



PLAN D'APPUI SCIENTIFIQUE A UNE POLITIQUE DE DEVELOPPEMENT DURABLE

Appui scientifique à la recherche prénormative dans le secteur alimentaire dans un contexte de
développement durable

- Projet pilote -

Méthode de mesure du scuffing sur verre d'emballage consigné

Rapport final

Contrat de recherche N° NP/D1/O28

SSTC SERVICES DU PREMIER MINISTRE
AFFAIRES SCIENTIFIQUES TECHNIQUES
ET CULTURELLES

INSTITUT SCIENTIFIQUE DU VERRE a.s.b.l.

Mars 2000



Table des matières

1. Présentation du projet	4
1.1 Contexte	
1.2 Objectifs	
1.3 Valorisations	
1.4 Planning	
2. Quelles sont les causes et les origines du scuffing ?	8
2.1 Introduction	
2.2 Les altérations chimiques de la surface du verre	
2.3 Les altérations mécaniques de la surface du verre	
2.4 Les traitements de surface des bouteilles consignées	
2.5 Influence du lavage sur les traitements de surface	
2.6 Mécanismes de formation du scuffing	
2.7 Résistance mécanique des bouteilles scuffées	
3. Comment peut-on mesurer et caractériser le scuffing ?	14
3.1 Introduction	
3.2 Les techniques d'analyse possibles du scuffing	
3.3 Choix la méthode de mesure : la réflexion diffuse	
a) Phénomènes optiques de réflexions et de réfraction sur une bouteille	
b) Justification du choix de la réflexion diffuse	
4. Conception et réalisation d'un appareil de mesure du scuffing	23
4.1 Introduction	
4.2 Conception et réalisation d'un préprototype	
4.3 Essais préliminaires	
a) positionnement du capteur	
b) mesures à différents endroits sur la bouteille	
c) validité des choix de conception	
d) répétabilité des mesures	
e) influence d'additifs	
4.4 Mise au point de la forme des résultats	
4.5 Influence paramétrique	
4.6 Modification du préprototype et conception d'un nouveau prototype :	
a) justification du choix de la cellule de mesure	
b) modifications majeures apportées au préprototype	
4.7 Validation du nouveau prototype	
4.8 Modification de l'acquisition des données	
5. Validation de la méthode de mesure du scuffing	33
5.1 Définition de la norme ISO 5725	
5.2 Mise au point de la procédure de mesure	



- 5.3 Constitution de 2 lots de bouteilles de référence
- 5.4 Validation de la méthode : répétabilité des mesures
- 5.5 Détermination des seuils tolérables de scuffing

6. Conclusions générales	37
7. Bibliographie	38
8. Annexes	
Annexe 1 : Description des échantillons utilisés	40
Annexe 2 : Techniques d'analyse des traitements de surface	42
1. Analyse des traitements de surface à chaud	
2. Analyse des traitements de surface à froid	
Annexe 3 : Dossiers techniques du préprototype et du prototype du scuffmètre	44
Annexe 4 : Procédure technique - Méthode : Mesure du scuffing sur verre d'emballage consigné	47



1. Présentation du projet

1.1 Contexte

Dans le jargon des verriers et embouteilleurs, le terme « scuffing » désigne l'altération superficielle d'un récipient lors de ses passages successifs sur les lignes de conditionnement. La surface des bouteilles consignées se dégrade au fur et à mesure de leur utilisation. Il apparaît en fait des marques blanchâtres superficielles. Elles sont présentes essentiellement aux différents points de contact des bouteilles lorsque celles-ci s'entrechoquent. Tôt ou tard, ces bouteilles dégradées sont écartées du circuit, le plus souvent pour des raisons esthétiques. Ces bouteilles écartées viennent alors augmenter la masse des déchets produits par le monde de l'emballage. En vue de promouvoir le verre d'emballage réutilisé (directive 94/62/CE), il apparaît d'importance stratégique d'atténuer ce problème.

Le scuffing a une double origine : les impacts entre bouteilles lors des différentes phases de la manutention (principalement sur les convoyeurs des lignes de conditionnement) et l'attaque chimique subie par les bouteilles lors de leur passage dans la laveuse. Il apparaît de façon très claire que c'est la combinaison des attaques mécanique et chimique qui engendre l'altération de la surface des bouteilles.

Ce phénomène présente deux inconvénients majeurs. D'une part, la présence de fissures en surface des bouteilles qui amoindrissent leur résistance mécanique lorsqu'elles sont soumises à des sollicitations de service. D'autre part, l'apparence extérieure des bouteilles, d'aspect « sale » ou « abîmé » qui tend, aux yeux du consommateur, à déprécier l'image du produit et, par extension, du producteur. Cet argument marketing est loin d'être secondaire : outre le coût de réinjection de bouteilles neuves pour remplacer les bouteilles scuffées (plus de 3000 kBEF/an par ligne selon Interbrew), ces bouteilles viennent augmenter la masse de déchets produite par le monde de l'emballage.

Tous les acteurs du monde de l'emballage consignés en verre sont confrontés au problème du scuffing :

- » les conditionneurs en général et plus particulièrement, les brasseurs et les limonadiers ;
- » les verriers bouteilleurs ;
- » les fabricants de traitement de surface ;
- » les producteurs d'agents nettoyants pour les bouteilles ;
- » les fabricants de lignes d'embouteillage.

Diverses solutions sont envisageables pour remédier à ce problème. Certaines sont déjà disponibles sur le marché, d'autres doivent encore être mises au point. A titre d'information, les principales directions explorées jusqu'à présent sont :

- L'amélioration des traitements de surface appliqués en bouteille, que ce soit en travaillant sur les compositions des produits, ou en optimisant leur combinaison et leurs procédés d'application.
- L'application d'un coating lubrifiant après chaque passage dans la laveuse (ou après l'étiquetage) en ligne d'embouteillage.



- L'optimisation des lignes d'embouteillage afin de minimiser les sollicitations mécaniques que subissent les bouteilles.
- L'optimisation des paramètres du lavage (durée, température, additifs, ...).
- La modification de la composition du verre des bouteilles (influence de certains éléments chimiques).
- L'amélioration du design des bouteilles qui permettrait la concentration du phénomène de scuffing dans des zones déjà dépolies.

L'étude de ces solutions sort du cadre de ce projet. Cependant, on constate qu'il n'existe actuellement aucune méthode standard et objective pour quantifier le scuffing. Le but de ce projet est donc de mettre au point un outil (méthode et appareil de mesure – procédure d'utilisation) qui aidera à l'élimination ou à la réduction du scuffing par évaluation de l'efficacité des différentes propositions décrites ci-dessus.

Dans un contexte plus général, l'ACI (Accord de Coopération Interrégional), transposition au niveau régional belge de la directive 94/62/CE met à la charge du responsable d'emballage une obligation de prévention. Celle-ci doit être formalisée par un plan général de prévention présenté annuellement à la CIE (Commission Interrégionale de l'Emballage) par tout responsable d'emballage et doit notamment comprendre des données chiffrées sur l'amélioration des propriétés physiques et des caractéristiques de l'emballage en vue d'augmenter les rotations qu'il peut effectuer. Cette directive européenne sur l'emballage prévoit également, comme principe fondamental, de favoriser la réutilisation des emballages. La méthode de mesure du scuffing s'inscrit donc naturellement dans ce contexte belge et européen mais aussi dans l'analyse des cycles de vie des produits (en l'occurrence, les emballages consignés en verre). Elle permettra d'obtenir des données chiffrées, caractéristiques des cycles de réutilisation des emballages (notamment la dégradation que subit la bouteille au cours des cycles successifs) et dont la connaissance s'avère nécessaire dans l'établissement de leur bilan LCA.

De plus, cette proposition intervient au moment où la CBB (Confédération Belge des Brasseurs) discute de l'uniformisation de tout le parc belge de bouteilles de bière de 25 cl. L'introduction d'une nouvelle bouteille constitue une excellente occasion de mise en place d'un contrôle des taux de scuffing générés par les lignes d'embouteillage (les brasseurs payant leur bouteilles proportionnellement aux dégâts que leurs lignes engendrent). A terme, un contrôle de qualité et une éjection des bouteilles scuffées qui consisterait en une mise en ligne de la méthode, peut également être considéré.

Enfin, le développement d'une méthode de mesure du scuffing représente, pour l'InV, un moyen de promouvoir l'expérience acquise dans ce domaine grâce aux études préalables menées consécutivement aux demandes de certains acteurs dans ce dossier (principalement des embouteilleurs et des producteurs d'additifs de lavage).

1.2 Objectifs



L'objectif essentiel de ce projet est donc de développer et de mettre au point une méthode performante de mesure du scuffing sur le verre d'emballage consigné. Pour atteindre un tel objectif, une série de résultats sont escomptés :

- une *technique de mesure précise et objective*, dont le choix aura été validé par des analyses approfondies des propriétés de la surface du verre inhérentes au phénomène de scuffing ;
- un *équipement de laboratoire* destiné à mesurer automatiquement le taux de scuffing, lequel aura été testé sur différents types d'emballages en verre (de géométrie et de couleurs différentes), dans des conditions d'humidité et de température variées ;
- une *définition d'échantillons étalon* dont le taux de scuffing servira de valeur de référence pour calibrer l'équipement ;
- une *procédure d'essais* pour la mesure du taux de scuffing décrivant les paramètres d'échantillonnage à adopter, le matériel à utiliser, la méthode à suivre pour réaliser la mesure et le rapport à rédiger;
- des connaissances approfondies concernant *l'influence du scuffing sur la résistance mécanique* du verre d'emballage ;
- des *valeurs seuils* de taux de scuffing autorisé, établies en concertation avec les acteurs concernés.

Par corollaire, ce projet doit permettre une meilleure compréhension du phénomène de scuffing, des mécanismes de formation et des conséquences.

1.3 Valorisations

A l'issue de ce projet, la méthode de mesure qui aura été mise au point devra être utilisée dans les différentes applications mentionnées précédemment. Ces principales valorisations seront :

- l'élaboration, la comparaison et l'évaluation des solutions réduisant le scuffing ;
- l'évaluation des lignes d'embouteillage en matière de génération de scuffing ;
- le développement d'une unité de contrôle en ligne du scuffing ;
- l'analyse LCA des emballages ;
- une participation à la réduction de la masse des déchets d'emballage.

Outre l'application directe des résultats du projet, une information sur l'existence de cette méthode devra être menée :

- en *amont*, afin en stimulant la recherche de solutions pour la réduction du scuffing (en contactant les fournisseurs de produits détergents, les producteurs de traitements de surface et les fabricants de ligne d'embouteillage).
- en *aval*, en sensibilisant les conditionneurs (notamment par le biais du comité d'accompagnement et de publications) aux possibilités de réduire le problème grâce à l'utilisation de cette méthode.

Enfin, l'inscription de ce projet dans un programme prénormatif implique la présentation de la procédure de mesure du scuffing auprès des commissions compétentes; d'abord au niveau belge (commission E261 de l'IBN) puis au niveau européen (TC261 du CEN).

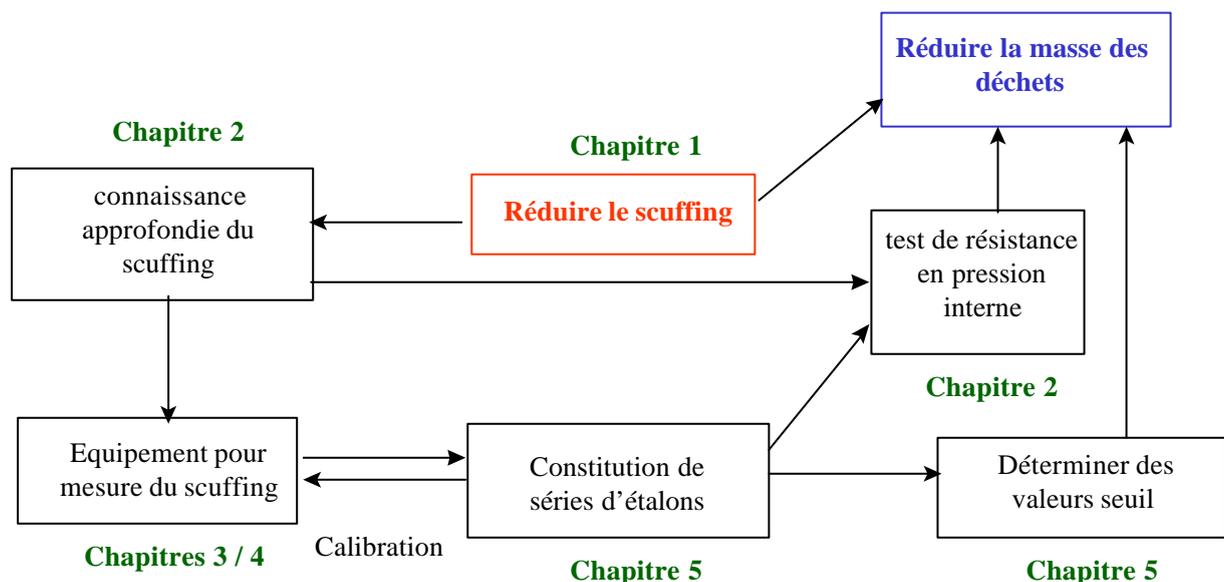


1.4 Planning

Le déroulement de ce projet de recherche a été planifié en quatre phases principales:

1. Une analyse préalable permettant de faire le point sur le problème du scuffing, de recenser et d'acquérir les techniques utiles pour la suite du projet et de sélectionner le principe de la mesure qui sera adopté.
2. La conception et la réalisation d'un appareil de mesure opérationnel (en passant par la mise au point d'un prototype).
3. L'établissement et la validation de la méthode de mesure grâce à des essais systématiques sur des échantillons représentatifs.
4. La détermination de seuils de scuffing au sens de la dégradation de la résistance mécanique des bouteilles et du point de vue commercial (en concertation avec les acteurs concernés). L'élaboration d'échantillons étalon sera également réalisée au cours des deux dernières phases.

On peut donc résumer la philosophie du projet selon le schéma suivant :



Le rapport se lira de manière horizontale, certains résultats de mesure étant présentés avant même d'avoir expliqué la technique du scuffmètre.



2. Quelles sont les causes et les origines du scuffing ?

2.1 Introduction

Dans un but économique et environnemental, un grand pourcentage de bouteilles en verre, emballage pour la bière, les eaux minérales, les sodas et autres boissons, sont consignées. Autrement dit, elles sont prises en charge par l'embouteilleur après utilisation. Celui-ci procède alors au lavage des bouteilles, à leur remplissage, leur étiquetage et leur stockage. Les bouteilles sont ensuite remises en circuit pour un nouveau cycle d'utilisation.

Le verre qui constitue ces bouteilles est très sensible à la présence de défauts, qui sont rares dans la masse du verre mais fréquents à sa surface. Ces défauts de surface sont créés au cours du procédé de fabrication et pendant l'utilisation des produits verriers. Ils modifient non seulement la résistance mécanique du verre mais aussi sa transparence et son aspect esthétique. Il est donc primordial de protéger ou renforcer la surface du verre afin de limiter les agressions mécaniques ou chimiques susceptibles de la détériorer. C'est pourquoi, la plupart des bouteilles consignées sont recouvertes d'un ou plusieurs films composés d'oxydes ou de molécules organiques. Cependant, malgré la présence de ces traitements, la surface des bouteilles se dégrade au fur et à mesure de leur utilisation. Il apparaît des marques blanchâtres superficielles. Elles sont présentes essentiellement aux différents points de contact des bouteilles lorsqu'elles s'entrechoquent, sur les bandes transporteuses par exemple.

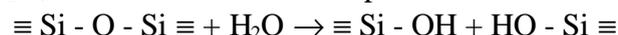
Dans cette partie, nous allons essayer de comprendre et d'analyser les phénomènes qui donnent naissance au scuffing, altérations mécaniques et chimiques, les moyens de limiter au maximum sa formation, et les conséquences de sa formation sur la résistance des bouteilles.

