

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Ecole Nationale Polytechnique



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique



Département : Métallurgie

Filière : Génie Des Matériaux

Entreprise de Mediterranen Float Glass

Mémoire de projet de fin d'études pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état
en génie des matériaux

Titre :

Pulvérisation de matières chimiques sur le verre

Présentée par :

BELAIDI Kahina

Sous la direction du : M.KASSER Abdelmadjid(Docteur).

Présentée et soutenue publiquement le 24/06/2018 à 13h.

Composition du jury :

Président	M.CHITROUB Mohamed,	Professeur	ENP
Promoteur	M.KASSER Abdelmadjid,	Docteur	ENP
Examineur	M.DJEGHLAL Mohamed El-Amine	Professeur	ENP
Examineur	M.ABADLI Kamel,	Docteur	ENP

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Ecole Nationale Polytechnique



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique



Département: Métallurgie
Filière : Génie Des Matériaux

Entreprise de Mediterranean Float Glass

Mémoire de projet de fin d'études pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état
en génie des matériaux

Titre :

Pulvérisation de matières chimiques sur le verre

Présentée par :
BELAIDI Kahina

Sous la direction du : M.KASSER Abdelmadjid(Docteur).

Présentée et soutenue publiquement le 24/06/2018 à 13h.

Composition du jury :

Président	M.CHITROUB Mohamed,	Professeur	ENP
Promoteur	M.KASSER Abdelmadjid,	Docteur	ENP
Examineur	M.DJEGHLAL Mohamed El-Amine	Professeur	ENP
Examineur	M.ABADLI Kamel,	Docteur	ENP

ENP 2018

ملخص

من أجل تحسين الخواص الميكانيكية والبصرية للزجاج، تستخدم تكنولوجيا الرذاذ الحرارية التي هي طريقة ترسيب طبقات رقيقة على الزجاج الساخن. تغطي هذه الدراسة جوانب عملية ترسيب هذه المطبقة على مساحات الكبيرة من الزجاج المصقول أثناء تصنيعه. هذه العملية في الأساس هي عملية ترسيب كيميائي في مرحلة البخار (CVD) ولذلك، فإن نقطة البداية هي عبارة عن سلائف من المعادن العضوية التي تستهدف الزجاج الساخن (600 درجة مئوية). حرارة الزجاج يؤدي تمهيدا لتحلل و تأكسد سلائف المعادن وفي نفس الوقت ربطها على سطح الزجاج. **كلمات مفتاحية:** طلاء رذاذ التحلل الحراري، رذاذ التحلل الحراري، الطلاء الزجاجي، المعلق المائي، الأستايلتونيت المعدني، مسار السباق.

ABSTRACT

In order to improve the mechanical and optical properties of the glass, pyrolytic spraying technology is used which is a thin-film deposition method for hot glass. This study covers aspects of this deposition process as applied to coatings of large areas of glass during the fabrication of float glass. The pyrolytic spray coating is basically a vapor phase chemical deposition (CVD) process. Therefore, the starting point is a metallo-organic precursor that targets hot glass (600 ° C). The heat of the glass causes the precursor to decompose. The precursor metals oxidize at the same time and bind to the surface of the glass.

Key words: Pyrolytic spray coating, Pyrolytic spray, Glass coatings, aqueous suspension, Metallic acetylacetonate, Race Track.

RESUME

Afin d'améliorer les propriétés mécaniques et optiques du verre, on utilise la technologie de pulvérisation pyrolytique qui est une méthode de dépôt sur couches minces du verre à chaud. Cette étude couvre les aspects de ce processus de déposition telle qu'appliquée aux revêtements de vastes zones du verre au cours de la fabrication du verre flotté. Le revêtement de pulvérisation pyrolytique est fondamentalement un processus de Dépôt Chimique en phase Vapeur (CVD). Par conséquent, le point de départ est un précurseur métallo-organique qui vise le verre à chaud (600°C). La chaleur du verre provoque le précurseur à se décomposer. Les métaux de précurseur s'oxydent en même temps et se lier à la surface du verre.

Mots clés: Revêtement de pulvérisation pyrolytique, Pulvérisation pyrolytique, Revêtements sur verre, Suspension aqueuse, Acétylacétonate métallique, Piste de course (Racetrack)

.

Dédicaces

A Mon cher Père, l'homme de ma vie, mon exemple éternel, celui qui s'est toujours sacrifié pour me voir réussir et m'assurer une éducation exemplaire. Tu as tant voulu partagé ce moment précieux avec moi mais tu es parti très tôt.

Puisse Dieu le tout puissant t'accueillir dans son vaste paradis et t'avoir en sa sainte miséricorde, repose en paix Papa.

A ma chère maman, la lumière de mes jours, la source de mes efforts, ma vie et mon bonheur. Toute seule, tu as su être la mère et le père, la sœur et l'amie pour moi, tu as fait plus qu'une mère puisse faire pour que ses enfants suivent le bon chemin dans leur vie et leurs études.

Tous les mots ne sauraient exprimer la gratitude, l'amour et la reconnaissance pour les sacrifices que tu m'as consenti pour ma réussite et mon bien être, puisse Dieu très haut t'accorde santé, bonheur et longue vie.

A ma Soeur Djidji et mon petit frère adoré Aymen, pour leurs amour, soutien et affection.

A toute la famille Belarabi, que ce travail soit l'expression de ma grande affection et respect pour vous, merci pour vos encouragements et aides.

Aux personnes qui ont été toujours à mes côtés, qui m'ont accompagnés durant mon chemin d'études supérieures, mes aimables amis, mes chers collègues Hicham, Scheib et Nacer.

A ma très chère amie Mounia, pour l'aide l'encouragement, et le soutien que tu m'as offert pour la réalisation de ce travail.

Aux membres d'ALIESEC ma vraie famille que j'adore, avec qui j'ai partagé les meilleurs moments de ma vie. Merci pour les beaux souvenirs et les meilleures expériences que j'ai pu vivre avec vous. Aucun dédicace ne saurait exprimer toutes la gratitude et l'amour que j'ai pour vous, que votre présence demeure éternelle.

Remerciements

Tout d'abord je remercie **Dieu** de m'avoir donné la patience, le courage et la volonté pour réaliser ce travail, et de m'avoir aidé à surmonter les difficultés et les lourdes pressions.

Mes remerciements s'adressent en premier lieu à mon encadreur *Mr. KASSER*, qui m'a permis de bénéficier de son encadrement. La patience et la confiance qu'il m'a témoignées ont été déterminantes dans la réalisation de ce travail.

Je remercie également mon promoteur de stage *Mr. KERRAD Nazim* pour l'intéressement qu'il m'a accordé et ses conseils et orientations durant mon stage pratique, ainsi qu'aux tous les responsables de l'entreprise MFG pour leur accueil.

Je remercie aussi les membres du jury : M.CHITROUB Mohamed; président de jury, les examinateurs : M.DJEGHLAL et M.ABADLI.

Messieurs les jurys, vous me faites un grand honneur en acceptant de juger mon travail.

J'exprime mes sincères remerciements à tous mes professeurs pour la qualité de leur enseignement et leur disponibilité durant les années des études.

Enfin, je présente mes vifs remerciements à tous ceux qui m'ont prêtés main forte, et ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Table des matières

Liste des figures

Liste des tableaux

INTRODUCTION GÉNÉRALE..... 12

CHAPITRE I : Présentation du lieu de stage

I.1	Histoire et évolution de MFG	15
I.2	Les effectifs de MFG	15
I.3	Développement	15
I.4	Distribution	16
I.5	Objectifs de MFG	16
I.6	Organisation structurelle.....	17

CHAPITRE II : Généralités sur le verre

II.1	Historique	19
II.2	Définition du verre.....	20
II.3	Les types du verre	20
II.3.1	Naturels	20
II.3.2	Industriel	22
II.4	Les propriétés du verre	23
II.4.1	Les propriétés physiques :.....	23
II.4.2	Les propriétés mécaniques :.....	24
II.4.3	Les propriétés thermiques :.....	25
II.4.4	Propriété optique.....	26
II.5	Le verre à couches	27
II.5.1	Définition :.....	27
II.5.2	Structure d'un verre à couches.....	28
II.5.3	Nature des couches, procédés de dépôt.....	28

CHAPITRE III : Procédé du verre Float

III.1	Définition.....	31
III.2	Matières premières pour la formation du verre Silicate Sodo-Calcique :.....	31
III.2.1	Sable (SiO ₂).....	31
III.2.2	Carbonate de soude (Na ₂ CO ₃).....	32
III.2.3	Dolomie (CaMg (CO ₃) ₂).....	32
III.2.4	Calcaire (CaCO ₃)	33
III.2.5	Feldspath [(K,Na) AlSi ₃ O ₈]	33
III.2.6	Sulfate de soude (Na ₂ SO ₄).....	34
III.2.7	Charbon.....	34
III.2.8	Oxyde de fer.....	34
III.2.9	Calcin	34
III.3	La fusion :	35
III.3.1	Four de verrerie MFG :	35
III.3.2	Processus de fusion du verre dans le four :	40
III.4	Mise en forme du verre float	42
III.4.1	Principe :	42
III.4.2	Bain d'étain.....	42
III.4.3	L'étenderie :	46
III.4.4	La découpe :	47

CHAPITRE IV : Mode opératoire

IV.1	Verre enduit de pulvérisation pyrolytique :	50
IV.2	Processus de pulvérisation pyrolytique	51
IV.3	Préparation de Précurseur de Revêtement :	52
IV.4	Les principales étapes dans la préparation du précurseur :	53
IV.5	Atomisation et pulvérisation pyrolytique	55
IV.6	Tests de Suspension avant Utilisation	55
IV.7	La Racetrack	58

CHAPITRE V : Résultats et interprétation

V.1	Introduction.....	61
V.2	Couleur réfléchie	61
V.3	Durabilité chimique	61
V.3.1	Test de durabilité chimique accélérée résistant à l'Acide Sulfurique du verre à couche CoFeCrO.	62
V.3.2	Test de durabilité chimique résistant à l'Hydrate de Sodium du verre à couche Ti-O 65	
V.4	Test de caractéristique optique du verre pyrolytique :.....	71
V.4.1	Le spectrophotomètre :.....	71
V.4.2	Test de caractéristique optique du verre pyrolytique (bronze) et commentaires	72
V.4.3	Test de caractéristique optique du verre pyrolytique (réfléchissant clair) et commentaires	73
V.5	Explication générale	75
V.6	Caractéristiques du verre enduit de pulvérisation pyrolytique	77
	CONCLUSION GÉNÉRALE	79
	BIBLIOGRAPHIE	81
	ANNEXES.....	82

Liste des figures

Figure I. 1: Organigramme générale du MFG	17
Figure II. 1: Photo d'un fragment de la fulgurite.....	21
Figure II. 2: Schémas montrant différents types d'obsidienne	22
Figure II. 3:Schémas montrant différentes formes de tectites	22
Figure II. 4:Courbes d'évolution contrainte-déformation pour le verre, l'acier et le bois.	25
Figure III. 1:Rupture d'une liaison SiO par introduction d'une molécule NaO dans le réseau de silice.	32
Figure III. 2:Substitution de deux molécules SiO ₂ par une molécule Al ₂ O ₃ dans la structure d'un verre de silicate (l'introduction de deux Al fait disparaître deux oxygènes non-pontant.	33
Figure III. 3:Zones de fusion dans le four a régénérateurs (Vue de haut).....	36
Figure III. 4:Chambre de fusion (four de l'industrie MFG).	37
Figure III. 5:Four à brûleurs transversaux (coupe transversale).....	37
Figure III. 6:Brique d'empilage de la chambre régénératrice.....	38
Figure III. 7:Photo des briques d'empilage du four MFG.	38
Figure III. 8:Courant de convection dans un four de verrerie	40
Figure III. 9:Schéma d'une série du Top Rolls (vue de l'intérieur)	42
Figure III. 10:Résistances électriques du bain d'étain.....	43
Figure III. 11:Photo représente un Top Roll en contact avec le ruban du verre.	43
Figure III. 13:Photo d'une série du Top Rolls (vue d'extérieur).....	44
Figure III. 12:Schéma d'une série du Top Rolls (vue de l'intérieure).....	44
Figure III. 14:Schéma représente une coupe transversale du bain d'étain.	45
Figure III. 15:Coupe schématique de Dross-Box.	46
Figure III. 16:Stockage des feuilles du verre sur les pupitres.....	47
Figure IV. 1:Bâtiment en verre.....	50
Figure IV. 2: les types du verre à couches pyrolytiques.	50
Figure IV. 3:Processus de la fabrication du verre.....	51
Figure IV. 4:(a) poudre de fer, (b) poudre de chrome, (c) poudre de cobalt.	52

Figure IV. 5:le mélange de précurseur Co-Fe-Cr-O	53
Figure IV. 6:les étapes de préparation du précurseur Co-Fe-Cr-O.....	53
Figure IV. 7:les étapes de préparation du précurseur TiO	54
Figure IV. 8: Un schéma descriptif d'atomisation et de pulvérisation.....	55
Figure IV. 9: Jauge de Hegman	56
Figure IV. 10: L'ongle de vision.	57
Figure IV. 11:Jauge de Hegman après le test.	58
Figure IV. 12:Aperçu de la Racetrack.	58
Figure IV. 13: Aperçu des pistolets de pulvérisation.....	59
Figure V. 1:CIE 1976 L * a * b * Espace Colorimétrique.....	61
Figure V. 2:pourcentage de transmission de la lumière pour 3 débits différents.	64
Figure V. 3: Indice de variation de couleur pour un débit de 1.10ml/min.....	70
Figure V. 4:Indice de variation de couleur pour un débit de 1.15ml/min.....	70
Figure V. 5:Indice de variation de couleur pour un débit de 1.25ml/min.....	70
Figure V. 6:Indice de variation de couleur pour un débit de 1.30ml/min.....	71

Liste des tableaux

Tableau II. 1 : Coefficient de dilatation thermique pour différents matériaux.	26
Tableau II. 2: Coefficient de dilatation thermique pour différents matériaux.	26
Tableau V. 1: Résultat d'analyse pour un débit de 1.40ml/min.	63
Tableau V. 2: Résultat d'analyse pour un débit de 1.60ml/min.	63
Tableau V. 3: Résultat d'analyse pour un débit de 1.80ml/min.	64
Tableau V. 4: Résultat d'analyse pour un débit de 1.10ml/min avec H2.	66
Tableau V. 5: Résultat d'analyse pour un débit de 1.10ml/min sans H2.	66
Tableau V. 6: Résultat d'analyse pour un débit de 1.15ml/min avec H2.	67
Tableau V. 7: Résultat d'analyse pour un débit de 1.15ml/min sans H2.	67
Tableau V. 8: Résultat d'analyse pour un débit de 1.25ml/min avec H2.	68
. Tableau V. 9: Résultat d'analyse pour un débit de 1.25ml/min sans H2.	68
Tableau V. 10: Résultat d'analyse pour un débit de 1.30ml/min avec H2.	69
Tableau V. 11: Résultat d'analyse pour un débit de 1.30ml/min sans H2.	69

INTRODUCTION GÉNÉRALE

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Durant les quelques cinq millénaires que compte l'histoire du verre, le développement des procédés de fabrication est resté tributaire des perspectives offertes par l'empirisme.

L'apparition de techniques analytiques performantes et adaptées a permis, dans la seconde moitié du vingtième siècle, un contrôle plus rigoureux de la production, ce qui a conduit à l'élaboration de matériaux de haute technologie par le procédé « float glass ».

Ce mémoire représente une restitution d'un travail effectué au niveau de l'entreprise Mediterranean Float Glass (MFG), qui se situe à l'Arabaa dans la wilaya de Blida. Cette filiale du groupe Cevital Algérie est spécialisée dans la fabrication du verre plat et est actuellement un leader dans ce domaine au niveau national où 70% de sa production est destinée à l'exportation, et au niveau international en vue d'exploiter la plus grande ligne de production de verre en Afrique et l'unique producteur de verre plat au niveau maghrébin.

Le travail présenté ci-dessous montre les différentes étapes suivies pour la production du verre plat par la méthode « Float », et le processus de la pulvérisation du verre afin d'améliorer ses propriétés optiques et mécaniques.

Dans les trois premiers chapitres, constituant la partie théorique, une synthèse bibliographique a été présentée. Premièrement, dans le premier chapitre on a présenté le lieu de travail, son histoire, son évolution et ses objectifs. Ensuite, dans le deuxième chapitre on a donné une définition générale sur le verre, y compris ses types et ses propriétés, puis on a présenté un aperçu sur le verre à couches. En terminant par le troisième chapitre qui a été consacré à une étude approfondie sur le procédé de fabrication du verre plat.

La partie expérimentale est constituée de deux chapitres dont le premier on a entamé les étapes de préparations de deux types de précurseur du revêtement utilisés au cours de la pulvérisation. Dans le but d'obtenir une bonne couche pyrolytique et afin d'éviter tous sortes de défauts, il faut que la suspension aqueuse utilisée (CoFeCrO et TiO) soit bien mélangée et broyée. Pour le test de suspension avant l'utilisation, le processus du revêtement et les buses de pulvérisation seront abordés en détails.

Dans le deuxième chapitre de cette partie, on s'intéresse aux expériences abordées dans cette étude telle que la durabilité chimique et les caractéristiques optiques du verre à couche pyrolytiques. Ensuite, on va présenter tous les résultats expérimentaux avec les caractéristiques obtenues du verre après la pulvérisation.

Finalement, une conclusion générale résumera les résultats obtenus lors de cette étude, et présentera les domaines d'application du verre à couches.

Partie Théorique

CHAPITRE I : Présentation du lieu de stage

I.1 Histoire et évolution de MFG

Méditerranéen Float Glass ou MFG par abréviation, est une Entreprise Algérienne qui a pour principale activité, la production et la transformation du verre flotté.

MFG, est une filiale de CEVITAL qui est le premier groupe industriel privé en Algérie. MFG est créé en Avril 2007, en vue d'exploiter la plus grande ligne de production de verre en Afrique et l'unique producteur de verre plat au niveau maghrébin. L'entreprise possède une capacité de 600 Tonnes par jour, ce qui est largement supérieur aux besoins nationaux qui sont de l'ordre 180 tonnes/Jour. C'est donc environ 420 tonnes (soit 70%) de la capacité installée qui sont destinés à l'exportation.

Le complexe est implanté au niveau du site de l'Arbaa dans la wilaya de Blida et a nécessité un investissement de 100 Millions d'Euros. Il fait partie d'un grand projet constitué de 3 lignes de production de verre plat d'une capacité totale de 642 400 Tonnes par an et de 5 usines de transformation de verre.

Sur le plan national, MFG a commencé à commercialiser sa production localement en Septembre 2007. Actuellement, le verre MFG s'est imposé sur le marché local au détriment de l'activité d'importation qui a pratiquement cessé depuis le début de l'année 2008.

Avec cet investissement, Cevital est le plus grand producteur de verre plat en Afrique. Classé devant l'Afrique du sud avec une production de 500 Tonnes par jour et l'Egypte avec une production de 400 Tonnes par jour.

Nous pouvons donc dire que MFG est le leader du verre sur le marché national, dans la mesure où il détient le quasi-monopole sur l'ensemble du territoire national.

I.2 Les effectifs de MFG

MFG compte actuellement plus de 750 salariés qui mettent en pratique leurs compétences dans différents métiers afin de fournir un produit de choix et un service de qualité.

Motivés par l'excellence, ils partagent tous le même esprit de performance et les mêmes principes fondamentaux d'écoute, d'échange et d'innovation pour générer de la valeur et créer de la richesse pour toutes les parties prenantes : actionnaires, collaborateur, clients et société.

I.3 Développement

MFG a mis en place trois autres lignes de production du verre :

En Décembre 2009 : une ligne de verre feuilleté.

Le mois de Septembre 2011 : une ligne de verre à couches tendres.

Le début Octobre 2010, MFG a mis en place une unité de transformation des produits verriers.

Pour couvrir le marché algérien, notamment, en double vitrage isolant destiné aux fenêtres et aux façades des bâtiments.

MFG répond aussi aux besoins de plusieurs secteurs économiques tels que le BTP,

L'électroménager, l'énergie, les panneaux solaire, le mobilier urbain et domestique.

Depuis 2008, MFG a un système de management intégré QHSE et est certifiée sous trois référentiels :

- ISO 9001 : pour la qualité en 2008
- ISO 14001 : pour l'environnement en 2004.
- OHSAS 18001: pour la santé et la sécurité de ses employés en 2007.
- ISO 9001: pour le management des projets en 2011.

I.4 Distribution

MFG exporte 70% de sa production essentiellement en Europe occidentale tel que L'Italie (Turin), l'Espagne (Valence), la France, et le Portugal ; Mais aussi vers la Tunisie(Tunis), le Maroc(Tanger) et d'autre pays. Depuis 2007, MFG a fait passer l'Algérie, de pays quasi importateur à celui d'exportateur en matière de verre. Les 30% restants, suffisent largement à combler les besoins du marché national.

I.5 Objectifs de MFG

MFG est née avec la volonté de relever le défi d'ériger l'industrie du verre au stade d'incontournable dans son domaine. Dès ses débuts, cette entreprise s'est fixé des objectifs à atteindre, parmi ses objectifs nous pouvons citer ce qui suit :

- Satisfaction des clients ;
- Optimiser sa part du marché international
- Satisfaire les demandes du marché national ;
- Respecter l'environnement et l'hygiène et sécurité de ses employés ;
- Aboutir les certificats suivants :
 - ISO (international standardisation organisation)
 - QHSE (qualité, hygiène, sécurité environnement)
- Un développement qualitatif et quantitatif de la production. Pour cela, la société MFG envisage de réaliser une deuxième ligne d'une capacité de 800tonnes/jours.

- La réalisation de ce projet constitue l'une des étapes pour faire de MFG un opérateur incontournable dans le monde du verre plat.

I.6 Organisation structurelle

La figure I.1 permet de visualiser les différents organes qui composent l'entreprise, le lien existant entre les différentes structures ainsi que la hiérarchie existante au sein de cette société.

