

LE VERRE RENFORCE TRIPLEX (Verre feuilleté de sécurité)	1
Qu'est-ce que le verre Triplex ?	1
Note sur la découverte du verre Triplex	4
Document : Vitrage de sécurité étoilé, cliché réalisé sur une plaque de verre ayant subi un choc	5

LE VERRE RENFORCE TRIPLEX (Verre feuilleté de sécurité)

Qu'est-ce que le verre Triplex ?

Le verre Triplex est constitué par un film de celluloïd ou nitrocellulose collé entre deux verres minces, verre à vitre ou de préférence glace. En cas de bris, les fragments de verre restent fixés à la feuille de nitrocellulose. C'est un verre de sécurité.

Il est connu, au début du 20^e siècle que le dépôt d'une couche de celluloïd sur un objet en verre, par trempage et séchage, réduit la fragilité du verre et les fuites provenant d'éventuelles fissures. C'est ce que revendique le brevet français 321.651, déposé le 31 mai 1902 par la société anonyme Le Carbone. Le premier brevet relatif à un vitrage a été déposé par un Anglais, J. Wood, en 1906. Mais la tentative d'exploitation tourne court en raison des difficultés techniques rencontrées.

Deux ans auparavant, Edouard Benedictus constatait qu'un flacon tombé par hasard dans son laboratoire, quoique fragmenté, avait gardé son intégrité. Aucun fragment ne s'était détaché. Or ce flacon avait contenu une solution de nitrocellulose dont le solvant s'était évaporé. Il ne restait qu'un film, mais qui épousait toute la paroi intérieure. Les fragments étaient restés collés à ce film. Ce fait resta fixé dans sa mémoire. Il n'y prête cependant pas autrement attention¹. C'est à partir de cette constatation, mais beaucoup plus tard, en 1909, que Benedictus dépose son premier brevet et, encouragé par Henri Bertrand qui a procédé à quelques essais, fonde le 7 juillet 1911 la Société du Verre Triplex dont l'objet est l'étude, l'exploitation et la vente des brevets d'invention de Benedictus. Ce dernier apporte ses trois brevets d'inventions (BF 405.881 du 25 novembre 1909 et son addition 14.829 du 12 décembre, BF 418.257 du 23 septembre 1910) contre 340 actions sur les 1.000 constituant le fonds social.

Les premiers brevets de Benedictus sont suivis d'autres brevets de perfectionnement : en son nom, BF 439.644 du 15 avril 1912, avec addition 16.020 du 26 août 1912, 18.754 du 18 avril 1912 (addition de solvant léger pour favoriser l'adhésion de l'âme en gélatine, ou celluloïd, ou acétate de cellulose), BF 445.135 du 26 août 1913 (plateaux de presse) ; au nom de la société du Verre Triplex (467.303) ; à celui d'autres inventeurs, BF 463.800 (Baroin), 477.294 (Matray), 496.511 (Langlois).

Dans son principe, la fabrication du verre Triplex comporte les phases suivantes :

- le verre mince (2,5 mm), ou mieux la glace, est nettoyé puis enduit d'une couche de gélatine de l'ordre de 10 microns que l'on sèche soigneusement et d'une couche "celluloïdique", une sorte de primer d'adhérence, facilitant l'adhésion de la pellicule de celluloïd.
- entre deux verres ainsi traités, on dispose une feuille de celluloïd préalablement immergée dans un bain d'alcool. Cet assemblage est soumis, dans une presse hydraulique, à une pression pouvant atteindre 10 kg, à chaud. Dans certaines fabrications, on pulvérise sur les deux faces à contrecoller un mélange de plastifiants et de solvants à point d'ébullition élevé.
- pour finir, les bords sont protégés par un mastic spécifique qui protège la couche intermédiaire des agents chimiques extérieurs, notamment atmosphériques : c'est le lutage.

¹ Voir note en fin de texte.

Dans la pratique, la fabrication est délicate. Les tentatives d'amélioration proposées par les brevets portent sur la préparation de la surface des plaques de verre, les techniques d'assemblage (sous vide, par l'intermédiaire d'un liquide neutre, en autoclave), sur la nature de la feuille intermédiaireⁱ.

