effet de décomposer et de dissoudre les silicates qui constituent le résidu de l'enlèvement de matière par l'eau.

Les acides, par contre, accélèrent l'enlèvement de l'alcali superficiel, mais réduisent l'action de la solution sur le réseau silicique. Seuls l'acide fluorhydrique et ses sels acides dissolvent énergiquement les silicates qui jouent le rôle essentiel dans l'attaque du verre [31].

I.6.3.3. Action de l'eau

Les liaisons entre les tétraèdres de silicates sont très stables. Mais, en présence d'eau, la rupture des unités tétraédriques diminue considérablement. Celle-ci est due à l'interaction

entre les molécules d'eau et les liaisons silicium-oxygène. L'eau est capable d'électrolyser le verre. Il se forme à la surface du verre un gel de silice qui peut retenir les ions alcalins se formant sur le verre. Ce dernier se place dans les conditions d'une attaque alcaline qui est faible mais, qui peut dans certains cas provoquer des problèmes.

Le processus se déroule de la façon suivante : une molécule d'eau se glisse d'abord dans la fente et se trouve absorbée à la pointe de la fissure. L'oxygène de la molécule d'eau se lie avec le silicium, et l'hydrogène se lie avec l'oxygène de la silice. Il y'a donc formation de groupes silanoles adjacents Si-OH [31].

I.6.3.4. Action de l'air

Les silicates alcalins se combinent avec l'action carbonique contenue dans l'air ce que donne un dépôt blanchâtre à la surface du verre [32].

I.6.3.5. Action de la lumière

Exposés aux ultraviolets, certains verres se colorent où se décolorent [32].

I.6.4. Propriétés thermiques

La fabrication du verre est un processus mettant en jeu des températures très élevées, si bien que les propriétés thermiques jouent un rôle important. En outre la connaissance de la chaleur massique est particulièrement importante pour l'étude de la nature du verre.

La fabrication du verre est un procédé beaucoup plus thermique, généralement le verre ne se trouve pas en équilibre thermodynamique, ce qui rend la maîtrise et la connaissance de certaines propriétés thermiques indispensable [32].

I.6.4.1. Chaleur spécifique

La chaleur spécifique représente la quantité de chaleur absorbée par une unité de masse du verre quand il s'échauffe d'un degré [32].

I.6.4.2. Conductibilité thermique

C'est le pouvoir ou la capacité d'un matériau de transmettre à travers son épaisseur un flux thermique résultant d'une différence entre la température qui régit entre les surfaces d'un échantillon [32].

I.6.4.3. Dilatation thermique

La dilatation thermique est une propriété aussi importante que la viscosité et d'une importance majeure qui se produit surtout lors du refroidissement de la fonte chaque particule de matière oscille par suite de l'énergie thermique, lorsque la température augmente, l'énergie thermique augmente et il en résulte un accroissement de l'amplitude de vibration des particules [32].

I.6.5. Propriétés optiques des verres

Le verre se distingue par sa grande perméabilité au rayonnement dans le spectre solaire. Il s'exprime sous la forme des caractéristiques du verre, qui sont des valeurs de comparaison physiques en matière de rayonnement [33].

Tableau I.3 : Distribution spectral de rayonnement solaire [33].

Type de rayonnement	Plage de longueur d'onde	Part (énergétique)
Rayons Ultraviolets	320 à 380 nm	Environ 4%
Rayons lumineux visibles	380 à 780 nm	Environ 45%
Rayons infrarouges	780 à 3000	Environ 51%

La lumière est un phénomène qui se propage depuis les sources de lumière (soleil, flammes...) jusqu'aux récepteurs de lumière (œil...) sous forme d'ondes. On peut décrire la propagation de la lumière comme une onde lumineuse. La lumière visible est la partie de spectre solaire de 380 nm à 780 nm, qui est perceptible par l'œil de l'être humain [34]. Sa composition est donnée comme le tableau suivant :

I.6.5.1. Transmission

La lumière transmise par un verre n'est autre que la lumière qui n'est pas réfléchie, ni absorbée par le verre.

Lors de l'incidence d'une onde lumineuse sur surface diélectrique (verre), il apparaît en même temps que l'onde réfléchie, une onde transmise. La transmission est caractérisée par un facteur A qui est le quotient des intensités des ondes transmises et incidentes [34] :

Tableau I.4 : Composition de la lumière visible [34].

Couleurs	Longueur d'ondes (nm)
Violet	380 – 462
Bleu	462 – 500
Vert	500 – 577
Jaune	577 – 600
Orange	600 – 625
Rouge	625 – 780

$$A = I_t / I_i$$

Équation I.6

I_t : intensité transmise.

I_i : intensité incidente.

I.6.5.1.1. Transmission dans l'Ultraviolet

Le verre de silice a une bonne transmission dans l'ultraviolet grâce à ses oxygènes fortement liés. La transparence dépend aussi des faibles teneurs en impuretés ou des éléments colorants [31].

I.6.5.1.2. Transmission dans le visible

Les verres constitués par des modificateurs de réseau vitreux (alcalins ou alcalinoterreux) sont complètement incolores dans la région visible du spectre. Pour les faibles épaisseurs, le facteur de transmission de la plupart des verres plats présente à peu près la même valeur dans toute l'étendue du spectre visible. Il est voisin de 92%. L'augmentation de l'épaisseur réduit la transmission optique. Les pertes par réflexion représentent environ 8% sur les deux faces d'une feuille de verre [31].

I.6.5.1.3. Transmission dans l'infrarouge

La limite de transmission du côté des grandes longueurs d'onde se trouve à l'environ de 5 μm , qui est une conséquence de la présence d'un fort pourcentage de SiO_2 sous forme de groupement Si-O. Le verre devient complètement opaque à partir de cette valeur [31].

Cette propriété est caractérisée pour trois facteurs [35] :

1. Facteur de transmission T

C'est le rapport du flux lumineux émergent F_e au flux incident F_0 :

$$T = F_e / F_0 \quad \text{Équation I.7}$$

Pour un produit donné, ce facteur de transmission varie avec la longueur d'onde λ de la lumière incidente.

2. Facteur d'absorption A

C'est le rapport du flux lumineux absorbé F_a au flux incident F_i :

$$A = F_a / F_i \quad \text{Équation I.8}$$

3. Facteur de réflexion

La réflexion est une propriété optique aussi intéressante elle se passe toujours sur la frontière entre le corps dense et l'air. Donc la réflexion c'est le rapport de flux lumineux F_r au flux incident F_i

$$R = F_r / F_i \quad \text{Équation I.9}$$

I.6.5.2. Réfraction

- **La réfraction** : est le changement de direction que subit un rayon lumineux quand il traverse la surface de deux milieux transparents différents [35].

- **L'indice de réfraction** : c'est le rapport de la vitesse de propagation de la lumière dans le vide et de la vitesse de propagation de la lumière dans le milieu considéré [35].

L'indice de réfraction est un nombre sans unité et toujours > 1 , et qui quantifie le pouvoir réfractant du milieu : plus l'indice de réfraction est élevé plus la déviation d'un faisceau lumineux passant de l'air à ce milieu est forte [35].

L'indice de réfraction 'n', est défini selon la loi de SNELL-Descartes [37] :

- Le rayon réfracté se situe dans le plan défini par le rayon incident et la normale à la surface au point d'incidence.

- Les angles d'incidence ' β_1 ' et de réfraction ' β_2 ' que font respectivement les rayons incident et réfracté avec la normale à la surface sont tels que :

$$n_1 \times \sin \Theta_i = n_2 \times \sin \Theta_r \quad \text{Équation I.10}$$

n_1 représente l'indice de réfraction du rayon incident.

θ_i représente l'angle d'incidence.

n_2 représente l'indice de réfraction du rayon réfracté.

θ_r représente l'angle de réfraction.

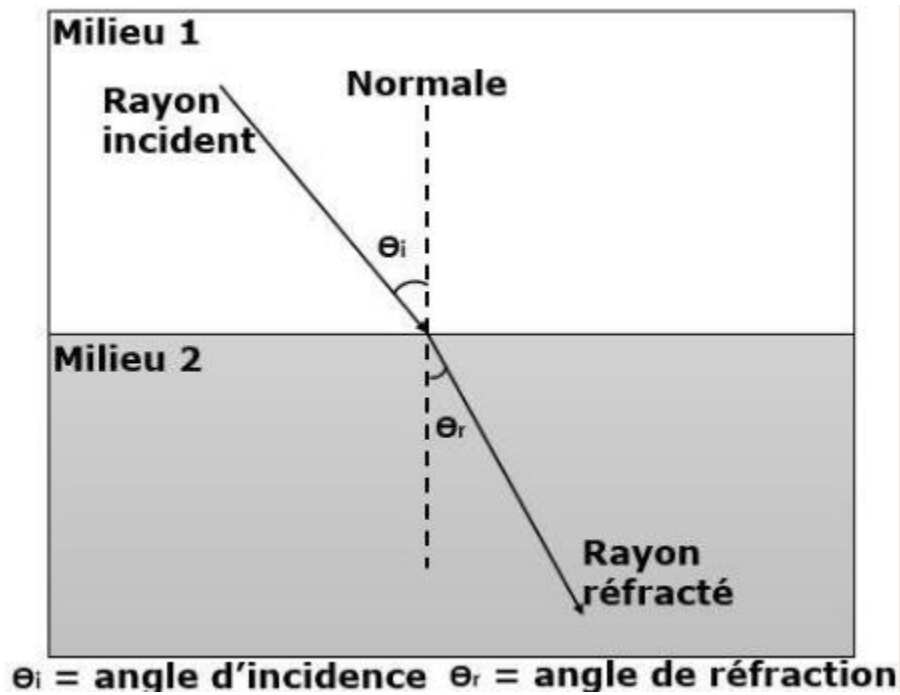


Figure I.8 : Principe de la réfraction de la lumière dans un corps en verre [37].

L'indice de réfraction dépend de la longueur d'onde λ . Cette dépendance est appelée dispersion [35] :

$$D = \frac{dn}{d\lambda} \quad \text{Équation I.11}$$

La dispersion est caractérisée par le nombre d'abbé ν

$$\nu = \frac{n_D - 1}{n_f - n_c} \quad \text{Équation I.12}$$

Où :

n_f : Indice de réfraction pour $\lambda = 486.1 \text{ nm}$ (raie bleue de H)

n_c : Indice de réfraction pour $\lambda = 656.08 \text{ nm}$

n_{D-1} : Dispersion partielle

$(n_f - n_c)$: Dispersion principale

Les verres avec n faible et $v > 55$ s'appellent les verres CROWNS

n élevé et $v < 50$ s'appellent les verres FLINTS

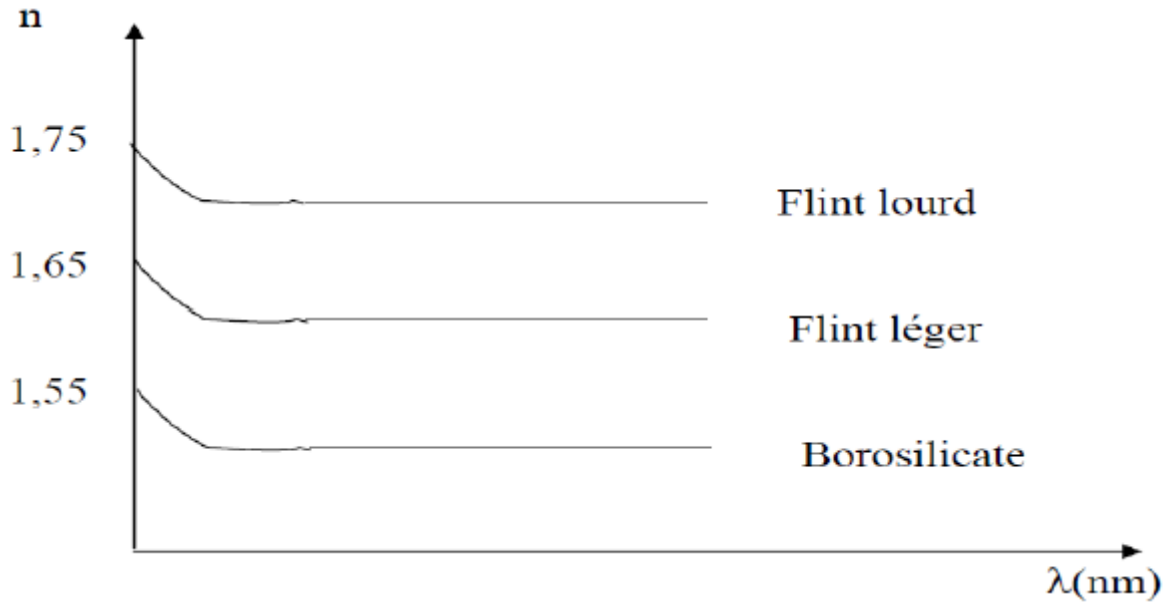


Figure I.9 : Indice de réfraction en fonction de la longueur d'onde [35].

I.6.5.3. Réflexion

- Il se produit toujours sur chaque face du verre un phénomène de réflexion de la lumière, source de perte de transparence pour le verre.
- La quantité de lumière perdue par réflexion est d'autant plus importante que l'indice de réfraction du verre est élevé :

Tableau I.5 : Relation entre la réflexion et l'indice de réfraction [38] :

Indice de réflexion	1,5	1,6	1,7	1,8
Lumière réfléchie (%)	7,3	10,4	12,3	15,7

Le facteur de réflexion ' ρ ' caractérise la réflexion à l'interface de deux milieux par le rapport de flux lumineux réfléchi et du flux lumineux incident [38] :

$$\rho = \frac{\theta_p}{\theta} \tag{Équation I.13}$$

Où :

Θ_p : intensité de flux réfléchis.

Θ : Intensité de flux incident

I.6.5.4. Absorption

La lumière qui traverse un verre peut subir une atténuation due à l'absorption par le matériau. Par exemple, lorsque l'on parle d'une absorption de 10%, cela signifie qu'une réduction interne du flux lumineux 10% se cumule à celle déjà apportée par réflexion de la lumière sur les surfaces du verre.

L'absorption est la transformation d'une puissance optique à un autre type d'énergie, généralement de la chaleur, par interaction avec la lumière [34].

- **Facteur d'absorption** : Il caractérise l'absorption d'un verre par le rapport de flux lumineux absorbé entre les faces d'entrées et de sortie du verre et du flux lumineux ayant pénétré le verre [38].

$$\alpha = \frac{\theta_{\alpha}}{\theta_{in}} \qquad \theta_{\alpha} = \theta_{in} - \theta_{ex} \qquad \text{Équation I.14}$$

I.6.5.5. Diffusion et diffraction de la lumière

- **La diffusion** : est un phénomène de réémission de la lumière dans toutes les directions. Elle se produit sur toute la surface du verre. Elle apparaît en cas de défauts externes sur les surfaces.

- **La diffraction** : est un phénomène de modification de direction de propagation des ondes lumineuses qui se produit quand celles-ci rencontrent des obstacles de petites dimensions (de l'ordre de quelques longueurs d'onde) [38].

I.7. Notions sur les verres à couches

I.7.1. Définition d'une couche mince

On appelle couche mince un matériau dont l'une des dimensions, en général l'épaisseur, est très très petite devant les deux autres dimensions. Cette faible distance entre les deux surfaces limites du matériau entraîne une perturbation des propriétés physiques selon cette dimension.

L'intérêt des couches minces provient de la particularité des propriétés physico-chimiques acquises par le matériau selon cette direction. C'est pourquoi les couches minces jouent un rôle de plus en plus important en nanotechnologie. Pour ne rien gâcher, elles représentent un enjeu économique et cela est dû au fait de la relative simplicité des techniques de leur mise en œuvre, donc du faible coût de leur élaboration.

De nos jours, une grande variété de matériau est utilisée pour produire des couches minces. A titre d'exemples, nous pouvons citer : les métaux, les alliages métalliques, les composés réfractaires (oxydes, nitrures, carbures...), les composés intermétallique et les polymères [39].

I.7.2. Définition d'un verre à couches

Les verres à couches sont des produits créés à partir de verre Float, sur lequel est pulvérisée une couche mince de l'ordre de 10 à 800 nanomètres, d'oxydes métalliques, afin d'améliorer les propriétés : optiques (les vitrages antireflets, les vitrages réfléchissants utilisés pour réduire le facteur solaire), chimiques (les vitrages 'autonettoyants', vitres hydrophobes), électriques (dépôts conducteur électrique et transparent) et physiques (exemple : les traitements contre les rayures). Pour optimiser les performances, la couche peut être constituée d'un empilement de plusieurs sous-couches.

Bien que ce travail ne concerne que les verres à couches dont la couche est inférieure à 1 micromètre, cependant il y a des vitrages fonctionnels comportant des couches plus épaisses comme les vitrages anti-incendie, les vitrages électro-chrome... etc. Il est possible d'améliorer les propriétés acoustique et mécanique de verre (exemple : les vitrages feuilletés utilisés pour la sécurité, l'anti vandalisme, la sécurité d'exploitation comme les planchers en verres, les parois d'aquarium et les hublots de piscine). Cette application, qui fait intervenir des couches épaisses, n'est pas considérée dans ce travail [40].



Figure I.10 : Le verre à couches.

I.7.3. Structure d'un verre à couches

Pour assurer de bonnes propriétés et une bonne durabilité, il est souvent indispensable de déposer :

- Une sous-couche assurant l'adhérence sur le verre.
- Une couche (mais plus généralement plusieurs couches) pour donner au verre les caractéristiques fonctionnelles recherchées.
- Optionnellement, une couche de protection chimique et mécanique (dans le cas de verres à faible émissivité) [41].

I.7.4. Le rôle des couches [41]

I.7.4.1. Le coefficient de transparence, ou de transmission lumineuse (TL ou T)

Ce coefficient de transparence caractérise la proportion de lumière visible (spectre de longueurs d'onde comprises entre 380 nm et 780 nm) traversant le vitrage. Evidemment, le coefficient T est compris entre 0 (opacité complète) et 1 (transparence totale).

I.7.4.2. Le facteur solaire (FS ou g)

Le facteur solaire est la fraction de l'intensité du rayonnement solaire (visible et non visible) traversant directement le vitrage ainsi que la fraction absorbée par le vitrage puis réémis vers l'intérieur sous forme de chaleur (Infra Rouge).

I.7.4.3. Le facteur gain solaire

C'est le facteur de gain solaire qu'est le rapport T/g . Il définit la quantité de lumière visible transmise par un vitrage sans apporter d'échauffement supplémentaire. Le choix de ce facteur est important selon que le climat est froid ou chaud (voir vitrage à faible émissivité et à contrôle solaire).

I.7.4.4. L'émissivité « e »

La chaleur est transmise par conduction, convection et radiation. Un vitrage simple perd une grande partie de ses propriétés d'isolation à cause de sa radiation d'énergie élevée. Cette aptitude à rayonner la chaleur est caractérisée par l'émissivité e . L'émissivité la plus élevée est celle d'un 'corps noir' pour lequel elle est égale à 1 alors que celle de l'argent métallique poli est de 0,02. L'émissivité d'un vitrage simple est comprise entre 0,87 et 0,89. Un vitrage revêtu d'une couche métallique suffisamment mince pour rester transparente à la lumière visible peut être réduite jusqu'à 0,04.

I.7.4.5. Le coefficient de transfert thermique U

Le coefficient U est la mesure de déperdition (ou de gain) de chaleur à travers un vitrage provoqué par une différence de température d'air entre l'extérieur et l'intérieur. La valeur du coefficient U est le résultat non seulement de la nature des couches déposées sur les feuilles de verre, mais aussi de la structure du vitrage.

Le coefficient U s'exprime en $W/m^2 \cdot K$ (watts par m^2 et par degré). Le coefficient U d'un vitrage simple est de l'ordre de $6 W/m^2 \cdot K$, mais peut descendre à 1,1 pour un triple vitrage à isolation renforcée. Des valeurs encore plus faibles sont obtenues si ces triples vitrages ont des espaces remplis non pas d'air mais de gaz moins conducteurs de la chaleur comme l'argon (Ar) ou encore mieux le xénon (Xe).

L'inverse de U est la résistance thermique $R=1/U$.

Les coefficients T_L , U , g et e ne peuvent pas toujours être choisis séparément. Un compromis est souvent à trouver. Par exemple, dans un pays froid, il vaut mieux avoir un contrôle solaire g élevé pour profiter du chauffage par le rayonnement solaire pendant la journée. En outre, il existe des combinaisons plus ou moins complexes comme des vitrages autonettoyants, à isolation thermique renforcée (à faible émissivité) et à contrôle solaire.

I.7.5. Les fonctions d'un verre à couches [41]

I.7.5.1. Les fonctions optiques

La couche modifie le comportement optique du verre, dans le domaine visible et/ou dans le domaine de l'infrarouge. Les applications optiques d'un verre à couches intéressent d'une part les vitrages utilisés dans le domaine de l'architecture et d'autre part, le traitement du coefficient de réflexion.

I.7.5.2. Les fonctions chimiques

Il s'agit essentiellement de créer des vitres à propriétés hydrophobes ou au contraire hydrophiles. Un exemple est donné par des verres à couches autonettoyantes à base d'oxyde de titane.

I.7.5.3. Les fonctions électriques

Le but est d'obtenir un dépôt transparent à la lumière visible mais conducteur de l'électricité. Les applications sont l'élimination de charges électrostatiques, mais surtout concernent la réalisation de vitrages 'intelligents' de type électrochromes. Certains vitrages 'dégivrants' mettent à profit une fine couche transparente mais conductrice de l'électricité.

I.7.5.4. Les fonctions multiples

Souvent, une combinaison de ces différentes propriétés est recherchée. Un exemple est donné par les doubles vitrages autonettoyants et à isolation thermique renforcée.

I.7.6. Classification des verres à couches dans le bâtiment [41]

- **Classe A** : La surface revêtue peut être placée en surface interne ou externe
- **Classe B** : La vitre revêtue peut être utilisée pour un vitrage simple mais la surface revêtue doit être placée à l'intérieur (face 2 d'un vitrage simple).
- **Classe C** : Le verre revêtu doit être utilisé uniquement pour des vitrages doubles (ou multiples) scellés et la surface revêtue doit être située à l'intérieur de la cavité (faces 2 ou 3 pour un double vitrage).
- **Classe D** : Le verre revêtu doit être incorporé dans des ensembles scellés, avec la face revêtue placée à l'intérieur de la cavité (faces 2 ou 3 pour un double vitrage) immédiatement après élaboration de la couche. Ces verres ne sont pas utilisables pour de simples vitrages.

- **Classe S** : La couche revêtue du verre peut être positionnée sur la face interne ou externe du bâtiment, mais ces types de verres revêtus sont seulement employés pour des applications spécifiques. Un vitrage à faible émissivité est donc réalisé par un dépôt métallique de faible épaisseur (de l'ordre de 4 nm), transparent dans le visible mais réflecteur dans l'IR lointain.

I.7.7. Mécanismes physiques de formation d'une couche mince [41]

La formation des couches minces par dépôt physique en phase vapeur est le résultat de la condensation des particules éjectées de la cible sur le substrat. Elle s'effectue par une combinaison de processus de nucléation et de croissance décrits par la figure I.11. Au moment de l'impact sur le substrat, les atomes incidents perdent leurs énergies cinétiques limitant ainsi leur capacité à diffuser dans le substrat. Ceci n'est vrai que s'il n'y a pas une énergie extérieure apportée à ces particules par chauffage du substrat ou bombardement ionique. Comme ils sont d'abord adsorbés, ils sont connus sous le nom d'atomes. Ces derniers se déplacent sur la surface jusqu'à atteindre l'équilibre thermique avec le substrat. Pendant leur déplacement, les adatoms interagissent entre eux ; créant ainsi des nucléus appelés aussi « clusters » ou îlots qui poursuivent leur déplacement en se développant et en entrant en collision les uns avec les autres.

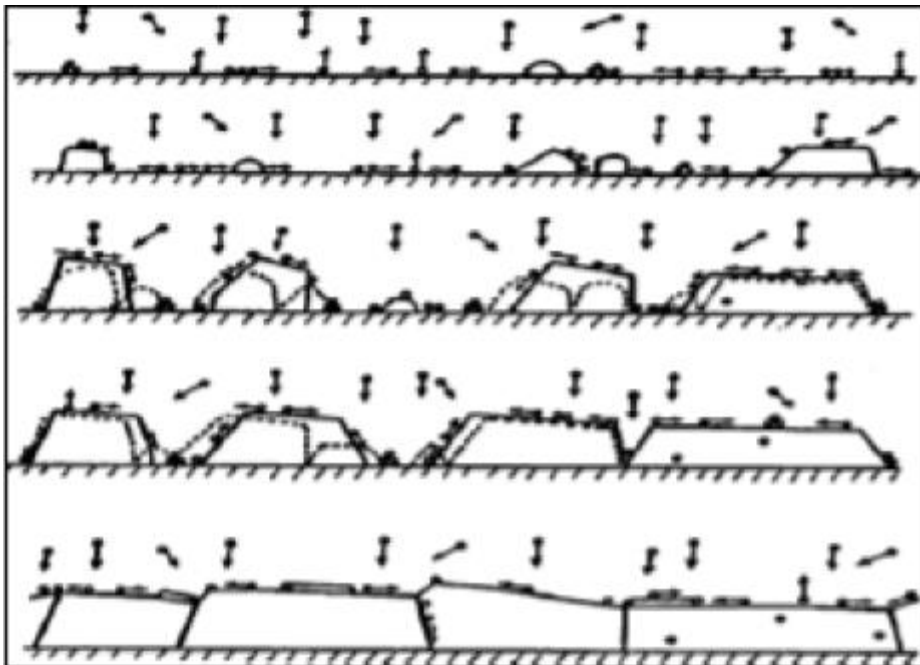


Figure I.11 : Processus de croissance de couches : nucléation, croissance des îlots, coalescence des îlots [41].

Les îlots continuent à croître en nombre et en dimension jusqu'à ce que l'on atteigne une densité de nucléation dite la saturation. L'étape suivante du processus de formation de la couche mince s'appelle la coalescence. Les îlots commencent à s'agglomérer les uns aux autres en réduisant la surface du substrat non recouverte. La coalescence peut être accélérée en augmentant la mobilité des espèces adsorbées, par exemple en augmentant la température du substrat. Pendant cette étape, de nouveaux îlots peuvent être formés sur des surfaces libérées par le rapprochement d'îlots plus anciens. Les îlots deviennent des îles qui continuent à croître, ne laissant que des trous ou des canaux de faibles dimensions entre elles. Peu à peu, une couche continue se forme lorsque les trous et les canaux se remplissent.

Selon les paramètres thermodynamiques du dépôt et de la surface du substrat, les modes de nucléation et de croissance d'îlots peuvent être décrits selon le mode d'assemblage de volumes élémentaires, comme étant :

a. De type îles (appelé Volmer-Weber)

Pendant la croissance tridimensionnelle (3D), ou croissance Volmer-Weber, des îlots se forment et c'est leur coalescence qui va former un film. Ce mode de croissance est habituellement favorisé lorsque les atomes formant la couche déposée sont plus fortement liés entre eux qu'avec le substrat.

b. De type couche (appelé Frank-Van der Merwe)

La croissance bidimensionnelle (2D), ou croissance Frank-Van der Merwe, est favorisée lorsque l'énergie de liaison entre les atomes déposés est inférieure ou égale à celle entre la couche mince et le substrat. Ainsi, les films se forment couche atomique par couche atomique.

c. De type mixte (appelé Stranski-Krastanov)

La troisième mode de croissance, nommé Stranski-Krastanov, est une combinaison des deux modes précédents : après un début de croissance bidimensionnelle, on observe un changement de mode de croissance alors que la formation d'îlots devient énergétiquement favorable.

Les trois types de formation d'une couche mince sont présentés sur la **figure I.12** :

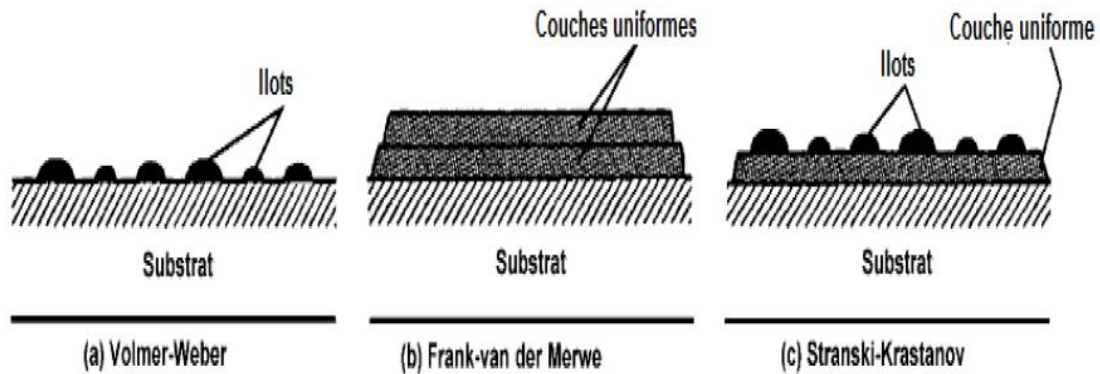


Figure I.12 : Les trois principaux modes de croissance des couches minces [41].