2.2 Les altérations chimiques de la surface du verre

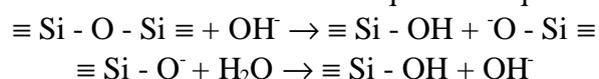
Bien que le verre soit réputé stable et durable, il est cependant très réactif et sujet aux dégradations par corrosion de sa surface. Ainsi, le verre est sensible à l'eau et aux solutions aqueuses. Les deux réactions de base du processus d'attaque du verre par l'eau sont la *dissolution* et la *lixiviation* du verre (Scholze, 1990).

La dissolution du réseau vitreux :

En présence d' H_2O , le réseau de silice est rompu selon la réaction suivante :



Si les quatre liens du tétraèdre $[SiO_4]$ réagissent selon ce même schéma, on obtient alors l'acide silicique $Si(OH)_4$ monomère soluble. On peut, sur base de cette réaction, expliquer le phénomène bien connu de dissolution du verre dans les solutions basiques telles que les solutions alcalines :



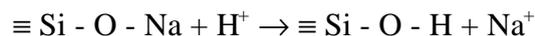
Ceci montre bien le rôle catalytique de l'ion hydroxyde.



Par ces réactions, la silice passe donc en solution. On retrouve également en solution les autres éléments qui l'entourent tels que le calcium, le magnésium, etc. Il apparaît alors de petits trous à la surface du verre. Dans certaines conditions, les éléments dissous peuvent former des composés insolubles à la surface du verre et créer ainsi une couche de protection.

La lixiviation des ions alcalins :

Dans une solution acide, le verre est en contact avec les protons qui vont se substituer aux ions alcalins et aux ions sodium en premier lieu (pour un verre silicosodocalcique classique). La réaction est:



Cette réaction entraîne une augmentation de la concentration en ions hydroxydes dans la solution. Le pH croît et on se retrouve dans la situation précédente où les ions OH dégradent le réseau de silice. Selon Douglas et El-Shamy (1967), il faut un pH supérieur à 9 pour que la dissolution prédomine sur la lixiviation.

D'autres ions peuvent accélérer ou ralentir les réactions de dégradation. Certains éléments tels que l'aluminium et le zinc qui ont une faible solubilité peuvent précipiter à la surface du verre et empêcher les réactions de dissolution et de lixiviation de se poursuivre. D'autres ions ont un comportement opposé. C'est le cas du chlorure de potassium et de sodium qui favorisent fortement la corrosion. Le processus chimique de ce phénomène n'est cependant pas bien connu. Notons encore qu'une eau enrichie en chlorure de lithium sera légèrement moins corrosive que l'eau pure (Lehuede, 1997).

2.3 Les altérations mécaniques de la surface du verre

En ce qui concerne l'endommagement mécanique de la surface du verre, il peut avoir de nombreuses origines qui varient selon le procédé de fabrication et selon les applications de l'objet en verre. Il faut savoir qu'un verre à peine fabriqué présente des microfissures qui réduisent sa résistance mécanique d'une valeur théorique de 6500 MPa (calculée sur base des forces de liaison interatomique) à seulement 30-40 MPa pour des bouteilles neuves (Jackson et Ford, 1981).

Dans le cas des bouteilles, il est des fissures bien connues telles que les glaçures. Il s'agit de fissures superficielles présentes à la surface externe des articles et provoquées, lors de la fabrication, par le contact du verre chaud avec un matériau de convoyage ou un outillage. D'autres dommages mécaniques des bouteilles sont créés à l'embouteillage. Il sont dus, notamment, aux chocs et aux frottements entre les bouteilles sur les tapis convoyeurs, dont la vitesse peut atteindre 1m/sec, et lors des manipulations automatiques telles que la préemption par le col, la mise en caisse, etc. Ces opérations se multiplient évidemment dans le cas des bouteilles consignées où il faut également tenir compte des opérations de lavage.

Pour améliorer la résistance du verre aux agressions mécaniques, il existe de nombreux moyens de renforcement. Il s'agit par exemple de techniques qui mettent la surface du verre en compression telles que la trempe thermique et la trempe chimique, mais aussi dans les revêtements qui peuvent protéger la surface. Ils sont nombreux et leurs rôles sont divers : anti-fatigue, anti-rayure, anti-fissure, lubrifiants, etc.



2.4 Les traitements de surface des bouteilles consignées

Depuis de nombreuses années, les verriers et les chercheurs ont développé des recouvrements, appelés communément traitements de surface, qui protègent à la fois le verre et le renforcent. Ces traitements sont classés en deux catégories : les traitements à chaud (« hot end coating ») et les traitements à froid (« cold end coating »).

Les *traitements de surface à chaud* sont appliqués sur le verre encore chaud (500 à 700°C), directement après son formage et avant son entrée dans l'arche de recuit. Le verre passe alors dans une chambre où sont vaporisés des sels métalliques, généralement des chlorures ou des organo-métalliques. Cette technique de dépôt est couramment appelée « CVD » (Chemical Vapor Deposition). Dans de plus rares cas, le dépôt est réalisé par pulvérisation (spray) en phase aqueuse ou organique (Gaiser et al., 1965). Des oxydes d'étain et de titane sont ainsi déposés sur le verre. Bien que le titane soit parfois utilisé l'étain semble plus avantageux. Il se dépose plus facilement et permet des couches plus épaisses sans apparition d'irisation. En Europe, beaucoup de traitements à chaud sont ainsi réalisés à partir de vapeur de chlorure d'étain qui, par pyrolyse dans l'air, se dépose sur le verre sous la forme d'une couche de SnO₂ d'une épaisseur de 50 à 800 Å (Williams, 1975).

L'action de cette couche d'oxyde est considérée comme "cicatrisante". Cet effet est atteint en comblant le fond des microfissures avec l'oxyde. Un autre effet de cette couche est le développement d'une surface rugueuse qui favorise la fixation du traitement à froid (Williams, 1975). Les traitements de surface à chaud peuvent donc être considérés comme permanents, sauf précisément dans le cas des bouteilles consignées. Les lavages répétés des bouteilles dans la soude caustique dissolvent progressivement l'oxyde d'étain ou de titane.

Les *traitements de surface à froid* visent à lubrifier le verre c'est-à-dire à diminuer son coefficient de frottement. Des composés tels que des savons, des cires, des silicones, des stéarates, des acides oléiques et des polyéthylènes, appliqués directement sur la surface du verre offrent, dans un premier temps, des qualités de lubrification intéressantes. Mais si les forces appliquées sont importantes, le revêtement est traversé et la surface du verre est endommagée. De plus si les bouteilles sont fréquemment mouillées, comme c'est le cas lors de leur remplissage, ou qu'elles sont plongées dans des solutions caustiques durant les opérations de lavage, le revêtement se dissout et la protection est perdue. Ce traitement organique est déposé à une température entre 100 et 200°C directement après la recuisson des articles. Il est généralement appliqué sous la forme d'une solution aqueuse diluée ou d'une émulsion au moyen d'un spray.

2.5 Le lavage des bouteilles consignées

Les bouteilles consignées sont récupérées dans un état tel qu'un lavage intense est nécessaire. Il faut éliminer les résidus de natures diverses (organique et minérale) : les colles, les étiquettes, les restes du contenu, les contaminations externes et internes, les poussières, etc. Et, il faut également désinfecter totalement les bouteilles avant soutirage.

Les procédures de lavage sont propres à chaque conditionneur bien que les étapes de base soient toujours les mêmes. En brasserie, par exemple, une laveuse comprend en général 5 à 7 bains



distincts destinés à prérinçer (1 bain), à laver (2 à 3 bains) et à rincer (2 à 3 bains) les bouteilles consignées.

Le prérinçage a une double mission de prénettoyage et de préchauffage. Il s'effectue par circulation d'eau chaude (40° à 50°C). Seules les plus grosses impuretés (résidus d'étiquettes, carton d'emballage, moisissures facilement détachables, etc..) sont éliminées à ce stade. Le prérinçage a aussi pour fonction de préchauffer le verre pour éviter tout choc thermique lors du lavage.

Ensuite, les bouteilles subissent plusieurs trempages dans des bains chauffés entre 65°C et 80°C, en alternance avec des flux de soude. En brasserie, c'est le plus souvent la soude caustique qui est utilisée comme détergent et désinfectant (2 %). On ajoute en outre aux bains des additifs (0.2 %) qui visent à augmenter les propriétés détergentes par abaissement de la tension superficielle, accroissement des propriétés dispersantes et émulsifiantes. Ces additifs contiennent également des séquestrants qui empêchent le dépôt des sels de calcium et de magnésium. L'action combinée de tensio-actifs, d'agents dispersants et de séquestrants est optimisée pour une qualité de lavage satisfaisante.

Il s'agit ensuite lors des différents rinçages d'éliminer toute trace d'agent nettoyant (tensio-actif, soude,...) lesquels influenceraient les qualités organoleptiques de la bière. Les bouteilles passent alors dans des bains d'eau chaude à une température décroissant de 55°C à 20°C.

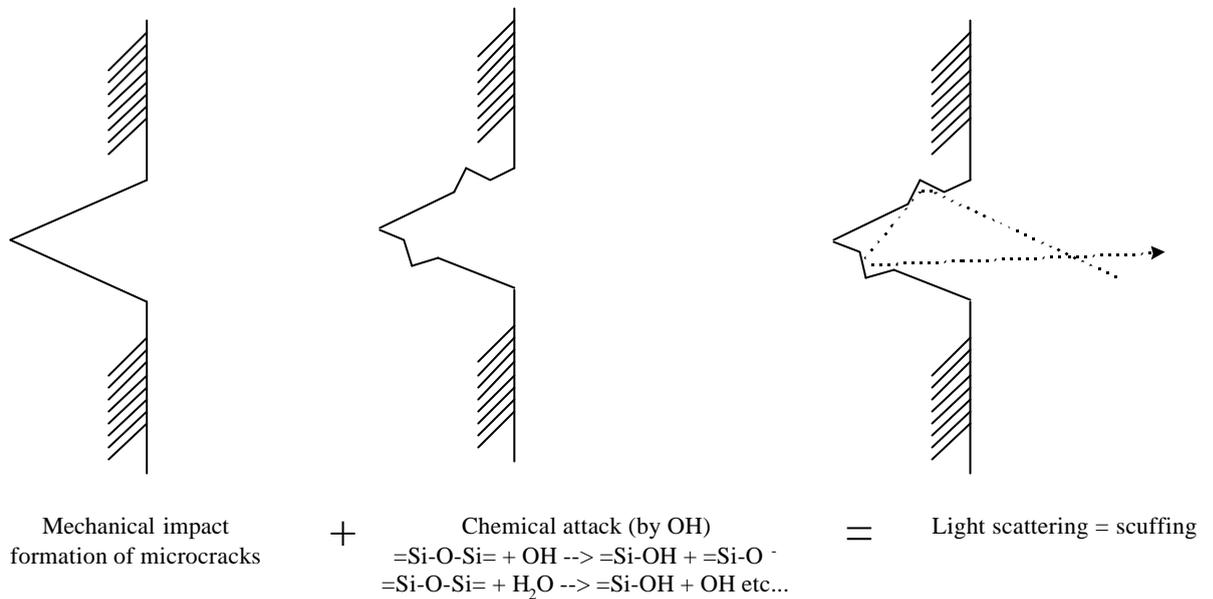
2.6 Mécanismes de formation du scuffing

Le scuffing des bouteilles prend donc la forme de griffes blanchâtres de largeur et de profondeur variables, principalement juste en dessous de l'épaule et au dessus du jable des bouteilles. Mais quelle est son origine, quels sont les paramètres qui en sont responsables?

Il est admis par beaucoup d'experts en la matière que la génération du scuffing est causée par la combinaison de dommages de natures chimique et mécanique occasionnés à la surface du verre. Selon Rosens & Timmermans (1996), c'est d'abord l'agression mécanique qui crée une fissure dans le verre (figure 1). A l'intérieur de celle-ci toute solution aqueuse agressive peut pénétrer et attaquer le verre plus en profondeur. Ainsi par exemple, les microfissures déjà créées lors de la fabrication des bouteilles et de leur première manipulation constitueraient des portes ouvertes vers le verre aux solutions caustiques utilisées pour le lavage.

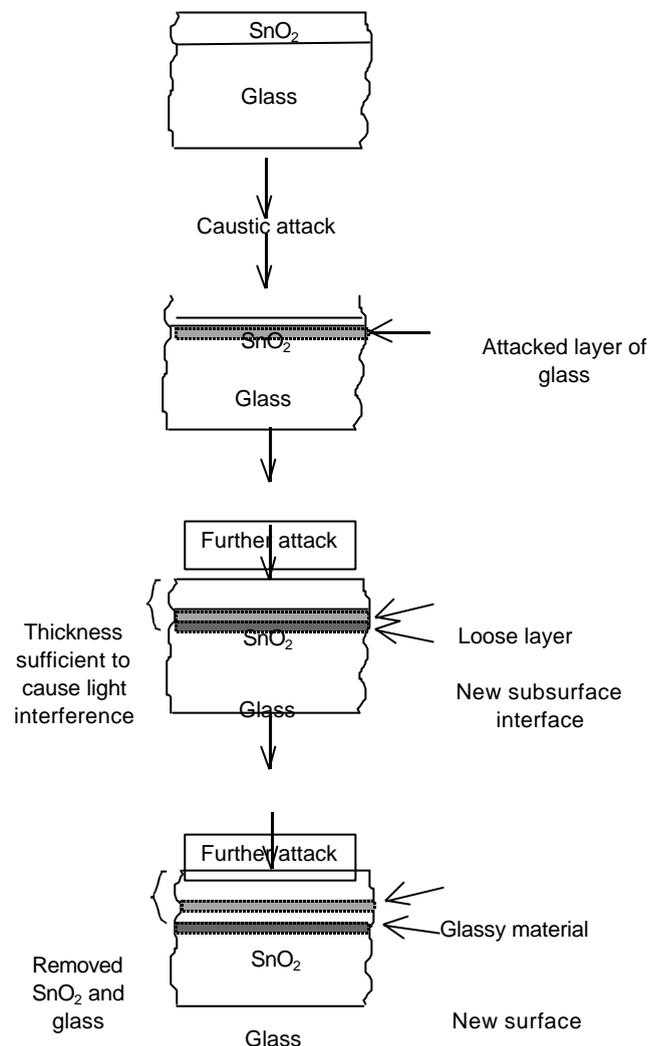
Cependant les bouteilles recouvertes d'un double traitement (à froid et à chaud) ont en principe leur surface protégée. Mais il est reconnu que le lavage et la désinfection des bouteilles consignées détériorent le traitement de surface à froid, plus ou moins facilement. Après quelques cycles, on peut donc considérer que c'est le traitement de surface à chaud qui est en contact direct avec l'environnement extérieur.

Figure 1 : Illustration de la génération du scuffing par Rosens & Timmermans (1996).



Smay & Wasylyk (1981) étudient l'effet de solutions caustiques sur les surfaces de verre recouvertes d'oxyde d'étain. Ils constatent que l'apparence visuelle de couches d'oxyde d'étain changent progressivement en fonction du temps d'exposition aux solutions caustiques. D'un léger reflet métallique au départ, elles deviennent bleues, puis rouge brun, et finalement elle se craquellent et peuvent être facilement détachées du verre. Par examen en microscopie à balayage, ils constatent que la couche d'oxyde d'étain initiale comporte des trous à l'intérieur desquels ne se trouvent que les éléments qui composent le verre. Toutefois si cette couche n'a subi aucun traitement thermique après dépôt, les trous contiennent des cristaux de chlorure de sodium. Ces cristaux sont formés par la réaction des ions sodium du verre avec les ions chlore provenant du chlorure d'étain déposé sur le verre. Un traitement thermique subséquent ou une exposition à des solutions aqueuses élimine le chlorure de sodium, laissant des trous dans la couche d'oxyde d'étain qui fournissent aux solutions caustiques un chemin direct vers la surface du verre. De plus, il a été observé que la couche d'oxyde d'étain d'une épaisseur comprise entre 180 et 500 Å est perméable aux solutions caustiques. La coloration bleue observée est le résultat d'une attaque à l'interface entre la couche et le verre (figure 2). La surface ainsi agressée sera fragilisée et toute agression mécanique subséquente provoquera un écaillage de cette surface.