La Société du Verre Triplex installe à Paris, 11 rue Olier, une petite fabrication de verre de sécurité (elle manufacture 30 m² de plaques par jour en 1930), mais, surtout, elle vend les licences de ses brevets à l'étranger, en particulier en Angleterre à Reginald Delpech (après un échec avec Pilkington) qui fonde The English Triplex Safety Glass Company en 1912 et démarre une production en 1913. La guerre apporte "une impulsion énorme". Après la guerre, les besoins sont différents et le Triplex reste un produit cher. La deuxième impulsion est donnée par la loi qui, en Angleterre, rend l'emploi du Triplex obligatoire pour les pare-brise d'automobile à partir de 1932. Aux Etats-Unis, Ford décide d'équiper toutes ses voitures avec ces verres de sécurité, entraînant toute la profession. L'origine de la décision de Ford est anecdotique. Un jour, en sortant de son bureau, M. Delpech apprend que M. Henry Ford est à l'hôpital de Detroit à la suite d'un accident de voiture. Il lui câble immédiatement : "Apprend avec regret votre accident, espère que vous n'avez pas été blessé par des fragments de verre. Montez Triplex et soyez en sûreté". Henry Ford s'en souviendraⁱⁱ.

De nombreuses sociétés se constituent pour fabriquer du verre Triplex en achetant la licence de Benedictus. Aux Etats-Unis, Du Pont de Nemours (doublement intéressé parce que producteur de celluloïd et actionnaire de référence de General Motors) fonde, avec Pittsburg Plate Glass, la Triplex Corporation ; la Triplex Safety Glass Company of North America passe sous le contrôle de Libbey Owens-Ford. Le développement est "extraordinaire". On parle en 1928 de 4 millions de m². "*Morane* (le fabricant de presse français) *est sollicité pour la fourniture de 1.000 presses*". En Angleterre, The English Triplex Safety Glass Company est rachetée en 1925 par Pilkington.

En France, la situation est différente. Saint-Gobain a développé le procédé Securit dont elle possède les brevets et sur lequel elle fonde sa politique. Le verre est chauffé jusqu'à son point de ramollissement, puis refroidi par un courant d'air. La différence de tension interne entre la surface et l'intérieur confère une forte résistance au choc. Au-delà du seuil de rupture, la feuille de verre éclate en une multitude de fragments sans danger. Par ailleurs, la législation n'impose pas l'emploi de Triplex pour les véhicules automobiles. Cependant, l'attitude de Saint Gobain évolue. En 1927, elle se décide à monter une fabrication de verre type Triplex à Cirey, près de Sarrebourg, en application des brevets détenus par la Société d'Etudes des Glaces et Verres de Sécurité (brevets Duclaux : BF 648.990, 648.991, 651157), une société constituée avec la participation d'inventeurs et de miroitiers. Cirey va produire 200 m² par jour (1928).

Mais la situation évolue rapidement. La Compagnie de Saint-Gobain décide d'entrer dans le capital de la petite Société du Verre Triplex, pour la marque, mais aussi parce que des bruits courent sur son rachat par une société américaine ou anglaise et, également, pour répondre à l'attente impatiente des groupes automobiles (Renault, Citroën, Ford) dont la demande de verre de sécurité devient importante. Elle le fait dans le cadre du Comptoir Général de Ventesⁱⁱⁱ. Ce dernier est constitué par :

- la Société anonyme des Manufactures des Glaces et Produits chimiques de Saint-Gobain, Chauny et Cirey,
- la Compagnie Réunie des Glaces et verres spéciaux du Nord de la France,
- la Société anonyme des Verreries et Manufactures de Glace d'Aniche,
- la Société Franco-belge pour la Fabrication Mécanique de verre.

Le Comptoir est majoritaire. Il dispose de huit postes d'administrateurs sur quatorze et s'engage à souscrire deux augmentations de capital qui apportent donc à la Société du Verre Triplex les moyens pour se développer. Celle-ci n'a pas l'exclusivité de la fabrication du verre Triplex qui peut être effectuée dans les usines des sociétés du Comptoir, notamment Cirey, mais moyennant redevance.