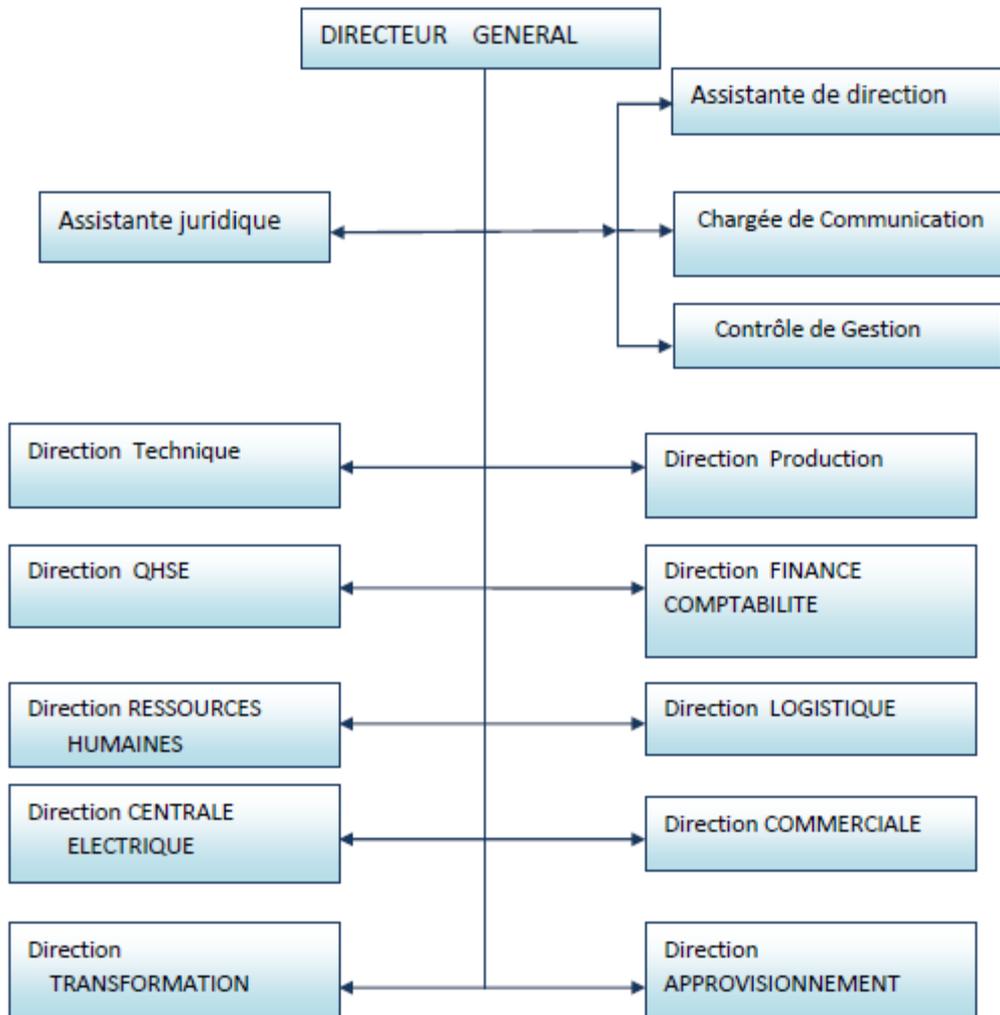


Figure I. 1: Organigramme générale du MFG

CHAPITRE II : Généralités

sur le verre

II.1 Historique

Avant de définir le verre et ses différents composants du point de vue scientifique, il paraît intéressant d'évoquer l'histoire de sa découverte au moment où il connaît une expansion spectaculaire en termes d'utilisation.

Tout au long de son histoire, le verre a sans cesse modifié le regard, que les hommes lui ont porté. Il est aujourd'hui un matériau omniprésent dans notre quotidien, est connu à l'état naturel depuis la préhistoire. Pourtant, plusieurs millénaires ont été nécessaires pour maîtriser la fabrication de ce matériau et le rendre transparent.

Le verre existe déjà naturellement depuis plusieurs centaines de milliers d'années. L'homme du préhistorique l'utilisa, pour la première fois, il y a 100 000 ans sous forme d'obsidienne (verre naturel d'origine éruptive) ; Après sa découverte, il s'est familiarisé avec ce matériaux et a promotionné son utilisation dans tous les domaines, pour fabriquer des outils, des armes coupantes et des bijoux [1]

Les premiers verres fabriqués par l'homme sont originaires de Mésopotamie, de Syrie puis d'Égypte. Des potiers Egyptiens ont fabriqué le premier verre tout à fait par accident, en cuisant leurs poteries. Le premier verre était un émail, mélange de sable et d'autres minéraux fondus sur la surface d'objets en céramique. Il y a trois mille ans, des artisans découvrirent que si l'émail avait une épaisseur suffisante, il pouvait servir seul à fabriquer des objets sans pour autant qu'il soit supporté par la terre cuite. Ils ne sont pas encore transparents ou translucides mais opaques, de couleur verte ou bleue. Le verre transparent a été découvert à Sidon (Phénicie), probablement à cause de la pureté des sables de la région [2].

En Ve et Xe siècle est apparue la fabrication de verre plat soufflé, cette fabrication se faisait par deux techniques à savoir:

- Le soufflage en couronne : produit dans l'Ouest de la France et en Angleterre où sa production dura jusqu'au XIXe siècle. Le verre plat ne prit son essor qu'à partir de l'invention de ce nouveau procédé. Il s'agit d'abord d'un vase soufflé à fond plat, que l'on fait ensuite tourner face à l'ouverture d'un four.

- Le soufflage en manchon : Produit dans l'Est de la France et en Europe centrale. C'est un cylindre de verre obtenu par l'allongement de la paraison cueillie par le verrier, puis fondu, ramolli et aplati. Ces procédés furent utilisés durant tout le moyen âge pour la fabrication des vitraux.

II.2 Définition du verre

Le mot verre peu prendre des significations variées. Si dans le langage courant ce terme sert à désigner un matériau fragile et transparent, bien connu depuis l'antiquité, dans le langage scientifique sa portée est plus vaste mais aussi plus difficile à définir avec précision.

L'ASTM (American Society for Testing Materials) [3] définit le verre en tant que : « produit non organique, qui a été refroidi après la fusion en conditions sévères, toute en évitant la cristallisation ».

Cependant, J. Zarzycki, directeur du laboratoire des verres de l'Université de Montpellier en 1982, lui préfère la définition [4] suivante : « Le verre est un solide non cristallin présentant un phénomène de transition vitreuse. L'état physique correspondant est l'état vitreux. ».

Donc à la fin on peut dire que :

- Le verre est amorphe, mais tous les amorphes ne sont pas des verres.
- Le verre est un état instable de la matière, il est caractérisé par un ordre à courte distance.
- D'un point de vue thermodynamique, le verre est obtenu à partir d'une phase liquide surfondue solidifiée au point de transition vitreuse, T_g .

II.3 Les types du verre

II.3.1 Naturels

II.3.1.1 Fulgurite :

La fulgurite est un verre naturel très pur, obtenue par fusion du sable lors d'un impact de foudre (décharge électrique entre des nuages et le sol). Généralement de forme creuse et quasi cylindrique, il est aussi totalement opaque étant donné le grand nombre d'impuretés qu'il renferme. Celui-ci semble avoir été peu utilisé tout au long de l'histoire [5].



Figure II. 1: Photo d'un fragment de la fulgurite.

II.3.1.2 Verres basaltiques

Ce sont des verres trempés naturellement et rapidement dans l'air ou dans l'eau. Ils proviennent essentiellement d'une zone volcanique active, comme celui de l'île d'Hawaï.

Leur teneur en silice est relativement faible: entre 49 et 54 %. En revanche, leur teneur en fer est toujours élevée : entre 7 et 11% Fe^{2+} , et la teneur en éléments alcalino-terreux (Mg & Ca...) est assez forte : entre 17 et 20%.

Ces verres basaltiques peuvent prendre une couleur verte liée à la présence de fer ferreux dans la matrice vitreuse ou une couleur brune liée au fer ferrique [6].

II.3.1.3 L'obsidienne

D'origine volcanique, l'obsidienne est essentiellement une lave qui refroidit très vite ce qui empêche toute cristallisation.

La composition chimique des obsidiennes est différente de celle des basaltes. Plus riche en silice (71 à 77 %), leur magma d'origine donne des laves extrêmement visqueuses, ce qui explique la faible vitesse de refroidissement.

Les obsidiennes sont également plus riches en éléments alcalins et relativement pauvres en éléments alcalino-terreux (0,5 à 2 %). La teneur en fer est comprise entre 0,2 et 4 %.

Souvent anhydres, elles peuvent contenir jusqu'à 2% d'eau [6].



Figure II. 2: Schémas montrant différents types d'obsidienne

II.3.1.4 Tectites

Proviennent de la solidification de roches fondues vaporisées, dans l'atmosphère, au moment de l'impact des météorites avec la surface de la terre.

Elles sont riches en silice (60 à 80 %), elles possèdent également une forte teneur en alumine (8 à 16 %) et de 3 à 4% d'éléments alcalins, leur couleur varie du jaune au vert. Lors de l'impact, le matériau est fondu et éjecté dans l'atmosphère sous forme de gouttes de liquide silicaté. Lors de sa trajectoire dans l'atmosphère, le matériau prend des formes spécifiques durant la trempe et peut être transporté sur des centaines voire des milliers de kilomètres [7].

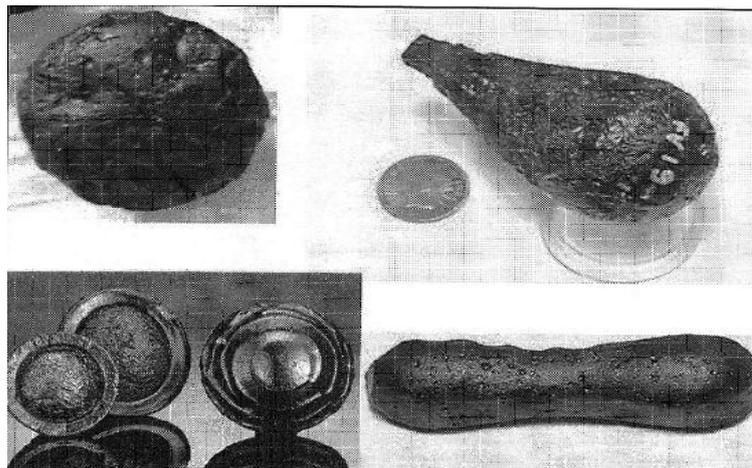


Figure II. 3: Schémas montrant différentes formes de tectites

II.3.2 Industriel

II.3.2.1 Les verres plats

Les vitres étaient jadis fabriqués par étirage (procédé Pittsburgh), et les glaces par laminage, suivi d'un travail mécanique. Actuellement, on prépare les verres de vitrage 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 18mm.

II.3.2.2 Les verres creux

Les verres creux sont utilisés pour fabriquer les bouteilles, les flacons, les tubes, les ampoules, les briques et les pavés. La composition du verre est différente suivant le produit fabriqué. Pour un contenant de produits alimentaires, on emploie un verre sodocalcique. Une quantité déterminée du verre fondu est introduite dans un moule et pressée vers 400-450°C. Les moules sont en acier spéciaux et leurs surfaces souvent chromées. Les presses à main permettent de fabriquer jusqu'à 300 pièces/heure et les presses automatiques (comportent une série de moules) jusqu'à 1000 pièces/heure. Le procédé primitif de soufflage à la bouche, encore pratiqué dans la verrerie d'art ou scientifique a été mécanisé pour augmenter les rendements [8].

II.3.2.3 Les fibres de verre

Elles sont obtenues par étirage de verre fondu, jusqu'à ce qu'elles présentent un diamètre compris entre 0,5 et 15 μm . 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.

Parmi les procédés de fabrication des fibres de verres, il y a l'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 [9].

II.4 Les propriétés du verre

II.4.1 Les propriétés physiques :

Densité :

La densité du verre est de 2,5, soit une masse de 2,5 kg/m² et par un mm d'épaisseur pour les vitrages plans. La masse volumique, exprimée dans le système d'unités légal, est de 2500 kg/m³. Un m² de verre 4 mm a donc une masse de 10 kg.

II.4.2 Les propriétés mécaniques :

II.4.2.1 La dureté

La dureté d'un matériau définit la résistance qu'oppose sa surface à la pénétration d'un poinçon, par exemple une bille en acier trempé (dureté Brinell) ou une pyramide en diamant (dureté Vickers).

Vis-à-vis la dureté, le verre se divise en deux types :

- ✓ Les verres durs : des verres à faible coefficient de dilatation qui se ramollissent à température élevée.
- ✓ Les verres tendres : à coefficient de dilatation élevé qui se ramollissent à température relativement basse.

II.4.2.2 Résistance à la compression

La résistance du verre à la compression est très élevée : 1000 N/mm² ou 1 000 MPa.

Ceci signifie que, pour briser un cube de verre de 1 cm de côté, la charge nécessaire est de l'ordre de 10 tonnes.

II.4.2.3 Résistance à la flexion

Un vitrage soumis à la flexion a une face en compression et une face en extension.

La résistance à la rupture en flexion est de l'ordre de :

- 40 MPa (N/mm²) pour un verre float recuit.
- 120 à 200 MPa (N/mm²) pour un verre trempé (suivant épaisseur, façonnage des bords et type d'ouvrage).

II.4.2.4 Elasticité

Un corps solide subit une déformation sous l'action d'une force de déformation, si cette déformation disparaît par suppression de la force, le corps est appelé élastique. La loi de HOOK exprime que la déformation D est proportionnelle à la contrainte σ appliquée.

$$\sigma = E.D$$

Le verre est un matériau parfaitement élastique : il ne présente jamais de déformation permanente. Il est cependant fragile, c'est-à-dire que, soumis à une flexion croissante, il casse sans présenter de signes précurseurs.

Cependant sa résistance à la compression est importante : il faut une pression de 10 tonnes pour briser un centimètre cube de verre.

La vitesse maximale de fissuration du verre v_m est définie par l'expression suivante:

$$V_m = 0.38\sqrt{E/\rho}$$

Avec :

E : module d'Young.

ρ : la masse volumique.

II.4.2.5 Module d'Young E

Ce module exprime la force de traction qu'il faudrait théoriquement appliquer à une éprouvette de verre pour lui communiquer un allongement égal à sa longueur initiale. Il s'exprime en force par unité de surface. Pour le verre, selon les normes européennes :

$$E = 7 \times 10^{10} \text{ Pa} = 70 \text{ GPa.}$$

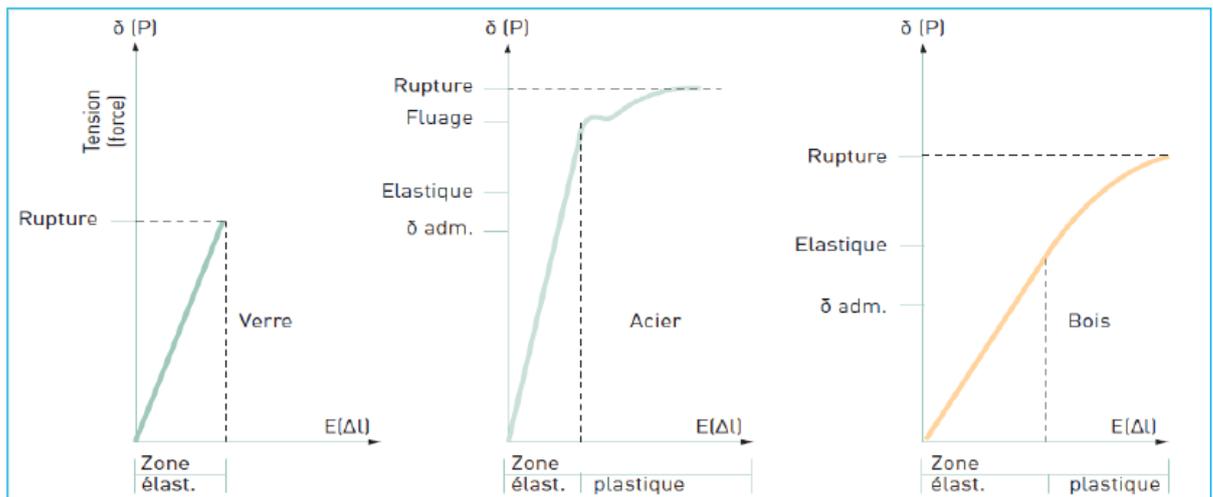


Figure II. 4: Courbes d'évolution contrainte-déformation pour le verre, l'acier et le bois.

II.4.2.6 Coefficient de poisson

Lorsqu'une éprouvette subit un allongement sous l'influence d'une contrainte mécanique, on constate un rétrécissement de sa section. Le coefficient de Poisson est le rapport entre le rétrécissement unitaire sur une direction perpendiculaire au sens de l'effort et l'allongement unitaire dans la direction de l'effort. Pour les vitrages du bâtiment, la valeur du coefficient ν est de 0,2.

II.4.3 Les propriétés thermiques :

II.4.3.1 La conductivité thermique

Par rapport aux métaux, la capacité du verre à transférer la chaleur est certes faible, mais elle est élevée par rapport aux matériaux d'isolation courants. Elle joue cependant un rôle peu significatif pour les applications pratiques dans les bâtiments, car l'exceptionnelle isolation

thermique offerte par les verres isolants en particulier s'appuie sur l'effet des traitements isolants.

II.4.3.2 La dilatation thermique

Lorsqu'on le compare à d'autres matériaux, le verre présente une faible dilatation thermique qui, de plus, dépend de sa composition, il se brise s'il subit un brusque changement de température car les différentes parties du verre ne se réchauffent pas en même temps.

Le coefficient de dilatation thermique de $9,0 \times 10^{-6}/K$ signifie qu'une plaque de verre flotte d'un mètre de long soumise à une augmentation de température de $100^\circ K$ se dilate de 0,9mm. Pour l'aluminium, la valeur analogue serait de 2,4mm.

Tableau II. 1 : Coefficient de dilatation thermique pour différents matériaux.

Matériau	Dilatation thermique
Verre sodocalcique (verre flotté, verre à vitre, verre décoratif)	$9 \times 10^{-6}/K$
Verre borosilicaté	$3 \text{ à } 4 \times 10^{-6}/K$
Verre de quartz	$0,5 \times 10^{-6}/K$
Verre céramique	$10^{-6}/K$
Aluminium	$24 \times 10^{-6}/K$
Acier	$12 \times 10^{-6}/K$
Béton	$10 \text{ à } 12 \times 10^{-6}/K$

II.4.4 Propriété optique

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.

Tableau II. 2: Coefficient de dilatation thermique pour différents matériaux.

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 nm	Environ 51%

II.4.4.1 Transmission de la lumière / taux de transmission lumineuse (TL) :

Le taux TL d'un vitrage correspond à la proportion en pour-cent du rayonnement solaire dans la plage de lumière visible (380 à 780 nm) transmise de l'extérieur vers l'intérieur.

II.4.4.2 Absorption de la lumière / taux d'absorption lumineuse (AL):

Le taux AL correspond à la proportion du rayonnement solaire dans la plage de lumière visible (380 à 780 nm) absorbée par le vitrage. L'absorption de la lumière est une valeur caractéristique moins utilisée que les autres.

II.4.4.3 Réflexion de la lumière / taux de réflexion lumineuse (RL) :

Le taux RL exprime la proportion en pour-cent du rayonnement solaire dans la plage de lumière visible (380 à 780 nm) réfléchi par le vitrage.

II.4.4.4 Transmission du rayonnement / taux de transmission énergétique directe (TED)

Le taux de transmission énergétique désigne la proportion du rayonnement de l'ensemble du spectre solaire susceptible de traverser le vitrage.

II.4.4.5 Absorption du rayonnement / taux d'absorption énergétique (AE) :

Le taux d'absorption énergétique exprime la proportion du rayonnement de l'ensemble du spectre solaire absorbée par le vitrage.

II.4.4.6 Réflexion du rayonnement / taux de réflexion énergétique (RE) :

Le taux de réflexion énergétique exprime la proportion du rayonnement de l'ensemble du spectre solaire réfléchi directement vers l'extérieur par le vitrage.

II.4.4.7 Le coefficient U :

Le coefficient de transmission thermique (coefficient U) est une unité de mesure permettant de connaître la déperdition thermique au niveau d'un élément de construction. Il exprime la quantité de chaleur passant à travers une surface de 1 m^2 pendant une unité de temps en présence d'une différence de température de 1 kelvin. Plus la valeur du coefficient U est faible, plus la déperdition de chaleur vers l'extérieur est limitée, ce qui se traduit par une réduction sensible de la consommation d'énergie.

II.5 Le verre à couches

II.5.1 Définition :

Par définition, les 'verres à couches' sont des produits verriers de types industriels (très généralement des produits élaborés à partir de verre 'float') qui sont revêtus d'une couche mince, en général composée d'oxydes métalliques. L'épaisseur de cette couche est de l'ordre de 10 nanomètres (soit un centième de micromètre) à 800 nanomètres ($0,8 \mu\text{m}$). Pour optimiser les performances, la couche peut être constituée d'un empilement de plusieurs sous-couches.

Le rôle de cette couche est de modifier le comportement optique (exemples : les vitrages antireflets, les vitrages réfléchissants utilisés pour réduire le facteur solaire), chimique (exemples : les vitrages 'autonettoyants', vitres hydrophobes), électrique (dépôts conducteur électrique et transparent) ou encore mécanique (exemple : les traitements contre les rayures).

II.5.2 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, cette dernière couche peut être du nitrure de silicium).

II.5.3 Nature des couches, procédés de dépôt

Il existe plusieurs techniques de formation de couches minces sur du verre :

- l'évaporation sous vide : la matière à déposer est chauffée sous vide, s'évapore puis se dépose sur la surface du verre.
- la pulvérisation cathodique : les atomes d'un gaz sont ionisés sous champ électrique élevé, sont accélérés et sont projetés sur une cible constituée du matériau à déposer. Les atomes éjectés de la cible se déposent sur le substrat en verre. Cette technique est nommée selon le sigle PVD (Physical Vapor Deposition). La température de la surface du verre n'est pas élevée.
- la projection de composés sur la surface chaude du verre : les composés se transforment en oxydes au contact de la surface chaude du verre : c'est la technique de dépôt chimique CVD (Chemical Vapor Deposition).
- procédé 'sol-gel' : un composé organo-métallique est déposé sur le substrat immergé dans une solution ('dip coating'). Le composé est transformé en oxyde métallique par traitement à haute température.

Si le dépôt de la couche a lieu 'en ligne' à haute température l'adhérence et la durabilité sont assurées et il s'agit de 'couche dure' (typiquement la technique CVD).

La technique de dépôt à basse température (après élaboration du verre) produit des couches appelées 'couches tendres' (typiquement PVD).

Les performances optiques en termes d'émissivité des couches 'tendres' sont meilleures que celles des couches 'dures', mais leur durabilité mécanique et chimique est moindre. Par exemple, l'émissivité de couches dures est de l'ordre de 0,2 tandis que l'émissivité des couches 'tendres' peut être aussi basse que 0,04 [10].

CHAPITRE III : Procédé du verre Float

III.1 Définition

Le verre float est un type de verre fabriqué par flottage sur un lit de métal fondu, (généralement l'étain), le plomb et d'autres alliages à bas point de fusion ont été utilisés dans le passé. Cette méthode qui a été inventée par Sir Alastair Pilkington en 1952, donne à la feuille du verre une épaisseur uniforme et une surface très plane et un polissage ultérieur est inutile [11,12]. Afin d'éviter toute oxydation du bain, la production du verre se fait sous atmosphère contrôlée neutre ou légèrement réductrice.

Dans ce procédé, 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.

Le ruban de verre est ensuite lentement refroidi jusqu'à complet durcissement et recuit. Le ruban ainsi obtenu est d'épaisseur régulière qui est ensuite découpé en plaques pour livraison.

Actuellement le procédé float est le plus utilisé pour produire du verre plat de haute qualité au niveau mondial [13].