I.7.8. Techniques de dépôt des couches minces [41]

Les principales méthodologies de fabrication utilisées par les fabricants de composants électroniques actifs ou passifs font appel à des procédures physiques de dépôt du matériau sur un substrat initialement dépourvu de dépôt.

En pratique, on peut distinguer deux grandes familles de méthodes, celles qui font appel à un gaz porteur pour déplacer le matériau à déposer d'un récipient au substrat et qui s'apparentent aux techniques de diffusion utilisées dans la fabrication des composants actifs, et celles qui impliquent un environnement à pression très réduite et dans lesquelles le matériau à déposer sera véhiculé grâce à une impulsion initiale de nature thermique ou mécanique.

La classification des méthodes est présentée sur le schéma de la figure I.13 :

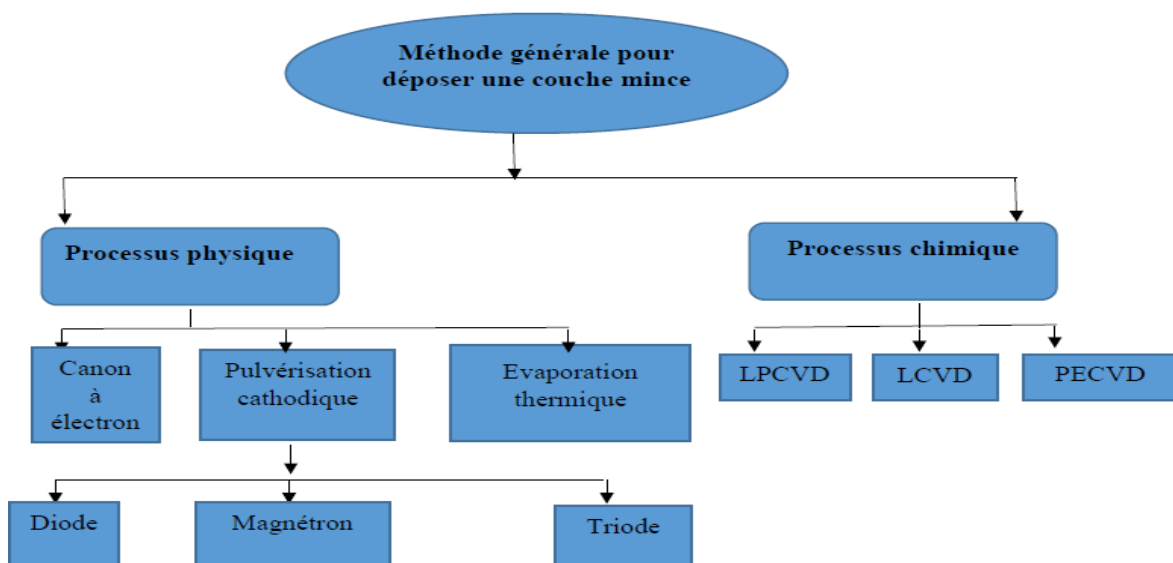


Figure I.13 : Les différentes méthodes d'élaboration [41].

I.7.9. Différence entre les deux grandes méthodes d'élaboration de la couche mince

Elle est donnée par le tableau I.6 :

. **Tableau I.6** : Comparaison entre les techniques CVD et PVD [41].

Techniques	Avantages	Inconvénients
CVD (chemical vapor deposition) - LPCVD, LCVD, PECVD	<ul style="list-style-type: none"> - Vitesse de dépôt élevée - Amélioration de la qualité des couches - Possibilité de formation de composés 	Dépôt en vue direct de la source : effet d'ombrage. Dépôts de qualité aléatoire (structure colonnaire...) Dépôt en vue direct.
PVD (dépôt physique en phase vapeur) - Pulvérisation cathodique (diode, triode,)	Possibilité de déposer de nombreux métaux, alliages, composés	<ul style="list-style-type: none"> - Faible vitesse de dépôt - Investissement élevé - Dépôts non uniformes
Magnétron	Réfractaires, conducteurs ou diélectriques <ul style="list-style-type: none"> - Maîtrise de la stœchiométrie - Bonne adhérence des dépôts - Bon pouvoir de recouvrement - Faible température de dépôt - Vitesse de dépôt : » qq mm/h - Mise en œuvre aisée, - Possibilité de travailler en réactif - Dépôt sur surfaces complexes (3D) 	<ul style="list-style-type: none"> - Investissement élevé - Cibles sensibles à la fissuration - Réaction possible de la cible avec l'atmosphère gazeuse.

I.7.10. Nature des couches, procédés de dépôt

I.7.10.1. Verres à couches déposées sous vide

Ces verres sont obtenus par dépôt d'oxydes ou de métal pur selon des procédés électromagnétiques. La technique la plus courante est celle de la pulvérisation cathodique par magnétron qui s'effectue dans une enceinte confinée, sous vide très poussé, en présence de gaz ionisés et contrôlés. Le bombardement électronique d'une cathode métallique en libère des particules qui vont ensuite s'incruster à grande vitesse en surface du verre, il est représenté sur la figure I.14 [42].

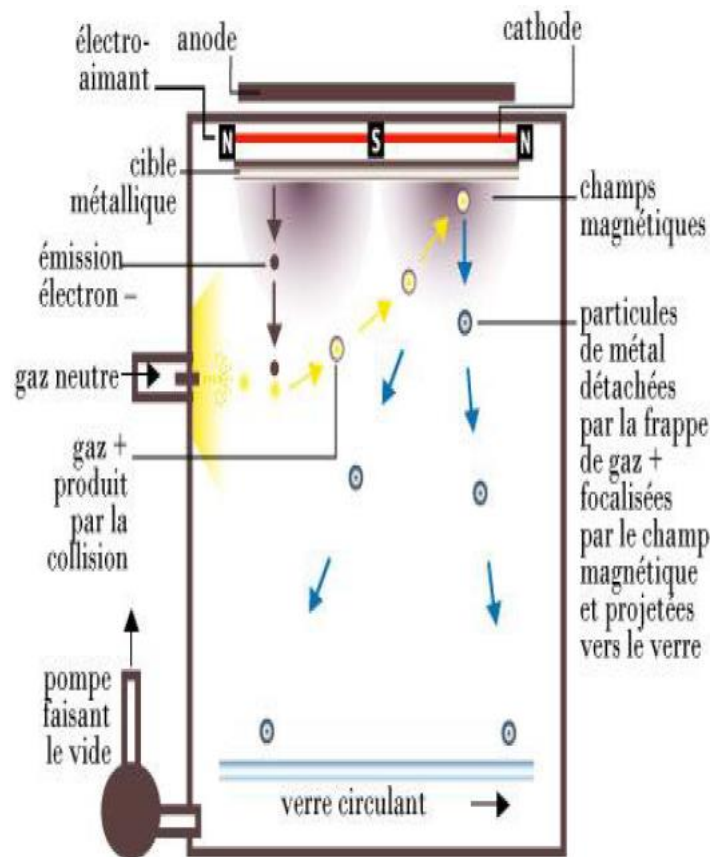


Figure.I.14 : Procédé de production du verre à couches déposé sous vide [42].

I.7.10.2. Verres à couches pyrolytiques

Ces verres sont obtenus par pulvérisation d'oxydes métalliques sur le verre en fusion. Les oxydes se fondent au verre dans sa partie superficielle et la surface du verre est alors vitreuse, ce procédé est représenté sur la figure I.15 [42].

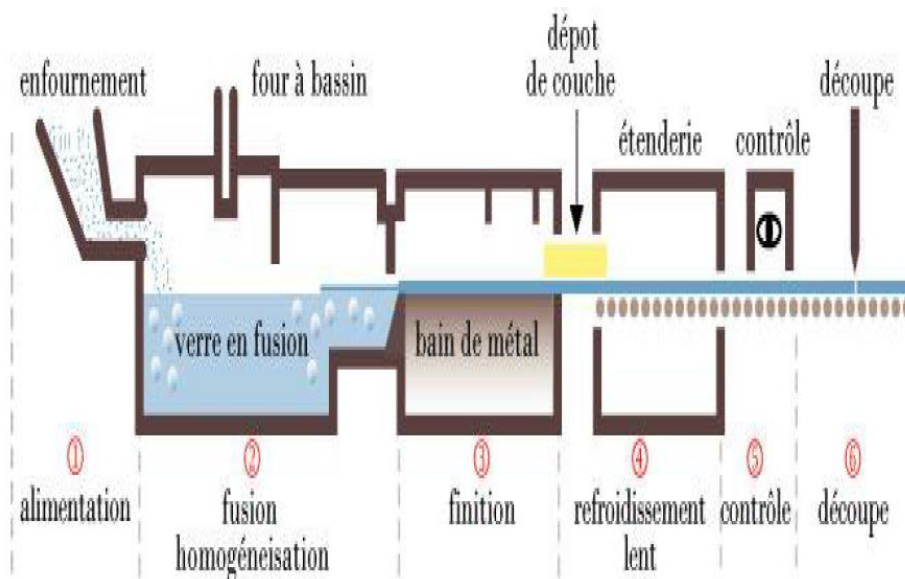


Figure I.15. Procédé de production du verre à couches pyrolytiques [42].

I.7.10.3. Verres autonettoyants

Les vitrages autonettoyants sont des vitrages sur lesquels est déposée en face extérieure une couche spéciale composée de dioxyde de titane. Cette couche est déposée au moment de la fabrication du verre. Ces vitrages utilisent les effets combinés des rayons UV de la lumière naturelle et de la pluie pour éliminer les salissures qui se déposent sur leur surface.

La couche en surface a deux propriétés chimiques qui, sous l'action combinée de l'eau et du rayonnement solaire, rendent le verre autonettoyant :

- Propriété photo catalytique : le rayonnement ultraviolet déclenche une réaction chimique en présence de dépôts poussiéreux et organiques superflus ; ceux-ci s'oxydent et n'adhèrent plus à la surface du verre.
- Propriété hydrophile : les molécules hydrophiles attirent l'eau qui s'écoule sur la surface du verre ; elles empêchent la formation de gouttelettes séparées et garantissent par temps de pluie un lavage des particules associées à la poussière et à la saleté.

Disponibles en simple vitrage de 4 à 10 mm ils peuvent être trempés, feuilletés, et comporter une couche de contrôle solaire en face 2 [42].

I.7.10.4. Verres antireflets

Ces verres sont revêtus, en général sur leurs deux faces, avec une couche métallique transparente qui permet d'atténuer très fortement la réflexion extérieure de la lumière au

point de ne plus percevoir les reflets des objets environnants. Il permet de voir au travers de ces verres sans que cette vision ne soit gênée par la réflexion d'images parasites.

L'application d'un tel verre est intéressante là où doit être privilégiée l'observation des paysages ou encore celle des objets qu'ils protègent (vitrines de présentation...). Des précautions dans la manipulation et l'entretien des verres doivent être prises pour préserver l'efficacité des couches [42].

I.7.10.5. Verres à couches réfléchissantes

Ces verres, aussi appelés de protection solaire, comportent une couche dont l'objet est de réfléchir le rayonnement solaire afin de limiter sa pénétration à l'intérieur du bâtiment. L'efficacité est d'autant meilleure que les couches sont placées en face 1. Ces couches apportent une couleur au verre mais n'influent en principe que peu sur la performance thermique des doubles vitrages [42].

Conclusion

Dans ce chapitre nous avons donné des généralités sur le verre clair, sa composition en matières premières, sa classification, ses différents types et ses différentes propriétés. Ainsi des généralités sur les verres à couches.

Chapitre II

Présentation de l'entreprise
Mediterranean Float Glass

CHAPITRE II : PRESENTATION DE L'ENTREPRISE MEDITERRANEAN FLOAT GLASS

II.1. Introduction

Bien que le verre soit connu depuis des milliers d'années, il n'est utilisé que pour sceller les ouvertures laissant passer la lumière. Puis on associe les verres à la notion de transparence (comportement optique). Aujourd'hui, le verre a sa place dans la technologie des matériaux. C'est seulement nécessaire et pas très cher. Par conséquent, il a un large éventail d'applications dans divers domaines.

La fabrication du verre plat a pris alors une grande place dans l'industrie mondiale. Dans notre pays la société **MFG** filière du grand groupe **CEVITAL** est leader dans ce domaine [43].

Dans ce chapitre, nous présenterons la société **MFG (Méditerranéen Float Glass)** et son bref historique ainsi que quelques informations et statistiques.

II.2. Présentation de l'entreprise MFG [32]

Mediterranean Float Glass, en abrégé MFG, est une société algérienne dont l'activité principale est la production et la transformation de verre float.

MFG, est une filiale du premier groupe industriel privé en Algérie CEVITAL, créée en Avril 2007, en vue d'exploiter la plus grande ligne de production en Afrique et l'unique producteur de verre plat au niveau maghrébin, d'une capacité de 600 Tonnes par jour, ce qui est largement supérieur aux besoins nationaux. 70 % de la capacité installée sont donc destinés à l'exportation.

Le complexe est situé à l'Arbaa dans la wilaya de Blida et a nécessité un investissement de 100 millions d'euros. Il fait partie d'un projet de grande envergure qui comprend 3 lignes de production de verre plat d'une capacité de production totale de 642 400 tonnes par an et 5 lignes de transformations du verre.

La première ligne de production couvre une superficie de 10 hectares, avec une longueur totale de 630 m et une largeur de 40 m. Elle compte actuellement 750 employés dans différents métiers et domaines tels que la production, la maintenance, le contrôle qualité, la sécurité, le commerce et les ressources humaines...

La gamme de produits MFG est diversifiée, de 1/8 mm à 19 mm d'épaisseur, et elle existe sous différentes dimensions : PLF, DLF, ½ DLF. Les produits MFG sont principalement utilisés dans les secteurs de la construction, des miroirs, de la décoration et de l'automobile.

Au niveau national, MFG a commencé à commercialiser sa production localement en septembre 2007. À l'heure actuelle, le verre MFG est contraint d'être utilisé sur le marché local, ce qui nuit à l'activité d'importation pratiquement suspendue depuis le début de 2008.

Grâce à cet investissement, Cevital est devenu le premier producteur de verre plat en Afrique, leader de l'Afrique du Sud et de l'Égypte avec une capacité de production de 500 tonnes/jour, et devant l'Égypte avec une capacité de production de 400 tonnes/jour.

MFG est une entreprise relativement jeune, donc historiquement, il n'y a pas grand-chose à souligner. Cependant, nous reviendrons sur certains événements importants aux dates suivantes :

- La société par action MFG, a été créée en Avril 2007.
- Le 28 mai 2007, MFG a eu l'honneur de recevoir la visite de M. Abdelaziz Bouteflika, Président de la République algérienne, ainsi que de nombreux ministres et personnalités nationales.
- Le 08 Juillet 2007, a été le jour du début de l'attrempage du four en présence des dirigeants MFG et de l'ensemble des collaborateurs qui ont participé à la construction de cette première ligne.
- Le 22 Juillet 2007 à 12h45, la sortie de la première feuille de verre.
- Le 09 Septembre 2007, l'inauguration officielle de MFG.
- En Octobre 2007, obtention du marquage **CE** des produits MFG.
- En Novembre 2007, le début de l'exportation des produits MFG, la première exportation le 13 du même mois en Grèce.
- En Février 2008, obtention de la certification du système QHEC Sécurité,
 - **ISO9001 version 2000**
 - **ISO14001 version 2004**
 - **OHSAS 18001 version 2007**

- En octobre 2009, dans le cadre de l'élargissement de sa gamme de produits, une unité de fabrication de verre feuilleté d'une capacité de production de 400 tonnes par jour a commencé à produire du verre de différentes dimensions et épaisseurs.
- 2010 ligne de verre transformé, affiliée à ALSEV aujourd'hui.
- 2011 ligne de verre à couches 6 millions m².
- 2016 ligne de verre électroménager avec 9 millions de pièces/an, affiliée à ALSEV aujourd'hui.
- Le 28 mars 2016 MFG a inauguré la deuxième ligne float 800 T/J, de plus avec la première ligne la production globale de verre float atteint les 1400 T/J.



Figure II.1 : Géolocalisation de MFG [Google maps]

II.3. La vision de MFG [43]

MFG est un pionnier dans le développement de produits verriers en Algérie ; le verre est un produit indispensable et omniprésent dans la vie quotidienne, et il apparaît désormais comme une solution moderne.

MFG révolutionne le marché algérien en fournissant aux clients d'innombrables options d'application en tant que solutions, transformant ainsi le domaine du verre de l'utilisation de base à l'application la plus avancée.

Sa stratégie se traduit par une motivation et un avantage exemplaires. En raison de son développement vigoureux dans l'industrie du verre, de sa position sur le marché et de sa position importante dans la structure industrielle algérienne, MFG a choisi d'incarner ses engagements fondamentaux :

- L'accèsion à la modernité.
- L'innovation au cœur de sa stratégie de développement.
- Pionnier dans le secteur du verre.

II.4. Distribution

La carte ci-dessous représente les réseaux de distribution de MFG vers l'étranger (Europe, Afrique) :

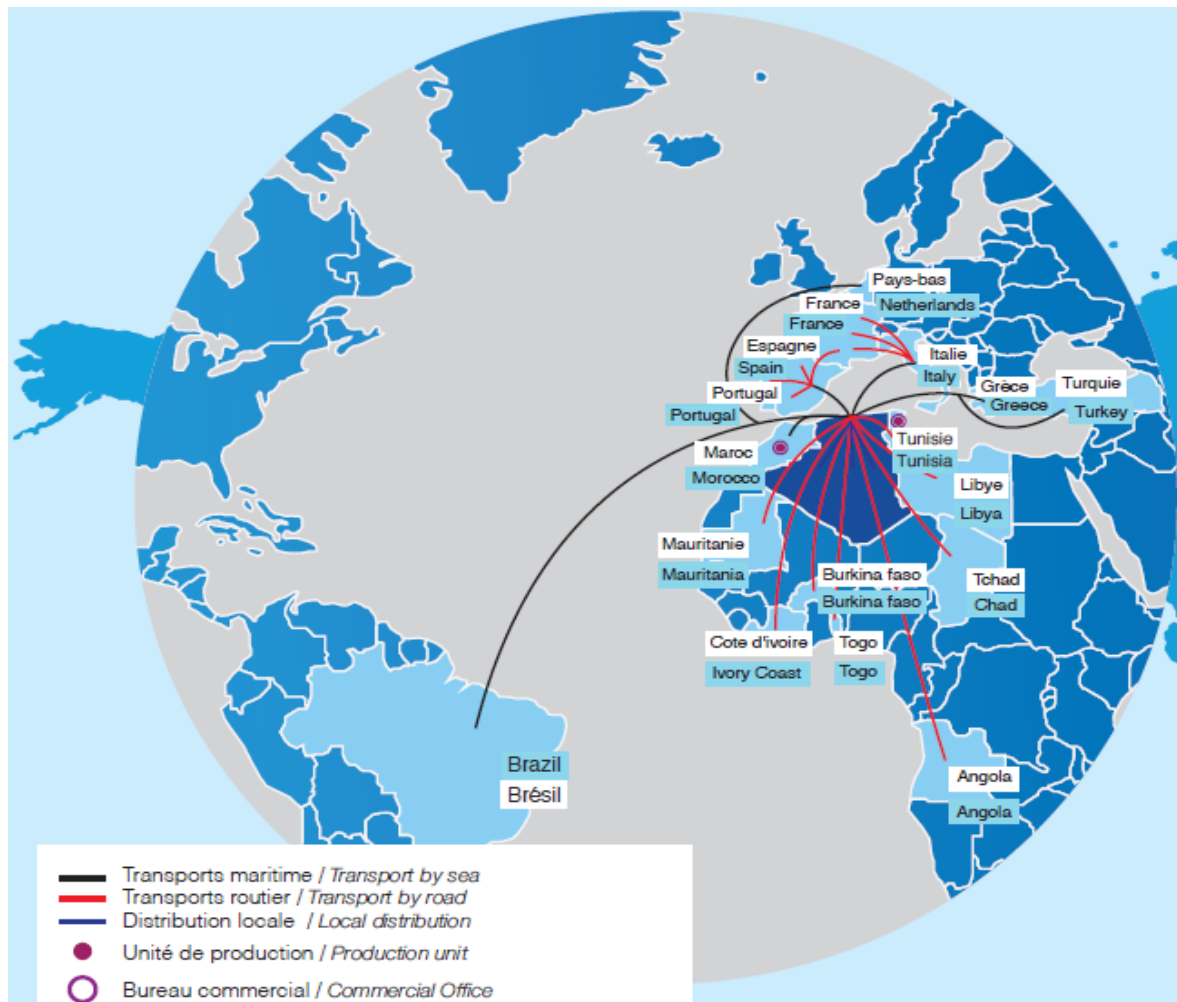


Figure II.2 : Les réseaux de distribution de MFG vers l'étranger [43].

Au-delà d'une véritable proximité, le réseau de distribution de MFG assure également la synergie des équipes pour assurer la qualité des réponses, le suivi des approvisionnements et la régularité de la production.

MFG est situé à Arbàa, à 30 kilomètres d'Alger, et dispose d'un complexe industriel verrier de 30 hectares.

Le circuit de distribution de MFG Algérie se définit comme suit :

- Vente directe : pour les transformateurs (miroiteries, façadiers, double vitrage et aluminium, entreprise du bâtiment) ;
- Vente indirecte : pour les grossistes qui s'organisent en deux groupes (le 1er groupe s'occupe des régions centre et sud. Quant au 2eme groupe des régions est et ouest) [44].

II.5. L'organigramme de l'entreprise

Pour un meilleur fonctionnement, la société est structurée comme suit :

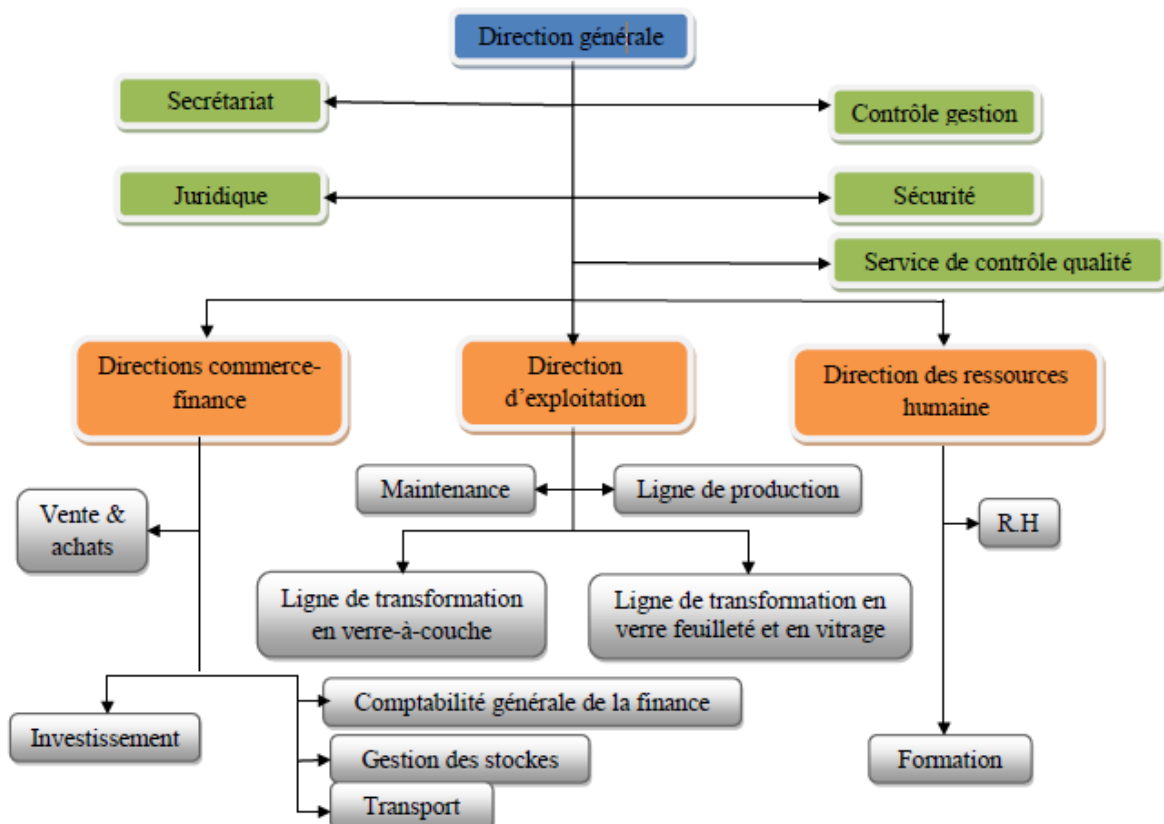


Figure II.3 : Organigramme de l'entreprise MFG [43].

Le complexe de production de verre est un grand pas en avant pour l'Algérie. Cevital a transformé l'Algérie d'un pays quasi importateur de verre en un pays exportateur de verre, et la création de MFG peut être considérée comme une réalisation remarquable [32].

Comme mentionné précédemment, MFG est en perpétuelle expansion et évolution, parlons donc des réalisations de MFG. [32] :

- Création de la filiale MFG Europe, dont le siège est en Italie, pour assurer la promotion et la commercialisation des produits.
- MFG sur le continent Européen, et deux plateformes de stockage et de distribution sont implantées en Italie depuis début 2008 et en Espagne depuis janvier 2009.
- Établir une station de traitement du sable sur le site de production, qui fournira au complexe du sable traité, qui est la matière première utilisée dans la production du verre.
- L'ouverture d'un bureau d'attache en Tunisie en 2010 qui simplifiera et organisera efficacement les exportations de l'entreprise vers la Tunisie et les pays voisins.
- Mettre en place un système de management intégré QHSE (Qualité, Hygiène, Sécurité, Environnement).
- Installer les BPL (Bonnes Pratiques de Laboratoire) dans son laboratoire de contrôle qualité et adopter les BPL (Bonnes Pratiques d'Hygiène) dans son système de management QHSE.

II.6. Gamme et qualité [45]

MFG dispose d'une large gamme de produits qui répond aux besoins de ses clients en termes de qualité, de confort, de sécurité et d'économie d'énergie.

- Verre plat « Clear Float Glass ».
- Verre feuilleté « Medilam ».
- Verre à couches.

MFG répond aux attentes des clients pour les applications les plus exigeantes en termes de design, de sécurité, d'isolation, de confort et de gestion de l'énergie. Il propose une variété de verres plats transparents avec des épaisseurs allant de 02 à 19 mm dans les dimensions PLF, DLF et ½ DLF.

Afin de répondre aux attentes des clients nationaux et internationaux et d'atteindre la satisfaction de ses clients, MFG a opté un système de gestion QHSE (Qualité Hygiène Sécurité et Environnement) qui a passé trois certifications révérenciels ;

- ISO 9001 :2008 pour la qualité
- ISO 14001 :2004 pour l'environnement
- OHSAS 18001 :2007 pour la santé et sécurité de ses employés.

Le laboratoire MFG est en cours de certification. De plus, afin d'exporter ses produits vers l'Europe, MFG a adopté une nouvelle méthode de mise en conformité directe avec la réglementation européenne, ce qui lui a valu le marquage CE.

II.6.1 Différent types de verres MFG

II.6.1.1. Le verre plat [45]

Le verre plat MFG est fabriqué selon le procédé « float ». Ce dernier permet d'obtenir des verres aux surfaces parfaitement planes et parallèles. En fait, le terme « Float » fait également référence à la dernière technologie permettant de produire du verre plat avec un certain niveau de qualité. Le procédé consiste à verser du verre en fusion sur une couche de métal liquide puis à refroidir le verre formé lorsqu'il est suffisamment stable d'un point de vue physique et dimensionnel. Aujourd'hui, MFG est l'un des acteurs majeurs du marché mondial. Le verre transparent MFG porte le marquage CE et est conforme aux normes européennes en vigueur **EN 572-9** et **EN 410**. Avec la technologie « Float », MFG produit du verre plat pour les industries suivantes :

- Bâtiment : vitrage extérieur (menuiserie et façade) et intérieur (séparations et mobiliers) ;
- Automobile ;
- Electroménager.



