

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

**UNIVERSITE DE BLIDA 1**

**Faculté de Technologies**

Département de Génie des procédés



**MEMOIRE DE MASTER**

Spécialité : Génie des procédés des matériaux

**THEME**

**Adaptation d'un résistivimètre (NAGY SRM-12T)  
d'évaluation de l'émissivité et de la résistivité à l'abrasion**

**Présenté par :**

RAMDANE FETHIA

Encadreur : Dr ZOHRA CHENNOUF

ZIDOUN RYMA

CO-Encadreur : ABDELOUHAB HABEL

BIIDA 2022.

## REMERCIEMENTS

*Ce travail est réalisé au laboratoire de contrôle de qualité des verres à couches de l'usine MFG. Tout d'abord, nous tenons à remercier le bon dieu pour nous avoir donné le courage et la santé à finaliser ce travail.*

*Nous tenons à présenter nos sincères remerciements et notre gratitude à promotrice : Madame **CHENNOUF ZOHRA** pour sa disponibilité, son aide précieuse, son soutien tout au long de ce travail et ses conseils qui nous ont été très utiles.*

*On exprime nos sincères remerciements à Monsieur **ABDELOUAHAB HABEL** (dirigeante du laboratoire CQ verres à couches de l'usine MFG), ainsi qu'aux membres du laboratoire ainsi que Mme **BOUDECHICHE HALA** pour leur accompagnement lors des manipulations des analyses, et pour tous les personnels de centre MFG Blida.*

*Merci à tous ceux et qui de près ou de loin, ont contribué à la réalisation de ce mémoire.*

## **DEDICACE**

*Je dédie ce travail à :*

*Mon cher père, que dieu ait pitié de lui et ma chère mère qui a mis tout cet efforts, soutien et amour inconditionnel qu'ils m'ont donné depuis le début de ma vie.*

*A tous mes frères, car nous avons tout partagé dans la vie.*

*A mes collègues j'ai beaucoup des souvenirs avec elles durant ces années.*

*Mes amis les plus chères de ma vie **Maroua** et **Yousra**, pour m'avoir soutenu dans toutes les circonstances qui ont traversé. Sans s'oublier mes proches et toutes les personnes qui ont un jour donné un sourire sur mon visage.*

**RAMDANE FATHIA**

## **DEDICACE**

*J'ai toujours pensé faire ou offrir quelque chose*

*À mes parents.*

*En signe de reconnaissance pour tout ce qu'ils ont consenti comme efforts, rien que pour me voir réussir, et voilà, l'occasion est venue.*

*A ceux qui m'ont donné la vie, symbole de beauté, de fierté, des  
ageasses et de patience à mes chers parents.*

*Je dédie aussi ce travail à mes chers frères **RIADE** et surtout*

***DOCTEUR ABDELRAHMAN** et ma sœur **DOAA**.*

*Mes chers élèves du **BAC 2022**.*

*Merci pour votre soutien et votre encouragement*

**ZIDOUN RYMA**

## *Résumé*

L'objectif de ce travail est de faire une proposition de modification de l'appareil pour l'adaptation d'un résistivimètre (NAGY SRM- 12T) pour l'évaluation de l'émissivité  $\epsilon$  et la résistance à l'abrasion, de contrôle de qualité des verres à couche de type star +S à faible émissivité, et la description sur la déposition de la couche mince sur les verres clair par la technique (PVD) dépôt physique en phase vapeur.

Les résultats obtenus sont cohérents aux l'exigence, et cette méthode de modification sera approuvé par l'usine de verre MFG.

The objective of this work is to make a proposal for modification of the device for the adaptation of a resistivity meter (NAGY SRM-12T) for the evaluation of the emissivity  $\epsilon$  and the resistance to abrasion, control quality of low-emissivity star +S type coated glasses, and the description of the deposition of the thin layer on clear glasses by the physical vapor deposition (PVD) technique. The results obtained are consistent with the requirement, and this modification method will be approved by the MFG glass factory.

الهدف من هذا العمل هو تقديم اقتراح لتعديل الجهاز لتكييف مقياس المقاومة لتقييم الانبعاثية ومقاومة التآكل، ومراقبة جودة الزجاج المطلي النوع.نجم+ انبعاث منخفض ، ووصف للترسيب الطبقة الرقيقة على الزجاج الشفاف بتقنية الترسيب الفيزيائي للبخار، النتائج التي تم الحصول عليها متوافقة مع المتطلبات ، وسيتم اعتماد طريقة التعديل هذه من قبل مصنع الزجاج.

## Liste des figures

### CHAPITRE I

<b>Figure I.1 :</b> fragment de fulgurite.....	16
<b>Figure I.2 :</b> fragment d'obsidienne.....	16
<b>Figure I.3:</b> structure chimique de la silice vitreuse.....	18
<b>Figure I.4 :</b> Rupture d'une liaison SiO par introduction d'une molécule NaO dans Le réseau de silice.....	18

### CHAPITRE II

<b>Figure II.1:</b> Organigramme de l'entreprise MFG.....	24
<b>Figure II.2:</b> verre plat.....	25
<b>Figure II.3:</b> Illustration d'un verre feuilleté.....	26
<b>Figure II.4:</b> le diagramme des fonctions de verre.....	27
<b>Figure II.5:</b> Les trios principaux modes de croissance de la couche mince.....	30
<b>Figure II.6:</b> Aperçu du système de dépôt des couches.....	32
<b>Figure II.7:</b> Principe de la pulvérisation cathodique.....	33
<b>Figure II.8:</b> représentation schématique des couches déposées.....	34
<b>Figure II.9:</b> le système de mesure.....	35

### CHAPITRE III

<b>Figure III.1:</b> Dispositif expérimental de résistivité mètre NAGY SR12-T.....	38
<b>Figure III.2:</b> Lunette de mesure d'appareil NAGY SRM12-T.....	39
<b>Figure III.3:</b> Le microprocesseur de l'appareil NAGY SRM12-T.....	39
<b>Figure III.4:</b> position de verre MGF sur l'appareil SRM12-T.....	41
<b>Figure III.5:</b> porte échantillon.....	42
<b>Figure III.6:</b> L'appareil NAGY SRM12-T après la modification avec le support.....	43
<b>Figure III.7:</b> La feuille d'Etalonnage de la résistivité.....	43
<b>Figure III.8:</b> Combinaison du verre clair de 6mm et verre à couche de 4mm.....	45

<b>Figure III.9:</b> Représentation schématique de la découpe d'échantillons pour les tests de Laboratoire.....	48
<b>Figure III.10:</b> Courbe de mesure de résistivité totale corrigée.....	50

## CHAPITRE IV

<b>Figure IV.1:</b> les Courbes de la résistance en fonction la hauteur avant la modification de l'épaisseur de verre à couche 4 et 6mm.....	59
<b>Figure IV.2:</b> les courbes de variation de L'erreur relative de résistivité en fonction de la hauteur avant la modification (l'épaisseur de verre à couche 4 et 6mm).....	60
<b>Figure IV.3:</b> les courbes de la résistance en fonction de la hauteur après la modification de l'épaisseur de verre à couche 4 et 6mm.....	62
<b>Figure IV.4:</b> courbe de variation de L'erreur relative de résistivité en fonction de la hauteur après la modification (l'épaisseur de verre à couche 4 et 6mm).....	62
<b>Figure IV.5:</b> la courbes de transmission et de réflexion en fonction de la longueur d'onde (verre star +S).....	65
<b>Figure IV.6:</b> Micrographie de l'échantillon HP1(I).....	71

## Liste des tableaux

### CHAPITRE I

**Tableau I.1:** Représenter la classification des verres.....20

**Tableau I.2:** Représentation des propriétés de verre.....21

### CHAPITRE II

**Tableau II.1:** types de verres des métaux et des épaisseurs.....31

### CHAPITRE III

**Tableau III.1:** la compilation d'échantillon de verre.....45

**Tableau III.2:** critères de tolérance du verre à couche MFG pour l'émissivité  
et la résistivité.....48

**Tableau III.3:** Plan d'échantillonnage.....50

**Tableau III.4:** Critère d'acceptation du verre à couche MFG pour la ternissure.....53

### CHAPITRE IV

**Tableau IV.1:** la résistivité et l'erreur relative de résistivité pour verre à couche  
de l'épaisseur (4 et 6mm) avant le calibrage.....59

**Tableau IV.2:** la résistivité et l'erreur relative de la résistivité pour verre à couche  
de l'épaisseur (4 et 6mm) après le calibrage.....62

**Tableau IV.3:** Les résistivités des échantillons d'épaisseurs 6 mm.....64

**Tableau IV.4 :** Représenter les résistivités des échantillons d'épissure 4 mm.....65

**Tableau IV.5 :** Distribution latérale de la résistivité.....67

**Tableau IV.6:** donnée la résistivité minimale, maximale et  $\Delta R$ .....67

**Tableau IV.7:** Résultats de la résistivité et émissivité totale corrigé.....68

**Tableau IV.8:** Résultats test d'abrasion après 10 et 40 cours.....69

**Tableau IV.9:** Résultats de test d'ébullition de l'échantillon avant et après.....70

**Tableau IV.10:** Résultats du calcul de la ternissure de l'échantillon K(I).....71

**Tableau IV.11:** Valeurs de la résistivité avant et après le test de corrosion.....71

**Tableau IV.12:** Résultat de test UV avant et après pour l'échantillon UV (I).....73

## Liste des abréviations

**MFG** : Méditerranéen float glass.

**A.J.-C** : Avant Jésus-Christ.

**ASTM**: American Society for Testing Materials.

**SiO<sub>2</sub>**: Oxyde de silicium.

**Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>** : Carbonate de sodium.

**CaO** : L'oxyde de calcium.

**MgO** : L'oxyde de magnésium.

**PVB**: Butyral Poly Vinyle.

**nm**: Nanomètre.

**µm** : Micromètre.

**µS** : Micro-Siemens

**mm** : Millimètre.

**Pa** : pascal

**Mbar** : millibar

**%** : Pourcentage.

**°C** : Degré Celsius.

**UV**: Ultraviolet

**IR** : Infra Rouge

**VIS**: visible

## Table des matières

Remerciement	
Dédicace	
Liste des abréviations	
Liste des tableaux	
Liste des figures	
Introduction géniale	

### **CHAPITRE I : généralités sur les verres**

I.1. Introduction.....	16
I.2. Définition de verre.....	17
I.3. Composition chimique des verres.....	17
I.3.1. Sable ( $\text{SiO}_2$ ).....	17
I.3.2. Carbonate de sodium $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .....	18
I.3.3. Calcaire ( $\text{CaCO}_3$ ).....	19
I.3.4. Dolomie.....	19
I.3.5. Les feldspaths $[(\text{K}, \text{Na}) \text{AlSi}_3\text{O}_8]$ .....	19
I.3.6. Charbon.....	19
I.3.7. Sulfate de sodium.....	19
I.3.8. Oxyde de fer.....	20
I.3.9. Calcin.....	20
I.4. Classification des verres Selon la composition chimique ainsi que l'origine.....	20
I.5. Propretés des verres.....	21
I.6. Les étapes de récupération du verre.....	21

### **CHAPITRE II : présentation de l'entreprise mediterranean float glass**

II.1. Présentation de l'entreprise MFG.....	23
II.2. Historique.....	23
II.3. L'organigramme de l'entreprise MFG.....	24
II.4. Différent type de verre MFG.....	25

II.4.1. verre plat.....	25
II.4.2. Verre feuilleté .....	25
II.4.3. Verre à couche .....	26
II.4.3.1. Fonction d'un verre à couche .....	27
II.4.3.2. Classification des verres à couches dans le bâtiment.....	27
II.4.3.3. Gamme des verres à couche .....	28
II.4.3.3.1. Medistar « S » ET «+S» (low-e).....	28
II.4.3.4. Couche mince.....	28
II.4.3.4.1. Définition d'une couche mince.....	28
II.4.3.4.2. Dépôts physiques en phase vapeur .....	28
A. Technique (PVD) de dépôt par évaporation sous vide.....	28
B. Dépôt par pulvérisation cathodique .....	30
II.4.3.5. Différentes étapes de fabrication du verre à couches .....	30
II.4.3.5.1. Déchargeuse.....	31
II.4.3.5.2. Lavage et séchage du verre .....	31
II.4.3.5.3. Dépôt de couches.....	32
A. Aperçu du système.....	32
B. Description générale et principe de fonctionnement.....	32
II.4.3.6. Principes fondamentaux du processus .....	33
II.4.3.7. Type de pulvérisation.....	34
II.4.3.8. Structure des verres à couche (Low-e) de MFG Medistar « S » et « +S ».....	34
II.4.3.9. système de mesure .....	35
A. Tête de mesure angulaire .....	35
B. Transmission spectrale dans le vide .....	35
II.4.3.10. Dépilement à quartes positions.....	36

### **CHAPITRE III : Matériels et Méthodes**

III.1. Introduction.....	38
III.2. Objectif de travail.....	38
III.3. Moyen de mesures de la résistivité NAGY SRM-12Y.....	38
III.3.1. Présentation de l'appareil.....	38
III.3.1.1. Principe de fonctionnement.....	40

III.3.2. Objet d'mesure .....	40
III.4. Méthode de mesure .....	41
III.4.1. Evaluation de la résistivité de verres à couche Low-e.....	41
III.5. Traitement métrologique.....	41
III.5.1. Les erreurs de mesure et l'incertitude .....	41
III.6. Modification du périphérique de l'appareil.....	42
III.6.1. Port échantillon .....	42
III.7. Etalonnage de résistivité .....	43
III.8. Méthode de modification .....	45
III.8.1. L'étalonnage .....	45
III.9. Analyse au niveau de laboratoire et le contrôle qualité.....	46
III.9.1. Analyse spectrophotométriques online .....	46
III.9.2. Analyse et tests aux laboratoires outs line .....	46
III.9.2.1. Mesure des propriétés spectrophotométriques.....	46
III.9.2.2. Analyse de la résistivité latérale et superficielle.....	47
a. Analyse de la résistivité latérale .....	47
b. Analyse de la résistivité superficielle et détermination de l'émissivité.....	48
III.9.2.3. Test de résistance à l'abrasion.....	50
III.9.2.4. Test d'ébullition .....	52
III.9.2.5. Test de Corrosion .....	53
III.9.2.6. Test de vieillissent UV.....	54

## **CHAPITRE IV**

IV.1. Mesure de la résistivité des échantillons (4 et 6mm) .....	57
IV.1.1. Etude de la résistivité en fonction de la hauteur.....	57
IV.1.2. Test avant le calibrage (modification) .....	57
IV.2. Les calcule de calibrage .....	60
IV.2.1. Test après le calibrage .....	61
IV.3. Mesure la résistivité des échantillons .....	63
IV.3.1. Mesure de la résistivité avant et après la modification de l'appareil et la déférence .....	63
IV.4. Test spectrophotométriques .....	65
IV.5. Test de résistivité latérale.....	65

IV.6. Test de résistivité superficielle .....	67
IV.7. Test de résistance à l'abrasion.....	67
IV.8. Test d'ébullition .....	69
IV.9. Test de Corrosion .....	70
IV.10. Test de vieillissement UV .....	71
Conclusion.	
Référence bibliographique.	

## INTRODUCTION GENIRALE

Le verre dans le langage courant, désigne un matériau solide non cristallin et transparent au rayonnement visible, Il y a plusieurs type de verre selon l'utilisation quotidiens, on peut distinguer : les verres creux et les verres plats [1].

La principale matière première utilisée pour la fabrication du verre est le sable siliceux, qui présent en quantité excédentaire dans la nature. On le combine avec d'autres éléments: les fondants et les stabilisants.

L'entreprise MFG produit du verre plat clair, feuilleté, à couches. Ces derniers sont des verres industriels sur lesquels, on pulvérise des oxydes métalliques sous forme de couches minces (0,01 à 0,8  $\mu\text{m}$ ). Les couches minces déposé sur le verre c'est une semi-conductrice à nano structures représentent une nouvelle classe de matériaux.

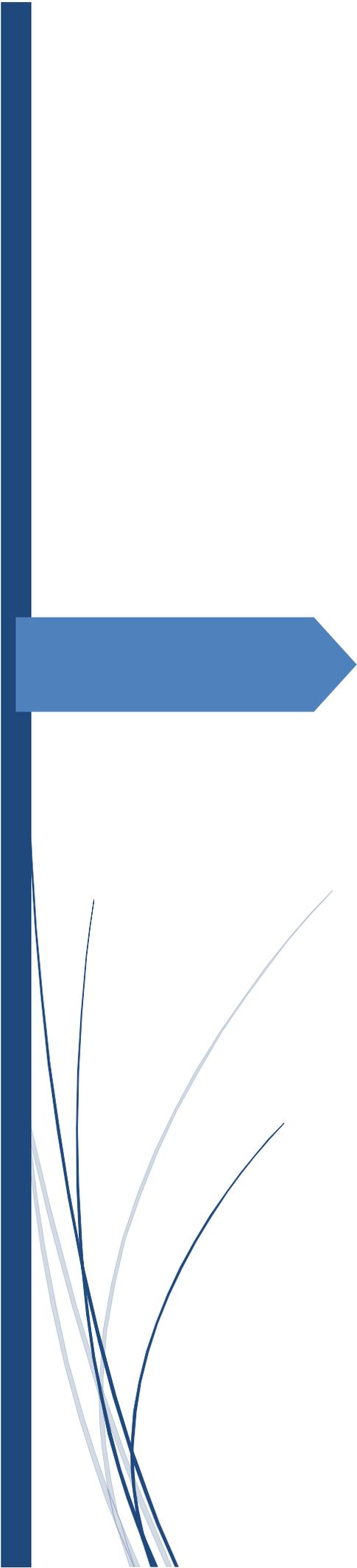
La présence de la couche modifie le comportement du verre vis-à-vis du rayonnement solaire (dans le domaine du visible et de l'infrarouge), ce genre de verre est utilisé pour diminuer la consommation d'énergie.