Il est décidé de construire une usine à Longjumeau avec des procédés améliorés ; le remplacement du celluloïd par l'acétate de cellulose fait partie des progrès possibles. La Société Chimique des Usines du Rhône, fabricant de l'acétate, entre d'ailleurs dans le capital aux côtés du Comptoir.

Comme on l'a déjà écrit, le celluloïd employé à l'origine présente l'inconvénient de jaunir en quelques mois à la lumière. Les pare-brise de voiture voient leur teinte évoluer régulièrement au fil du temps. D'autre part, ces verres ne peuvent être redécoupés après leur fabrication en raison du lutage. C'est une contrainte considérable. Le Rhodoïd, lui, ne jaunit pas (ou moins) et ne nécessite pas de lutage.

Les archives consultées^{iv} laissent penser que la S.U.C.R.P. ne s'intéresse à ce problème qu'à partir de 1928 et dans le cadre de relations avec la Compagnie de Saint-Gobain, au moment où celle-ci se lance dans la fabrication de verre Triplex dans son usine de Cirey avec des feuilles de celluloïd provenant de la British Xylonite. Elle intervient en vue de remplacer le celluloïd par l'acétate de cellulose.

Le premier acte de la collaboration avec Saint-Gobain est l'entrée de la S.U.C.R.P. dans le capital du Comptoir pour 105 actions contre remise de la somme de 315.000 F, une somme non négligeable si l'on se réfère à l'augmentation de capital déjà apportée par le Comptoir : 2 millions. Le second acte est évidemment technique. Curieusement, le premier document rencontré dans les archives de la S.U.C.R.P. est un projet de brevet sur le renforcement par collage des deux plaques de verre par une pellicule... de polyacétate de vinyle. Ce brevet n'a pas été déposé. On ne retient pas cette voie pour l'instant pour plusieurs raisons : nécessité d'utiliser un collodion benzénique à 15% d'acétate de vinyle, durée élevée du séchage, matière sensible à l'eau, nécessité de luter les bords. De plus le polymère est breveté par Wacker. On laisse donc en sommeil, temporairement, les vinyliques (non sans avoir envisagé et breveté le butyrate de vinyle) que l'on se promet de réexaminer si les exigences du client deviennent plus contraignantes et on revient aux feuilles de Rhodoïd qui s'avèrent intéressantes avec la technique exploitée par Saint-Gobain.

Le Rhodoïd utilisé est de qualité spéciale. Il faut un acétol clair, non teinté. On part d'un coton superblanchi, fortement hydrolysé. L'acétylation est plus rapide. La gomme acétique est filtrée, blanchie, puis précipitée en grains. L'acétate de cellulose est lavé à l'acide nitrique.

Les premières livraisons de feuilles ont lieu en 1929. Industriellement, l'acétate de cellulose se substitue au celluloïd progressivement, semble-t-il, entre 1930 et 1935. Le nouveau verre composite est commercialisé sous le nom de Néo-Triplex. L'acétate est d'abord livré sous forme de feuilles tranchées, remplacées, par la suite, par les pellicules de Rhodialine de 53/100mm et 70/100mm. Le laboratoire de Saint-Fons s'implique fortement dans cette activité de recherche. De nombreux brevets sont déposés. La Société ne se contente pas de préconiser ses produits, elle en étudie aussi les méthodes d'assemblage. Dans le procédé de Cirey, en 1928, l'assemblage de la feuille de celluloïd entre les verres (soigneusement nettoyés, enduits d'une couche de gélatine et d'un collodion dilué) est plongé dans un bain alcoolique dont le rôle est d'éviter les bulles d'air, puis soumis à une pression. A la S.U.C.R.P., on cherche à améliorer le procédé. L'alcool éthylique est remplacé par l'alcool benzylique, puis par un bain composé d'un mélange de plastifiants (triacétine-lactate d'éthyle, triacétine-lactate d'éthyle-silicate d'éthyle). Parallèlement, on simplifie les conditions opératoires (température et pression plus basses). Le laboratoire s'équipe avec le matériel de fabrication nécessaire.