III.2 Matières premières pour la formation du verre Silicate Sodo- Calcique :

La préparation du mélange vitrifiable constitue le premier stade de la fabrication du verre. Celle-ci comprend la réception, la pesée, le mélange des matières premières et le transport du mélange vitrifiable vers le four. Les matières premières employées dans la fabrication du verre sont :

III.2.1 Sable (SiO₂)

Le sable est la principale matière première dans la fabrication du verre, Il s'agit d'une substance naturelle et courante qui représente 70% de la masse totale du verre, Intervenant dans sa fabrication. Car il constitue la plus importante source de SiO₂. Composés à plus de 99 % de SiO₂ (sable de quartz riche en SiO₂), ils apportent la silice (ayant un rôle d'oxyde formateur de réseau). Sa structure est à base de tétraèdre « SiO₄ »

Les risques potentiels au niveau de cette matière première sont essentiellement liés aux impuretés comme l'oxyde de fer (Fe₂O₃) que sa teneur doit être régulière afin d'éviter l'altération de la couleur et les minéraux lourds qui sont difficilement fusibles et se manifestent dans le produit final sous forme d'inclusions solides [14].

Le point de fusion du sable est trop élevé. Pour que la fusion soit économique, il faut ajouter un fondant, tel que l'oxyde de sodium, pour abaisser la température de fusion.

III.2.2 Carbonate de soude (Na_2CO_3)

C'est la source principale d'oxyde de sodium Na_2O qui est l'alcalin le plus employé comme un oxyde modificateur qui dépolymérise le réseau des oxydes formateurs.

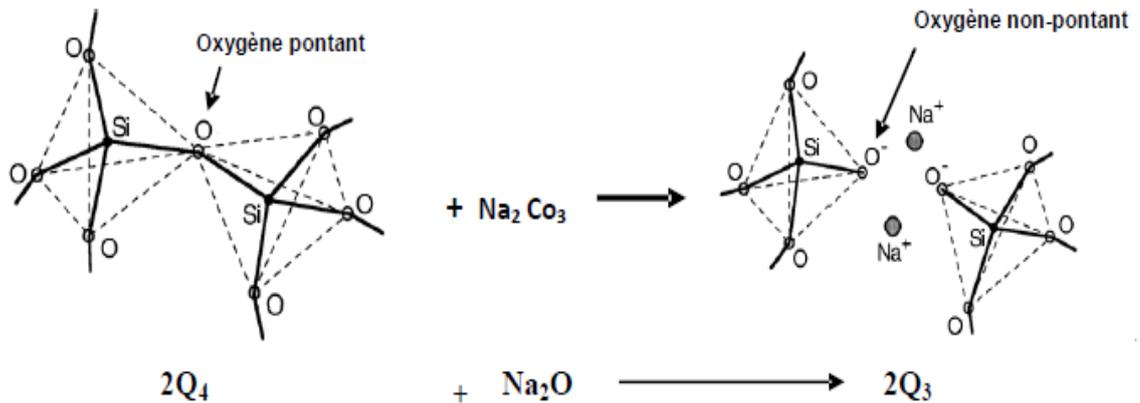


Figure III. 1: Rupture d'une liaison SiO par introduction d'une molécule NaO dans le réseau de silice.

En apportant un oxygène supplémentaire, chaque molécule Na_2O , provoque la coupure d'une chaîne —O—Si—O—Si—O— et la formation de deux groupements —O—Si—O . Lorsqu'on ajoute du Na_2O à la silice on note la diminution de la viscosité, augmentation du coefficient de dilatation et la conductivité électrique mais surtout une baisse importante de la température de fusion (liquidus) [15].

III.2.3 Dolomie ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$)

La dolomie est une roche carbonatée contenant à la fois de la chaux et de la magnésie dans des proportions sensiblement égales.

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.

Aussi, 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 [16].

III.2.4 Calcaire (CaCO₃)

Le calcaire, roche constituée de carbonate de calcium, il est riche en oxyde de calcium (CaO) (plus de 58%), permet d'ajuster la teneur en calcium du verre produit. Il apporte CaO qui améliore la résistance chimique des verres sodiques en diminuant fortement leur solubilité, aussi il entraîne l'augmentation de la densité, du coefficient de dilatation thermique et de l'indice de réfraction. Cependant, il décroît la résistance mécanique [17].

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.



III.2.5 Feldspath [(K,Na) AlSi₃O₈]

Le feldspath est une matière première difficilement fusible.

L'alumine (Al₂O₃) est appelée l'intermédiaire, quand il est seul cet oxyde ne vitrifie pas, mais agit comme formateur de verre une fois combiné avec d'autres oxydes comme la silice (Aluminosilicates). Il est ajouté afin d'améliorer la résistance chimique et d'augmenter la viscosité à basse température.

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 (*figure*). Chaque Al₂O₃ introduit fait disparaître la paire d'oxygènes non-pontant.

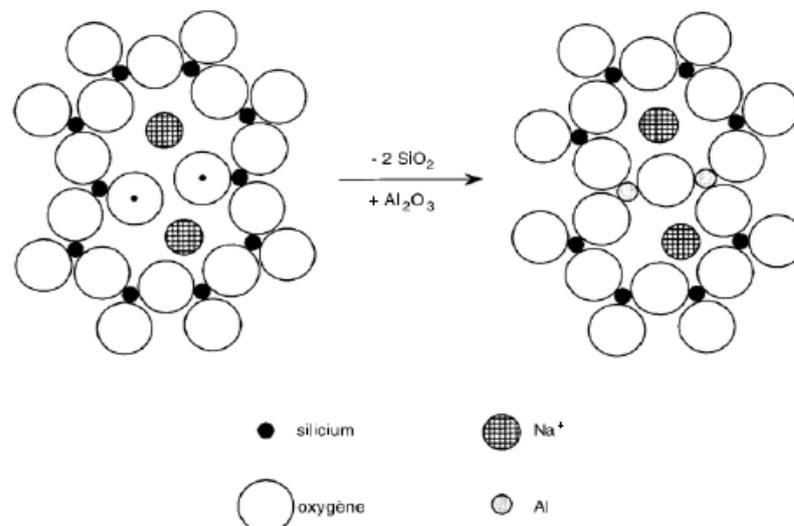


Figure III. 2: Substitution de deux molécules SiO₂ par une molécule Al₂O₃ dans la structure d'un verre de silicate (l'introduction de deux Al fait disparaître deux oxygènes non-pontant).

III.2.6 Sulfate de soude (Na₂SO₄)

Le sulfate de sodium est un courant de composé chimique formé d'un ion sulfate et de deux ions sodium. Une fois sèche, il prend l'aspect d'un solide cristallin blanc avec la formule chimique Na₂SO₄, il est également utilisé pour la fabrication des détergents.

L'ajout de sulfate de sodium permet l'élimination efficace des bulles encore piégées dans le liquide. Le sulfate de sodium se décompose en effet à partir de 1300 °C pour former du SO₂ et de l'O₂ gazeux :



Il a pour rôle de faire grossir les bulles existantes et de brasser le liquide, permettant ainsi son homogénéisation. Il s'agit de l'étape d'affinage [18].

III.2.7 Charbon

Le charbon est une roche sédimentaire utilisé comme combustible et formée à partir de la dégradation partielle de la matière organique dans des plantes, il est considéré comme un très bon adsorbant pour quelques opérations unitaires.

Il est utilisé dans le mélange vitrifiable comme un réducteur d'oxygène libéré lors de la décomposition de Na₂SO₄ selon la réaction suivante :



III.2.8 Oxyde de fer

Ajouté avec des faibles quantités, il est considéré comme un agent colorant, il donne au verre sa couleur verdâtre.

Il y a des circonstances où l'oxyde de fer donne au verre une teinte bleue, et dans l'autre donne une teinte jaune, dans ces deux cas le fer se trouve à des degrés différents d'oxydations.

Le second rôle d'oxyde de fer est d'assurer la stabilité de régime thermique dans le four de fusion grâce à sa bonne conductivité thermique.

L'oxyde de fer est considéré aussi comme régulateur de la transmission lumineuse du verre.

III.2.9 Calcin

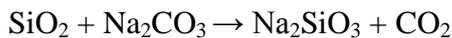
C'est la matière première la plus importante en volume devant le sable et la seconde en coût derrière le carbonate. Le calcin est du verre de récupération qu'on emploie comme matière première [19].

III.3 La fusion :

La fusion du verre est la transformation du mélange vitrifiable en un liquide visqueux homogène. Celle-ci s'opère à des températures de l'ordre de 1400 à 1650° C.

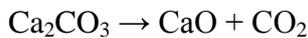
Les matières premières (mélanges vitrifiable), pesées et mélangées sont introduites dans le four de fusion à flamme transversale, où la fusion a lieu à une température de 1550 °C .Au cours de cette fusion, le mélange vitrifiable est transformé en une masse liquide dans laquelle se dissolvent même les particules les moins miscibles, c'est-à-dire les plus riches en SiO₂ et pauvres en Na₂O.

Le carbonate de sodium fond, lorsqu'il est seul, à 850° C. Mais des 775° C, il commence à réagir avec les grains de sable :



Chaque grain de sable dégage des bulles de dioxyde de carbone dans un liquide qui devient de plus en plus visqueux à mesure que le carbonate se transforme en silicate.

Quant aux grains de calcaire, ils ne fondent pas mais perdent leur CO₂ en se transformant en chaux :



La dolomie se décompose de manière analogue, puis CaO et MgO se dissolvent dans la phase liquide dont la composition devient très proche de la composition finale.

On appelle chaleur de fusion, la chaleur à fournir pour obtenir un kilogramme de verre à partir du mélange vitrifiable. Pour la composition sodo-calcique, elle vaut environ 0,73 kWh.kg⁻¹.

Lors de son passage dans le four, le verre est non seulement refroidi mais également retenu assez longtemps pour éliminer les bulles de gaz grâce à des substances en faible concentration, et enfin un conditionnement thermique qui sert à abaisser la température du verre, et stabiliser le régime thermique dans le four ; et donc à la diminution des défauts et à l'augmentation de rendement. Cette opération est appelée affinage du verre [20].

III.3.1 Four de verrerie MFG :

III.3.1.1 Conception du four :

Le four de fusion du **Méditerranéen Float Glass (MFG)** est un four à flamme transversale avec une capacité de fusion de 600 tonnes/jour. Dans ce type de four régénérateur à flamme transversal dans la ligne de production, est prévu 6 paires de brûleurs et en utilisant le gaz naturel comme combustible principal. Cette conception répond aux différentes étapes

d'élaboration du verre (figure V.1), qui se décompose en différentes phases (fusion, affinage, et conditionnement) auxquelles correspondent différentes zones : une zone d'enfournement, une zone de fusion, une zone d'affinage, la gorge (le barrage, le malaxeur), et une zone de conditionnement (bassin de repos).

Le four à régénérateurs à brûleurs transversaux est constitué essentiellement des briques réfractaires qui résistent à la chaleur, avec une couche externe des briques d'alumine qui minimisent les pertes de chaleur et soutenu à l'aide d'une structure en acier refroidie en permanence.

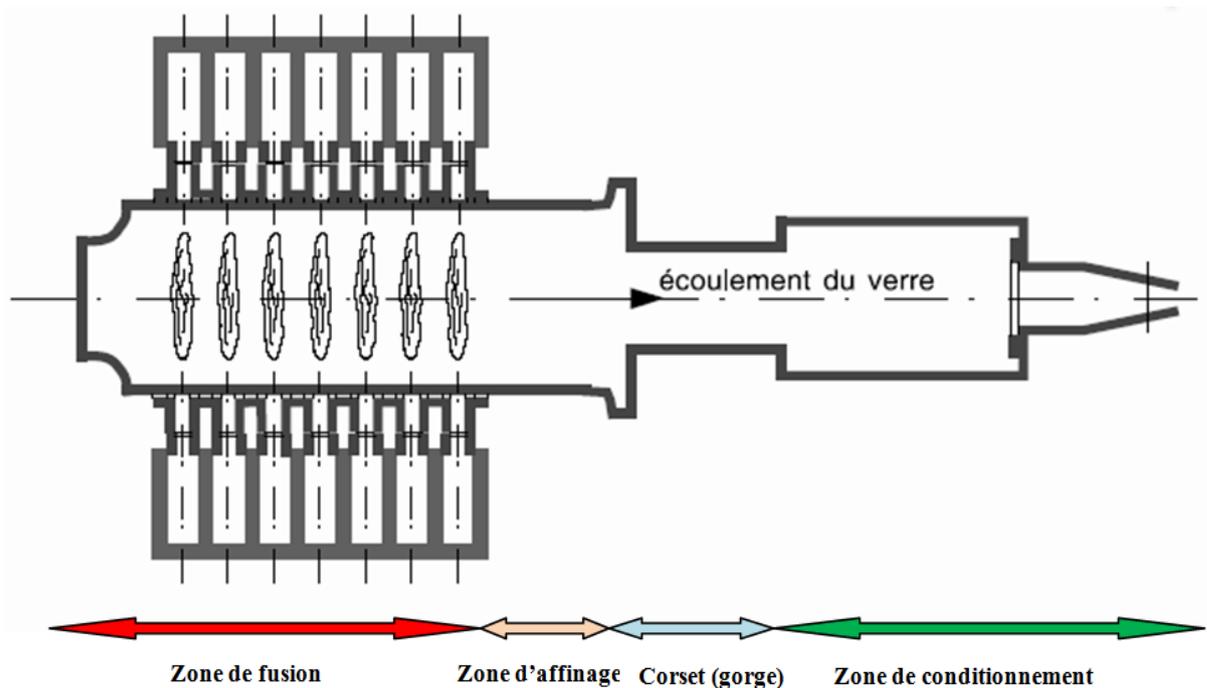


Figure III. 3:Zones de fusion dans le four a régénérateurs (Vue de haut).

➤ **Zones du four régénérateur à flamme transversal :**

a)Enfournement :

Le four est équipé par quatre enfourneuses qui font l'alimentation du four par les matières premières. Les enfourneuses utilisées sont fabriquées par la société ZIPPE d'Allemagne.

b) Zone de fusion :

Lieu de transformation de la matière première en verre, elle s'étale depuis l'enfournement jus qu'au dernier pore. Elle comporte plusieurs parties complémentaires entre elles (corps de fusion, colliers brûleurs, chambres régénératrices, système d'inversion, carneaux principaux et secondaires), qui sont montrées dans la coupe transversale du four de la figure III.5 en dessous.

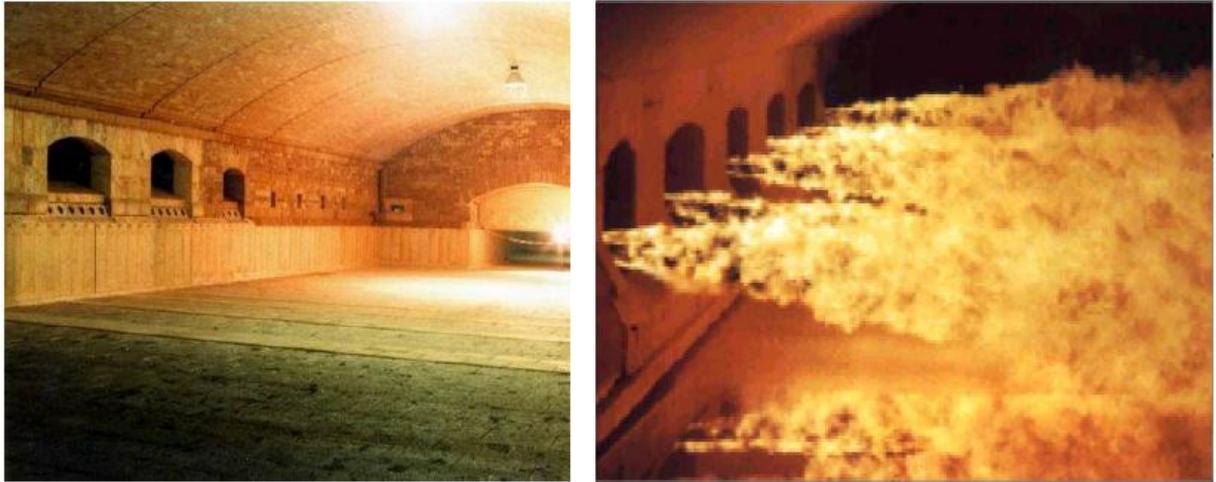


Figure III. 4:Chambre de fusion (four de l'industrie MFG).

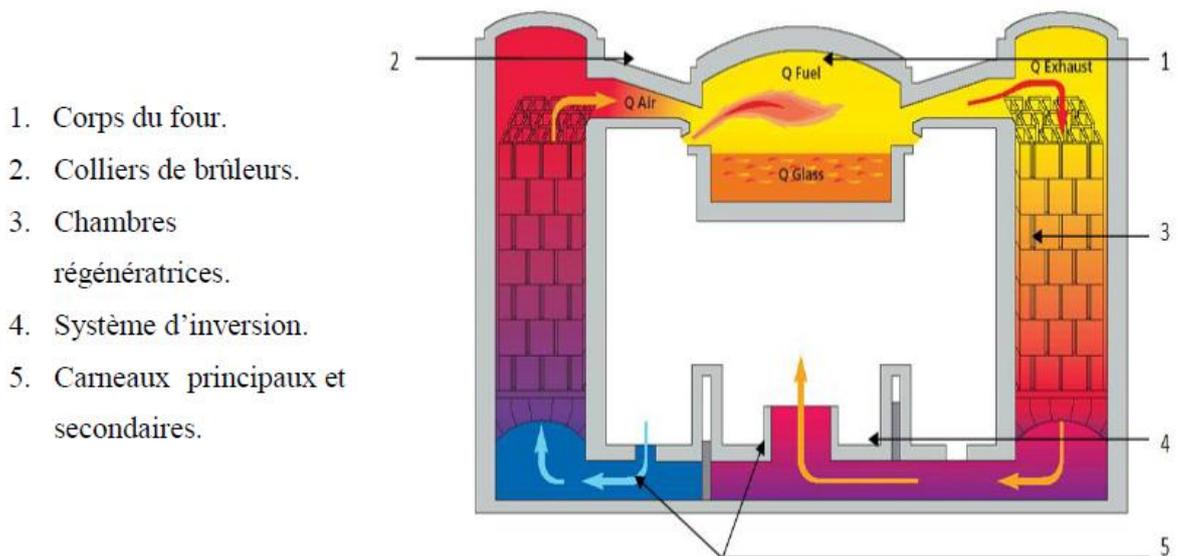


Figure III. 5:Four à brûleurs transversaux (coupe transversale).

b).1 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 trois injecteurs à flamme horizontale et à haute pression. Sauf le 6^{ème} port, où il y a deux injecteurs seulement. Ces injecteurs permettent l'introduction du CH_4 pour l'allumage des flammes qui peuvent atteindre une longueur de 8m, soit les trois quart ($\frac{3}{4}$) de la longueur du four.

b).2 Chambres régénératrices :

Les chambres de régénération (voir figure III.5) sont reliées au four par les **colliers de brûleurs**, qui sont conçu d'une couche interne de brique en silice 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°C (*Figure III.6 et Figure III.7*). Elles fonctionnent suivant l'allumage de la flamme, elle permet l'alimentation de la flamme en oxygène de son côté, et du côté opposé, elle permet d'évacuer la fumée et maintenir la brique chaude par la chaleur, d'où le terme de régénérateur.

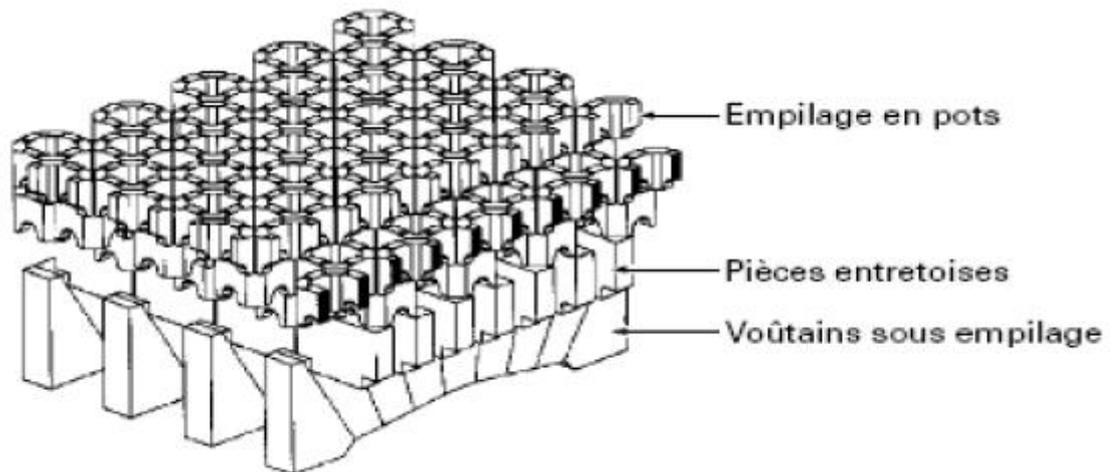


Figure III. 6: Brique d'empilage de la chambre régénératrice.

L'inversion est assurée par un système mécanique qui permet d'inverser la flamme de part et d'autre tous les 20min. Les fumées sont évacuées dans un long couloir appelé **carneau principal** vers une cheminée d'une longueur de 82.5mètres.

b).3 Système de régénérateurs :

L'empilage de briques réfractaires (figure III.8) traversées par de nombreux canaux où circulent alternativement les fumées et l'air de combustion : les fumées cèdent leur énergie aux briques qui la restituent lors du passage de l'air.



Figure III. 7: Photo des briques d'empilage du four MFG.

c) Zone d'affinage :

La zone d'affinage, d'une longueur de 16 mètres, s'étale du dernier port jusqu'à la gorge. Sa paroi est en brique AZS-36# (36% de Zr). Son rôle est le dégazage du verre, c'est-à-dire la libération des bulles d'air qui se trouvent piégés dans le liquide à forte viscosité. Comme l'oxygène (O₂) et le dioxyde de carbone (CO₂).

La vitesse ascensionnelle v d'une bulle de gaz de rayon r dans un liquide de viscosité η vaut :

$$v = \frac{r^2 \rho g}{3\eta}$$

Où ρ est la masse volumique du liquide et g l'accélération de la pesanteur.

À 1450 °C, la viscosité du bain est environ 10 Pa.s. L'application de cette équation à une bulle de 0,1 mm de diamètre montre qu'il lui faut environ 140 heures pour s'élever d'un mètre dans le bain.

L'affinage est l'étape au cours de laquelle disparaissent les bulles de gaz grâce à des substances en faible concentration qui, en se décomposant à la température de fusion du bain, fournissent des gaz qui font gonfler les bulles et accélèrent ainsi leur évacuation. Quand il n'y a plus de microbulles l'affinage est terminé et la décomposition de l'affinant s'arrête aussi.

Dans le cas d'un verre sodo-calcique, l'affinant est à peu près systématiquement un sulfate (de sodium ou de calcium). Sa décomposition peut s'écrire :



Le gonflage des bulles se fait donc avec un mélange de SO₂ et O₂.

d) La gorge :

C'est une réduction intermédiaire entre la zone d'affinage et la zone de conditionnement. Elle permet le réglage du 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. Les briques de paroi sont en AZS-33# (33% de Zr).