Le matériau verre occupe depuis toujours une place à part dans l'architecture et suscite un intérêt inégal auprès des ingénieurs. Il offre des possibilités pour la construction de bâtiments légers, ouverts et lumineux. Le formidable concept est de délaissier les murs massifs et aveugles au profit d'une ouverture transparente et translucide sur l'extérieur. Ce développement dont il a récemment fait l'objet a suscité un tel engouement de la part des ingénieurs et architectes qu'il est devenu le matériau de prédilection des constructeurs d'aujourd'hui. Les différentes gammes de matériau a fait naitre une relation de l'homme avec son habitat, avec la lumière et la nature.

Le verre à faible émissivité joue un rôle important en empêchant la chaleur et l'air froid de pénétrer à l'intérieur d'un bâtiment et réciproquement, et joue un rôle important dans la réduction de l'énergie du bâtiment (gaz et électricité) et de la climatisation. Cela signifie des économies de coûts [2].

Ce mémoire est composé de 04 chapitres, après une introduction générale.

- Chapitre I : Les généralités sur les verres.
- le chapitre II : présentation de MFG et cette production des verres.
- le chapitre III : porte sur les matériaux et les méthodes utilisées.
- chapitre IV : recueille les résultats des tests des verres sont discutés.
- conclusion générale.



# CHAPITRE I

# CHAPITRE I : GENERALITES SUR LES VERRES

## I.1. INTRODUCTION

Le verre existe naturellement sur la terre depuis des centaines de milliers d'années. En 100 000 avant notre ère, les humains préhistoriques ont connu déjà l'obsidienne, un verre naturel dérivé des volcans, et l'ont utilisé pour fabriquer des outils et des pointes de flèches. Ils ont également utilisé des tectites (roches magnétiques et sédimentaires), des billes de verre formées par impact de météorite, et également utilisées comme bijoux, et des fulgurites, qui sont des objets tout à fait inhabituels qui sont produits lorsque la foudre frappe le sable. Généralement de forme creuse et quasi cylindrique, il est aussi totalement opaque étant donné le grand nombre d'impuretés qu'il renferme.

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

Carbonate de sodium. C'est du carbonate de sodium hydraté (formule chimique  $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ). Sa découverte est probablement liée à des activités telles que la métallurgie, la poterie et la céramique. Au début, il était principalement utilisé pour fabrication de bijoux et de perles. Les plus anciens produits verriers fabriqués par l'homme ont été découverts en Egypte en 3000 avant J.-C. A cette époque, ce n'étaient pas les matériaux transparents ou translucides, mais du verre opaque aux couleurs vertes ou bleues [2].

La figure ci-dessous en reprise le fragment de fulgurite et d'obsidienne.



**Figure I.1:** fragment de fulgurite.



**Figure I.2:** fragment d'obsidienne.

## I.2. Définition de verre.

Les verres soient connus depuis des milliers d'années, ils n'ont pas de définition universelle. En termes simples, les verres sont généralement liés au matériau transparent fragile utilisé pour fabriquer des vitres, il existe plusieurs définitions différentes :

Selon **J. Zarzycki** directeur de laboratoire des verres de l'université de Montpellier en 1982, leur préfère la définition suivante : « le verre est un solide non cristallin (amorphe) présentant un phénomène de transition vitreuse, l'état physique correspondant est l'état vitreux.

**American Society for Testing Materials (ASTM)** en 1945 définit : « le verre comme un matériau inorganique produit par fusion, qui a été refroidi dans des conditions qui ont empêché sa cristallisation ».

**Gustav tammann** définit le verre comme « L'état vitreux est l'état figé d'un liquide en sur fusion, qui se solidifie sans cristalliser ». Donc, le verre désigne un matériau ou un alliage dur, fragile (cassant) et transparent au rayonnement visible. Le plus souvent, le verre est constitué d'oxyde de silicium (silice  $\text{SiO}_2$ ) et de fondants, le constituant principal du sable [3].

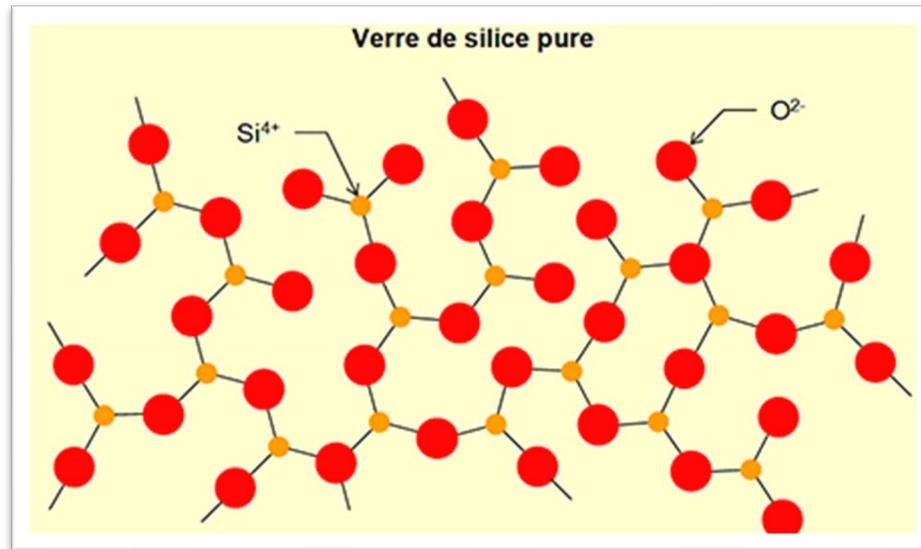
## I.3. Composition chimique des verres.

La composition chimique du verre dépend principalement des propriétés recherchées et l'abondance des matières première. Les minerais composant le verre float sont le sable, le carbonate de sodium, le calcaire et la dolomie. Le but de ces minéraux est d'avoir les oxydes suivants :

### I.3.1. Sable ( $\text{SiO}_2$ ) :

Le sable est une roche naturelle riche en silice (formateur de réseau de verre). Densité apparente est de  $1,5 \text{ g/cm}^3$ , densité réelle est de  $2,65 \text{ g/cm}^3$ . Le sable est la principale matière première qui intervenant dans la fabrication du verre. Car, il constitue la plus importante source de dioxyde de silicium  $\text{SiO}_2$ . Il s'agit d'une substance naturelle et courante. Le point de fusion du sable est trop élevé environ  $1730 \text{ }^\circ\text{C}$ . Pour que la fusion soit économique, il faut ajouter un fondant, tel que l'oxyde de sodium, pour réduire la température de fusion [4].

La figure ci-dessous représenter la structure chimique de la silice vitreuse.

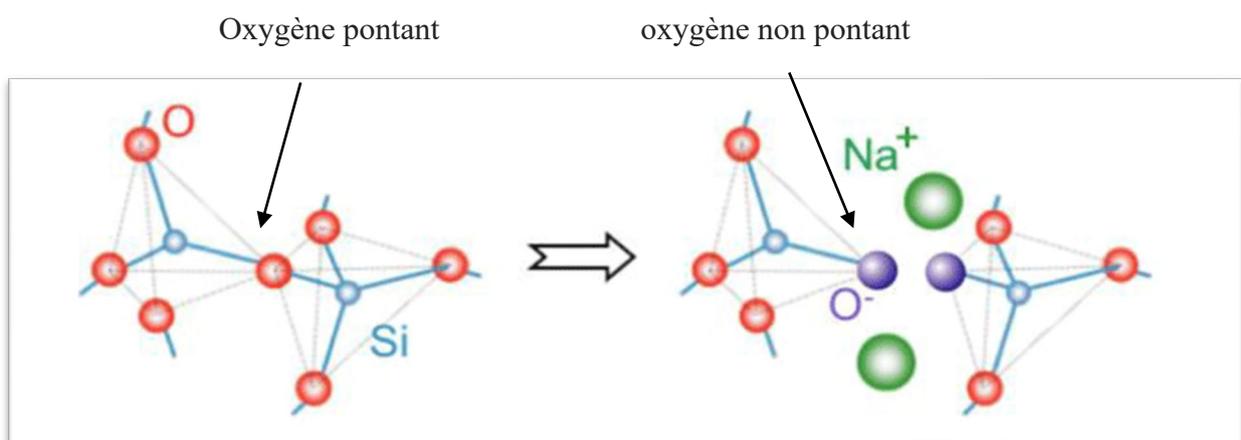


**Figure I.3:** structure chimique de la silice vitreuse [4].

### I.3.2. Carbonate de sodium $\text{Na}_2\text{CO}_3$ :

L'oxyde de sodium  $\text{Na}_2\text{O}$  est l'alcalin le plus employé comme un oxyde modificateur qui dépolymérise le réseau des oxydes formateurs, abaisse la température de fusion, augmente le coefficient de dilatation et la conductivité électrique. Chaque molécule de  $\text{Na}_2\text{O}$ , provoque la coupure d'une chaîne :  $-\text{O}-\text{Si}-\text{O}-\text{Si}-$ , en deux groupements :  $\text{O}-\text{Si}-\text{O}$  [2].

La figure I.4 illustre la rupture d'une liaison  $\text{SiO}$  par introduction d'une molécule  $\text{NaO}$  dans le réseau de silice.



**Figure I.4:** Rupture d'une liaison  $\text{SiO}$  par introduction d'une molécule  $\text{NaO}$  dans Le réseau de silice [5].

### **I.3.3. Calcaire (CaCO<sub>3</sub>) :**

Le calcaire est riche en oxyde de calcium CaO (plus de 58%). L'introduction de CaO dans le verre entraîne l'amélioration de la résistance à l'attaque chimique et l'augmentation de la densité, du coefficient de dilatation thermique et de l'indice de réfraction. Cependant, il décroît la résistance mécanique [2].

### **I.3.4. Dolomie : (CaMg (CO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>)**

Dans le verre plat, l'oxyde de magnésium (MgO) est mis essentiellement afin d'éviter la dévitrification. Cependant, le remplacement d'une partie de ça entraîne aussi d'autres effets bénéfiques puisqu'une amélioration de la fusion jusqu'à un rapport MgO/CaO de l'ordre 1/3 est constatée, au-delà de cette proportion l'effet contraire se produit. Le Magnésium 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 [2].

### **I.3.5. feldspaths : [(K, Na) ALSi<sub>3</sub>O<sub>8</sub>]**

L'alumine (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) est appelée intermédiaire, car quand il est seul, il ne vitrifie pas, par ailleurs, il agit comme formateur de verre une fois combiné avec d'autres oxydes comme la silice (aluminosilicates) [6].

### **I.3.6. Charbon :**

Le charbon ou poudre de coke sert de réducteur pour le sulfate de sodium (affinant). Le charbon contient environ 80% de carbone. Un excès de charbon dans la composition engendre des hétérogénéités chimiques siliceuses et son manque provoque des bouillons de sulfate. Il est utilisé aussi comme agent de réduction pour la production d'un verre à faible oxydation de couleur vert ambrée ou parfois transparent [2].

### **I.3.7. Sulfate de sodium :**

Le sulfate de sodium est un sous-produit de l'industrie chimique. Densité apparente 1.32g/cm<sup>3</sup>, densité réelle 2.70g/cm<sup>3</sup>. Il est ajouté, en tant qu'agent affinant et oxydant, il constitue une source secondaire d'oxyde de sodium.

Un excès de sulfate dans la composition engendre des bouillons de sel et une corrosion des réfractaires et son manque provoque des ségrégations siliceuses [2].

### I.3.8. Oxyde de fer :

L'oxyde de fer est utilisé comme colorant (couleur verte, favorise le transfert thermique) et comme régulateur de la transmission lumineuse, les quantités ajoutées sont faibles [6].

### I.3.9. Calcin :

Le calcin (verre broyé) est considéré comme une matière première (fondant) dans la fabrication de verre [6].

## I.4. Classification des verres selon la composition ainsi que l'origine.

Le tableau ci-après qui donnés la classification selon la composition et leur l'origine.

**Tableau I.1:** Représenter la classification des verres [6].

Selon la composition chimique		Selon l'origine	
Verres d'oxydes	Verres sans oxydes	Verres naturels	Verres artificiels
Verre sodocalciques Verres borosilicatés Verre alumino-silicatés Verres au plomb	Verre Chalcogénures Verres d'Halogénures Verres métalliques	----	Verres industriels Verres optiques Verre de silice

## I.5. Propriétés des verres.

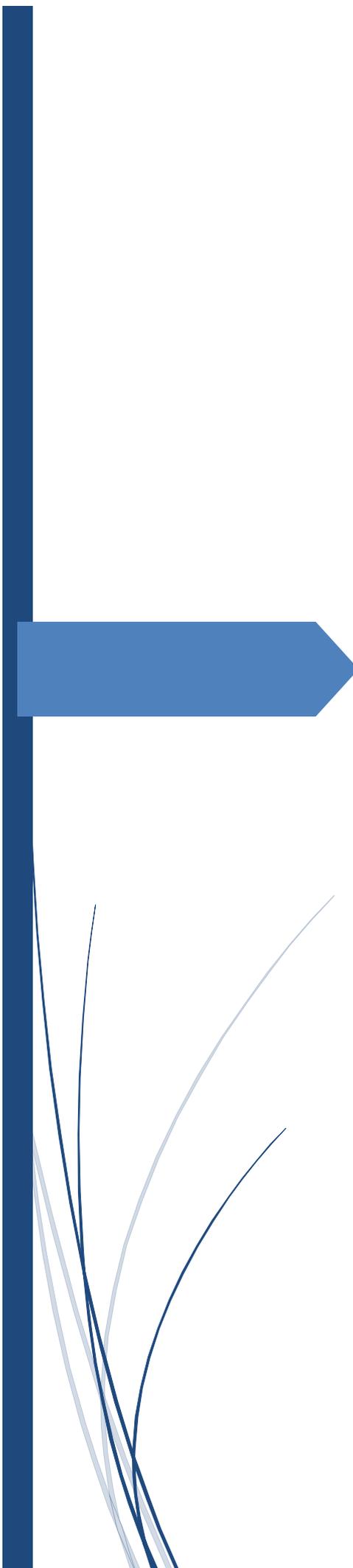
Le verre est un matériau que l'on rencontre de plus en plus dans la vie courante. Il convient donc de connaître ces propriétés afin de pouvoir l'utiliser de manière ingénieuse [7].

**Tableau I.2:** Représentation des propriétés de verre [8].

<b>Propriétés des verres</b>		
<b>Rhéologique</b>	<b>Mécanique</b>	<b>Thermique</b>
<ul style="list-style-type: none"><li>- Viscosité du verre</li><li>- Tension superficielle</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>- Dureté</li><li>- Densité</li><li>- Résistivité et l'élasticité</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>- Chaleur spécifique</li><li>- Conductibilité</li><li>- Dilatation</li></ul>

## I.6. Les étapes de récupération du verre.

- 1- Tri du verre de l'habitat du reste de déchets
- 2- Collecte sélective des produits et transport vers un centre de traitement.
- 3- Tri final et broyage dans le centre de traitement.
- 4- Fusion des verres broyés.
- 5- Fabrication de nouveaux produits.
- 6- Remise dans le circuit de distribution [9].



# Chapitre II

## CHAPITRE II : Présentation de l'entreprise méditerranéen FLOAT GLASS

### II.1. Présentation de l'entreprise MFG.

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

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

Le complexe est situé à l'Arbaa dans la wilaya de Blida et a nécessité un investissement de 100 millions d'euros. Il fait partie d'un projet de grande envergure qui comprend 3 lignes de production de verre plat d'une capacité de production totale de 642400 par ans et 5 lignes de transformations du verre.

La gamme de produit MFG est diversifiée, de 1/8 mm à 19 mm d'épaisseur, et elle existe sous différentes dimensions : PLF, DLF, 1/2DIF. Les produits MFG sont principalement utilisés dans les secteurs de la construction, des miroirs, de la décoration et de l'automobile.

### II.2. Historique.

- Le 28 mai 2007, MFG a eu l'honneur de recevoir la visite de M. Abdelaziz Bouteflika, Président de la République algérienne, ainsi que de nombreux ministres et personnalités nationales.
- Le 08 Juillet 2007, a été le jour du début de l'attrempage du four en présence des dirigeants MFG et de l'ensemble des collaborateurs qui ont participé à la construction de cette première ligne.
- Le 22 Juillet 2007 à 12h45, la sortie de la première feuille de verre.
- Le 09 Septembre 2007, l'inauguration officielle de MFG.
- En Octobre 2007, obtention du marquage CE des produits MFG.
- En Novembre 2007, le début de l'exportation des produits MFG, la première exportation le 13 du même mois en Grèce.
- En Février 2008, obtention de la certification du système QHEC Sécurité, (**ISO 9001 version 2000, ISO 14001 version 2004, OHSAS 18001 version 2007**)
- En octobre 2009, dans le cadre de l'élargissement de sa gamme de produits, une unité de fabrication de verre feuilleté d'une capacité de production de 400 tonnes par jour a commencé à produire du verre de différentes dimensions et épaisseurs.