Figure 2 : Mécanisme physique de la formation du scuffing selon Smay & Wasylyk (1981).



2.7 Résistance mécanique des bouteilles scuffées

Aucune information n'étant disponible à ce sujet dans la littérature, il a été procédé à une série d'essais. Les échantillons utilisés pour caractériser la résistance mécanique de bouteilles scuffées sont décrits dans l'annexe 1, §1. Le taux de scuffing maximum pour le lot de 94 bouteilles atteint les 12% (figure 3). Le taux de scuffing des bouteilles est nul; elles résistent à une pression interne fixée à 40 psi (pound per square inch) et considérée comme maximale. Lorsque les bouteilles sont simplement cognées les unes contre les autres, la résistance reste maximale. Par contre, lorsque les bouteilles sont griffées, leur résistance à la pression interne chute considérablement pour atteindre des valeurs comprises entre 26 et 37 psi.



précises. Différentes techniques permettent d'analyser les traitements de surface à chaud, comme par exemple, l'analyse chimique, la fluorescence X, ou la réflexion lumineuse (CTU-mètre). L'analyse des traitements de surface à froid se fait de manière plus indirecte, par des tests tels que le dépôt d'une poudre d'aluminium, la mesure de l'angle de glissement ou la résistance à la griffe. Toutes ces méthodes sont décrites dans l'annexe 2.

3.2 Les techniques d'analyse possibles du scuffing

Pour réaliser la mesure d'un phénomène quelconque non directement relié à une grandeur physique connue, il faut identifier les symptômes au moyen desquels il se manifeste. Ce sont ces symptômes qui pourront être mesurés à l'aide du matériel adéquat.

Le scuffing se caractérise par la détérioration de l'état de surface de récipients en verre résultant en l'apparition de zones blanches généralement localisées aux surfaces préférentielles de contact. Plusieurs techniques peuvent être envisagées pour quantifier cette altération de l'état de surface. Par ordre de complexité croissante:

- **l'évaluation visuelle** des marques du scuffing, éventuellement facilitée par l'utilisation d'un microscope à faible grossissement. Cette méthode est appliquée notamment par SOPURA dans son fascicule présentant les additifs de lavage destinés à réduire le scuffing. Elle a évidemment l'inconvénient d'être tout à fait subjective et de ne permettre qu'une appréciation qualitative de l'état d'usure des échantillons observés.
- la **comparaison de poids** est principalement utilisée pour quantifier la corrosion chimique subie par les bouteilles lors d'une simulation de lavage en laboratoire. Les sollicitations mécaniques ne peuvent être évaluées par cette technique à cause de la grande dispersion des mesures de poids qui en résulterait. Cette méthode ne permet donc qu'une appréciation partielle de la formation du scuffing.
- **l'analyse d'images** digitalisées de la bouteille peut mettre en évidence, grâce à un algorithme adéquat, la présence de scuffing. Cette méthode est en fait une automatisation de la première technique d'évaluation visuelle. Sa précision dépend principalement de la qualité de l'algorithme utilisé qui devra être capable de distinguer le scuffing d'autres défauts superficiels ou internes. En outre, les conditions de l'analyse devront être rigoureusement constantes ; notamment en ce qui concerne l'éclairage des échantillons, l'humidité ambiante, la couleur des bouteilles, etc.... L'analyse d'images par caméra CCD semble être la technique proposée par le constructeur d'appareils de contrôle en ligne de conditionnement Kronos.
- la **transmission diffuse** qui consiste à mesurer la quantité de lumière traversant transversalement une bouteille. Cette quantité est d'autant plus faible que la diffusion due à l'altération de la surface par le scuffing sur les deux faces est importante. L'avantage de cette méthode est qu'elle paraît assez simple à intégrer dans une installation automatique de contrôle en ligne : la source lumineuse et le capteur sont situés de part et d'autre de la bouteille qui défile (et éventuellement tourne) dans la cellule de contrôle. Par contre, les paramètres de teinte de la bouteille, d'épaisseur des parois et la double transmission viennent compliquer l'analyse des mesures qui ne seront plus uniquement caractéristiques du scuffing..



- la méthode par **réflexion diffuse** qui mesure la quantité de lumière réfléchie par diffusion sur la surface de l'échantillon. Un capteur adéquat est orienté, par exemple, à 45° du faisceau incident, lui-même perpendiculaire à la paroi analysée. Avec cet angle d'inclinaison, l'essentiel du signal obtenu correspond à la quantité de lumière renvoyée par réflexion diffuse. Contrairement à la transmission diffuse, la mesure ne dépend pas d'autres caractéristiques de la bouteille que son degré de scuffing. Un inconvénient consiste cependant dans la nécessité de travailler en chambre noire pour limiter l'influence de la lumière ambiante, ce qui complique la conception d'une version en ligne. Cette technique a été choisie par le T.N.O. pour son appareil de laboratoire.

En plus de ces diverses méthodes disponibles ou au moins étudiées actuellement, deux autres techniques appliquées dans des appareils non initialement destinés au scuffing peuvent aussi être envisagées.

- Le scuffing étant une altération de l'état de surface, la mesure de la **rugosité** de la paroi du récipient devrait permettre de détecter la présence de scuffing. Les méthodes de mesure par palpeur ne sont, a priori, pas appropriées car elles sont soit peu compatibles avec des surfaces cylindriques soit trop lourdes à mettre en œuvre. Restent les méthodes optiques par laser ou par aberration chromatique qui permettent dans une certaine mesure de s'affranchir du facteur de forme des échantillons (par un algorithme correctif).
- Une autre catégorie d'instruments de mesure devrait permettre de distinguer les zones scuffées d'une bouteille de celles non scuffées : le **brillancemètre** (ou glossmeter). Cet appareil est composé d'une source lumineuse et d'un capteur positionnés symétriquement par rapport à la normale à la paroi analysée. L'angle d'inclinaison de ces deux éléments est variable selon le type de surface à analyser (20°, 60° ou 85°). Cette technique présente deux caractéristiques qui semblent défavorables pour la détection du scuffing: le capteur est assez ponctuel et placé de manière à mesurer la réflexion spéculaire. Dans le principe, le glossmeter devrait cependant permettre de différencier les zones altérées de la surface des échantillons.

Cette présentation globale des techniques que l'InV a recensées comme susceptibles d'être utilisées pour la mesure du scuffing est résumée dans le tableau 1.



Tableau 1 - Techniques de mesure possibles du scuffing

Méthode	Caractéristiques	Disponibilité actuelle	Appréciation des mesures
Evaluation visuelle	<ul style="list-style-type: none"> ↗ Simplicité de l'équipement ↘ Subjectivité des résultats 	Immédiate	Très faible
Comparaison de poids	<ul style="list-style-type: none"> ↗ Simplicité de l'équipement ↘ Dépendance de paramètres extérieurs au scuffing 	Immédiate	Moyenne
Analyse d'images	<ul style="list-style-type: none"> ↗ Intégrable à des unités de contrôle existantes ↘ Difficulté d'identification automatique du scuffing 	Proposé par Kronos	Moyenne
Transmission diffuse	<ul style="list-style-type: none"> ↗ Possibilité d'intégration en ligne ↘ Dépendance de paramètres extérieurs au scuffing 	Voir Rosens et Timmermans (1996)	Moyenne
Réflexion diffuse	<ul style="list-style-type: none"> ↗ Mesure assez directe de la caractéristique principale du scuffing ↘ Difficulté de mise en ligne 	Technique utilisée par le TNO-TPD	Bonne
Rugosimètre	<ul style="list-style-type: none"> ↗ Mesure directe de la caractéristique principale du scuffing ↘ Difficulté d'implantation en ligne ↘ Non adapté à la géométrie des bouteilles 	Appareils disponibles mais devant être adaptés pour le scuffing	Bonne
Brillancemètre	<ul style="list-style-type: none"> ↗ Simplicité de mise en œuvre ↘ Difficulté d'identification du scuffing (mesure trop ponctuelle) 	Appareil disponible mais devant être adapté pour le scuffing	Moyenne

3.3 Choix de la méthode de mesure : la réflexion diffuse

a) Phénomènes optiques de réflexions et de réfraction sur une bouteille

Un verre courant se caractérise, du point de vue optique, par son indice de réfraction. Celui-ci dépend principalement de la composition du verre en question et, dans une moindre mesure, de la



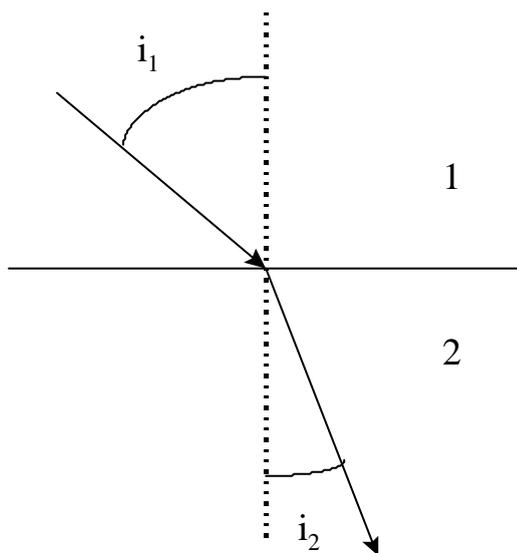
longueur d'onde étudiée. L'indice de réfraction détermine le comportement du verre dans les cas de figure traités par l'optique géométrique. Il est directement lié à la réflectance du verre qui indique la part d'énergie lumineuse réfléchie par rapport à celle transmise (en l'absence d'absorption).

Ces considérations sont applicables aux surfaces de verre intactes aussi bien que scuffées. Par contre, leur comportement optique en présence d'un faisceau incident non ponctuel les distingue. La surface non altérée répond aux lois classiques de Descartes. L'état de surface du verre scuffé induit au contraire une réflexion dans toutes les directions assimilable à une réflexion diffuse.

La réfraction

La lumière peut se propager non seulement dans le vide ou dans l'air mais encore dans un certain nombre de milieux dits « milieux transparents » comme l'eau, le verre, etc...

Considérons deux milieux transparents homogènes et isotropes.



L'expérience montre qu'un rayonnement lumineux qui n'est pas normal à la surface, subit une déviation lorsqu'il passe d'un milieu à l'autre. C'est le **phénomène de réfraction** formulé par la loi de Snell :

- le rayon réfracté se trouve dans le plan d'incidence ;
- il existe un rapport constant entre les sinus des angles d'incidence et de réfraction.

$$\sin i_1 / \sin i_2 = n$$

avec n (indice du second milieu par rapport au premier).

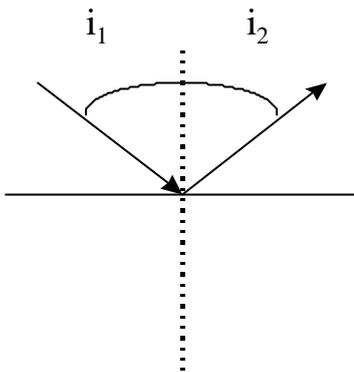
On définit l'indice d'un milieu par rapport au vide (=indice absolu).

$$n_1 \sin i_1 = n_2 \sin i_2$$



La réflexion

Le rayonnement lumineux est également réfléchi par la surface. Dans ce cas :



- le rayon réfléchi est dans le plan d'incidence
- l'angle de réflexion est égal à l'angle d'incidence

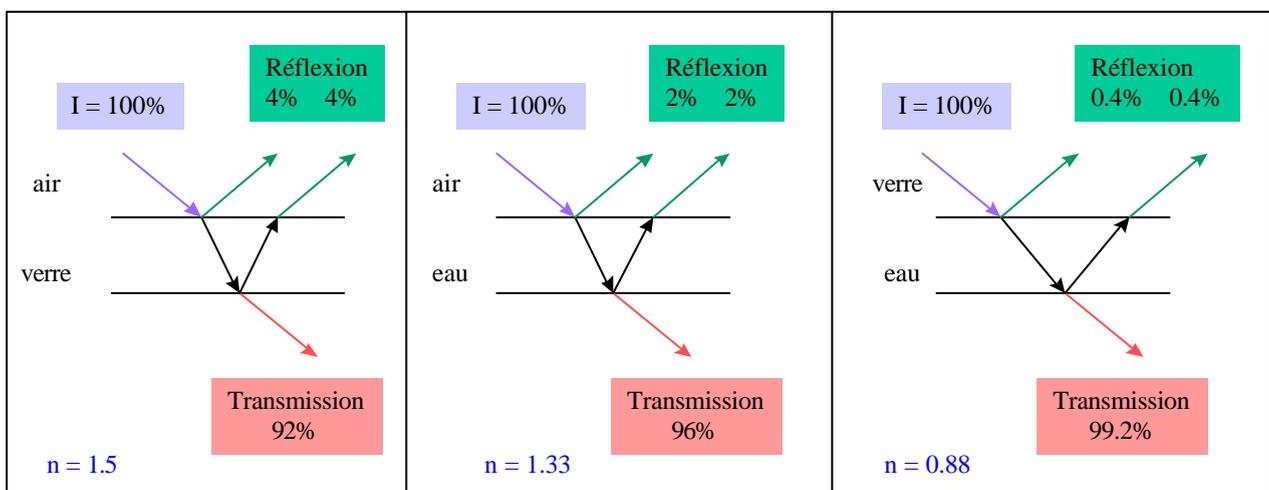
$$i_1 = i_2$$

Le facteur de réflexion d'une surface est égal au rapport des intensités de la lumière réfléchie et de la lumière incidente, c'est-à-dire au rapport des amplitudes. Sa valeur est égale à :

$$R = (n-1/n+1)^2$$

Le facteur de réflexion est d'autant plus faible que l'indice relatif n est plus voisin de l'unité, c'est-à-dire que les deux indices n_1 et n_2 sont plus voisins.

Figure 4 : Pourcentage de lumière réfléchi et transmise par une surface en fonction de l'interface considérée entre deux milieux (absorption considérée comme nulle).





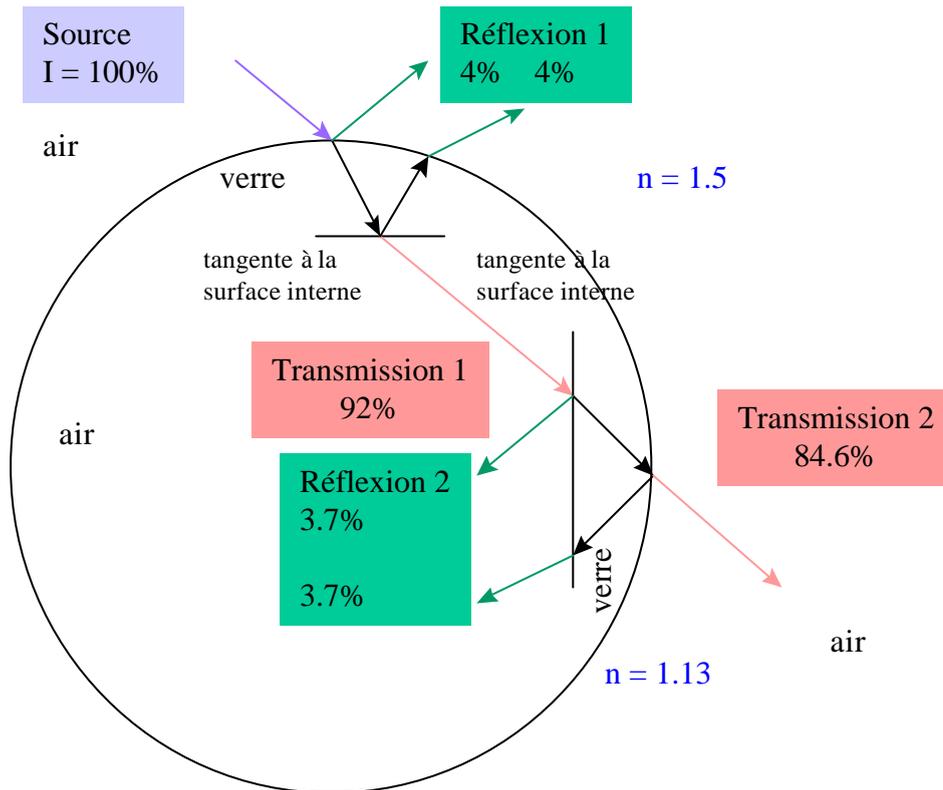
Un verre sodocalcique classique (verre transparent), pour un rayon incident visible, présente un indice de réfraction proche de 1.5 ; sa réflectance vaut, dans ce cas, 0.04. Cela signifie que si un faisceau lumineux atteint perpendiculairement une lame de ce verre, 92% de l'énergie lumineuse sera réfléchi par chacune des deux faces. D'autres cas sont envisagés à la figure 4. Dans le cas d'un verre foncé, l'absorption ne sera plus nulle et la proportion de lumière transmise sera plus faible. De même, si l'on travaille à une longueur d'onde particulière plutôt qu'en lumière blanche, la quantité de lumière transmise en sera modifiée.

