

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur
et de la Recherche Scientifique

Université Akli Mohand Oulhadj - Bouira -
Institut de Technologie



وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
جامعة أكلي محمد أولحاج
- البويرة -
معهد التكنولوجيا

Département de Génie des Procédés

Rapport de soutenance

En vue de l'obtention du diplôme
de Licence professionnalisant en :

Génie de Formulation

Thème :

Préparation de peinture polyuréthane

Réalisé par :

RAMDANI Brahim

Encadré par :

BELKACEMI Samir

M.A.A

Tuteur de l'entreprise :

SADI Foudil

ENAP

DEDICACES

Je dédie ce mémoire à mes chers parents qui m'ont toujours poussé et motivé dans mes études, Sans eux je n'aurai certainement pas fait cela.

À chaque personne qui m'a aidée et encouragée par ses conseils et m'a offert tout pour la réussite

Liste des figures.....	ii
Liste des tableaux.....	iii

Sommaire

Introduction	1
--------------------	---

Chapitre I

Etude bibliographique

I.Généralité de l'entreprise nationale des peintures	2
I.1.Présentation de groupe	2
I.2. Organigramme de l'UPL.....	3
II.Généralité sur les Peintures	4
II.1.Définition de la peinture	4
II.2.Composition de la peinture	4
II.2.1.Les liants	4
II.2.2.Les pigments	5
II.2.3.Les solvants	7
II.2.4.Les additifs ou les adjuvants	8
II.2.5.Les charges:	9
II.3.Types de peintures	9
II.3.1- Les peinture à l'eau:	9
II.3.2- Les peintures à haut extrait sec.....	9
II.3.3. Les peintures poudres	9
II.3.4. Les peinture à émulsion	10
II.4.Différents gammes de peintures	10
II.4.1-Peinture pour bâtiments.....	10
II.4.2-Peinture carrosseries.....	10
II.4.3. Les peintures marines	11
II.4.4.peinture anticorrosion	11

Chapitre II

Matériel et méthode

I. Réactifs utilisés	12
II.Mode opératoire.....	13
III.Méthodes de contrôle de qualité.....	16

III.1. Viscosite Brookfield.....	16
III.2. Viscosité coupes Ford	17
III.3. Densite (pycnometre)	19
III.4. Finesse de broyage	20
III.5 Extrait sec a poids constant	21
III.6 Pouvoir d'adhérence.....	23
III.7. Dureté Persoz	24

Chapitre III

Résultats et discussion

I. Introduction :.....	27
II. Analyse Rhéologique :.....	27
II.1 . Détermination de la viscosité :.....	27
II.2. Détermination de la viscosité Brookfield:	28
II.3. Mesure de densité, Extrait sec (ES) :.....	28
III.4. La finesse :.....	29
III.5. La Teinte, Pouvoir d'adhérence :	29
III.6. La dureté de persoz :	29
Conclusion.....	30

Liste des tableaux

Tableau I-1: <i>les pigments minéraux</i>	6
Tableau II.1 : <i>sources et propriétés du différent réactif utilisé</i>	12
Tableau II.2: <i>Mode opératoire de la peinture polyuréthane</i>	13
Tableau II.3: <i>les composants pour la préparation de la base (élémentA)</i>	14
Tableau II.4: <i>Diluant pour la l'élément A</i>	15
Tableau III.2: <i>Caractérisations spécifiques préliminaires de peinture polyuréthane</i>	27
Tableau III.3: <i>Caractérisation spécifiques de peinture polyuréthane</i>	28
Tableau III.5: <i>Caractérisations spécifique au film de peinture polyuréthane</i>	28

Liste des figure

Figure I.1. <i>Orgarigramme de l'enap</i>	3
Figure I-1: <i>structure d'une peinture unie (a gauche) ou d'une peinture métallise (a droit)</i>	11
Figure II.1: <i>Viscosimètre Birookfield</i>	16
Figure II.2: <i>thermomètre</i>	16
Figure II.3: <i>Coupe Ford</i>	18
Figure II.4: <i>Chronomètre</i>	18
Figure II.5: <i>Pycnomètre 100 cc</i>	19
Figure II.7: <i>Jouge North</i>	20
Figure II.8: <i>gauge graduées de micromètre</i>	21
Figure II.11: <i>Dessiccateur</i>	22
Figure II.9: <i>Couvercles</i>	22
Figure II.12: <i>Peigne</i>	23
Figure II.13: <i>pendel persoz</i>	24

Introduction

Exceptés quelques matériaux nobles comme l'or, la pierre taillée et le marbre, tous les supports doivent être revêtus d'un fin de peinture dans le but soit les protéger contre différentes agressions, soit de les rendre plus décoratifs soit enfin d'assurer une fonction technique telle que par exemple réfléchir la lumière dans le cas dispositifs lumineux.

Parallèlement à l'évolution des supports, alliages métalliques et matières plastique, Ainsi qu'aux progrès effectués dans la connaissance des matières et de la robotisation.

L'industrie de la peinture a connu ces dernières décennies un développement important. La protection de l'environnement a, par ailleurs, conduit le formateurs à mettre en œuvre de nouveaux systèmes, moins riches en solvant, donc moins polluants, tels que les peintures à haut extrait sec, hydrodiluable, en poudre ou pouvant être réticulées sous l'influence de la lumière ultraviolette ou par bombardement électronique. La gamme des peintures est donc de plus en plus vaste et les produits de plus en plus performants.

Grace au grand développement des matières premières (variétés, qualité) l'industrie des peintures touche pratiquement toute l'activité industrielle revêtement intéressent le bâtiment, l'automobile, l'aviation, la marine, l'ameublement etc....

Les polyuréthanes (PU) occupent une place de choix dans le domaine des peinture , en raison à la fois de leur nature très diversifiée et de leurs applications nombreuses dans les revêtements, les adhésifs, les vernis, les peintures, les mousses ou les élastomères.

Ce mémoire comprend trois chapitres :

Le premier chapitre : concerne la bibliographie, est consacré à parler de peinture(les composition, les type et les Différents gammes de peintures)

Le second chapitre : concerne le protocole expérimental où seront présentés les moyens, les méthodes, et les différentes caractérisations.

Le troisième chapitre : est consacré à la présentation et discussion des résultats expérimentaux.

Enfin, nous terminons notre travail par une conclusion où seront résumés les renseignements tirés de cette étude.