Figure II.4 : Unité de transport verre plat MFG [17].

II.6.1.1.1. Performances

- Transmission lumineuse élevée : bon éclairage naturel des espaces intérieurs.
- Larges possibilités de création architecturale utilisée en simple ou double vitrage.
- Les performances spectrophotométriques des verres MFG sont données en simple vitrage, pour toutes les épaisseurs [43].

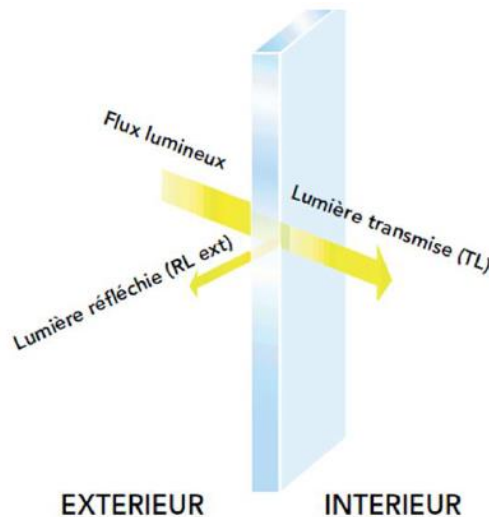


Figure II.5 : Transmission lumineuse du verre plat [43].

II.6.1.2. Verre feuilleté [45]

Le verre feuilleté Medilam est fabriqué à partir de verre transparent MFG marqué CE, conforme aux normes européennes en vigueur EN 572-9 et EN 410, et est lié par un intercalaire PVB (Butyral Poly Vinyle).

Medilam est un produit fini marqué CE qui répond à la norme EN 12543. Il a passé la certification de laboratoires européens externes reconnus, il a donc également passé tous les tests imposés par la norme au niveau du laboratoire MFG.

Le Medilam est résistant aux chocs ; lorsqu'il heurte un corps étranger, le verre se fendille et la fissure se situe au point d'impact, ce qui n'affecte pas la visibilité.

L'intercalaire PVB maintient les éclats de verre en place, réduisant ainsi le risque d'être coupé par les éclats de verre. Il peut également garder le mur étanche. De plus, l'énergie résiduelle du corps est absorbée par cette couche intermédiaire lors de l'impact ; donc, si l'impact n'est pas proportionnel, le verre empêchera le corps de traverser.

II.6.1.2.1. Performance [45]

Le Medilam vous assure une protection :

- Contre les blessures
- Contre la chute des personnes
- Contre la chute d'objets
- Contre le vandalisme et l'effraction
- Contre les rayons Ultra-violet (UV)

De plus, le film PVB peut constituer un élément décoratif très important, que ce soit par sa propre couleur ou en combinant divers matériaux avec des effets décoratifs ou des propriétés fonctionnelles.

Il est également utilisé comme élément acoustique dans un ensemble de verres à double vitrage « asymétriques ». Dans ce cas, le PVB spécialement traité est utilisé pour augmenter les performances acoustiques du verre feuilleté en doublant sa capacité d'amortissement.



Figure II.6 : Application du verre feuilleté dans un building [43].

II.6.1.3. Verres à couches [45]

Le verre à couche est un produit verrier industriel sur lequel de l'oxyde métallique est pulvérisé en couche mince (0,01 μm à 0,8 μm).

La technologie tire son nom de l'acronyme PVD (Physical Vapor Deposition) ; le dépôt d'une couche à basse température (après production de verre) permet d'obtenir une couche dite « Couches tendres ».

Les performances thermiques de la « couche tendre » en termes d'émissivité sont meilleures que celles de la couche « dure » (la couche est déposée "en ligne" à haute température).

Par exemple, l'émissivité de la couche dure est d'environ 0,2, tandis que l'émissivité de la couche tendre est voisine de 0,04. Le verre à revêtement tendre ne peut être utilisé que pour sceller le verre double ou triple, et la surface de revêtement doit être à l'intérieur de la cavité (face 2 ou 3 pour un double vitrage).



Figure II.7 : Application du verre a couche [43].

II.6.3.1 Fonctionnement optique du verre a couche [45]

Le revêtement modifie le comportement optique du verre dans les domaines visible et infrarouge. Dans le domaine de la construction, la distribution énergétique (ou spectrale) de l'énergie solaire atteignant la terre doit être considérée.



Figure II.8 : Fonctionnement optique du verre a couche [43].

L'énergie du rayonnement solaire sur la terre est de 43 % du rayonnement infrarouges, 3 % du rayonnement ultraviolets et les 54 % restants sont de la lumière visible.

Une application importante est apportée par une modification du comportement vis-à-vis du rayonnement solaire en contrôlant d'une part l'énergie solaire transmise et d'autre part la luminosité, conduisant ainsi à une économie de conditionnement d'air (en été) ou de chauffage (en hiver).

II.6.3.2. Performance [45]

Les performances thermiques d'un double vitrage à couche tendre sont nettement meilleures que celles d'un double vitrage classique (le coefficient U_g atteint $1,1 \text{ W}/(\text{K.m}^2)$ contre $3 \text{ W}/(\text{K.m}^2)$ de double vitrage. Classique).

Les avantages d'une telle isolation thermique sont nombreux ;

1. Diminution sensible des dépenses de chauffage (électricité, gaz, fuel, bois).
2. Amélioration du confort :
 - Quasi-suppression de la zone froide près des parois vitrées ;
 - Utilisation maximale de l'espace ;
 - Réduction des risques de condensation sur le verre intérieur ;
 - Protection de l'environnement par réduction de l'émission de gaz à effet de serre (CO_2), liée à la diminution de la consommation de chauffage.
 - Un haut niveau de transmission lumineuse.
 - Un faible niveau de transmission énergétique (facteur solaire faible) ;
 - Un aspect neutre en réflexion et en transmission.

II.6.3.3. Gamme des verres à couche

- Verres à faible émissivité **Medistar "S"** et **Medistar "+S"**.
- Verre réfléchissant **Medireflect**.

II.6.3.3.1. Medistar "S" (low-e)

a. Description

Medistar "S" est un verre à couche haute performance à faible émissivité (low-e) selon la norme 1096-3. Conçu pour être assemblé en double vitrage. Il se compose de verre

transparent recouvert d'une fine couche transparente de métal noble (Argent, oxyde de Titane, oxyde d'étain...etc), déposée par pulvérisation cathodique sous vide.

Cette couche réfléchit l'infrarouge thermique et limite les déperditions de chaleur par rayonnement.

b. Application

Medistar "S" offre la plus faible émissivité (low-e) de classe C selon la norme 1096-3, pouvant être produite industriellement. Monté en double vitrage, il permet d'obtenir $U_g = 1,1 \text{ W} / (\text{m}^2 \text{ K})$ dans une composition 6 mm / 12 argon / 6 mm. Il peut être utilisé dans tous les vitrages isolants pour la construction neuve ou rénovation :

- Véranda et loggia ;
- Fenêtre et façade de bâtiment non résidentiel.



Figure II.9 : Application du MEDISTAR "S" [43].

c. Avantages

- Economie d'énergie
- Diminution des coûts de chauffage grâce à une isolation optimale. Monté en double vitrage équipé d'un intercalaire à rupture thermique, il améliore encore la performance globale de la fenêtre.
- Meilleur confort dans les pièces.
- Répartition uniforme de la chaleur sans zone froide près des fenêtres.
- Réduction des risques de condensation sur le verre intérieur.

- Transmission lumineuse élevée (88 %).
- Grande liberté architecturale.
- Couleurs neutres en transmission et en réflexion. Aspect légèrement brillant pour une esthétique renforcée.
- Protection de l'environnement.
- Réduction des émissions de CO₂.

d. Combinaison

Medistar "S" est combinable avec les verres Mediclean et Medireflect.

Medistar "S" peut être ultérieurement laminé en Verre Feuilleté.

II.6.3.3.2. Medistar "+S" (low-e)

a. Description

Medistar "+S" (low-e) est un verre à couche low-e à très hautes performances conçu pour être assemblé en double vitrage. Il est composé de verre transparent recouvert d'une fine couche transparente de métaux nobles, qui permet de réfléchir les rayons infrarouges thermiques et de limiter les déperditions de chaleur par rayonnement.

Le Medistar "+S" offre la plus basse émissivité qu'il soit possible de fabriquer industriellement. Monté en double vitrage, il permet d'obtenir la valeur $U_g=1.0 \text{ W/m}^2 \cdot \text{K}$) dans une composition Contre-plateau float 4 mm, intervalle plateau 16 mm/ Argon 90 %.

b. Application

Il peut être utilisé dans tous les vitrages isolants pour la construction neuve ou en rénovation :

- Fenêtres et portes fenêtres de logement ;
- Vérandas et loggia ;
- Fenêtres et façades de bâtiments non résidentiels.



Figure II.10 : Application du MEDISTAR "+S" [43].

c. Avantage

La performance d'isolation thermique du **MEDISTAR "+S"** est supérieure de 10 % à celle du **MEDISTAR "S"** qui permet de tripler les performances d'un double vitrage classique.

- Diminution des coûts de chauffage grâce à une isolation optimale ;
- Répartition uniforme de la chaleur sans zone froide près des fenêtres. Réduction des risques de condensation sur le verre intérieur ;
- Transmission lumineuse élevée (71 %) ;
- Couleurs neutres en transmission et en réflexion. Aspect légèrement brillant pour une esthétique renforcée ;
- Réduction des émissions de CO₂.

II.6.3.3.3. Medireflect (verre réfléchissant) [45]

a. Description

Medireflect est un verre réfléchissant soigneusement conçu pour répondre à la double exigence des architectes : fonctionnalité et esthétique. Le revêtement lui donne un aspect "miroir", lui donnant un attrait visuel, tout en offrant des avantages fonctionnels tels que la réflexion et la réduction de l'éblouissement.

b. Fonctionnalités

1. Le Medireflect offre un confort solaire en reflétant une proportion importante du rayonnement solaire, limitant ainsi l'entrée de chaleur à l'intérieur d'un bâtiment.
2. Il offre un confort visuel supérieur en reflétant l'écart du bon quanta de lumière pour limiter l'éblouissement, tout en permettant l'entrée d'une quantité suffisante de lumière naturelle.
3. Il offre une facilité de traitement car il peut être traité comme Un verre float normal.
4. une fois trempé, le medireflect acquière de nouvelles performances et devient un verre autonettoyant, nommé **Mediclean**.

c. Application

Le verre réfléchissant **Medireflect** convient à la plupart des types de verre de façade de bâtiment. Il peut être utilisé dans les bureaux, les édifices commerciaux, écoles, bâtiments industriels, immeubles.

Son aspect attrayant met en valeur l'espace intérieur du bâtiment. La qualité de réflexion produit un effet d'observation dans certaines conditions d'éclairage, et transmet la lumière en vision exploratoire.

Conclusion

Nous avons donné une idée globale sur la société **MFG** (Mediterranean Float Glass) en passant par sa présentation et son historique. Par, la suite, nous avons donné aussi les gammes ainsi que les différents types de verres avec leurs descriptions, fonctionnalités, applications et leurs performances.

Chapitre III

Matériels et méthodes

CHAPITRE III : MATERIELS ET METHODES

III.1. Matériels

Les verres fabriqués au niveau de MFG sont de type Star "S" (Low-e), les échantillons pris dans cette usine vont faire objet de plusieurs tests physiques-chimiques de contrôle de qualité et leurs durabilités chimiques et photo dégradation.

III.2. Méthodes

III.2.1. Contrôle de qualité

La présente procédure de contrôle qualité verre à couche définit l'ensemble des contrôles nécessaires pour la garantie de la qualité du produit fini par rapport aux exigences standard selon un plan de contrôle bien défini qui permet de vérifier l'efficacité du system de contrôle.

III.2.1.1. Analyse spectrophotométrie Online

Pour assurer l'uniformité de l'épaisseur de la couche, le producteur utilise un spectrophotomètre en ligne pour mesurer les indices de couleur (L^* , a^* et b^*) et la transmission lumineuse (T). Les valeurs mesurées s'affichent sur une interface contenant les valeurs de référence (valeurs qui correspondent à l'épaisseur recherchée).

Les valeurs de référence utilisées par les producteurs sont :

L^* : 67

a^* :-2,50

b^* :-8,00

Le réglage de l'épaisseur se fait suivant des courbes de simulation faites avec le logiciel CODE, logiciel de simulation des couches minces. Les courbes nous orientent et nous renseignent sur la variation de la couleur en fonction de l'épaisseur.



Figure III.1 : Mesure des spectres de réflexion du verre [17].

CIE $L^*a^*b^*$, souvent abrégé CIE LAB, est un espace de couleur pour la caractérisation des surfaces défini par la Commission internationale de l'éclairage (CIE) en 1976, en même temps que l'espace uniforme non Linéaire.

Dans ce modèle, trois grandeurs caractérisent les couleurs, la clarté L^* , qui dérive de la luminance (Y), et deux paramètres a^* et b^* , qui expriment l'écart de la couleur par rapport à celle d'une surface grise de même clarté, comme la chrominance de la vidéo.

La définition d'une surface grise, non colorée, achromatique, implique d'indiquer explicitement la Composition de la lumière qui éclaire la surface colorée.

La définition d'une surface grise, non colorée, achromatique, implique d'indiquer explicitement la Composition de la lumière qui éclaire la surface colorée.

- La composante L^* est la clarté, qui va de 0 (noir) à 100 (blanc).
- La composante a^* représenté une gamme de 600 niveaux sur un axe rouge (+299 valeur positive) → vert (-300 valeur négative) en passant par le gris (0).
- La composante b^* représente une gamme de 600 niveaux sur un axe jaune (+299 valeur positive) → bleu (-300 valeur négative) en passant par le gris (0).

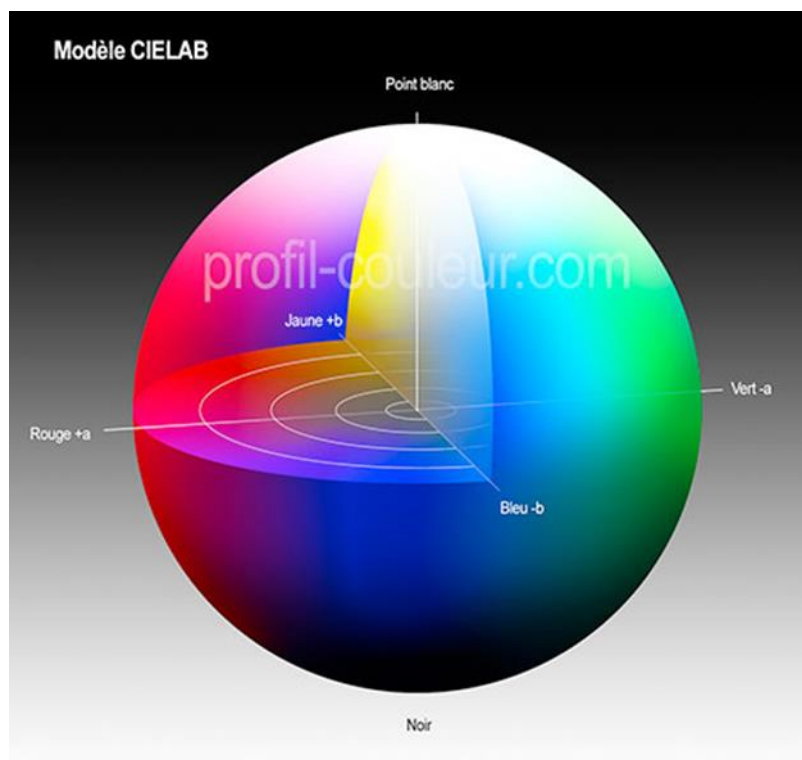


Figure III.2 : Modèle CIE LAB (CIE, Lab) [17].

III.2.1.2. Analyses et tests laboratoires Outline

III.2.1.2.1 Contrôle visuel

Le contrôle visuel représente le contrôle d'aspect du verre après dépôt de la couche, il s'effectue selon les exigences énumérées dans le tableau suivant :

Tableau III.1 : Critères d'acceptation d'un type de verre à couche MFG [17].

Type de défaut	Critères d'acceptation				
	Vitrage à vitrage	Vitrage individuel			
Uniformité/tâche	Admissible tant que la vision n'est pas gênée	Admissible tant que la vision n'est pas gênée			
		<table border="1"> <thead> <tr> <th>Zone principale</th> <th>Bordure</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Zone principale	Bordure	
Zone principale	Bordure				
Ponctuel :	Non applicable				
Projections/lacune					
>3 mm		Inadmissible	Inadmissible		
> 2mm et ≤ 3mm		Admissible si le nombre est inférieur ou égal à 1/m ²	Admissible si le nombre est inférieur ou égale à 1/m ²		
Agrégats		Inadmissible	Admissible tant qu'ils sont en dehors de la zone de vision		
Griffes					
>75mm	Inadmissible	Admissible tant que leurs espacements sont >50 mm			
≤75mm	Admissible tant que leur densité locale ne gêne pas la vision	Admissible tant que leur densité locale ne gêne pas la vision			



Figure III.3 : Observation visuelle de la feuille à la sortie du procédé de dépôt de couche [17].

III.2.1.2.2. Mesure des propriétés spectrophotométriques

a.1. Mesure des propriétés spectrophotométriques

On détermine les caractéristiques solaire et lumineuse du verre à couche.

On prépare un échantillon de $60 \times 80 \text{ mm}^2$. On le met dans le spectrophotomètre et lancer la mesure en transmission, en réflexion côté couche et en réflexion côté glace, en simple et double vitrage.

Critères d'acceptation : les résultats doivent être dans la fourchette des résultats des fiches techniques du produit correspondant.

a.2. Analyse du verre par spectrophotométrie UV-Visible

Le LAMBDA 1050 est le spectrophotomètre UV / VIS / NIR le plus performant à ce jour. Conçu pour atteindre un plus haut niveau de sensibilité, de résolution et de la vitesse dans le domaine du proche infrarouge (250 à 2500 nm), il simplifie l'analyse des échantillons difficiles tels que le verre à absorption élevée, les revêtements optiques ou filtres à couches minces. Il dispose de deux grands compartiments d'échantillonnage, y compris un banc optique à usage général, la sphère d'intégration et la technologie brevetée accessoire de réflectance Universel.



Figure III.4 : Spectrophotomètre
lambda 1050 [17].

Equipment du spectrophotomètre :

1. Double faisceau, double monochromateur.
2. Une lampe à décharge de deutérium utilisée dans le domaine de 190 à 400 nm avec un maximum d'émission à 652,1nm.
3. Une lampe à filament de tungstène pour la région allant de 350 à 800 nm.
4. Chopper.
5. Atténuateurs sur faisceau échantillon et référence.
6. Masque de faisceau.
7. La sphère d'intégration 150 mm.
8. Détecteurs.

III.2.1.2.3 Analyse de la résistivité latérale et superficielle

On mesure la résistance superficielle en un point et la résistivité latérale sur 20 points afin de déterminer l'émissivité du verre à couche et de s'assurer de l'homogénéité de la couche.

Critère d'acceptation : les résultats doivent être dans les fourchettes d'acceptations qui sont énumérer dans les deux tableaux suivants :

➤ **Tolérance**

Tableau III.2 : Critères de tolérance du verre à couche MFG pour l'émissivité et la résistivité [17].

Type de verre	Exigences	
	Emissivité normal	Résistivité (Ω)
Medi Star "S"	0,03 – 0,04	< 4,2
Medi Star "+S"	0,01 – 0,02	< 2,35

➤ **Régulation matière rebuté**

Tableau III.3 : Critère de matière rebuté du verre à couche MFG [17].

Type de verre	Exigences	
	Emissivité normal	Résistivité (Ω)
Medi Star "S"	> 0,04	> 4,2
Medi Star "+S"	> 0,02	> 2,35

a. Analyse de la résistivité latérale

Sur le Plateau à Longueur de Fabrication (PLF), sur la largeur, on trace 20 points (3,21 m / 20). On découpe, ensuite, une surface de 40 cm de largeur qui entoure ces points et enfin, on mesure la résistivité latérale l'aide d'un STRATOMETER G. Le but de ce test est de vérifier la distribution latérale de la résistivité sur la surface du PLF. C'est le premier test au laboratoire. Il doit se faire rapidement pour corriger, si c'est nécessaire, au niveau du procès à partir des paramètres physiques qui agissent directement sur la résistivité des couches déposées sur le verre.

La correction est guidée par le rapport :

$$\Delta R / R = (R_{\max} - R_{\min}) / R \quad \text{Équation III.1}$$

Sachant que : R_{\max} = résistance maximale.

R_{\min} = résistance minimale.

Si ce rapport dépasse 2 %, le produit doit être corrigé immédiatement. Et si le pourcentage est loin ou très loin de 2 %, le verre à couches produit avant la correction doit être séparé de ce lui produit après. Et s'il est inférieur à 2 % le produit est conforme. Et le rapport ΔR doit être inférieur à 0,3 Ω .



Figure III.5 : Stratometer G (Appareil de mesure de la résistivité) [17].

b. Résistivité superficielle et détermination de l'émissivité

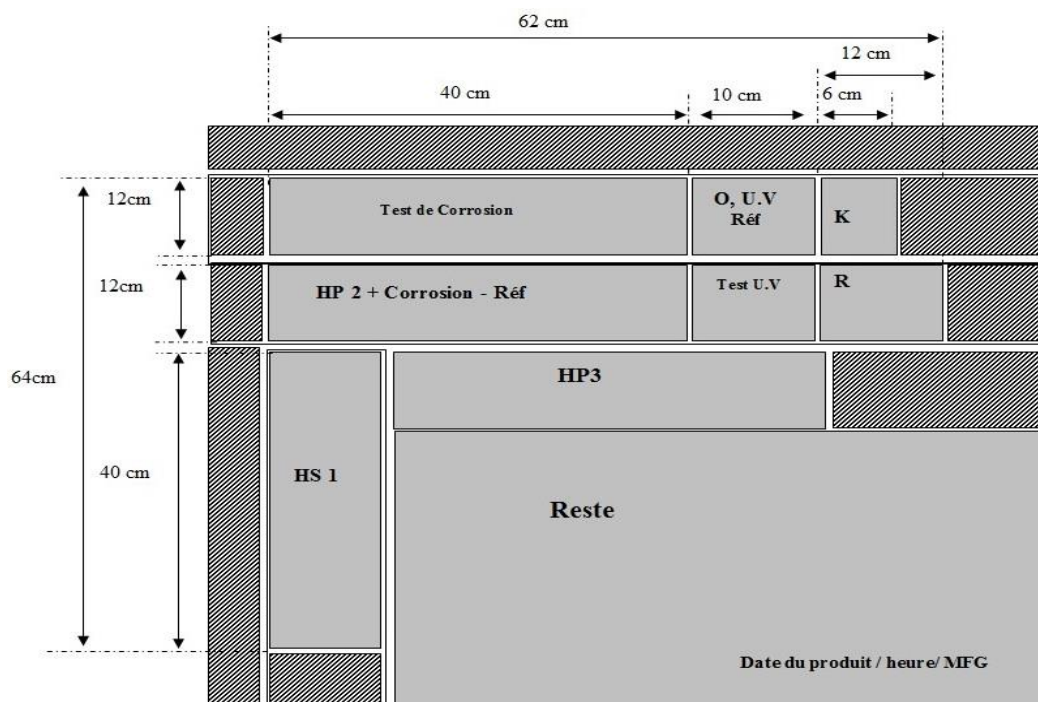


Figure III.6 : Représentation schématique de la découpe d'échantillons pour tests de laboratoire [17].

La présente procédure de contrôle qualité verre à couche définit l'ensemble des contrôles nécessaires pour la garantie de la qualité du produit fini par rapport aux exigences standard selon un plan de contrôle bien défini qui permet de vérifier l'efficacité du système de contrôle.

Tableau III.4 : Plan d'échantillonnage [17] :

Echantillons	Dimensions (cm × cm)	Test
O.U.V	12 × 10	Optique
R	12 × 12	Résistivité
HS1	12 × 40	Dureté + test Erichsen
HP2 + corrosion + référence	12 × 40	Dureté + test Erichsen
HP3 (seulement en cas d'écart entre HS1 et HP2)	12 × 40	Dureté + test Erichsen
HP1 Corrosion	12 × 40	Corrosion
K	12 × 6	Test d'ébullition (cooking)
U.V	12 × 10	Ultra-Violet

En découpant un échantillon de dimension 12 sur 12 cm, on mesure la résistivité superficielle avant et après le test d'abrasion, à l'aide d'un dispositif de mesure de type RSM-12. C'est un test qui se fait une fois par jour et par produit au minimum.

- **Préparation de l'échantillon** : nettoyer soigneusement l'échantillon à tester avec l'air comprimé, et assurer qu'il ne présente pas de rayures.
- **Test** : Vérifier que l'équipement est bien alimenté et calibré.

Attendre 20 minutes après la mise en service de l'appareil.

Appuyer sur la touche 1.

Déposer l'échantillon à tester au milieu de l'appareil dont la couche conductrice se trouve en position inférieure.

Lire la résistance affichée sur l'écran.

Mettre fin au processus de mesure pour éviter l'échauffement inutile de la couche.

- **Calcul** : Pour calculer l'émissivité normale d'un verre à couches, on suit la formule suivante :

La loi de l'émissivité [17].

$$\zeta_n = R \times 0,0106 \quad \text{Équation III.2}$$

Déterminer l'émissivité total corrigé à l'aide de la formule suivante :

$$\zeta_{\text{corrigé}} = \zeta_n \times F \quad \text{Équation III.3}$$

F : facteur déterminé par extrapolation à partir de la courbe de l'émissivité total corrigé en fonction de l'émissivité.

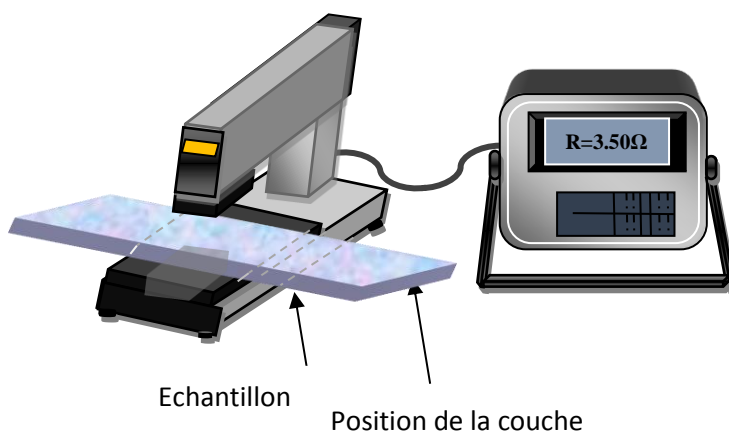


Figure III.7 : Dispositif expérimental de Résistivimètre (type SRM-12 Nagy) [17].

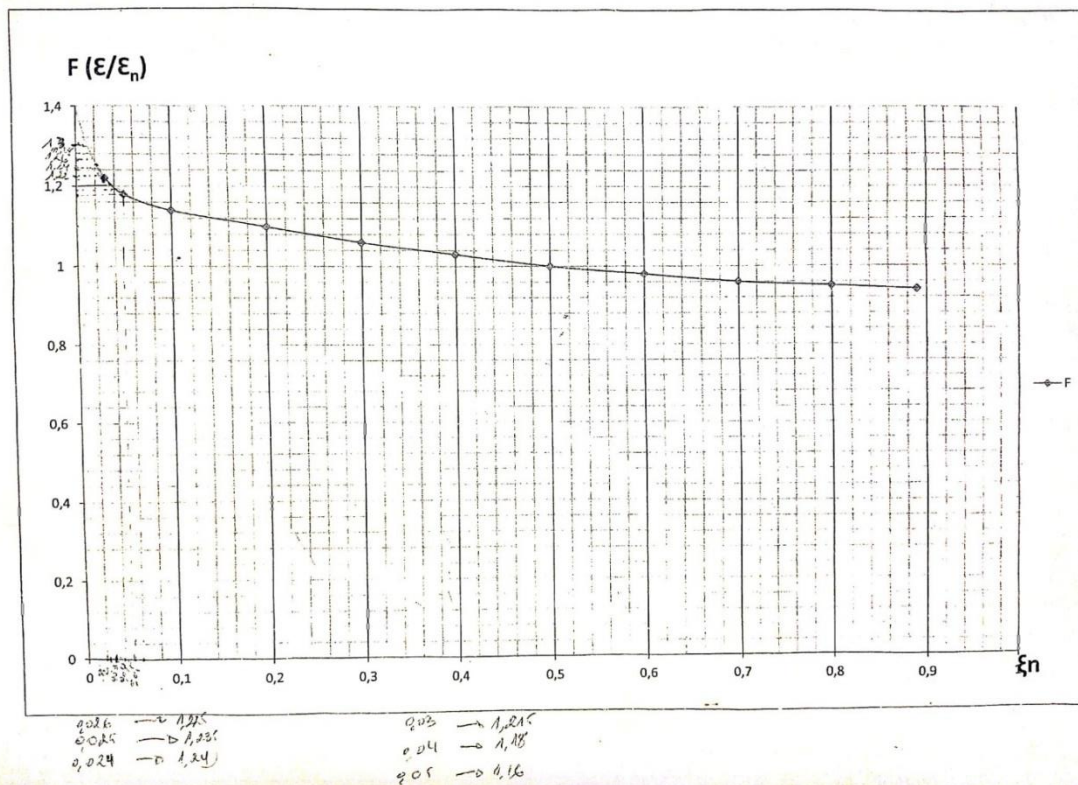


Figure III.8 : Courbe de mesure de résistivité totale corrigé [17].