Propagation de la lumière dans une bouteille.

Lorsque l'on envoie un rayonnement lumineux sur une bouteille (verre transparent), il va d'abord rencontrer une interface air-verre puis une interface verre-air ou verre-liquide. On peut calculer, grâce aux lois de Descartes sur la réfraction et la réflexion définies précédemment, la quantité d'énergie réfléchi et transmise à travers la bouteille. Ce calcul nous permettra d'avoir une idée des réflexions parasites que l'on est susceptible d'enregistrer en même temps que la réflexion diffuse et qui viendraient perturber la mesure (Figure 5). Les angles de réflexions et réfractions sont régis par la lois des lentilles sphériques.

Le rayonnement après réflexion 2 va encore se réfléchir et être transmis partiellement à travers la bouteille avant éventuellement d'atteindre le capteur et d'être détecté. La part de réflexions parasites détectée par la cellule photoélectrique est donc difficile à mesurer étant donné que la mesure se fait sur tout le corps de la bouteille et qu'à chaque mesure, le rayonnement incident atteint la bouteille à une hauteur différente. Dans le cas de verre brun, ces proportions doivent être revues à la baisse.

Figure 5 : Dessin schématique du principe optique expliquant les réflexions parasites.



La réflexion diffuse

La lumière réfléchiée par une surface quelconque résulte de la combinaison de deux composantes : la réflexion diffuse et la réflexion spéculaire. La réflexion spéculaire est la composante de la lumière qui est réfléchiée sans pénétration dans le matériau. Elle s'oppose à la réflexion diffuse qui suppose la pénétration (même faible) du rayon lumineux dans le matériau et son renvoi vers l'extérieur après de multiples réflexions internes. La réflexion diffuse s'effectue dans toutes les directions de l'espace (sa mesure directe doit théoriquement être réalisée grâce à une sphère d'intégration).

En ce qui concerne la réflexion diffuse émise par une lame de verre (paroi d'un emballage consigné), elle découle de l'altération de surface résultant du scuffing. En effet, quand la surface du matériau étudié est rugueuse, chaque aspérité de la surface agit comme une source indépendante et la réflexion n'est alors plus spéculaire mais totalement diffuse. Cette propriété est exprimée par la loi de Lambert.

Lors de la mesure du taux d'usure des emballages consignés, nous tirerons parti de cette propriété de réflexion diffuse. L'intensité de la réflexion diffuse rendra compte de la plus ou moins grande usure des traitements de surface des emballages.



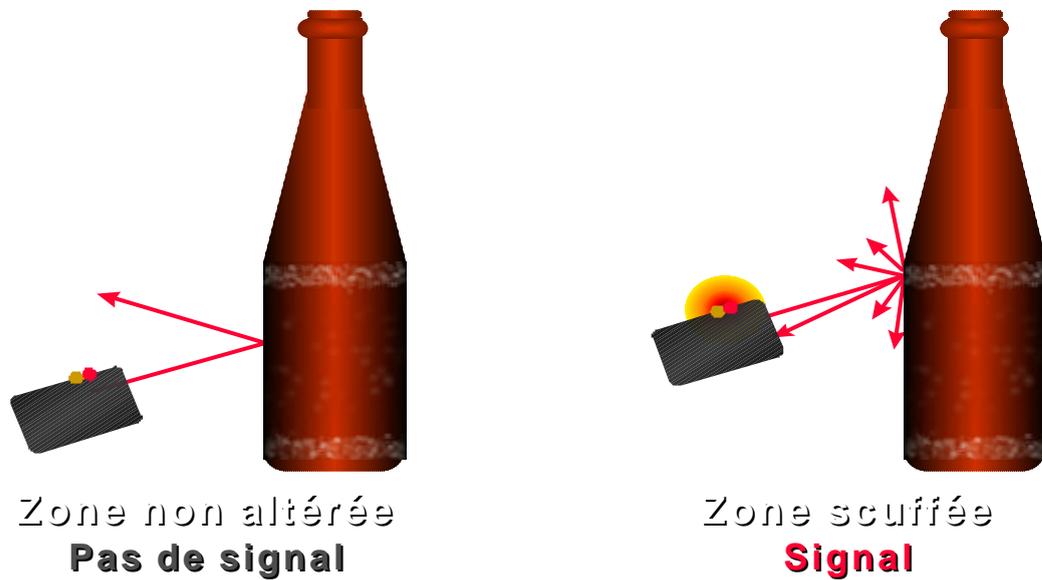
b) Justification du choix de la réflexion diffuse

Sur base des caractéristiques recherchées pour l'appareil à concevoir, c'est-à-dire permettre *une mesure directe, précise et rapide du scuffing qui soit de plus, indépendante de l'influence de paramètres extérieurs*, le principe de mesure présentant le plus d'avantages est la réflexion diffuse. Le principe de la méthode de mesure est présenté sur la figure 6. L'expérience de l'InV en matière de scuffing (notamment les travaux réalisés au cours des conventions IRSIA 2601, 3569 et 4107) le confirme, de même que le choix du TNO-TPD pour ce principe de mesure.

En tirant parti du *positionnement rapproché* du capteur par rapport à la bouteille et de *la taille importante du spot de lumière incidente* qui « moyenne » la diffusion globale et assure ainsi une détection subjective du scuffing, cette méthode s'avère tout à fait suffisante et satisfaisante pour effectuer des mesures comparatives au sein d'un lot de bouteilles. Le capteur ne tient compte que du *rayonnement diffusé dans la direction de l'émission* et *sous réserve que l'énergie ainsi diffusée soit détectable par le capteur*.

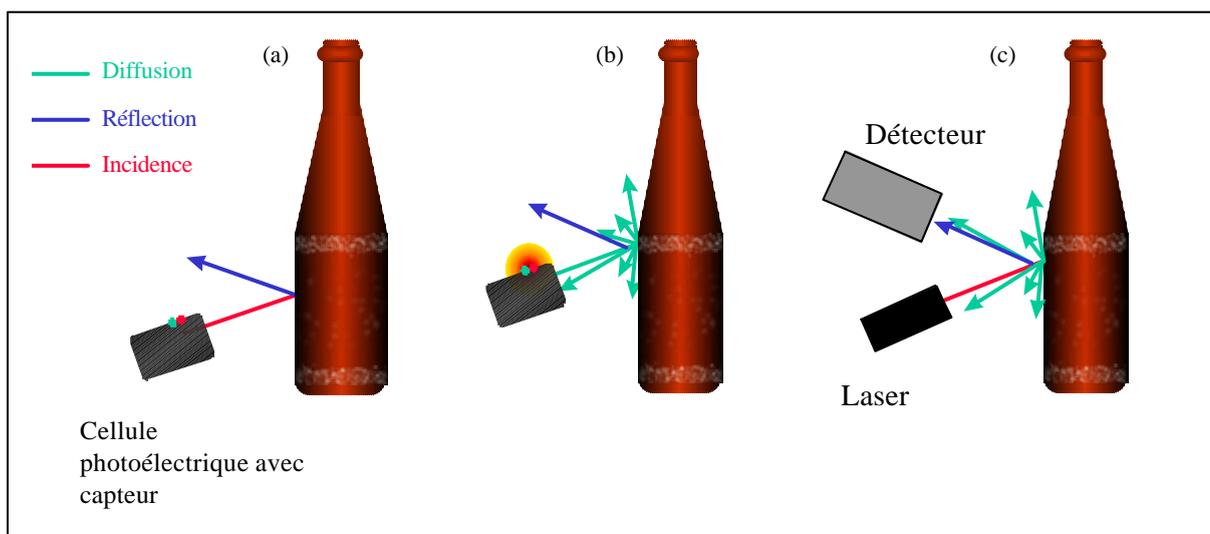
Une série d'observations de zones scuffées a été réalisée à l'aide d'un microscope stéréobinoculaire avec des grossissements de 15 et 64 fois. Il en ressort qu'il n'apparaît pas d'orientation préférentielle des détériorations du verre scuffé (celles-ci se présentant plutôt sous forme d'éclats que de stries).

Figure 6: Principe de mesure par réflexion diffuse



On peut mesurer la réflexion diffuse à deux endroits (figure 7): soit on place le détecteur au même endroit que l'émetteur (cellule photoélectrique avec capteur) et on ne mesure que la réflexion diffuse (7b), quand il y en a; soit on place le détecteur de façon à détecter le rayonnement spéculaire plus la réflexion diffuse (laser + détecteur) (7c).

Figure 7 : Mesure du scuffing par diffusion (7b) ou par diffusion et réflexion (7c) . La réponse lorsqu'aucun scuffing n'est présente est présentée en (7a).





A partir de ce choix, la conception d'un prototype d'appareil de mesure peut être entamée. Les points cruciaux résident en la sélection du photodétecteur, de la source lumineuse et de leurs positions respectives.

4. Conception et réalisation d'un appareil de mesure du scuffing

4.1 Introduction

Une méthode de mesure constitue un outil indispensable pour la mise au point et le contrôle de la génération de scuffing sur les lignes d'embouteillage. Que ce soient les fabricants de traitements de surface préventifs ou curatifs, ceux de détergents moins agressifs ou les producteurs de lignes d'embouteillage où les chocs sont minimisés, la mesure du scuffing est nécessaire pour attester de l'efficacité de leurs efforts dans la réduction de la masse déchets générés.

Dans cette partie, nous présenterons le cheminement suivi pour développer le prototype de mesure final, en passant par la mise au point d'un premier prototype (préprototype) qui aura permis de concevoir les différentes parties de l'appareil et de choisir la méthode de mesure, jusqu'au prototype final qui résulte de l'affinement des paramètres définis précédemment.

4.2 Conception et réalisation d'un préprototype de mesure du scuffing

La conception d'un appareil de mesure tel que le scuffmètre passe par quatre étapes :

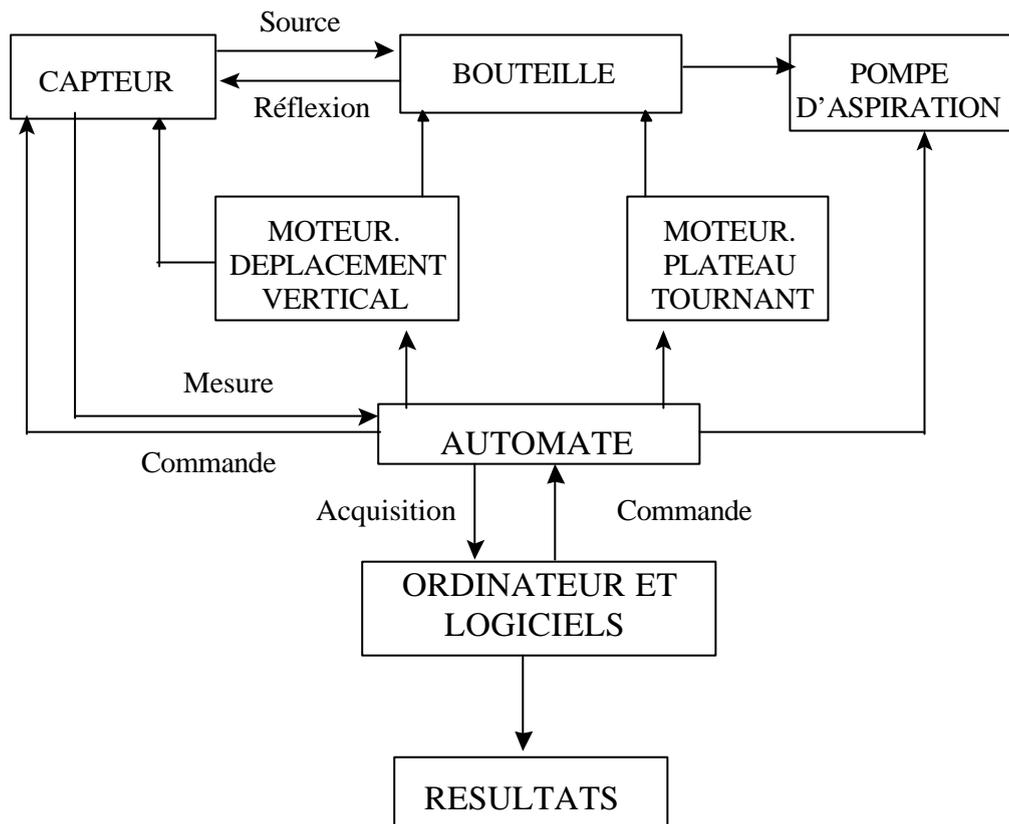
- a) la définition des caractéristiques requises et l'ébauche des choix techniques. Il en résulte la définition d'un schéma synoptique de l'appareil tel que celui de la figure 8.

Le choix des différentes parties techniques du préprototype est repris dans l'annexe 3 §1. Le préprototype est constitué :

- d'une cellule photoélectrique à faisceau focalisé avec capteur de type digital fonctionnant en tout ou rien. La source est une LED rouge (632 nm) ;
 - d'une pompe à vide pour le maintien de la bouteille ;
 - de 2 moteurs
 - d'un automate qui exécute le cycle de mesure, lui-même piloté par un PC.
- b) le dessin des plans d'ensemble et des schémas électriques ainsi que le dessin des plans d'exécution des éléments manufacturés. Ces derniers ne sont pas annexés au présent rapport mais sont disponibles à l'InV.

- c) L'assemblage et la mise au point de l'appareil, et la programmation éventuelle des automatismes de contrôle. Des photographies du préprototype du scuffmètre sont visibles dans l'annexe 3 §1.

Figure 8: Schéma synoptique du préprototype du scuffmètre.



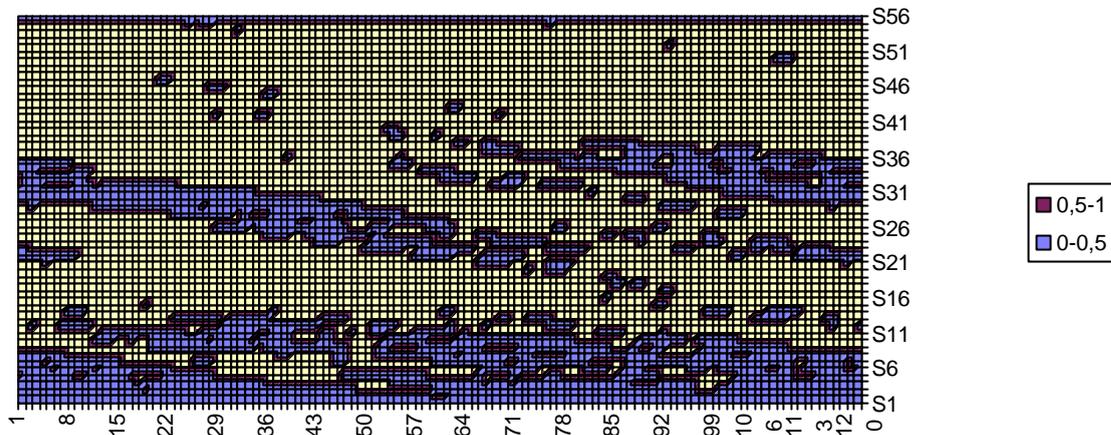
4.3 Essais préliminaires

a) positionnement du capteur

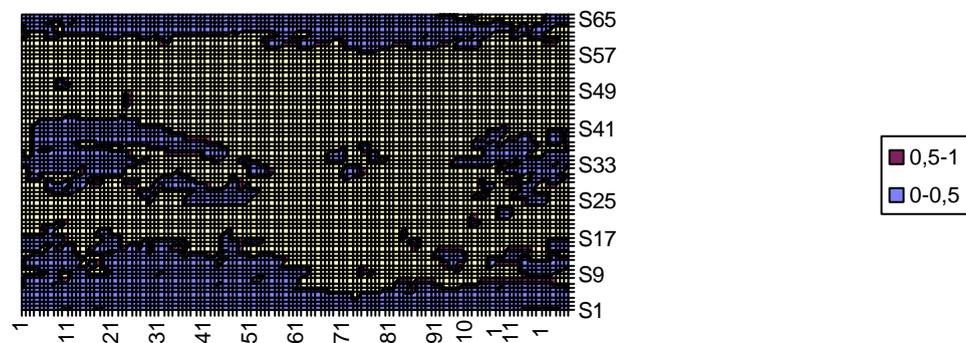
Les échantillons utilisés pour la détermination du positionnement du capteur sont décrits dans l'annexe 1 §2. La position du capteur par rapport à la bouteille à mesurer (distance capteur-échantillon) a été déterminée par comparaison visuelle de la surface des bouteilles scuffées avec les cartographies obtenues lorsque le capteur est placé à différentes distances. La cartographie la plus conforme à l'observation visuelle d'une bouteille scuffée donne une distance capteur-bouteille égale à 23 mm (figure 9).

