

ELABORATION D'UN VERRE POUR LE FLACONNAGE DE LUXE

ENCADREMENT PROJET

- **Coordinateurs** : Franck Pigeonneau (CEMEF) & Patricia Hee (CERFAV)
- **Encadrants** : Lucile Cornu, Théo Desfontaines, Ambre Camus, Mohamed Zahaf (CERFAV)
- **Centre de recherche concerné** : CEMEF
- **Lieux** : Paris & CERFAV (Vannes-le-Châtel, Meurthe-et-Moselle)

RESUME

A l'occasion de ce MIG le métier d'ingénieur R&D en fabrication du verre sera entrevu. Au cours de la première semaine, les bases sur la nature particulière de l'état vitreux, les principes de l'élaboration et de sa production à l'échelle industrielle seront présentés. Des industriels producteurs et utilisateurs de verre présenteront les enjeux techniques et économiques de la filière verre en France. Deux visites permettront de voir plus concrètement ce qu'est une usine de verre. Les deux autres semaines de la période bloquée seront consacrées aux mini-projets réalisés au sein du Centre Européen de Recherches et de Formation aux Arts Verriers (CERFAV) mettant à disposition des fours de fusion et des moyens d'analyse. La chaîne complète allant de la recherche d'une nouvelle composition, de sa fusion à sa production à l'échelle industrielle sera abordée en utilisant une base de données et un logiciel permettant de dimensionner un four qui auront été présentés au cours de la première semaine. Le coût de la fabrication du verre sera également évalué.

CONTEXTE ET PROBLEMATIQUE

Il est devenu inutile de lister les produits de notre vie courante réalisés à base de verre. Transparent par nature, le verre est le matériau idéal pour laisser passer la lumière voire transporter de l'information. Il est également utilisé de façon plus discrète dans les matériaux d'isolation thermique ou phonique des maisons. Un domaine où le verre s'impose est bien-sûr les emballages (bouteilles, pots, flacons). C'est un secteur sur lequel le verre peut être en concurrence avec le plastique. Afin d'avoir des produits à la fois éco-responsables et ayant un haut niveau de désirabilité, on souhaite pouvoir avoir des emballages en verre pour remplacer ceux en plastique. La Figure 1 illustre l'objectif : **existe-t-il un verre qui puisse résister aux chocs de façon équivalente au plastique mais de poids équivalent ?**



Figure 1 – Illustration de l'objectif visant à réduire la matière d'un pot ou d'un flacon à résistance équivalente.

OBJECTIFS, TRAVAIL ET ORGANISATION

L'objectif du MIG est de définir la composition d'un ou plusieurs verres en termes d'oxydes et d'additifs à base silico-sodo-calcique ayant les caractéristiques cibles définies par un cahier des charges. Après une initiation à la science du verre, des outils tels qu'une base de données matériaux, logiciels de dimensionnement de fours, modules python pour coupler à des outils d'Intelligence Artificielle (IA) seront mis en œuvre. De façon à vérifier les outils de prédictions, des verres seront élaborés en cherchant les moyens de les fondre dans des fours industriels. Les échantillons produits pourront être caractérisés par analyse de composition, mesure de température de transition vitreuse, analyse de casse.

La période bloquée de ce MIG sera décomposée en deux parties : la première semaine sera basée à l'école des Mines à Paris et les deux autres au sein du CERFAV. Ce dernier est un lieu unique où la recherche et l'apprentissage sont menés de pair. La Figure 2-(a) illustre le travail d'un apprenti verrier réalisant un gobelet par une technique artisanale de soufflage. La Figure 2-(b) permet de voir où le CERFAV est implanté. Il est situé dans un village historique de l'artisanat verrier à Vannes-le-Châtel, situé au sud-ouest de Nancy.



Figure 2 - (a) Verrier réalisant un gobelet au CERFAV par soufflage, (b) localisation du CERFAV.

Dans un premier temps, une initiation à la science du verre et à sa production industrielle sera faite. Les bases fondamentales de l'élaboration des verres ainsi que des outils permettant de prédire la demande en énergie et la pollution seront présentés. Deux visites sont au programme, l'une dans un centre de recherche et l'autre dans une usine de production. Les deux semaines suivantes permettront de travailler sur des points spécifiques par l'intermédiaire de mini-projets. Quatre mini-projets seront proposés calqués sur les missions d'un centre de R&D en élaboration des verres : formuler, fondre, analyser et produire.