III.2.1.2.4. Test de résistance à l'abrasion et d'essuyage

a. Test à l'abrasion

L'objectif est de déterminer la dureté des couches par la mesure de la résistance après le test d'abrasion (caractérisation de la dureté des couches). Les résistances superficielles élevées correspondent à une dureté des couches assez faible. On utilise pour ce test l'appareil de contrôle d'abrasion **Erichsen modèle 494**. C'est un appareil muni d'une brosse en plastique. L'endommagement des couches est déterminé après dix et cinquante coups de brosse.

Critère d'acceptation : la différence de la résistivité (ΔR) avant et après le test doit être inférieure à $0,3 \Omega$.



Figure III.9 : Appareil de contrôle de la dureté et de l'abrasion : Erichsen modèle 494 [17].

Le test d'abrasion est réalisé selon les étapes suivantes :

- **Préparation des échantillons**

- Nettoyer soigneusement les échantillons en utilisant l'air comprimé.
- Le test est effectué sur les échantillons **HS1 et HP2** de dimension 40×12 cm² découpé selon le plan d'échantillonnage (Laisser l'échantillon **HP3** comme témoin).

- **Mesure de la résistivité avant test**

- Mettre sous tension le résistive mètre.
- Attendre 20 minutes ensuite appuyer sur la touche 1.
- Déposer l'échantillon dont la couche conductrice se trouve en position inférieur, l'échantillon doit être bien centré.
- Repérer la zone testée (de préférence le milieu de l'échantillon) et noter la valeur.
- Effectuer l'essai pour les deux échantillons **HS1 et HP2**.

- **Test de la machine d'abrasion pour 10 courses**

- Il est nécessaire de nettoyer les échantillons, la brosse et la cuvette en acier avant et après chaque test afin d'éliminer les débris du verre.
- Allumer l'appareil et régler le nombre de course à 10.
- Déposer l'échantillon **HS1** de manière à ce que la brosse endommage le centre de l'échantillon.

- Après les 10 courses effectuées, enlever l'échantillon
- Refaire l'essai pour l'échantillon **HP2**.
- **Mesure de la résistivité après 10 courses**
 - Déterminer la résistivité de chaque échantillon à la même zone repérée avant test.
 - Noter les résultats sur en cas d'écart de résultats avant et après test, refaire la même procédure
 - Pour l'échantillon **HP2**.
- **Test de la machine d'abrasion pour 40 courses**
 - Régler le nombre de course à 40 et suivre les mêmes étapes effectuées à 10 courses.
- **Mesure de la résistivité après 40 courses**
 - Déterminer la résistivité de chaque échantillon à la même zone repérée avant test.

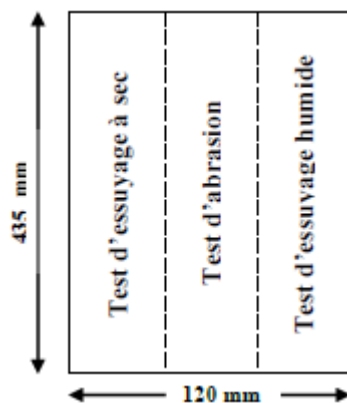


Figure III.10 : Zones d'exécution des différents tests [17].

b. Test d'essuyage

Le but de ce test est d'évaluer rapidement l'adhérence entre les couches.

Ce test consiste à faire 10 et 30 passes avec un chiffon doux sec et humidifié à l'acétone sur le côté du verre soutenant la couche.

Critère d'acceptation : absence de décollement de couche (pas d'apparition de bande argentée), signifie que ce critère est accepté et que la couche est résistante.

b.1. Test d'essuyage à sec

On utilise une partie du même échantillon préparé pour le test d'abrasion (Figure III.11).

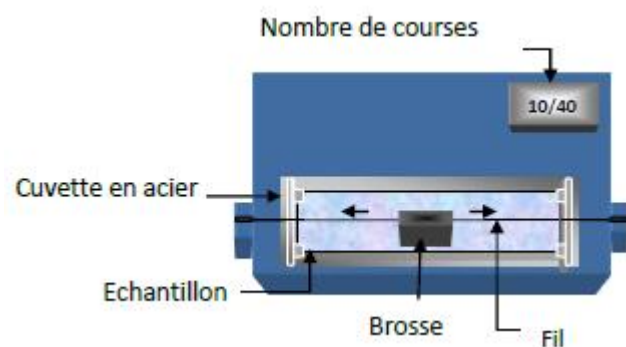


Figure III.11 : Schéma de test d'abrasion [17].

On essuie 10 fois en appuyant légèrement avec un chiffon doux la surface de l'échantillon. L'évaluation se fait visuellement sur cet échantillon.



Figure III.12 : Test d'essuyage à sec [17].

b.2. Teste d'essuyage humide

On utilise l'autre partie de l'échantillon et humidifier la surface de la couche 30 fois de suite à l'aide d'un chiffon doux et de l'Acétone en exerçant une légère pression (Figure III.12). L'évaluation se fait visuellement sur cet échantillon et voir s'il n'y a un décollement ou non de la couche.



Figure III.13 : Test d'essuyage humide [17].

III.2.1.2.5. Teste d'ébullition

Le but du test d'ébullition (Figure III.13) est de déterminer la ternissure du verre à couches soumis à un test de corrosion (caractérisation de la dureté de la couche).

Critère d'acceptation : les résultats doivent être dans la fourchette présentés dans le tableau III.5 qui suit :

Tableau III.5 : Critère d'acceptation du verre à couche MFG pour la ternissure [17].

Exigence	Classe
$0,1 < \text{Ternissure} < 0,3$	Produit conforme
$0,3 < \text{Ternissure} < 0,6$	Produit conforme avec nécessité d'ajustement des paramètres de productions
$> 0,6$	Produit non conforme

Le test de d'ébullition est réalisé selon les étapes suivantes :

- **Préparation de l'échantillon**

- Le test est effectué sur l'échantillon **K** de dimension $12 \times 6 \text{ cm}^2$ découpé selon le plan d'échantillonnage.
- Nettoyer l'échantillon en utilisant l'air comprimé.
- Repérer 3 points sur l'échantillon dans des endroits Différents selon la longueur.

- **Mesures Spectrophotométrique avant test**

- Initier la méthode à utiliser sauvegardée sous le nom (test d'ébullition)
- Établir l'auto zéro
- Placer l'échantillon à l'intérieur de la sphère d'intégration et veiller à ce que le coté couche sois orienté vers l'intérieur.
- Effectuer les mesures suivantes aux trois points repérés :
 1. Transmission de l'échantillon avec standard.
 2. Transmission de l'échantillon sans standard.
 3. Transmission sans échantillon sans standard.

- **Test**

- Remplir le récipient avec de l'eau déminéralisée.
- Émergé complètement l'échantillon dans la solution déminéralisée.
- Allumer la plaque chauffante et régler la température à **100 °C** et maintien pendant **1 heure**.
- Retirer l'échantillon et laisser refroidir, nettoyer avec de l'eau déminéralisée, puis sécher l'échantillon avec l'air comprimé. A la fin de cette étape nettoyer l'échantillon avec de l'alcool afin d'éliminer les salissures.

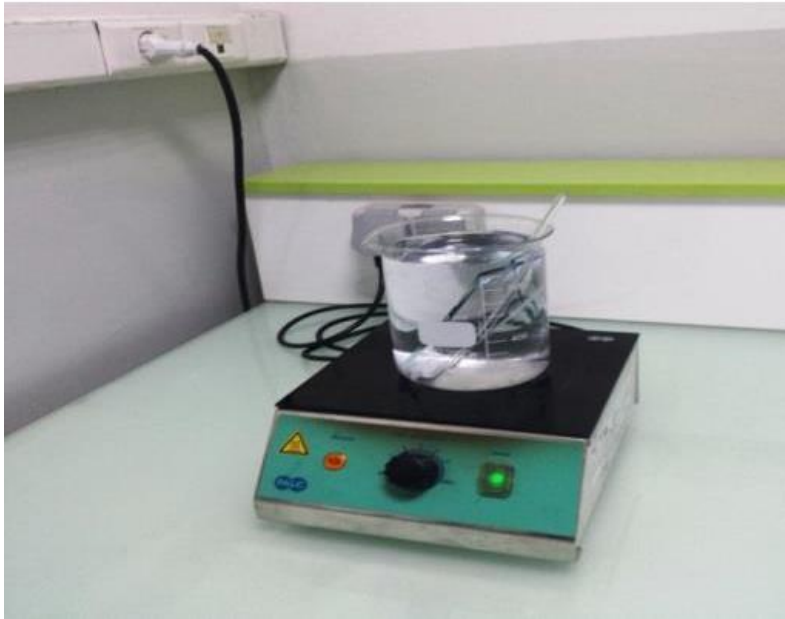


Figure III.14 : Dispositif expérimental de test de l'ébullition [17].

• **Mesures Spectrophotométrique après test**

- Refaire la même manipulation que l'avant test.
- Calcul

III.2.1.2.6. Test de Corrosion

Ce test est effectué dans le but d'évaluer la résistance à la corrosion des couches lorsque le verre est soumis à une atmosphère saturée en eau à température constante. La formation continue de condensation sur les échantillons est à l'origine des dégradations apparaissant à la surface.

Critère d'acceptation :

- Un seul défaut entre 2 mm et 3 mm de longueur.
- Pas plus de 5 défauts d'une longueur comprise entre 1 mm et 2 mm.
- Aucune griffure ni coloration sur la couche ne sont admise.

Equipements :

- Appareille de la mesure de la résistance SRM-12T Nagy.
- Enceinte de condensation LIEBISCH.
- Stéréo-microscope optique Leica.
- Appareil d'abrasion Erichsen.

Le test de corrosion est réalisé selon les étapes suivantes :

- **Préparation de l'échantillon :**
 - Le teste est effectué sur l'échantillon de corrosion et de dimension de $12 \times 40 \text{ cm}^2$.
 - Nettoyer soigneusement l'échantillon avec l'air comprimé.
- **Exécution du test :**
 - Mesurer la résistance superficielle avant le test.
 - Vérifier que l'équipement est bien alimenté.
 - Remplir le récipient avec 5 litres d'eau déminéralisé de **conductivité $<30\mu\text{s}$ (ph = 5,5 - 6)**.
 - Mettre les échantillons sur le support et fermer le couvercle.
 - Allumer l'appareil et régler le thermostat à une température de **$T = (50 \pm 1,5) \text{ }^\circ\text{C}$** .
 - Programmer la durée du test à **72 heures**.
 - À la fin du test retirer les échantillons les nettoyer avec de l'eau déminéralisée et les sécher avec de l'air comprimé
 - Après le refroidissement des échantillons, déterminer la résistance superficielle.
 - Effectuer un contrôle visuel sur l'échantillon testé.
 - Effectuer le test d'abrasion sur l'échantillon testé, et comparer avec celui de référence HP2.
- **Calcule et enregistrement :**
 - Enregistrer en fur et à mesure les résultats.

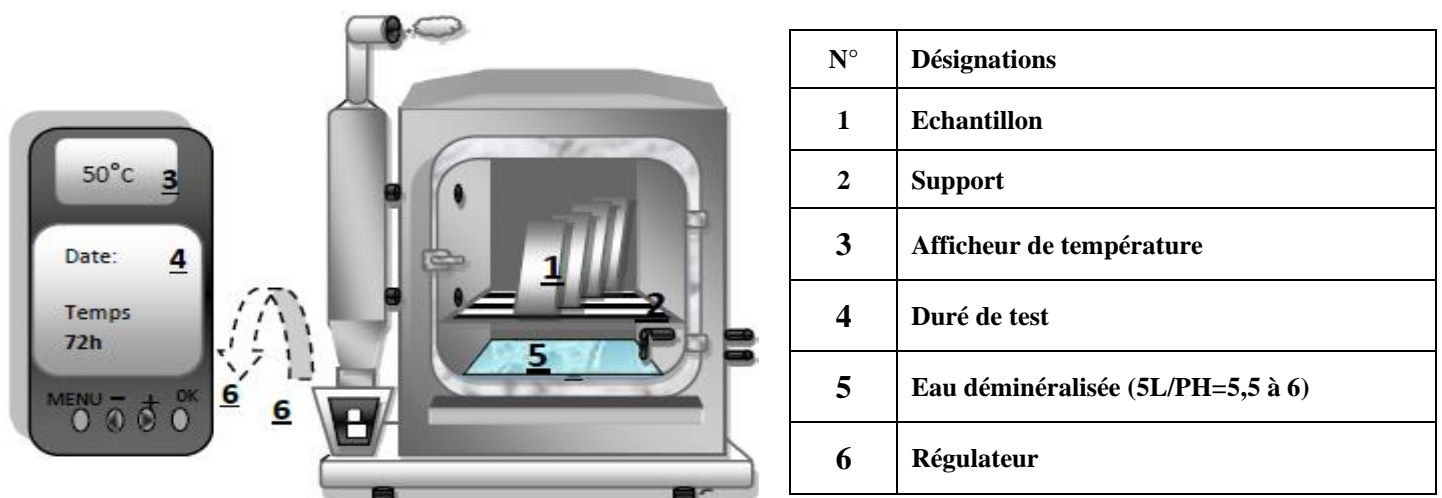


Figure III.15 : Représentation schématique de la chambre de corrosion [17].

III.2.1.2.7 Test de vieillissement UV

Le but est d'évaluer le vieillissement de la couche sous l'effet des rayons UV forcé.

Critère d'acceptation :

- **Contrôle visuel** : vérifier s'il n'y a pas de changement de couleur ou apparition de taches rougeâtre.
- **Contrôle des caractéristiques lumineuses** : les caractéristiques mesurées ne doivent pas s'écarter de plus de 3 % des valeurs correspondantes mesurées sur l'échantillon non exposé.

Equipement :

- Une chambre de test UV.
- Appareil de mesure de la résistance de type SRM-12T
- Spectrophotomètre.

“Les lectures des résultats sont réalisées à partir du logiciel Architectural glass”



Figure III.16 : Dispositif expérimental de test de Vieillessement « UV » [17].

Le test de vieillissement UV est réalisé selon les étapes suivantes :

- **Préparation de l'échantillon** :
 - Le test est effectué sur un échantillon de dimension $100 \times 120 \text{ mm}^2$ découpé selon le plan d'échantillonnage.

- Nettoyer l'échantillon à analyser ainsi que l'échantillon de référence en utilisant l'air comprimé.
- Vérifier que l'échantillon ne présente aucun défaut.
- **Mesure de la résistance superficielle avant test :**
 - Allumer le résistivimètre.
 - Attendre 20 minutes.
 - Déposer l'échantillon au milieu de l'appareil et que la couche conductrice se trouve en position inférieure.
 - Mentionner la valeur de la résistance.
- **Exécution du test :**
 - Contrôler les heures de services de la lampe UV, le cas échéant, la remplacer après **2000 heures** de services.
 - Déposer l'échantillon sur le support prévu ensuite fermer l'appareil correctement.
 - Allumer le dispositif de chauffage et la lampe UV
 - Régler la température à 50 °C.
 - Noter les heures de début et de fin de test. (La durée du test est de **72 heures**)
- **Mesure spectrophotométrique :**
 - Relever les résultats d'analyse optique de l'échantillon avant test et les mentionner sur une fiche.
 - Effectuer l'analyse optique de l'échantillon après exposition à la lumière UV.
- **Mesure de la résistance superficielle après test :**
 - Suivre les mêmes étapes citées précédemment.
 - Noter les valeurs de la résistance.
- **Calcul et enregistrement :**
 - Calculer la différence entre les mesures avant et après test [17].

$$\text{Différence} = \text{mesure 2} - \text{mesure 1} \quad \text{Équation III.4}$$
 - Calculer l'écart en % selon la formule suivante [17].

$$\text{Ecart} = (\text{différence} / \text{mesure 1}) \times 100 \quad \text{Équation III.5}$$
 - Calculer dE [17] : $dE = \sqrt{\Delta L^2 + \Delta a^2 + \Delta b^2}$ Équation III.6

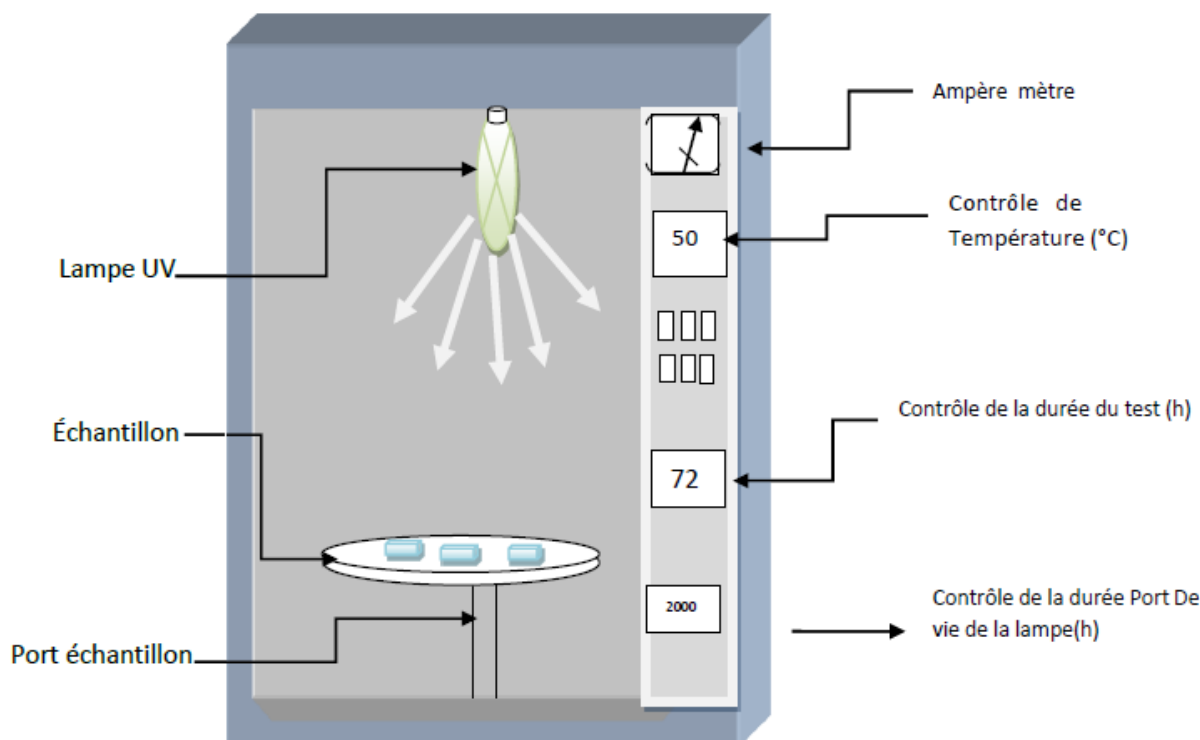


Figure III.17 : Chambre d'UV [17].

III.2.1.3. Durabilité chimique des verres à couches [46]

La résistance chimique aux acides (HCl et HF) et aux bases NaOH des échantillons est déterminée à l'aide de tests de durabilité chimique. Les tests de durabilité chimique des différents verres (verre claire, verre à couche Star "S") sont réalisés dans différents milieux acides (HCl 1M et HF 10 M), alcalins (NaOH 1M).

III.2.1.3.1. Durabilité chimique par rapport à HCl 1M

Deux échantillons (verre claire et Star "S") mis dans deux béchers remplis de 200 ml de HCl à l'intérieur desquels ces échantillons sont immergés. Les béchers sont chauffés à ébullition dans un bain marie de 10 L pendant 6 heures, puis les morceaux de verre sont retirés et lavés avec de l'eau distillée et ils sont séchés dans une étuve à 100°C pendant 24 heures. La différence de masse de chaque morceau de verre avant et après attaque est calculée.

III.2.1.3.2. Durabilité par rapport à NaOH 1M

Deux échantillons (verre claire et Star "S") mis dans des béchers remplis de 200 ml de NaOH à l'intérieur desquels ces échantillons sont immergés. Les béchers sont chauffés à ébullition dans un bain marie de 10 L pendant 3 heures, puis les morceaux de verre sont retirés

et lavés avec de l'eau distillée et ils sont séchés dans une étuve à 100 °C pendant 24 heures. La différence de masse de chaque morceau de verre avant et après attaque est calculée.

III.2.1.3.3. Durabilité par rapport à HF 10N

Des gouttes d'HF sont déversées sur la surface de chaque morceau de verre (verre claire et Star "S"), on laisse réagir pendant 5 minutes, la surface des verres est lavée avec de l'eau distillée. Les verres sont ensuite séchés dans une étuve à 60 °C pendant 4 heures. Les différences de masse de chaque verre sont alors notées.

Conclusion

Au fil de ce chapitre, plusieurs méthodes d'analyse et de caractérisation des verres de l'usine MFG sont énumérées.

Ces méthodes sont des méthodes purement industrielles qui sont utilisées pour suivre la qualité des verres plats et des verres à couches.

Chapitres IV

Procédés d'élaboration des
différents verres

CHAPITRE IV : PROCÉDES D'ÉLABORATION DES DIFFÉRENTS VERRE.

IV.1. Les différentes étapes de fabrication du verre plat

Dans le procédé « Float » inventé par Sir Alastair Pilkington en 1952, un mélange de matières premières est chargé en continu dans le four de fusion. À la sortie du four le verre forme un ruban flottant à la surface de l'étain fondu. La surface de l'étain fondu est extrêmement lisse, donnant au verre une planéité de surface parfaite. Le ruban de verre est ensuite lentement refroidi jusqu'à un durcissement complet et recuit. Le ruban ainsi obtenu est d'épaisseur régulière et présente des surfaces parfaitement polies. Le ruban est ensuite découpé en plaques pour livraison [42].

La chaîne de production de verre plat se compose de plusieurs étapes (comme le montre la **figure IV.1**), qui peuvent être exprimées comme suit :

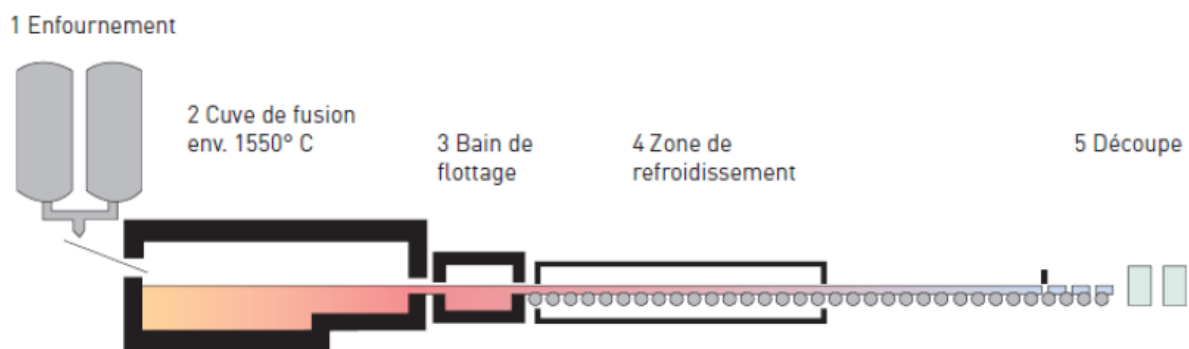


Figure IV.1 : Processus de fabrication du verre flottage [23].

IV.1.1. Traitement du sable brut

Le sable est le constituant majoritaire dans la composition du verre à des proportions massiques avoisinant les 60 % en masse de la composition globale du mélange vitrifiable, il doit contenir au moins 99,30 % en silice (SiO_2) qui est l'oxyde formateur du réseau de verre, avant toute utilisation de sable brut celui-ci est soumis à une série de traitements.

Le sable utilisé par l'usine MFG est de AIN OUSSERA, il est acheminé dans des camions sous sa forme brute et stocké dans des dépôts prêts pour des traitements ultérieurs.

Le sable est d'abord tamisé. Le sable est transporté de son lieu de stockage par un convoyeur mobile, puis versé sur un tamis d'une ouverture de 5 mm et soutenu par un dispositif vibrant (pour accélérer l'espacement des particules à moins de 5 mm) une certaine quantité d'eau est ajoutée à cette procédure pour éviter l'accumulation de sable sur le fond de l'équipement.

Lors de cette première opération, toutes les cendres, cailloux, bois et autres impuretés doivent être éliminés.

La deuxième étape consiste à faire subir une attrition au sable, il sera brassé très énergétiquement par voie humide afin de détacher toutes particules fines collées au sable tel que l'oxyde de fer et la boue.

Ensuite le sable passera à travers des émailles de 0,5 mm, pour se faire subir un deuxième tamisage.

Dans un hydrocyclone le sable va subir un procédé de séparation, le sable et un liquide sont injectés sous pression dans la partie cylindrique, la force centrifuge appliquée sur ce mélange va séparer les particules de la partie cylindrique et conique de l'hydrocyclone.

Les particules les plus grossières et les plus denses (boues) sont évacuées vers le fond (le fond du cylindre), tandis que les plus fines et les moins denses sont évacuées en surverse (vers le haut de l'hydrocyclone).

Le sable va subir un dernier traitement, il sera forcé à travers des canaux appelés « spirale » dans un mouvement rotationnel descendant, les grains de sable vont descendre vers le bas tandis que les oxydes de fer vont se diriger vers le centre pour être piégés grâce à des aimants placés en aval de l'installation [46].

IV.1.2. Préparation du mélange verrier et enfournement

Après stockage des matières premières dans des silos conditionnés (de manière à ne pas provoquer de transformation ou de pollution (hydratation, agglomération)), elles sont ensuite pesées pour former le mélange vitrifiable. Ce dernier (sans calcin) est introduit dans le mélangeur pour obtenir une substance homogène constituant le mélange vitrifiable. Le but de l'homogénéisation est de faciliter les réactions chimiques qui se produisent au cours du processus de fusion, accélérant ainsi le processus de fusion et permettant d'obtenir le même produit final homogène. Le mélange s'effectue en utilisant le mélange par voie sèche et le mélange par voie humide. L'ajout du calcin se fait au niveau de la trémie de chargement pour être ensuite enfourné dans le four de fusion (à l'aide des enfourneuses) [32].