La S.U.C.R.P. n'est pas exclusivement liée à la Société du Verre Triplex. Elle a des contacts avec d'autres verriers comme Acetex (Acetex Safety Glas) à Arques ; elle cède une licence d'exploitation à Brunner Glas et EOMAG (Autriche). On ne connaît malheureusement pas les quantités de feuilles d'acétate livrées par la S.U.C.R.P. pour cette application particulière.

L'acétate de cellulose n'est pas sans inconvénient : non seulement il jaunit en vieillissant, mais il a tendance à se délaminer. Sa résistance à l'eau et sa tenue aux chocs sont insuffisantes. Son

successeur est le butyral polyvinylique qui apparaît commercialement aux Etats-Unis vers 1942, mais ne se manifeste en France que dans les années 50 (Saflex de Monsanto, Butacite de Du Pont de Nemours). Le Verre Triplex S.U.C.R.P. commence à l'utiliser à partir de 1956. Le butyral polyvinylique donne des verres feuilletés plus clairs, inaltérables, utilisables pour la confection de pare-brise bombés. La S.U.C.R.P., malgré son expérience des acétals polyvinyliques qu'elle produit principalement pour les fabricants de vernis, peine à fournir un produit répondant aux critères de qualité exigés par la Société du Verre Triplex (devenue, en 1958, La Société Industrielle Triplex, participation commune Saint-Gobain et Boussois^v), alors que les sociétés concurrentes continuent de progresser constamment. Elle étudie les assemblages avec la nouvelle matière et notamment met au point un procédé de fabrication du verre de sécurité par assemblage à sec, à l'autoclave (BF 1.095.476 du 7 février 1955), caractérisé par la succession de séquences : serrage de la feuille de butyral entre les deux plaques de verre/mise sous vide de 100 mm et chauffage à 135-140°C/mise sous pression de 4 à 5 bars, à 142°C durant 30 minutes. Ce brevet donne lieu à un accord de collaboration technique entre les deux sociétés pour sa mise au point et son exploitation industrielles.

La fabrication du butyral (Rhovinal R 90/20), effectuée jusque-là à Saint-Fons, est transférée dans la nouvelle usine de Chalampé (Haut-Rhin) où elle est fortement améliorée. Mais la Société répugne à construire l'atelier plus important qui serait peut-être nécessaire, mais dont la Compagnie de Saint-Gobain ne garantit pas les enlèvements. La S.U.C.R.P. jette l'éponge : la production à Chalampé n'a pas dépassé, à son maximum, 116 tonnes. Elle est pratiquement arrêtée en 1975.

Note sur la découverte du verre Triplex

Edouard Benedictus, d'origine hollandaise, est né à Paris en 1879. Il suit des cours de chimie à Darmstadt (Allemagne). Il rentre ensuite à Paris où il installe un modeste laboratoire pour effectuer des recherches personnelles. Il est décrit comme un artiste, poète, peintre et musicien. Son invention, il l'a lui-même relatée en 1930, quelque temps avant de disparaître. *"Les circonstances dans lesquelles il (le verre Triplex) a été inventé sont assez pittoresques. Comme je rangeais mon laboratoire de chimie physique, en 1903, et que je changeais les bocaux de place, un flacon s'échappa de mes mains et tomba à terre de toute la hauteur de la pièce.*

Ce flacon, d'une contenance d'un litre environ, je le relevai intact en apparence, étoilé (cf : cliché ci-dessous) intérieurement comme un cristal de bohême, mais très solide dans toutes ses parties par le fait d'un maintien intérieur énergétique.

Ce flacon avait contenu la solution suivante :

<i>Alcool, éther</i>	<i>500 g</i>
<i>Acétone</i>	<i>15 g</i>
<i>Acétate d'amyle</i>	<i>15 g</i>
<i>Trinitrocellulose</i>	<i>8g</i>

dont tous les solvants s'étaient évaporés en quinze ans, en tapissant l'intérieur du flacon d'une couche d'émail celluloïdique d'une haute ténacité. La rétention des éclats était telle qu'au moment du choc, pas un éclat du verre, petit, moyen ou grand, ne s'était détaché du flacon ou paraissait disposé à le faire.