Le rapport qui devra être fourni à l'issue de la période bloquée (23 décembre) sera à rédiger dès le début de la période bloquée. Pour le bon fonctionnement du MIG, un responsable du groupe sera nommé au lancement du MIG.

PROGRAMME PREVISIONNEL

Au cours de la première semaine, des cours introductifs sur la nature particulière du verre, de son élaboration et des procédés associés seront dispensés. Les outils numériques (logiciels, base de données) seront présentés. Des séminaires donnés par des ingénieurs de l'industrie verrière agrémenteront cette première semaine. Xavier Capilla de l'Institut du

Verre, responsable environnement pour l'industrie du Verre, présentera les enjeux environnementaux de la filière verre en France. Jean-Marc Flesselles, directeur scientifique à Saint-Gobain Isover, fera un exposé sur les problèmes scientifiques et techniques liés à la production de matériaux isolants. Corinne Payen, directrice R&D de Verallia, parlera de la fabrication des bouteilles. En lien avec le projet de ce MIG, Olivier de Lataulade de L'Oréal et en tant que responsable scientifique du packaging viendra exposer la démarche eco-responsable de L'Oréal donnant une grande part au verre. Les deux visites au programme sont détaillées plus bas. Les deux dernières semaines de la période bloquée se dérouleront au CERFAV après un voyage en train *via* Nancy. L'emploi du temps de la première semaine est détaillé ci-dessous.

Lundi 14 novembre 2022

<i>Horaire</i>	<i>Intitulé</i>	<i>Intervenant</i>
9h00–10h00	Présentation & organisation du MIG	Franck Pigeonneau
10h00–12h00	Introduction sur les verres d'oxydes	
13h30–15h00	L'industrie verrière face aux enjeux environnementaux	Xavier Capilla (Institut du verre)
15h30–17h00	Principe de l'élaboration des verres I	Franck Pigeonneau

Mardi 15 novembre 2022

<i>Horaire</i>	<i>Intitulé</i>	<i>Intervenant</i>
8h30–10h30	Principe de l'élaboration des verres II	Franck Pigeonneau
11h00–12h00	Les problèmes scientifiques de la production de la laine de verre	Jean-Marc Flesselles (Saint-Gobain, Isover)
13h30–15h00	Procédés de fusion	Franck Pigeonneau
15h30–17h00	Base de données Interglad V8	

Mercredi 16 novembre 2022

<i>Horaire</i>	<i>Intitulé</i>	<i>Intervenant</i>
09h00–10h30	Initiation aux techniques d'IA	Jonathan Viquerat
11h00–12h30	Travaux dirigés sur Interglad V8	Franck Pigeonneau
13h30–15h00	Oxydo-réduction et affinage des verres	Franck Pigeonneau
15h30–17h00	Les emballages en verre	Corinne Payen (Verallia)

Jeudi 17 novembre 2022

<i>Horaire</i>	<i>Intitulé</i>	<i>Intervenant</i>
9h00–10h30	Formation sur le logiciel Energy Balance Model (EBM)	Franck Pigeonneau
11h00–12h30	Le packaging en verre chez L'Oréal	Olivier de Lataulade (L'Oréal)
13h30–18h00	Visite de l'usine de SGD Pharma, 4 rte de Bonneuil, Sucy-en-Brie	

Vendredi 18 novembre 2022

<i>Horaire</i>	<i>Intitulé</i>	<i>Intervenant</i>
8h30–10h00	Formation documentaire	Sylvain Metafiot
10h30–12h00	Description des mini-projets et constitution des groupes	
13h30–18h00	Visite du centre de recherche de Corning, 7 bis avenue de Valvins, Avon	

LES VISITES

Deux visites sont au programme de ce MIG qui auront lieu au cours de la première semaine. Il est nécessaire d'avoir une **pièce d'identité (CNI ou passeport)** lors de ces visites sous peine de devoir rentrer à la maison ! Il est également nécessaire d'indiquer la monture pour pouvoir prendre des équipements de sécurité. Des comptes-rendus de visite seront à réaliser et à mettre dans le rapport final du MIG.

SGD Pharma, Sucy-en-Brie

La société SGD Pharma produit des emballages destinés au marché pharmaceutique. Il

s'agit principalement de petits contenants comme représentés sur la **Figure 3**. SGD Pharma dispose de trois sites industriels en France. Pour cette visite, nous irons sur celui localisé dans le Val de Marne à Sucy-en-Brie. Il a l'avantage d'être simplement accessible en RER.