Cette homogénéisation est assurée aussi par le courant de convection naturel et l'ascension des bulles (affinage).

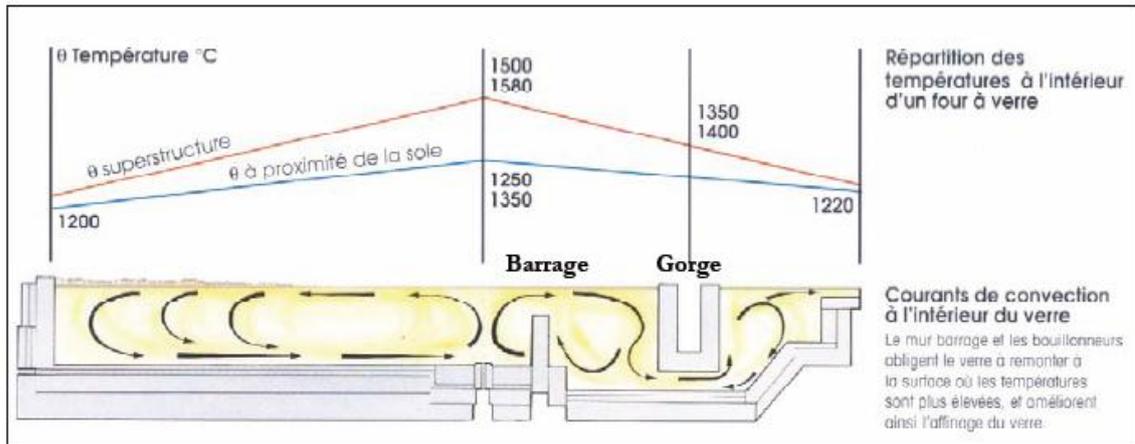


Figure III. 8: Courant de convection dans un four de verrerie

e) Zone de conditionnement :

Le conditionnement thermique sert à abaisser la température du verre, car au début de l'opération de mise en forme, la viscosité du liquide doit être au moins dix fois plus élevée que pendant l'affinage.

Sur une longueur de 16 mètres, elle s'étend de la gorge jusqu'au bain d'étain. Elle est aussi appelée zone de repos. Son rôle est de conditionner le verre à une température de 1100°C environ.

Pour éviter les forts gradients de viscosité, on fait en sorte que ce refroidissement soit très lent. Autrefois on laissait le pot contenant le verre dans le four que l'on cessait d'alimenter en combustible (par injection d'air).

Parmi les bénéfices de cette opération est la stabilité de régime thermique dans le four, et donc la diminution des défauts et l'augmentation de rendement.

III.3.2 Processus de fusion du verre dans le four :

C'est la transformation que subit la matière première elle comporte cinq (05) étapes :

III.3.2.1 Formation des silicates :

Elle s'établit à une température entre 800°C et 900°C par :

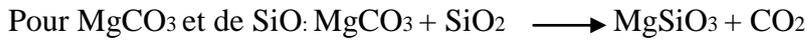
-Élimination de l'eau présente dans la matière première par vaporisation dans le 1^{er} port du four.

- La dissolution des sels qui composent la matière première, et qui sont démontrés par les réactions suivantes au niveau des trois premiers ports :



- Les différentes transformations des structures moléculaires (tirade, rotation.....etc.) subites par un gradient élevé de température.

- Formation des silicates : Ils se forment suivant les réactions suivantes :



- Formation des sels double : cette réaction se forme par fusion de deux sels ex : Na_2CO_3 et CaCO_3 formant $\text{CaNa}_2(\text{CO}_3)_2$, qui a pour rôle d'accélérer le procédé de fusion de la silice et de diminuer sa température de fusion.

III.3.2.2 Formation du verre :

C'est le passage de la matière de l'état solide à l'état liquide (fondu). Elle se passe au niveau du 4^{ème} port à une température de 1575°C environ. Le processus de fusion des grains de la silice est très lent. La vitesse de formation de verre dépend de :

- la vitesse de fusion des grains de la silice
- la température de fusion.
- la composition de verre.
- la granulométrie des sables.
- l'humidité des matières premières.

III.3.2.3 Affinage du verre :

C'est le dégazage du liquide des bulles de gaz emprisonnées à l'intérieur à une température entre 1400 °C et 1500°C. Ces bulles proviennent de :

- Air de combustion.
- Des gaz dégagé pendant la fusion.
- De la variation de la compositions chimique par l'influence de la température.
- Des sels volatile (borate, chlorure, fluorure, sulfate, S, H₂, H₂S).
- Par le contact du verre avec les parois, pots, cuves.....etc.
- Par inclusion d'un solide dans le verre.

III.3.2.4 Homogénéisation :

Elle se fait généralement par différentes manières : soit par un courant de convection naturel qui se fait par différence de densité suivant la température et aussi peut se faire par un mouvement des bulles d'air (affinage), ou par action mécanique à l'aide d'un brassage mécanique avec les malaxeurs au niveau de la gorge.

III.3.2.5 Refroidissement :

Le refroidissement sert à amener le verre à la viscosité exigée pour la mise en forme, ce qui permet en outre la dissolution des bulles restantes suivant le procédé de formage.

III.4 Mise en forme du verre float

III.4.1 Principe :

A sa sortie du four, le verre fondu est dirigé dans un canal où il coule sur un bain d'étain en fusion. Ce lac d'étain liquide est à une température d'environ 1050°C et fournit une surface parfaitement plane. Du fait de sa densité très inférieure à celle du métal, le verre "flotte" sur l'étain liquide, ce qui a donné son nom au procédé. Il s'y étale alors en un long ruban continu d'épaisseur naturelle de 6.8mm. C'est l'équilibre des forces de gravité et de tension superficielle qui produit une feuille de verre aux faces bien parallèles et d'une épaisseur uniforme.

III.4.2 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 supérieure, d'une enveloppe métallique inférieure protégée de l'étain par des réfractaires spéciaux et de systèmes de contrôle de la température du ruban de verre et du formage.

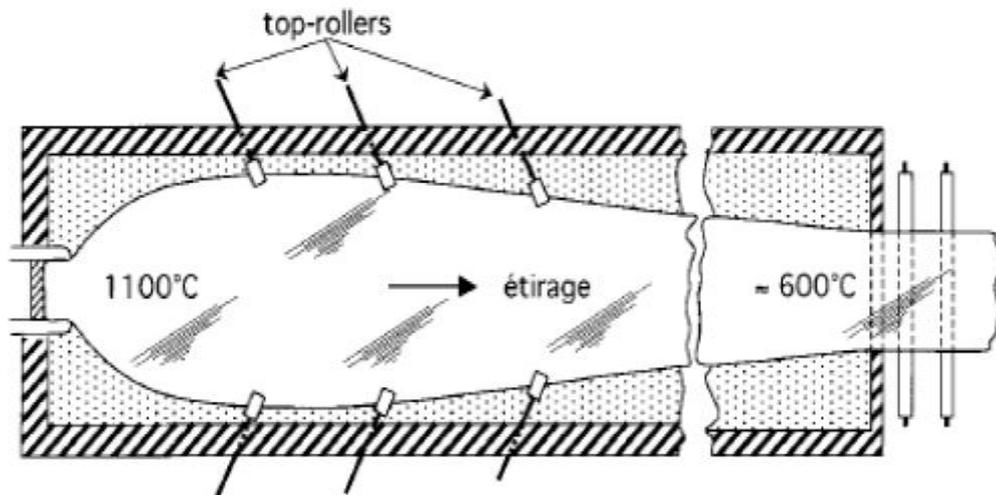


Figure III. 9:Schéma d'une série du Top Rolls (vue de l'intérieur)

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 pur, fondu à une température moyenne de 800 °C.

Des résistances électriques (figure III.4), regroupées en zones de chauffage, permettent une régulation fine de la température du verre qui est progressivement réduite. Pour un débit de verre fixé et une largeur imposée de la feuille, son épaisseur est déterminée par les Top Rolls



Figure III. 10: Résistances électriques du bain d'étain.

III.4.2.1 Top Rolls

Ce sont des roues dentées en acier, refroidies à l'eau et animées d'un mouvement de rotation. Elles sont enfoncées dans le verre, près des bords du ruban. Leurs axes de rotation sont horizontaux mais font un angle avec la direction transversale du ruban ce qui tend à produire l'élargissement de la feuille et par conséquent son amincissement. Comme elles ne touchent que la surface supérieure du verre, on les nomme en anglais Top-Rolls.

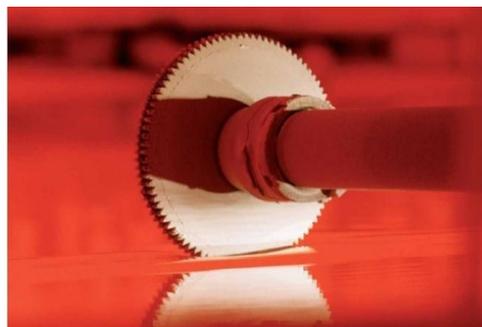


Figure III. 11: Photo représente un Top Roll en contact avec le ruban du verre.

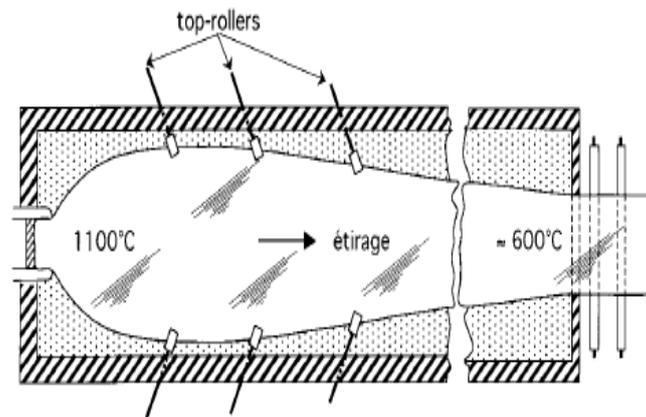


Figure III. 12: Schéma d'une série du Top Rolls (vue de l'intérieure).

Leur mise en œuvre est maintenant bien maîtrisée ; elles sont universellement utilisées, même pour obtenir du verre épais. Pour un débit de verre fixé et une largeur imposée de la feuille, son épaisseur est déterminée par les Top Rolls avec les mouvements suivants :

- un mouvement transversal pour déterminer la pénétration
- un mouvement rotatif pour déterminer la vitesse d'écoulement du verre
- un mouvement latéral pour déterminer les ongles horizontaux
- un mouvement vertical pour déterminer l'impression



Figure III. 13: Photo d'une série du Top Rolls (vue d'extérieur).

III.4.2.2 Gaz de protection

L'introduction d'un mélange gazeux azote / hydrogène dans le bain d'étain pendant la fabrication de verre plat peut aider à empêcher la formation des défauts dans le verre et à protéger les chambres / équipements dans lesquels le verre est mis en forme.

Une cuve de flottage consomme en moyenne de 1400 à 1600 m³/h d'azote haute pureté, et de 80 à 130 m³/h d'hydrogène haute pureté pour constituer l'atmosphère réductrice.

Le débit d'hydrogène est conditionné par le taux d'entraînement d'oxygène et de soufre dissous dans le verre. Plus ce dernier contiendra d'oxygène et de soufre dissous, plus il faudra d'hydrogène pour réagir avec ces éléments et former de l'H₂O et du H₂S. L'azote sert à diluer l'hydrogène à une concentration de 4 à 10 %. Une trop forte concentration d'hydrogène dans l'atmosphère conduirait à la formation de bulles sous le verre, là où il y aurait dégagement d'hydrogène hors de l'étain.

Les réactions mis en jeux dans le bain d'étain sont :

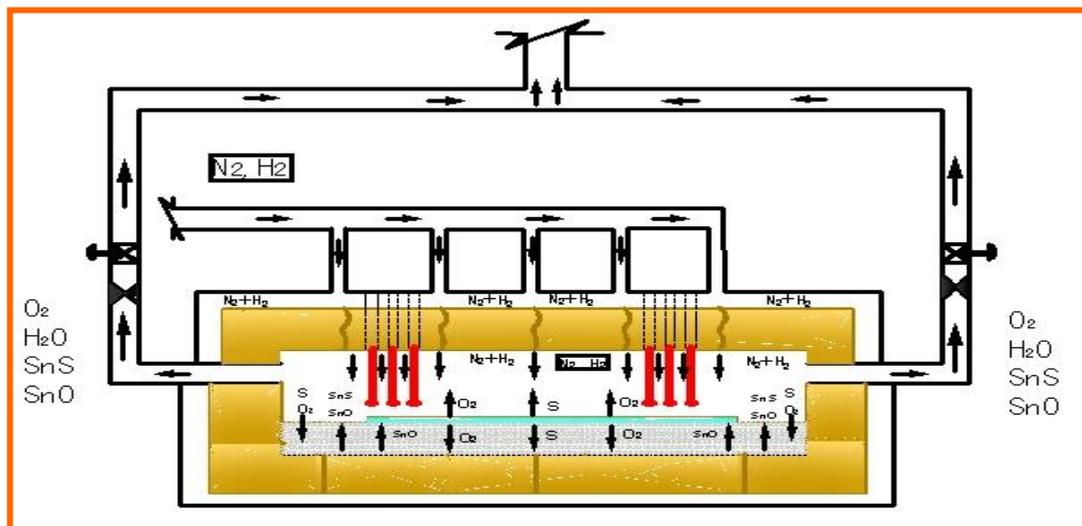
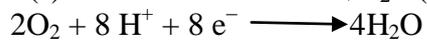
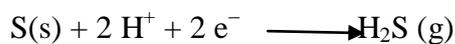


Figure III. 14: Schéma représente une coupe transversale du bain d'étain.

III.4.2.3 Dross-Box

Une zone située à l'extrémité du bain d'étain composée de trois (03) rouleaux inclinés, servant à faire sortir le ruban de verre du bain vers la zone de recuit (étenderie) en évitant la perte d'étain lors du mouvement du ruban du verre.

Le Dross-Box contient aussi quatre (04) rideaux en inox situés en haut qui assurent l'isolation du bain d'étain en arrêtant la pénétration de l'oxygène dans le bain.

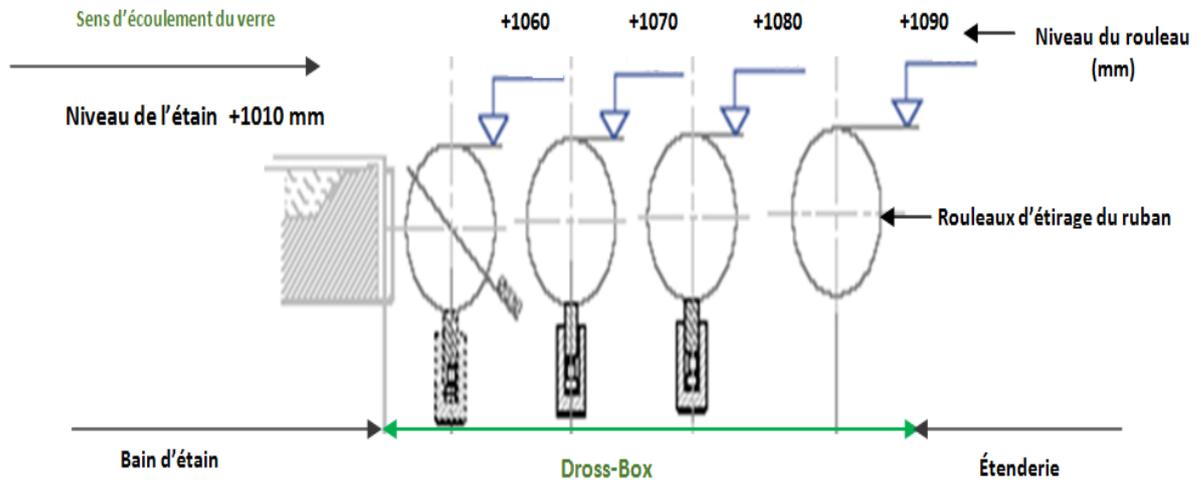


Figure III. 15: Coupe schématique de Dross-Box.

III.4.3 L'étenderie :

A l'entrée de l'arche de cuisson du SO_2 est vaporisé sur les deux côtés du ruban. Ce traitement de surface doit protéger le verre, pendant le contact avec les rouleaux et éviter la formation de SnO_2 sur la partie inférieure de la feuille. Le four de la cuisson est divisé en deux zones, chaque zone est constituée de plusieurs sections:

- ✓ **La zone isolante (A₀, A, B₁, B₂, C) :** le mode de refroidissement utilisé dans cette zone est le processus de radiation thermique, il est assuré au moyen des tubes disposés tout au long de la zone.
- ✓ **La zone de refroidissement (D₁, D₂, E, F₁, F₂, F₃):** le processus de refroidissement utilisé est celui de la convection forcée.

Des résistances et des ventilateurs permettent un contrôle précis de la température dans le sens longitudinal et transversal du ruban.

- Les résistances électriques sont installées dans les bords des deux côtés de l'étenderie.
- La ventilation est assurée par 11 ventilateurs :
 - ✓ 6 ventilateurs dans la zone isolante (deux dans chaque section)
 - ✓ 5 ventilateurs dans la zone de refroidissement (un dans chaque section)

Pendant le temps de résidence du verre dans l'étenderie, du SO_2 est vaporisé sur le sous-surface du ruban : $\text{Na}_2\text{O} + \text{SO}_2 + \frac{1}{2} \text{O}_2 \rightarrow \text{Na}_2\text{SO}_4$

Ce traitement sert à protéger le verre pendant le contact avec les rouleaux et d'augmenter la durabilité du verre en milieu acide ou neutre.

III.4.4 La découpe :

La dernière section de production est appelée « bout froid ». 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 car il est rare de pouvoir détecter à l'œil nu les zones qui ne répondant pas aux exigences de qualité.

Le verre est ensuite débité et empilé, en plaques standards de 6000 x 3210mm. Le verre peut également être directement préparé aux dimensions souhaitées par le client à l'aide d'une ligne découpe séparée [21].



Figure III. 16: Stockage des feuilles du verre sur les pupitres.

Les épaisseurs qui peuvent être produites peuvent varier de 3 à 19mm avec les formats donnés dans le tableau N° III.1 suivant :

Tableau III.1: Les différents formats de la feuille fabriquée du verre

<i>Format</i>	<i>PLF</i>	<i>DLF</i>	<i>DDLf</i>	<i>DDLf</i>
<i>Dimension (mm x mm)</i>	<i>3210x6000</i>	<i>2250x 3210</i>	<i>1605x 2100</i>	<i>1605x 2400</i>

Partie Expérimentale

CHAPITRE IV : Mode opérateur

IV.1 Verre enduit de pulvérisation pyrolytique :

À présent, la technologie de production du verre enduit comprend la méthode de dépôt de couche hors ligne et celle en ligne. La méthode de dépôt de couche hors ligne se compose de celle d'évaporation sous vide, celle de cathode en pulvérisation magnétron sous vide et celle de revêtement à trempette de sol-gel; la méthode de dépôt de couche en ligne comprend principalement le dépôt chimique en phase vapeur (CVD) et la pulvérisation en poudre à solide. Les produits principaux incluent des verres de dépôt de couche contrôle solaire, verre autonettoyant et verre conducteur (verre de couche ITO). Ce processus a deux verres typiques: le verre Co-Fe-Cr-O et le verre Ti-O.

Le procédé de pulvérisation pyrolytique du verre Co-Fe-Cr-O est fabriqué en déposant une très mince couche optique sur le verre flotté pendant le processus de fabrication du verre.



Figure IV. 1: Bâtiment en verre.

Le revêtement est un mélange de trois oxydes métalliques spécialement choisis pour former une structure spinelle qui offre un haut degré de durabilité chimique. Les trois métaux sont de Cobalt, de Chrome et de Fer, et le mélange de spinelle est souvent désigné comme Co-Fe-Cr-O. Le verre de Co-Fe-Cr-O réfléchit jusqu'à 30 % ~ 40 % des rayons infrarouges du soleil, réfléchit aussi environ 35 % de la lumière visible incidente et absorbe UV (les rayons Ultra-Violets)

jusqu'à 80%. Le verre de Co-Fe-Cr-O, comme un produit de modification de surface de verre plat, avec des fonctionnalités telles que des ombres, réflexions, infrarouge, UV (ultra-violet), en même temps, qui peut assurer la bonne transmission de la lumière, l'effet remarquable d'économie d'énergie et la quantité de demande du marché occupe une place importante dans l'industrie de la construction.

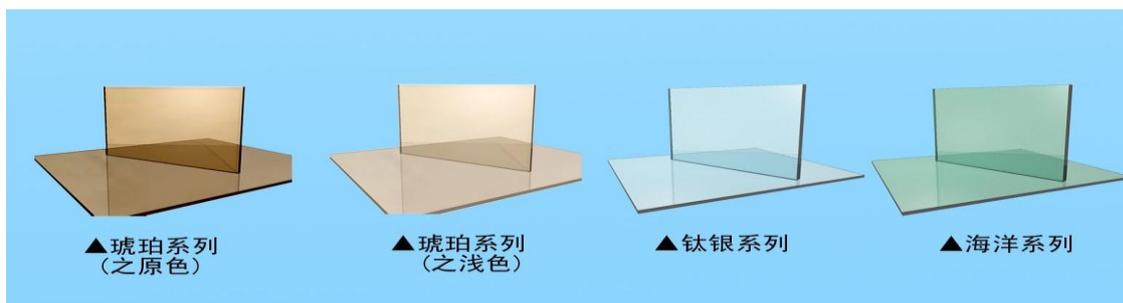


Figure IV. 2: les types du verre à couches pyrolytiques.

Le second produit usiné par le procédé de pulvérisation pyrolytique est le verre Ti-O, le même procédé de fabrication utilisé pour faire des verres de Co-Fe-Cr-O mais implique une composition de revêtement différente - TiO_2 - résultant en esthétique de revêtement différent. La plus grande différence est que la couche de verre TiO_2 n'absorbe pas la lumière visible, elle la reflète seulement. L'épaisseur de la couche de verre Ti-O est optimisée pour qu'il reflète environ 29 % de la lumière incidente et visible de la surface revêtue, sans pour autant contribuer une importante quantité de couleur. Autrement dit, la couleur réfléchie du verre Ti-O est neutre ou argenté en apparence. Et le verre Co-Fe-Cr-O a une couleur ambre réfléchie et contribue à un composant transmis ambre-brun foncé sur le verre.