### II.3. L'organigramme de l'entreprise.

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

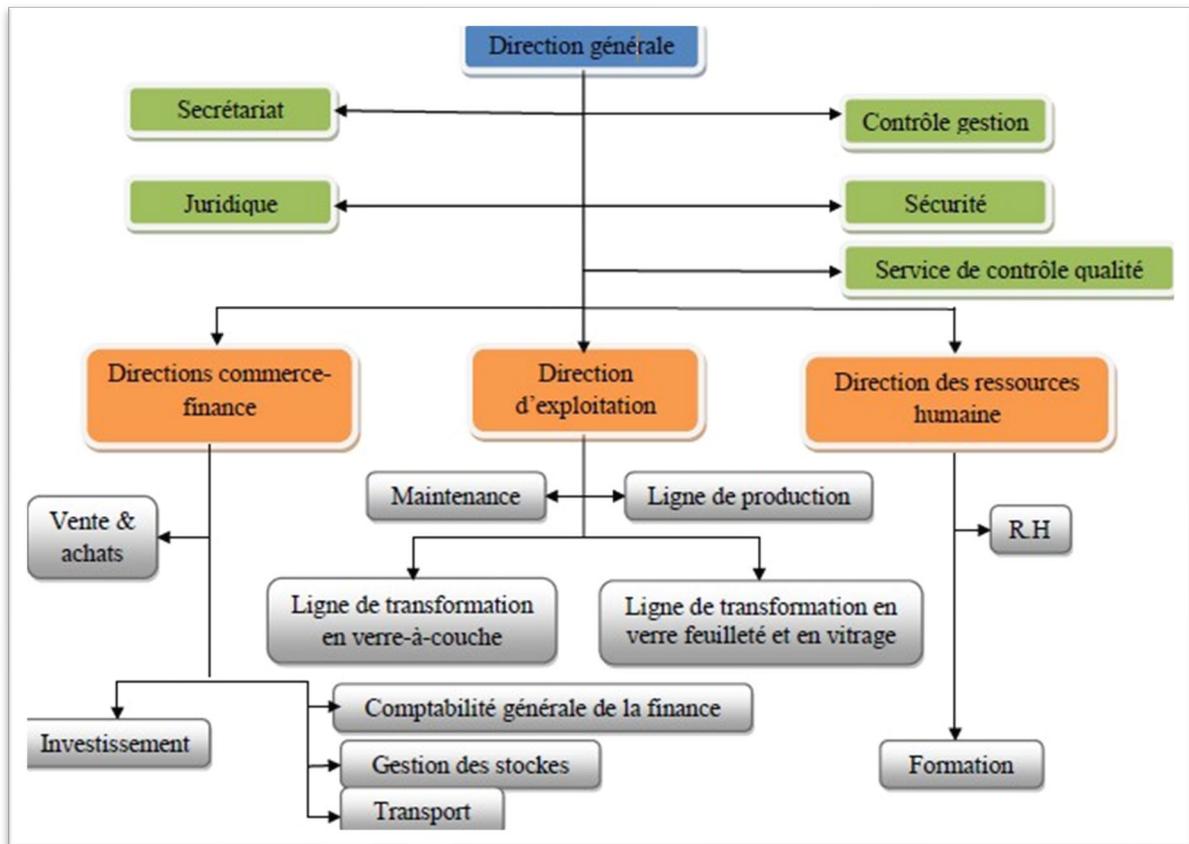


Figure II.1: Organigramme de l'entreprise MFG.

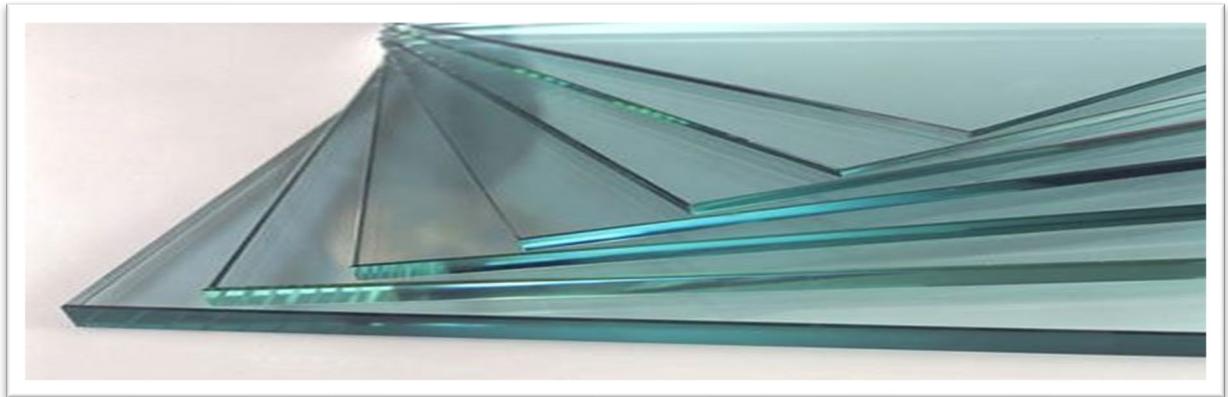
## II.4. Différent type de verre MFG.

### II.4.1. Verre plat :

Le verre plat **MFG** est fabriqué selon le procédé « float ». Ce dernier permet d'obtenir des verres aux surfaces parfaitement planes et parallèles. En fait, le terme « Float » fait également référence à la dernière technologie permettant de produire du verre plat avec un certain niveau de qualité. Voir la figure ci-dessous.

**MFG** produit du verre plat pour les industries suivantes :

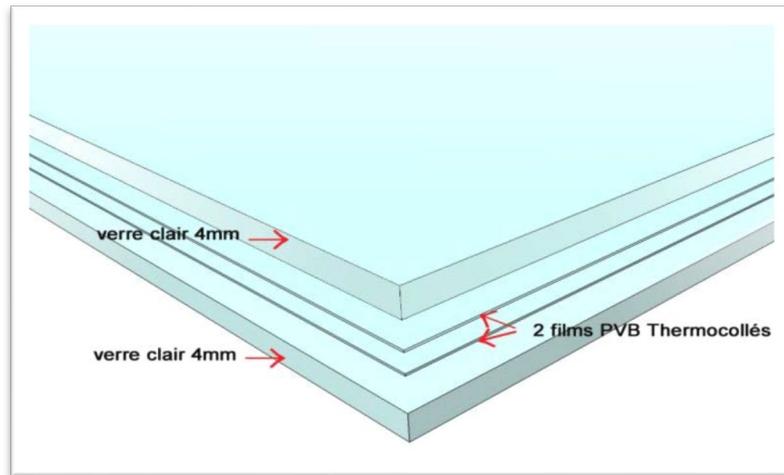
- Bâtiment : vitrage extérieur (menuiserie et façade) et intérieur (séparations et mobiliers).
- Automobile.
- Electroménager [2].



**Figure II.2:** verre plat.

### II.4.2. Verre feuilleté :

Le verre feuilleté « Medilam » est fabriqué à partir de verre transparent **MFG** marqué CE, conforme aux normes européennes en vigueur EN 572-9 et EN 410. Et est lié par un intercalaire **PVB**. Le Medilam est résistant aux chocs : lorsqu'il heurte un corps étranger, le verre se fendille et la fissure se situe au point d'impact, ce qui n'affecte pas la visibilité. L'intercalaire **PVB** maintient les éclats de verre en place réduisant ainsi le risque d'être coupé par les éclats de verre [2].



**Figure II.3:** Illustration d'un verre feuilleté.

#### **II.4.3. Verre à couche :**

Les verres à couches sont des produits verriers de types industriels (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 à 800 nanomètres. Pour optimiser les performances, la couche peut être constituée d'un empilement de plusieurs sous couches.

Les couches déposées sur les vitrages ont plusieurs rôles : elles agissent sur la transmission lumineuse, le contrôle solaire, le transfert thermique, l'émissivité. En outre, certaines couches peuvent aussi avoir un rôle autonettoyant efficace [10].

### II.4.3.1. Fonction d'un verre à couche :

Peuvent être classés en quatre fonctions suivant la figure.

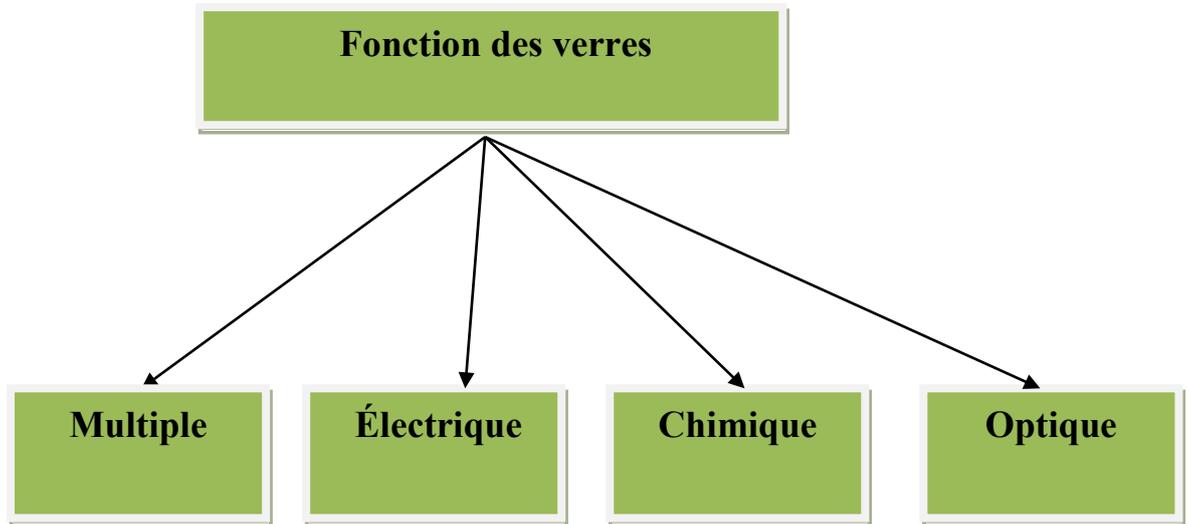


Figure II.4: diagramme des fonctions de verre [2].

### II.4.3.2. Classification des verres à couches dans le bâtiment.

C'est pourquoi, en fonction de la nature des dépôts, les vitrages pour bâtiments sont classés suivant les différentes catégories.

❖ **Classe A :**

La surface revêtue peut être placée en surface interne ou externe.

❖ **Classe B :**

La vitre revêtue peut être utilisée pour un vitrage simple mais la surface revêtue doit être placée à l'intérieur (face 2 d'un vitrage simple).

❖ **Classe C :**

Le verre revêtu doit être utilisé uniquement pour des vitrages double (ou multiples) scellés et la surface revêtue doit être située à l'intérieur de la cavité (faces 2 ou 3 pour un double vitrage).

❖ **Classe S :**

La couche revêtue du verre peut être positionnée sur la face interne ou externe du bâtiment, mais ces types de verres revêtus sont seulement employés pour des applications spécifiques [11].

### **II.4.3.3. Gamme des verres à couche.**

Verres à faible émissivité medi star « S », medi star « +S ».

#### **II.4.3.3.1. Medistar « S » ET « +S » (low-e):**

##### **A. Description :**

Medi star « S » et « +S » est un verre à couche haute performance à faible émissivité (Low-e) selon la norme 1096-3. Conçu pour être assemblé en double vitrage. Il se compose de verre transparent recouvert d'une fine couche transparente de métal noble (Argon, Oxyde de Titane, Oxyde d'étain...etc.), déposée par pulvérisation cathodique sous vide. Cette couche réfléchit l'infrarouge thermique et limite les déperditions de chaleur par rayonnement [12].

### **II.4.3.4. Couche mince**

#### **II.4.3.4.1. Définition d'une couche mince :**

Une couche mince est une fine pellicule d'un matériau déposé sur un autre matériau, appelé "substrat" dont l'une des dimensions qu'on appelle l'épaisseur a été fortement réduite de telle sorte qu'elle varie de quelques "nm" à quelques "µm". Cette faible distance entre les deux surfaces limites entraîne une perturbation de la majorité des propriétés physique [13].

#### **II.4.3.4.2. Dépôts physiques en phase vapeur :**

Les techniques de dépôts physiques en phase vapeur, appelés **PVD** (en anglais : Physical Vapor Déposition), sont des techniques d'élaboration de couches minces. Elles peuvent être divisées en plusieurs parties selon le procédé mis à profit pour l'obtention de la couche mince.

- La pulvérisation cathodique et sa variante, la pulvérisation cathodique magnétron
- L'évaporation par faisceau d'électron
- Le bombardement ionique [14].

#### **A/ la technique physiques de formation d'une couche mince :**

La formation des couches minces par dépôt physique en phase vapeur est le résultat de la condensation des particules éjectées de la cible sur le substrat. Elle est effectuée par une combinaison du processus de nucléation et de croissance.

Au moment de l'impact sur le substrat, les atomes incidents diffusent dans le substrat et se déplacent sur la surface jusqu'à atteindre l'équilibre thermique.

Pendant leur déplacement, les atomes interagissent entre eux ; créant ainsi des nucléus appelés aussi « clusters » ou îlots. Qui pour suivent leur déplacement en se développant et en entrant en collision les uns avec les autres. Les îlots continuent à croître en nombre et en dimension jusqu'à atteindre une densité de nucléation dite la saturation.

L'étape suivante du processus de formation de la couche mince s'appelle la coalescence, les îlots commencent à s'agglomérer les uns aux autres en réduisant la surface du substrat non recouverte. La coalescence peut être accélérée en augmentant la mobilité des espèces adsorbées, par exemple en augmentant la pression du substrat.

Pendant cette étape, De Nouveaux îlots peuvent être formés sur des surfaces libérées par le rapprochement d'îlots plus anciens. Les îlots deviennent continués à croître, ne laissant que des trous ou des canaux de faibles dimensions entre elles [2].

Les modes de nucléation et de croissance d'îlots peuvent être décrits selon le mode d'assemblage de volumes élémentaires, comme étant.

#### **a. Type îlots (Volmer-Weber) :**

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

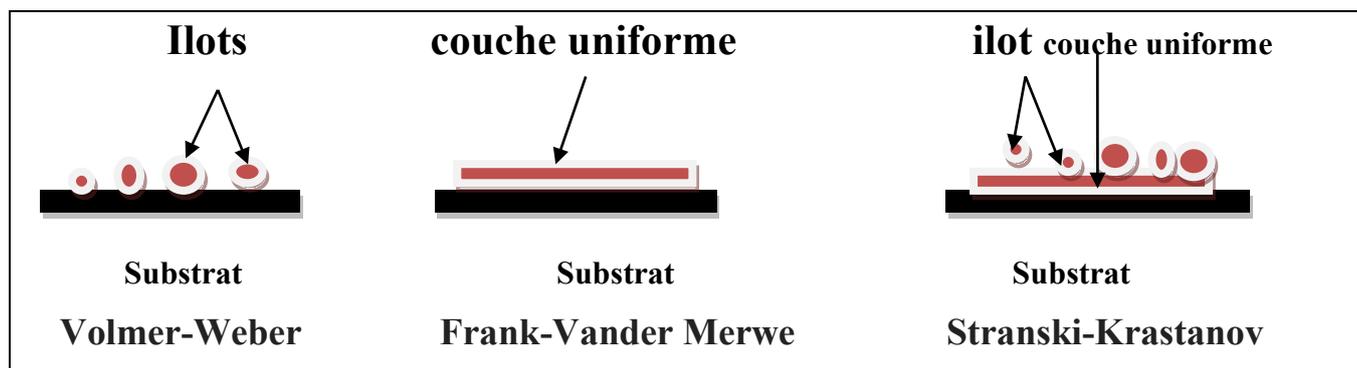
#### **b. Type couche (Frank-Van der Merwe) :**

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

#### **c. Type mixte (Stranski-Krastanov) :**

La troisième mode de croissance, nommé Stranski-Krastanov, est une combinaison des deux modes précédents : après un début de croissance bidimensionnelle, on observe un changement de mode de croissance alors que la formation d'îlots devient énergétiquement favorable [2].

❖ Les trois types de formation d'une couche mince sont présentés sur la figure ci-dessous.



**Figure II.5:** Les trois principaux modes de croissance de la couche mince [2].

### B/Dépôt par pulvérisation cathodique :

Le principe de La pulvérisation cathodique est un phénomène d'éjection des particules à partir de la surface d'un matériau. La pulvérisation est basée, donc, sur l'érosion du matériau par les ions produits par une décharge lumineuse (qui est appelée aussi le plasma) des gaz rares : **Ar**, **Xe** ou **Kr**, les ions  $\text{Ar}^+$  sont les plus communément utilisés. Une fois chargées, ces particules peuvent être très facilement accélérées par une simple différence de potentiel. Les particules pulvérisées sont en général électriquement neutres. Elles sont diffusées dans toute l'enceinte. Un certain nombre d'entre elles sont recueillies sur un support appelé substrat, placé en face de la cible, et sur lequel elles forment une couche mince. Donc le plasma, est la base de la pulvérisation cathodique [13].

#### II.4.3.5. Les différentes étapes de fabrication du verre à couches.

Le procédé de fabrication est très complexe, et doit être contrôlé par un opérateur pendant tout le procès. Il existe deux types de revêtements à faible émissivité : les revêtements passifs à faible émissivité (verre Low-e) et les revêtements à faible émissivité à contrôle solaire (MEDICLIMA). Ces revêtements de verre apportent une contribution importante à la protection de l'environnement [2].