Chapitre I : Etude bibliographique

I. Généralité du l'entreprise nationale des peintures

I.1.Présentation de groupe

L'entreprise nationale des peintures (ENAP), est une entreprise publique économique qui a pour métier de base la production des revêtements organiques (peintures, vernis, résines, émulsion, siccatifs et colles), elle est opérationnelle depuis le 01-01-1983, issue de la restructuration nationale des industries chimiques (SNIC)

L'ENAP est composée de six (06) unités de production parfaitement implantées sur le territoire nationale :

- Deux (02) unités à la wilaya d'Alger (Oued Smart et Chérera)
- Une (01) unité à la wilaya de Brouira (Lakhani)
- Une (01) unité à la wilaya de Mascara (Sigg)
- Une unité à la wilaya de Souk-Ahras
- Une unité à la wilaya d'ORAN.

Afin de développer et de consolider ses activités dans les produits des peintures, l'ENAP est à la recherche de partenaires de métier, elle a à son actif une capitale expérience de plus de 35 années, ainsi une capacité de production de 150.000 tonnes en peintures, et de 50.000 tonnes en produits semi-finis (résines, émulsions et siccatifs)

L'unité de LAKHDARIA où j'ai effectué mon stage pratique est située à 75 Km à l'Est d'Alger, sur la route nationale N°5, elle s'étale sur une superficie de 8 hectares et emploie environ 340 travailleurs, répartis entre cadres, agents de maîtrise et agents d'exécution elle est partagée en deux zones (sud et nord) qui à leur tour sont divisées en plusieurs départements (voir plan UPL)

I.2. Organigramme de l'UPL

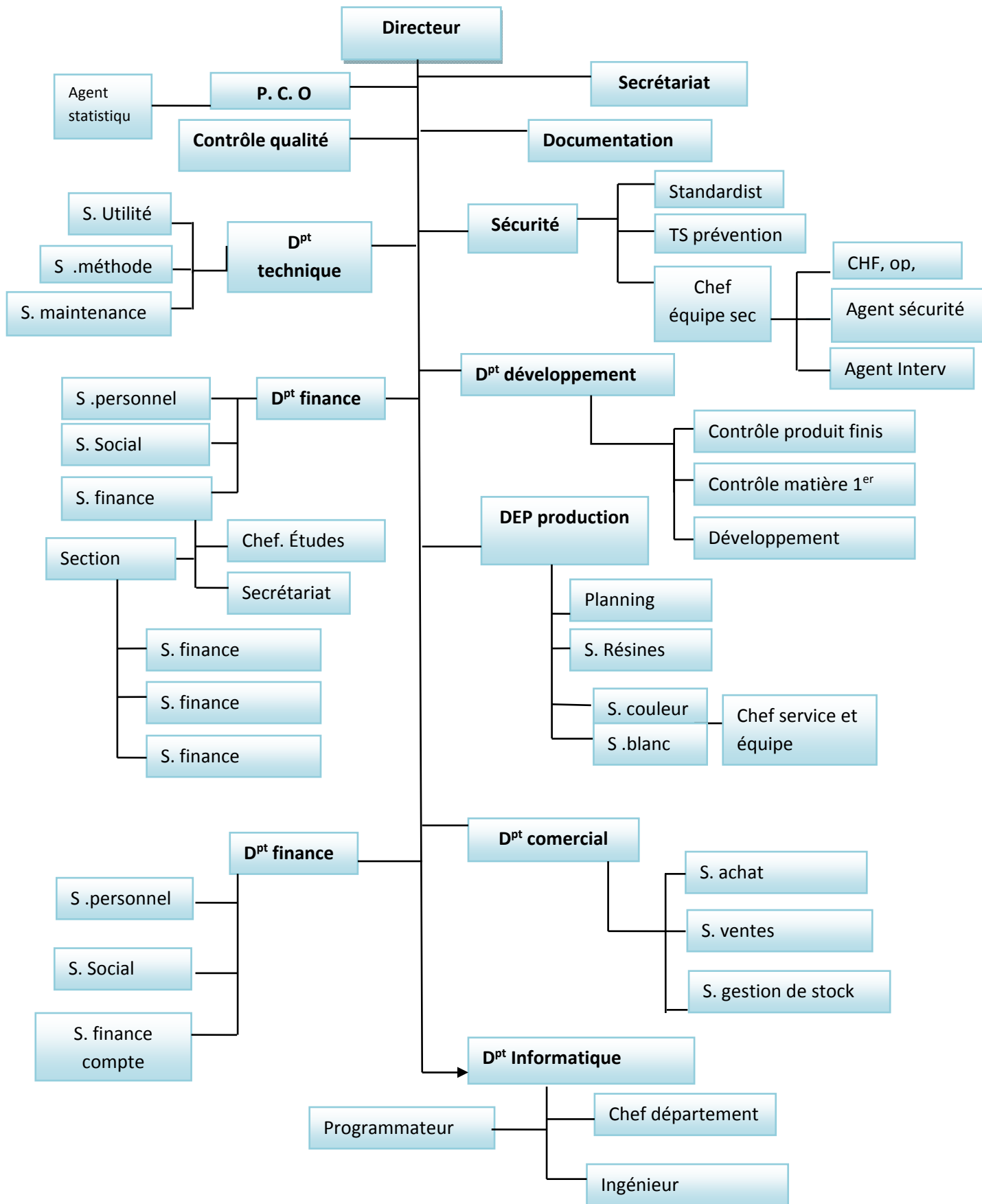


Figure I.1. *Organigramme de l'UPL*

II. Généralité sur les Peintures

II.1. Définition de la peinture

On peut affirmer que la peinture est arrivée à être considérée dans nos pays comme quelque chose de si commun et courant que peu de personnes pourraient se rendre compte de ce qu'elle représente.

Excepté quelques matériaux nobles comme l'or, marbre, tous les supports doivent être revêtus d'un film de peinture dont le but soit de les protéger contre différentes agressions, soit de les rendre plus décoratifs, soit enfin d'assurer une fonction technique telle que par exemple réfléchir la lumière dans le cas de dispositifs lumineux.[1]

on peut définir aussi la peinture comme un mélange de particules solides finement dispersées dans un liant, généralement un polymère synthétique, dispersé ou dilué dans un liquide. Lorsqu'elle est appliquée sur un substrat, le liquide s'évapore, ce qui entraîne l'interpénétration des chaînes polymères, créant de plus en plus d'interactions entre elles et piégeant les charges intégrées dans la formulation initiale (pigment et autres additifs).

Pour l'utiliser, la peinture est une surface caractérisée par:

- La couleur est le principal critère esthétique.
- L'opacité est liée à la présence de pigments, le vernis n'a pas d'opacité car il ne contient pas de pigment.
- L'aspect de cette surface se comporte de différentes façons avec la lumière, elle peut être brillante (la surface réfléchit la lumière), mate ou satinée (la surface diffuse la lumière).