Figure 9 : Détermination de la distance idéale capteur-échantillon par comparaison de la cartographie des zones scuffées et de l'aspect visuel de la bouteille.

Bouteille 3 - Capteur à 15° et 13 mm



Bouteille 3 - Capteur à 15° et 23 mm



b) Test de mesure à différents endroits sur le corps de la bouteille

Les échantillons utilisés sont décrits dans l'annexe 1 §2.

Lorsque l'on mesure toute la surface de la bouteille, on obtient une décroissance presque linéaire des valeurs du nombre de scuffs en fonction du taux d'usure (tableau 2), et correspondant bien à la mesure faite par le TNO, excepté pour la bouteille n°10. On constate que les parties les



plus abîmées sont souvent les parties inférieure et supérieure de la bouteille, mais que pour certaines bouteilles, l'abrasion qui se trouve au milieu n'est pas du tout négligeable.

Lorsque l'on mesure uniquement sur les anneaux supérieur et inférieur, la courbe a la même allure que celle obtenue précédemment.

En conclusion, il est donc possible, si nécessaire, d'optimiser la mesure des zones scuffées sur les bouteilles. En effet, l'analyse seule des deux zones (inférieure et supérieure) les plus scuffées réduirait fortement le temps de mesure par bouteille, facteur non négligeable dans l'optique d'une valorisation du scuffmètre pour des mesures de contrôle en ligne.

Tableau 2 : comparaison des mesures en mV réalisées par le TNO et les mesures obtenues avec le préprototype.

Etalon	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
mV (TNO)	1000	900	800	700	600	500	400	300	200	100
intensité	fort				moyen				faible	
taux scuf	0.399	0.322	0.318	0.298	0.209	0.131	0.126	0.069	0.019	0.042
nb scuffs	3192	2577	2540	2380	1669	1047	1006	555	157	334

c) validité des choix de conception

Une série d'essais préliminaires a été effectuée afin de vérifier la validité des choix effectués lors de la conception du préprototype de scuffmètre.

Deux séries d'échantillons ayant subi 0, 5, 10, 15 et 20 cycles standard d'usure ont été analysées. Le capteur a été placé arbitrairement décalé de 20° verticalement par rapport à l'incidence normale. Pour chacune des bouteilles, trois zones identiques ont été testées : à 15 mm de hauteur (au-dessus du jable), à 50 mm et à 90 mm (sous l'épau). Les résultats obtenus sont repris dans le tableau 3.

Bien que ces essais aient été réalisés avec un nombre restreint d'échantillons, ils sont encourageants et tendent à confirmer la validité des choix techniques. En effet :

- Une très nette distinction est obtenue entre les mesures correspondant à un nombre différent de cycles d'usure.
- La dispersion des résultats est faible (petit écart-type).
- Le niveau de scuffing devient relativement important après 10 cycles (ce qui recoupe les résultats relatifs correspondants à l'analyse visuelle).
- Le niveau de bruit, représentatif de l'influence d'autres défauts que le scuffing (pour 0 cycle d'usure), est assez faible.

Le scuffing est essentiellement détecté aux zones de contact préférentiel (à l'exception d'un échantillon ayant subi 5 cycles).



Tableau 3 : Essais préliminaires de mesure du scuffing

Nombre de cycles	Section analysée	Présence du scuffing sur la périphérie (sur 360°)	Valeur globale sur la bouteille (%)
0	Sous l'épaule	5	3.1 ± 2.2
	Milieu	0	
	Au-dessus du jable	36.5	
5	Sous l'épaule	40	9 ± 4
	Milieu	17.5	
	Au-dessus du jable	40	
10	Sous l'épaule	156	29 ± 3
	Milieu	2.5	
	Au-dessus du jable	156	
15	Sous l'épaule	203	35.8 ± 2.9
	Milieu	2.5	
	Au-dessus du jable	181	
20	Sous l'épaule	276	59 ± 3
	Milieu	50	
	Au-dessus du jable	311	

d) répétabilité des mesures

5 tests ont été réalisés sur une des bouteilles BNR 30cl décrites dans l'annexe 1 §2 à deux moments différents. Les conditions de mesure sont les mêmes que pour le test de mesure précédent. L'erreur maximale obtenue est inférieure à 5%, ce qui est tout à fait compatible avec une bonne reproductibilité.

e) Influence d'additifs

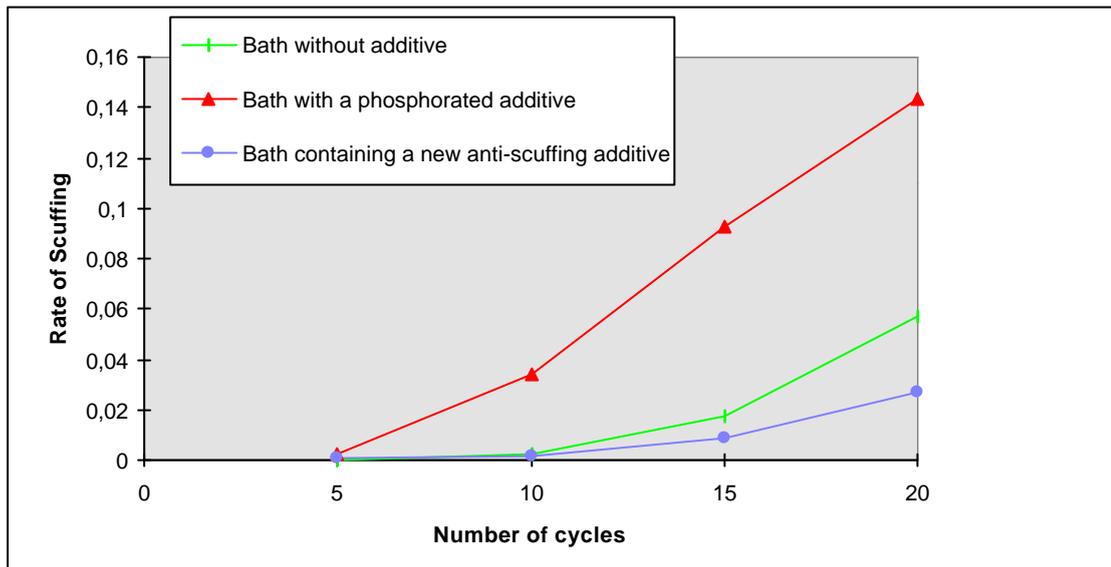
Des cycles de lavage ont été effectués sur un lot de bouteilles APO 25 cl pour connaître l'influence de certains additifs qui interviennent dans le lavage des bouteilles consignées. Les bouteilles ont été usées artificiellement dans un appareil simulant l'usure des lignes d'embouteillage (line simulator, AGR) durant 5 minutes. Elles ont ensuite trempées dans un bain de rinçage à 40°C durant 5 minutes et ensuite dans un bain de lavage à 80°C pendant 10 minutes et de nouveau dans un bain de rinçage pendant 5 minutes. Chaque cycle comprend donc 4 étapes. Différents bains à 2% en NaOH sont testés : un bain sans additif, un bain contenant un additif phosphoré et un bain contenant un anti-scuffing développé par une société de fabrications d'additifs de lavage.

Le taux de scuffing obtenu est mesuré grâce au préprototype. La figure 10 montre les résultats obtenus après 5, 10, 15, et 20 cycles de lavage. Les additifs phosphorés sont d'excellents



détergents mais sont partiellement responsables de la formation du scuffing tandis que le produit anti-scuffing se révèle être un bon détergent tout en réduisant le scuffing.

Figure 10 : effet de différents additifs dans les produits de lavage sur le taux de scuffing



4.4 Mise au point de la forme des résultats

La mesure du scuffing requiert le choix d'une méthode objective qui définisse la représentation la plus appropriée de l'état de scuffing d'une bouteille. Quel que soit le point de vue sous lequel le scuffing est abordé, il est avant tout lié à la surface du verre. La méthode de représentation de l'état de scuffing doit donc être basée sur *l'aspect surfacique*.

La technique d'acquisition de données numériques discrètes représentant l'état de scuffing en chaque point de mesure fournit un ensemble de données qui doit être ramené à *une information facilement manipulable* : l'expérience a prouvé qu'il est suffisant de se ramener à une valeur numérique unique qui caractérise l'état de scuffing d'une bouteille. Cette valeur unique présente l'avantage d'être une information simple, objective et qui se conforme aux méthodes préconisées par la norme ISO 5725.

Dans le cas de la cellule numérique (tout ou rien), les données issues de la mesure sont binaires : un résultat nul équivaut à une zone exempte de scuffing, un résultat égal à un équivaut à une zone de scuffing.

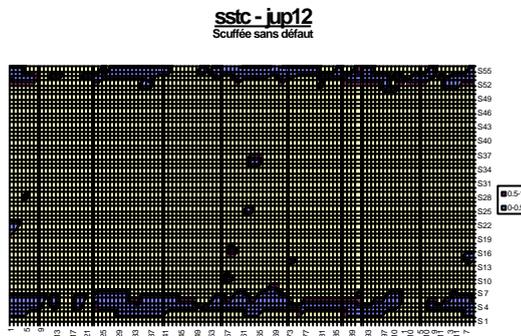
Par conséquent, le choix d'une représentation s'est porté sur le rapport de la totalité de l'intensité du scuffing local rapportée à la surface totale mesurée. Ce rapport est repris sous le terme **taux de scuffing**.



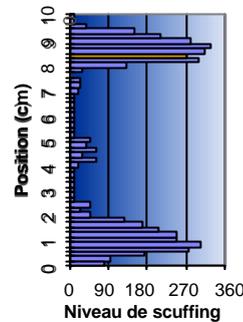
Ce choix présente l'avantage de ramener le résultat de la mesure à un nombre rationnel désignant le pourcentage de la surface mesurée qui présente du scuffing.

Figure 11 : représentation graphique du scuffing

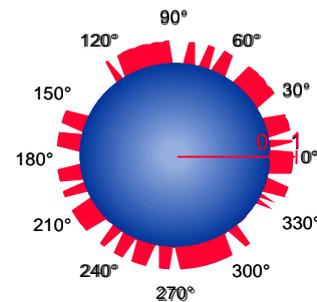
(a) Cartographie de la bouteille



(b) Profil de la bouteille sur la hauteur



(c) Diagramme binaire polaire du scuffing



Les résultats peuvent donc être présentés de trois manières différentes (figure 11):

- par une seule valeur : le taux de scuffing ;
- par une cartographie en 2 dimensions des zones scuffées (a)
- par un traitement statistique représenté sous forme de profil d'histogrammes de la bouteille (b) , ou sous forme de diagramme binaire polaire (c).

4.5 Influence paramétrique

Les paramètres pouvant influencer la mesure du scuffing sont de 3 ordres :

- les paramètres liés à la bouteille : zone de mesure, couleur du verre , présence de défauts, l'humidité et la propreté des bouteilles;
- les paramètres liés à l'équipement : l'angle et la distance du capteur à la cible, sa sensibilité, la synchronisation entre l'automate et l'ordinateur, la vitesse de rotation imposée par l'automate ;
- les paramètres liés au laboratoire: l'humidité et la lumière ambiantes.

L'humidité des bouteilles peut en effet masquer les zones de scuffing, les salissures peuvent elles aussi créer des perturbations importantes, et rendre les résultats inexploitable. Les paramètres d'ambiance comme la lumière et l'humidité relative ne semblent par contre pas agir de façon significative sur les résultats. En ce qui concerne les paramètres techniques, leur influence sera débattue dans l'annexe 3 §1 et 2.

La couleur de la bouteille peut également influencer la mesure. Les bouteilles en verre brun ne posent pas de problème mais pour les bouteilles en verre incolore des réflexions parasites sont observées. Les résultats obtenus lors de la mesure du taux de scuffing sur une bouteille Spadel 20 cl incolore (étalon n°6 de la série Spadel) lorsque la bouteille est remplie de liquide foncé ou d'eau distillée le montrent clairement (tableau 4). Le nombre de scuffs et le taux de scuffing mesurés



lorsque la bouteille n'est remplie que d'eau distillée sont 4 fois plus élevés que lorsque la bouteille est remplie de liquide. Ce résultat démontre bien l'existence de réflexions parasites enregistrées par la cellule, lorsque la bouteille est remplie d'eau (ou d'un liquide incolore).

Tableau 4 : Effet de réflexions parasites sur la mesure du nombre de scuffs et du taux de scuffing d'une bouteille incolore.

avec liquide foncé		avec eau	
nbre scuffs	taux scuffing	nbre scuffs	taux scuffing
786	0,1965	3243	0,8108
784	0,196	3229	0,8072
782	0,1955	3218	0,8045

4.6 Modification du préprototype et conception d'un nouveau prototype

a) justification du choix de la cellule

L'avancement du projet nous amène à dresser un bilan constructif concernant la cellule d'acquisition et la technique utilisées depuis le début du projet. La première cellule a été validée avec un certain succès : elle est matériellement simple à mettre en œuvre et donne des résultats comparatifs tout à fait satisfaisants et exploitables.

Il est vrai que la cellule d'acquisition « tout ou rien » présente, de façon intrinsèque, plusieurs inconvénients:

1. Le positionnement en angle et en distance est délicat à optimiser et ne relève a priori d'aucune loi physique.
2. La sensibilité du capteur est ajustable, mais cet ajustage n'est pas répétable aisément faute de moyen pour contrôler le gain de l'amplificateur intégré.
3. La grandeur mesurée est subjective : elle ne quantifie pas de façon absolue le scuffing altérant une bouteille et elle dépend fortement des positions de la cellule en angle et en distance.