Tableau ci-dessous présente les types de verres à couche produit par MFG ainsi que les métaux déposés et leurs épaisseurs [10].

**Tableau II.1:** types de verres des métaux et des épaisseurs [10].

Star « S »		Star « +S »	
Métaux	Épaisseur (nm)	Métaux	Épaisseur (nm)
Ti	11.1	Ti	10
TiOx	7	TiOx	7.5
Zn Al	5	ZnAl	4
Ni Cr	2.2	-	-
Sn	20.9	Sn	40.7
Zn Sn	5	Zn Sn	5.8
Ag	17	Ag	19.2

Le verre passe par quelques étapes avant qu'il rentre dans la ligne de dépôt de couche et subit un contrôle par la ligne.

#### II.4.3.5.1. Déchargeuse :

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

#### II.4.3.5.2. Lavage et séchage du verre :

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

### II.4.3.5.3. Dépôt de couches :

#### 1. Aperçu du système :

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

#### 2. Description générale et principe de fonctionnement :

Le procédé de revêtement par pulvérisation, est conçu pour le dépôt industrialisé de couche faible émissivité, contrôle solaire et d'autres revêtements sur du verre plat imposant suivant un procédé de dépôt sous vide. Le processus de revêtement nécessite un vide poussé environ  **$10^{-6}$  mbar**.

Le système de vide réalise les fonctions suivantes :

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

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

- ❖ Les panneaux de verre passent horizontalement sur un transporteur à rouleaux pour entrer, traverser et sortir du dispositif de revêtement. Le système fonctionne par chargement/déchargement discontinu associé à un processus de traitement continu.

La figure ci-dessous représenté le schéma de système de dépôt des couches :

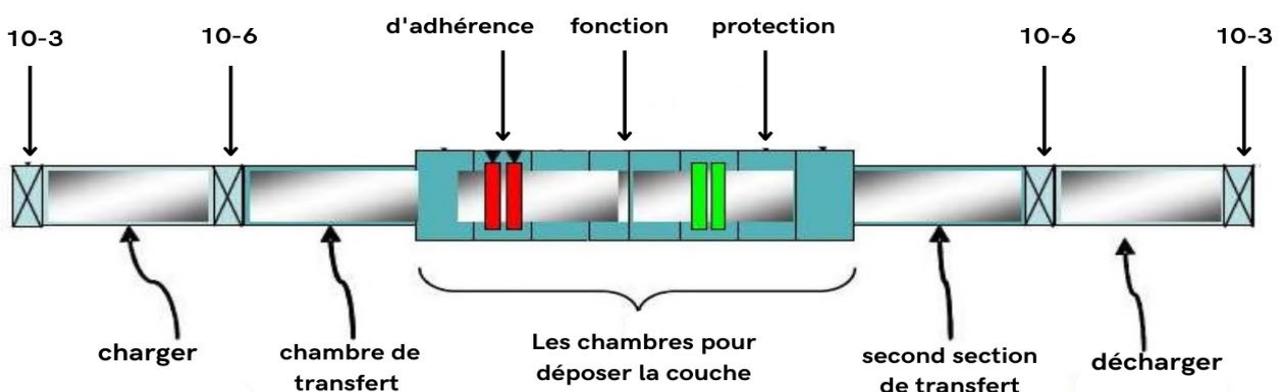


Figure II.6: Aperçu du système de dépôt des couches [10].

### II.4.3.6. Principes fondamentaux du processus.

#### ♣ Pulvérisation cathodique :

La pulvérisation cathodique est une technique permettant de créer couche mince. Le matériau de revêtement est retiré d'une cible par bombardement d'ions. Le matériau retiré est déposé sur un substrat.

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

- Une enceinte à vide, contenant une faible pression de gaz, tel que l'argon, la cible pôle positif, et le substrat pôle négative.
- Un groupe de pompage à deux étages (primaire et secondaire) capable d'atteindre une pression  $\leq 10^{-6}$  (mbar). L'intérêt de travailler à basse pression est d'augmenter le taux d'ionisation du gaz neutre (Ar).
- Le flux de vapeur métallique se condense sur le substrat (ou sur les pièces à revêtir) généralement disposé horizontalement en face de la cible sur un porte substrat.

- ❖ **Le plasma :** Un plasma est requis pour conduire le processus de pulvérisation. Un plasma est un gaz ionisé. Il peut être généré en exposant le gaz à une pression réduite dans un champ magnétique à haute fréquence, les gaz sont généralement à base : d'argon, d'azote ou bien d'oxygène.

La figure suivante décrit le principe de la pulvérisation cathodique.

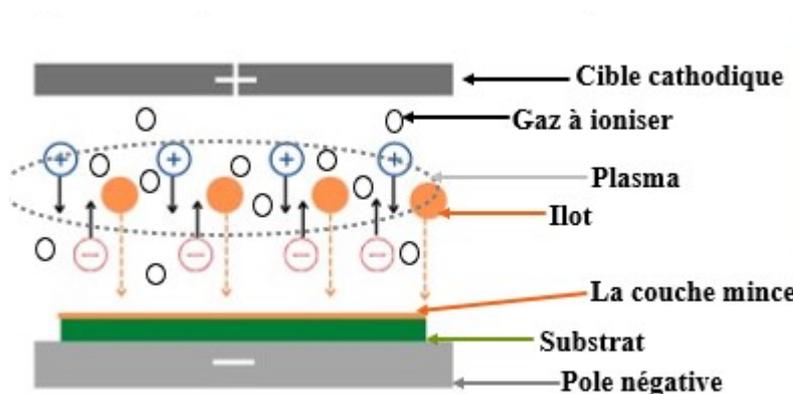


Figure II.7: Principe de la pulvérisation cathodique [10].

### II.4.3.7 Types de dépôt par pulvérisation :

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

Dans la pulvérisation cathodique réactive, on introduit un certain pourcentage de gaz réactive avec de l'argon. Par exemple l'oxygène  $O_2$ , l'azote  $N_2$ .

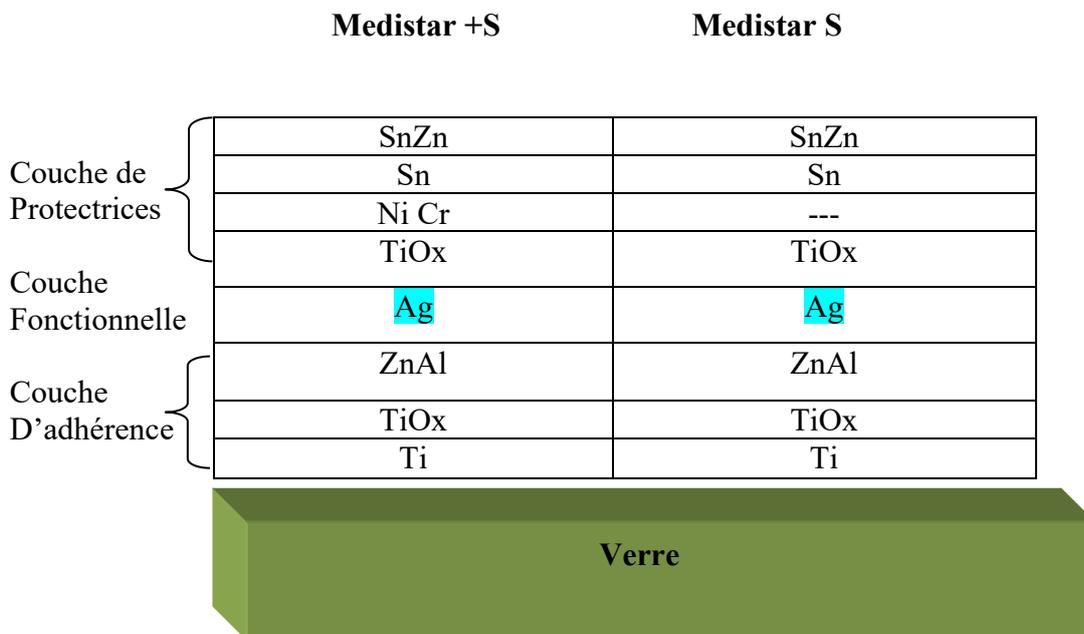
Il existe différents types de système de pulvérisation cathodique, suivant le mode de création du plasma ou la nature de la cible (conductrice, isolante).

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

### II.4.3.8. Structure des verres à couche Low-e de MFG Medistar « S » et « +S » :

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 ou plusieurs couches pour donner un verre de caractéristiques fonctionnelles recherchées.
- ✚ Optionnellement, une couche de protection chimique et mécanique. [11].



**Figure II.8:** représentation schématique des couches déposées.

### II.4.3.9. Le système de mesure :

Le système de mesure se trouve derrière la chambre de sortie permettant de mesurer la totalité du système de revêtement. Il est composé de deux spectromètres de réflexion, d'un spectromètre de transmission et d'un système de mesure de la résistance de surface. Grâce à eux, il est possible de mesurer dans le domaine du visible de 380 à 780 nm les spectres de réflexion du côté du verre et du côté du revêtement, les spectres de transmission et la résistivité de surface de la plaque revêtue.

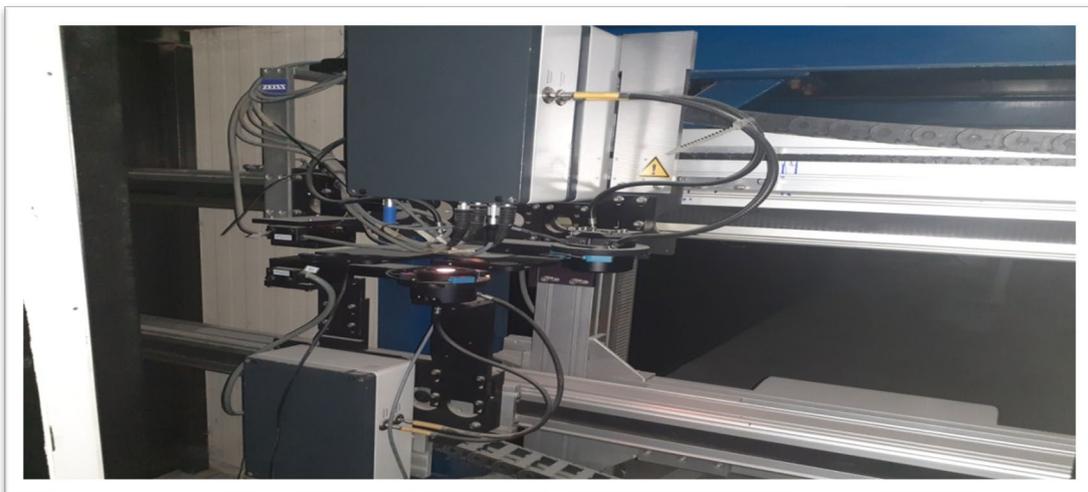
#### a. Tête de mesure angulaire :

Derrière la chambre de sortie se trouve un deuxième système de mesure avec une traverse : Il s'agit d'une tête de mesure inclinée pouvant mesurer des spectres de réflexion du côté du verre dans un angle de 15 ou 60 degrés.

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

#### b. Transmission spectrale dans le vide :

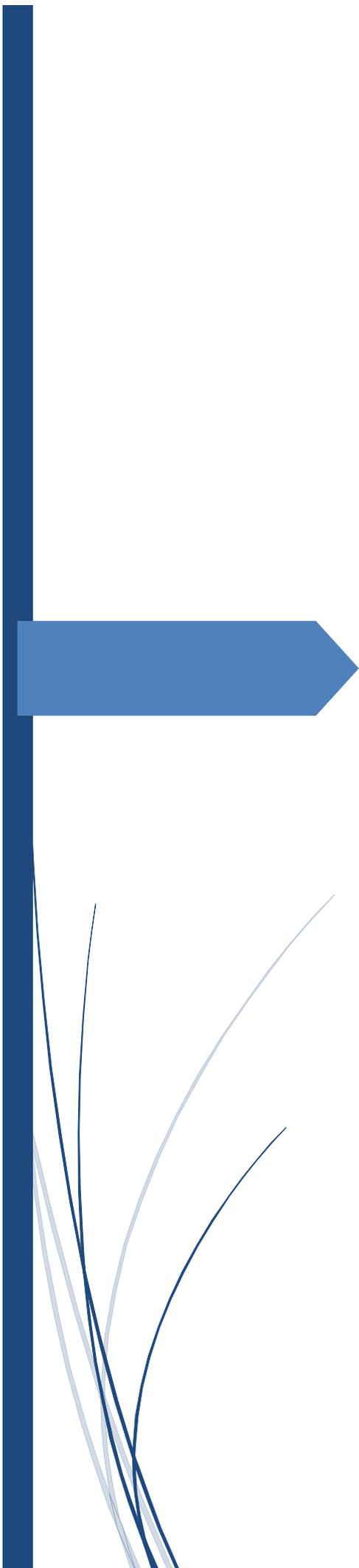
A huit endroits fixes, des mesures de transmission seront effectuées afin de déterminer les propriétés optiques des couches déposées. Les mesures de ces propriétés se feront à un ou deux endroits selon la configuration de la taille standard du verre, mais d'autres endroits pourront facilement être retenus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



**Figure II.9:** le système de mesure.

#### **II.4.3.10. Dépilement à quartes positions :**

Une fois le contrôle effectué, on passe à la phase d'empilement. La ligne est composée de quatre empileuses, trois pour le produit conforme et une pour le produit non-conforme présélectionné par l'opérateur au préalable. La destination de feuille de verre à couche pour empilement se fait par programmation au niveau de la zone de déchargement de verre par l'opérateur.



# Chapitre III

## Chapitre III : Matériels et Méthodes

### III.1. Introduction

Les verres fabriqués au niveau de MFG sont de type Star "+S" (Low-e), les échantillons pris dans cette usine font l'objet de plusieurs tests physico-chimique. Le contrôle de qualité du verre à couche est nécessaire pour la garantie du produit fini par rapport aux exigences standard selon un plan de contrôle bien défini qui permet de vérifier l'efficacité du système.

### III.2. Objectif de travail :

Notre travail consiste à une étude comparative métrologique de mesure avant et après modification d'un porte échantillon d'un appareil résistivité mètre NAGY SRM12-T, et intégration d'un nouveau ré-paramétrage (soft).

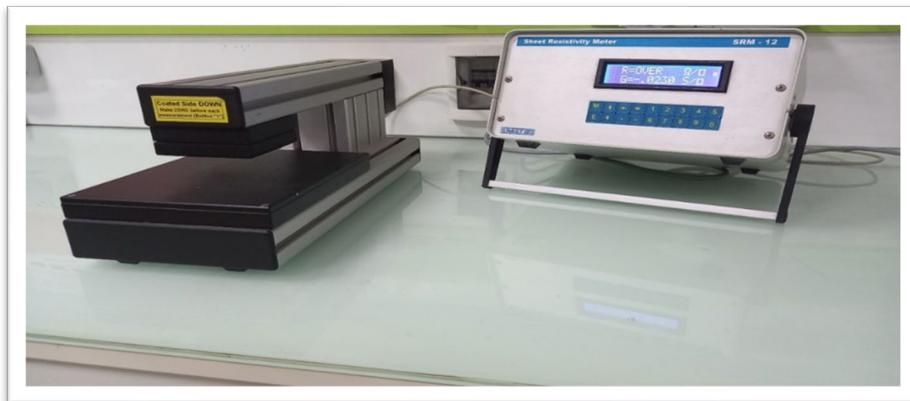
L'étude passe par une prise de mesure et exploitation statistique des résultats, lecture, évaluation des écarts et interprétation afin de déterminer l'efficacité de la modification réalisée et son impact sur la fiabilité des mesures.

L'objectif est l'adaptation de l'appareil NAGY SRM12-T à verre à couches minces de type tendre, de l'entreprise MFG.

### III.3. Moyen de mesure du résistivitémètre NAGY SRM12-T.

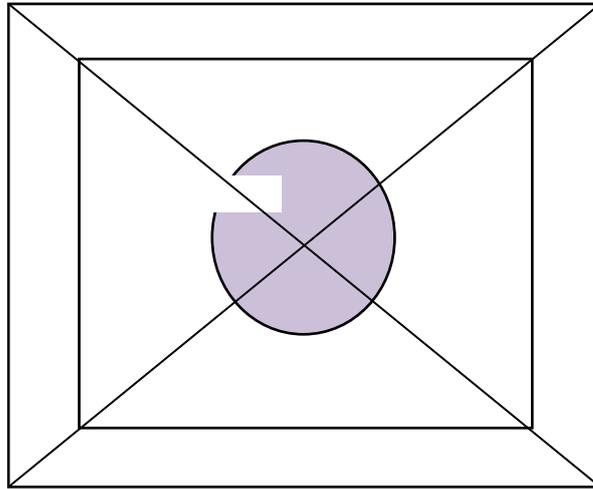
#### III.3.1. Présentation de l'appareil :

Il s'agit d'un appareil de paillasse NAGY SRM12-T. **Figure III.1** pour les applications de contrôle qualité. La détermination de la résistivité se fait entre deux têtes de mesures qui donnent une plus grande précision comparée aux appareils portatifs (exemple : STRATOMETRE G).