IV.2 Processus de pulvérisation pyrolytique

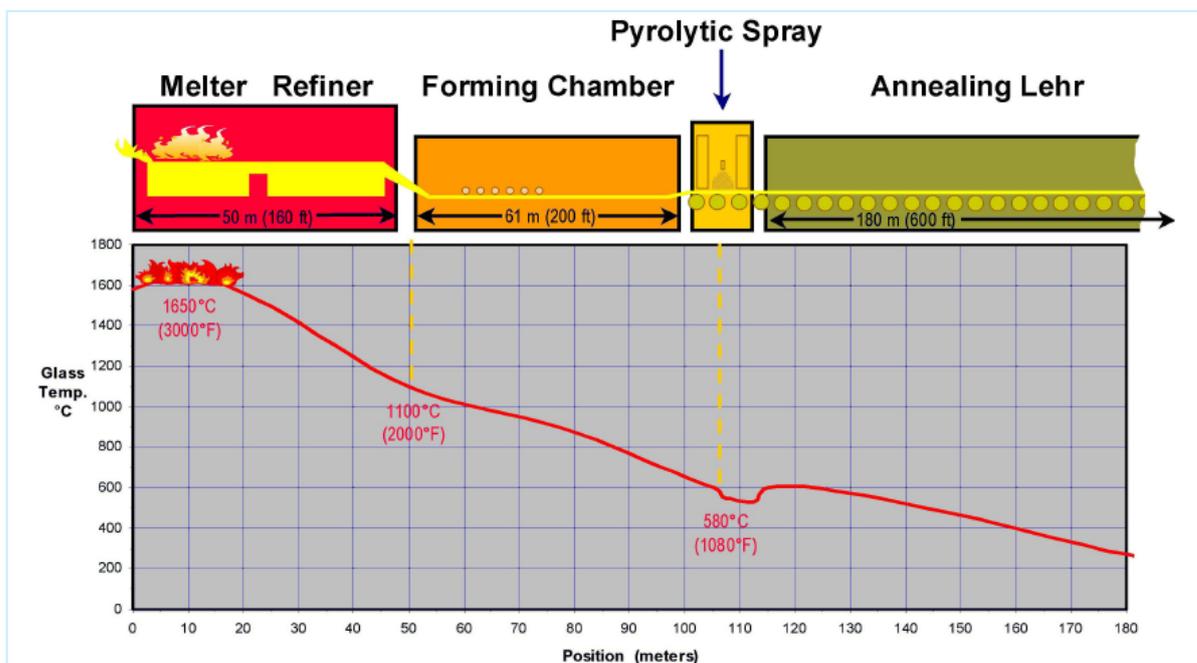


Figure IV. 3: Processus de la fabrication du verre.

Le procédé de Pulvérisation Pyrolytique utilise la chaleur présente déjà dans le verre car il est produit sur la ligne de verre. L'appareil de pulvérisation est positionné à la sortie du bain de Formage et juste avant l'entrée à l'Étenderie.

Étant donné que le verre produit est sous la forme d'un ruban continu, le procédé de revêtement peut fonctionner pendant la longue durée sans interruption. Cela permet que le procédé de revêtement profite de ces économies d'échelle pour produire de grands volumes de verre à très faible coût.

Le procédé de pulvérisation pyrolytique a été exploité avec succès sur les lignes de verres avec des débits de verre allant de 450 tonnes/jour à 650 tonnes/jour.

IV.3 Préparation de Précurseur de Revêtement :

Afin d'y déposer les couches optiques minces sur le verre flotté par la pulvérisation pyrolytique, un Précurseur chimique liquide est nécessaire. Le Précurseur doit avoir certaines propriétés physiques et thermodynamiques. Sans doute les meilleurs Précurseurs métallo-organiques de pulvérisation pyrolytique sont une famille de chélates– Acétylacétonates Métalliques. Ces composés sont généralement solides à température ambiante – par conséquent, ils doivent être convertis en forme liquide avant de servir à la pyrolyse de pulvérisation. Dans les premières années, qui a été accompli en dissolvant les acétylacétonates dans les solvants organiques qui conviennent. Ces solutions ont été pulvérisées ensuite au verre à chaud pour former les verres enduits souhaités. Au fil du temps, la nécessité de réduire les dangers associés avec le matériel de pulvérisation et organiques volatils a entraîné l'élimination des solvants organiques du système. Cela conduit à la méthode actuelle de vaporisation aqueuse. Les acétylacétonates sont presque complètement insolubles dans l'eau, une solution aqueuse n'est pas possible. Alors, au lieu d'une solution aqueuse, une Suspension Aqueuse est prête. Un exemple courant d'une Suspension Aqueuse est une peinture au latex à base d'eau.

Le Précurseur de revêtement de Co-Fe-Cr-O se compose d'un mélange de trois Acétylacétonates. Ces dernières sont obtenues auprès du fournisseur de produits chimiques sous forme de poudre sèche afin qu'ils puissent être combinés à la composition correcte pour produire le revêtement désiré. Pour faire un lot de Précurseur de revêtement pour le verre Co-Fe-Cr-O, les poudres sont pesées, mélangés, puis mélangés avec de l'eau. La boue mixte est ensuite pompée à travers un Moulin de Médias Horizontal, qui a entraîné une Suspension Aqueuse de particules dans la gamme de taille de micron.



Figure IV. 4:(a) poudre de fer, (b) poudre de chrome, (c) poudre de cobalt.

Le Précurseur de revêtement de verre TI-O se compose seulement d'un Acétylacétonate unique Composé-Titanyl. Pour faciliter la manipulation de ce composé, il est habituellement

acheté auprès du fournisseur chimique comme une Suspension Aqueuse ou de boue dans des seaux de 220 litres (55 gallons).

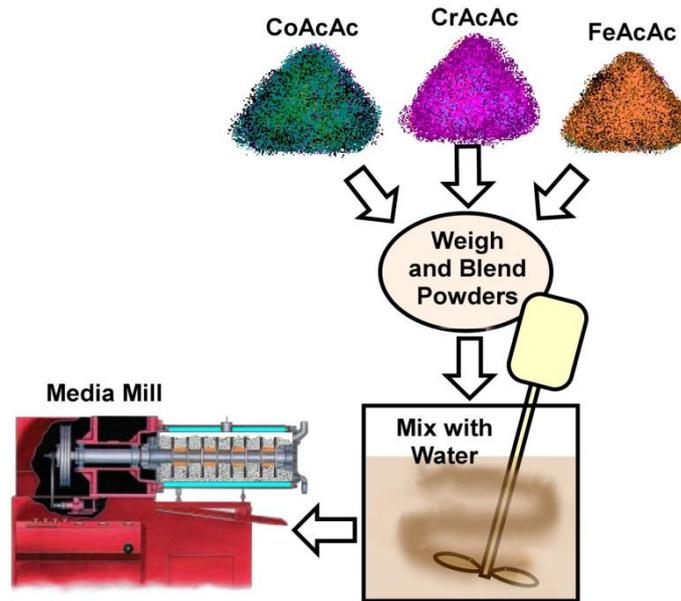


Figure IV. 5: le mélange de précurseur Co-Fe-Cr-O

IV.4 Les principales étapes dans la préparation du précurseur :

- a. Le précurseur du dépôt de couche pour le verre Co-Fe-Cr-O doit être converti de poudres sèches pour obtenir une Suspension Aqueuse.

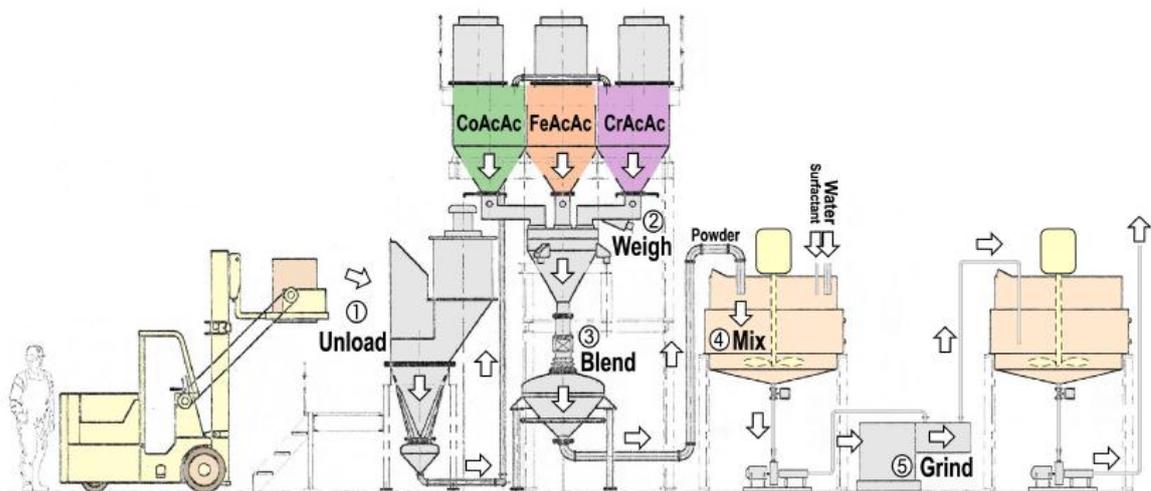


Figure IV. 6: les étapes de préparation du précurseur Co-Fe-Cr-O

Les étapes principales dans la préparation du Précurseur destiné à faire verre Co-Fe-Cr-O sont :

- ①. **Décharger** — les sèches poudres d'Acétylacétonates Métalliques sont déchargés du baril dans **Trémies**, et les poudres sont ensuite transmis dans les **Bacs de Stockage Pneumatique**.

- ②. **Peser** — des quantités spécifiques (par lot) de chaque poudre sont pesées.
- ③. **Mélanger** — volumes des lots des trois poudres sont mélangés dans **un Mélangeur Pneumatique**.
- ④. **Mélanger dans l'eau** — les poudres mélangées sont ensuite mêlées d'eau (avec Agent Tensio-Actif) dans **une Cuve de Mélange**.
- ⑤. **Broyer** — la boue mélangée est pompée à travers **le Moulin de Médias Horizontale** et moulue à la taille de particule finale nécessaire pour une suspension de précurseur de pulvérisation. Le Précurseur quitte le Moulin de Médias et passe à travers **une Passoire** sur son chemin vers le Réservoir.

b. **Étant donné que le Précurseur de dépôt de couche pour le verre TI-O est acheté sous forme « liquide », le traitement par lots est quelque peu simplifié.**

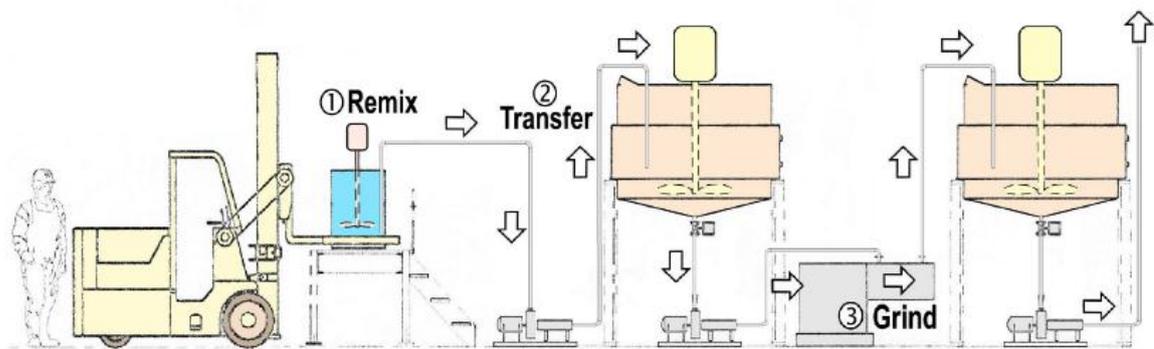


Figure IV. 7: les étapes de préparation du précurseur TiO

Les principales étapes dans la préparation du précurseur pour utilisation de la fabrication le verre Ti-O sont :

- ①. **Remix** — la Suspension Aqueuse de Titanyle Acétylacétonate est re-mélangé pour amener les solides sédimenteux du fond du baril;
- ②. **Transférer** — plusieurs seaux sont transférés dans **la Cuve de Mélange**;
- ③. **Broyer** — la boue mélangée est pompée à travers **le Moulin de Médias Horizontale** et moulue à la taille de particule finale nécessaire pour une suspension de précurseur de pulvérisation. Le Précurseur quitte le moulin de médias et passe à travers **une Passoire** sur son chemin vers le réservoir.

IV.5 Atomisation et pulvérisation pyrolytique

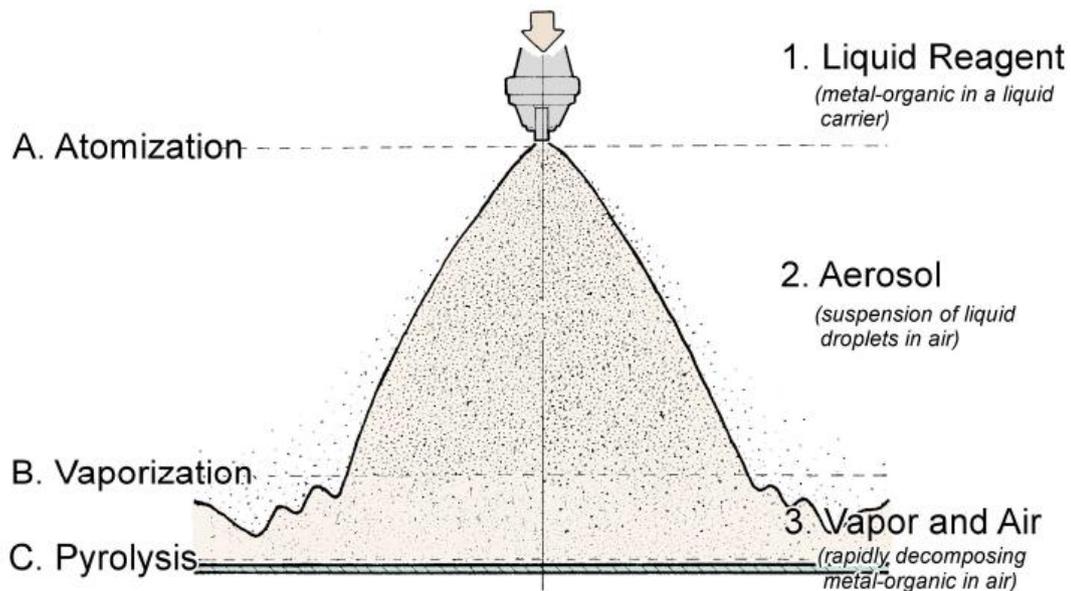


Figure IV. 8: Un schéma descriptif d'atomisation et de pulvérisation.

Pour déposer les couches par pulvérisation pyrolytique, le précurseur peut être un liquide ou un matériau solide. Pour les revêtements de pulvérisation pyrolytique aqueuse, le Précurseur préféré est un solide finement divisé métal-organiques dispersé dans l'eau. L'eau agit seulement comme un support pour le Précurseur. Au moment du dépôt, le Précurseur finement divisé est orienté vers le substrat chaud. Chaleur du substrat provoque la Vaporisation ou Sublimation, puis la décomposition du Précurseur. Les formages de revêtement est de la phase de vapeur.

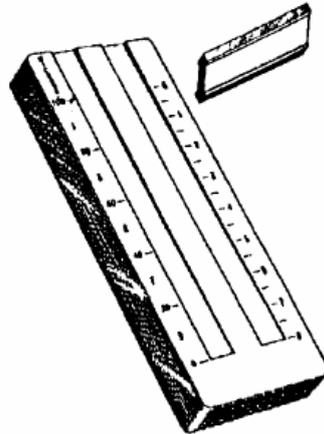
IV.6 Tests de Suspension avant Utilisation

Avant d'utiliser un lot de précurseur de suspension aqueuse, il doit être testé pour s'assurer que la suspension a été broyée aux exigences de qualité acceptable. Cependant, immédiatement après qu'un lot a été préparé, il peut y avoir de l'air suspendu dans le lot, cela complique l'analyse de ses propriétés. Après que le lot a été transféré dans un réservoir de retenue et autorisé à l'état pendant environ 24 heures, le lot peut être analysé pour vérifier la qualité de broyage.

Un simple appareil de mesure en-usine est disponible sous la forme de la Jauge de broyage de finesse de Hegmen et elle peut être utilisée pour détecter les particules trop grandes dans des lots de suspensions aqueuses. La Jauge est un Lingot d'acier trempé outil

dans lequel deux canaux parallèles cunéiforme, 1/2" de large, ont été usinées. La profondeur de chaque canal varie de 100 microns à l'extrémité profonde à 0 micromètres à l'autre. Les échelles linéaires, l'un en microns et l'autre en unités de Hegman, sont gravés le long côté des canaux. La suspension à tester est placée dans l'extrémité profonde des canaux et un grattoir à tranchant rectiligne outil trempé est attiré sur les échantillons pour former un coin de suspension sur chaque canal. En regardant la Jauge en bonne lumière à un angle oblique, les particules grossières sont visibles qui percent la surface du film lisse. Le cas échéant, très peu de particules doivent être considérées pour des suspensions aqueuses de bonne qualité. Les suspensions inacceptables auront des particules facilement observables à une concentration élevée à une profondeur d'environ 70 microns et en dessous doivent être rejetées.

Figure IV. 9: Jauge de Hegman



- **Procédure d'Essai:**

- 1) Après le mélange et avant la précipitation on devrait prendre l'échantillon à analyser. Il faut empêcher une quantité excessive de l'aération, car les micro-bulles dans l'échantillon apparaîtront sur la Jauge (l'échantillon ne devrait pas être secoué ou agité vigoureusement).
- 2) Nettoyer le Grattoir et vérifier le tranchant de l'abaissement pour l'usure inégale. Cela peut être fait en plaçant le tranchant de la lame sur la surface plane du bloc et visée par le biais de la ligne de contact contre la bonne lumière.
- 3) Poser la Jauge sur une surface plane et l'essuyer, nettoyer avec un chiffon non pelucheux.
- 4) À l'aide d'une pipette ou un Compte-Gouttes, mettre une quantité suffisante (environ 3 ml) d'échantillon à tester dans l'extrémité profonde des canaux pour qu'elle déborde légèrement. Éliminez les bulles en sautant ou en reculant vers le haut dans la pipette.
- 5) Utilisation de la lame de tirage vers le bas, tirer la suspension sur la longueur des canaux. La lame doit être tenue avec le pouce et l'index de main. Sa position tout au long du tirage

est perpendiculaire à la surface du bloc (lingot d'acier) et à angle droit par rapport à la longueur des canaux. La pression doit être assez ferme pour nettoyer la surface plane du bloc. S'il n'y a pas une quantité suffisante de suspension à se répandre sur toute la longueur des canaux, essayer la Jauge propre et répéter à l'aide d'une grande quantité d'échantillon.

- 6) Lire le manomètre de mouture immédiatement (en 10 secondes de tirage):
 - a. Découvre la Jauge du côté, donc l'axe de vision est perpendiculaire à la longueur des canaux.
 - b. Tenir la Jauge dans une source de lumière diffuse qui permet facilement de visualiser la surface réfléchissante de la suspension.
 - c. Pour la lecture réelle, l'angle entre la surface du bloc et l'axe de vision doit être pas plus de 30 °ni inférieur à 20°.

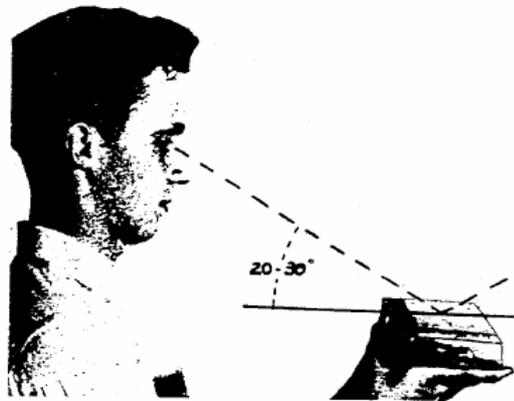


Figure IV. 10: L'ongle de vision.

- 7) Si le grain est détecté par ce test, assurez-vous que ce qui apparaît comme le grain n'est pas en fait des bulles. Laissez sécher sur la Jauge de l'échantillon. Bulles seront effondrera en petites fossettes ou cratères. Très prudent affichage de l'échantillon est nécessaire pour détecter cela. Vérifiez que la lame de tirage pour l'usure inégale et refaites le test avec les deux côtés du grattoir.
- 8) Ranger le bloc et grattoir nettoyés à fond et séché dans l'étui fourni.

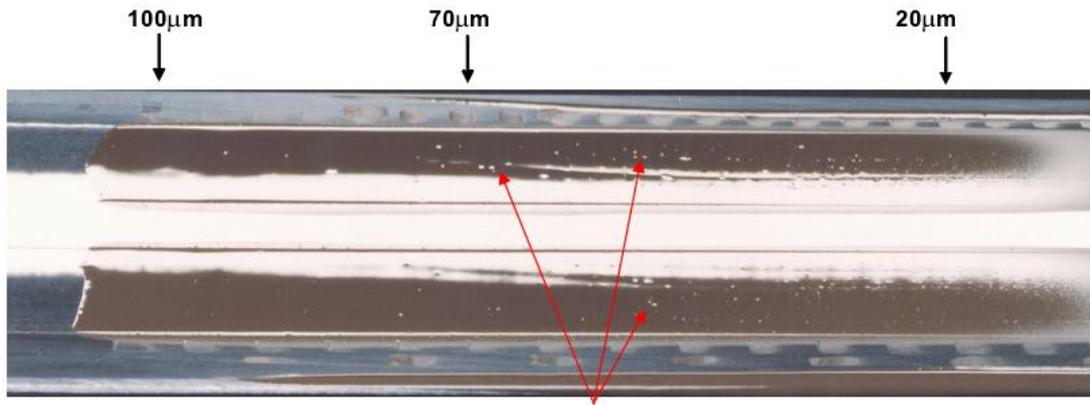


Figure IV. 11: Jauge de Hegman après le test.

IV.7 La Racetrack

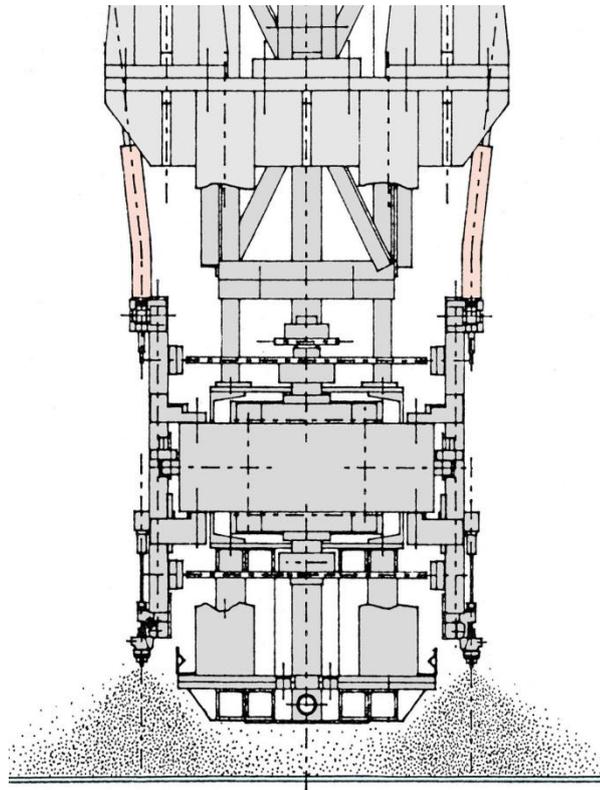


Figure IV. 12: Aperçu de la Racetrack.