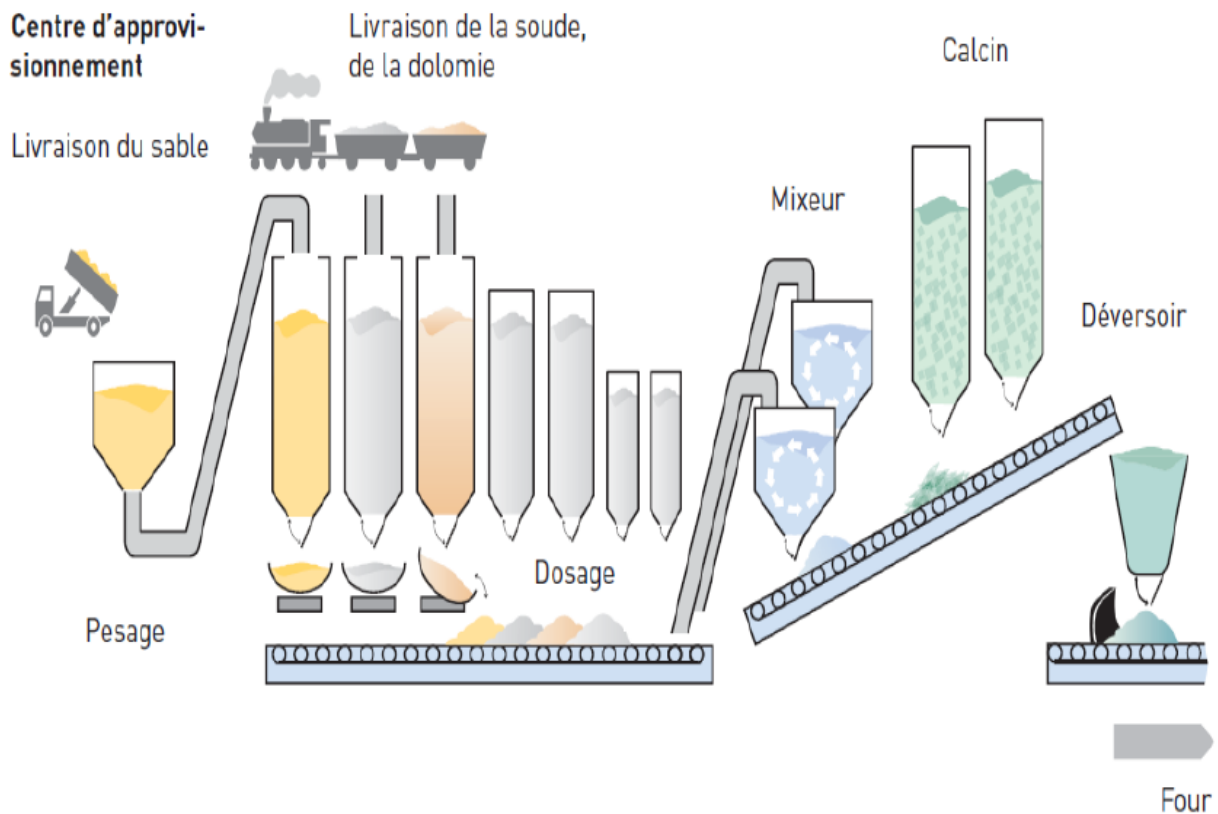


Figure IV.2 : Chaîne d'enfournement des matières premières [32].

IV.1.3. Procédé de fusion et description du four

IV.1.3.1. Description du four

Les fours de verrier sont de différents types (électrique, régénérateur, récupérateur...etc.). Ils sont considérés comme étant les cerveaux des lignes de production du verre, on lui accorde la plus grande importance qui soit afin de le préserver et maintenir son temps de vie (10 à 12 ans), pour cela toute une équipe composée de plusieurs membres est mobilisée.

Au sein de MFG, le four utilisé est un régénérateur à flamme transversale d'une longueur de 63 m, de 30 m de largeur et d'une profondeur de 1,5 m, de chaque côté du four on trouve 7 brûleurs qui travaillent en alternance (assurer l'homogénéité du verre sur toute la surface du four), et de 7 chambres de régénération d'air. Constitué essentiellement avec des briques réfractaires qui résistent à la chaleur comme à la corrosion, d'une couche externe de briques d'alumine qui minimisent les pertes de chaleur et soutenu à l'aide d'une structure en acier refroidi en permanence par des ventilateurs, lui permettant de maintenir la température entre 1500 et 1600 °C [32].

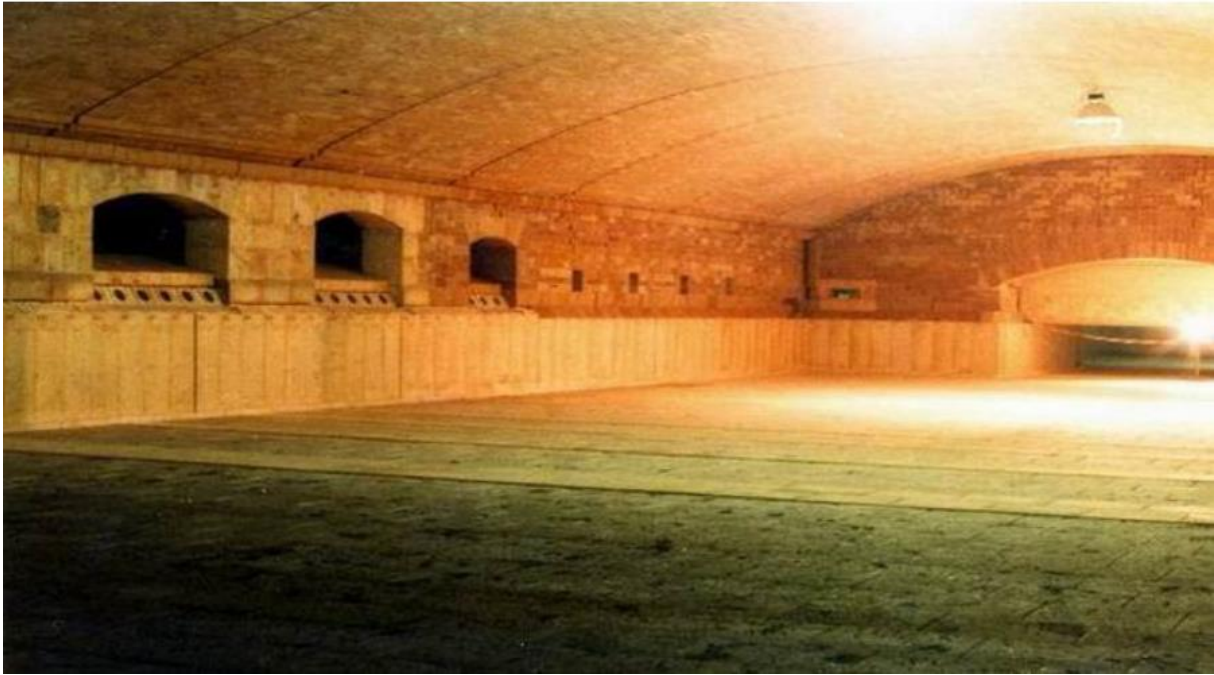


Figure IV.3 : Chambre de fusion (four de l'industrie MFG) [17].

IV.1.3.2. Procédé de fusion

Les différentes étapes d'élaboration du verre, se compose en différente phases (fusion, Affinage, Conditionnement) aux quelles corresponde différente zones :

IV.1.3.2.1. Fusion

La matière première se transforme en verre à une température de 1550 °C, et s'étale depuis l'enfournement jusqu'au dernier port. Au cours de cette fusion, le mélange vérifiable transformé en une masse liquide dans laquelle se dissolvent même les particules les moins miscible, c'est à dire les plus riche en SiO_2 et pauvre en Na_2O . La zone de fusion comporte plusieurs parties complémentaires entre elles (corps de fusion, colliers brûleurs, chambres régénératrices, système d'inversion, canaux principal et secondaires) [32].

a. Corps de fusion

C'est un bassin où se trouve le volume du verre généralement appelée paroi de cuve. Elle est constituée en briques AZS (alumine, zirconium 41 %, silice), sur-plantée par une voûte en briques de silice. Sur chaque côté il y a six chambres de régénération où ports, avec 03 injecteurs à flamme horizontale dans chaque chambre (sauf le 6ème port, il on a deux).

Ces injecteurs permettent l'introduction du CH_4 pour l'allumage des flammes qui peuvent atteindre une longueur de 8 m, soit trois quarts de la longueur du four. Pour assurer cette flamme on injecte l'aire à l'aide d'un ventilateur d'aire de combustion [32].

b. Chambres régénératrices

Les chambres de régénération sont reliées au four par les colliers de brûleurs, qui sont conçu d'une couche interne des briques en zirconium et alumine et d'une couche externe de brique en alumine.

Les colliers permettent la circulation de l'air (O_2) et l'évacuation des fumés vers l'extérieur.

Les chambres de régénération sont conçues en briques d'empilage à l'intérieur qui supportent des températures atteignant les $1500\text{ }^\circ\text{C}$.

Elles fonctionnent suivant l'allumage de la flamme, elles permettent l'alimentation de la flamme en O_2 de son côté, du côté opposé elles permettent d'évacuer les fumées et maintenir les briques chaudes d'où le terme de régénérateur.

L'inversion est assurée par un système mécanique qui permet d'inverser la flamme de part et d'autre, chaque 20 minute.

Les fumées sont évacuées dans un long couloir appelé carneau principal vers une cheminée d'une longueur de 82.5 m [32].

IV.1.3.2.2. Affinage

La fusion est suivie par un affinage, le rôle de cette étape est d'éliminer les bulles de gaz en élevant la température à plus de $1550\text{ }^\circ\text{C}$, l'ajout de sulfate de sodium permet d'éliminer efficacement les bulles encore piégées dans le liquide. Le sulfate de sodium se décompose en effet à partir de $1300\text{ }^\circ\text{C}$ pour former du SO_2 et du O_2 gazeux, Cette décomposition du sulfate de sodium est particulièrement utile pour l'homogénéisation.

L'intérêt d'utiliser du sulfate de sodium est double dans la mesure où il est soluble dans le liquide formé, et sa décomposition est d'autant plus efficace qu'elle vient grossir les bulles existantes plutôt que d'en créer de nouvelles. La zone d'affinage est d'une longueur de 16 mètres, et s'étale du dernier port jusqu'à la gorge. La paroi de la zone d'affinage est en brique AZS-36# (36 % de Zr).

Avant de passer vers la zone de conditionnement, le liquide passe par une gorge, qui est une réduction intermédiaire entre la zone d'affinage et la zone de conditionnement. Elle permet de régler le débit du verre. Elle comporte un barrage pour stopper les impuretés qui flottent sur

la surface du verre et sept (07) malaxeurs qui assurent l'homogénéisation du liquide (verre). Les briques de paroi sont en AZS-33# (33 % de Zr) [32].

IV.1.3.2.3. Conditionnement

Dans cette étape le verre est conditionné à une température d'environ 1100 °C, pour pouvoir être façonné au bain d'étain, cette zone est aussi appelé zone de repos. Le réglage de la température se fait par injection d'air filterie. Les briques de paroi sont en corindon en 95 % (Al_2O_3). Cette zone est d'une longueur de 16 mètres, elle s'étend de la gorge jusqu'au bain d'étain [31].

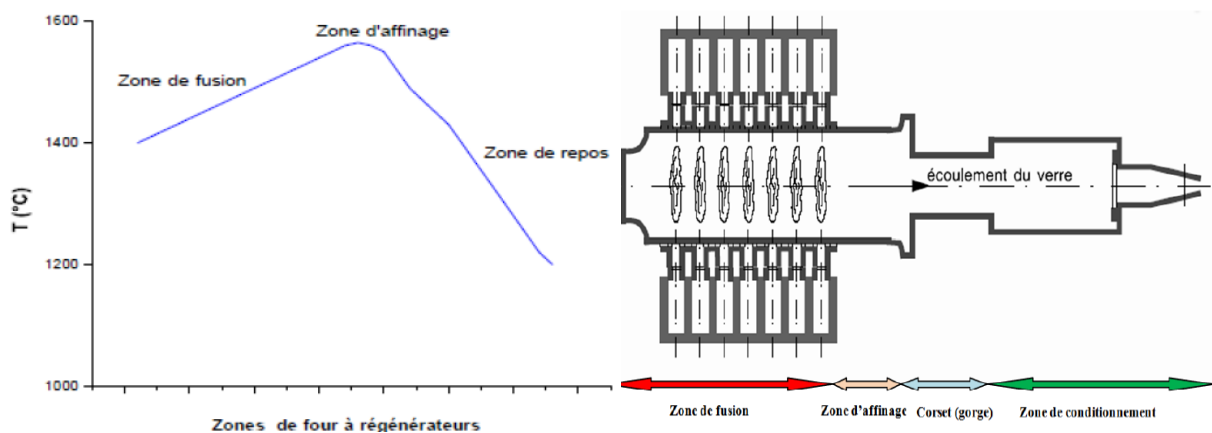


Figure IV.4 : Régime thermique du four à régénérateurs [32].

Figure IV.5 : Les zones du four

IV.1.4. Bain d'étain

C'est un système étanche avec une atmosphère contrôlée composée d'Azote et d'Hydrogène. Il se compose d'une structure en acier, d'une enveloppe métallique supérieur et inférieur protégée de l'étain par des réfractaires spéciaux et de système de contrôle de la température du ruban de verre et du formage.

Le bain mesure environ 60 m de long sur 8 m de large avec une vitesse de défilement pouvant atteindre jusqu'à 25 m/min. il contient près de 200 tonnes d'étain pure, fondue à une température moyenne de 800 °C. Des résistances électriques regroupés en zone de chauffage, permettent une régulation fine d la température du verre qui est progressivement réduite.

Le processus de formage consiste à étirer ou à comprimer mécaniquement la pâte de verre tout en la solidifiant par refroidissement contrôlé. Le verre liquide se dirige vers un bain d'étain liquide à une température de 1100 °C, et s'étalerait en formant un ruban flottant en

surface d'épaisseur naturelle de 6,5 mm, le débit est régulé automatiquement de manière à maintenir la largeur et l'épaisseur du ruban. La densité du verre lui permet de flotter sur l'étain, le verre et l'étain ne réagissent pas entre eux et reste séparés, leur résistance mutuelle à l'échelle moléculaire rend le verre parfaitement lisse.

Pour obtenir une épaisseur inférieure, le déplacement de la masse de verre visqueuse doit être accélérée, pour obtenir une épaisseur supérieure, il doit être ralenti.

L'épaisseur du verre peut varier de 3 à 12 mm pour cela, les dimensions du ruban de verre sont obtenus par l'intermédiaire de forces de compression effectuées par des machines appelées « top Rolls » situées sur chaque côté du bain, ces rouleaux dentés accrochent le verre encore liquide sur les rives du ruban et font avancer le verre, si l'on veut obtenir un ruban d'une épaisseur inférieure à 5 mm, le verre est étiré les top-rollers ont alors un angle, dit « positif » Si l'on veut une épaisseur supérieure à 5 mm, et ce jusqu'à 12 mm, on repousse le verre et les top-rollers ont un angle dit « négatif », un programme de contrôle détermine les réglages optimaux du procédé, des résistances électriques regroupées en zone de chauffage, permettent une régulation fine de la température du verre qui est progressivement réduite par des refroidisseurs disposés tout le long du bain, lorsque le verre a atteint les caractéristiques dimensionnelles désirées, le ruban est alors parfaitement plat et ses faces parallèles [32].

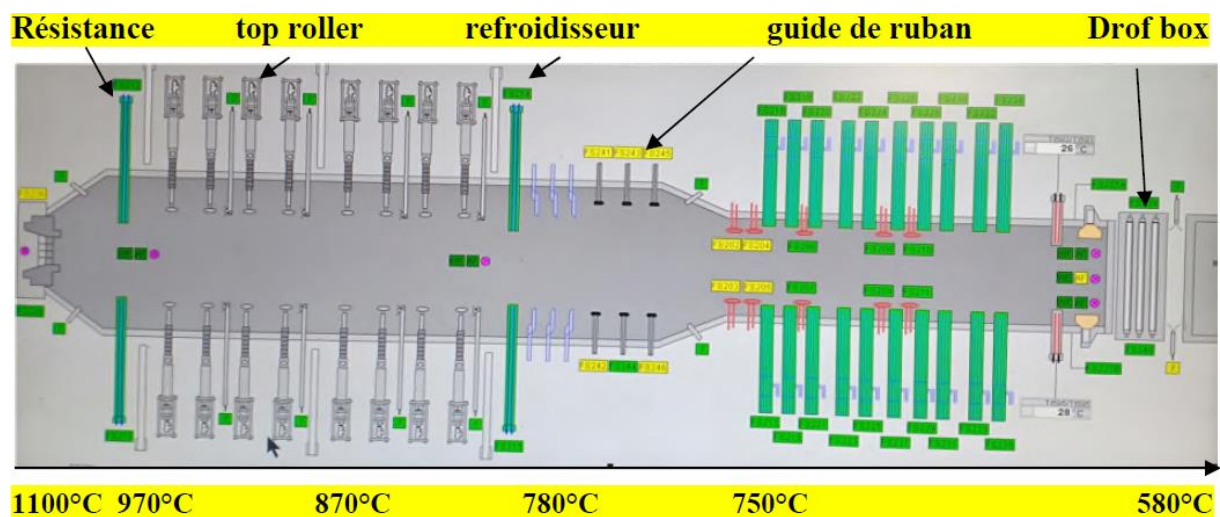


Figure IV.6 : Section du bain d'étain [32].

Le passage du bain d'étain à l'étenderie se fait par le billet d'une machine nommée : « Drof box » son rôle consiste à soulever le verre par des rouleaux en escalier pour ne pas toucher la paroi du bain d'étain en même temps est soufflé un gaz le SO_2 qui crée un film protecteur pour le verre encore chaud [32].

IV.1.5. Etenderie

Afin d'éviter la formation de défauts mécaniques dus aux tensions subies par le verre pendant le refroidissement, le ruban de verre est soumis au processus de recuit. Il s'agit d'un traitement thermique effectué à l'intérieur d'un tunnel long d'environ 120 m appelé étenderie.

Le verre est introduit à 600 °C ainsi, il se refroidit sous contrôle jusqu'à la température ambiante (Des résistances de chauffage et des ventilateurs permettent un contrôle précis du profil de température dans le sens longitudinal et transversal du ruban). Pendant le temps de résidence du verre dans l'étenderie on introduit, afin d'améliorer ses caractéristiques, du SO₂ gazeux. Ce procédé provoque un échange ionique en sub-surface et conduit à la formation de sulfates de sodium.

L'étenderie sert à recuire et à refroidir le verre. Elle refroidit le verre par rayonnement et le recuit selon les exigences de la spécification de production. Après recuisons, le verre est refroidi rapidement de manière contrôlée par un refroidissement adapté et un système de chauffage. Le verre sera transporté dans l'étenderie sur un convoyeur à rouleaux dont l'écartement permet le maintien du ruban en toute sécurité. La commande est transmise mécaniquement aux rouleaux par le système d'entraînement [42].

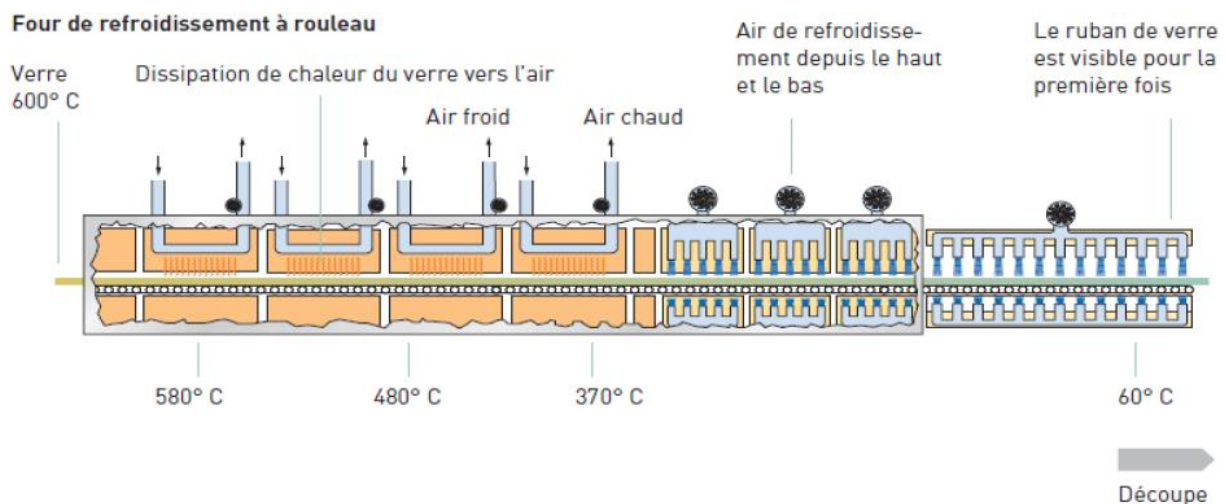


Figure IV.7 : Four de refroidissement à rouleau (étenderie) [32].

L'étenderie se divise en plusieurs zones A, B, C, D, E et F dans chaque zone un traitement thermique spécifique est infligé au ruban de verre [46].

Ces traitements dans chaque zone sont résumés dans le tableau IV.1 suivant :

Tableau IV.I : Zones de l'étenderie [46].

Zones	Longueur (m)	Procédé thermique	T° du verre (°C)	Structure de la zone
A0	4,42		580	Partie couverte renforcée et profilée
A	18	Convection : courant parallèle – air froid	550	
B1	12	Convection : courant parallèle – air chaud	520	
B2	15		480	
C	20,40	Convection : contrecourant – air froid	380	
D1	10,80	Convection : forcé – air chaud	290	Couvert par des tôles
D2	10,80	Convection : forcé – air chaud	200	
E	6	Naturelle		A l'air libre
F1	8,4	Convection : forcé – air froid	130	
F2	8,4	Convection : forcé – air froid	90	
F3	10,20	Convection : forcé – air froid	70	

IV.1.6 La découpe

La dernière section de la ligne de production est appelée « extrémité froide ». Elle comprend le contrôle qualité et la découpe, le ruban de verre est contrôlé en continu à l'aide de rayons laser afin de détecter la plus petite imperfection [32]. Le verre arrive au bout-froid à la vitesse de l'étenderie où il est pris en charge par des rouleaux qui portent des bagues en caoutchouc pour ne pas endommager le verre. Selon le type, les dimensions des défauts et des formats voulus, le ruban de verre suit un parcours étudier pour être découpé, stocké et acheminé vers le client [46].



Figure IV.8 : Ligne de découpe [17].

Les différentes dimensions du verre plats sont résumés dans le tableau IV.2 suivant :

Tableau IV.2 : Formats de verre Float [32].

Grands formats (PLF)	Formats moyens sur dimensionnés (DLF)	Formats moyens (1/2 DLF)
Longueur : min 3660 max : 6000 mm Largeur : min : 3660 mm max : 4270 mm Largeur nette du ruban : max :4270 mm	Longueur : min : 2440 mm max : 3660 mm Largeur : min : 3660 mm max : 4270 mm Largeur nette du ruban : max : 4270 mm	Longueur : min : 1500 mm max : 3050 mm Largeur : 3660 mm Largeur nette du ruban : max : 3660 mm

IV.2. Les différentes étapes de fabrication du verre à couches

C'est un procédé né de la dernière technique du revêtement sous vide, en particulier dans la technologie de pulvérisation cathodique par magnétron. C'est un système complexe, dont les étapes de production doivent être contrôlées par un opérateur pendant tout le procès. Il existe en fait deux types de revêtements à faible émissivité : les revêtements passifs à faible émissivité (verre low-E) et les revêtements à faible émissivité à contrôle solaire (MEDICLIMA). Ces revêtements de verre apportent une contribution importante à la protection de l'environnement et à l'économie de l'énergie [17].

MFG s'est spécialisé dans la production des verres à couche à faible émissivité thermique, et pour cela elle a adopté la technique PVD (physical vapour deposition). Cette technique consiste en la pulvérisation cathodique, les atomes d'un gaz sont ionisés sous champ électrique élevé et sont projetés sur une cible constituée du matériau à déposer. Les atomes éjectés de la cible se déposent sur le substrat en verre [47].

Le tableau IV.3 présente les types de verres à couche produits par MFG ainsi que les métaux déposés et leurs épaisseurs :

Tableau IV.3 : Types de verres à couche produits par MFG ainsi que les métaux déposés et leurs épaisseurs [46] :

Star "S"		Star "+S"		Reflect	
Métaux	Épaisseur (nm)	Métaux	Épaisseur (nm)	Métaux	Épaisseur (nm)
Ti	11,1	Ti	10	Ti	37
TiOx	7	TiOx	7,5	-	-
ZnAl	5	ZnAl	4	-	-
NiCr	2,2	-	-	-	-
Sn	20,9	Sn	40,7	-	-
ZnSn	5	ZnSn	5,8	-	-
Ag	17	AG	19,2	-	-

Tout d'abord le verre avant qu'il entre dans la ligne de dépôt de couches il faut qu'il soit préparé et bien contrôlé par la ligne float, car les verres à couches sont généralement élaborés à partir de verre float, une fois le verre entre dans la ligne et avant son entrée dans le Coater, il faut qu'il passe par quelques étapes qui sont principalement composées de :

IV.2.1. Déchargeuse

Est un appareil qui permet de dépiler les feuilles de verre clair réceptionnées de la ligne Float à une vitesse synchronisée de 4 à 25 m/min, Le premier dépileur transversal saisit la vitre des chevalets ou des chariots installés des deux côtés pour la dépiler automatiquement sur le convoyeur à rouleaux. Ensuite les verres sont transportés vers la machine à laver. Juste avant le dispositif de revêtement (Coater) de plaque, un support spécifique vient insérer des verres de

petit format sur la ligne de transport. Les verres défectueux peuvent être retirés de la ligne par un convoyeur à rouleaux libres [41].

IV.2.2. Lavage et séchage du verre

Le lavage du verre se fait dans le but d'éliminer toute trace de contamination, avec de l'eau déminéralisée de conductivité inférieure à $5 \mu\text{S}/\text{cm}$. Si l'épaisseur du verre diffère du réglage de la machine à laver, la machine va d'abord tourner à vide avant de s'adapter à l'épaisseur correcte, puis la plaque de verre entre dans la machine à laver. Pour protéger et maintenir les vitres dans un état propre et sec, une enceinte fermée est installée juste à la sortie de la machine à laver qui se tend jusqu'à l'entrée de (Coater), cette dernière est connectée à un déshumidificateur qui sert à renforcer le séchage de verre avec de l'air sec. A l'entrée de (coater), le verre est propre et séchées soigneusement [41].



Figure IV.9 : Dispositif de la machine à laver et du séchoir [17].

IV.2.3. Dépôt de couches

IV.2.3.1. Aperçu du système

Le dépôt de couche se fait par une machine qui s'appelle Apollon G3210 automatique, fabriquée par une société allemande LYBOLD OPTICS, ce système destiné pour le revêtement du verre, autrement dit l'ajout de films minces sur le verre pour lui apporter de nouvelles caractéristiques et propriétés.

Apollon est une machine de pulvérisation dans laquelle les chambres de processus sont alignées à l'horizontale, cela permet le transport des substrats sans transporteur. L'Apollon comprend 10 modules au total traversés successivement par les substrats dans une direction lors d'un processus [43].

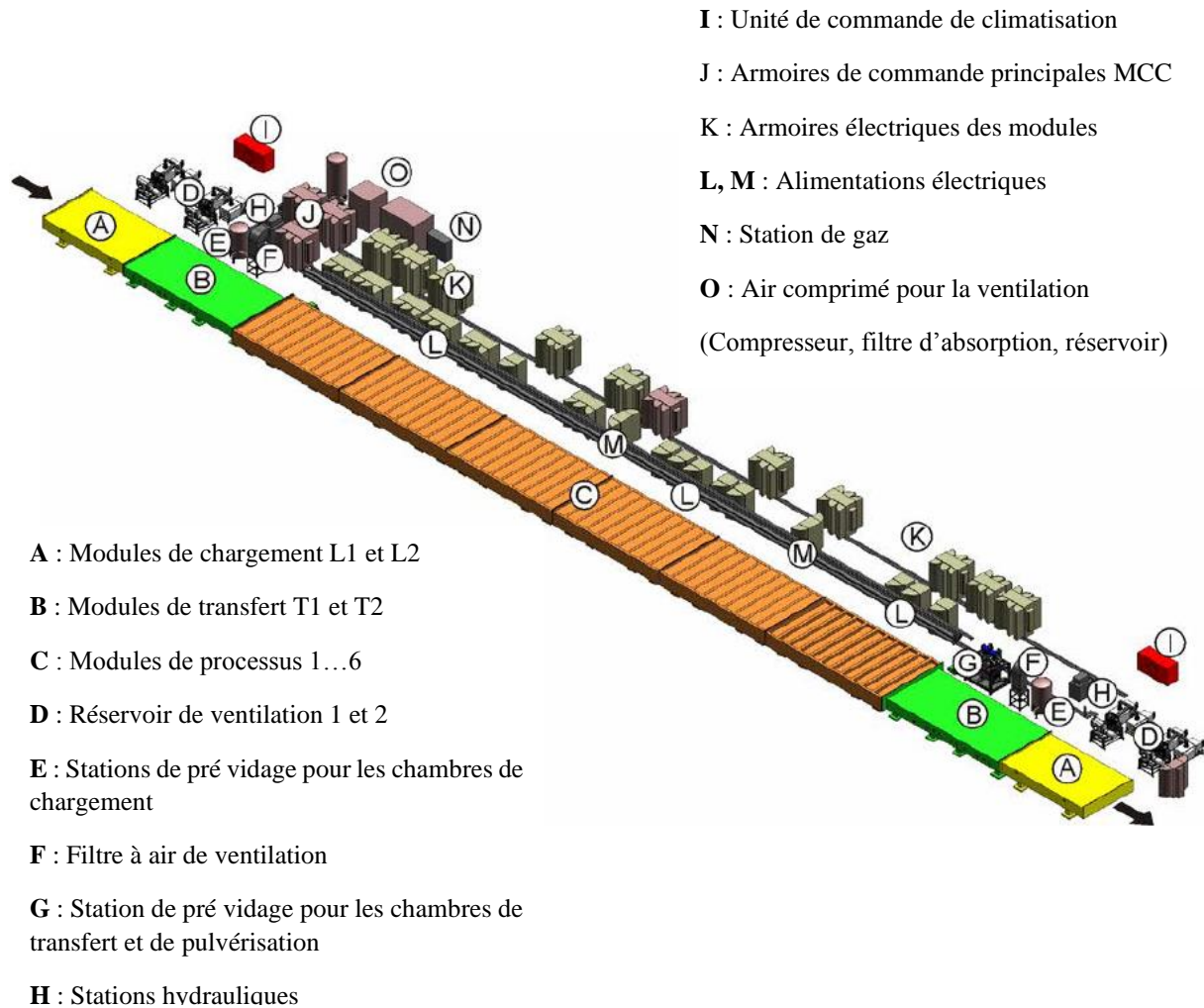


Figure IV.10 : Aperçu du système Apollon [43].