II.2. Composition de la peinture

Quel que soit les différents types de peinture on peut dégager le schéma d'une composition générale, une peinture est un mélange complexe de matières premières suivantes: Les polymères (résines ou liants), les solvants (ou diluants à l'exception des peintures poudres et des peintures sans solvant), les pigments, les charges et les additifs.[1]

II.2.1. Les liants

Huile ou résine, c'est un polymère (corps chimique formé par polymérisation) qui peut être liquide ou solide et dans ce cas, il est utilisé soit dissous dans un solvant, soit dispersion

dans l'eau. Le liant est également appelé "Résine". Le pourcentage de résine utilisé définira l'aspect de la peinture (brillant, mat, satiné) ainsi que sa résistance et sa durabilité.

Partie non volatile de la phase liquide, jouant le rôle d'adhésif pour les particules du pigment, de façon suffisamment résistante après séchage. C'est lui qui a la faculté de passer de l'état liquide (peinture) à l'état solide (pellicule sèche de peinture).[2]

Les plus anciens sont : huile de lin, huile de soja, huile de ricin, mais ils sont moins utilisés à l'état pur à cause de leurs inconvénients (jaunissement, apport de siccatif, formation de peau, temps ouvert réduit, reprise, cordage). Les plus utilisés aujourd'hui sont: les résines glycérophtaliques (alkydes) grâce à leurs avantages (moins de peau, moins de siccatif, moins de jaunissement et Trebon arrondi du film de peinture).[3]

II.2.2.Les pigments

II.2.2.1.Définition

Ce sont des substances minérales ou organiques, généralement sous forme de fines particules insolubles dans le milieu de suspension (liant et solvant). Ils sont utilisés pour leurs propriétés optiques, protectrices et décoratives.

II.2.2.2.Classement des pigments

Les pigments sont classés comme suit :

- Les pigments minéraux :

Ils sont regroupés par la couleur, les pigments minéraux sont classés par importance d'utilisation décroissante dans le tableau N°01. Ces pigments sont utilisés tous les types de peintures.[4]

Tableau I-1: *les pigments minéraux*

NOM	FORMULE
BLANC	
dioxyde de titane	TiO ₂
Oxyde de zinc	Zeno
BLEU	
Bleu de cobalt	(Co) _m (Al ₂ O ₃) _n
Bleu outremer	S Al Na
VERT	
Oxyde de chrome	Cr ₂ O ₃
Oxyde de chrome hydraté	Cr ₂ O ₃ .nH ₂ O
vert de chrome	Cr ₂ O ₁
JAUNE	
Oxyde de fer	Fe ₂ O ₃
Chromate de plomb	PbCrO ₄
Jaune de zinc	4ZnO, 4CrO ₃ , K ₂ O, 3H ₂ O
ORANGE	
Orange de chrome	XPbCrO ₄ , YPbO
ROUGE	
Rouge de cadmium	CdS, CdSe
Oxyde de fer	Fe ₂ O ₃

- Les pigments organiques:

Il existe plusieurs centaines de formules chimiques.

Les composés les plus utilisés en peinture sont:[5]

- ❖ Le diascozine: violet.
- ❖ Mono azoïque de la série des naphthols: rouge.
- ❖ Diazoïque : jaune organique.

II.2.3. Les solvants

Dans l'industrie de la peinture, le diluant désigne le mélange de solvants qui est ajouté à la peinture concentrée et qui permet d'obtenir la peinture prête à l'emploi. Dans ces conditions pour éviter des ennuis, il faut se conformer rigoureusement au mode d'emploi de la peinture. Le choix des solvants est très important car il règle la facilité d'application d'une peinture et conditionne le résultat obtenu. Classe les solvants en trois catégories Solvants légers: Point d'ébullition inférieure à 100.

- Solvants moyens: Point d'ébullition inférieure à 130.
- Solvants lourds: Points d'ébullition supérieure à 130.

Dans un film de peinture, l'évaporation des solvants doit être continue et régulière, sans paliers pour éviter leur emprisonnement, les solvants légers partant les premiers. L'évaporation (sexera) rapidement au départ pour éviter les coulures au moment de l'application mais pas trop cependant pour ne pas risquer la rétention des solvants lourds. Le dernier solvant à partir doit être union solvant des éléments filmogènes contenus dans la peinture.

La prise du film, son temps de hors poussières, le blush, la tension de la pellicule, le brillant final obtenu, sont conditionnés par le choix et l'équilibre des solvants. Chimiquement on distingue plusieurs familles de solvants: alcools, esters, cétones, hydrocarbures aliphatiques et aromatiques.[6]

- **Dans le groupe des alcools, on rencontre**

Alcools éthylique et isopropyliques dénaturés (légers), Butanol (moyen), Les glycols (alcools lourds).

- **Dans le groupe des esters**

Acétate d'éthyle (très léger),

Acétate de butyle (moyen),

Acétate d'éthyle glycol (lourd).

➤ **Dans le groupe des cétones**

Acétone (très léger),

Méthyléthylcétone (léger),

Méthylisobutylcétone (moyen).

➤ **Dans le groupe des hydrocarbures aromatiques**

Toluène (léger),

Xylène (moyen),

Solvants naphtha (lourds).

➤ **Dans le groupe des hydrocarbures aliphatiques:**

White spirite à moins de 5% d'aromatiques et à 18% d'aromatiques,

Essence de térébenthine,

Solvants chlorés (trichloréthylène, perchloréthylène...).

II.2.4. Les additifs ou les adjuvants

Ce sont des substances de diverses natures chimiques incorporées dans les peintures pour développer certaines propriétés spécifiques. Il existe des additifs pour séchage, pour l'antinuancage, et des additives thixotropiques.

On peut distinguer selon le rôle des additifs les différents types suivants:

- ✓ **Les siccatifs:** Ce sont des accélérateurs de séchage pour les peintures qui sèchent par oxydation (le séchage à l'air).
- ✓ **Les agents anti-peaux:** Ce sont des adjuvants susceptibles de ralentir ou empêcher la formation des peaux à la surface des peintures au contact de l'air.
- ✓ **Les agents anti-mousses:** Ce sont des adjuvants susceptibles de diminuer ou d'éviter la formation des mousses intempestives soit en cours de fabrication, soit au cours de l'application.
- ✓ **Les agents mouillants:** Ce sont des adjuvants qui confèrent aux peintures la propriété de mouiller plus facilement la surface à peindre.
- ✓ **Les agents fongicides :** et bactéricides Ce sont des adjuvants susceptibles de réduire ou d'empêcher l'attaque des peintures (liquides ou sous forme de film sec) par champignons.

✓ **Les agents divers:** Dispersants, émulsifiants, épaississants, stabilisants, ...etc. [7]

II.2.5. Les charges:

Une charge est également un produit pulvérulent insoluble dans le milieu de dispersion mais possédant un pouvoir opacifiant négligeable, elle est naturelle, généralement blanche, ou légèrement grisâtre ou jaunâtre.