Pour produire un revêtement de pulvérisation pyrolytique, le précurseur de revêtement est atomisé en très petites gouttelettes et dirigé vers le verre chaud. Des buses de pulvérisation qui peuvent atomiser à la finesse des dimensions des gouttelettes nécessaires pour des revêtements optiques et avec une énergie suffisante pour pénétrer la couche limite thermique du verre chaud ont généralement un modèle de pulvérisation qui couvre environ 30 cm (12 pouces). Afin de recouvrir toute la largeur de verre produit dans la fabrication de verre flotté (généralement de 3,5 m de largeur), plusieurs buses de pulvérisation sont nécessaires. Si les

buses multiples sont placées au-dessus du verre à chaud dans un régime stationnaire, il est très difficile de mélanger dans les modèles de chaque buse de pulvérisation pour atteindre les requis uniformément. Pour tous les deux verres de CoFeCeO et de Ti-O l'épaisseur de revêtement doit être contrôlée à $\sim 500\text{\AA} \pm 50\text{\AA}$. La technique la plus simple pour mélanger ou randomiser les modèles de pulvérisation individuels est de mettre les buses de pulvérisation en mouvement.

Livrant précurseur liquide et air de pulvérisation aux buses de pulvérisation rotative nécessite plus de buses et ils doivent être équilibrés pour fournir la même quantité de précurseur liquide et air d'atomisation avec modèles « appariés » de pulvérisation.

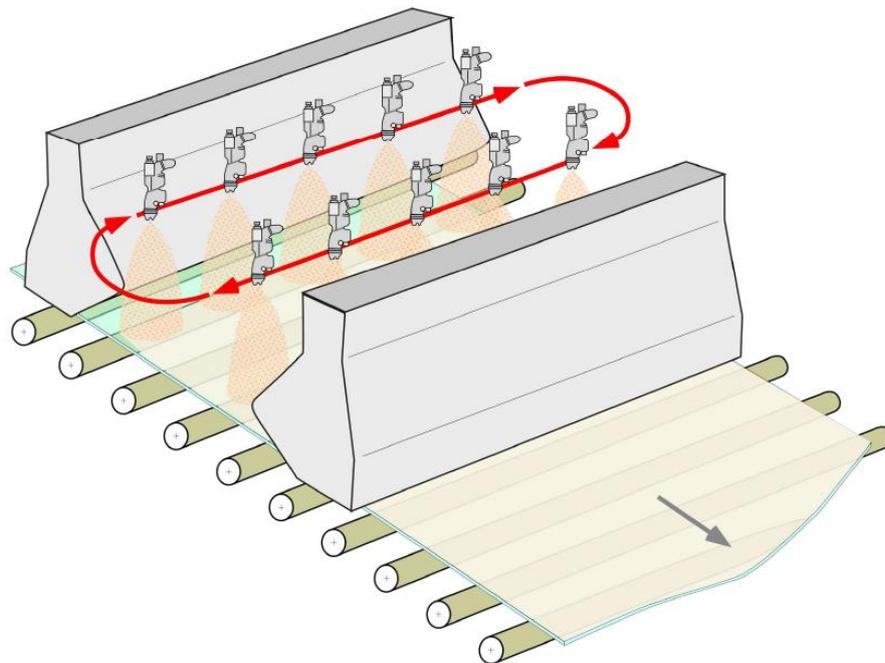


Figure IV. 13: Aperçu des pistolets de pulvérisation.

La Racetrack gérée par deux entraînements de moteurs, l'un pour l'entraînement des rails de guidage, et l'autre pour entraîner les tubulures de distribution. Deux moteurs doivent correspondre à la course, pour que le pistolet fonctionne correctement. Toute défaillance d'un moteur sont tenus d'arrêter immédiatement la Racetrack.

Le système de pulvérisation rotative a ses limites. La pulvérisation doit être éteinte à chaque fois que les buses passent autour de la « fin » de Racetrack. La Racetrack doit être équipé des dispositifs de déclenchement pour permettre ce tournant marche.

CHAPITRE V : Résultats et interprétation

V.1 Introduction

Après les expériences de pulvérisation qui sont faites sur le verre, on passe aux différents tests de conformité et l'étude du changement des caractéristiques optiques introduites.

V.2 Couleur réfléchie

La couleur réfléchie de verre CoFeCrO et de verre Ti-O doit être contrôlé à l'intérieur des tolérances de couleur spécifiques. Utilisant la norme CIE 1976 $L^* a^* b^*$ Espace Colorimétrique avec illuminant D65, 10' Observe, les tolérances de couleur suivantes sont spécifiées aux verres revêtus orientés avec le revêtement dans la 1^{ère} position (vers l'instrument):

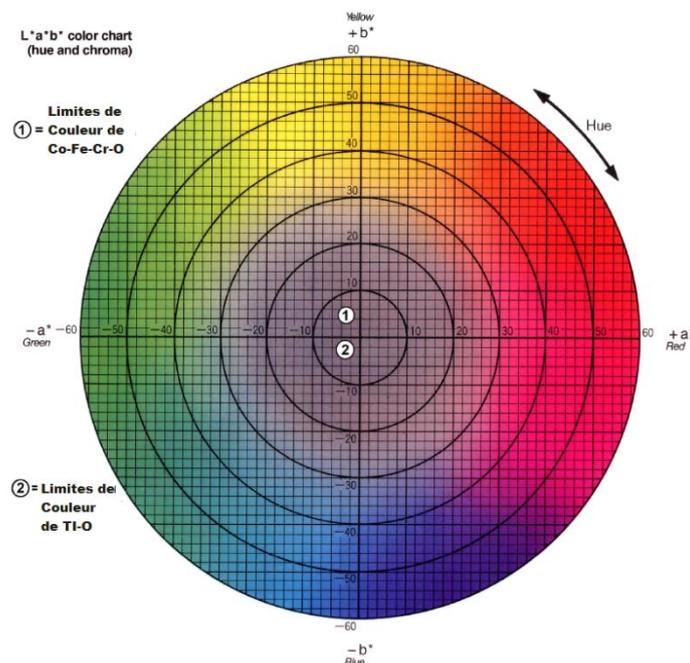


Figure V. 1: CIE 1976 $L^* a^* b^*$ Espace Colorimétrique.

V.3 Durabilité chimique

Les revêtements pyrolytiques, semblent à avoir intrinsèquement une bonne longévité parce qu'ils sont déposés sur le verre à chaud, qui a entraîné une bonne liaison chimique entre les constituants du revêtement et le verre. Toutefois, les paramètres du processus peuvent jouer un rôle dans la formation des incohérences de revêtement qui peut se traduire par des taches faibles dans la couche. La cristallinité, densité et autres détails de microstructures du revêtement doivent être optimisés afin de satisfaire les exigences de durabilité. L'intégrité des

revêtements produits dans l'usine doit être régulièrement soumise à l'essai de durabilité accélérée. Il s'agit de s'assurer que le revêtement produit est toujours cristalline et suffisamment dense pour rencontrer les rigueurs de l'utilisation prévue du produit. Des années d'exposition en plein air à long terme d'épreuve et même plus d'années de vérification du produit réel dans le champ ont été corrélées à des tests de durabilité chimique accélérée.

V.3.1 Test de durabilité chimique accélérée résistant à l'Acide Sulfurique du verre à couche CoFeCrO.

Pour que le verre CoFeCrO peut être installé avec la couche orientée vers l'extérieur (surface #1), la couche doit être suffisamment robuste pour répondre aux exigences d'exposition en plein air dans l'environnement pendant de nombreuses années. Intégrité du revêtement doit être vérifiée par des essais périodiques en usine. Pour le verre CoFeCrO, l'essai de durabilité chimique accélérée est un test de l'Acide Sulfurique, consistant en:

30 minutes d'immersion à 10N (27½ %) H₂SO₄ à 52°C

Le matériel suivant est nécessaire pour le test :

- Un Bain d'huile minérale sous température contrôlée avec capuchon pour maintenir la solution acide à 52°C (125°F)
- Un Bassin d'utilité avec couvercle en Polyéthylène à haute densité, est nécessaire pour contenir de l'acide (12cm de profondeur et de longueur et largeur appropriée pour contenir les échantillons)
- Un Thermomètre de laboratoire (digital thermocouple préféré)
- Huile minérale pour le bain
- Solution d'Acide Sulfurique - 10 normale de l'eau (environ 27½ par volume d'Acide Sulfurique concentré dans l'eau)
- Solution de nettoyage par 1 partie Isopropanol et 1 part d'eau
- Analyseur de transmittance pour mesurer la transmission lumineuse
- Une Minuterie peut mesurer 30 minutes de temps en secondes.

Le bassin d'acide est placé à l'intérieur du bain à une température contrôlée des huiles minérales. La hauteur totale du bain à température contrôlée doit être apte à adapter les 20 cm hautes d'échantillons ainsi que contiennent le bassin d'acide. La couverture du bassin acide doit être fendue pour permettre l'insertion des échantillons et en même temps limiter l'évaporation de la solution acide. Une plaque pour recouvrir les fentes du couvercle du bassin

acide est également nécessaire pour minimiser l'évaporation pendant les périodes où les essais ne se déroulent pas.

V.3.1.1 Résultats et interprétation

a. Test de durabilité chimique résistant au H₂SO₄ du verre à couche Co-Fe-Cr-O

Résultat d'analyse

Tableau V. 1: Résultat d'analyse pour un débit de 1.40ml/min.

N° de l'échantillon	Code Échantillon	Épaisseur (mm)	Transmission de la Lumière (%)			Taux de perte de la couche	Commentaires
			TL1 Avant test	TL2 Après test	TL3 verre sans couche	$\Delta TL = \frac{(TL_2 - TL_1)}{(TL_3 - TL_1)} * 100$	
1 (D)	VMFG-22/04/18-05mm-Co-Fe-Cr-O (débit 1.40 ml/min) Avec H2	4.97	32.75	32.88	89.43	0.23	Conforme
2 (MD)		4.96	33.74	34.01	89.43	0.48	Conforme
3 (M)		4.97	31.52	31.91	89.43	0.67	Conforme
4 (MG)		4.94	31.54	31.58	89.43	0.07	Conforme
5 (G)		4.95	32.54	32.67	89.43	0.23	Conforme
Exigence Taux de perte de la couche $\Delta TL < 15\%$							

Tableau V. 2: Résultat d'analyse pour un débit de 1.60ml/min.

N° de l'échantillon	Code Échantillon	Épaisseur (mm)	Transmission de la Lumière (%)			Taux de perte de la couche	Commentaires
			TL1 Avant test	TL2 Après test	TL3 verre sans couche	$\Delta TL = \frac{(TL_2 - TL_1)}{(TL_3 - TL_1)} * 100$	
1 (D)	VMFG-22/04/18-05mm-Co-Fe-Cr-O (débit 1.60ml/min) Avec H2	4.95	32.28	33.2	89.43	1.61	Conforme
2 (MD)		4.96	31.78	32.25	89.43	0.82	Conforme
3 (M)		4.95	30.93	31.53	89.43	1.03	Conforme
4 (MG)		4.94	30.9	32.11	89.43	2.07	Conforme
5 (G)		4.94	30.88	31.22	89.43	0.58	Conforme
Exigence Taux de perte de la couche $\Delta TL < 15\%$							

Tableau V. 3: Résultat d'analyse pour un débit de 1.80ml/min.

N° de l'échantillon	Code Échantillon	Épaisseur (mm)	Transmission de la Lumière (%)			Taux de perte de la couche	Commentaires
			TL1 Avant test	TL2 Après test	TL3 verre sans couche	$\Delta TL = \frac{(TL2-TL1)}{(TL3-TL1)} * 100$	
1 (D)	VMFG-22/04/18-05mm-Co-Fe-Cr-O (débit 1.80 ml/min) Avec H2	4.96	29.69	30.52	89.43	1.39	Conforme
2 (MD)		4.97	29.23	29.33	89.43	0.17	Conforme
3 (M)		4.96	29.21	29.24	89.43	0.05	Conforme
4 (MG)		4.94	27.98	28.09	89.43	0.18	Conforme
5 (G)		4.94	28.71	28.81	89.43	0.16	Conforme
Exigence Taux de perte de la couche $\Delta TL < 15\%$							

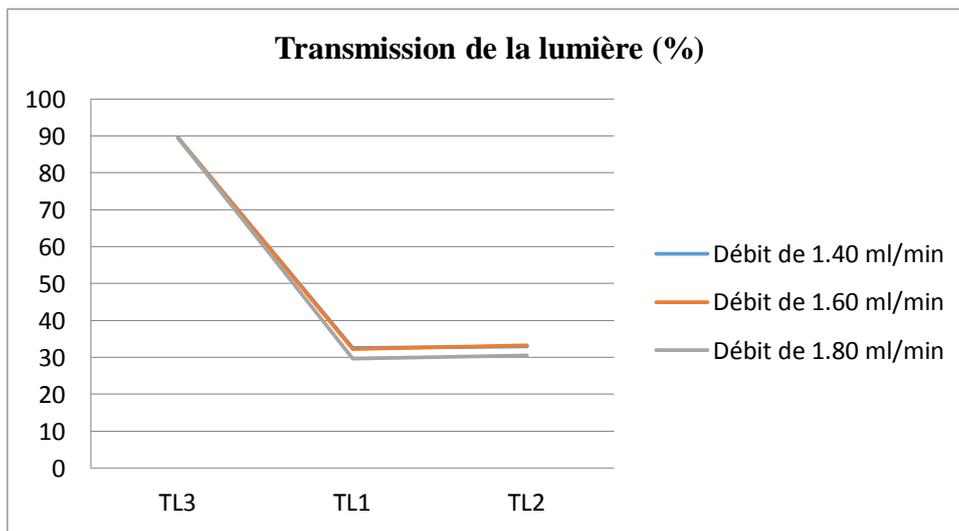


Figure V. 2: pourcentage de transmission de la lumière pour 3 débits différents.

b. Interprétation

Dans notre cas, on s'intéresse aux résultats du pourcentage de la transmission lumineuse qui sont mesurés par un analyseur de transmittance, sans couche, avant et après le test dans des points différents.

On calcule le taux de perte de la couche par la formule suivante :

$$\Delta TL = \frac{(TL2-TL1)}{(TL3-TL1)} * 100$$

Et le résultat doit être toujours inférieur à 15 % qui est la norme imposée par les standards internationaux de qualité.

D'après les tableaux, on remarque que tous les résultats sont conformes, car après le test de durabilité à l'acide sulfurique, on n'avait pas une grande dégradation de la couche mais juste un petit pourcentage. Cela implique que le débit de pulvérisation est bon, et la couche pyrolytique répond aux attentes de conformité sus-citées.

En comparant les résultats obtenus par le graphe (Figure V.II) on remarque une diminution importante de la transmission lumineuse de 89% jusqu'à 32 % entre le verre sans couche et le verre avec couche pour les différents débits. Cette diminution est due à la couche pyrolytique qui a été introduite lors de la pulvérisation.

V.3.1.2 Conclusion

Le test de la durabilité du verre couche Co-Fe-Cr-O est conforme.

La couche de Co-Fe-Cr-O diminue le taux de la transmission de la lumière.

V.3.2 Test de durabilité chimique résistant à l'Hydrate de Sodium du verre à couche Ti-O

La couche du verre Ti-O n'est pas aussi résistante aux produits chimiques que celle du verre CoFeCrO. À cause de cette différence, le produit est limité aux applications d'installation avec la couche orientée vers l'intérieur (surface2). L'intégrité du revêtement doit encore être vérifiée par des essais périodiques. Pour le verre Ti-O l'essai de durabilité chimique accélérée utilisée pour la vérification en usine de l'intégrité de revêtement est un test de Hydroxyde de Sodium. Ce test consiste à:

30 minutes d'immersion dans 5N (20%) de NaOH à 43 °C

Le matériel suivant est nécessaire pour le test:

- Un Bain d'huile minéral sous température contrôlée avec capuchon pour maintenir la Solution Alcaline à 52°C(125°F)
- Un Bassin d'utilité avec couvercle, en polyéthylène haute densité, est nécessaire pour maintenir la solution alcaline (12cm de profondeur et de longueur et largeur appropriée pour maintenir les échantillons)
- Un Thermomètre de laboratoire (thermocouple numérique préféré)
- L'huile minérale pour le bain
- Solution de NaOH - 5 normale de l'eau
- Solution de nettoyage de 1 partie Isopropanol et 1 partie d'eau

- Spectrophotomètre pour mesurer la couleur réfléchie des échantillons
- Une Minuterie capable de mesurer 30 minutes de temps en secondes

Le bassin alcalin est placé à l'intérieur du bain d'huile minérale à température contrôlée. La hauteur totale du bain à température contrôlée doit être adaptée pour répondre aux 20 cm (8") des échantillons élevés ainsi que contient le bassin alcalin. Le couvercle du bassin alcalin doit être fendu pour permettre l'introduction des échantillons, et en même temps limiter l'évaporation de la solution alcaline. Une plaque plate pour couvrir les fentes du couvercle du bassin alcalin est également nécessaire pour minimiser l'évaporation pendant les périodes où les essais ne se déroulent pas.

V.3.2.1 Résultats et interprétation :

a. Test de durabilité chimique résistant au NaOH du verre à couche Ti-O

Tableau V. 4:Résultat d'analyse pour un débit de 1.10ml/min avec H2.

N° de l'échantillon	Code Échantillon	Épaisseur (mm)	Indice de couleur						Indice de variation de couleur ΔE_{CMC}	Commentaires
			L avant test	L après test	a avant test	a après test	b avant test	b après test	$\Delta E_{CMC} = \sqrt{\Delta L^2 + \Delta a^2 + \Delta b^2}$	
1(D)	VMFG-22/04/2018-05mm-Ti-O 1.10ml/min Avec H ₂	4.94	63.17	62.02	-	-	6.31	7.41	1.59	conforme
2(MD)		4.94	62.47	61.98	-	-	6.66	7.45	0.93	conforme
3(M)		4.94	63.60	62.78	-	-	3.97	6.70	2.85	Non conforme
4(MG)		4.91	62.96	62.16	-	-	4.51	6.64	2.28	conforme
5(G)		4.91	63.00	62.43	-	-	6.34	6.86	0.77	conforme
									Exigence technique : $\Delta E_{CMC} < 2,5$	

Tableau V. 5:Résultat d'analyse pour un débit de 1.10ml/min sans H2.

N° de l'échantillon	Code Échantillon	Épaisseur (mm)	Indice de couleur						Indice de variation de couleur ΔE_{CMC}	Commentaires
			L avant test	L après test	a avant test	a après test	b avant test	b après test	$\Delta E_{CMC} = \sqrt{\Delta L^2 + \Delta a^2 + \Delta b^2}$	
1(D)	VMFG-22/04/2018-05mm-Ti-O 1.10 ml/min sans H ₂	4.94	36.04	35.88	-	-	1.53	1.52	0.16	conforme
2(MD)		4.95	36.05	36.938	-	-	1.51	1.52	0.04	conforme
3(M)		4.93	35.89	35.438	-	-	1.51	1.50	0.05	conforme
4(MG)		4.92	35.83	35.77	-	-	1.53	1.49	0.07	conforme
5(G)		4.92	35.84	35.86	-	-	1.51	1.51	0.02	conforme
									Exigence technique : $\Delta E_{CMC} < 2,5$	

Tableau V. 6: Résultat d'analyse pour un débit de 1.15ml/min avec H2.

N° de l'échantillon	Code Échantillon	Épaisseur (mm)	Indice de couleur						Indice de variation de couleur ΔE_{CMC}	Commentaires
			L avant test	L après test	a avant test	a après test	b avant test	b après test	$\Delta E_{CMC} = \sqrt{\Delta L^2 + \Delta a^2 + \Delta b^2}$	
1(D)	VMFG-22/04/2018-05mm-Ti-O 1.15ml/min Avec H ₂	4.97	63.33	62.91	-2.01	-1.94	-6.72	-6.97	0.49	conforme
2(MD)		4.97	62.68	62.09	-3.17	-3.14	-4.56	-4.84	0.65	conforme
3(M)		4.96	63.34	62.96	-3.41	-3.35	-1.34	-2.06	0.82	conforme
4(MG)		4.94	63.67	63.36	-2.08	-2.05	-6.91	-6.38	0.61	conforme
5(G)		4.95	63.72	63.30	-2.07	-2.01	-6.28	-6.75	0.63	conforme
									Exigence technique : $\Delta E_{CMC} \leq 2,5$	

Tableau V. 7: Résultat d'analyse pour un débit de 1.15ml/min sans H2.

N° de l'échantillon	Code Échantillon	Épaisseur (mm)	Indice de couleur						Indice de variation de couleur ΔE_{CMC}	Commentaires
			L avant test	L après test	a avant test	a après test	b avant test	b après test	$\Delta E_{CMC} = \sqrt{\Delta L^2 + \Delta a^2 + \Delta b^2}$	
1(D)	VMFG-22/04/2018-05mm-Ti-O 1.15 ml/min sans H ₂	4.93	63.31	62.95	-2.06	-2.03	-6.32	-6.76	0.57	conforme
2(MD)		4.91	63.09	62.64	-2.08	-2.04	-6.01	-6.44	0.62	conforme
3(M)		4.95	64.10	63.80	-2.20	-2.16	-4.39	-4.85	0.55	conforme
4(MG)		4.95	62.58	62.41	-2.06	-2.04	-6.03	-6.27	0.29	conforme
5(G)		4.93	62.61	62.52	-1.93	-1.95	-7.73	-7.16	0.58	conforme
									Exigence technique : $\Delta E_{CMC} \leq 2,5$	

Tableau V. 8: Résultat d'analyse pour un débit de 1.25ml/min avec H2.

N° de l'échantillon	Code Échantillon	Épaisseur (mm)	Indice de couleur						Indice de variation de couleur ΔE_{CMC}	Commentaires
			L avant test	L après test	a avant test	a après test	b avant test	b après test	$\Delta E_{CMC} = \sqrt{\Delta L^2 + \Delta a^2 + \Delta b^2}$	
1(D)	VMFG-22/04/2018-05mm-Ti-O 1.25ml/min Avec H ₂	4.96	62.86	62.71	-3.34	-3.29	-0.8	-2.18	1.39	conforme
2(MD)		4.97	63.13	63.08	-3.27	-3.2	2.15	4.13	1.98	conforme
3(M)		4.97	64.32	63.38	-2.42	-2.34	0.02	1.95	2.15	conforme
4(MG)		4.94	63.38	63.07	-3.31	-2.22	1.73	3.79	2.09	conforme
5(G)		4.95	63.15	62.08	-3.3	-3.24	2.56	3.94	1.42	conforme
									Exigence technique : $\Delta E_{CMC} \leq 2,5$	

Tableau V. 9: Résultat d'analyse pour un débit de 1.25ml/min sans H2.