**Figure III.1** : Dispositif expérimental d'une résistivité mètre NAGY SRM12-T.

L'appareil se compose d'une paire de tête de mesure à haute fréquence et d'une lunette de sont représentés sur la **figure III.2**. Son point de mesure standard à un diamètre d'environ 100 mm, et un dispositif commandé par **microprocesseur figure III.3**.



**Figure III.2:** Lunette de mesure d'appareil NAGY SRM12-T.



**Figure III.3:** Microprocesseur de l'appareil NAGY SRM12-T.

Affichage :

$$\begin{aligned} R &= \text{-----} \Omega/\text{sq} \\ G &= \text{-----} \Omega/\text{sq} \end{aligned}$$

Où :

**R** : la résistivité.

**G** : la conductance.

- ❖ **Mesure de la conductance** : c'est l'inverse de la valeur de la résistivité de la feuille. Cette valeur est calculée à partir de la formule de résistivité :

$$G = \frac{1}{R}$$

### III.3.1.1. Principe de fonctionnement :

Le SRM-12T utilise la méthode de mesure à haute fréquence. L'échantillon est placé entre deux bobines (têtes) alimentées en courant haute fréquence. Le matériau conducteur de l'objet absorbe l'énergie des champs magnétiques des bobines, ce qui entraîne une demande de puissance plus élevée au niveau des bobines. Cette variation de la puissance est proportionnelle à la conductivité électrique de l'objet, c'est-à-dire réciproquement proportionnelle à la résistance électrique de Celui-ci.

Le NAGY SRM12-T mesure la variation de la puissance. Il calcule et fournit un affichage numérique de la résistance (en Ohm/SQ) ou de la conductivité (en Siemens/SQ) [15].

### III.3.2. Objet de mesure.

- ❖ **Echantillonnage du verre à couches Low-e :**

**Composition** : Un substrat de verre plat clair revêtu de couches métallique minces déposées par technique PVD.

**Important** : On distingue deux faces sur l'objet de mesure : Face couche (film conducteur) et la face verre (glass).

### III.4. Méthode de mesure.

#### III.4.1. Evaluation de résistivité du verre à couches Low-e :

Actuellement la conception de l'appareil NAGY SRM12-T prévoit de positionner la face couche (verre conducteur) du verre vers le bas en contact avec la tête de mesure inférieure. Comme indiqué dans la figure suivante.

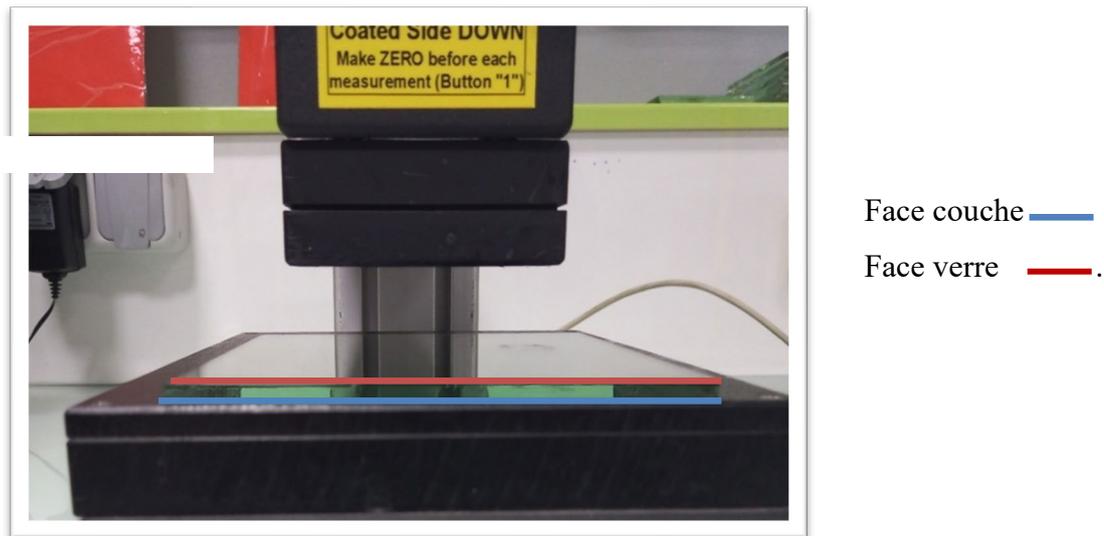


Figure III.4: Photo numérique de la position de verre sur l'appareil SRM12-T [15].

### III.5. Traitement métrologique.

**III.5.1. Les erreurs de mesure et incertitude :** Toutes les mesures sont affectées avec des erreurs, nous pouvons citer :

#### a) Erreurs dus à l'appareil de mesure :

- ❖ Après la mise sous tension de l'appareil, il faut quelques minutes pour que l'appareil atteigne sa température de fonctionnement normale. La durée dépend de la température ambiante à 23°C, elle est d'environ 5 minutes à des températures plus basses [15].
- ❖ Un échantillon ne doit pas rester trop longtemps dans l'équipement de mesure. Le courant de mesure à haute fréquence pourrait réchauffer une fine couche du métal, ce qui modifierait à son tour la résistance de la couche.

#### b) Erreurs du l'objet de mesure :

- Etat qualitatif de l'échantillon, la mesure de la résistivité est très sensible aux rayures surfaciques des couches tendres.
- Des contrôles visuels avant mesure s'imposent pour limitation de ses erreurs.

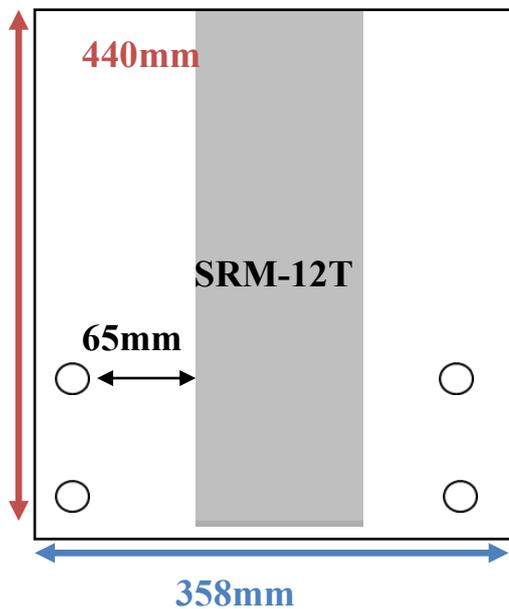
- Les dimensions de l'échantillon extérieures minimum (150×150) mm, l'effet du bord est souvent une source d'erreurs.
- Les échantillons ne doivent pas présenter de rayures, sinon on obtiendrait des valeurs de résistance incorrectes, il est donc nécessaire de procéder avec soin.

### c) Erreurs dus à l'opérateur :

- **Excentricité** : la position de la lunette de mesure prédéfinie à la figure III.2 doit être aux milieux des têtes de mesure vus perpendiculairement.
- Adaptation de position, vue non perpendiculaire.
- Le port d'objet proximité de l'appareil de mesure pas conductrice (tel que : bague, montre, bracelet etc).

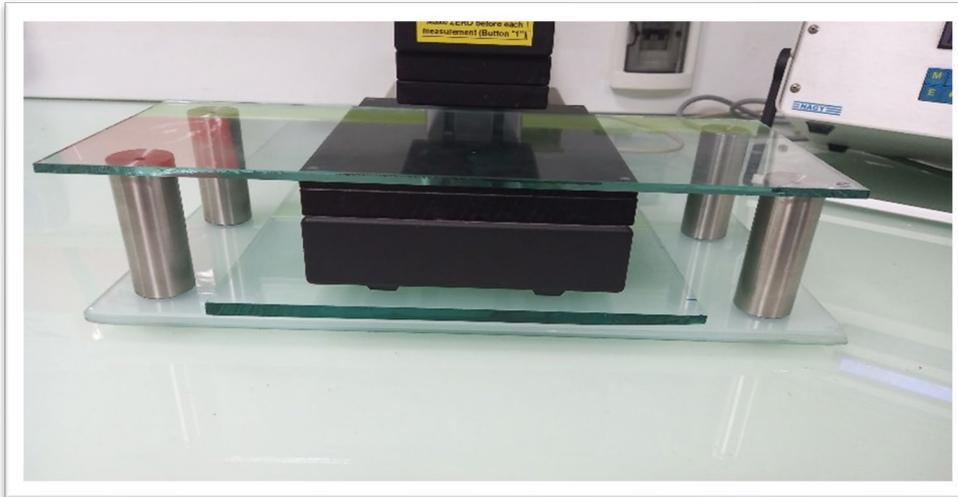
## III.6. Modification du périphérique de l'appareil (HARD).

**III.6.1. Porte échantillon** : Le support en verre est porté sur 4 pieds métalliques et deux plaques en verre, l'une inférieure en verre feuilleté et la deuxième supérieure en verre clair (pas conductrice).



**Figure III.5** : porte échantillon.

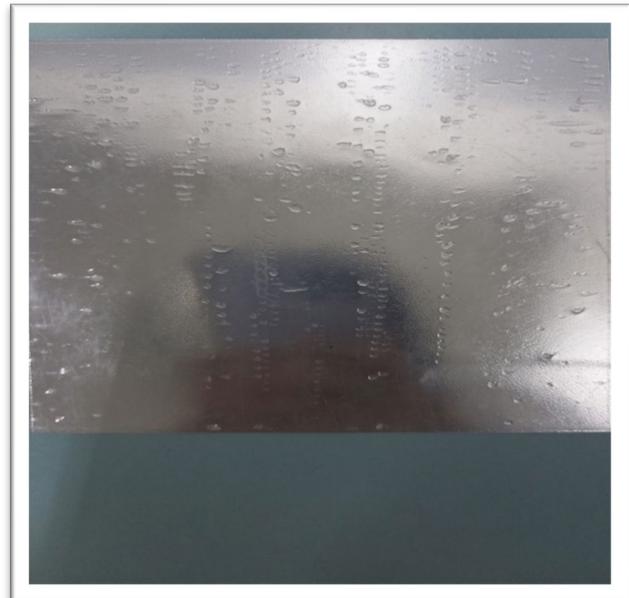
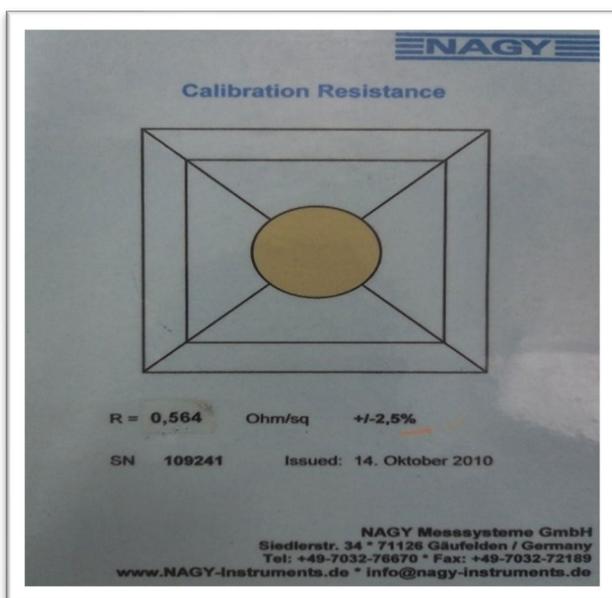
Le montage de cette modification est représenté sur la figure ci- dessous.



**Figure III.6:** L'appareil NAGY SRM12-T après la modification avec le support.

### III.7. Etalonnage de la résistivité :

La feuille d'étalonnage est un alliage entre l'aluminium (Al) et le zinc (Zn). Elle représente un étalon de référence de résistivité  $R=0.564\Omega$ , la limite des erreurs est de  $\pm 2.5\%$ , la date de production (14/10/2010) et d'expiration à 5 ans.



**Figure III.7:** La feuille d'étalonnage de la résistivité.

- ❖ Dans le but de limiter les erreurs de mesure dus à la méthode actuelle, qui consiste en inversant la couche conductrice du verre sur la face supérieure. Nous avons réalisé les modifications décrites dans les essais.

### **1<sup>er</sup> essai : échantillon mesuré au milieu de l'appareil NAGY SRM12-T :**

- ❖ En fonction de l'épaisseur de l'objet à mesurer, une plaque de base supplémentaire est placée sur celle d'origine pour amener la couche à mesurer en position médiane entre les têtes [15].
- ❖ La hauteur entre les têtes de l'appareil était de 25 mm alors, nous avons choisi le milieu c'est-à-dire 12,5 mm. Nous avons modifié aussi l'épaisseur des produits (4, 5 et 6mm).

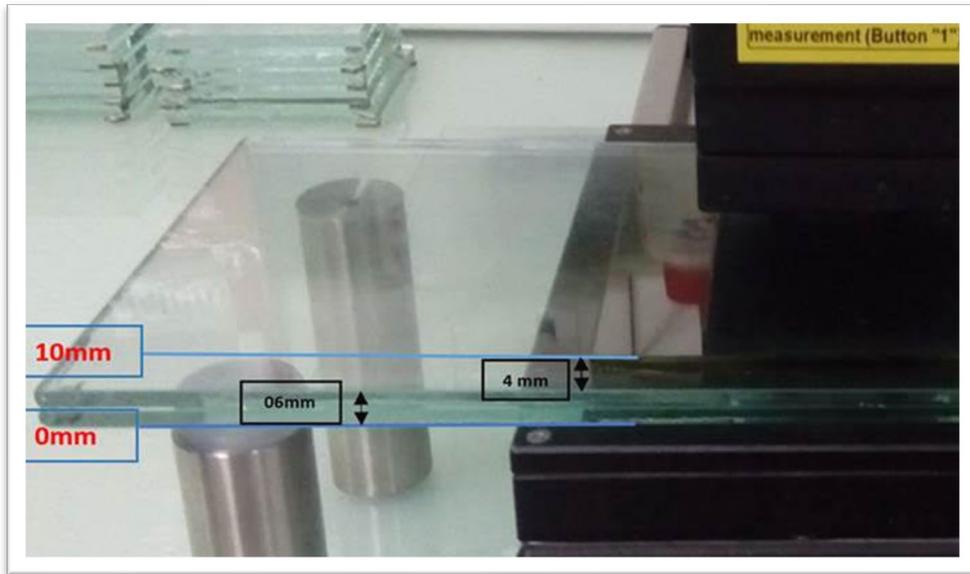
### **2eme essai : mesure de l'échantillon par rapport à l'évolution des hauteurs**

L'équipement est conçu pour mesurer la face couche du verre vers le bas, des modifications ont été faite pour mesurer la face couche vers le haut. La mesure de la résistivité est effectuée par le contact de la couche du verre de la face inferieure. Alors nous avons inversé la couche vers le haut en augmentant la hauteur de 10mm entre l'objet de mesure et la tête inférieure, les modifications sont illustrées dans le tableau ci-dessous.

**Tableau III.1:** Compilation d'échantillon du verre.

Épaisseur (mm)		
Verre clair (support)	Verre à couche	Compilation échantillon
5	5	10
6	4	10
4	6	10

Les modifications faites sur un port-verre sont représentés sur la photo ci-dessous.



**Figure III. 8:** Combinaison du verre clair de 6mm et verre à couche de 4mm.

## III.8. Méthode de modification

### III.8.1. L'étalonnage :

- D'abord, il est important d'effectuer la mise à zéro (0) en appuyant sur la touche (1).
- Ensuite, effectuer la mesure de la résistivité de la feuille de calibration et noter la valeur.
- Calculer le facteur de décalage (b) selon la formule suivante :

$$b = KL - ML$$

- Appuyer sur la touche (0) et faire entrer le code 2 qui t'égal à 3492, appuyé sur (E) pour enregistrer.
- Ensuite appuyer sur la touche (1) et entrer la valeur (m).
- Appuyer sur (E) et entre la valeur de (b) ensuite appuyer sur la touche (M) pour sortir.
- L'instrument est calibré, les valeurs mesurées de la résistivité seront corrigées avec les facteurs sélectionnés.
- Pour vérifier la calibration refaire la mesure de la résistivité d'étalonnage et la comparer avec la valeur de la résistivité réelle [12].

Où :

**KL** : la valeur de référence (valeur réelle de la résistivité de la feuille de calibration qui est égal à  $0.564 \Omega$ ).

**ML** : la valeur mesurée la résistivité de la feuille de calibration.

**m** : Le facteur d'échelle m est donné ( $m=1$ ).

### **III.9. Analyses et contrôle de qualité.**

#### **III.9.1. Analyse spectrophotométriques (On line).**

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

Les valeurs de référence utilisées par les producteurs sont : ( $L^* : 67, a^*:-2,50, b^*:-8,00$ )

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

#### **III.9.2. Analyses et les tests (Out line)**

##### **III.9.2.1. Propriétés spectrophotométriques :**

Pour déterminer les caractéristiques solaires et lumineuses du verre à couche. On prépare un échantillon de  $60 \times 80 \text{ mm}^2$ . On le met dans le spectrophotomètre et on lance la mesure en transmission, en réflexion côté couche et en réflexion côté verre, en simple et double vitrage.

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

##### **❖ Analyse du verre par spectrophotométrie UV-Visible :**

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

### III.9.2.2 Analyse de la résistivité latérale et superficielle :

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

**Critère d'acceptation :** les résultats doivent être dans les fourchettes d'acceptation qui sont énumérées dans le tableau suivant.