Cependant, cette cellule s'avère tout à fait suffisante pour effectuer des mesures comparatives par rapport à des bouteilles non ou peu scuffées. La base de la mesure du scuffing demeure la mesure de la réflexion diffuse : ce phénomène découle de l'altération de surface résultant du scuffing et il demeure de ce fait incontournable. L'élimination des bouteilles étant basée essentiellement sur des critères d'esthétisme, il semble tout à fait adapté d'utiliser ce type de méthode, plus précise que la reconnaissance visuelle, pour sélectionner les bouteilles à garder des bouteilles à éliminer.

b) Modifications majeures apportées au préprototype

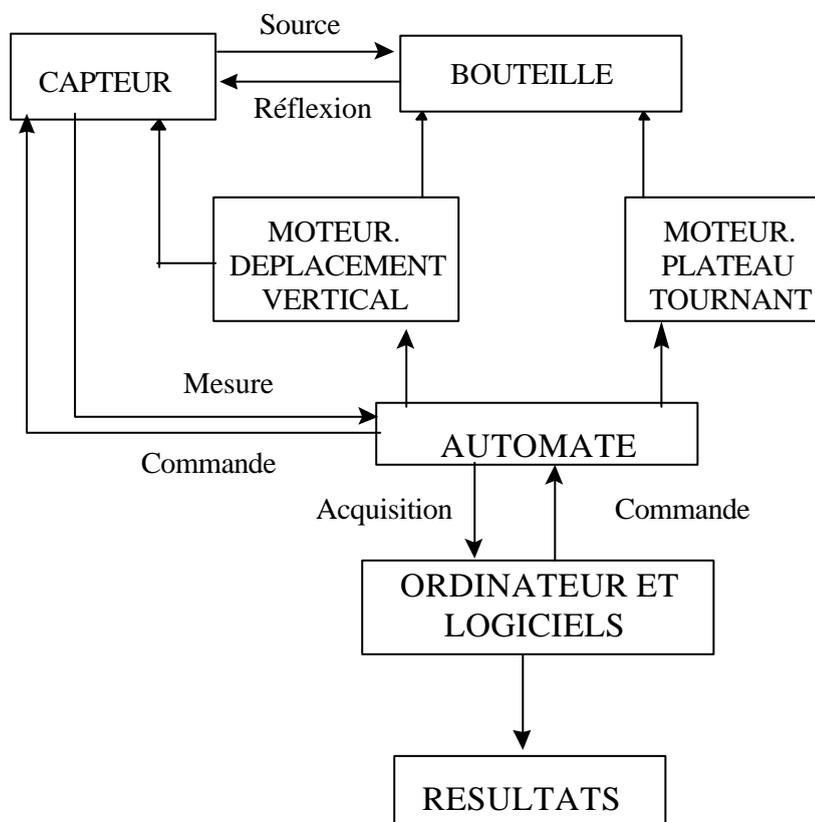
Afin de pallier les petits inconvénients rencontrés, deux modifications majeures ont été apportées au préprototype :

- le système d'aspiration par pompe à vide possède deux inconvénients : d'abord, le niveau de bruit est très important, ensuite la pompe subit un échauffement assez important. Le système de fixation de la bouteille a donc été remplacé par un système de préemption mécanique, de type AGR, moins bruyant et plus fiable point de vue centrage de la bouteille ;

- la nécessité d'avoir un positionnement exact de la cellule par rapport à la bouteille a conduit à l'installation d'un système de mesure précis du positionnement mais aussi de l'angle d'inclinaison .

Le schéma synoptique du nouveau prototype est repris à la figure 10. Les modifications des différentes parties techniques du prototype est repris dans l'annexe 3 §1.

Figure 12 : Schéma synoptique du prototype du scuffmètre.





4.7 Modification de l'acquisition des données

Un étudiant stagiaire sera accueilli dans les mois qui viennent pour une durée de quelques semaines. Il aura pour tâche d'améliorer le programme informatique qui gère l'automate, qui récupère les données et qui les met en forme. Actuellement, le langage utilisé est un langage dit « langage automate » que l'on voudrait transformer en langage plus universel (C++, turbo C, ...).

Les améliorations à apporter pourraient être par exemple:

- des saisies de valeurs comme le diamètre et la hauteur de la bouteille, nombre de pas par tour, etc.... ;
- la réalisation d'un profil immédiat de la détérioration de la bouteille par représentation de l'intensité de scuffing en fonction de la hauteur, ou par cartographie de la bouteille ;
- l'affichage à la fin de la mesure du nombre de scuffs et du taux de scuffing ;
- la sauvegarde du fichier obtenu sous un nom et dans un répertoire choisis par l'expérimentateur.

Ce stage aura lieu en avril 2000 (vacances de Pâques) et se poursuivra au cours de l'été. L'étudiant choisi sera en 3^{ème} année d'ingénieur, option informatique industrielle.

4.8 Validation du nouveau prototype

⇒ *Détermination des paramètres optimaux :*

L'angle d'inclinaison idéal et la distance idéale entre la cellule photoélectrique et la bouteille à mesurer ayant déjà été calibrés grâce au préprototype du scuffmètre, la détermination des paramètres optimaux pour le prototype a simplement consisté en une vérification. Il en ressort que la distance idéale adoptée est égale à 22 mm et que l'angle d'inclinaison idéal est de 17°. Ces deux valeurs correspondent aux valeurs utilisées avec le préprototype.

⇒ *Comparaison avec les résultats obtenus avec le préprototype.*

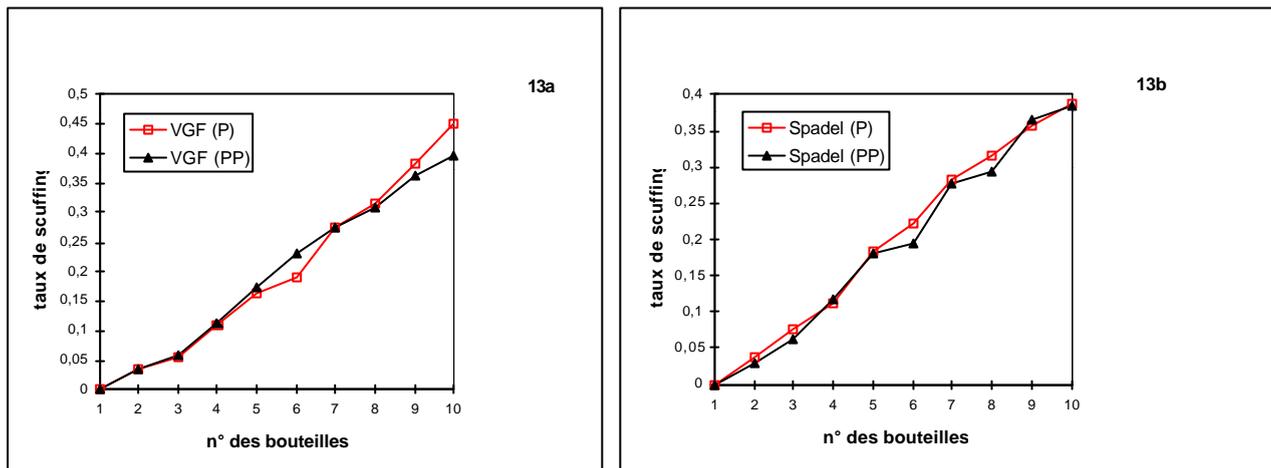
Les échantillons utilisés sont les deux séries qui serviront de jalons et qui sont constituées de bouteilles de type APO 25 cl brunes et de bouteilles Spadel 20 cl incolores. Ces échantillons sont décrits en détails dans l'annexe 1 §3.

Le taux de scuffing des dix bouteilles de chaque série a été mesuré d'une part avec le système installé sur le préprototype et d'autre part avec le système installé sur le prototype. Les seules différences importantes pour la mesure entre les deux systèmes sont la distance et l'angle d'inclinaison légèrement différents et la stabilisation de la bouteille.

La figure 13a et 13b montre les différences de mesure entre les deux systèmes pour les deux séries de bouteilles. Les valeurs obtenues pour les deux séries sont très similaires. De légères différences sont observées pour certaines bouteilles ce qui pourrait être imputé à un meilleur centrage

et aux légères différences de positionnement et d'angle de la cellule photoélectrique. De plus, les valeurs reportées sur les graphiques pour le préprototype sont une moyenne de 3 mesures sur chaque bouteille alors que pour le prototype, une seule mesure de vérification a été faite. On peut dire que les résultats sont identiques avec les deux systèmes.

Figure 13 : Comparaison des valeurs de taux de scuffing mesurées avec le préprototype (PP) et avec le prototype (P).



5. Etablissement et validation de la méthode

5.1 Définition de la norme ISO 5725

La norme ISO 5725 utilise les termes «**justesse et fidélité** » pour décrire l'exactitude d'une méthode de mesure. La **justesse** fait référence à l'étroitesse de l'accord entre la moyenne arithmétique d'un grand nombre de résultats et la valeur de référence vraie ou acceptée. La **fidélité** fait référence à l'étroitesse d'accord entre les résultats des tests.

Le terme général qui rend compte de la variabilité des mesures est la fidélité. Deux mesures extrêmes de variabilité, la **répétabilité** et la **reproductibilité**, sont suffisantes pour convenir à la plupart des cas courants. La répétabilité représente le minimum et la reproductibilité le maximum d'exactitude.

En d'autres termes, la norme définit un cadre de méthodes destinées à valider l'aptitude d'une méthode d'essai à répéter une détermination donnée. Dans le cas de la mesure du scuffing, il s'agit de valider une méthode de mesure fiable et objective au sens de la norme.

⇒ **Répétabilité** : étroitesse de l'accord entre les résultats d'essais indépendants entre eux, obtenus dans des conditions de répétabilité.



- Conditions de répétabilité : conditions où les résultats d'essais indépendants entre eux sont obtenus avec la même méthode sur un matériau identique soumis à l'essai effectué dans le même laboratoire par le même opérateur utilisant le même équipement, dans un court intervalle de temps.
 - Valeur de répétabilité, r : valeur en dessous de laquelle on peut estimer que la différence absolue entre deux résultats d'essai unique, obtenus dans des conditions de répétabilité, se situe dans une probabilité de 95%.
- ⇒ **Reproductibilité** : étroitesse de l'accord entre les résultats d'essais indépendants entre eux, obtenus dans des conditions de reproductibilité.
- Conditions de reproductibilité : conditions où les résultats d'essais sont obtenus avec la même méthode sur un matériau identique soumis à l'essai dans différents laboratoires par différents opérateurs utilisant un équipement différent.
 - Valeur de reproductibilité, R : valeur en dessous de laquelle on peut espérer que la différence absolue entre deux résultats d'essai unique, obtenus dans des conditions de reproductibilité, se situe dans une probabilité de 95%.

5.2 Mise au point de la procédure de mesure

La préparation d'une norme pour une méthode d'essai nécessite une évaluation soignée de la méthode grâce à des expérimentations auxquelles prennent part d'autres laboratoires. Un essai pour la détermination de la fidélité, prévu pour déterminer la répétabilité r et la reproductibilité R ne devrait pas être effectué en règle générale tant que la norme pour la méthode d'essai n'a pas été publiée ou qu'elle n'a pas été utilisée communément. Cela ne signifie pas cependant que toute information concernant les valeurs possibles de r et de R , obtenue à partir d'une expérimentation de normalisation n'a aucune valeur puisqu'on peut en tenir compte lors de la conception de l'essai pour la détermination de la fidélité.

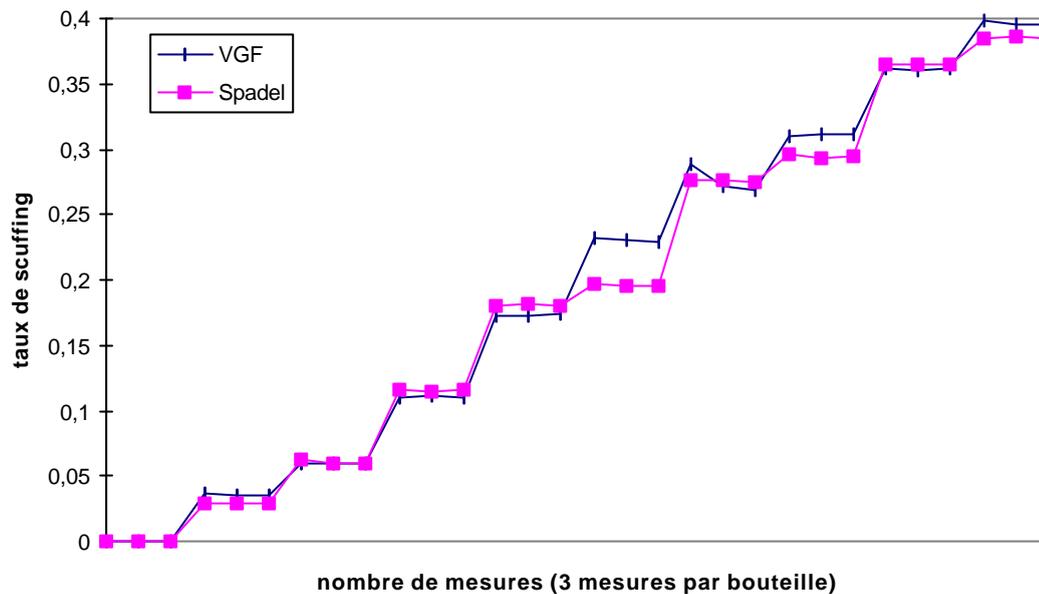
Dans notre cas, puisque nous travaillons sur un prototype de la mesure du scuffing qui n'a pas encore été réalisée, il nous est difficile de pouvoir réaliser des tests de reproductibilité avec d'autres laboratoires. Nous nous sommes donc attachés à étudier la répétabilité du prototype uniquement. Une procédure technique a néanmoins été rédigée (annexe 4). A partir de celle-ci, la rédaction d'une norme ASTM pourrait également être envisagée.

5.3 Constitution de 2 lots de bouteilles de référence (verre blanc, verre brun)

Les échantillons utilisés pour constituer les deux lots de référence VGF verre brun et Spadel verre blanc sont décrits dans l'annexe 1 § 3. La figure 14 montre la gamme de taux de scuffing couverte par les bouteilles VGF et Spadel. Le graphique montre une répartition régulière des taux de scuffing entre 0 et 40%, ce qui correspond à une bouteille très scuffée. Cette gamme d'étalons permettra de définir un taux de scuffing limite en concertation avec les partenaires économiques. Ce type d'étalonnage pourra être reproduit facilement pour tout autre nouveau type de bouteille qu'il faudrait examiner.



Figure 14 : Etalonnage de bouteilles VGF brunes 25 cl et Spadel incolores 20 cl.



5.4 validation de la méthode : répétabilité des mesures

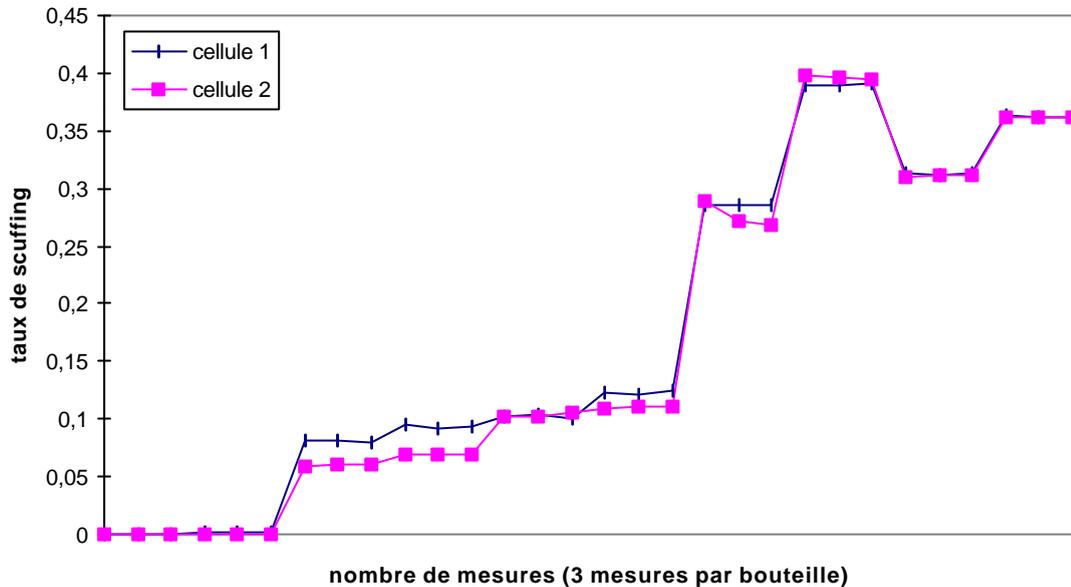
La répétabilité de la mesure du scuffing à partir du prototype a été réalisée à partir des deux séries de bouteilles étalon décrites en annexe 1, §3. Les bouteilles des deux séries ont été mesurées 3 fois, avec la même cellule (figure 14).

Les résultats démontrent que la répétabilité du prototype de mesure est excellent. Pour la série VGF, le coefficient de variation (estimation de la fidélité) est toujours inférieur à 1.5% sauf pour une bouteille pour laquelle il atteint 3.8 %. Pour la série Spadel, le coefficient de variation est toujours inférieur 1% sauf pour une bouteille pour laquelle il atteint 2.2%.