IV.2.3.2. Description générale et principe de fonctionnement

Le dispositif de revêtement par pulvérisation, est conçu pour le dépôt automatisé de couches faible émissivité, contrôle solaire et d'autres revêtements sur du verre plat architectural suivant un procédé de dépôt sous vide. Le processus de revêtement nécessite un vide poussé environ 10^{-6} mbar, Le système de vide réalise les tâches suivantes [2] :

- Evacuation des chambres de vide jusqu'à ce que la pression de processus soit atteinte.
- Le temps d'évacuation dépend du volume de la chambre et de l'état de la chambre (système propre et sec).

- Contrôle et entretien du vide lors de la phase de revêtement. Des pompes primaires mécaniques sont utilisées pour générer le pré vide dans toutes les chambres. Par ailleurs, ces pompes servent de pompes primaires pour les pompes turbo moléculaires,

Les panneaux de verre passent horizontalement sur un transporteur à rouleaux pour entrer, traverser et sortir du dispositif de revêtement. Le système fonctionne par chargement /déchargement discontinu associé à un processus de traitement continu. Un schéma est représenté sur la figure IV.11 [2] :

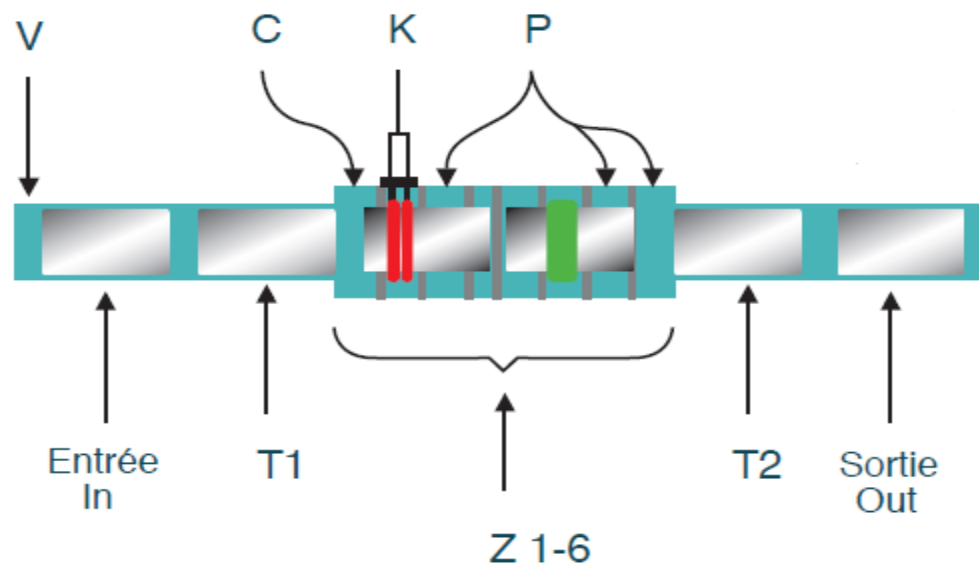


Figure IV.11 : Aperçu du système de dépôt des couches [17].

Avec

V : Vanne d'acheminement de verre.

T₁ : Chambre de transfert.

Z₁₋₆ : Zone de pulvérisation.

C : Modules de processus 1-6

K : Cathode de pulvérisation.

P : Pompe intermédiaire pour l'évacuation du joint.

T₂ : Second section de transfert.

Après le lavage, le rinçage, et ensuite la déshumidification des verres dans une enceinte fermée et protégée de milieu extérieur, ils vont passer dans le processus de revêtement.

a. Chambre d'entrée L1

Les vitres sont acheminées ensuite dans la chambre à vide "Entrée" via une vanne V. Une fois le verre inséré, la vanne d'entrée V se ferme. Après avoir abaissé cette chambre d'entrée

à une pression inférieure à 2 fois 10^{-2} au moyen de plusieurs étages de pompage, la vanne située entre la chambre d'entrée et la chambre de transfert s'ouvre pour permettre à la vitre d'entrer dans la chambre de transfert T1 [17].

b. Chambre de transfert T1

La vitesse de transport de la vitre sera accélérée, afin de rattraper la vitre précédente tout en gardant une distance de sécurité d'environ 100 mm. Puis, elle sera ralentie à la vitesse de pulvérisation présélectionnée. C'est une phase de rattrapage et jonction. Une série de verre entre et défile ainsi à vitesse (de pulvérisation) constante dans la zone de process, ou pulvérisation Z. La chambre de transfert T1 est pompée par un nombre suffisant de pompes turbo moléculaires (PTM) pour atteindre un vide poussé.

T1 se divise en trois sections, chacune d'entre elles étant pompée par différentes PTM. Les étages adjacents sont interconnectés par des fentes qui servent de barrières d'écoulement de gaz permettant un pompage différentiel le long de la chambre de transfert T1. A son extrémité aval, la pression est appropriée aux processus de pulvérisation se déroulant dans la section de Process Z [17].

c. Compartiment de pulvérisation

La pulvérisation cathodique est une technique permettant de créer de fines couches. Le matériau de revêtement est retiré d'une cible par bombardement d'ions. Le matériau retiré est déposé sur un substrat (le verre). A son extrémité aval, la pression est appropriée aux processus de pulvérisation se déroulant dans la section pulvérisation. Le compartiment de pulvérisation est subdivisé en un certain nombre de compartiments de process C (61). Dans ces compartiments sont placés des outils de process, principalement des cathodes de pulvérisation K (18) ,4 planaires et 14 rotatives. En passant par une série de cathodes de pulvérisation, les vitres sont consécutivement revêtues d'une série de couches sur leur surface supérieure. A sa sortie de la zone de process Z, la vitre a été recouverte d'une pile de couches minces [17].

d. Chambre de transfert T2

Après leur passage par la chambre de process, les vitres entrent dans une deuxième section de transfert T2, où elles sont accélérées à la vitesse de transport et acheminées dans la chambre de sortie [17].

e. Zone de sortie

La chambre de sortie est dédiée au déchargement. Les zones T2 et Sortie fonctionnent de manière exactement inverse à la section de chargement à l'entrée [17].

f. Station de contrôle et empilement

Un contrôle rigoureux est fait à travers le logiciel de spectrophotomètre sis au niveau de la salle de contrôle. C'est au niveau de cette étape qu'on distingue le produit conforme de celui de non conforme.

Une fois le contrôle effectué, on passe à la phase d'empilement par programmation au niveau de la zone de déchargement de verre par l'opérateur. Capacité de production : 6 millions m²/an de verre à couche [17].

Le temps nécessaire pour faire passer un verre de la pression atmosphérique au vide poussé est par conséquent appelé "temps de cycle mécanique". Le temps de cycle mécanique définit la vitesse de production maximum en termes de verres par heure. En conjonction avec la zone du transporteur du sas de chargement, il est possible de déduire la productivité maximum du dispositif de revêtement. Le deuxième facteur déterminant la productivité est la vitesse de revêtement de la zone de process. Par conséquent, pour une pile de couches donnée, celle-ci est déterminée par les vitesses de dépôt des cathodes de pulvérisation et le nombre de cathodes utilisées [2].



Figure IV.12 : Zone de la partie de pulvérisation cathodique [17].

IV.2.3.3. Principes fondamentaux du processus

IV.2.3.3.1. Pulvérisation cathodique

La pulvérisation cathodique est une technique permettant de créer de fines couches. Le matériau de revêtement est retiré d'une cible par bombardement d'ions. Le matériau retiré est déposé sur un substrat [2].

La pulvérisation cathodique est un procédé de dépôt sous plasma froid. L'installation de la pulvérisation [41] contient :

- Une enceinte à vide, contenant une faible pression de gaz, tel que l'argon, la cible pôle négatif, et le substrat pôle positif.
- Un groupe de pompage à deux étages (primaire et secondaire) capable d'atteindre une pression $\leq 10^{-5}$ (mbar). L'intérêt de travailler à basse pression est d'augmenter le taux d'ionisation du gaz neutre (Ar).
- Le flux de vapeur métallique se condense sur le substrat (ou sur les pièces à revêtir) généralement disposé horizontalement en face de la cible sur un porte substrat.

a. Le plasma

Un plasma est requis pour conduire le processus de pulvérisation. Un plasma est un gaz ionisé. Il peut être généré en exposant le gaz à une pression réduite dans un champ électrique statique ou dans un champ alternatif haute fréquence, les gaz sont généralement à base : d'argon, d'azote ou bien d'oxygène [2].

b. Types de dépôt par pulvérisation :

En pulvérisation cathodique nous distinguons la pulvérisation simple et la pulvérisation réactive. Dans la pulvérisation simple, l'atmosphère de la décharge est chimiquement neutre c'est à dire que l'on produit un vide de 10^{-4} Pa [49], on injecte ensuite le gaz rare (l'argon dans notre cas) pur, pour créer le plasma.

Dans la pulvérisation cathodique réactive, on introduit un certain pourcentage de gaz réactif avec de l'argon. Par exemple de l'oxygène O₂, de l'azote N₂. Il existe différents types de système de pulvérisation cathodique, suivant le mode de création du plasma ou la nature de la cible (conductrice, isolante) :

- La pulvérisation cathodique diode.

- La pulvérisation cathodique triode.
- La pulvérisation cathodique triode magnétron.

IV.2.3.4. Structure des verres à couches Low-e de MFG (MediStar "-S" et "+S")

Pour assurer de bonnes propriétés et une bonne durabilité du verre à couches, il est souvent indispensable de déposer [2] :

- Des couches assurant l'adhérence sur le verre.
- Une couche pour donner au verre les caractéristiques fonctionnelles recherchées.
- Des couches de protection chimique et mécanique.

	Medistar -S	Medistar +S
Couches protectrices	SnZn	
	Sn	SnZn
	NiCr	Sn
	TiOx	TiOx
Couche fonctionnelle	Ag	Ag
Couches d'accrochage	ZnAl	ZnAl
	TiOx	TiOx
	Ti	Ti
Substrat	Verre	

Figure IV.13 : Représentation schématique des couches déposées [2].

IV.2.4. Le système de mesure « ex situ »

Le système de mesure « ex situ » se trouve derrière la chambre de sortie. Permettant de mesurer la totalité du système de revêtement, ce système de mesure se compose de deux spectromètres de réflexion, d'un spectromètre de transmission et d'un système de mesure de la résistance de surface. Grâce à eux, il est possible de mesurer dans le domaine du visible de 380 à 780 nm les spectres de réflexion du côté du verre et du côté du revêtement, les spectres de transmission et la résistivité de surface de la plaque revêtue. Les têtes de mesure sont

représentées sur la figure IV.18. Il se déplace à travers la plaque entre un nombre préalablement défini de points de mesure [2].



Figure IV.14 : Mesure des spectres de réflexion du verre [17].

IV.2.4.1. Tête de mesure angulaire (ex situ)

Derrière la chambre de sortie se trouve un deuxième système de mesure avec une traverse :

Il s'agit d'une tête de mesure inclinée pouvant mesurer des spectres de réflexion du côté du verre dans un angle de 15 ou 60 degrés.

Ces résultats se contrôlent à travers le logiciel de spectrophotomètre sis au niveau de la salle de contrôle. C'est au niveau de cette étape qu'on contrôle le produit conforme de celui de non conforme [2].

IV.2.4.2. Transmission spectrale dans le vide (in situ)

A 8 endroits fixes, des mesures de transmission seront effectuées afin de déterminer les propriétés optiques des couches déposées. Les mesures de ces propriétés se feront à un ou deux endroits selon la configuration de la taille standard du verre, mais d'autres endroits pourront facilement être retenus pendant les intervalles d'entretien réguliers. Aucune pièce électronique ou mobile n'est montée à l'intérieur de l'enceinte à vide [2].



Figure IV.15 : Le système de mesure in situ [17].

IV.2.5. Dépilement à quartes positions

Une fois le contrôle effectué, on passe à la phase d'empilement. La ligne est composée de quatre empileuses, trois pour le produit conforme et une pour le produit non-conforme présélectionné par l'opérateur au préalable. La destination de feuille de verre à couche pour empilement se fait par programmation au niveau de la zone de déchargement de verre par l'opérateur. L'opérateur de la salle de contrôle a la possibilité de changer la destination de la vitre afin de l'empiler sur un pupitre destiné pour le produit non conforme, juste avant, il est possible de retirer de la ligne de transport par un convoyeur à rouleau libre, des vitres défectueuses ou pour les faire passer comme échantillon pour le contrôle de qualité derrière les quatre dépileuses de verre à couches, deux autres empileuses transversales viennent s'ajouter à la ligne des deux côtés à fin de préparer et de poser des vitres de protection pour chaque pile [2].

Conclusion

Au fil de ce chapitre nous avons énuméré et décrit les étapes de fabrication du verre plat par la technique Float, ainsi les étapes de la fabrication des verres à couches de l'usine MFG.

Chapitre V

Caractérisation physique
chimique des verres avant et
après attaques

CHAPITRE V : CARACTERISATION PHYSIQUE CHIMIQUE DES VERRES AVANT ET APRES ATTAQUES

Dans ce dernier chapitre, on donne les résultats des tests de contrôles de qualités effectués sur le verre à couche type Star "S" élaboré par MFG, selon un plan de contrôle bien défini qui permet de vérifier l'efficacité du système de contrôle, et de les caractériser selon différentes techniques IFTR et UV.

V.1. Contrôle visuel

Le contrôle visuel des verres après dépôt de la couche est résumé comme suit :

Tableau V.1 : Résultats des observations visuelles.

Types de défaut	Observations		
	Vitrage à vitrage	Vitrage individuelle	
Uniformité / tâches	La vision est claire et n'est pas gênée	La vision est claire et n'est pas gênée	
		Zone principale Bordure	
Projections / lacunes	Non applicable	Aucune projection ou lacunes est apparue	Aucune projection ou lacunes est apparue
Agrégats		Absence de défaut d'agrégats	Absence de défaut d'agrégats
Griffes		Absence de griffes	Absence de griffes

D'après ce tableau, le contrôle visuel du verre à couche de type Star "S", ne présente aucun défaut. Notre verre est conforme aux exigences de l'entreprise pour un contrôle visuel.

V.2. Résultats spectrophotométriques

Le résultat de mesure spectrophotométrique dans la gamme des longueurs d'ondes de 250 à 2500 nm du verre Star "S", est donné sur la figure suivante :

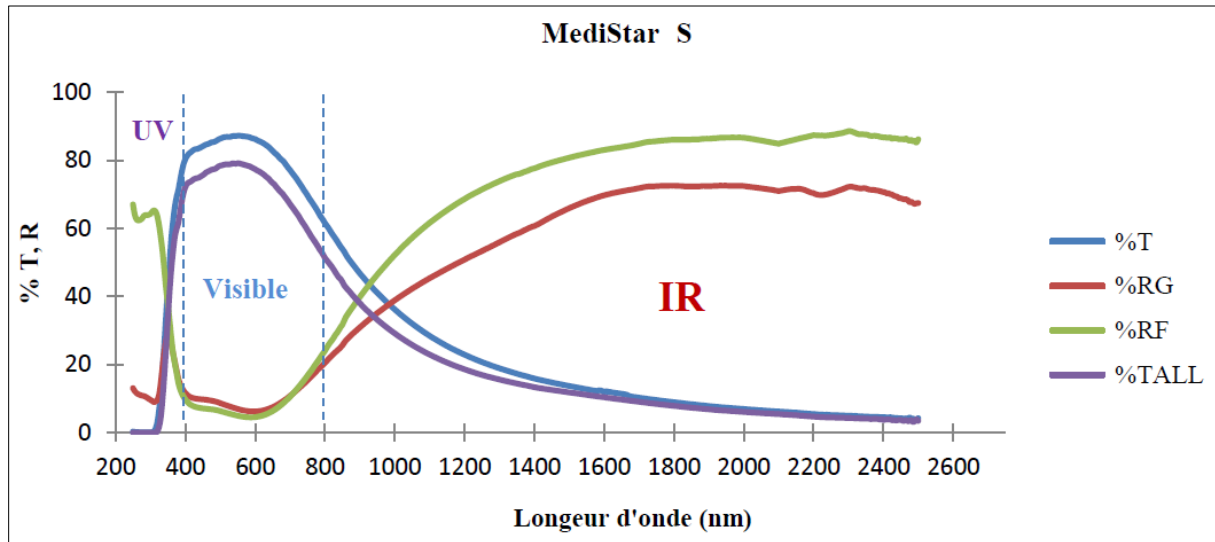


Figure V.1 : La courbe de transmission et de réflexion en fonction de la longueur d'onde pour le verre Star "S".

Avec : %T : La transmission.

%TALL : La transmission de double vitrage.

%RF : Réflexion coté film.

%RG : Réflexion coté glass.

On remarque que pour la gamme de vitrage Star "S" on a un maximum de transmission dans le visible soit 87 % et une atténuation qui tend vers zéro dans la gamme de l'infra-rouge au-delà de 1400 nm. Ceci représente le filtre thermique pour le chauffage. Pour les réflexions, coté verre et coté couches on peut remarquer une augmentation du coefficient de réflexion dû à la présence de la couche d'argent. Concernant les ondes UV, nous remarquons une faible transmission et un taux de réflexion de l'ordre de 67 %.

V.3. Test de résistivité

V.3.1. Test de résistivité latérale

Les résultats d'analyse du test de résistivité latérale sont présentés dans le tableau V.2 :

Tableau V.2 : Distribution latérale de la résistivité.

Echantillons	Résistivité (Ω)	Résistivité moyenne (Ω)	R – R _m
1	3,89	3,90	-0,01
2	3,98	3,90	0,08
3	3,97	3,90	0,07
4	3,90	3,90	0,00
5	3,87	3,90	-0,03
6	3,81	3,90	-0,09
7	3,78	3,90	-0,12
8	3,79	3,90	-0,11
9	3,87	3,90	-0,03
10	3,83	3,90	-0,07
11	3,84	3,90	-0,06
12	3,90	3,90	0,00
13	3,85	3,90	-0,05
14	3,93	3,90	0,03
15	3,97	3,90	0,07
16	3,95	3,90	0,05
17	3,92	3,90	0,02
18	3,91	3,90	0,01
19	3,96	3,90	0,06
20	4,10	3,90	0,02

Résistivité min	3,87
Résistivité max	4,10
ΔR	0,32

Les valeurs de la résistivité sont conformes aux spécifications techniques du verre Star "S" inclus dans l'intervalle $< 4,2 \Omega$ et vu que les valeurs sont proches de la moyenne, l'homogénéité de la couche est assurée.

V.3.2. Test de résistivité superficielle

Les résultats du test de la résistivité superficielle de l'échantillon R (I, II, III, IV) et du calcul de l'émissivité normale (selon semcoglas [50]) et l'émissivité totale corrigé de la couche (selon la norme EN12898 [51]) respectivement, sont résumés dans tableau V.3 qui suit :

Tableau V.3 : Résultats de résistivité et émissivité totale corrigé.

Echantillons	Résistivité (Ω)	Epaisseur réelle (mm)	Emissivité normal	Emissivité totale corrigé
I	3,82	3,92	0,0405	0,047
II	3,72	3,94	0,039	0,046
III	3,75	3,94	0,039	0,046
IV	3,77	3,94	0,04	0,047

Les résultats de calcul de la résistivité et de l'émissivité de notre verre de type Star "S" sont dans les normes requises par l'industrie, la résistivité $< 4,2 \Omega$ et l'émissivité normal est inclus dans l'intervalle 0,03 – 0,04. Alors notre verre est conforme aux exigences.

V.3.3. Calcul du coefficient d'isolation thermique Ug

Avant de calculer le Coefficient Ug pour un double vitrage on a tout d'abord les formules suivantes : selon la norme NBN EN 673 [2]

$$\frac{1}{Ug} = \frac{1}{He} + \frac{e1}{\lambda} + \frac{1}{Hs} + \frac{e2}{\lambda} + \frac{1}{hi} \quad \text{Équation V. 1}$$

La valeur hs est donnée par la formule suivante :

$$Hs = \frac{5,14}{\frac{1}{\epsilon1} + \frac{1}{\epsilon2} - 1} + Nu \times \frac{B}{S} \quad \text{Équation V. 2}$$

Donc :

$$Ug = \frac{1}{\frac{1}{8} + \frac{e1}{1} + \frac{1}{Hs} + \frac{e2}{1} + \frac{1}{23}} = \frac{1}{0,18 + \frac{1}{Hs}} \quad \text{Équation V. 3}$$

Sachant que :

- $Nu = A \times S^{1,14}$; Cependant, si cette valeur est inférieure à 1, On utilise Nu=1

- e_1 : épaisseur de verre clair
- e_2 : épaisseur de verre à couches
- S : épaisseur de la lame de gaz
- A, B : constantes dépendant du type de gaz (Air, Argon, Krypton)
- ϵ_1 : émissivité normale de verre
- ϵ_2 : émissivité corrigée de verre à couches
- h_e : coefficient d'échange thermique superficiel entre la paroi et l'ambiance extérieure ($W/(m^2.K)$).
- h_i : coefficient d'échange thermique superficiel entre la paroi et l'ambiance intérieure ($W/(m^2.K)$).
- λ : conductivité thermique des matériaux des couches solides.

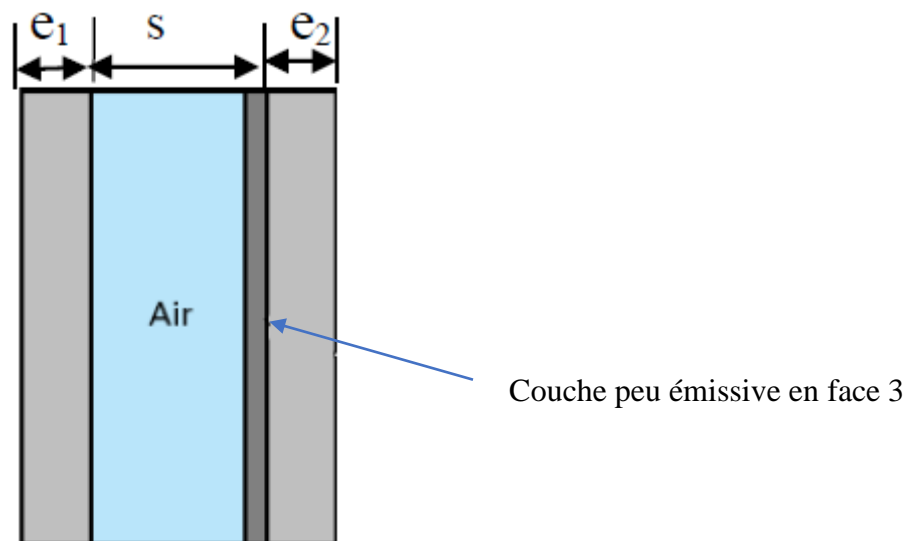


Figure V.2 : Double vitrage à couche pour l'isolation thermique renforcée [2].

Selon la norme NBN EN 673 [52], les valeurs du coefficient d'échange thermique superficiel entre la paroi et le milieu extérieure " h_e " et du coefficient d'échange thermique superficiel entre la paroi et le milieu intérieure " h_i " valent respectivement 23 et 8 $W/(m^2.K)$ pour des vitrages verticaux.

A partir de ces données on peut calculer le Coefficient Ug par :

Tableau V.4 : Valeur des constantes [17]

ε_1	A	B	S
0,837	122,8	0,017	0,016

Tableau V.5 : Les épaisseurs de nos verres :

e_1 (m)	e_2 (m)
0,004	0,004

$$NU = A \times S^{1,14} = 122,8 \times 0,016^{1,14} = 1,10127339$$

La valeur U se calcule comme suite :

$$Ug = \frac{1}{\frac{1}{8} + \frac{0,004}{1} + \frac{1}{hs} + \frac{0,004}{1} + \frac{1}{23}} = \frac{1}{0,18 + \frac{1}{hs}}$$

$$hs = \frac{5,14}{\frac{1}{\varepsilon_1} + \frac{1}{\varepsilon_2} - 1} + Nu \times \frac{B}{S}$$

$$hs (I) = \frac{5,14}{\frac{1}{0,837} + \frac{1}{0,047} - 1} + 1,10127339 \times \frac{0,017}{0,016} = 1,41 \text{ w}/(m^2 \cdot k)$$

$$Ug (I) = \frac{1}{0,18 + \frac{1}{1,41}} = 1,12 \text{ w}/(m^2 \cdot k)$$

Le résultat du calcul du coefficient Ug pour le double vitrage de l'échantillon (I) du verre a couche Star "S" est : **$Ug (I) = 1,12 \text{ w}/(m^2 \cdot k)$**

Tableau V.6 : Résultat du coefficient Ug double vitrage pour tous les échantillons du verre Star "S" :

Echantillons	hs (w/(m ² ·k))	Ug (w/(m ² ·k))
(I)	1,41	1,12
(II)	1,40	1,12
(III)	1,40	1,12
(IV)	1,41	1,12

Calcul du coefficient Ug cas de double vitrage (sans couche à basse émissivité) :

$$h_s = \frac{5,14}{\frac{1}{0,837} + \frac{1}{0,837} - 1} + \frac{0,025}{0,016} = 5,26 \text{ w}/(\text{m}^2 \cdot \text{k})$$

$$Ug = 2,7 \text{ w}/(\text{m}^2 \cdot \text{k})$$

Pour obtenir une meilleure isolation thermique, la paroi vitrée peut être constituée d'un vitrage simple ou d'un double vitrage. Le principe du double vitrage est d'enfermer entre deux verres une lame d'air immobile et sèche afin de limiter les échanges thermiques par convection et de profiter de la faible conductivité thermique de l'air.

En se référant aux résultats des calculs effectués, nous pouvons conclure que :

- Le verre à couches offre la possibilité de changer le comportement thermique du verre, en réduisant sa capacité à émettre la chaleur, c'est-à-dire réduire son émissivité jusqu'à l'ordre de 0,03 (+0,01) pour le Star "S". Ainsi que l'isolation est augmentée par la présence du gaz d'argon comme intercalaire qui a une conductivité thermique plus faible afin de limiter la conduction et une masse volumique (1,70 Kg/m³) plus élevée que l'air afin de limiter la convection. Cette caractéristique explique l'avantage d'utiliser les verres à couches sur les façades des bâtiments.
- Nos quatre échantillons sont satisfaisants, ils possèdent tous un coefficient Ug de 1,12 W/m²·K ce qui permet de garantir une isolation thermique impeccable.
- A travers une petite comparaison avec un double vitrage à base d'une vitre de verre Star "S" et un autre à simple vitrage, nous avons obtenu un gain de 1,58 W/ (m². K), ce qui montre l'utilité et la perfection des couches à faible émissivité de point de vue énergétique.