**Tolérance :**

**Tableau III.2:** critères de tolérance du verre à couche MFG pour l'émissivité et la résistivité [12].

Type de Verre	Exigences	
	Emissivité normal	Résistivité ( $\Omega$ )
Medi Star "S"	0,03 – 0,04	<4,2
Medi Star "+S"	0,01 – 0,02	<2,50

#### a. Analyse de la résistivité latérale :

Sur le plateau à longueur de fabrication (PLF), sur la largeur, on trace 20 points (**3,21m / 20**). On découpe, ensuite, une surface de 40 cm de largeur qui entoure ces points et enfin, on mesure la résistivité latérale l'aide d'un **STRATOMETERG**. Le but de ce test est de vérifier la distribution latérale de la résistivité sur la surface PLF. C'est le premier test au laboratoire.

Il doit se faire rapidement pour corriger, si c'est nécessaire, au niveau du procès à partir des paramètres physiques qui agissent directement sur la résistivité des couches déposées sur le verre. La correction est guidée par le rapport.

$$\Delta R/R = (R \text{ max} - R \text{ min})/R$$

Où :

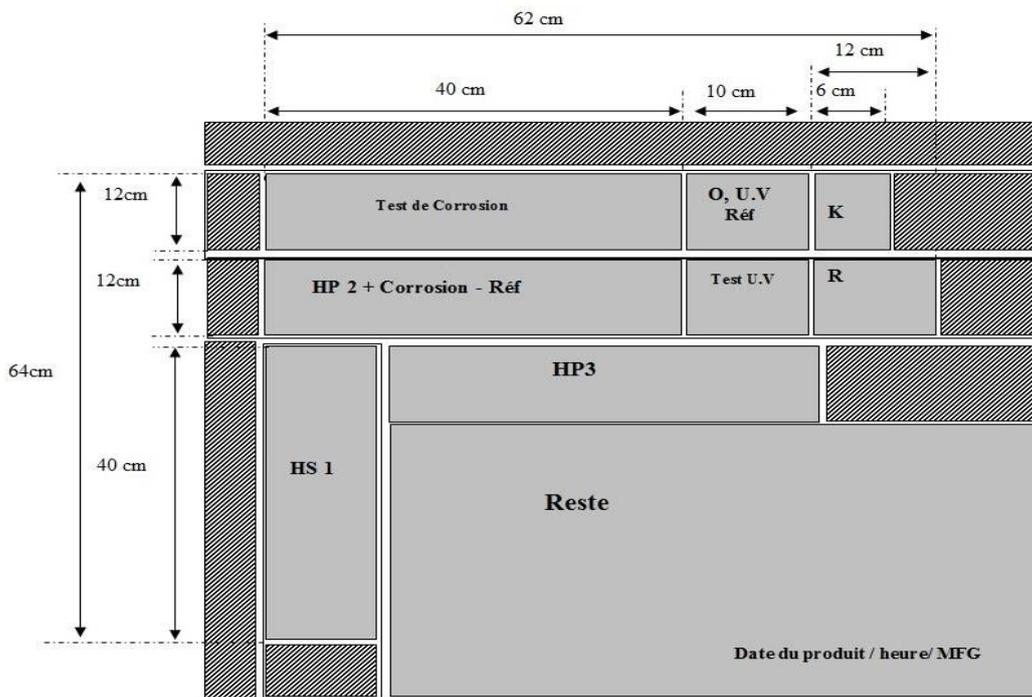
**R max:** Résistance Maximale.

**R min:** Résistance Minimale.

Si ce rapport dépasse 2%, le produit doit être corrigé immédiatement. Et si le pourcentage est loin ou très loin de 2% le verre à couche produit avant la correction doit être séparée de lui produit après. Et s'il est inférieur à 2% le produit est conforme. Et le rapport  $\Delta R$  doit être inférieur à 0.3  $\Omega$ .

### b. Analyse de la Résistivité superficielle et détermination de l'émissivité :

La présente procédure de contrôle qualité verre à couche définit l'ensemble des contrôles Nécessaires pour la garantie de la qualité du produit fini par rapport aux exigences standard selon un plan de contrôle bien défini qui permet de vérifier l'efficacité du system de contrôle. La figure III.9 et le tableau III.3 présentent la découpe de l'échantillon ainsi les différentes dimensions pour effectuer les tests au laboratoire.



**Figure III.9:** Représentation schématique de la découpe d'échantillons pour les tests de Laboratoire [12].

**Tableau III.3: Plan d'échantillonnage [12]**

<b>Echantillons</b>	<b>Dimensions (cm ×cm)</b>	<b>Test</b>
O.U.V	12 ×10	Optique
R	12 ×12	Résistivité
HS1	12 ×40	Dureté+test Erichsen
HP2+corrosion+référence	12 ×40	Dureté+test Erichsen
HP3 (seulement en cas d'écart entre HS1 et HP2)	12 ×40	Dureté+test Erichsen
HP1Corrosion	12 ×40	Corrosion
K	12 ×6	Test d'ébullition (cooking)
U.V	12 ×10	Ultra –Violet

En découpant un échantillon de dimension 12×12cm, on mesure la résistivité superficielle avant et après le test d'abrasion à l'aide d'un dispositif de mesure de type SRM-12T. C'est un test qui se fait une fois par jour et par produit au minimum.

❖ **Test de résistivité est réalisé selon les étapes suivantes :**

- **Préparation de l'échantillon :** nettoyer soigneusement l'échantillon à tester avec l'air comprimé, et assurer qu'il ne présente pas de rayures.
- **Test :**
  - Vérifier que l'équipement est bien alimenté et calibré.
  - Attendre 20 minutes après la mise en service de l'appareil. Appuyer sur la touche1.
  - Déposer l'échantillon à tester au milieu de l'appareil dont la couche conductrice se trouve en position inferieur.
  - Lire la résistance affichée sur l'écran.
  - Mettre fin au processus de mesure pour éviter l'échauffement inutiles de la couche.

- **Calcul :**

Pour calculer l'émissivité normale d'un verre à couche, on suit la formule suivante :

**La loi de l'émissivité :**

$$\xi_n = R \times 0,0106.$$

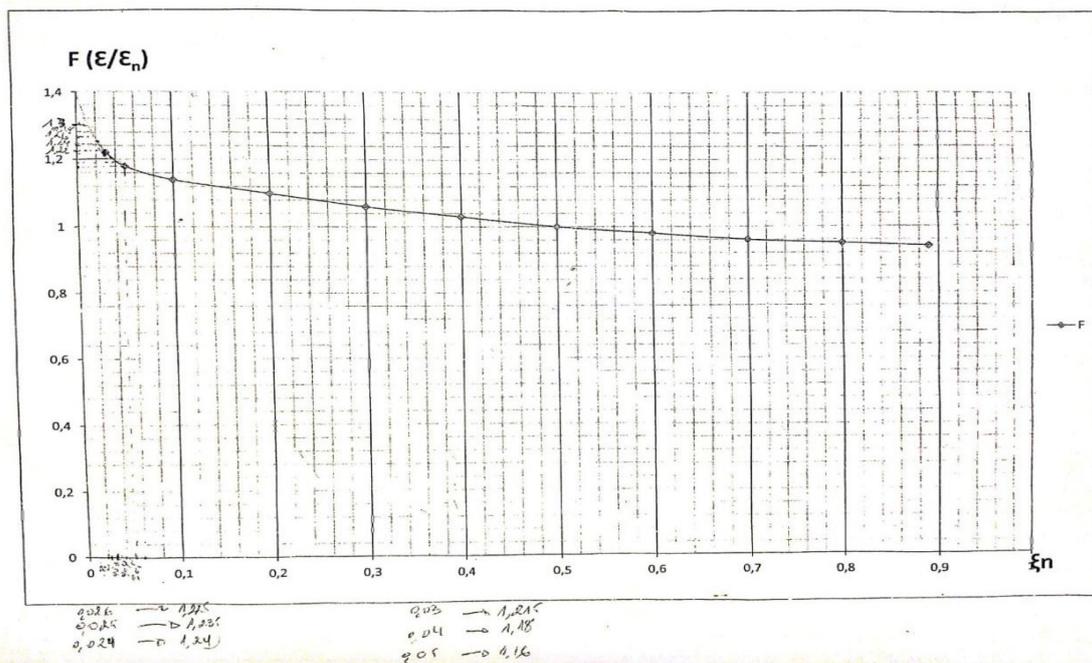
Déterminer l'émissivité totale corrigée à l'aide de la formule suivante :

$$\xi \text{ corrigé} = \xi_n \times F$$

$\xi_n$  : émissivité normale.

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

La courbe de mesure de résistivité totale corrigée est donnée par la figure **III.10**



**Figure III.10:** Courbe de mesure de résistivité totale corrigée.

### III.9.2.3. Test de résistance à l'abrasion :

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

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

❖ **Test d'abrasion est réalisé selon les étapes suivantes :**

- **Préparation des échantillons :**

- Nettoyer soigneusement les échantillons en utilisant l'air comprimé.
- Le test est effectué sur les échantillons **HS1 et HP2** de dimension  $40 \times 12 \text{cm}^2$  découpé selon le plan d'échantillonnage (Laisser l'échantillon **HP3** comme témoin).

- **Mesure de la résistivité avant test :**

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

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

- Il est nécessaire de nettoyer les échantillons, la brosse et la cuvette en acier avant et après chaque test afin d'éliminer débris du verre.
- Allumer l'appareil régler le nombre de course à 10.
- Déposer l'échantillon **HS1** de manière à ce que la brosse en domme le centre de l'échantillon.
- Après les 10 courses effectuées, en lever l'échantillon.
- Refaire l'essai pour l'échantillon **HP2**.

- **Mesure de la résistivité après 10 courses :**

- Déterminer la résistivité de chaque échantillon à la même zone repérée avant test.
- Noter les résultats sur en cas d'écart de résultats avant et après test, refaire la même procédure pour l'échantillon **HP2**.

- **Test de la machine d'abrasion pour 40 courses :**

- Régler le nombre de course à 40 et suivre les mêmes étapes effectuées à 10 courses.

- **Mesure de la résistivité après 40 courses :**

- Déterminer la résistivité de chaque échantillon à la même zone repérée avant test.

### III.9.2.4. Test d'ébullition :

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

**Critère d'acceptation** : les résultats doivent être dans la fourchette présentés dans le tableau III.4.

**Tableau III.4:** Critère d'acceptation du verre à couche MFG pour la ternissure [12].

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

❖ **Test d'ébullition est réalisé selon les étapes suivantes :**

- **Préparation de l'échantillon :**

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

- **Mesures Spectrophotométriques avant test :**

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

- **Test :**

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

- **Mesures Spectrophotométriques après test :**

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

### **III.9.2.5. Test de Corrosion :**

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

#### **Critère d'acceptation :**

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

#### **Equipements :**

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

#### **❖ Test de corrosion est réalisé selon les étapes suivantes :**

- **Préparation de l'échantillon :**

- Le teste est effectué sur l'échantillon de corrosion et de dimension de 12 ×40 cm<sup>2</sup>.
- Nettoyer soigneusement l'échantillon avec l'air comprimé.

- **Exécution du test :**

- Mesure la résistance superficielle avant le test.
- Vérifier que l'équipement est bien alimenté.

- Remplir le récipient avec 5 litres d'eau déminéralisé de conductivité <math><30\mu\text{s}</math> (PH = 5,5).
- Mettre les échantillons sur le support et fermer le couvercle.
- Allumer l'appareil et régler le thermostat à une température de  $T = (50 \pm 1,5) ^\circ\text{C}$ .
- Programmer la durée du test à **72heures**.
- À la fin du test retirer les échantillons les nettoyer avec de l'eau déminéralisée et les sécher avec de l'air comprimé.
- Après le refroidissement des échantillons, déterminer la résistance superficielle.
- Effectuer un contrôle visuel sur l'échantillon testé.
- Effectuer le test d'abrasion sur l'échantillon testé et comparer avec celui de référence HP2 [12].

### III.9.2.6. Test de vieillissement UV :

Le but est décrit et de définir les étapes à suivre pour la réalisation du test de vieillissement des couches exposées aux rayons ultraviolet [12].

#### Critère d'acceptation :

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

#### Equipement :

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

❖ **Test de vieillissement UV est réalisé selon les étapes suivantes :**

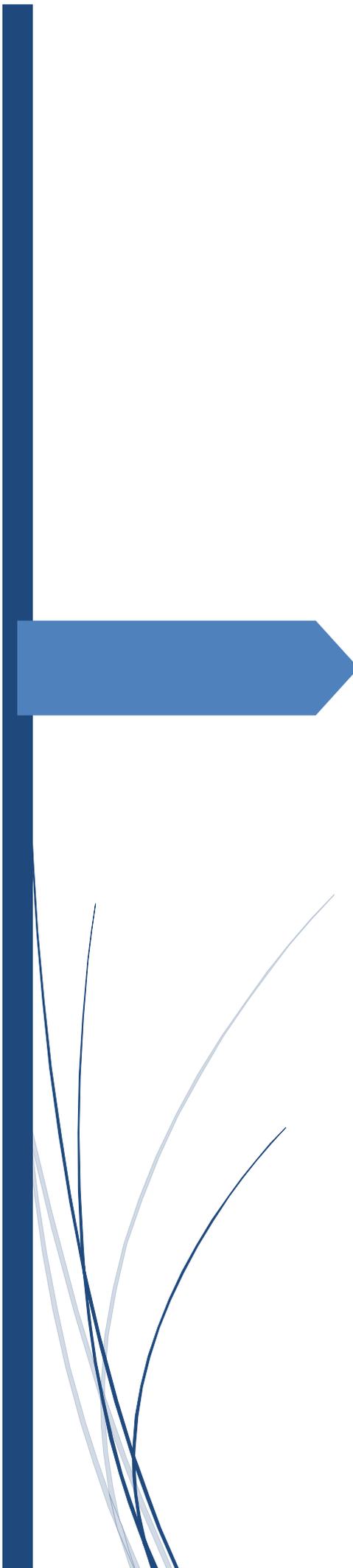
#### • Préparation de l'échantillon :

- Le test est effectué sur un échantillon de dimension  $100 \times 120 \text{ mm}^2$  découpé selon le plan d'échantillonnage.
- Nettoyer l'échantillon à analyser ainsi que l'échantillon de référence en utilisant l'air comprimé.
- Vérifier que l'échantillon ne présente aucun défaut.

#### • Mesure de la résistance superficielle avant test:

- Allumer le résistivimètre.
- Attendre 20 minutes.

- Déposer l'échantillon au milieu de l'appareil et que la couche conductrice se trouve en position inférieure.
- Mentionner la valeur de la résistance.
- **Exécution du test :**
  - Contrôler les heures de services de la lampe UV, le cas échéant, la remplacer après **2000 heures** de services.
  - Déposer l'échantillon sur le support prévu en suite fermer l'appareil correctement.
  - Allumer le dispositif de chauffage et la lampe UV.
  - Régler la température à 50°C.
  - Noter les heures de début et de fin de test (La durée du test est de **72heures**).
- **Mesure spectrophotométrique :**
  - Relever les résultats d'analyse optique de l'échantillon avant test et les mentionner sur une fiche.
  - Effectuer l'analyse optique de l'échantillon après exposition à la lumière UV.
- **Mesure de la résistance superficielle après test :**
  - Suivre les mêmes étapes citées précédemment.
  - Noter les valeurs de la résistance [12].



# Chapitre IV

## CHAPITRE IV : Résultats et discussions

Ce chapitre présente les résultats de notre travail et des tests de contrôles de qualités effectués sur le verre à couche type Star "+S" élaboré par MFG.

### IV.1. Mesure de la résistivité des échantillons (4 et 6mm).

**IV.1.1. Mesure de la résistivité en fonction de la hauteur :** On utilise les échantillons de Medi STAR+S.

- Dépendance de la mesure de résistance du point de mesure  $f(\mathbf{h})=\mathbf{R}$ .
- Erreur relative de la résistance superficielle  $f(\mathbf{h})=\left(\frac{\Delta R}{R} \times 100\right)$ .

Erreur relative de résistance superficielle en fonction de la hauteur

On a :

$$\Delta R = \frac{R_m - R}{R_m} \times 100$$

$R_m$  : la résistivité max.