Figure 3 – Emballages produits par SGD Pharma destinés au marché pharmaceutique.

L'adresse de SGD Pharma est **4 route de Bonneuil, 94370 Sucy-en-Brie**. En prenant comme point de départ, l'école des Mines, le trajet en transport en commun est le suivant :

1. RER B en direction du nord depuis le Luxembourg jusqu'à Châtelet-Les Halles;
2. RER A, direction Boissy-Saint-Léger, de Châtelet-Les Halles à Sucy-Bonneuil;
3. Le reste se fait à pied (450 m).

Nous sommes attendus à 13h30. Notre contact à l'usine sera Anne Corsini.

Corning, Avon

La société multinationale Corning dispose en France du Centre Européen de Technologie de Corning (CETC). Corning est une société qui produit et commercialise des verres de spécialités utilisés en téléphonie, pour les écrans, en télécommunication par fibres optiques, en sciences de la vie, en technologie pharmaceutique, entre autres.

Le CETC est localisé sur la commune d'Avon, se trouvant à proximité de Fontainebleau. Les détails pour se rendre sur le site dont l'adresse exacte est **7bis avenue de Valvins, 77210 Avon** sont donnés ci-dessous en prenant comme point de départ l'école des Mines de Paris :



Figure 4 – CETC de Corning situé 7bis avenue de Valvins, 77210 Avon.

1. RER B en direction du nord depuis le Luxembourg jusqu'à Châtelet-Les Halles;
2. RER A de Châtelet-Les Halles à Gare de Lyon;
3. Ligne R en direction de Montargis avec arrêt à Fontainebleau-Avon;
4. Bus 9 en direction de ZA Bernache, arrêt Corning ou marche à pied (1 km).

Le temps de trajet est de l'ordre d'une heure. Le rendez-vous est fixé à 13h30 au CETC. Nous serons accueillis par Peggy Georges.

MINI-PROJETS (MP)

L'objectif global du MIG est de pouvoir définir la composition d'un ou de plusieurs verres ayant des propriétés cibles. Comme montré sur la Figure 5, les quatre fonctions que l'on retrouve dans les centres de R&D seront déclinées sous forme de mini-projets. Après avoir défini les propriétés du verre, il faut arriver à le fondre sans impuretés et être capable de le synthétiser à l'échelle industrielle à moindre coût.

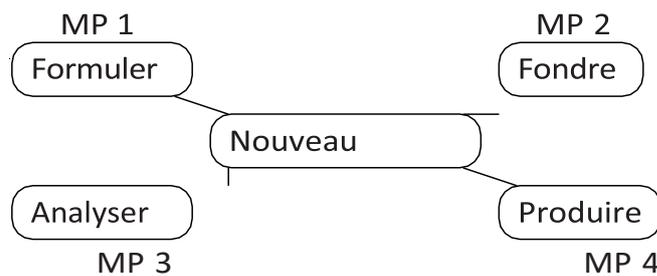


Figure 5 - Objectif du MIG décliné sous forme de quatre grandes activités de R&D.

MP 1 : Formulation de compositions verrières

Après discussion avec notre < client >, un cahier des charges est défini portant sur les propriétés cibles telles que la masse volumique, la température de transition vitreuse, la température du liquidus, la ténacité. Avoir une masse volumique assez basse présente de l'intérêt pour réduire le poids des articles à produire. Les températures de transition vitreuse et du liquidus ont une importance pour faciliter la fusion. Finalement, la ténacité qui caractérise la fragilité du verre devra être choisie la plus élevée possible. Pour chercher des gammes de compositions de verre répondant à nos préconisations, la base de données Intergrad V8 sera utilisée. Cette dernière permet de faire une recherche simple de diverses propriétés pour une très large gamme de compositions. Elle est riche de plus de 380000 verres dont les données sont collectées suite à des publications d'articles ou de brevets. La base dispose d'une fonctionnalité de recherche de compositions en fonction de propriétés cibles. En fonction de l'avancée des travaux, l'intégration d'outils basés sur l'IA sera envisageable. Ce groupe aura donc pour missions :

1. Définition du cahier des charges ;
2. Recherche des compositions de verre à l'aide d'Intergrad V8 ;
3. Utilisation d'outils d'IA pour affiner les compositions ;
4. Détermination des matières premières et du coût.