N° de l'échantillon	Code Échantillon	Épaisseur (mm)	Indice de couleur						Indice de variation de couleur ΔE_{CMC}	Commentaires
			L avant test	L après test	a avant test	a après test	b avant test	b après test	$\Delta E_{CMC} = \sqrt{\Delta L^2 + \Delta a^2 + \Delta b^2}$	
1(D)	VMFG-22/04/2018-05mm-Ti-O 1.25 ml/min sans H ₂	4.97	63.06	62.91	-2.13	-2.11	4.85	4.99	0.21	conforme
2(MD)		4.94	63.57	62.84	-2.15	-2.08	4.53	5.80	1.47	conforme
3(M)		4.94	63.49	63.13	-2.24	-2.19	3.97	4.39	0.70	conforme
4(MG)		4.91	62.92	62.63	-2.34	-2.30	2.24	2.62	0.48	conforme
5(G)		4.92	63.27	62.70	-2.13	-2.07	5.27	5.95	0.89	conforme
									Exigence technique : $\Delta E_{CMC} \leq 2,5$	

Tableau V. 10: Résultat d'analyse pour un débit de 1.30ml/min avec H2.

N° de l'échantillon	Code Échantillon	Épaisseur (mm)	Indice de couleur						Indice de variation de couleur ΔE_{CMC}	Commentaires
			L avant test	L après test	a avant test	a après test	b avant test	b après test	$\Delta E_{CMC} = \sqrt{\Delta L^2 + \Delta a^2 + \Delta b^2}$	
1(D)	VMFG-22/04/2018-05mm-Ti-O 1.30 ml/min Avec H ₂	4.95	63.81	63.59	-	-	-	-	0.67	conforme
2(MD)		4.97	63.77	62.91	-	-	-	-	1.42	conforme
3(M)		4.96	63.85	63.04	-	-	-	-	1.60	conforme
4(MG)		4.94	63.94	63.04	-	-	-	-	0.70	conforme
5(G)		4.95	62.88	63.30	-	-	-	-	0.34	conforme
Exigence technique : $\Delta E_{CMC} \leq 2,5$										

Tableau V. 11: Résultat d'analyse pour un débit de 1.30ml/min sans H2.

N° de l'échantillon	Code Échantillon	Épaisseur (mm)	Indice de couleur						Indice de variation de couleur ΔE_{CMC}	Commentaires
			L avant test	L après test	a avant test	a après test	b avant test	b après test	$\Delta E_{CMC} = \sqrt{\Delta L^2 + \Delta a^2 + \Delta b^2}$	
1(D)	VMFG-22/04/2018-05mm-Ti-O 1.30 ml/min sans H ₂	4.91	63.56	62.62	-	-	-	-	1.29	conforme
2(MD)		4.95	63.82	63.37	-	-	-	-	0.49	conforme
3(M)		4.93	63.55	63.37	-	-	-	-	0.57	conforme
4(MG)		4.91	62.72	62.95	-	-	-	-	0.33	conforme
5(G)		4.91	63.85	63.61	-	-	-	-	0.96	conforme
Exigence technique : $\Delta E_{CMC} \leq 2,5$										

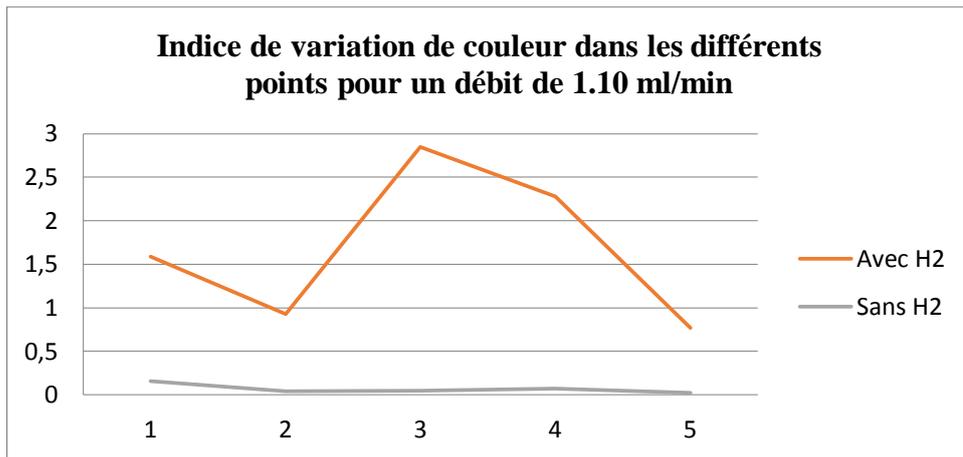


Figure V. 3: Indice de variation de couleur pour un débit de 1.10ml/min

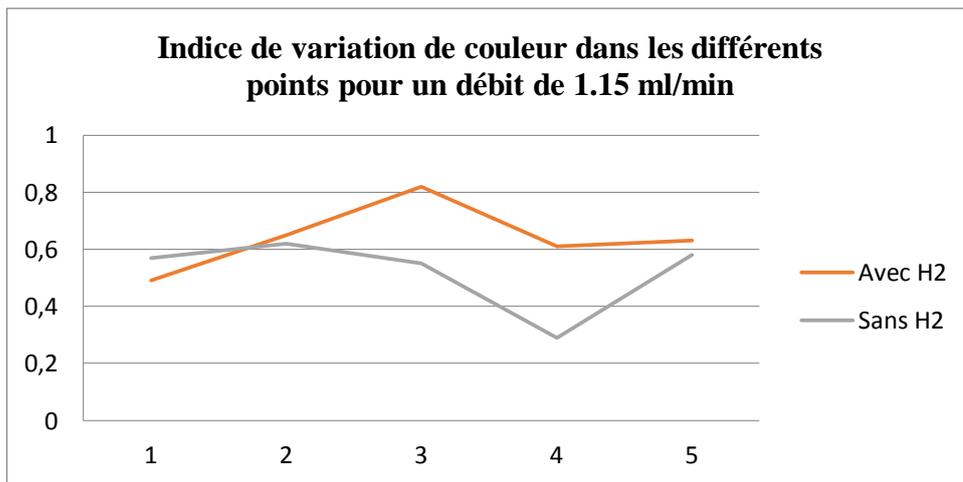


Figure V. 4:Indice de variation de couleur pour un débit de 1.15ml/min

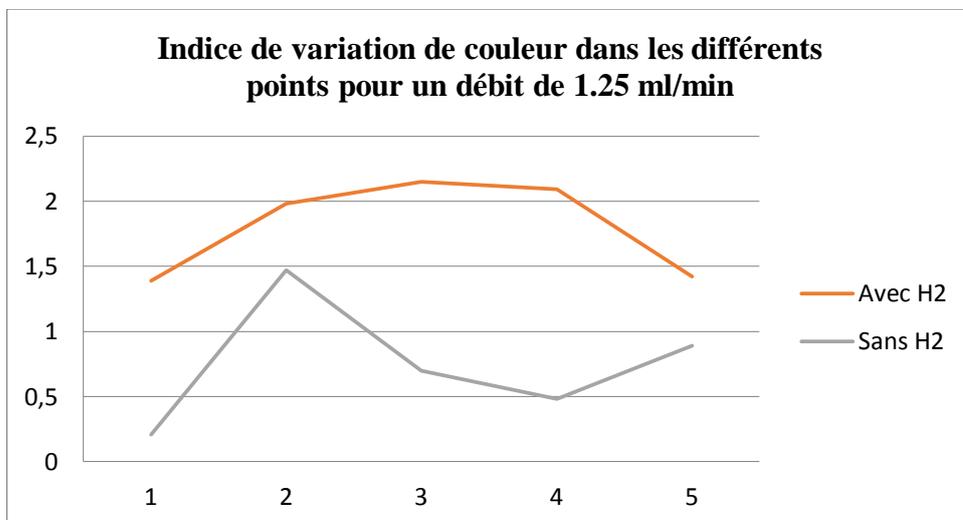


Figure V. 5:Indice de variation de couleur pour un débit de 1.25ml/min

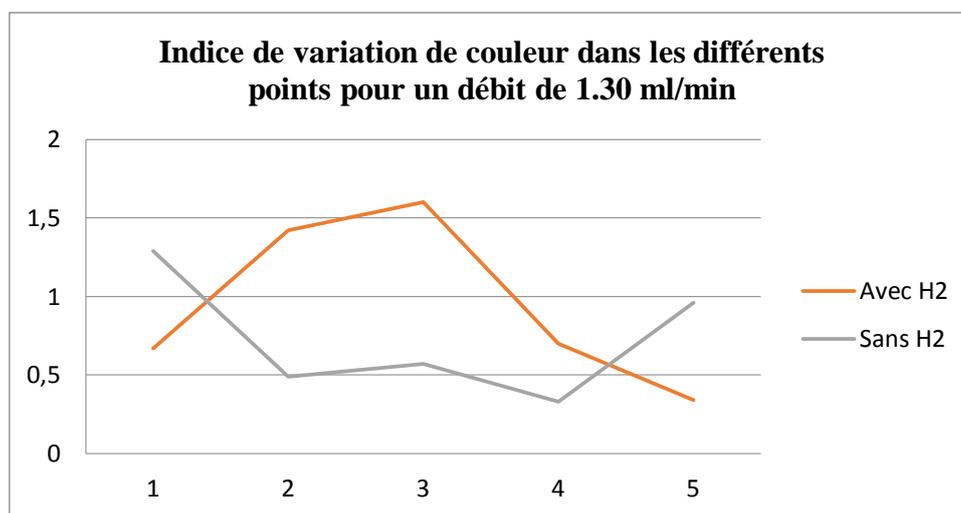


Figure V. 6:Indice de variation de couleur pour un débit de 1.30ml/min

b. Interprétation :

Les 4 graphes précédents représentent l'indice de variation de couleur dans les différents points des échantillons pour les débits 1.10ml/min, 1.15ml/min, 1.25ml/min et 1.30ml/min respectivement.

1. Quand on ajoute de l'hydrogène dans le bain d'étain on remarque une variation très importante de l'indice de couleur d'un point à un autre.
2. Dans le 1^{er} graphe (**Figure V. 7**), il y'a une stabilisation de l'indice de variation de couleur pour le débit 1.10ml/min sans hydrogène.

V.3.2.2 Conclusion :

Les exigences de qualité du verre impliquent que la couleur soit homogène, et le dépôt de la couche doit être propagé uniformément sur toute la surface avec le même indice de variation de couleur. On peut dire alors que l'ajout de l'hydrogène influe négativement sur l'homogénéité de la surface du verre, car les propriétés exigées ci-dessus sont fortement altérées par ce gaz.

V.4 Test de caractéristique optique du verre pyrolytique :

V.4.1 Le spectrophotomètre :

Le Spectrophotométrie UV-Visible est une technique de caractérisation optique non destructive qui permet de travailler sur de faibles quantités de substances. Il nous renseigne sur les propriétés optiques de l'échantillon à analyser comme la transmission et l'absorption de la lumière, Le principe de cette technique repose sur l'interaction de la lumière émise avec l'échantillon à analyser. Une partie du faisceau incident sera absorbée ou transmise par l'échantillon. Lorsqu'une substance absorbe de la lumière dans le domaine de l'ultraviolet et

du visible, l'énergie absorbée provoque des perturbations dans la structure électronique des atomes, ions ou molécules. Un ou plusieurs électrons absorbent cette énergie pour sauter d'un niveau de basse énergie à un niveau de plus haute énergie. Ces transitions électroniques se font dans le domaine du visible, de 350 à 800 nm et de l'ultra-violet entre 200 et 350 nm.

V.4.2 Test de caractéristique optique du verre pyrolytique (bronze) et commentaires

Verre pyrolytique (Bronze) débit : 1.4 ml/min avec H2 (ANNEXE I)

Verre pyrolytique (Bronze) débit : 1.6 ml/min avec H2 (ANNEXE II)

Verre pyrolytique (Bronze) débit : 1.8 ml/min avec H2 (ANNEXE III)

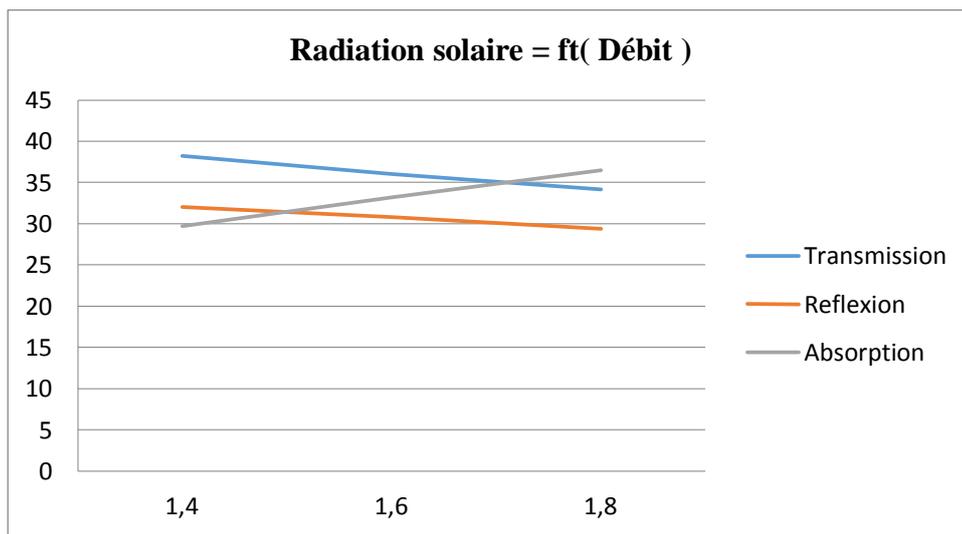


Figure V. 7: Pourcentage de transmission, réflexion et absorption de la radiation solaire en fonction du débit.

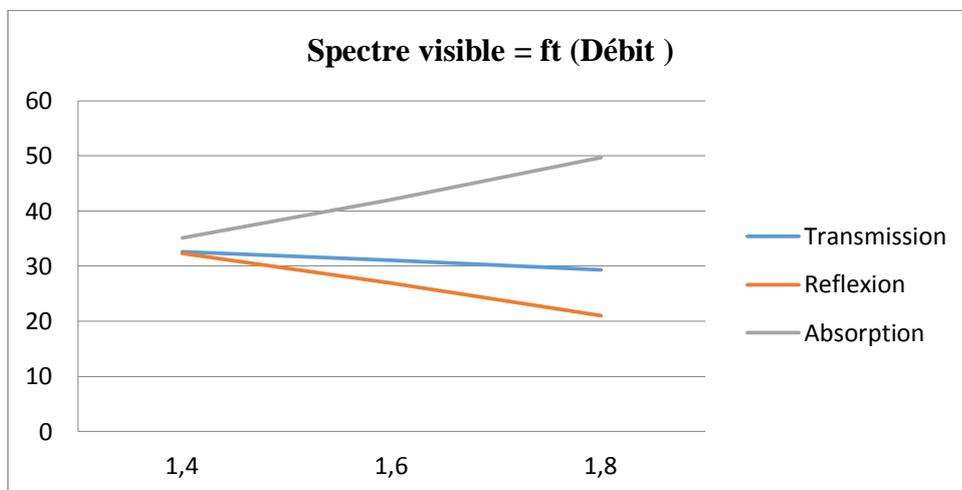


Figure V. 8: Pourcentage de transmission, réflexion et absorption du spectre visible en fonction du débit.

V.4.2.1 Interprétation :

Tous les résultats obtenus sont mesurés par un spectrophotomètre. Les graphes précédents représentent la variation des caractéristiques optiques du verre en termes de transmission, réflexion et absorption de la lumière pour la radiation solaire et le spectre visible en comparant entre les différents débits de pulvérisation de la solution aqueuse Co-Fe-Cr-O sur le verre transparent.

On remarque aussi une diminution du pourcentage de réflexion et de transmission de la lumière en passant d'un débit à un autre. Par contre il y'a une augmentation du pourcentage d'absorption de cette dernière pour les mêmes conditions su-citées.

V.4.2.2 Conclusion :

Le débit de pulvérisation de la suspension Co-Fe-Cr-O sur le verre a une influence très importante sure la variation des caractéristiques optiques.

Le débit le plus acceptable parmi les 3 cités ci-dessus est 1.4ml/min. Car le couche qui a été faite par ce débit a une meilleure absorption de la lumière qui est moins prononcé que les autres, en plus d'un pourcentage de réflexion et transmission qui sont plus importants.

V.4.3 Test de caractéristique optique du verre pyrolytique (réfléchissant clair) et commentaires

Verre pyrolytique (Réfléchissant Clair) débit : 1.10 ml/min avec H2 (ANNEXE IV)

Verre pyrolytique (Réfléchissant Clair) débit : 1.10 ml/min sans H2 (ANNEXE V)

Verre pyrolytique (Réfléchissant Clair) débit : 1.15 ml/min avec H2 (ANNEXE VI)

Verre pyrolytique (Réfléchissant Clair) débit : 1.15 ml/min sans H2 (ANNEXE VII)

Verre pyrolytique (Réfléchissant Clair) débit : 1.25 ml/min avec H2 (ANNEXE VIII)

Verre pyrolytique (Réfléchissant Clair) débit : 1.25 ml/min sans H2 (ANNEXE IX)

Verre pyrolytique (Réfléchissant Clair) débit : 1.30 ml/min avec H2 (ANNEXE X)

Verre pyrolytique (Réfléchissant Clair) débit : 1.30 ml/min sans H2 (ANNEXE XI)

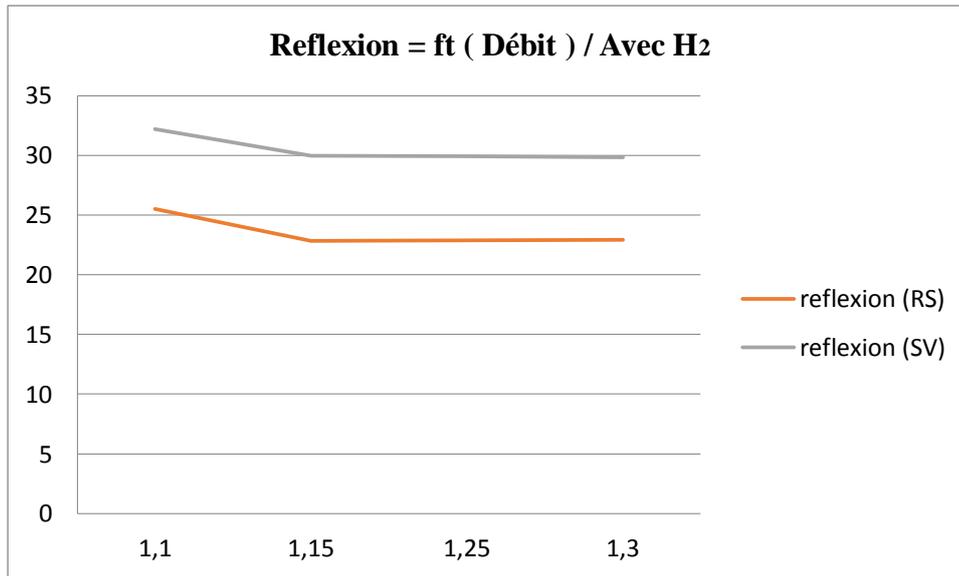


Figure V.9: Pourcentage de réflexion en fonction du débit (avec H₂)

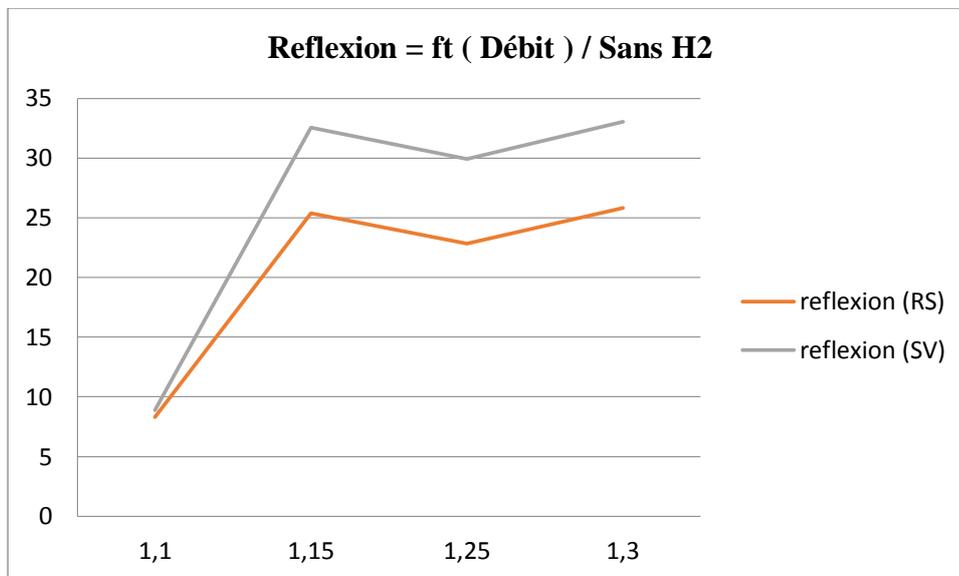


Figure V.10: Pourcentage de réflexion en fonction du débit (sans H₂)

V.4.3.1 Interprétation

Le graphe (Figure V. 8) représente la variation du pourcentage de la réflexion de radiation solaire et du spectre visible en fonction du débit utilisé avec l'existence de H₂ dans le bain d'étain.

On constate une diminution du pourcentage de réflexion de la lumière de 32.19 % jusqu'à 29.83 % pour le spectre visible et de 25% jusqu'à 22.91% pour la radiation solaire en passant d'un débit de 1.1ml/min à un débit de 1.3ml/min.

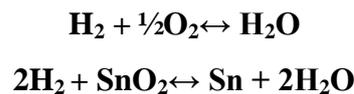
Le graphe (Figure V. 9) représente la variation du pourcentage de la réflexion de radiation solaire et du spectre visible en fonction du débit utilisé sans H₂ dans le bain d'étain.

On constate aussi une diminution du pourcentage de réflexion de la lumière de 8.86 % jusqu'à 33.06 % pour le spectre visible et de 8.3% jusqu'à 25.82% pour la radiation solaire en passant d'un débit de 1.1ml/min à un débit de 1.3ml/min.

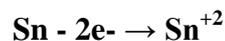
V.5 Explication générale

Au cours de la production de verre pyrolytique enduit sur la ligne de verre flotté, certaines conditions de fonctionnement doivent être maintenues pour garder une qualité acceptable de la surface du verre. La clé du procédé est de limiter la quantité de pénétration d'oxygène dans la chambre de formage du bain de flottation. C'est l'oxygène dans le bain de flottation qui invite à la diffusion de l'étain dans le verre, probablement sous forme de SnO. C'est la mise en mouvement des processus de formation des différents composants chimiques comme CaO à la surface inférieure verre –étain, qui conduit à la formation d'une écume de formule chimique CaCO₃. Cette écume de carbonate de calcium se caractérise comme un dépôt flou inacceptable sur la surface inférieure du verre et qui est insoluble dans l'eau. Les réactions chimiques clés liées à ce processus sont décrites ci-dessous :

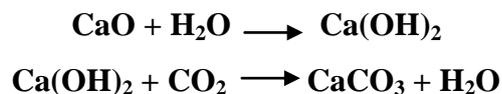
L'hydrogène réduit l'oxygène présent dans le bain de flottation comme suit :



La présence de l'oxygène dans le Bain d'étain fait que ce métal donne des électrons à l'oxygène, en formant une espèce ionique conformément à la réaction chimique suivante :

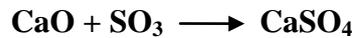


Sn⁺² échange avec des cations du réseau du verre tel **Ca⁺²** engendrant une couche de CaO sur la surface inférieure du verre. Le carbonate de calcium « écume » peut alors se former sur la surface du verre à travers les réactions suivantes:



Ce dernier composant de la réaction est facilement éliminé par un acide faible car facilement soluble dans ce dernier.