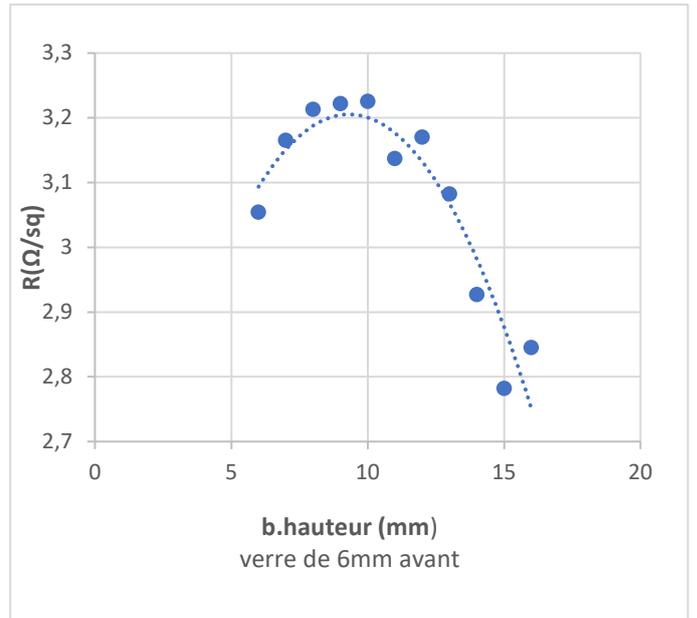
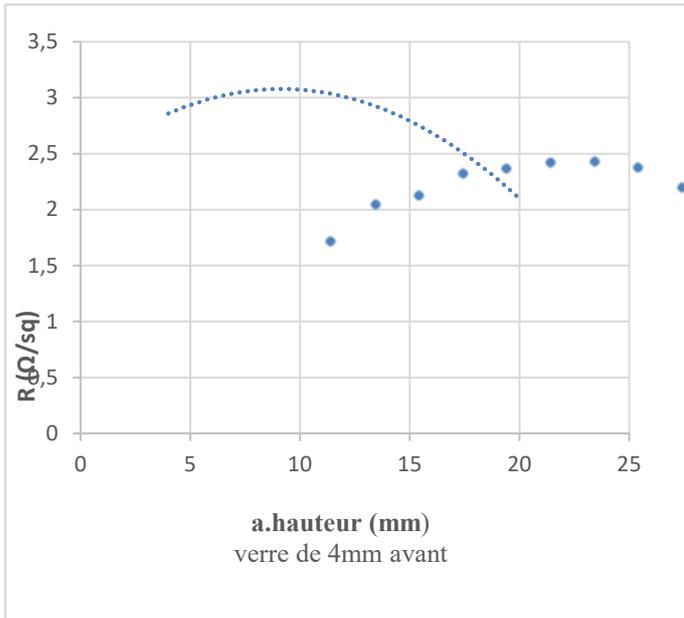
Exemple :

$$\Delta R = \frac{3.132 - 2.777}{3.132} \times 100 = 11.3346105\%$$

**IV.1.2. Test avant le calibrage :** les différents résultats obtenus avant le calibrage, sont présentés dans le tableau IV.1 et illustrées sur les figures IV.1 (a) et (b).

**Tableau IV.1:** résistivité et l'erreur relative avant pour verre à couche d'épaisseur (4 et 6mm).

Echantillons 4mm (R = 2.221 Ω/sq )			Echantillons 6mm (R=2,275 Ω/sq )		
Hauteur (mm)	R(Ω)	ΔR/R (%)	Hauteur (mm)	R (Ω)	ΔR/R (%)
4	2,777	11,3346105	6	3,054	5,30232558
5	2,939	6,16219668	7	3,165	1,86046512
6	2,982	4,78927203	8	3,213	0,37209302
7	3,078	1,72413793	9	3,222	0.09302326
8	3,102	0,95785441	10	3,225	0
9	3,128	0,12771392	11	3,137	2,72868217
10	3,132	0	12	3,17	1,70542636
11	3,103	0,92592593	13	3,082	4,43410853
12	3,017	3,67177522	14	2,927	9,24031008
13	2,897	7,50319285	15	2,782	13,7364341
14		7,53791258	16	2,845	11,7829457
15	2,785	11,0791826			
16	2,626	16,155811			
17	2,408	23,1162197			
18	2,281	27,1711367			
19	2,281	29,0868455			
20	2,221	42,8189117			

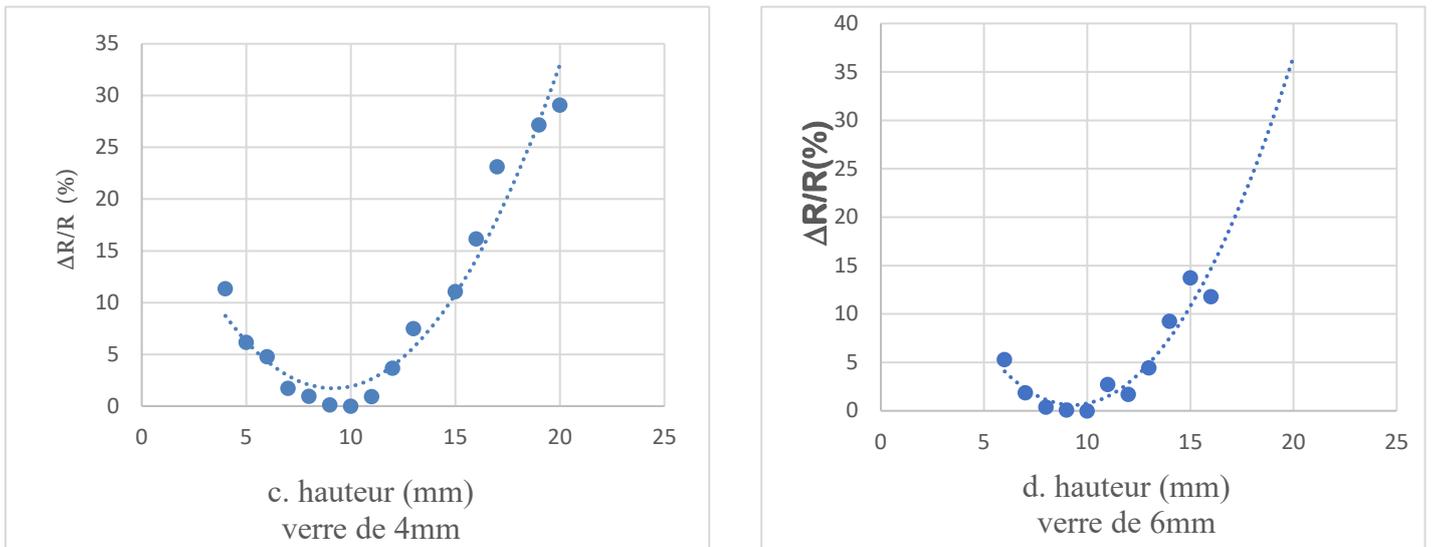


**Figure IV.1:** Courbe de la résistance en fonction de la hauteur avant la modification de l'épaisseur de verre à couche 4 et 6mm.

### Discussion :

Nous avons remarqué que dans les courbes de la résistivité en fonction de la hauteur, lorsque la hauteur augmente la résistivité augmente jusqu'à 10mm, soit la valeur maximale 3.132Ω, puis elle diminuée jusqu'à la Valeur 2.221Ω.

Les courbes (c) et (d) ci-dessous que représentent les pourcentages de l'erreur relative de la résistivité.



**Figure IV.2:** courbe de variation de l'erreur relative de la résistivité en fonction de la hauteur avant modification de l'épaisseur du verre à couche 4 et 6mm.

### Discussion :

Les courbes de l'erreur relative de la résistivité en fonction de la hauteur montrent une diminution de  $\Delta R/R$  jusqu'à la hauteur 10mm qui représente un pourcentage de 0%, après il augmente jusqu'à 42,818 %.

Ont conclu que la hauteur 10mm c'est la meilleure hauteur pour mesurer la résistivité.

### IV.2. Calcul de calibrage :

La formule suivante qui calculé le facteur de décalage b.

$$b = KL - ML$$

$$b = 0.564 - 1.564$$



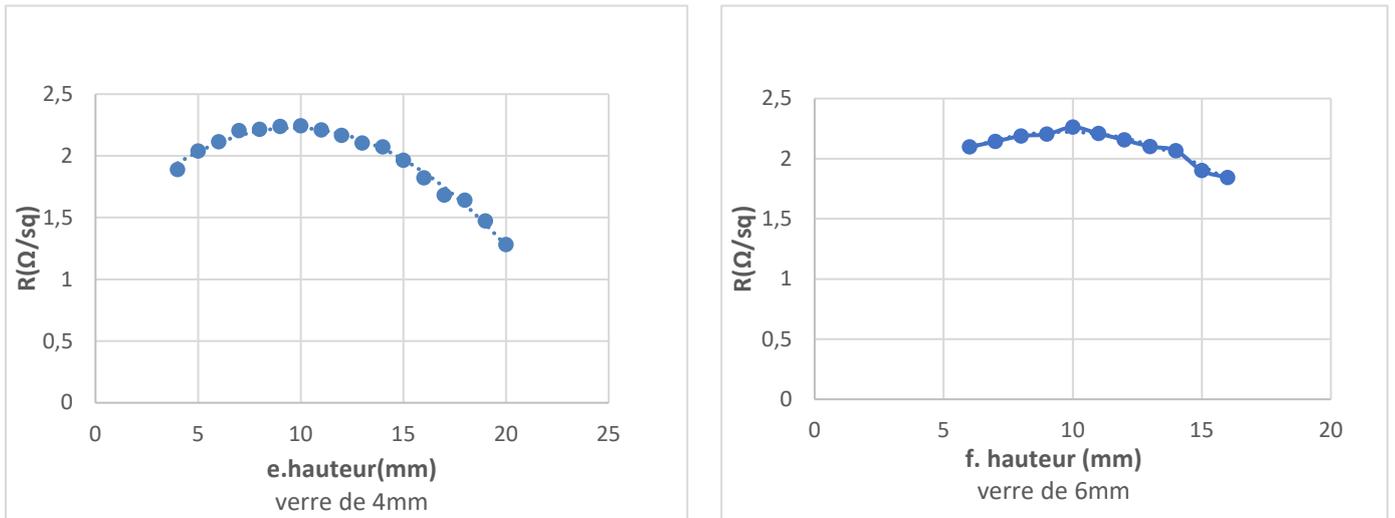
$b = -1$
----------

**IV.2.1. Test après le calibrage :** Les différents résultats obtenus pour la résistivité ainsi que l'erreur relative de la résistivité sont illustrés dans le tableau **IV.2**.

**Tableau IV.2:** résistivité et l'erreur relative pour verre à couche de l'épaisseur (4 et 6mm).

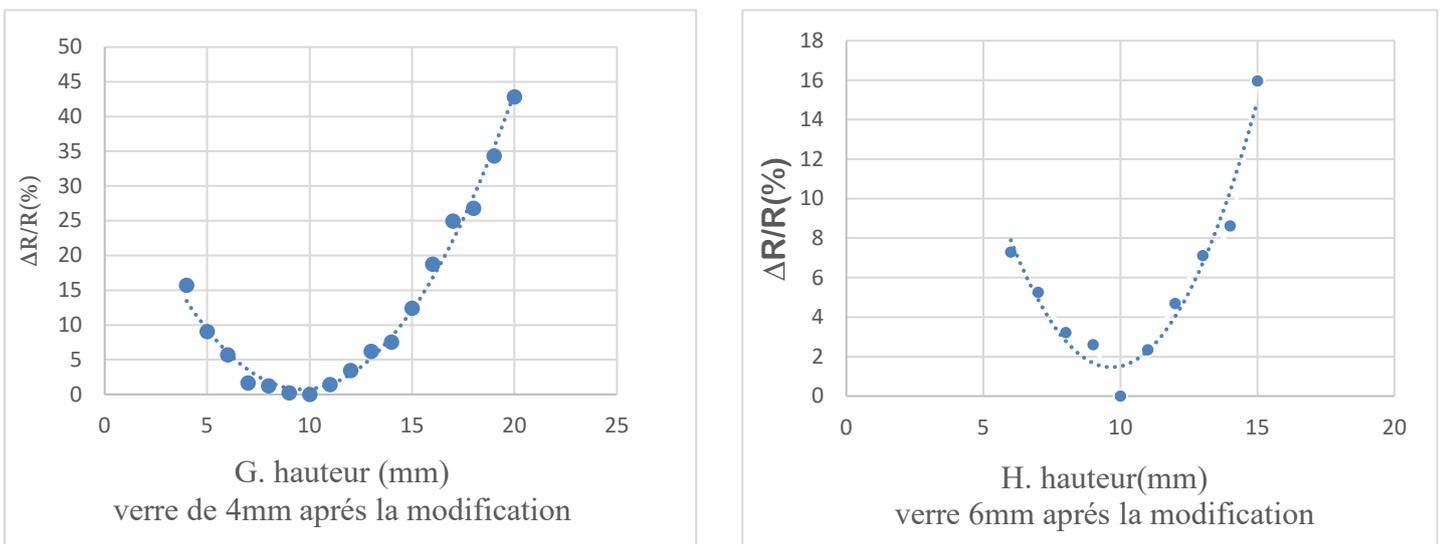
Echantillons 4mm (R = 2.221 Ω/sq )			Echantillons 6mm (R=2,275 Ω/sq )		
Hauteur (mm)	R (Ω)	ΔR/R(%)	Hauteur (mm)	R (Ω)	ΔR/R(%)
4	1,882	15,7448707	6	2,097	7,29442971
5	2,039	9,0544157	7	2,143	5,26083112
6	2,114	5,70918822	8	2,189	3,22723254
7	2,205	1,65031222	9	2,203	2,60831123
8	2,214	1,24888492	10	2,262	0
9	2,237	0,22301517	11	2,209	2,34305924
10	2,242	0	12	2,156	4,68611848
11	2,210	1,42729706	13	2,101	7,11759505
12	2,165	3,43443354	14	2,067	8,62068966
13	2,103	6,19982159	15	1,901	15,959328
14	2,073	7,53791258	16	1,843	18,5234306
15	1,964	12,3996432			
16	1,822	18,7332739			
17	1,682	24,9776985			
18	1,641	26,8064228			
19	1,472	34,3443354			
20	1,282	42,8189117			

Les courbes (e) et (f) ci-dessous que représente la résistivité après la modification.



**Figure IV.3:** les courbes de la résistance en fonction de la hauteur après la modification de l'épaisseur de verre à couche à 4 et 6mm.

Nous avons représenté les différentes courbes (G) et (H) qui donnent l'erreur relative de la résistivité  $\Delta R/R$  en fonction de la hauteur du verre (Voir la figure IV.4) :



**Figure IV.4:** courbe de variation de L'erreur relative de la résistivité en fonction de la hauteur après la modification l'épaisseur de verre à couche 4 et 6mm.

## Discussions :

Afin d'être sûr de l'exactitude du calibrage de l'appareil, nous avons étudié les nouvelles valeurs de la résistance superficielle et de l'erreur relative et nous avons constaté que la hauteur 10mm représentant la valeur de la résistivité qui est de  $2.24\Omega$  proche de la valeur de référence  $2.21\Omega$ .

### IV.3. Mesure la résistivité des échantillons.

#### IV.3.1. Mesure de la résistivité avant et après la modification de l'appareil et l'erreur :

Les résultats des tests sont reportés dans les tableaux IV.3 et IV.4.

**Tableau IV.3:** Les résistivités des échantillons d'épaisseurs 6 mm.

<b>Échantillonne de 6mm</b>	<b>Résistivité (<math>\Omega</math>) Avant</b>	<b>Résistivité (<math>\Omega</math>) Après</b>	<b><math>\Delta R = R_{\text{avant}} - R_{\text{après}}</math></b>
<b>1</b>	2,391	2.382	0.009
<b>2</b>	2,349	2.330	0.019
<b>3</b>	2,437	2.442	-0.005
<b>4</b>	2,363	2.339	0.024
<b>5</b>	2,282	2.257	0.025
<b>6</b>	2,405	2.393	0.012
<b>7</b>	2,394	2.399	-0.005
<b>8</b>	2,391	2.400	-0.009
<b>9</b>	2,418	2.440	-0.022
<b>10</b>	2,359	2.349	0.010

**Tableau IV.4 :** Représenter les résistivités des échantillons d'épaisseur 4 mm.

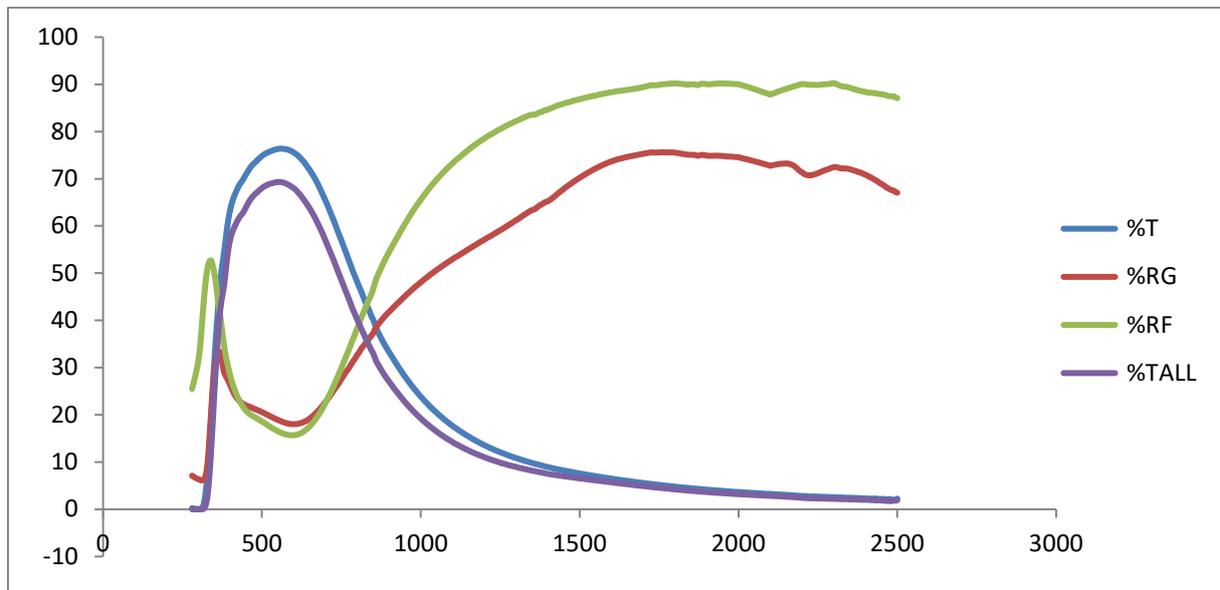
<b>Échantillonne de 4 mm</b>	<b>Résistivité (<math>\Omega</math>) Avant</b>	<b>Résistivité (<math>\Omega</math>) Après</b>	<b><math>\Delta R = R_{\text{avant}} - R_{\text{après}}</math></b>
1	2,272	2.277	-0.005
2	2,253	2.240	0.013
3	2,252	2.251	0.001
4	2,273	2.294	-0.021
5	2,269	2.291	-0.022
6	2,246	2.243	0.003
7	2,244	2.260	-0.016
8	2,232	2.235	-0.003
9	2,262	2.283	-0.021
10	2,259	2.240	0.019

### Discussions :

Les résultats de la résistivité superficielle après la modification par l'appareil NAGY SRM-12T en inversant la couche du verre à la hauteur 10mm, montrent une bonne convergence  $\pm 0.025$  et faible différence entre les valeurs de résistivité avant (avec contact) et après (sans contact).