V.4. Test d'abrasion et d'essuyage**V.4.1. Test d'abrasion**

Les résultats du test de dureté avant et après 10 et 40 courses pour les échantillons HS1 et HP2 sont résumés dans le tableau suivant :

Tableau V.7 : Résultats test d'abrasion après 10 et 40 cours :

	Résistivité (Ω)				
	Avant abrasion	Après 10 cours	ΔR	Après 40 cours	ΔR
HP2 (I)	3,74	3,74	0	3,74	0
HS1 (I)	3,72	3,75	0.03	3,84	0.12
HP2 (II)	3,76	3,76	0	3,83	0.07
HS1 (II)	3,74	3,75	0.01	3,82	0.07
HP2(III)	3,76	3,76	0	3,76	0
HS1 (III)	3,73	3,73	0	3,73	0
HP2 (IV)	3,73	3,74	0.01	3,81	0.08
HS1 (IV)	3,70	3,71	0.01	3,73	0.02

Vérifier la résistance à l'abrasion de la zone endommagée par la brosse en se référant au critère suivant :

Si $\Delta R < 0.3$ le produit est bon sinon le produit n'est pas fiable.

Avec $\Delta R = R$ après les courses - R avant test

Après les 10 et 40 courses, nous avons remarqué visuellement que le verre ne subit aucune abrasion ou rayures de la couche sur tous les échantillons, et la résistivité des échantillons après abrasion sont inférieurs à 4.2 Ω , et l'écart de la résistivité superficielle est inférieure à 0,3 le ($\Delta R < 0,3$).

On confirme que notre produit résiste à l'abrasion et présente une bonne dureté, alors il est conforme aux exigences de l'industrie.

V.4.2. Test d'essuyage

Le test d'essuyage à sec et humide est fait sur les échantillons HP2 et HS1 :

Tableau V.8 : Résultats d'essuyage à sec et humide.

Echantillons	Observation	
	Après 10 cours	Après 30 cours
	Essuyage à sec	Essuyage à l'actéon
HP2 (I)	Pas d'abrasion	Pas de décollement
HS1 (I)	Pas d'abrasion	Pas de décollement
HP2 (II)	Pas d'abrasion	Pas de décollement
HS1 (II)	Pas d'abrasion	Pas de décollement
HP2 (III)	Pas d'abrasion	Pas de décollement
HS1 (III)	Pas d'abrasion	Pas de décollement
HP2 (IV)	Pas d'abrasion	Pas de décollement
HS1 (IV)	Pas d'abrasion	Pas de décollement

Après le test d'essuyage à sec et à l'actéon, le verre a résisté et n'a pas manifesté de rayures visibles ou de stries ou de décollement de la couche. Alors le verre est conforme aux normes requises par l'industrie, et il est de classe 1 d'après le tableau suivant :

Tableau V.9 : Classement après le test d'essuyage à sec et humide [17].

Classe	Critères d'évaluations
1	Pas abrasion, pas rayures visibles
2	Pas abrasion, très peu rayures courtes 3 maximum
3	Pas abrasion, quelques rayures courtes, rayures continues moins de 3
4	Pas abrasion, rayures continues sporadiques
5	Pas abrasion, quelques rayures continues
6	Abrasion toute minimale ou beaucoup de rayures continues
7	Peu d'abrasion
8	Abrasion moyenne
9	Grande abrasion

Valeur acceptée ≤ 4

Limite d'intervention : Si > 6

Rebut : si ≥ 8

V.5. Test d'ébullition

Avant et après le test d'ébullition effectué sur les échantillons **K** (I, II, III, IV) selon la norme DIN 52347 avec une longueur d'onde de 550 nm, pour la détermination de la ternissure, nous avons effectué une analyse optique à l'aide d'un spectrophotomètre, et les résultats sont donnés dans les tableaux suivants :

Tableau V.10 : Les résultats du test d'ébullition de l'échantillon **K (I)** avant et après.

	Mesures en %				Mesures en %			
	1	2	3	Moyenne	1	2	3	Moyenne
Transmission de l'échantillon avec standard (tes)	86,99	87,03	86,94	86,99	87,74	87,66	87,84	87,75
Transmission de l'échantillon sans standard (te)	0,63	0,63	0,63	0,63	0,63	0,63	0,63	0,63
Transmission sans échantillon sans standard (t)	0,72	0,72	0,72	0,72	0,71	0,71	0,70	0,71
	Avant				Après			

Pour calculer la ternissure (T) [17] :

$$T = \frac{Te - T \times Tes}{1 - T} \quad \text{Équation V.4}$$

AN :

$$T_{avant} = \frac{0,0063 - 0,0072 \times 0,8699}{1 - 0,0072} = 0,004$$

$$T_{apres} = \frac{0,0063 - 0,0071 \times 0,8775}{1 - 0,0071} = 0,01$$

Tableau V.11 : Résultats du calcul de la ternissure de l'échantillon **K (I)**.

	Résultats		
	T avant	T après	T après – T avant
Ternissure de l'échantillon	0,004	0,010	0,01
Ternissure relative de l'échantillon	0,004	0,011	0,01
Classification de l'échantillon	1		

Tableau V.12 : Les résultats du test d'ébullition de l'échantillon **K (II)** avant et après.

	Mesures en %				Moyenne	Mesures en %			
	1	2	3			1	2	3	Moyenne
Transmission de l'échantillon avec standard (tes)	86,40	86,69	86,79		86,63	87,70	87,78	87,82	87,77
Transmission de l'échantillon sans standard (te)	0,62	0,62	0,62		0,62	0,63	0,63	0,63	0,63
Transmission sans échantillon sans standard (t)	0,71	0,71	0,71		0,71	0,71	0,71	0,71	0,71
	Avant					Après			

Tableau V.13 : Résultats du calcul de la ternissure pour l'échantillon **K (II)** :

	Résultats		
	T avant	T après	T après – S avant
Ternissure de l'échantillon	0.005	0.010	0,00
Ternissure relative de l'échantillon	0.006	0.011	0.01
Classification de l'échantillon	1		

Tableau V.14: Les résultats du test d'ébullition de l'échantillon **K (III)** avant et après

	Mesures en %				Moyenne	Mesures en %			
	1	2	3			1	2	3	Moyenne
Transmission de l'échantillon avec standard (tes)	86,80	86,72	86,62		86,71	88,38	88,13	88,16	88,22
Transmission de l'échantillon sans standard (te)	0,62	0,62	0,62		0,62	0,64	0,63	0,63	0,63
Transmission sans échantillon sans standard (t)	0,71	0,71	0,71		0,71	0,71	0,71	0,71	0,71
	Avant					Après			

Tableau V.15 : Résultats du calcul de la ternissure pour l'échantillon **K (III)** :

	Résultats		
	T avant	T après	T après – T avant
Ternissure de l'échantillon	0,004	0,010	0,01
Ternissure relative de l'échantillon	0,005	0,011	0,01
Classification de l'échantillon	1		

Tableau V.16 : Les résultats du test d'ébullition de l'échantillon **K (IV)** avant et après

	Mesures en %				Moyenne	Mesures en %			
	1	2	3	Moyenne		1	2	3	Moyenne
Transmission de l'échantillon avec standard (tes)	84,13	84,39	84,46	84,33	84,33	85,45	85,48	85,53	85,49
Transmission de l'échantillon sans standard (te)	0,60	0,60	0,61	0,60	0,60	0,61	0,61	0,60	0,61
Transmission sans échantillon sans standard (t)	0,71	0,71	0,71	0,71	0,71	0,71	0,71	0,70	0,71
	Avant					Après			

Tableau V.17 : Résultats du calcul de la ternissure pour l'échantillon **K (IV)** :

	Résultats		
	T avant	T après	T après –T avant
Ternissure de l'échantillon	0,005	0,006	0,00
Ternissure relative de l'échantillon	0,006	0,007	0,00
Classification de l'échantillon	1		

La comparaison des résultats spectrophotométriques avant et après le test d'ébullition montre qu'il y a une faible différence de transmission avec ou sans standard. Selon les résultats de calcul de ternissure obtenus, notre verre est de classe 1 (selon le tableau V.18) et il devrait avoir une bonne résistance à la corrosion.

Tableau V.18 : Barème de classement du verre à couche Star "S" au test d'ébullition [17].

Ternissure	Classe
< 0,1	1
> 0,1 < 0,2	2
> 0,2 < 0,3	3
> 0,3 < 0,4	4
> 0,4 < 0,5	5
> 0,5 < 0,6	6
> 0,6	> 6

V.6. Test de corrosion

Les résultats du test de corrosion sont résumés dans le tableau V.19 suivant :

Tableau V.19 : Valeurs de la résistivité avant après test de corrosion :

Echantillons	Résistivité superficielle (Ω/cm^2)	
	R avant	R après
HP1 (I)	3,79	3,83
HP1 (II)	3,69	3,96
HP1 (III)	3,68	3,87
HP1 (IV)	3,68	3,88

Les résultats après le test de corrosion montrent que la résistivité de tous les échantillons est inférieure à $4,2 \Omega$.

Et pour déterminer la classe de notre verre Star "S", on a effectué un test ERICHSEN de 10 courses sur l'échantillon HP1 (II). Et les critères d'acceptations de MFG pour les Classes de corrosions sont énumérer comme suit :

1 – 2 : très bien – bien

2 – 3 : normal

5 – 6 : suffisant

> 6 : critique

- La valeur de la résistivité de l'échantillon HP1 (II) après test corrosion et après test ERICHSEN 10 courses est $R = 8,76 \Omega$.

- la résistivité après test ERICHSEN de 10 courses pour l'échantillon HP2 (II) est $R = 3,76 \Omega$

$$C = \frac{R \text{ ap 10 courses HP1 (II)}}{R \text{ ap 10 courses HP2 (II)}} = \frac{8,76}{3,76} \approx 2 \quad \text{Équation V.5}$$

Notre verre est de classe 2. Alors il indique une très bonne résistance à la condensation. Notre verre de type Star "S" est conformes aux exigences de l'entreprise.

V.6.1. Observation microscopique après test de corrosion

A l'aide d'un microscope optique de type « Leica » on a procédé à l'analyse de nos échantillons HP1 (I, II, III, IV) qui sont illustrés dans les figures (V.3, V.4, V.5, V.6) suivantes :

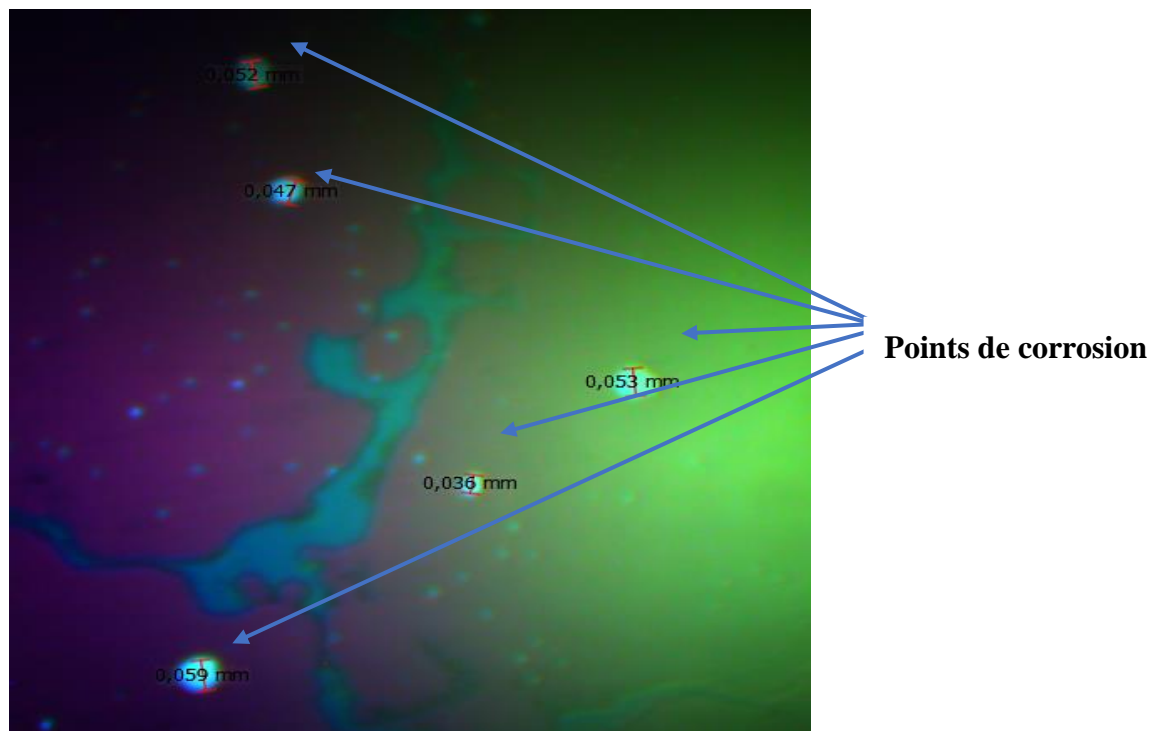


Figure V.3 : Micrographie de l'échantillon HP1 (I).

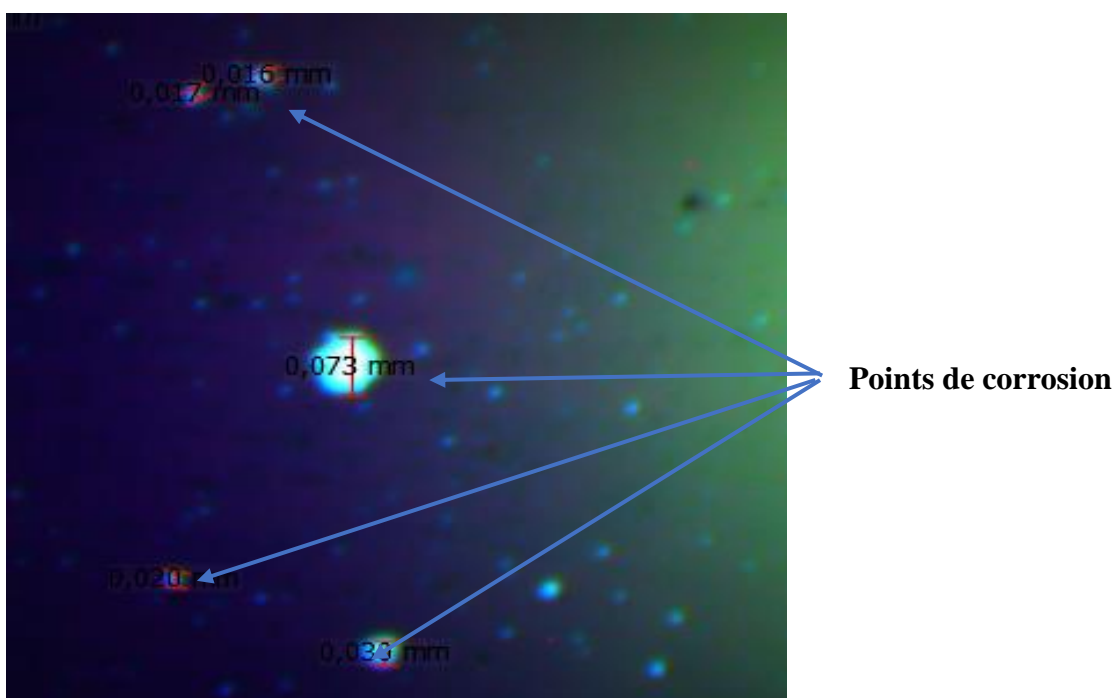


Figure V.4 : Micrographie de l'échantillon HP1 (II).

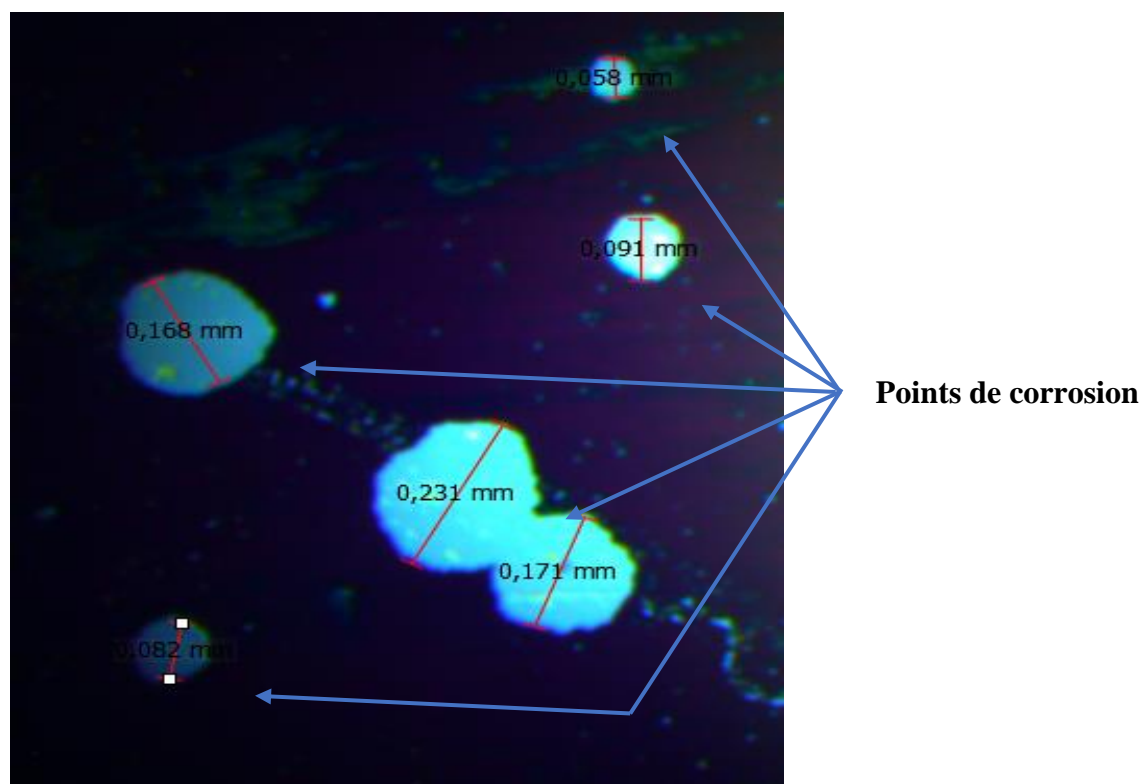


Figure V.5 : Micrographie de l'échantillon HP1 (III).

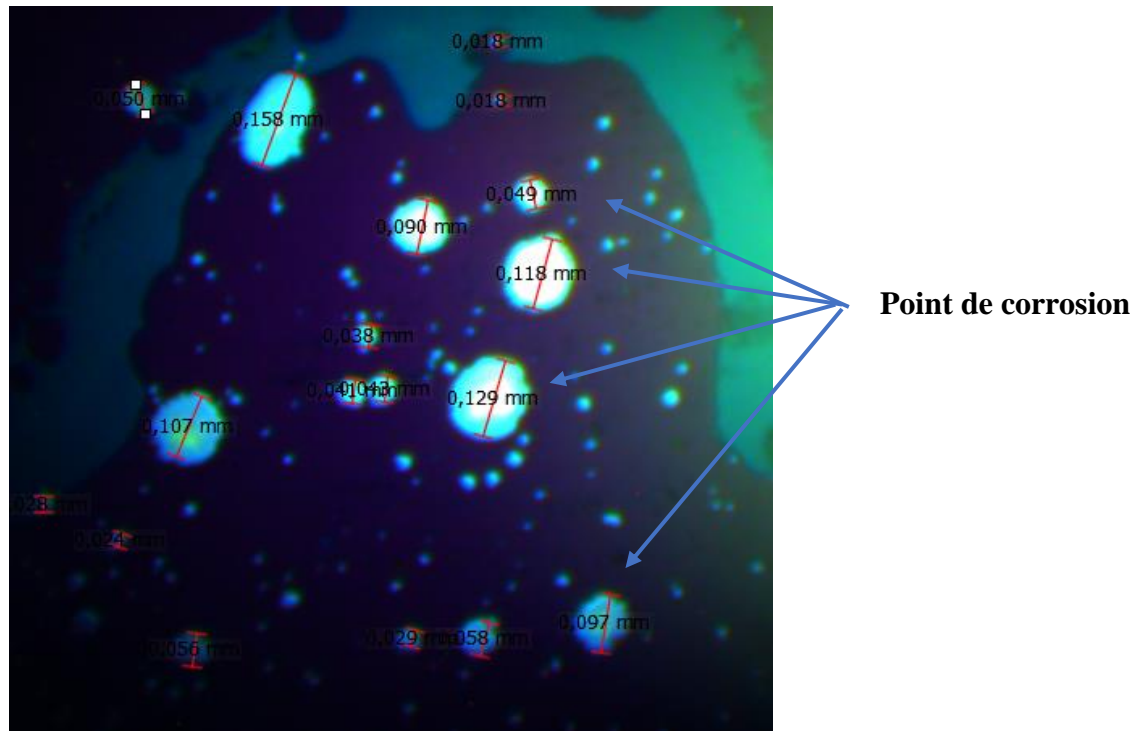


Figure V.6 : Micrographie de l'échantillon HP1 (IV).

D'après cette micrographie, On a observé :

- La présence de points de corrosion de tailles minimales < 1 mm sur la surface de nos échantillons.
- Aucun défaut d'une longueur comprise entre 1 mm et 2 mm.
- Aucune griffure ni coloration sur la couche n'est observé.
- Les échantillons star "S" présentent une bonne résistance à la corrosion.

V.7. Test de Vieillessement UV

Les résultats du test vieillissement UV sont présentés dans les tableaux suivants :

Tableau V.20 : Résultat de test UV avant et après pour l'échantillon UV I.

	Simple vitrage								Double vitrage	dE
	L*	a*	b*	T _{visible}	T _{solaire}	A _{solaire}	T _{UV}	R(Ω/cm^2)	G	
1 ^{ere} mesure avant test	31,01	-1,10	-10,03	86,14	60,59	10,52	38,27	3,82	61,52	0,89
2 ^{eme} mesure après test	31,88	-1,28	-9,98	85,98	60,51	10,19	37,26	3,71	64,20	
Différence	0,87	-0,18	0,05	-0,16	-0,08	-0,33	-1,01	-0,11	2,68	
Ecart %	/	/	/	-0,19	-0,13	-3,14	-2,64	-2,88	4,36	

Tableau V.21 : Résultat du test UV avant et après pour l'échantillon UV II.

	Simple vitrage								Double vitrage	dE
	L*	a*	b*	T _{visible}	T _{solaire}	A _{solaire}	T _{UV}	R(Ω/cm^2)	G	
1ere mesure avant test	32,69	-1,44	-10,70	85,28	60,17	10,43	36,04	3,72	61,21	1,46
2eme mesure après test	31,55	-1,09	-9,85	86,38	60,79	9,88	37,52	3,63	64,19	
Différence	-1,14	0,35	0,85	1,10	0,62	-0,55	1,48	-0,09	2,98	
Ecart %				1,29	1,03	-5,27	4,11	-2,42	4,87	

Tableau V.22 : Résultats du test UV avant et après pour l'échantillon UV III.

	Simple vitrage								Double vitrage	dE
	L*	a*	b*	T _{visible}	T _{solaire}	A _{solaire}	T _{UV}	R(Ω/cm^2)	G	
1ere mesure avant test	32,02	-1,17	-10,44	85,00	59,91	10,78	35,93	3,75	61,25	1,34
2eme mesure après test	30,98	-0,91	-9,64	86,29	60,70	10,12	37,32	3,71	64,24	
Différence	-1,04	0,26	0,80	1,29	0,79	-0,66	1,39	-0,04	2,99	
Ecart %				1,52	1,32	-6,12	3,87	-1,07	4,88	

Tableau V.23 : Résultats du test UV avant et après pour l'échantillon UV IV.

	Simple vitrage								Double vitrage	dE
	L*	a*	b*	T _{visible}	T _{solaire}	A _{solaire}	T _{UV}	R(Ω/cm^2)	G	
1ere mesure avant test	32,80	-1,54	-10,67	84,51	59,76	10,95	35,23	3,77	55,74	1,80
2eme mesure après test	31,35	-1,08	-9,71	86,42	60,86	9,88	37,87	3,70	64,23	
Différence	-1,45	0,46	0,96	1,91	1,10	-1,07	2,64	-0,07	8,49	
Ecart %				2,26	1,84	-9,77	7,49	-1,86	15,23	

Après avoir réalisé le test de vieillissement sur nos échantillons UV (I, II, III, IV) on a remarqué que :

- Les indices optiques ont légèrement changé tout en restant dans l'intervalle d'acceptation.
- Aucun signe de dégradation ni changement de couleur n'a été observé. Ce qui signifie que ces couches déposées résistent aux rayonnements à grande intensité (UV).

D'après la norme de l'entreprise MFG, la limite d'acceptation est de $dE < 2$. Tous nos échantillons UV (I, II, III, IV) ont une valeur inférieure à 2, alors notre verre est conforme aux exigences de l'entreprise.

D'après Ces résultats (tests de vieillissement) obtenus ainsi que la norme MFG, l'estimation de la durée de vie de ce produit peut atteindre les 15 ans.

V.8. Durabilité chimique des verres MFG

Il est généralement admis que le verre est un matériau chimiquement inerte. En fait, par rapport à d'autres matériaux, ils ont une résistance à la corrosion plus élevée à température ambiante. Mais quel que soit le type de verre considéré, lorsqu'il entre en contact avec une solution aqueuse acido-basique, il se dégrade avec le temps, provoquant des modifications physiques et chimiques en surface [22].

La complexité de l'altération physico-chimique du verre vient en partie du matériau lui-même et du milieu environnant. En effet, ce matériau présente des compositions très variables selon le procédé de fabrication et les proportions des matières premières avant élaboration. En d'autres termes, les propriétés de chaque verre peuvent présenter des variantes et des

changements de compositions, même mineurs, qui auront un impact très différent sur l'altération [22].

Quant au milieu environnant (l'atmosphère dans le cas des verres de façades), il présente des caractéristiques multiphasiques ; chaque phase pouvant, soit isolément soit en synergie avec d'autres, provoquer une altération. L'eau liquide (pluie), les gaz (polluants), les aérosols (particules naturelles ou anthropiques) ont un impact sur le verre, auxquels s'associent d'autres agents d'altération comme la température, l'humidité relative, l'ensoleillement [53].

Dans cette partie du chapitre, nous nous intéresserons à l'étude de la durabilité chimique de deux types de verres (C, L) produits par MFG, en les soumettant à une multitude d'attaques similaire aux agressions naturelles externes.

Le terme « durabilité chimique » fait référence à la corrosion du verre causée par l'eau, les environnements humides et les agents chimiques, et elle représente la résistance du verre à la dégradation dans une solution aqueuse. Cette grandeur est généralement liée à l'unité de surface de la matière par unité de temps. La cinétique d'attaque dépend fortement de la température [22].

V.8.1. Perte en masse

Les tableaux V.24 regroupent les résultats des pertes en masses de nos deux échantillons, verre clair et Star "S" après l'attaque acido-basique et ils sont présentés sur la figure V.7.