Il s'agit des carbonates tels que le carbonate de calcium. Des sulfates comme le sulfate de Baryum, des silicates comme le talc qui est un silicate de magnésium. [8]

II.3. Types de peintures

Sur le marché de la peinture, si d'autres types de peintures, comme des peintures à l'eau, existaient déjà, leur développement n'était pas favorisé compte tenu de la facilité d'utiliser les solvants.

Mais la pression imposée par ces nouvelles réglementations a contraint les fabricants à développer de nouveaux types de produits comme:

II.3.1- Les peintures à l'eau: Ou la base est constituée de liants solubles dans l'eau, ou de systèmes colloïdaux ou de dispersions aqueuses de polymère et des quantités variables de co-solvant suivant les systèmes. [9]

II.3.2- Les peintures à haut extrait sec: Qui sont composées de très faibles quantités de solvant ou de co-solvant (20% et 30%). [9]

II.3.3. Les peintures poudres: Qui ne contiennent aucun solvant.

Pour pouvoir comparer ces différents types de peinture, il faut considérer les aspects Techniques (en terme de spécificité d'installations), de coût énergétique du solvant et/ou formation du film de peinture), de quantité de produit (obtention d'un film homogène), de coût de composition (additifs spécifiques), et en film d'impact environnemental notamment sur la présence de co-solvants résiduels.

Pour les différencier rapidement, les peintures à haut extrait sec, n'ont pas permis d'avancées technologiques rapides. Elles sont donc un peu délaissées au profit des deux autres produits.

Les peintures à l'eau semblent avantageuses, car elles peuvent être appliquées à partir des installations déjà utilisées pour les peintures solvant. De plus, une faible quantité de peinture est nécessaire pour former un film homogène avec les propriétés optiques et de résistance

chimique et physique équivalentes aux références sol vantées. Cependant, la composition résiduelle en co-solvant est encore importante et des additifs très spécifiques et chers sont utilisés notamment pour stabiliser charges et pigments dans la formulation.

A coté de cela, les peintures poudres présentent l'avantage d'être sans solvant et 100% Applicables, au sens où toute la poudre peut être appliquée, sans production de déchets. Par contre, une quantité supérieure de produit est nécessaire pour former un film de peinture homogène.[10]

II.3.4. Les peinture à émulsion:Le lait est la plus vieille émulsion du monde.

Une émulsion est obtenue par dispersion, dans un milieu liquide de particules, non miscible Avec le premier. Une dispersion de résine synthétique est constituée par une distribution fine de polymère, dans une phase liquide, l'eau pour la plus part du temps. D'une manière générale une émulsion contient: Une substance filmogène hydrophobe dispersée dans l'eau, un colloïde Stabilisateur (caséine, gomme arabique ou autre), des adjuvants destinés à garantir la conservation. On devrait parler de la peinture en dispersion plutôt que de la peinture en émulsion d'autant qu'on disperse des pigments, mais cela serait trop simple.[10]

II.4. Différents gammes de peintures

II.4.1- Peinture pour bâtiments

On trouve les peintures intérieures, on emploie largement les types de peintures (Brillante, Satinées, Mate), et les peintures extérieures, le sujet est dans la plus part des cas du béton, les Surfaces doivent être dépoussiérées.

II.4.2- Peinture carrosseries

ces produits sont destinés à la réparation et à l'entretien des carrosseries de véhicules, les revêtements destinés à l'industrie automobile doivent répondre à de nombreuses spécifications. Bien que l'aspect esthétique soit un critère primordial aux yeux du consommateur, la résistance à la corrosion ainsi qu'aux impacts divers (stone shipping) doit être garantie. Pour assurer ces diverses fonctions, les revêtements modernes sont constitués de plusieurs couches remplissant chacune une fonction spécifique (figure I.6). [11]

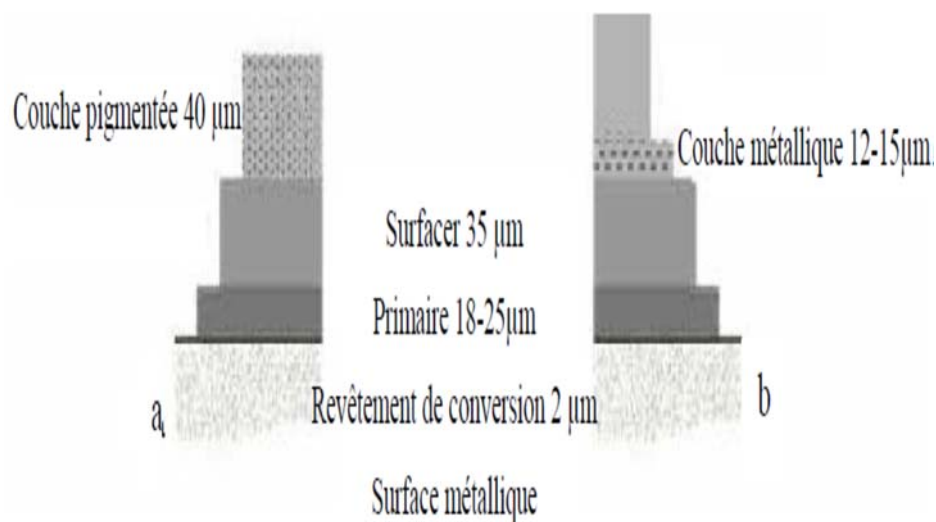


Figure II-1: structure d'une peinture unie (a gauche) ou d'une peinture métallise (a droite)

II.4.3. Les peintures marines

Ce sont des peintures spécialement étudiées et formulées pour la protection des surfaces en contact avec l'eau ou situées au bord de la mer

II.4.4. peinture anticorrosion

Elles sont conçues pour être appliquées sur des surfaces généralement métalliques (fer ou autres métaux), pour la protection et la décoration des ouvrages a terre de travaux publics ou de génie civil, ainsi que sur les ossatures de bâtiments ; on les retrouve essentiellement dans des applications telles qu'industrie chimique, installations agroalimentaires, ouvrages d'art, installations maritimes et fluviales, sols industriels, parkings, structures métalliques fixes dans les transports

ChapitreII: Matériel et méthode

I.Réactifs utilisés

Tous les réactifs utilisés dans le présent travail sont résumés dans le tableau I.1