Pour la série VGF, les bouteilles ont également été mesurées 3 fois, avec deux cellules différentes. Une comparaison de la performance du prototype avec les deux cellules différentes peut être observées à la figure 15. La linéarité de la gamme a par après été réajustée, c'est pourquoi la courbe d'étalonnage finale (figure 14) de la série VGF est légèrement différente.



Figure 15 : comparaison de la performance du prototype avec les deux cellules différentes



5.5 Détermination des seuils tolérables de scuffing (en concertation avec partenaires)

A partir des séries d'étalon établies pour un type de bouteille, et en concertation avec les desiderata des partenaires concernés (principalement les embouteilleurs), un seuil limite tolérable de scuffing sera déterminé.

A partir du diagramme de résistance mécanique de bouteilles avec des taux de scuffing différents (Figure 3), on a pu remarquer que dès l'apparition d'une griffe qui endommage le traitement de surface, la résistance à la pression interne chute considérablement (de 40 à 28 psi). La résistance à la pression de ce type de bouteilles correspond à celle de bouteilles présentant une surface scuffée de moins de 1%, qui peuvent être considérées comme très peu scuffées. On voit dès lors que le critère de résistance à la pression interne ne pourra pas être utilisé pour définir un seuil de rejet des bouteilles scuffées.

Le seuil de rejet sera donc principalement basé sur un critère d'esthétisme plutôt que sur un critère de résistance, celle ayant déjà été dépassée dès les premiers cycles de lavage. Le seuil de rejet sera donc légèrement différent en fonction des critères d'acceptation visuelle de chacun des partenaires, c'est pourquoi aucune limite n'a été déterminée dans ce travail.



6. Conclusions générales

L'objectif essentiel de ce projet était donc de développer et de mettre au point une méthode performante de mesure du scuffing sur le verre d'emballage consigné. Pour atteindre cet objectif, une série de résultats ont été acquis :

- de nombreux tests ont été réalisés dans des conditions variables (cycles de lavage-usure variables, utilisation de produits de lavage différents, mode d'usure différents, résistance à la pression interne après usure, etc...). Ils ont conduit à une meilleure compréhension du phénomène de scuffing . Il apparaît que la résistance à la pression interne, facteur très important pour les lignes d'embouteillage, est fortement diminuée dès que le traitement de surface des bouteilles est endommagé ;
- une *méthode de mesure* a été choisie, la réflectance diffuse et un *prototype* de scuffmètre a été mis au point dans nos laboratoires. Il permet la mesure automatique du taux de scuffing sur différents types d'emballages en verre (de géométrie et de couleurs différentes), dans des conditions d'humidité et de température variées ;
- deux série d'*échantillons étalon* dont le taux de scuffing sert de valeur de référence pour calibrer l'équipement ont été rassemblées. Ces deux séries concernent des bouteilles de type APO 25cl brunes et de type Spadel 20 cl incolores. La constitution d'une nouvelle série d'étalons sera réalisée en fonction du type de bouteille que l'on désire mesurer ;
- une *procédure technique* pour la mesure du taux de scuffing décrivant les paramètres d'échantillonnage à adopter, le matériel à utiliser, la méthode à suivre pour réaliser la mesure a été rédigée. Elle pourra à l'avenir être adaptée afin de correspondre aux réglementations de la norme 5725 ou des normes ASTM, par exemple, et être soumise à approbation.

Dans un avenir proche,

- Une amélioration du programme informatique qui gère l'automate, qui récupère les données et qui les met en forme, sera réalisée par l'accueil d'un stagiaire ;
- des *valeurs seuils* de taux de scuffing autorisé, établies en concertation avec les acteurs concernés seront déterminées. Le seuil de rejet sera donc principalement basé sur un critère d'esthétique plutôt que sur un critère de résistance. Le seuil de rejet sera donc légèrement différent en fonction des critères d'acceptation visuelle de chacun.



7. Bibliographie

Les références citées dans ce rapport sont :

- Bush R.J., 1980, Goldschmidt information, 1/80, n°50, 12 -14
- Douglas R.W. & El-Shamy M. M., 1967, J. Am. Ceram. Soc., 1, 1-8
- Gaiser R.A., Lyon K.C., Scholes A.B., 1965, Ceramic Industry Magazine, 97-100, 136-140
- Jackson N. & Ford J.; 1981, Thin Solid Films, 77, 23-39
- Lehuède P., 1997, Physico-chimie de l'attaquabilité du verre, dans « Durabilité et vieillissement du verre plat et du verre creux », PROVER, Paris, 19 juin 1997
- Rosens E.A. & Timmermans S., 1996, MBAA TQ (INIST CNRS), 33, n°2, 78-81
- Scholze H., 1990, Glass, nature, structure and properties, Eds. Springer-Verlag
- Smay G.L. & Wasylyk J.S., 1981, Glass Technology, 22, n°6, 251-255
- Williams H.P., 1975, Glass Technology, 16, N°2, 34-38

De plus, pour la rédaction de ce rapport, nous nous sommes aidés des références bibliographiques suivantes :

- Anonyme, 1976, Glass, December, 383-387
- Block J.H., Bradshaw A.M., Gravelle P.C., Haber J., Hansen R.S., Roberts M.W., Sheppard N., Tamaru K., 1990, Pure & Appl. Chem., 62, n°12, 2297-2322
- Bruhat G., 1947, Optique, Masson & Cie, Paris, France, 776 pp.
- Buckwalter C. Q., Pederson L.R., McVay G.L., 1982, J. Non Cryst. Solids, 49, 397-412.
- Budd S.M., 1981, Thin Solid Films, 77, 13-20
- Budd S.M., 1987, Glass Technology, 28, n°6, 227-231
- Budd S.M., Cornelius, 1979, Glass Technology, 20, n° 5, 170 - 173
- Duffer P. , 1994, Society of Glass and Ceramic Decorators, 84-99
- Evans A.G. & Davidge R.W., 1971, Glass Technology, 12, n°6, 148-154
- Frackiewicz-Kosinska J. & Budd S.M., 1976, Glass Technology, 17, n°3, 99-101
- Frackiewicz-Kosinska J. & Butcher B.M., 1970, Glass Technology, 11, n°3, 74-75
- Fréchette V.D., 1990, Failure analysis of brittle materials, Advances in ceramics, 28, Eds. The American Ceramic Society
- Geffcken, 1944, Ceram. Abstr., 23, n°5, 86
- Gy R., 1997, Verre, 3, 21-27
- Holland L., 1964, The Properties of Glass surfaces, Eds. Chapman and Hall, London
- Hudson G.A., Bacon F.R., 1958, Ceramic Bulletin, 37, n°4, 185-188
- International Commission on Glass, 1988, Collection of publications on chemical analysis and chemical durability of silicate glasses
- Laguës, 1990, L'actualité chimique, Janvier - février, 17 - 33
- Longhurst R.S., 1990, Geometrical and Physical Optics, Longman Scientific and Technical, Harlow, UK, 476 pp.
- Paul, 1990, Chemistry of Glasses, Eds Chapman et Hall
- Rawson V.H., Turton G., 1973, Glestechn. Ber., Février, 28-33



- Sanyal A.S.& Mukerji J., 1982, The Glass Industry, november, 28,31,32
- Smay G.L., 1985, Glass Technology, 26, n°1, 46-59
- Southwick R.D., Wasylyk J.S., Smay G.L., Kepple J.B., Smith E.C., Augustsson B.O., 1981, Thin Solids Films, 77, 41-50
- Wagner G. F., Tiede U., Meisel M., 1995, Glastech .Ber. Glass Sci. Technol, 68, n°10, 318-326
- Yokokura S., 1984, Glass Industry, november, 13-16



Annexe 1 : Description des échantillons utilisés

1. Résistance mécanique des bouteilles scuffées

Pour étudier la relation entre le taux de scuffing et la résistance mécanique des bouteilles, les échantillons que nous avons utilisés sont les suivants :

1. une série de 10 bouteilles neuves VGF de type APO 25 cl brunes ;
2. une série de 10 bouteilles neuves VGF de type APO 25 cl brunes, cognées manuellement les unes contre les autres 5 à 6 fois et transvasées de casier en casier ;
3. une série de 10 bouteilles neuves VGF de type APO 25 cl brunes, frottées manuellement les unes contre les autres jusqu'à obtention d'une griffe (endommagement du (des) revêtement(s) de surface).
4. un lot de 94 bouteilles provenant de VGF de type APO 25 cl brunes, scuffées à l'InV grâce à des cycles de lavage et d'usure en line simulator, en 19 cycles (5 bouteilles par cycle, 4 seulement pour le cycle 19), que nous appellerons lot 94 » ; nous ne considérerons ici que les cycles d'usure 1 à 5 et 16 à 19.

2. Test de mesure du positionnement du capteur et de mesure à différents endroits sur le corps de la bouteille

Les mesures ont été réalisées sur 10 bouteilles étalon BNR 30 cl, récupérées sur une ligne de lavage. Elles ont été préalablement mesurées par la méthode établie par «TNO » donnant des résultats exprimés en millivolts.

Les conditions de mesure étaient définies comme telles :

- 120 mesures par tour, tous les 1.5 mm sur la hauteur et sur une hauteur totale de 100 mm
- angle d'inclinaison du capteur : 15°
- distance focale du capteur : 10 mm
- vitesse de rotation du plateau : 120 °/sec

3. Constitution de 2 lots de bouteilles de référence

Deux lots de 10 bouteilles ont été constitués pour servir d'étalons, d'une part pour calibrer l'appareil, et d'autre part pour pouvoir déterminer, en concertation avec les partenaires économiques, le taux de scuffing à partir duquel une bouteille n'est plus esthétiquement acceptable pour l'embouteilleur comme pour le client. Nous avons choisi deux types de bouteilles très utilisées en Belgique, des bouteilles de type APO et des bouteilles Spadel. Elles possèdent une contenance différente (APO = 25 cl ; Spadel = 20 cl), un diamètre extérieur différent (APO = 55.1 à 57.5 mm ; Spadel =) une hauteur différente (APO = 210.5 à 213.5 mm ; Spadel=) et une couleur différente (APO = brunes ; Spadel = incolores) :

- les 10 bouteilles type APO proviennent de l'usine VGF ; elles ont été récoltées et scuffées sur place au cours des cycles de lavage et embouteillages ; une bouteille neuve servira de « zéro ». Nous les appellerons « série VGF ».



- les 10 bouteilles Spadel ont été fournies par Spa Monopole et scuffées à l'InV au cours de cycles de lavage et usure ; une bouteille neuve servira de « zéro ». Nous les appellerons « série Spadel ».



Annexe 2 : Techniques d'analyse des traitements de surface

1. Analyse des traitements de surface à chaud

L'épaisseur du traitement à chaud est mesurée par différentes techniques présentées ci-dessous (Bush R.J., 1980).

L'analyse chimique :

L'oxyde d'étain est enlevé d'une zone donnée de la surface du verre par extraction dans un solvant adéquat tel que l'acide fluorhydrique. Le contenu en étain de la solution d'extraction est déterminé quantitativement par des méthodes classiques d'absorbance (spectrophotométrie). Cette procédure d'analyse est très lente et inadaptée à des tests en routine mais elle peut servir d'étalonnage pour des méthodes de mesure indirecte. Cependant, les paramètres de teinte, d'épaisseur des parois viennent compliquer l'analyse des mesures lorsqu'il s'agit de bouteilles.

Par fluorescence X :

En utilisant une méthode d'analyse chimique pour l'étalonnage, il a été possible d'établir une technique de mesure de l'épaisseur du traitement à chaud par fluorescence X. Cette technique moderne est très rapide et d'une grande exactitude pour peu que l'étalonnage ait été correctement effectué. Elle est néanmoins coûteuse et seuls les grandes firmes et les institutions de recherche en sont équipées.

Par réflexion lumineuse :

La méthode la plus utilisée pour mesurer l'épaisseur de la couche d'oxyde est une méthode optique. Lorsque la surface du verre est recouverte par une couche d'oxyde métallique, son indice de réfraction change et cela modifie le pourcentage de lumière réfléchi. Ce phénomène constitue le principe de base de la méthode standard qui a été développée pour mesurer la quantité d'oxyde de métaux (étain ou titane) présent à la surface des bouteilles. L'instrument le plus largement utilisé à cet effet est celui développé par AGR (*American Glass Research Inc.*), le « Finish Coating Meter » qui produit une unité arbitraire d'épaisseur : le CTU pour « Coating Thickness Unit ». Il a été démontré que le nombre de CTU augmente linéairement avec l'épaisseur de la couche d'oxyde métallique. Une unité CTU correspond approximativement à une épaisseur de couche de 0.5 Å.

2. Analyse des traitements de surface à froid

En ce qui concerne le traitement à froid, il n'y a pas actuellement de méthode pratique pour déterminer la quantité de composé déposée. Il faut dissoudre dans du chloroforme, par exemple, la couche organique d'un grand nombre d'échantillons et réaliser ensuite une détermination quantitative ou au moins semi-quantitative par des méthodes spectroscopiques telle que la spectroscopie infrarouge. Ce genre d'analyse permet également d'identifier les constituants du traitement.

Par contre, déterminer la simple présence d'un revêtement organique à la surface d'une bouteille est très simple. Il suffit, par exemple, de déposer une poudre d'aluminium en surface. Une bouteille recouverte de polyéthylène retiendra la poudre d'aluminium contrairement à une bouteille sans polyéthylène. Il existe également une méthode rapide appelée DRIFT (Diffuse Reflectance Infrared Fourier Transform). La présence d'un traitement de surface organique sera repérée par analyse en infrarouge.



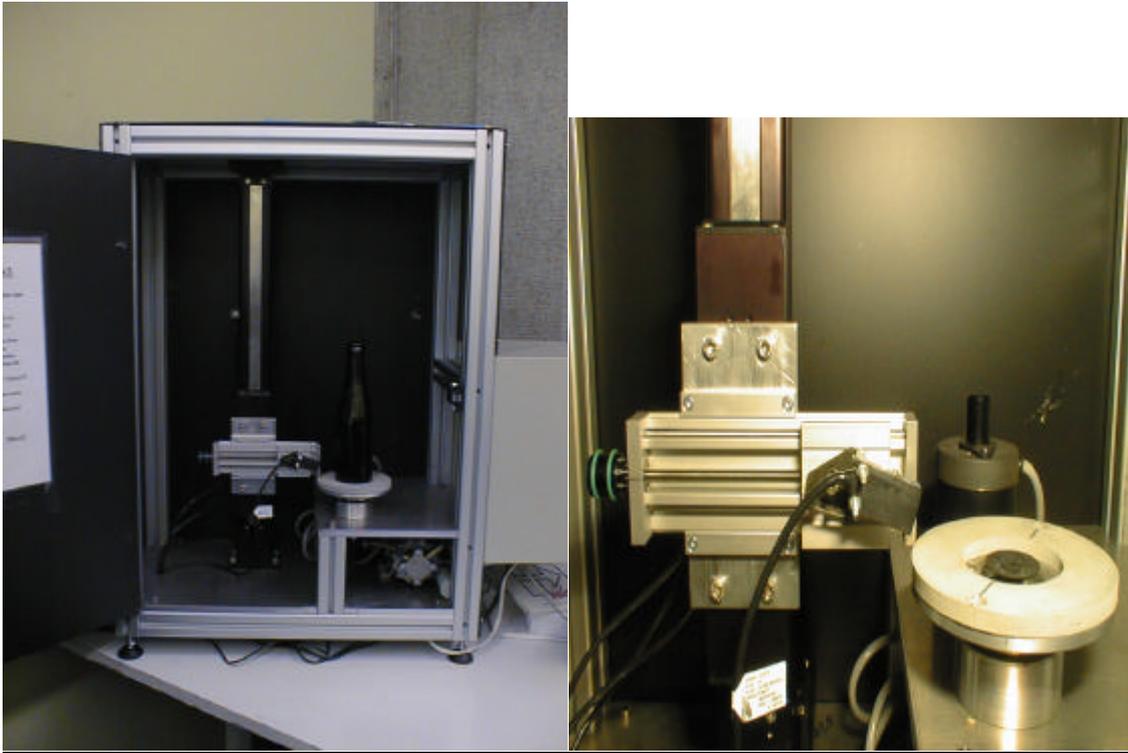
Les propriétés physiques que confèrent les traitements de surface aux bouteilles sont également exploitées pour évaluer la présence et l'efficacité d'un traitement organique. Par exemple, il est courant de relier le degré d'efficacité d'un traitement aux propriétés de friction de la surface. Une technique standard mesure ainsi l'angle de glissement que peut tolérer une pyramide de trois bouteilles couchées. Cet angle est d'environ 10 à 20° pour des bouteilles traitées et de 30 à 40° pour des bouteilles non traitées.