V.8.1.1. Durabilité chimique dans les milieux HCl (1M), NaOH (1M) et HF (10M)

Les pertes en masse induites après attaque acide HCl, HF et basique NaOH de nos échantillons sont regroupées dans le tableau V.24 et présentées dans la figure V.7

Tableau V.24 : Pertes de masse dans les milieux HCl(1M), NaOH(1M) et HF (10M)

Verre	Verre clair	Star "S"
Pertes de masse en % (HCl)	0,0730	0,0133
Pertes de masse en % (NaOH)	0,0719	0,0215
Pertes de masse en % (HF)	0,0183	0,0140

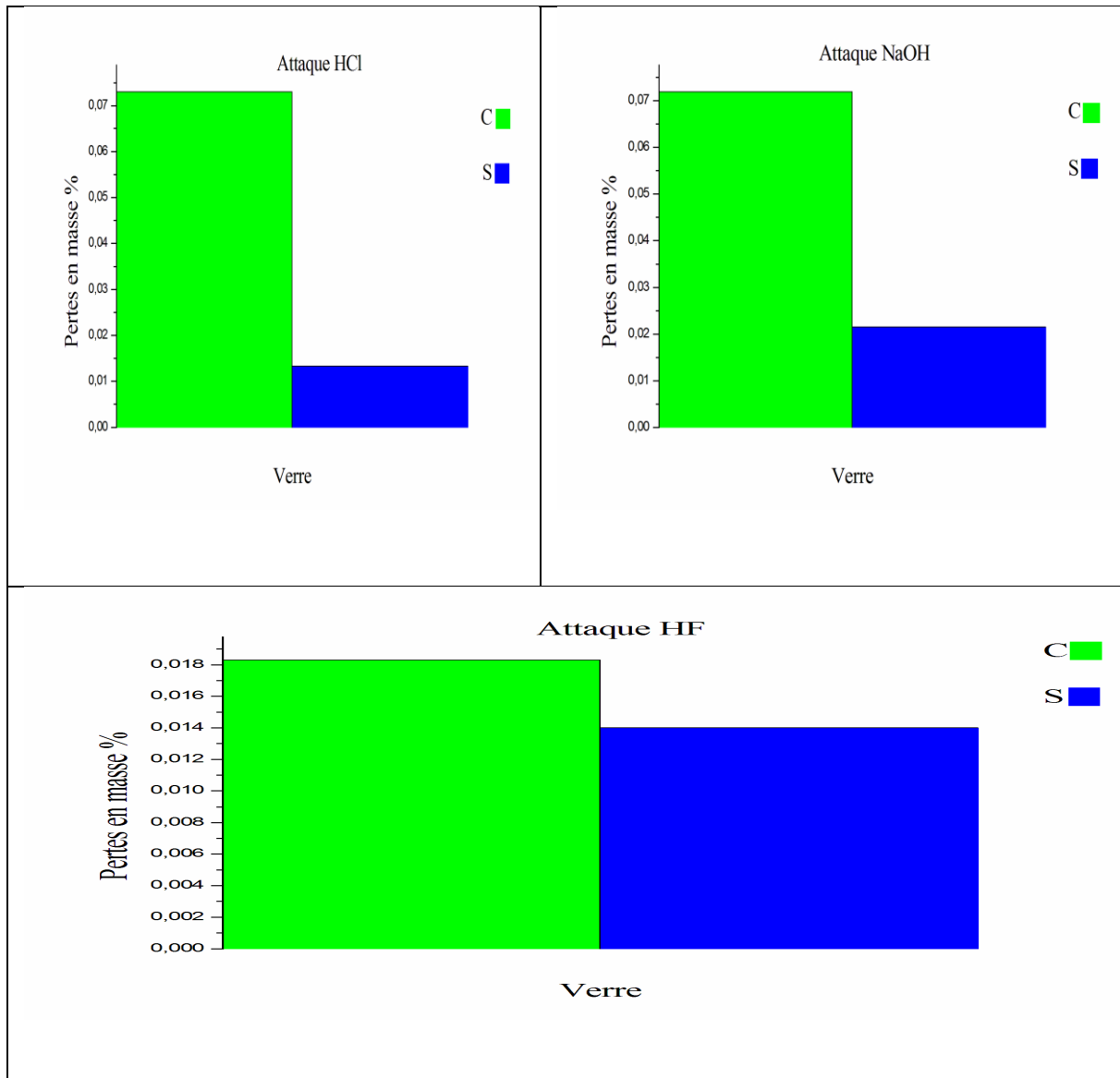


Figure V.7 : Pertes en masse (%) des verres C et S dans HCl (1M), NaOH (1M) et HF (10M).

D'après les valeurs des pertes en masses, illustrées sur les histogrammes de la Figure V.7 enregistrées lors des émersions des deux échantillons des verres Clair et Star "S" Low Emission dans les milieux acides et alcalin, c'est la composition du verre nommé (S) qui résiste mieux aux attaques dans les 3 milieux HCl (1M), NaOH (1M) et HF (10M).

Cette résistance est due à la présence du titane (Ti) dans la composition de ce verre qui améliore la résistance à l'agression des acides et à la présence des dépôts métalliques sur sa surface qui jouent le rôle de protecteur dans le milieu basique.

V.8.2. Caractérisation des verres après attaque chimique

Afin de mieux expliquer les causes des pertes en masse des verres précédents dans les différents milieux, on a eu recours à différentes techniques d'analyse telle que la spectrophotométrie infra rouge et la spectroscopie UV-Visible.

V.8.2.1. Caractérisation par Spectroscopie UV- Visible

Les verres attaqués et non attaqués sont caractérisés par spectrométrie UV-Visible afin de caractériser les conséquences de l'attaque des verres par les diverses solutions.

La figure V.8 représente les spectres UV- Visibles des verres avant et après attaques par HCl, NaOH et HF.

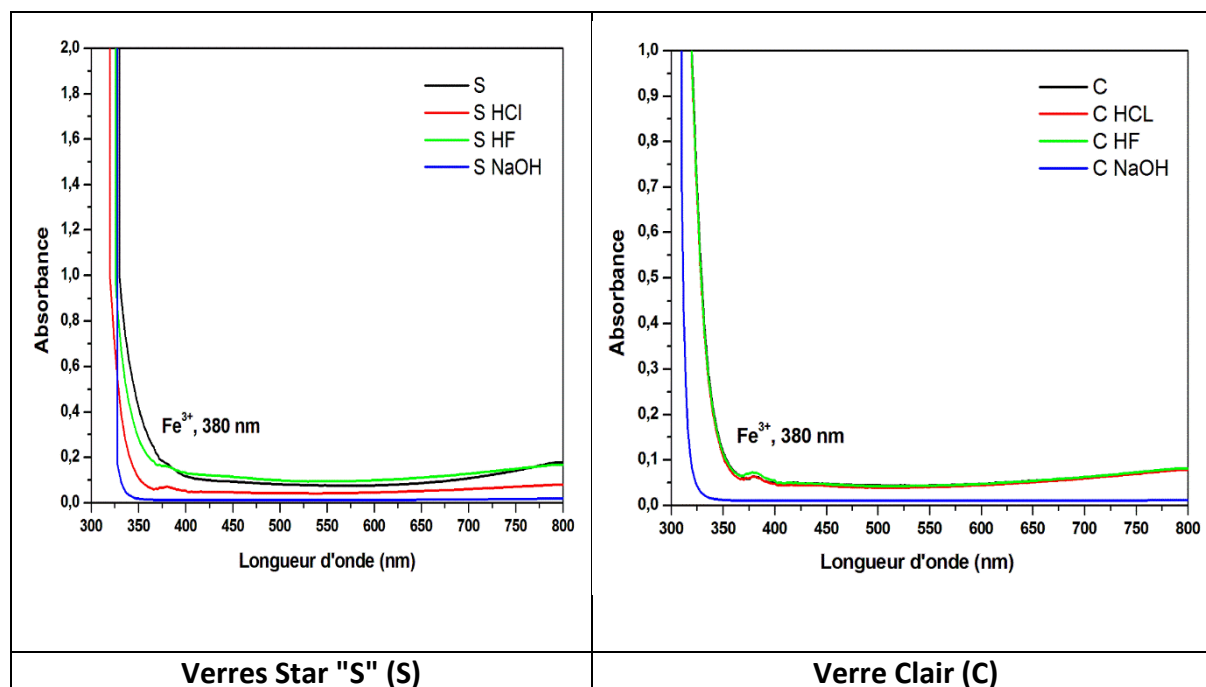


Figure V.8 : Spectres UV-Visible des verres C et S avant et après attaques HCl (1M), HF (10M) et NaOH (1M).

D'après la figure V.8, on constate que les deux échantillons des verres (C) et (S) présentent des spectres de transmission de lumière des verres ordinaire dans le domaine UV-Visible. La présence d'une bande d'absorption à 380 nm caractéristique des ions Fe³⁺ est aussi notée.

En général c'est le verre (C) qui transmet mieux la lumière avant et après attaque que le verre (S). L'attaque des deux verres par la solution alcaline NaOH (1M) a amélioré leur transmission de la lumière et a fait disparaître la bande d'absorption caractéristique des ions ferriques.

Les deux verres C et S présentent des transmissions proches sur l'ensemble de la gamme spectrale de longueur d'onde allant de 375 nm à 600 nm et à partir de 600 nm ces deux verres enregistrent une diminution de leur transmission ce qui laisse suggérer la présence des bandes caractéristiques des ions Fe^{2+} qui sont centrées à 1100 nm.

V.8.2.2. Caractérisation par Spectroscopie IR

Les spectres IRTF des verres (C) et (S) avant et après attaques par HCl (1M), HF (10M) et NaOH (1M) sont représentés sur la figure V.9

Les différentes bandes d'absorption identifiées dans les spectres IRTF pour les deux verres avant et après attaques sont résumées dans les tableaux V.25 et V.26 Pour les verres (C) et (S) respectivement.

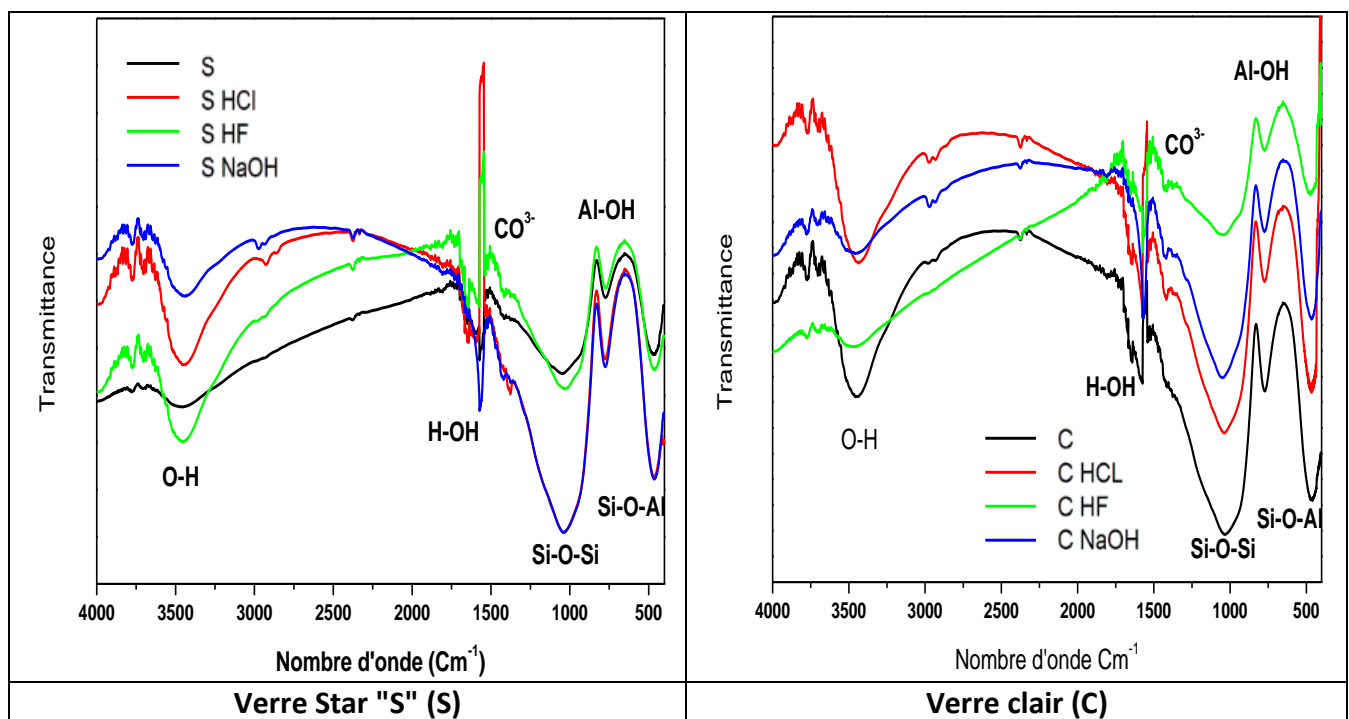


Figure V.9 : Spectres IRTF des verres (C) et (S) avant et après attaques par HC (1M), HF (10M) et NaOH (1M). les mêmes allures et font apparaître les mêmes bandes principales.

D'après la Figure V.9, On constate nettement que le verre (C) a enregistré un affaiblissement de l'intensité des bandes se situant vers les (3435,60-3473,97), (1033-1050,83), (773,62-794,58) cm^{-1} , qui caractérisent respectivement les liaisons OH, Si-O-Si, et Al-OH dans ces spectres IRTF après attaques acide et alcaline. Par ailleurs, l'intensité de ces bandes a augmentée dans les spectres du verre (S).

Une multitude de bandes se sont intensifiées ente 3440 et 4000 cm^{-1} correspondantes aux hydroxyles (OH) et apparition de nouvelles bandes d'absorption aux alentours de 2940 cm^{-1} dans le cas des spectres IRTF du verre (S) après les attaques.

Tableau V.25 : Les bandes d'absorption enregistrées pour le verre (C) après attaque

Liaisons	Nombres d'ondes (cm^{-1})			
	Verre (C)			
	Avant	HCl	HF	NaOH
O-H	3447,07	3435,62	3473,97	3457,31
H-OH	1643,17	1640,61	1642,94	1640,21
CO_3^{-2}	1411,34	1418,53	1425,79	1422,17
Si-O-Si	1033,94	1038,25	1050,83	1049,56
Al-OH	773,62	773,92	774,24	774,58
Si-O-Al ⁺⁶	460,86	467,04	473,27	465,15

Tableau V.26 : Les bandes d'absorption enregistrées pour le verre (S) après attaque

Liaisons	Nombres d'ondes (cm^{-1})			
	Verre (S)			
	Avant	HCl	HF	NaOH
O-H	3464,74	3446,74	3455,73	3434,74
H-OH	1638,68	1640,22	1649,52	1640,98
CO_3^{-2}	1379,73	1376,01	1398,15	1368,87
Si-O-Si	1047,80	1039,12	1025,07	1039,12
Al-OH	773,73	747,55	773,73	757,36
Si-O-Al ⁺⁶	466,94	466,58	460,85	466,73

Conclusion

Ce chapitre nous a permis d'appréhender les impacts d'attaques physico-chimiques et photo-dégradation de deux types des verres élaborés à MFG par des solutions acido-basiques, ainsi que par leurs expositions aux radiations ultra violettes et test de durabilités.

Après les tests de contrôle de qualités, durabilités et de vieillissement UV du verre Star "S", on a conclu que ce verre a une bonne isolation thermique qui limite les échanges thermiques par convection, ainsi qu'il résisté au test de vieillissement UV, test de corrosion et de la durabilité.

Après caractérisation des verres attaqués on a conclu ce qui suit :

- L'altérabilité des verres dépend fortement de leur composition et de la nature de la solution altérante.

Deux mécanismes d'attaque chimique sont à distinguer à savoir :

- La dissolution des éléments alcalins du verre et la dissolution du réseau de verre. Le premier mécanisme est l'échange d'ions entre la solution et la surface du verre, c'est la désalcanisation de la surface, durant cette étape les cations présents dans le réseau du verre, sont échangés avec les ions provenant de la solution, ces derniers forment des complexes dans le réseau [46].

- Le deuxième mécanisme, est la dégradation du réseau silicique. Le verre est hydraté puis totalement dissous par rupture des ponts Si-O-Si à la surface du verre. Ce mécanisme est prédominant pour des pH supérieurs à 10. Dans notre cas il est donc caractéristique de l'attaque du verre par la solution de NaOH. Les ions hydroxyle (OH⁻) contenus dans la solution rompent les liaisons Si-O-Si et forment des liaisons Si-O-Na et Si-OH [46].

Conclusion générale

CONCLUSION GENERALE

Au terme de notre travail divers conclusion sont tirées par rapport au contrôle de qualité des différents verres fabriqué par MFG, d'une part et par rapport à la durabilité chimique et la photo-dégradation de ces mêmes types de verre. Pour cela, nous avons subdivisée notre étude en deux parties :

Une partie qui s'intéresse au contrôle de la qualité du produit obtenu par divers techniques tels que le contrôle visuel, la spectrophotométrie, la mesure de la résistivité latérale et superficielle, test à l'abrasion, la transmission, test à la corrosion ...etc. Les résultats obtenus ont montré que :

Le contrôle visuel du verre à couche de type Star "S", na présenté aucun défaut, il est conforme aux exigences de l'entreprise pour un contrôle visuel.

Le résultat spectroscopique du verre Star "S" a dévoilé une bonne transmission optique dans le visible entre 77 et 87% et une réflexion entre 54 et 67% respectivement dans l'UV.

Les résultats de mesure de la résistivité latérale et de la résistivité superficielle ont montré que le verre est conforme aux exigence de l'entreprise.

La mesure de l'émissivité thermique de notre verre multicouche à double vitrage comprise entre 0,039 et 0,040 Ω , a permis de calculer le coefficient d'isolation thermique U autour de 1.12 W/ (m². k) qui est inférieur à celui du double vitrage sans couche avec un U= 2,7 W/(m².k). Une amélioration très conséquente de notre échantillon Star "S".

Les résultats des tests d'abrasion ont montré une bonne résistance à l'abrasion de nos quatre échantillons du verre Star "S", avec $dR < 0.03 \Omega$, et une bonne résistance à l'essuyage à sec et humide qui a montré l'absence de rayures ou de décollement de la couche. On a conclu que le verre star "S" est de classe 1.

Les résultats du test d'ébullition qui est un test rapide de corrosion a montré que le verre Star "S" a résisté à la corrosion, il a donné une faible différence de transmission avant et après, avec ou sans standard. On a conclu que notre verre est de classe 1.

Concernant les tests de corrosion, les produit Star "S" sont de la classe 2 d'après MFG, d'où une bonne résistance, seulement les tests de corrosion exécutés, ont montré que la surface de nos produits été recouverte de taches de corrosion. Après investigation, nous avons attribué

ce résultat à la présence de porosités en surface de nos produits engendrés par un défaut de fabrication.

Les résultats du vieillissement UV, ont donné un dE inférieur à 2 pour nos quatre échantillons du verre Star "S", ce qui prouve que nos produits sont résistant aux rayonnements a grand intensité UV.

La deuxième partie de notre travail, consiste à caractériser nos échantillons par diverses techniques spectrophotométrie infra rouge (FTIR), spectroscopie UV visible avant et après attaque des deux verre (verre clair et Star "S").

Les résultats de la perte de masse obtenu ont montré que le verre clair (C) et le plus attaqué que le Star "S", ce qui explique le rôle des couches déposées sur le verre.

Les résultats de la Spectroscopie UV-Visible des verres ont montré que le verre Clair (C) présente la meilleure transmission de lumière dans le domaine UV- Visible.

Les verres attaqués par HCl présentent une bonne transmission de lumière, cela est dû à l'aptitude de l'acide à éliminer les impuretés à la surface du verre telles que les colorants, les matières organiques.

La présence des bandes caractéristique des ions Fe^{3+} est constatée dans les spectres caractéristiques de tous les verres.

Les spectres infrarouges des verres obtenus possèdent globalement les mêmes allures et font apparaitre les mêmes bandes principales, et apparition de nouvelles bandes d'absorption.

Perspective

Afin de protéger le verre des effets destructeurs des agressions naturelles, il est intéressant de prolonger cette recherche pour trouver une solution efficace à ce problème. La décoloration, corrosion, ternissures... etc. sont des facteurs qui raccourcissent la durée de vie du matériau. Afin d'enrichir cette recherche on propose :

- D'étudier la composition chimique des matières premières (teneur des formateurs et le modificateur de réseaux) qui permettra d'augmenter la dureté et la résistance au agressions naturelles.
- De chercher d'autre éléments chimique a part (l'alumine et oxyde de titane) moins chers et efficace pour satisfaire les industries du verre dans le côté économique et dans le coté professionnel et fournir un produire de qualité, avec une grande résistance chimique et

mécanique sans affecté les autres propriétés à savoir optique, les viscosités de liquide surfondu lors de la fusion des matières première.

- De trouver des méthodes moins chères et des éléments chimiques à part ceux utilisés maintenant comme l'oxyde d'aluminium et l'oxyde de titane peut répondre efficacement aux besoins économiques et professionnels de l'industrie verrière et fournir des produits de haute qualité avec une bonne résistance chimique et mécanique sans modifier les autres propriétés optiques, la viscosité du liquide surfondu lors de la fusion de la matière première.
- Augmenter la résistance chimique et mécanique en passant ces verres sous des trempes chimique ou thermique.

Références bibliographiques

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Pr. AYADI. A « technologie de verre » INMC-Boumerdes.
- [2] NOUAR Adel, KAIS Salah Eddine. Contrôle de qualité et caractérisation de verre à couche à faible émissivité, Diplôme de Master Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene. 2015/2016
- [3] S. Pons, thèse de thèse de doctorat d'état, Université Joseph Fourier, Grenoble I (2002).
- [4] N. Bouchra, Influence de la relaxation structurale sur le comportement de verres métalliques massifs, mémoire magister université de Tlemcen.2013.
- [5] B. Dubois, J. J. Videau, and J. Portier, J. Non-Cryst. Solids 88, 355 (1986).
- [6] G. Poirier, M. Poulain, and M. Poulain, J. Non-Cryst. Solids 284, 117 (2001).
- [7] J. Minelly and A. Ellison, Opt. Fiber Tech. 8, 123–138 (2002).
- [8] A. Winter, Verres Réfract. 36, 353 (1982). Also : French patent FR1511060 (December 18, 1967).
- [9] H. Masuda, Y. Ohta, and K. Morinaga, J. Jpn. I. Met. 59(1), 31 (1995).
- [10] M. T. Soltani, A. Boutarfaia, R. Makhoulfi, and M. Poulain, J. Phys. Chem. Solids 64, 2307 (2003).
- [11] T. Som and B. Karmakar, Opt. Mater. 31(4), 609 (2009).
- [12] Pr. IRATNI. A « cours verre -MCQ » 2012-2013.
- [13] N. EL JOUHARI : Cour chimie minérale appliquée « Introduction à la technologie du verre » Université Mohammed V–Agdal.
- [14] W. C. Bauer A. R. Conroy, W. H. Manring. The Role of Sulfate in the Melting and Fining of Glass Batch. Glass industry, 47, 1966.
- [15] ISARD J.O. « Electrical conduction in the aluminosilicate glasses » Article-1989.
- [16] James Barton et Claude Guillemet « LE VERRE, Science et technologie » 2005.
- [17] Documentation interne MFG.
- [18] Serge Etienne, laboratoire des matériaux UMP, CNRS 7756 Nancy, pole verrier/ Cerfav février 2009.
- [19] Zarzicki. R. le verre et l'état vitreux édition Masson 1982.
- [20] A. dergal, influence de la lumière sur le comportement à l'indentation des verres pour l'infrarouge, mémoire de magister de l'université de Tlemcen. 2010.
- [21] M. Mostefa et G. Olivier, physique des matériaux inhomogènes, fascicule ii.usto.1988

- [22] TRAORE Abdoulaye sayon, mise au point de méthodes d'identification et de dosage des médicaments antirétroviraux utilisés au MALI. Thèse de pharmacie diplôme d'état université de BAMAKO 2005.
- [23] Livre « Le verre et ses applications » 4^{ème} édition, Editeur : Glas Trosch Holding AG, Conseil, Bützberg.
- [24] Traité technique du verre, E. Sovoy, 1989. A. Guidoum GC 2009 38.
- [25] Saint Gobain vitrage, mémento technique, 1996.
- [26] Emplois et mise en oeuvre du verre dans le bâtiment, Eyrolles, Paris, 1971.
- [27] Scholze, h. (1980). Le verre. Nature, structure et propriétés, institut du verre, paris
- [28] H. Mohamed et h. Ahmed, caractérisation d'un verre plat float glass érodé par sablage, mémoire master université de Boumerdes, 2017.
- [29] A. Bouaziz, “ étude des propriétés d'un verre sodocalcique érodé avec du sable de Ouargla ” thèse de magister, (2004). P93.
- [30] J. Mencik “strength and fracture of glass and ceramics” glass science and technology, Vol.12 (1992), P. 357.
- [31] k. Amina, étude de l'effet de HF sur l'état de surface d'un verre érodé par sablage, mémoire de magister université de Ferhat Abbas-Sétif, 2010, p16.
- [32] BERKANE NABIL, propriétés des matières premières et leurs rôles sur la qualité du verre plat, MEMOIRE DE MASTER UNIVERSITÉ DE BLIDA -1- Département de Génie des procédés. 2014/2015
- [33] BENSALÉM Nabil, Etude de l'influence de la température sur la qualité du verre Float, Mémoire de fin d'études INGENIEUR école nationale des mines et métallurgie ANNABA Juin 2016.
- [34] BACHIR Samir, LARAB Bilal. Contrôle qualité des verres Float et initiation au dépôt de couches minces de ZnO par spray pyrolyse, Diplôme Master Génie des Matériaux, UNIVERSITE M'HAMED BOUGARA - BOUMERDES 2013.
- [35] Hadj Amar Mohamed, Hammouda Ahmed. CARACTERISATION D'UN VERRE PLAT FLOAT GLASS ERODE PAR SABLAGE, Mémoire de master Génie des matériaux UNIVERSITE M'HAMED BOUGARA BOUMERDES. 2016/2017.
- [36] I. PEYCHES : La transparence du verre, SAINT GOBAIN (2004).
- [37] Grundlagenpraktikum « Versuch: Optische Eigenschaften von Glas», technische universitaet tlnenau 2009.
- [38] Essilor « CAHIERS D'OPTIQUE OCULAIRE – Les matériaux » Mars 1997.
- [39] J.M.Frigerio, oxydes et composées métalliques, Laboratoire d'Optique des Solides - UMR CNRS 7601 Université Pierre et Marie Curie, Ecole de printemps 2004.

- [40] Serpone, N., J. phys. chem. B 2006. 110 : p. 24287-24293.
- [41] Saadi Abdelkrim, Dépôt d'une couche mince d'oxyde de titane sur un verre clair, diplôme de master, GENIE DES PROCEDES, UNIVERSITÉ de BLIDA 1 2015-2016.
- [42] MOULAHCENE Ferhat, ZIANE Djaffar, Etude et vérification d'une bride de refoulement d'une pompe au niveau de l'entreprise MFG Mediterranean float glass, diplôme Master en Génie Mécanique Option : Construction mécanique MouloudMammeri - Tizi-Ouzou Faculté de Génie de la Construction Département de Génie Mécanique, 2012-2013.
- [43] Stambouli Abderrahim, Mellaz Nabil. Etude et modernisation d'une cathode de pulvérisation pour le verre à couche, Automatique Et Informatique Industrielle, Université Mouloud Mammeri, 2017.
- [44] La distribution de l'entreprise MFG CEVITAL <http://www.cevital.com/fr/mfg.html>
- [45] Le site officiel de l'entreprise MFG CEVITAL <http://www.mfg.dz>
- [46] KHELFA AMIR, BOUDJEMIA REDOUANE, Etude physico-chimique de la durabilité des verres, diplôme master, Université Abderrahmane Mira de Bejaïa, Faculté de Technologie, Département de Génie des procédés. 2018/2019.
- [47] Serge Etienne, laboratoire des matériaux UMP, CNRS 7756 Nancy, pole verrier/ Cerfav février 2009
- [48] M. Frantz, M.Billard, « Elaboration par pulvérisation cathodique magnétron en Atmosphère réactive Ar-CH₄ et Ar-N₂ de dépôt à base de cuivre et d'alliage nickel- Chrome», Laboratoire de science et genie des surfaces, Nancy.
- [49] A. Darbida, A. Saker, A. Billard, J. Von Stebut, « Optimisations of the surface mechanical Strength of AISI 316 L PVD nitrogen –doped coating on AISI 316 L substrates », Surf. Coat. Technol, 60(1993), 434.
- [50] Sencoglas, société allemande, Sencoglas Holding GmbH fabrique du verre.
- [51] EN 12898, verre dans la construction – détermination de l'émissivité.
- [52] NBN EN 673, verre dans la construction – détermination du coefficient de transmission thermique Ug. Méthode de calcul. Bruxelles, IBN, février 1998.
- [53] L. GENTAZ. Simulation et modélisation de l'altération des verres de composition médiévale dans l'atmosphère urbaine. Thèse doctorat de l'université paris est – Créteil

Résumé

L'objectif de ce travail est de suivre la photo dégradation et l'attaque chimique des verres float et à couche de l'entreprise de CEVITAL (MFG).

En effet, ces verres se dégradent continuellement au cours de leur utilisation au fil du temps. Les verres utilisés dans ces expériences, sont les verres plats et les verres à couches de type Star "S" à faible émissivité. Durant les attaques chimiques, les verres à couches sont les moins attaqués que les verres plats ordinaires vis-à-vis la photo-dégradation réalisé par le vieillissement UV, les verres à couches se dégradent faiblement donnant une durabilité allant jusqu'à 15 ans.

Mots clés : verre float, verre à couches, photo dégradation, durabilité chimique.

Abstract

The objective of this work is to follow the photo degradation and chemical attack of float and coated glasses of the company of CEVITAL (MFG).

Indeed, these glasses deteriorate continuously during their use over time. The glasses used in these experiments are flat glasses and low emissivity Star "S" type coated glasses. During chemical attack, coated glasses are less attacked than ordinary flat glasses by the photo-degradation obtained by ultraviolet aging. The coated glasses degrade slightly giving a durability of up to 15 years.

Keywords : float glass, coated glass, photodegradation, chemical durability