TableauII.1 : sources et propriétés du différent réactif utilisé

Produits	propriétés	Fournisseur
Polyester hydroxylé	Viscosité à 23°C 14500/3500mpa.s Point d'éclair ~ 40°C Densitéà20°C ~1.11g/ml	Bayer
Polyisocyanatealiphatique (biuret HDI)	Viscositéà23°C 250/75mpa.s Point d'éclair ~ 38°C Densitéà20°C ~1.07g/ml	Bayer
Xylène	Point d'ébullition 144°C Point d'éclair ~ 32°C	NAFTAL Algérie
PMA	Masse molaire 90,12g/mol Point d'ébullition 120°C Point defusion - 96,0°C Point d'éclair 32°C	BRENNTAG Belgique
Sol, alkydehydroxylée /PU	Indice d'acide ≤12% Teneuren hydroxyle 3.7/0.4 Point d'éclair ~ 280°C	Joss holding B.V
Acétate de Butyle	Masse molaire 116,2g/mol Point d'ébullition 126°C à 101Kpa Point de fusion - 77,9°C Tension de vapeur 1,16Kpa à 20°C	BRENNTAG Belgique

II. Mode opératoire

Tableau II.2: Mode opératoire de la peinture polyuréthane

N°	Phase	Produits réactifs	%	Conduite	Contrôles
1	Préparation			Identification des MP Pesage	
2	Embâtage	Polyester Hydroxylé PMA Xylène Agent Mouillant Titane	27 1,50 2,60 0,1 30	Peser et introduire progressivement dans l'ordre sous agitation modérée. Disperser sous forte agitation.	Temps : 20-30min
3	Broyage			Broyer au broyeur à microbilles jusqu'à finesse 8+ 0,5	Finesse : 8+0,5
		Polyester hydroxylé Sol. Alkydehydroxy/PU Sol.CAB/PPA20 Xylène Octoate de zinc	6 23,5 1,60 30 0,1	Peser et introduire progressivement dans l'ordre sous agitation modérée. Disperser sous agitation modérée.	Temps : 15 – 20min
5	Mise à la teinte			Comparaison et correction par rapport à l'étalon	Teinte finale
7	Filtration			Filtrer éventuellement pour éliminer les impuretés (peau, grumeaux...etc.	

Formulation d'une peinture monocouche polyuréthane

Pour les peintures monocouche polyuréthanes à étudier, 2 produits sont à mélanger : (base, diluant) la base est constituée d'une résine porteuse de groupement hydroxyles, ainsi que des charges et des pigments (dioxyde de titane).

La base ou élément A (ou Desmphen)

On effectue un broyage, pendant un temps donné (1 heure) au vibreur Red-Devill d'une quantité donnée de pigment ou de la charge à tester dans un liant approprié et l'on détermine la finesse de la base obtenue.

La méthode s'applique à tous les pigments et charges destinées à être utilisées par le broyage. Les quantités des pigments ou charges et de liant sont déterminées dans le tableau ci-dessous :

Tableau II.3: *les composants pour la préparation de la base (élément A)*

N°	DESIGNATION MP OU SOLUTION	% EN POIDS
01	Polyester hydroxylé	33
02	Agent mouillant	0,10
03	Titane	30
04	Xylène	5,6
05	PMA	1,5

- Dans une boîte de 1 Kg introduire la quantité totale de la résine.
- Ajouter l'agent mouillant, l'oxyde de titane N°3, xylène et le PMA.
- broyer au vibreur RedDevill pendant une (1) heure.

Dilution de labase

La base est diluée par l'ajout d'une deuxième résine et aussi d'autres solvants, sont Les quantités des solvants ou résine sont déterminées dans le tableau ci-après :

Tableau II.4: Diluant pour la l'élément A

N°	DESIGNATION MP OU SOLUTION	% EN POIDS
05	Sol, alkydehydroxylée /PU	23,50
08	Octoate de Zinc	00,10

On les disperse à l'aide d'un agitateur pendant 5-10 minutes.

On détermine la viscosité qui est un paramètre de conformité très important pour la peinture, puis on détermine aussi la densité, l'extrait sec de l'élément A à l'état liquide.

III. Méthodes de contrôle de qualité

III.1. Viscosité Brookfield

1. Objet

Cette méthode consiste à mesurer la viscosité en poises au moyen d'un viscosimètre Brookfield.

2. Principe

Déterminer la viscosité en poises à 20-25 °C.

3. Appareillages et produits

- Viscosimètre Brookfield
- Corps de mesure
- Thermomètre



Figure II.1: Viscosimètre Brookfield



Figure II.2: thermomètre

4. Mode opératoire

Il est bien entendu que pour les substances non-Newtoniennes, une série d'essais préliminaires soit faite afin qu'une vitesse et le plongeur soient choisis pour servir de référence à l'avenir.

Il est proposé de choisir à cet effet une turbine qui donne une lecture maximum à la vitesse de l'appareil.

Pour les substances thixotropiques et pseudo plastiques (dilatation et rhéopexie, structures rencontrées très rarement), il est conseillé de mesurer la viscosité à très grande vitesse afin d'arriver au palier de stabilité, la chute n'étant pas infinie.

Mettre le viscosimètre de niveau.

- Lors de l'immersion de la turbine, l'incliner afin d'éviter l'incorporation d'air sous le disque
- Une fois la turbine dans le fluide, la fixer à l'appareil, les arbres des plongeurs tournants N° 1-2 doivent être au moins à 76 mm de la paroi la plus proche du récipient par contre, pour les plongeurs plus petits la paroi peut être plus près.
- Régler la hauteur du viscosimètre afin que la turbine soit immergée jusqu'à la saignée de l'arbre.
- Afficher la vitesse en tournant le bouton
- Par l'interrupteur, mettre en fonction l'appareil.
- Après stabilisation de l'aiguille pour les structures thixotropiques .

Pour les mesures faites à grande vitesse (50 & 100 tr/mn) se servir de la griffe 2 pour fixer l'aiguille. Arrêter le moteur et noter le chiffre en maintenant la griffe en position basse.

5. Expression des résultats

Déterminer la viscosité en poises selon la relation suivante :

$$\eta = L \times F$$

η : Viscosité en poises à 20-25 °CL : Lecture sur le cadran F : la facteur étudié

III.2. Viscosité coupes Ford

1. Objet

Cette méthode consiste à mesurer la viscosité en secondes au moyen d'une coupe consistométrique.

2. Principe

Déterminer la viscosité en secondes à 20-60 °C

3. Appareillages et produits

- Coupe Ford N° 4 et N° 6
- Thermomètre
- Chronomètre



Figure II.3: Coupe Ford



Figure II.4: Chronomètre

4. Mode opératoire

Mettre la coupe sur son support horizontal après s'être assuré de sa propreté.

- Boucher l'ajustage à l'aide d'un doigt placé sous la coupe et la remplir à ras bord avec le produit à essayer,
- jusqu'à l'obtention d'un ménisque légèrement bombé.
- Eliminer l'excès de produit en posant une plaque de verre sur le dessus de la coupe, en ayant soin de ne pas emprisonner de bulles d'air, puis retirer la plaque en la faisant glisser horizontalement.
- Déboucher l'ajustage en mettant le chronomètre en marche.
- Arrêter le chronomètre au moment de la rupture du filet liquide.