La résistance des bouteilles à la griffe est aussi couramment mesurée afin de déterminer la protection assurée par le traitement. Dans ce cas, une bouteille sous une charge connue est placée et tirée à angle droit sur une bouteille stationnaire. La force requise pour endommager la surface est alors mesurée. Cette force est de 2 à 3 kgf pour une bouteille sans traitement, elle sera supérieure à 35 kgf lorsque la bouteille est protégée par un double traitement métallique et organique.

Annexe 3 : Dossiers techniques du préprototype et du prototype du scuffmètre

1. Le préprototype

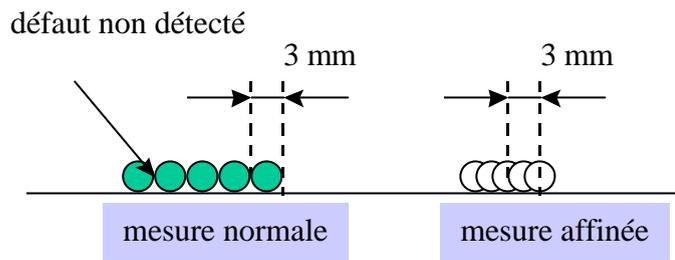
Figure A1 : photographies du préprototype du scuffmètre



1.1. la cellule photoélectrique

Le faisceau a un diamètre similaire à la largeur habituelle des bandes de scuffing, soit quelques millimètres. A la distance où nous travaillons, le diamètre du faisceau lumineux est de 3 mm et sachant que le diamètre de la bouteille est égal à 55 mm, nous avons environ 57 pas de mesure par tour si on travaille en mesure normale (faisceau juxtaposé à chaque mesure). De cette façon, certains défauts peuvent ne pas être détectés. Nous avons décidé d'affiner le pas de mesure afin de pouvoir détecter tous les défauts microscopiques et afin de couvrir toute la surface de la bouteille. Ce qui implique une totalité de 120 mesures par tour et tous les 1.5 mm suivant la hauteur.

Figure A2 : pas de mesure adopté pour la mesure du scuffing



Le photodétecteur doit avoir la sensibilité suffisante pour percevoir la différence entre une bouteille non scuffée, faiblement scuffée ou fortement scuffée. Le capteur est du type *digital*, c'est-à-dire qu'il fonctionne par « tout ou rien » par rapport à un seuil ajustable de lumière diffusée (réglage de la sensibilité). L'avantage d'une telle cellule est qu'elle permet une interprétation directe de la mesure (présence ou non de scuffing) et fournit un résultat moyen de l'analyse sur la superficie de la zone touchée par le spot incident. Ce système est moins coûteux (car plus utilisé) et moins complexe à gérer (notamment en ce qui concerne l'acquisition du signal). De plus, il ne nécessite pas la recherche précise du rayonnement spéculaire.

Le capteur choisi pour le préprototype est une cellule photoélectrique à faisceau focalisé (PZ101 - Keyence) avec une source LED rouge (632 nm), qui permet de travailler jusqu'à 100 mm de la cible. Le diamètre maximum du faisceau est de 7 mm et varie en fonction de la distance. Son temps de réponse est de 1 à 2 millisecondes.

L'angle d'inclinaison idéal du capteur par rapport à la normale à la bouteille est de 17°. La distance idéale de mesure est de 22 mm par rapport à la cible.

1.2 une pompe à vide

La bouteille est maintenue par le vide, ce qui favorise le centrage et la stabilité de la bouteille en rotation sur la platine tournante. Cette technique permet également de minimiser le masquage d'une partie de la zone à analyser par des éléments de fixation.

1.3 les moteurs

Deux moteurs permettent (1) le déplacement de la cellule verticalement et (2) la rotation de la bouteille. La vitesse de rotation a été réglée à 120°/sec et le nombre de pas de mesure déterminé à 120 par tour et à 56 pas sur la hauteur de la bouteille (total 6720 mesures).

1.4 l'automate

Le cycle de mesure est exécuté par un automate commandé par un PC. Cela permet :

- D'automatiser le fonctionnement de l'appareil.



- De réduire le coût de l'automate en utilisant le PC pour stocker les mesures.
- D'acquérir sur le même appareil les signaux correspondant aux capteurs analogique (0-10V DC) et digital (24V DC).
- D'intégrer un programme de traitement automatique des résultats sur le PC.
- D'adapter aisément le cycle d'analyse en fonction du type de bouteille, du meilleur compromis vitesse d'analyse - précision des résultats, ...

L'automate est un IDC de type S6962, à 8 entrées et 8 sorties discrètes, ainsi que de 8 autres modules d'entrées/sorties qui permettent de fournir ou de recevoir des sources binaires ou analogiques.

1.5 l'ordinateur

La gestion de l'automate est réalisée par un ordinateur équipé du logiciel « IDC MotionTM Software » de commande. L'interface entre l'automate et l'ordinateur est réalisée grâce à une connection RS-232. Le programme appelé « Application Developer » permet l'initialisation des caractéristiques mécaniques, la configuration des entrées/sorties et la commande des mouvements des moteurs. Il permet également la récupération des données en format de type texte (.dat) qui pourront alors être traitées sur Excel.

2. Le prototype

Un certain nombre d'adaptations ont été réalisées pour améliorer le préprototype:

- La pompe à vide a été enlevée et le *système de préemption* remplacé par un système mécanique à réglage manuel de type AGR (comme celui utilisé sur le CTUmètre). En effet, le système de pompe à vide est bruyant, et pas adapté à tous les formats de bouteilles que l'on pourrait avoir à mesurer. Le nouveau système est insonore, adapté à tous les types de bouteilles et ne risque pas de tomber en panne.

Le moteur entraînant le plateau rotatif de préemption a été déplacé pour plus de commodité. Un bras coulissant verticalement et supportant un support conique en téflon a été ajouté au système de préemption. Le cône en téflon vient se positionner dans le goulot de la bouteille afin de le centrer et de le stabiliser. La position de ce bras est réglable manuellement et son blocage se fait par serrage.

- *Le réglage de l'angle et de la distance* du capteur par rapport à la bouteille pouvant être une source d'erreur importante, le chariot supportant la cellule photoélectrique a été modifié comme suit :

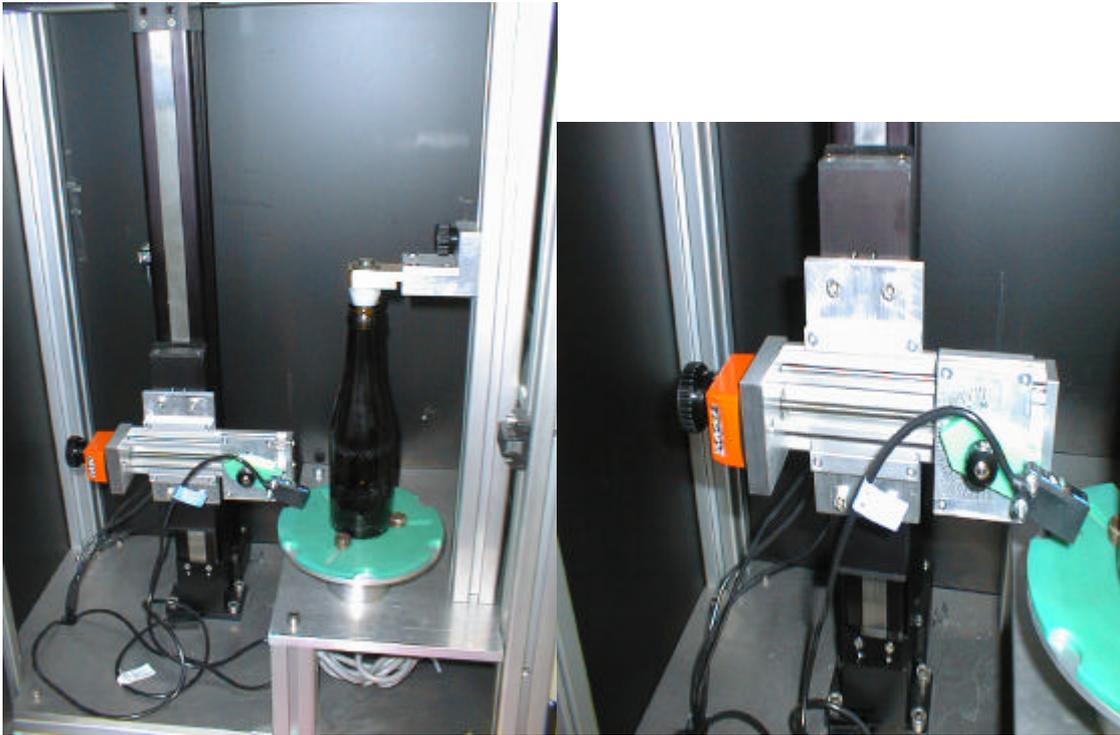
- ⇒ un système de lecture de l'angle d'inclinaison de la cellule par rapport à la normale à la bouteille a été installé ;
- ⇒ un système de lecture de distance de la cellule par rapport à la bouteille à mesurer a été installé ; la distance est repérée sur une vis micrométrique.



L'angle de mesure idéal est de 17° et la distance de 22 mm.

- Les cellules de *détection de fin de course et de début de lecture* ont été déplacés sur le bloc moteur pour s'adapter à la dimension du nouveau chariot supportant la cellule.

Figure A3 : photographies du prototype du scuffmètre





Annexe 4 : Procédure technique - Méthode : **« Mesure du scuffing sur verre d'emballage consigné »**

1. PRINCIPE DE LA MESURE

Le terme « scuffing » désigne l'altération superficielle d'un récipient lors de ses passages successifs sur les lignes de conditionnement. La surface des bouteilles consignées se dégrade au fur et à mesure de leur utilisation. Il apparaît en fait des marques blanchâtres superficielles. Elles sont présentes essentiellement aux différents points de contact des bouteilles lorsque celles-ci s'entrechoquent.

La mesure du scuffing est réalisée par la méthode de *réflexion diffuse* qui mesure la quantité de lumière réfléchiée par diffusion sur la surface de l'échantillon. Le faisceau incident est orienté avec un angle différent de la normale à la bouteille. Le signal obtenu correspond à la quantité de lumière renvoyée par réflexion diffuse et ne dépend que du taux d'altération superficielle de la bouteille.

2. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

A.C. Hardy et F.H. Perrin (1932), « Photometry » (Ch. 13) in « The Principles of Optics, Mc Graw-Hill. New York, pp 264-295.

3. MODE OPERATOIRE

3.1 PREPARATION DES ECHANTILLONS

- Les échantillons d'emballage ayant subi plusieurs cycles d'embouteillage doivent être exempts d'étiquette, de trace de colle, et de poussière avant toute mesure.
- Les échantillons doivent être bien séchés avant la mesure. Dans le cas d'un rinçage préalable, l'eau déminéralisée est fortement conseillée afin d'éviter toute trace de calcaire due au séchage.
- A vérifier: pour plus de stabilité, les bouteilles seront remplies d'eau (bouteilles brunes) ou d'un liquide foncé (café, bouteilles incolores)

3.2 ANALYSE AVEC LE SCUFFMETRE

Cas d'une bouteille connue

1. Allumer l'ordinateur et mettre le scuffmètre sous tension ;
2. placer l'échantillon au centre du plateau rotatif (s'assurer de la stabilité et du centrage de l'échantillon sur le plateau) ;
3. refermer soigneusement la porte de la chambre de mesure ;



4. sur le PC, démarrer Windows. Ouvrir le répertoire « IDC Motion 5.3 » ; cliquer deux fois sur l'icône « Pilote du scuffmètre », un écran noir apparaît; il faut alors taper (toujours en lettres capitales) le nom du programme de mesure en continu correspondant au type de bouteille à mesurer puis ENTER:

ex : « RN1 » pour bouteille de type APO 25cl
 « RN7 » pour bouteille de type Spadel 20 cl
5. à la fin de la mesure, le système quitte l'application et se repositionne sur l'écran de windows. Les mesures se trouvent dans un fichier appelé "scuf-raw.dat" situé dans le répertoire "IDC5.3\Terminal" sur le disque C. Ce fichier doit être copié et renommé dans un autre répertoire ou sur un autre support car toute mesure suivante sera stockée dans le même fichier et écrasera les données précédentes dans le fichier « scuf-raw.dat ».
6. ouvrir la chambre de mesure et retirer l'échantillon mesuré ;
7. pour la mesure suivante, répéter les étapes 2 à 6 ;
8. lorsque toutes les mesures ont été effectuées, éteindre le scuffmètre puis l'ordinateur.

Cas d'un nouveau type de bouteille

1. Allumer l'ordinateur et mettre le scuffmètre sous tension ;
2. choisir un nouveau numéro de programme et y encoder les paramètres de la nouvelle bouteille (hauteur totale à mesurer, nombre de points par tour en fonction du diamètre de la bouteille) et sauvegarder sous ce nouveau numéro de programme;
3. régler la distance séparant la cellule de l'échantillon, ainsi que son angle d'inclinaison par rapport à la normale. La distance optimale de mesure étant égale à +/- 22 mm et l'angle optimal à +/- 17°.
4. placer l'échantillon au centre du plateau rotatif (s'assurer de la stabilité et du centrage de l'échantillon sur le plateau) ;
5. refermer soigneusement la porte de la chambre de mesure ;
6. sur le PC, démarrer Windows. Ouvrir le répertoire « IDC Motion 5.3 » ; cliquer deux fois sur l'icône « Pilote du scuffmètre », un écran noir apparaît; il faut alors taper (toujours en lettres capitales) le nom du programme de mesure en continu correspondant au type de bouteille à mesurer puis ENTER;
7. à la fin de la mesure, le système quitte l'application et se repositionne sur l'écran de windows. Les mesures se trouvent dans un fichier appelé scuf-raw.dat siué dans le "IDC5.3\Terminal" sur le disque C. Ce fichier doit être copié et renommé dans un autre répertoire ou sur un autre support car toute mesure suivante sera stockée dans le même fichier et écrasera les données précédentes dans le fichier « scuf-raw.dat ».
8. ouvrir la chambre de mesure et retirer l'échantillon mesuré ;
9. pour la mesure suivante, répéter les étapes 2 à 6 ;
10. lorsque toutes les mesures ont été effectuées, éteindre le scuffmètre puis l'ordinateur.



Remarques :

Dix bouteilles du même type que celles que l'on étudie mais présentant des états de scuffing différents, seront préalablement prélevées dans les lignes d'embouteillage ou artificiellement usées, de manière à obtenir une série d'étalons avec des taux d'usure graduels.

Avant chaque série de mesure, il sera nécessaire de vérifier l'étalonnage du système. On mesurera quelques bouteilles de la série étalon. L'écart entre la valeur mesurée et la valeur étalon devra être inférieur à 5%.

3.3 TRAITEMENT DES DONNEES

Les données sont récupérées sous forme d'un fichier «.dat ». Elles sont lisibles grâce au tableur Excel. Les résultats peuvent être présentés de trois manières différentes:

- par une seule valeur : le taux de scuffing,
- par une cartographie en 2 dimensions des zones scuffées,
- par un traitement statistique représenté sous forme de profil d'histogrammes de la bouteille, ou sous forme de diagramme binaire polaire.

4. MODE OPERATOIRE

Procédure technique appareillage 'scuffmètre'

Procédure technique méthode 'Usure des bouteilles'