L'application de l'oxyde de soufre (SO_3) sur les rouleaux de transport du verre est généralement utilisée pour convertir CaO à CaSO_4 , qui est environ 150 fois plus soluble dans l'eau que CaCO_3 . Cela rend beaucoup plus facile l'élimination de cette couche dans les opérations classiques de lavage de verre.



Ce dernier composant est facilement soluble dans l'eau.

Toutefois, deux contraintes supplémentaires sont placées sur l'opération de fabrication du verre tout en produisant des revêtements pyrolytiques en ligne :

a) Les gaz d'atmosphère du Bain (H_2 et N_2) doivent être empêchés d'empiéter sur la zone de pulvérisation au cours de l'opération de revêtement. Ces gaz interfèrent avec la croissance cristalline du film durant la déposition et se traduisent négativement sur l'intégrité du revêtement (durabilité) pauvre ou de formation de brume dans le revêtement. Pour minimiser l'impact de ces gaz atmosphériques du bain d'étain sur le revêtement, la teneur d' H_2 dans le gaz de formation doit être réduite à 0,5 % ou moins. Le gaz H_2 ne doit être introduit dans le bain de flottation que près de l'extrémité chaude du bain. En plus, les rideaux d'étanchéité de sortie du ruban de verre doivent être maintenus en bon état pour empêcher des débits élevés de gaz de formation dans la zone de revêtement. En outre, le débit total du N_2 dans le bain doit être réduit pour minimiser son impact sur le revêtement.

b). L'application du SO_3 sur les rouleaux de transport de la bande du verre dans la zone de pulvérisation doit être réduite pendant l'opération de revêtement. Les flux de SO_3 doivent être réduits à 25% de leurs débits typiques au cours de l'application du revêtement. Des tubes spéciaux de distribution avec des trous uniquement dans la partie centrale du ruban sont également utilisés pour cette application. Ceci est fait pour éviter que le SO_3 n'interfère avec la croissance cristalline du film pendant le dépôt. La pénétration du SO_3 dans la zone de revêtement au cours du dépôt se traduira par une mauvaise intégrité du revêtement (durabilité) ou la formation de la brume dans le revêtement.

A cause de ces deux contraintes de fonctionnement, il est habituellement recommandé de laver la surface inférieure du verre en ligne avec une solution de vinaigre ou d'acide acétique. Cela est recommandé car toute formation de l'écume de carbonate de calcium sur la surface inférieure peut être éliminée par lavage avec une solution d'acide faible. Ceci peut être accompli avec une machine à laver des surfaces inférieures en ligne à l'aide des solutions de vinaigre ou acide acétique juste avant l'inspection finale du produit et la coupe aux dimensions requises du produit finals.

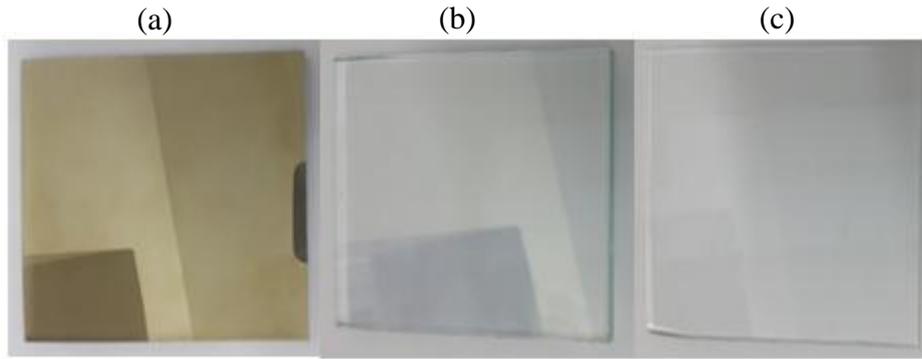


Figure V.11: (a) verre bronze, (b) verre réfléchissant clair, (c) verre simple.

V.6 Caractéristiques du verre enduit de pulvérisation pyrolytique

Il est important de comprendre les propriétés optiques de verre recouvert d'une pellicule mince. La réflectivité et la couleur du verre enduit seront déterminés principalement par l'épaisseur de l'enduit. Pour le verre Co-Fe-Cr-O, le facteur de réflexion lumineuse change quand l'épaisseur de la couche pyrolytique augmente suivant le comportement tel qu'indiqué ci-dessous:

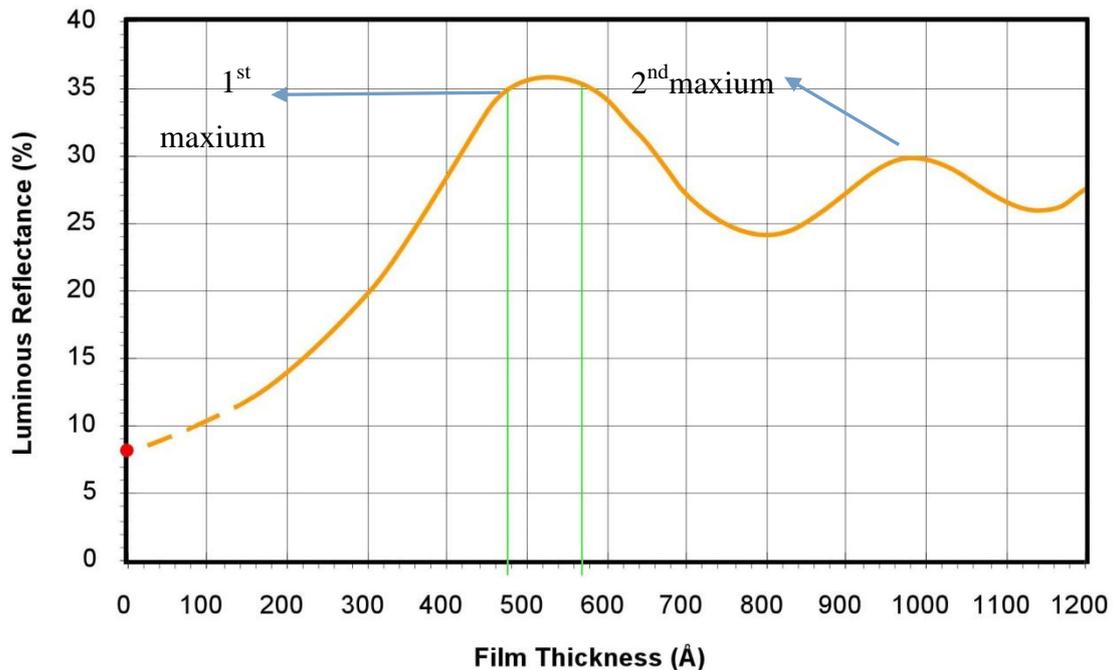


Figure V.12: La variation de la courbe de réflectance en fonction de l'épaisseur de la couche.

Pour le verre de Ti-O, la courbe de réflectance ci-dessus est très similaire, mais les valeurs sont différentes en raison de différents indices de réfraction entre les matériaux de deux revêtements. Pour n'importe quel film mince monocouche sur verre, tels que le verre Co-Cr-Fe-O ou Ti-O, cette propriété est conforme. Avec l'augmentation de l'épaisseur, le facteur

de réflexion lumineuse augmente au « Premier Maximum ». Il est dans cette région du « Premier Maximum » que la fourchette d'épaisseur visée pour le revêtement d'un verre Co-Fe-Cr-O, ainsi que le verre de Ti-O ont été fixés. (Les lignes vertes dans le graphique ci-dessus représentent la fourchette d'épaisseur de verre Co-Fe-Cr-O - il y a des valeurs semblables pour le verre de Ti-O.) Lorsque l'épaisseur augmente au-delà de ce point, la réflectance diminue puis augmente à nouveau au « Deuxième Maximum ». Et ce schéma se répète, mais finalement le comportement cyclique s'amortit sur une valeur relativement constante. En fonctionnant le procédé de revêtement où l'épaisseur visée tombe au « Premier Maximum » est le plus robuste et le plus indulgent, car toute modification incrémentielle d'épaisseur, il y aura un changement relativement faible du facteur de réflexion lumineuse.

CONCLUSION GÉNÉRALE

CONCLUSION GÉNÉRALE

Le travail abordé dans cette étude a porté sur la production d'un verre à couches pyrolytiques par la méthode CVD en utilisant deux suspensions aqueuses qui sont : les oxydes métalliques et l'oxyde de titane.

Le but principal de ce projet est d'étudier les propriétés optiques et mécaniques du verre à couche TiO et CoFeCrO tel que la durabilité, afin de découvrir les caractéristiques nécessaires pour l'utiliser dans les endroits qui le convient.

Pour cela le travail fait est divisé essentiellement en deux grandes parties qui sont :

-Une étude bibliographique sur les verres plats en général, incitant ses types et ses propriétés, ainsi le verre à couche pyrolytiques. De plus, cette partie donne les différentes étapes suivies dans le procédé de fabrication du verre plat.

-Une partie expérimentale dont on a présenté les différents précurseurs utilisés dans la pulvérisation et le processus de pulvérisation pyrolytiques elle-même.

Ensuite, on a passé aux tests appliqués sur le verre pyrolytique qui est destiné seulement au marché algérien, dont on a fait des expériences de durabilité sur plusieurs échantillons du verre à couches pyrolytiques issus par une pulvérisation avec des débits différents.

De ce fait, on a obtenu plusieurs résultats qu'on a exploité afin d'étudier leur conformité à la norme standard d'utilisation du verre produit.

L'ensemble de tous ces résultats rapportés dans ce mémoire souligne un intérêt technologique et très encourageant des verres à couches pyrolytiques et leur possibilité d'application dans des domaines différents sachant que le verre produit est divisé en plusieurs classes tel que :

La classe A : La surface revêtue peut être placée en surface interne ou externe c'est le cas pour le verre bronze (à couches CoFeCrO) qui est dédié aux applications externes comme les bâtiments, les fenêtres, les plateaux et les tablettes, car ce type du verre a des caractéristiques optiques très élevés avec une réflexion de 30% 40% environ.

La 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), c'est le cas du verre réfléchissant clair (à couches TiO). Car sa durabilité est assez faible en comparant avec celle du verre bronze, donc il est utilisable dans l'esthétique seulement.

A la fin de ce travail, on a pu avoir du verre pyrolytique bronze et réfléchissant clair avec une réflexion de 32% et 23% respectivement pour les débits utilisés.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] Université Aboubekr Belkaid faculté des sciences de l'ingénieur « science des matériaux de construction
- [2] Le journal du CNRS, n° 181, février 2005.
- [3] « Le Verre : Nature, Structure et Propriété ». H. Scholze. 2^{ème} édition ; Institut du Verre Paris, (1980).
- [4] « Le verre et l'état vitreux » - Ed. Masson - Zarzicky – ISBN : 2225690367, 1982.
- [5] M. Legouera, Thèse de doctorat de l'Université d'Annaba, 2004.
- [6] Une petite encyclopédie du verre. Pascal Richet. Vol.15, Décembre 2009.
- [7] DMA verre et cristal, Lycée Jean MONNET YZEURE.
- [8] Yourgalss, «Le verre QUID» Article-2007.
- [9] « Le verre et ses applications » Glass Trosch Holding AG, Conseil, Bützburg 2013, 4^e édition.
- [10] Les verres à couches, 1^{ère} partie. Serge ETIENNE. Laboratoire de Physique des Matériaux, UMR CNRS 7756, Nancy
- [11] « verre et produits verriers d'aujourd'hui et de demain de la S.E.P(150) » J-C Lehmann, Bulletin, juillet-Aout 2005.
- [12] MARTIN Benjamine et SAJE Stéphane, « Le recyclage du verre » Article-2004.
- [13] CSTC «le verre et les produits verrières» 1999.
- [14] « l'expérience verrière », H. Prevost, 1998.
- [15] « Glas, Natur, Struktur und Eigenschaften, Springer », SCHOLZE H, Berlin (1977).
- [16] « technologie de verre », Pr. AYADI .A, INMC-Boumerdes.
- [17] « Schott guide to glass » Heinz G. Pfaender 1996, 2^e édition.
- [18] « Mécanismes physiques et chimiques mis en jeu lors de la fusion du mélange SiO₂-Na₂CO₃ », J. GRYNBERG, (thèse doctorale de l'université Pierre et Marie Curie), 13 (2012).
- [19] « Introduction à la technologie du verre » N. EL JOUHARI, Cour chimie minérale appliquée.
- [20] « L'industrie du verre dans la communauté économique européenne », C.C.E, Belgique 1988.
- [21] « Glasses for Photonics » M. Yamane et Y. Asahara Press Cambridge University 2000.

ANNEXES

1. Pour un simple vitrage :

	L*	a*	b*
Transmission :	63.39	1.88	13.43
Réflexion Glass :	59.43	0.18	14.59
Réflexion Film :	63.18	1.03	14.51

2. Caractéristiques lumineuses et solaires :

		EN 410	
		Simple vitrage	
		P1	P2
Radiation solaire (250-2500) nm	Transmission	38.25	
	Réflexion	32.04	25.19
	Absorption	29.71	36.56

		Simple vitrage	
		P1	P2
Spectre visible (380-780) nm	Transmission	32.58	
	Réflexion	32.31	27.97
	Absorption	35.11	39.44

		Simple vitrage
UV (280-380) nm	Transmission	14.10

		Simple vitrage	
		P1	P2
Facteur de transmission totale de l'énergie solaire (g)		0.459	0.477

ANNEXE II : Caractéristiques optiques - Verre pyrolytique (Bronze) débit : 1.6ml/min
avec H2

1. Pour un simple vitrage :

	L*	a*	b*
Transmission :	62.03	2.19	17.87
Réflexion Glass :	54.07	4.59	17.75
Réflexion Film :	58.4	4.43	15.11

2. Caractéristiques lumineuses et solaires :

		EN 410	
		Simple vitrage	
		P1	P2
Radiation solaire (250-2500) nm	Transmission	36.06	
	Réflexion	30.77	23.59
	Absorption	33.17	40.35

		Simple vitrage	
		P1	P2
Spectre visible (380-780) nm	Transmission	31.09	
	Réflexion	26.88	22.56
	Absorption	42.03	46.35

		Simple vitrage
UV (280-380) nm	Transmission	10.81

		Simple vitrage	
		P1	P2
Facteur de transmission totale de l'énergie solaire (g)		0.446	0.465

ANNEXE III : Caractéristiques optiques - Verre pyrolytique (Bronze) débit : 1.8 ml/min
avec H2

1. Pour un simple vitrage :

	L*	a*	b*
Transmission :	60.37	3.55	22.72
Réflexion Glass :	46.23	9.57	15.2
Réflexion Film :	52.68	7.13	9.93

2. Caractéristiques lumineuses et solaires :

		EN 410	
		Simple vitrage	
		P1	P2
Radiation solaire (250-2500) nm	Transmission	34.14	
	Réflexion	29.38	21.56
	Absorption	36.49	44.30

		Simple vitrage	
		P1	P2
Spectre visible (380-780) nm	Transmission	29.32	
	Réflexion	21.06	15.82
	Absorption	49.63	54.87

		Simple vitrage
UV (280-380) nm	Transmission	8.18

		Simple vitrage	
		P1	P2
Facteur de transmission totale de l'énergie solaire (g)		0.436	0.456

ANNEXE IV :Caractéristiques optiques - Verre pyrolytique (Réfléchissant Clair) débit :
1.10ml/min avec H2

1. Pour un simple vitrage :

	L*	a*	b*
Transmission :	85.62	0.35	2.65
Réflexion Glass :	62.96	-3.08	-5.88
Réflexion Film :	63.72	-2.10	-5.95

2. Caractéristiques lumineuses et solaires :

		EN 410	
		Simple vitrage	
		P1	P2
Radiation solaire (250-2500) nm	Transmission	67.93	
	Réflexion	25.49	23.39
	Absorption	6.58	8.68

		Simple vitrage	
		P1	P2
Spectre visible (380-780) nm	Transmission	67.40	
	Réflexion	32.19	31.27
	Absorption	0.40	1.33

		Simple vitrage
UV (280-380) nm	Transmission	48.49

		Simple vitrage	
		P1	P2
Facteur de transmission totale de l'énergie solaire (g)		0.696	0.702

ANNEXE V :Caractéristiques optiques - Verre pyrolytique (Réfléchissant Clair) débit :
1.10ml/min sans H2

1. Pour un simple vitrage :

	L*	a*	b*
Transmission :	95.94	-0.96	0.10
Réflexion Glass :	35.96	-0.35	-1.49
Réflexion Film :	35.76	-0.37	-1.51

2. Caractéristiques lumineuses et solaires :

		EN 410	
		Simple vitrage	
		P1	P2
Radiation solaire (250-2500) nm	Transmission	83.52	
	Réflexion	8.30	8.44
	Absorption	8.18	8.04

		Simple vitrage	
		P1	P2
Spectre visible (380-780) nm	Transmission	89.84	
	Réflexion	8.86	8.96
	Absorption	1.30	1.20

		Simple vitrage
UV (280-380) nm	Transmission	64.96

		Simple vitrage	
		P1	P2
Facteur de transmission totale de l'énergie solaire (g)		0.856	0.856

ANNEXE VI :Caractéristiques optiques - Verre pyrolytique (Réfléchissant Clair) débit :
1.15ml/min avec H2

1. Pour un simple vitrage :

	L*	a*	b*
Transmission :	85.41	0.47	0.48
Réflexion Glass :	63.56	-3.36	-2.23
Réflexion Film :	64.4	-2.35	-2

2. Caractéristiques lumineuses et solaires :

		EN 410	
		Simple vitrage	
		P1	P2
Radiation solaire (250-2500) nm	Transmission	65.78	
	Réflexion	22.84	20.68
	Absorption	11.39	13.54

		Simple vitrage	
		P1	P2
Spectre visible (380-780) nm	Transmission	64.79	
	Réflexion	29.97	28.93
	Absorption	5.25	6.29

		Simple vitrage	
		P1	P2
UV (280-380) nm	Transmission	51.95	

		Simple vitrage	
		P1	P2
Facteur de transmission totale de l'énergie solaire (g)		0.687	0.693

ANNEXE VII :Caractéristiques optiques - Verre pyrolytique (Réfléchissant Clair) débit :
1.15ml/min sans H2

1. Pour un simple vitrage :

	L*	a*	b*
Transmission :	85.65	0.42	1.13
Réflexion Glass :	63.12	-3.25	-3.61
Réflexion Film :	63.96	-2.27	-3.48

2. Caractéristiques lumineuses et solaires :

		EN 410	
		Simple vitrage	
		P1	P2
Radiation solaire (250-2500) nm	Transmission	67.99	
	Réflexion	25.39	23.19
	Absorption	6.62	8.82

		Simple vitrage	
		P1	P2
Spectre visible (380-780) nm	Transmission	67.39	
	Réflexion	32.54	31.55
	Absorption	0.04	1.07

		Simple vitrage
UV (280-380) nm	Transmission	52.50

		Simple vitrage	
		P1	P2
Facteur de transmission totale de l'énergie solaire (g)		0.697	0.703

ANNEXE VIII :Caractéristiques optiques - Verre pyrolytique (Réfléchissant Clair)

débit : 1.25ml/min avec H2

1. Pour un simple vitrage :

	L*	a*	b*
Transmission :	85.49	0.49	-0.72
Réflexion Glass :	63.43	-3.46	-0.07
Réflexion Film :	64.32	-2.42	-0.02

2. Caractéristiques lumineuses et solaires :

		EN 410	
		Simple vitrage	
		P1	P2
Radiation solaire (250-2500) nm	Transmission	65.86	
	Réflexion	22.87	20.51
	Absorption	11.27	13.63

		Simple vitrage	
		P1	P2
Spectre visible (380-780) nm	Transmission	64.88	
	Réflexion	29.94	28.85
	Absorption	5.19	6.28

		Simple vitrage
UV (280-380) nm	Transmission	54.22

		Simple vitrage	
		P1	P2
Facteur de transmission totale de l'énergie solaire (g)		0.688	0.694

ANNEXE IX :Caractéristiques optiques - Verre pyrolytique (Réfléchissant Clair) débit :
1.25ml/min sans H2

1. Pour un simple vitrage :

	L*	a*	b*
Transmission :	85.45	0.44	0.92
Réflexion Glass :	63.50	-3.31	-2.90
Réflexion Film :	64.38	-2.31	-2.74

2. Caractéristiques lumineuses et solaires :

		EN 410	
		Simple vitrage	
		P1	P2
Radiation solaire (250-2500) nm	Transmission	65.74	
	Réflexion	22.82	20.70
	Absorption	11.44	13.56

		Simple vitrage	
		P1	P2
Spectre visible (380-780) nm	Transmission	64.90	
	Réflexion	29.92	28.83
	Absorption	5.18	6.28

		Simple vitrage
UV (280-380) nm	Transmission	50.45

		Simple vitrage	
		P1	P2
Facteur de transmission totale de l'énergie solaire (g)		0.687	0.693

ANNEXE X :Caractéristiques optiques - Verre pyrolytique (Réfléchissant Clair) débit :
1.30ml/min avec H2

1. Pour un simple vitrage :

	L*	a*	b*
Transmission :	85.49	0.41	0.87
Réflexion Glass :	63.48	-3.3	-2.87
Réflexion Film :	64.31	-2.28	-2.86

2. Caractéristiques lumineuses et solaires :

		EN 410	
		Simple vitrage	
		P1	P2
Radiation solaire (250-2500) nm	Transmission	65.79	
	Réflexion	22.91	20.70
	Absorption	11.30	13.51

		Simple vitrage	
		P1	P2
Spectre visible (380-780) nm	Transmission	64.97	
	Réflexion	29.83	88.81
	Absorption	11.30	6.22

		Simple vitrage
UV (280-380) nm	Transmission	50.82

		Simple vitrage	
		P1	P2
Facteur de transmission totale de l'énergie solaire (g)		0.687	0.693

ANNEXE XI :Caractéristiques optiques - Verre pyrolytique (Réfléchissant Clair) débit :
1.30ml/min sans H2

1. Pour un simple vitrage :

	L*	a*	b*
Transmission :	85.35	0.50	-0.04
Réflexion Glass :	63.50	-3.41	-0.94
Réflexion Film :	64.26	-2.42	-0.12

2. Caractéristiques lumineuses et solaires :

		EN 410	
		Simple vitrage	
		P1	P2
Radiation solaire (250-2500) nm	Transmission	67.54	
	Réflexion	25.82	23.40
	Absorption	6.65	9.06

		Simple vitrage	
		P1	P2
Spectre visible (380-780) nm	Transmission	66.72	
	Réflexion	33.06	32.10
	Absorption	0.22	1.18

		Simple vitrage
UV (280-380) nm	Transmission	54.10

		Simple vitrage	
		P1	P2
Facteur de transmission totale de l'énergie solaire (g)		0.693	0.699