La mesure ne peut être considérée comme significative que pour un écoulement contenu d'au moins 98cc.

5. Les résultats

Des résultats obtenus sont comparés par rapport aux normes.

III.3. Densité (pycnomètre)

1. Objet

Cette méthode consiste à déterminer la densité des peintures, vernis et diluants au moyen d'un pycnomètre.

2. Principe

Déterminer la densité des peintures, vernis et diluants.

3. Appareillages et produits



Figure II.5:Pycnomètre 100 cc



Figure II.6:Balance de précision

4. Mode opératoire

Peser le pycnomètre avec son couvercle : M1

- Remplir le pycnomètre avec le produit à contrôler jusqu'au bord, en évitant la formation de bulles d'air
- Placer le couvercle à fond, dans un mouvement de rotation. Essuyer l'excès du produit qui s'est échappé du pycnomètre
- Peser à nouveau le pycnomètre : M2

5. Expression des résultats

$$D = (M2 - M1)/V$$

M1 : Poids du pycnomètre vide avec couvercle

M2 : Poids du pycnomètre rempli avec couvercle

V : Volume du pycnomètre (100 cc)

III.4. Finesse de broyage

1. Objet

Cette méthode consiste à déterminer la finesse de broyage des peintures à l'aide d'une jauge North.

2. Principe

On étale à l'aide d'une raclette dans une rainure de profondeur décroissante un prélèvement du produit et l'on relève le premier point où l'arasement se fait sur le grain de la peinture.

3.Appareillages et produits

- Jauge North
- Raclette



Figure II.7: *Jauge North*

4. Mode opératoire

- Placer la jauge propre et sèche sur une surface plane
- Verser à l'extrémité la plus profonde de l'une des rainures (graduation 0) une quantité de peinture suffisante pour qu'elle déborde légèrement de la rainure
- A l'aide de la raclette tenue verticalement sur la surface de la jauge ou légèrement inclinée, étaler la peinture dans la rainure jusqu'à dépasser l'extrémité de la rainure (graduation 10)

- Déterminer rapidement la finesse en observant la jauge à contre jour
- Relever immédiatement la graduation où le produit a un aspect granuleux en particulier là où sur 3 millimètres il y a au moins cinq particules visibles

La mesure doit être faite immédiatement après l'étalement sinon l'évaporation du solvant faussera les résultats.

5. Les résultats

Indiquer la finesse obtenue

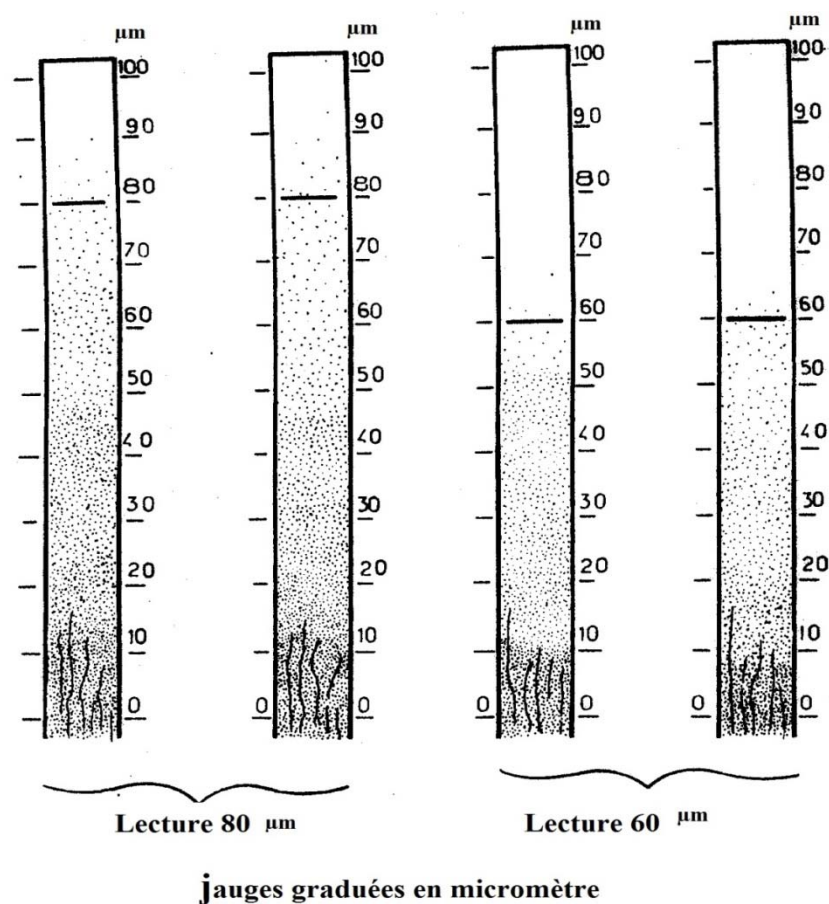


Figure II.8: *gauge graduées de micromètre*

II.5 Extrait sec a poids constant

1 .Objet

Cette méthode consiste à déterminer l'extrait sec à poids constant des MP, SF et PF.

2. Principe

Déterminer l'extrait sec jusqu'à ce que deux pesées successives accusent une différence de moins de 5 mg.

3. Appareillages et produits

- Coupelles en aluminium ou couvercles de boîtes 1/4
- Etuve
- Balance analytique
- Dessiccateur



Figure II.9: Couvercles



Figure II.10: Etuve



Figure II.11: Dessiccateur

4. Mode opératoire

Cette méthode est applicable dans les conditions suivantes :

- température de l'étuve : $107^{\circ}\text{C} \pm 1$
- temps : 2 heures
- Peser la coupelle, soit M_1
- Peser environ 1 g à 0,0001 mg près de produit probablement homogénéisé
- Peser soit M_2
- Ajouter 5% de xylène, puis mettre à l'étuve (réglée à 107°C) pendant 2 heures
- Laisser refroidir dans le dessiccateur puis repeser soit M_3

5. Expression des résultats

Les résultats sont exprimés en faisant la moyenne sur deux essais à condition que ceux-ci ne diffèrent pas de plus de 1%.

$$M3 - M1$$

$$ES = \frac{\quad}{M2 - M1} \times 100$$

II.6. Pouvoir d'adhérence

1. Objet

Cette méthode permet de déterminer le comportement d'un film de peinture ou de vernis après incision en quadrillage.

2. Principe

La méthode consiste à déterminer le degré d'adhérence d'un film sec de peinture ou de vernis selon une notation de 0 à 5.