MP 2 : Fusion et qualité des verres

Lorsqu'une composition de verre a été choisie, il est nécessaire de vérifier si le verre est capable d'être synthétisé. La mission de ce mini-projet est de faire des fusions à l'échelle du laboratoire dans des fours de petites capacités (1 à 2 kg). A partir de la connaissance des températures de liquidus du verre, la température de fusion peut-être estimée. Il est néanmoins crucial de définir également les affinants qui permettent une élimination des impuretés (bulles et infondus) le plus rapide. Pour y arriver, on utilisera

des outils numériques développés sous Python pour tester la fusion. Ces outils seront introduits lors de la première semaine. Les objectifs de ce mini-projet seront alors :

1. Détermination des feuilles de composition ;
2. Utilisation de modèle de redox/affinage ;
3. Réalisation de fusion à différentes températures et différentes concentrations d'affinants ;
4. Évaluation de la qualité des verres synthétisés.

MP 3 : Analyses chimiques, mécaniques et thermodynamique

Il est important de vérifier que les verres synthétisés sont bien conformes au cahier des charges. Pour cela, les propriétés doivent être vérifiées. Ce troisième mini-projet sera constitué d'une équipe dont la mission sera de mettre en place des moyens d'analyse permettant de mesurer les propriétés des verres synthétisés dans des petits fours. Les données récoltées lors des analyses pourront même être mises à disposition de la communauté scientifique pour enrichir les bases de données. Les missions de ce mini-projet seront :

1. Synthèse des verres en petites quantités ;
2. Dilatométrie (coefficient de dilatation volumique) ;
3. Analyse de composition par MEB-EDS ;
4. Analyse DSC pour déterminer T_g , C_p ;
5. Analyse de casse.

MP 4 : Dimensionnement procédés

Lorsque le verre est connu et que sa manière de l'affiner l'est aussi, la question du procédé le mieux adapté à la production de masse se pose. Il devient alors important de connaître la demande énergétique pour le produire à l'échelle industrielle. Sans avoir recours à des simulations numériques détaillées du procédé, des outils basés sur des bilans globaux d'un four sont à utiliser. A cet effet, le logiciel Energy Balance Model (EBM) de Celsian sera utilisé. L'équipe de ce mini-projet aura alors à :

1. déterminer l'enthalpie de réaction de la matière première et des propriétés thermodynamiques (ρ , C_p) ;
2. déterminer la puissance à fournir pour fondre le verre jusqu'à une température de sortie qui sera à fixer en fonction de la viscosité du verre ;
3. prévoir le mode de chauffe : énergies fossile, électrique voire les deux ;
4. calculer le coût de production du verre par unité de masse.

DETAILS PRATIQUES POUR LES ELEVES / CONTACT(S)

La première semaine aura lieu à l'école. Les salles seront communiquées dès qu'elles auront été attribuées. Pendant les deux semaines qui auront lieu au CERFAV, nous séjournerons dans l'hôtel de la Haie des Vignes situé sur la commune d'Allain, en demi-pension (petit-déjeuner et dîner). Pour s'y rendre, nous partirons de Paris (gare de l'est) pour aller à Nancy. De là, nous pourrons utiliser les transports en commun (train et autocar) pour aller à Colombey-les-belles. Les détails des voyages sont les suivants :

- **Voyage aller le dimanche 20 novembre :**
 - Paris (gare de l'est)/Nancy par TGV INOUI 2587, départ 9h10, arrivée 10h48;
 - Nancy/Neufchateau, départ 16h35 par TER 836374, arrivée à 17h25;
 - Neufchateau/Colombey-les-Belles, départ 17h33 par autocar 35247, arrivée à 17h59.

- **Voyage retour le vendredi 2 décembre :**
 - Colombey-les-Belles/Neufchateau, départ 11h20 par autocar 35242, arrivée à 11h48;
 - Neufchateau/Nancy, départ 12h42 par TER 836385, arrivée à 13h29;
 - Nancy/Paris (gare de l'est) par TGV INOUI 2544, départ 16h11, arrivée 17h50.

Un billet de groupe sera utilisé pour ces deux voyages. L'hôtel est situé à 2 km de l'arrêt de bus Colombey-les-belles Mairie au lieu-dit < la haie des vignes >, 54170 Allain.

Pendant la semaine, une navette sera mise en place pour aller au CERFAV. Au cours de la période bloquée, votre contact sera

Contact : Franck Pigeonneau : franck.pigeonneau@minesparis.psl.eu, Tél. 06 31 26 04 72.