J'embrassai cette situation d'un coup d'œil, en m'efforçant de ne rien oublier de cette si curieuse observation ; puis, après avoir encore longuement considéré le flacon sur toutes ses faces, je lui mis l'étiquette suivante : " Novembre 1903 ; ce flacon est tombé de 3,5 mètres de haut et a été relevé par moi dans l'état où il est actuellement."

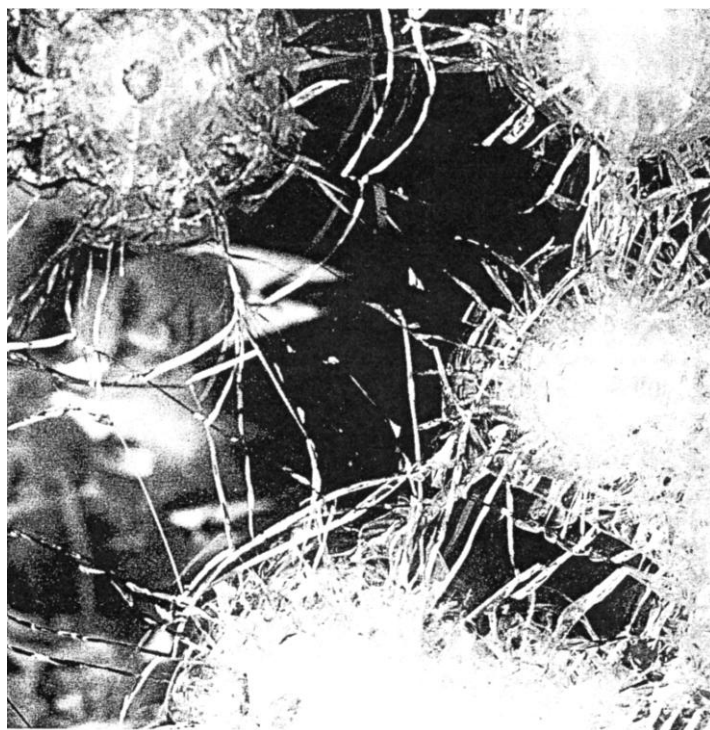
(...) Je remplaçais le flacon sur son rayon et n'y pensai plus jusqu'au jour où mon attention fut attirée par deux accidents causés par le bris du verre dans les voitures. Une jeune femme avait eu la gorge coupée dans un taxi, à la suite d'un choc, les glaces ayant joué vis-à-vis d'elle le rôle de couteau tranchant ; puis, à quelques semaines de là, un autre accident avait provoqué à la gorge d'une jeune femme, également, des coupures graves.

J'étais, après mon dîner, en pleine réflexion sur ces deux accidents, lorsque tout à coup, sans aucune préparation d'aucune sorte, l'image de mon bocal se superposa, pâlement éclairée "en surimpression" sur la frise toujours en mouvement de la vie.

Bondir hors du rêve, reprendre pied, pénétrer dans mon laboratoire, considérer avec une force consciente, cette fois, mon bocal, avec les possibilités de réalisation que contenait ce petit embryon, me retrouver, le lendemain matin, à l'aube, le bocal dans les mains, n'ayant pas fait un mouvement pendant neuf heures, mais ayant mis sur pied un programme que j'exécutai point par point, voilà ce qui m'attendait.

Le lendemain soir, la première feuille de verre Triplex, exécutée dans une presse à copier, se trouvait créée avec toutes ses caractéristiques futures et son avenir fulgurant."^{vi}

Document : Vitrage de sécurité étoilé, cliché réalisé sur une plaque de verre ayant subi un choc



-
- i Ind.Eng.Chem 23 505 1931, 25 1192 1933, 31 563 (1939)
ii J.Wilson. Conférence du 25 décembre 1931 Science Museum South Kensington (The Triplex Safety Glass Company)
iii Archives de la Société Saint Gobain; dossier Triplex
iv Archives Rhône-Poulenc, usine de Roussillon dossier 529-1
v Saint Gobain Revue d'Information et de Liaisons 17 5 1964
vi Benedictus Glaces et Verres 18 9 1930