3. Appareillages et produits

- Peigne 1 mm ou 2 mm
- Ruban adhésif normalisé ASTM D 1000
- Plaque d'acier 180 x 80 x 0,8 mm

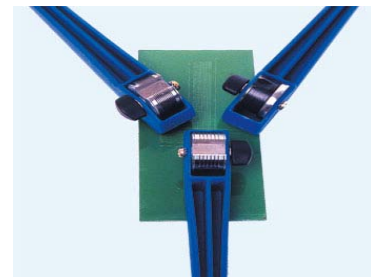


Figure II.12: *Peigne*

4. Mode opératoire

- Le revêtement ou le système complet à tester doit être appliqué et réticulé dans les conditions normales d'utilisation de ces produits.
- Pour les produits à séchage air, laisser sécher au moins 24 h à température ambiante
- Pour les produits à séchage four, après étuvage, laisser séjourner les plaques peintes à température ambiante pendant 12 h maximum
- Selon le type de peigne utilisé, pratiquer des incisions espacées de 1 ou 2 mm dans un sens puis dans le sens perpendiculaire afin d'obtenir un quadrillage. Il est important que la

pression exercée sur le peigne soit constante et que le feuil soit incisé jusqu'au support ou jusqu'à la couche immédiatement en dessous (dans le cas d'essais d'adhérence entre couches).

- Souffler ensuite sur la partie quadrillée pour éliminer les fines particules qui se sont détachées de l'incision.
- Appliquer une bande ruban adhésif de façon à ce qu'elle colle entièrement sur la partie quadrillée et qu'il n'y ait aucune bulle d'air entre le ruban et le film de peinture.
- Arracher le ruban d'un mouvement rapide et continu.

5. Expression des résultats

Comparer les parties quadrillées après scotchage par rapport aux quadrillages du tableau et noter le classement de 0 à 5.

II.7. Dureté Persoz

1. Objet

Cette méthode consiste à déterminer la dureté Persoz au pendule Persoz d'un film de peinture ou de vernis.

2. Principe

L'essai consiste à déterminer l'amortissement des oscillations d'un pendule reposant sur le film sec à contrôler par deux billes d'acier, de même diamètre faisant partie intégrante du pendule.

3. Appareillages et produits

- Pendule Persoz
- Plaque d'acier 180 x 80 x 0,8 mm



Figure II.13:*pendel persoz*

4. Mode opératoire

- Avant essai, laisser séjourner les plaques peintes pendant au moins douze heures dans un local où la température est de $20\text{ °C} \pm 1$ et l'humidité relative de $65\% \pm 5$
- Fixer la plaque sur la plate-forme dont l'horizontalité a été réglée au préalable à l'aide du niveau à bulle
- S'assurer de la propreté des billes du pendule puis poser celui-ci sur le film à contrôler
- La pointe de l'aiguille du pendule doit se trouver au repos en face de la graduation 0°
- Ramener la pointe de l'aiguille du pendule à la graduation 12° , le lâcher pour déclencher les oscillations du pendule
- Lire le résultat en secondes affiché par le pendule

5. Expression des résultats

Indiquer la dureté Persoz et l'épaisseur moyenne film sec

Chapitre III : Résultats et discussion

I. Introduction

Après avoir exposé dans le chapitre précédent, le mode d'élaboration d'une peinture polyuréthane et présenté les modes opératoires des différents essais programmés pour la caractérisation de cette peinture, le présent chapitre sera consacré à la présentation des résultats et leur discussion.

II. Analyse Rhéologique

II.1. Détermination de la viscosité Brookfield

Elle est déterminée selon la norme ISO 2884-1.

La viscosité c'est la résistance d'un liquide à l'écoulement laminaire à une température déterminée. pour sa détermination, on a utilisé un viscosimètre de type Brookfield.

La formule de la viscosité de Brookfield est donnée par:

$$\text{Lecture} * \text{facteur} = \text{viscosité en poise}$$

La mesure de la viscosité a été faite par la tige N°2 et la vitesse 2, on obtient la lecture= 48 d'après le tableau on trouve le facteur = 1k.

$$48 * 100 = 480 \text{ poise}$$

Interprétation des résultats

En comparant ces résultats à ceux d'autres peintures telles que *Glyfer économique* $v=150$ poise, *Gylac2000 noir* $v=90$ à 110 poise ainsi que le *Styralin gris*, on constate que la peinture polyuréthane est très visqueuse.

II.2. Mesure de densité, Extrait sec (ES)

Les mesures de densité, extrait sec ont été réalisées sur la peinture polyuréthane à l'état liquide et selon les normes (NF EN 1097-6, ISO 3251),

Les résultats sont exprimés en faisant la moyenne sur trois essais à condition que ceux-ci ne diffèrent pas de plus de 2%, dont les résultats sont reportés dans le tableau suivant :

Tableau III.2: *Caractérisations spécifiques préliminaires de peinture polyuréthane*

Caractéristiques	Formule utilisée	Valeurs moyennes	Discussion
La densité (D)	$D = \frac{M_2 - M_1}{V}$	1,34 g/ml	On peut dire que notre produit est conforme à la norme, et aussi que les produits utilisés dans ce travail sont conformes aux spécifications.
Extrait sec (ES)	$ES = \frac{M_3 - M_1}{M_2 - M_1} \times 100$	64,00 %	On peut dire que notre peinture contient vers 64% de peinture sec, le reste, ce sont des solvants qui s'évaporent après chauffage dans l'étuve à 105°C.

III.3.La finesse

Tableau III.3: *Caractérisation spécifiques de peinture polyuréthane*

Caractéristiques	Valeurs moyennes	Discussion
La finesse	7,5	D'après le résultat obtenu, on remarque que la valeur de 7,5 respecte l'échelle Hegman qui s'étend entre 0 et 8, et plus la valeur est élevée, plus les particules sont petites. Donc, notre présente une bonne finesse.

III.4. La Teinte, Pouvoir d'adhérence

Elle est déterminée selon la norme ISO 2409, NFT30-038, ASTM 3359

Les résultats des tests ou caractérisations spécifiques aux peintures sont résumés dans le tableau ci- dessous :

Tableau III.4: *Caractérisations micaniques de peinture polyuréthane*

CARACTERISTIQUES	VALEURS
Teinte	Blanc
Pouvoir d'adhérence	Après Comparaison des parties quadrillées après scotchage par rapport au quadrillage du tableau 1 (<i>annexe..</i>), les bords des incisions sont parfaitement lisses : aucun des carres des quadrillages ne s'est détaché. C'est à dire il correspond au classement 0.

III.5. La dureté de persoz

Elle est déterminée selon la norme ISO 2815.