#### IV.4. Test spectrophotométriques :

Les courbes de mesure spectrophotométriques dans la gamme des longueurs d'ondes de 250 à 2500 nm du verre Star"+S" sont donnés sur la figure IV.5.



**Figure IV.5:** les courbes de transmission et de réflexion en fonction de la longueur d'onde (Verre star +S).

**%T** : transmission

**%TALL** : la transmission de double vitrage.

**%RG** : Réflexion coté verre

**%RF** : Réflexion coté couche.

On remarque que pour la gamme de vitrage Star « +S », nous avons un maximum de transmission dans le visible soit 78% et une atténuation qui tend vers zéro dans la gamme de l'infrarouge au-delà de 1500 nm.

#### IV.5. Test de résistivité latérale :

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

**Tableau IV.5:** Distribution latérale de la résistivité.

Echantillons	Résistivité ( $\Omega$ )	Résistivité Moyenne ( $\Omega$ )	R- R <sub>m</sub> ( $\Omega$ )
1	2,35	2,33	0,02
2	2,35	2,33	0,02
3	2,31	2,33	-0,02
4	2,33	2,33	0,00
5	2,34	2,33	0,01
6	2,32	2,33	-0,01
7	2,31	2,33	-0,02
8	2,31	2,33	-0,02
9	2,32	2,33	-0,01
10	2,32	2,33	-0,01
11	2,33	2,33	0,00
12	2,35	2,33	0,02
13	2,34	2,33	0,01
14	2,34	2,33	0,01
15	2,33	2,33	0,00
16	2,32	2,33	-0,01
17	2,34	2,33	0,01
18	2,34	2,33	0,01
19	2,35	2,33	0,02
20	2,36	2,33	0,03

**Tableau IV.6:** donnée la résistivité minimale, maximale et  $\Delta R$ .

Résistivité min	2,31
Résistivité max	2,36
$\Delta R$	0,05

Les valeurs de la résistivité sont conformes à la technique du verre Star « +S » introduit dans l'intervalle  $R \leq 2.5\Omega$  et vu que les valeurs sont proches à la moyenne, ainsi l'homogénéité de la couche est assurée. Et  $\Delta R$  inférieur à  $0,3\Omega$ .

#### IV.6. Test de résistivité superficielle :

Les résultats du test de la résistivité superficielle de l'échantillon K (I) et du calcul de l'émissivité normale et l'émissivité totale corrigé de la couche sont résumés dans le tableau IV.7 qui suit.

**Tableau IV.7:** Résultats de la résistivité et émissivité totale corrigé.

L'échantillon	Résistivité ( $\Omega$ )	Epaisseur réelle (mm)	L'émissivité Normale	Emissivité totale corrigée
I	2.24	3,93	0,0237	0,029

Les résultats de la résistivité et de l'émissivité de notre verre « Star +S » sont dans les normes primordiales par l'industrie, la résistivité  $<2.5\Omega$  et l'émissivité normal est introduit dans l'intervalle [0.01-0.02]. Donc notre verre est conforme aux exigences.

#### IV.7. Test d'abrasion :

Les résultats du test de la dureté avant et après 10 et 40 courses pour les échantillons HS1 et HS2 sont affiché dans le tableau suivant.

**Tableau IV.8:** Résultats test d'abrasion après 10 et 40 cours.

	Résistivité ( $\Omega$ )				
	Avant abrasion	Après 10 course	$\Delta R$ après 10 courses	Après 40 Course	$\Delta R$
<b>HS1(I)</b>	2.28	2.36	0.07	2.37	0.11
<b>HP2(I)</b>	2.26	2.32		2.39	

Considérer la résistance à l'abrasion de la zone altérée par la bosse en se référant au critère suivant :

Si  $\Delta R < 0.3$  le produit n'est pas faible.

Avec :

$$\Delta R = R \text{ après courses} - R \text{ avant courses}$$

Après les 10 et 40 courses, nous avons remarqué visuellement que le verre ne subit aucune abrasion ou rayures de la couche sur toute la surface des échantillons, et la résistivité des échantillons après abrasion sont  $< 2.50 \Omega$ , et l'écart de la résistivité superficielle est inférieure à 0,3.

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

#### IV.8. Test de d'ébullition :

Les résultats de la transmission avant et après le test dans les trois conditions reprisent dans le tableau suivant.

**Tableau IV.9:** résultats de test d'ébullition de l'échantillon avant et après.

	(avant)				(après)			
	1	2	3	Moy	1	2	3	Moy.
Transmission de l'échantillon standard(tes)	76,27	76,2	76,12	76,20	76,04	75,82	75,65	75,84
Transmission de l'échantillon sans standard (te)	0,49	0,49	0,49	0,49	0,49	0,49	0,49	0,49
Transmission sans échantillon sans standard (t)	0,62	0,62	0,62	0,62	0,62	0,62	0,62	0,62

✚ Pour calculer la ternissure (T) on a la formule suivante [12].

$$T = \frac{Te - T \times Tes}{1 - T}$$

$$T_{avant} = \frac{0.0049 - (0.0062 \times 0.7620)}{1 - 0.0062} = 0.018$$

$$T_{apres} = \frac{(0.0049 - 0.0062) \times 0.7584}{1 - 0.0062} = 0.020$$

**Tableau IV.10:** Résultats du calcul de la ternissure de l'échantillon **K(I)**.

	Résultats		
	T avant	T après	T ap – T av.
Ternissure de l'échantillon	0,018	0,020	0,00
Ternissure relative de L'échantillon	0,023	0,026	0,00
Classification de l'échantillon	1		

La comparaison des résultats spectrophotométriques avant et après le test d'ébullition montre qu'il y a une faible différence de transmission avec ou sans standard.

Selon Critère d'acceptation **Tableau III.4** et les résultats de calcul de ternissure obtenus notre verre est de classe 1. Et il devrait avoir une bonne résistance à la corrosion.

#### **IV.9. Test de corrosion :**

Les résultats du test de corrosion sont résumés dans le tableau **IV.11** suivants.

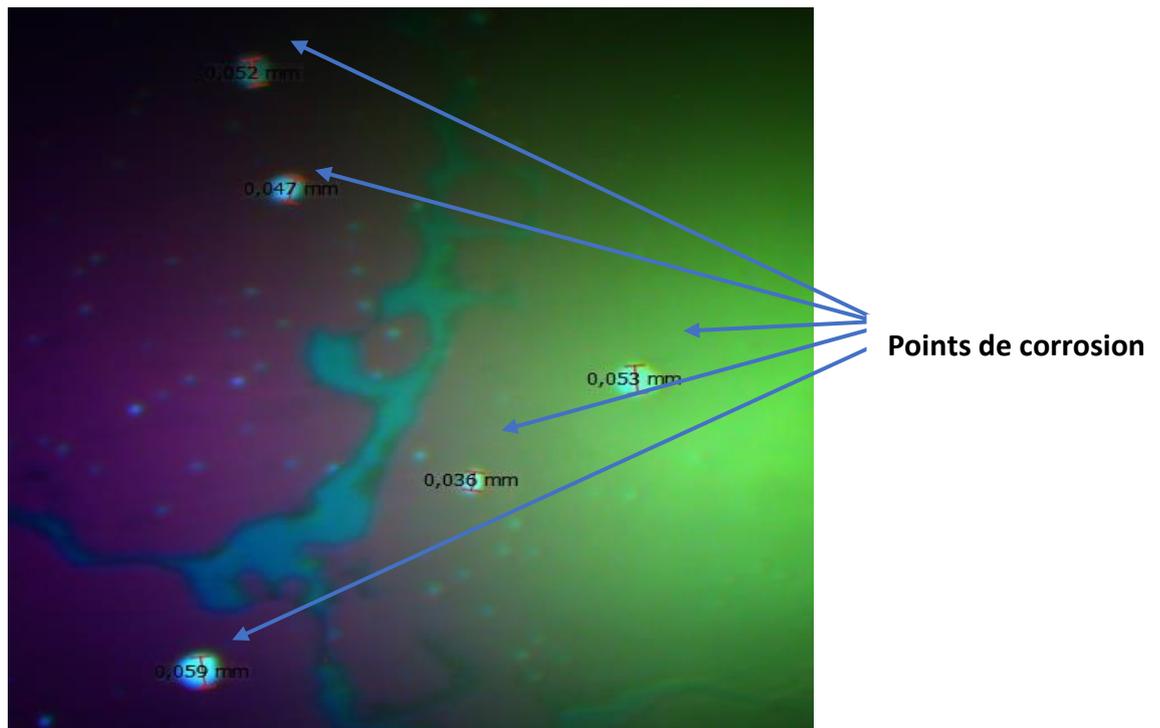
**Tableau IV.11:** Valeurs de la résistivité avant et après le test de corrosion.

Echantillons	Résistivité Superficielle ( $\Omega/\text{cm}^2$ )	
	R avant	R après
<b>HP1(I)</b>	2,31	2,32

Les résultats après le test de corrosion étalent que la résistivité de l'échantillon est inférieure à  $2.5 \Omega$ .

##### **IV.9.1. Observation microscopique après test de corrosion :**

A l'aide d'un microscope optique de type « Leica » on a procédé à l'analyse de l'échantillon HP1(I) qui sont illustrés dans la figure suivante :



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

D'après cette micrographie, nous avons constaté.

- ✚ La présence de points de corrosion de tailles minimales  $< 1\text{mm}$  sur la surface de nos échantillons.
- ✚ Aucun défaut d'une longueur comparait entre  $1\text{mm}$  et  $2\text{mm}$ . Aucune griffure ni coloration sur la couche n'est observé.
- ✚ L'échantillon star "+S" présentent une bonne résistance à la corrosion.

#### **IV.10. Test de Vieillissement UV :**

Les résultats du test vieillissement UV sont présentés dans le tableau ci-dessous.

**Tableau IV.12:** Résultat de test UV avant et après pour l'échantillon UV (I).

	Simple vitrage								Double vitrage	dE
	L*	a*	b*	T visible	T solaire	A solaire	T UV	R (Ω/cm <sup>2</sup> )	G	
<b>1<sup>ere</sup> mesure avant test</b>	47,76	2,06	-8,40	75,42	48,83	10,32	29,25	2,24	51,45	<b>0,32</b>
<b>2<sup>eme</sup> mesure après test</b>	47,91	2,04	-8,12	75,56	49,15	10,01	28,87	2,23	51,47	
<b>Différence</b>	0,15	-0,02	0,28	0,14	0,32	-0,31	-0,38	-0,01	0,02	
<b>Ecart%</b>	/	/	/	<b>0,19</b>	<b>0,66</b>	<b>-3,00</b>	<b>-1,30</b>	<b>-0,45</b>	<b>0,04</b>	

- ✚ Calculer de la différence entre la mesure avant et après le test :

$$\text{Différence} = \text{mesure2} - \text{mesure1}$$

- ✚ Calculer de l'écart en % selon la formule suivante :

$$\text{Ecart} = (\text{différence} / \text{mesure1}) \times 100$$

- ✚ Calculer dE :

$$dE = \sqrt{\Delta L^2 + \Delta a^2 + \Delta b^2}$$

Après avoir réalisé le test de vieillissement sur un l'échantillon UV (I) on a remarqué que :

- ✚ Les indices optiques sont légèrement changés tout en restant dans l'intervalle d'acceptation.
- ✚ Aucun signe de dégradation ni changement de couleur n'était observé, ce qui signifie que ces couches déposées résistent aux rayonnements à grand intensité (UV).
- ✚ D'après la norme de l'entreprise MFG la limite d'acceptation est de  $dE < 2$ , L'échantillon UV (I) ont une valeur inférieure à 2, alors notre verre est conforme aux exigences de l'entreprise.
- ✚ D'après ces résultats obtenus ainsi que la norme MFG, l'estimation de la durée de vie de ce produit peut atteindre les 15 ans.

## Conclusion

Dans cette étude, nous avons abordé le thème de l'adaptation d'un résistivimètre (NAGY SRM-12T) pour l'évaluation de l'émissivité et de la résistivité à l'abrasion, et les analyse de control qualité par l'unité Méditerranéenne Float Glace.

Ce travaille à une étude comparative métrologique de mesure avant et après modification d'un porte échantillon d'un appareil résistivimètre **NAGY SRM12-T**, et intégration d'un nouveau ré-paramétrage (soft). L'expérience ont à été inversé la couche de l'échantillon de mesure de type de verre à couche **Star +S** de l'épaisseur 4 et 6mm.

Les résultats totaux de mesure sans contact sont réalisés idéals utilisent d'un échantillon de référence (calibre interne) medi star+S de l'entreprise MFG, de meilleur résultat seront obtenus à l'utiliser du la feuille de calibrage, la date limite de l'utilisation calibre existent et ont expiré

- ♣ L'étude réalisée sur l'échantillon de verre après la modification nous ont parmi comme suit :
  - La hauteur 10mm c'est la meilleure hauteur pour mesurer la résistivité superficielle.
  - La résistivité avant (avec contact) et après (sans contact) sont proche à la valeur de référence  $R=2.221\Omega$ .
  - La mesure de l'émissivité thermique égal  $\epsilon= 0.023$ .
- ♣ Les résultats obtenus au contrôle de qualité ont montré que :
  - Le résultat spectroscopique du verre Star "+S" a dévoilé une bonne transmission optique dans le visible entre 68 et 78% et une réflexion entre 85 et 90% respectivement dans l'UV.
  - Les résultats de mesure de la résistivité latérale et de la résistivité superficielle ont montré que le verre est conforme aux exigences de l'entreprise.
  - L'émissivité thermique de notre verre dans l'intervalle [0.01-0.02]
  - Les résultats de test d'abrasion ont montré une bonne résistance à l'abrasion de l'échantillon verre star +S avec  $\Delta R < 0.3$ , On a conclu que le verre star "+S" est de classe 1.
  - Les résultats du test d'ébullition qui est un test rapide de corrosion a montré que le verre Star "+S" a résisté à la corrosion, il a donné une faible différence de transmission avant et après, avec ou sans standard.
  - Concernant le test de corrosion, le produit Star "+S" sont de la classe 1 d'après MFG, d'où une bonne résistance, seulement le test de corrosion exécutés, ont montré que la surface de produit été recouverte de tache de corrosion. Après investigation, nous avons attribué, ce résultat à la présence de porosités en surface de produit engendrés par un défaut de fabrication.
  - Les résultats du vieillissement UV, ont donné un  $dE < 2$  pour l'échantillon du verre Star "+S", ce qui prouve que le produit est résistant aux rayonnements a grand intensité UV.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Site internet [www.techno-science.net](http://www.techno-science.net), « Verre », 28.03.2020
- [2] A. Abderraouf ; B. Meziane ; « Caractérisations physico-chimiques de la dégradation des verres à couches », université Abderrahmane Mira (Bejaïa) ; 2021.
- [3] L. AKram ; D. Bilel « Caractérisation et modélisation des verres multicouches » université Annaba ; 2017.
- [4] PR. IRATNI. A cours verre-MCQ 2012-2013.
- [5] W. C. Bauer A. R. Conroy, W. H. Manring. The Role of Sulfate in the Melting and Fining of Glass Batch. Glass industry, 47, 1966.
- [6] P. PIGANIOL; industries verrières; Edition Dunod. Paris (1966).
- [7] H.A. Mohamed; H. Ahmed « Caractérisation d'un verre plat float glass Erode par sablage 2016-2017.
- [8] K. Yousra ; « Procès de fabrication du verre » Licence professionnelle en Génie chimique ; 2019/2020.
- [9] ben houhou. Ali ; K .Abdelbare mémoire master « étude et dimensionnement d'un nouveau Dispositif de biseautage des bords de verre ».
- [10] K. AMIR ; B. REDOUANE « Etude physique-chimique de la durabilité des verres» Master en génie des procédés ; 2018/2019.
- [11] Les verres à couches, 1ère partie Serge Etienne, Laboratoire de Physique des Matériaux, UMR CNRS 7756, Nancy Pôle Verrier/ Cerfav, janvier 09.
- [12] Manuel de la documentation du système QHSE ; processus control qualité verre à couche.
- [13] S. HARIECH « Elaboration et caractérisation des couches minces de sulfure de cadmium (CdS) préparées par bain chimique (CBD) » ; université M'entouré-Constantine ; 18/03/2009.
- [14] R. NOUAR « Etude et réalisation de couches minces à caractère magnétique par Pulvérisation cathodique magnétron » ; l'Université de Technologie de Belfort-Montbéliard ; 18/11/2009.
- [15] WWW.NAGY-Instrement.de; 999/09; SRM-12 User Manual.