La peinture polyuréthane est appliquée en un film de 200µm d'épaisseur, les applications s'effectuent sur plusieurs plaques métalliques, les films sont ensuite soumis au test de la dureté de Persoz,

Tableau III.5: *Caractérisations spécifique au film de peinture polyuréthane*

Caractéristiques	Valeurs moyennes	Discussion
La dureté en (Secondes)	320 secondes	On peut dire que la peinture est dure et aussi rigide, c'est parmi les propriétés principales de résine polyuréthane.

Conclusion

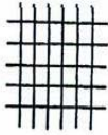

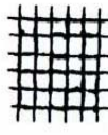


Le champ d'utilisation des polyuréthanes est devenu de plus en plus vaste. Ceci, est dû aux diverses propriétés acquises par ce polymère et surtout ses excellentes propriétés (dureté, souplesse, résistance du film à l'usure et aux fluides, stabilité chimique et sa bonne résistance aux rayonnements ultraviolets, à la température et à l'humidité).

La caractérisation préliminaire de la peinture par mesure de la viscosité, densité, extrait sec et le taux de cendre de la peinture polyuréthane nous a permis de dire que les produits utilisés dans ce travail sont conformes aux spécifications de la peinture et son domaine d'utilisation, et aussi le produit final obtenu qui est la peinture pour une finition polyuréthane est conforme aux normes et aux spécifications

Annexe

Annexe

Tableau 1. : Classification du pouvoir d'adhérences de 0 à 5 selon la norme (ISO 2409, NFT30-038, ASTM 3359)

Classification	Description	Surface de la partie quadrillée pour laquelle un écaillage s'est produit (Exemple pour six incisions)
0	Les bords des incisions sont parfaitement lisses ; aucun des carrés du quadrillage ne s'est détaché.	
1	Détachement de petites écailles du revêtement aux intersections des incisions, qui représente environ 5 % de la partie quadrillée.	
2	Le revêtement s'est détaché le long des bords ou aux intersections des incisions, et représente nettement plus de 5 % jusqu'à environ 15 % de la partie quadrillée.	
3	Le revêtement s'est détaché le long des bords des incisions en partie ou en totalité en larges bandes ou s'est détaché en partie ou en totalité en divers endroits des quadrillages. La surface détachée représente nettement plus de 15 % jusqu'à environ 35 % de la partie quadrillée.	
4	Le revêtement s'est détaché le long des bords des incisions en larges bandes ou quelques carrés se sont détachés en partie ou en totalité. La surface détachée représente nettement plus de 35 % jusqu'à environ 65 % de la partie quadrillée.	
5	Tous les degrés d'écaillage qui ne peuvent pas être classés selon la classification 4.	

Références bibliographiques

- 1- R.Perrin, J.P.Scharff; Chimie industrielle; Dunod, Paris, 1999.
- 2- M. Bourdjiba; Contribution à l'amélioration de la qualité d'une peinture, Elaboration, caractérisation de résines opaques; mémoire de magister, unv Guelma, 2002.
- 3- S.Bouzeboucha, H. Fisli, Etude de la plastification interne du polyvinyle acétate (PVA) pr la réaction de polymérisation radicalaire en chaîne, mémoire d'E.U.A; Guelma, 1999.
- 4- JEAN CLAUDE LAOUT – protection et décoration par peinture, Techniques de l'ingénieur, traité Plastiques et Composites, M 15 05, 36 pp.
- 5- R.M. Silverstein, G.C Basler, T.C Morill; Identification spectrométrie de composés organiques; Paris; 1998.
- 6- S.Platel, R.Gillard; Technologie de la peinture; Paris, 1983.
- 7- B.Cabane, S.Hénon; Liquide: solution, dispersions, émulsions, gels; Paris; édition Belin 2007.
- 8- P.GRANDOU, P PASTOUR“ peintures et vernis“ Tomes 1 et 2,1988.
- 9-MISEV, T.A.; Nouveaux développements dans le domaine des liants pour émulsion, hauts extraits secs et peintures en poudre susceptibles de satisfaire aux exigences de la future directive COV de la CEE; Double Liaison - Physique, Chimie et Economie des Peintures et Adhésifs, 490-491, 16-24 (1997).
- 10- E.N.A.P; Chimie générale des résines et émulsions; Manuel industriel, 2003.
- 11-J.NIEMANN; Progress in Organic Coatings; 21; 189-203; (1992)

Introduction

Chapitre I

Etude bibliographique

Chapitre II

Matériels et méthodes

Chapitre III

Résultats et discussion

Conclusion

Références bibliographiques

Annexe

Résumé :

Ce travail a été effectué à l'entreprise de l'ENAP de Lakhdaria, son but est la fabrication d'une peinture polyuréthane, en suivant un processus de fabrication bien défini. Premièrement, la préparation du mélange de poudres et liquides à l'aide d'un réacteur.

Après de préparer la peinture polyuréthane, elle se passe pendant une heure dans le broyeur et on fait l'analyse de la finesse jusqu'à leur maturité, puis le refroidissement. La peinture fabriquée a subi des analyses différentes afin de prouver sa bonne qualité : viscosité brookfield, viscosité croup ford, l'extrait sec, densité, pouvoir d'adhérence. Tous les résultats obtenus montrent que le produit fabriqué par l'entreprise sont conformes aux normes exigées.

Mots clés : peinture polyuréthane, analyse de contrôle, ENAP.

موجز:

وقد تم تنفيذ هذا العمل في شركة ENAP في الأخصرية، والغرض منه هو تصنيع طلاء البولي يوريثين، بعد عملية تصنيع محددة جيدا. أولا، إعداد خليط من مساحيق والسوائل باستخدام مفاعل.

بعد إعداد الطلاء البولي يوريثين، فإنه يحدث لمدة ساعة في طاحونة ويتم تحليل الجودة حتى تنضج، ثم التبريد. خضع الطلاء المصنعة تحليلات مختلفة لإثبات جودتها: اللزوجة بروكفيلد، اللزوجة كورب فورد، استخراج الجافة، والكثافة، وقبضة السلطة. جميع النتائج التي تم الحصول عليها تبين أن المنتج المصنعة من قبل الشركة يتوافق مع المعايير المطلوبة.

الكلمات الرئيسية: البولي يوريثين الطلاء، وتحليل التحكم، ENAP.

summary:

This work was carried out at the ENAP company in Lakhdaria, its purpose is the manufacture of polyurethane paint, following a well-defined manufacturing process. First, the preparation of the mixture of powders and liquids using a reactor.

After preparing the polyurethane paint, it takes place for an hour in the grinder and the analysis of the finesse is done until they mature, then cooling. The manufactured paint underwent different analyses to prove its good quality: brookfield viscosity, ford croup viscosity, dry extract, density, grip power. All the results obtained show that the product manufactured by the company complies with the required standards.

Keywords: polyurethane paint, control analysis, ENAP.