



République algérienne démocratique et populaire

Université Akli Mohand Oulhadj

BOUIRA



Institut de Technologies

Rapport de soutenance

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

Génie chimique

THÈME :

**Etude de la fabrication de
Polyvinyle acrylique(PVA)**

Réalisé par

SADAoui Mohamed Rédha

Encadré par

• Mr KARABGHLI Abdelrahman

Année : 2017 / 2018

Remerciements

Le présent travail a été élaboré au sein de l'ENAP d'Alger.

Je tiens à remercier sincèrement **M^r. KARABAGLI** en tant qu'encadreur de mon mémoire pour sa générosité et sa grande patience dont il a su faire preuve malgré ses charges académiques et professionnelles.

Mes remerciements s'adressent également à mon Co-encadreur **Mme KIZZI** qui s'est toujours montré à l'écoute et très disponible tout au long de la réalisation de ce travail ainsi pour l'inspiration, l'aide et le temps qu'il a bien voulu me consacrer.

Je voudrais également remercier et exprimer mon profond respect à Mes parents, ma famille, mes amies et l'ensemble du personnel de l'unité et mes vifs remerciements vont également aux membres du jury qui ont accepté d'examiner mon travail et de l'enrichir par leurs propositions

Enfin, je tiens également à remercier toutes les personnes qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Sommaire

Remerciements.....	2
Résumé.....	5
Chapitre I : Présentation de l'entreprise.....	9
1) Entreprise Nationale des Peintures (ENAP) :.....	10
2) Organigramme de l'unité Oued Samar :.....	12
Chapitre II: Notion générales.....	13
1) Composition d'une peinture :.....	14
1).1 Les liants :.....	14
1).2 Les pigments :.....	14
1).3 Les solvants :.....	14
1).4 Les additifs :.....	14
1).5 Les charges :.....	14
2) Généralités sur les polymères :.....	15
2).1 Définition et types des Polymères :.....	15
2).2 Les monomères :.....	15
2).3 La Réaction de Polymérisation :.....	15
2).3.1 - Définition :.....	15
3).1 Les tension actifs :.....	16
3).1.1- Définition :.....	16
3).1.2 - Les types des tensions actifs :.....	16
3).1.3 - Mode d'action des tensions actives (Les émulsion) :.....	17
4).1 Les catalyseurs :.....	18
4).1.1 -Définition :.....	18
4).1.2 - Caractéristiques de l'action catalytique :.....	18
4).1.3 - Les différents types de catalyse :.....	18
Chapitre III:Fabrication de polyvinyle acrylique.....	20
1) Spécification des matières premières :.....	21
1.1- Poly vinyle acétate(AVM) :.....	21
1.2-L'acrylate d'éthyl-2-hexyle :.....	21
1.3-Persulfate de potassium :.....	21
1.4-Persulfate d'ammonium :.....	21
1.5-Hydroxyéthylcellulose :.....	22

1.6-Bicarbonate de sodium :.....	22
1.7-Nonyl phénol Ethoxyle :.....	22
1.8-L'eau :.....	22
2.-Procédé de fabrication du polyacétate de vinyle.....	22
3) Les avantages et les inconvénients de PVA :.....	27
Chapitre IV: Control de qualité.....	28
1. Densité :.....	29
2. Viscosité :.....	30
3. L'extrait sec :.....	31
2) Résultats expérimentaux :.....	32
CONCLUSION GENERAL.....	33
REFERENCES.....	34

Résumé :

Il ressort de l'étude que j'ai réalisée que les polymères sont des composés complexe alliant organique et inorganique. Ils présentent des propriétés particulières du fait de leur méthode de préparation.

Le polymère qui a fait l'objet de nom étude présente des enjeux industriels certains puisqu'il représente un facteur important de la grande industrie de peinture, il permet l'étalement de la peinture en film continu et favorise la liaison entre les différent composant d'une peinture vinylique.

خلاصة:

يتبين من الدراسة انني ادركت ان البوليميرات هي مركبات معقدة تجمع بين العضوية و غير العضوية ولهم خصائص خاصة بسبب طريقة تحضيرهم.

يحتوي البوليمير الذي للدراسة على حصص صناعية معينة حيث انه يمثل عاملا مهما في صناعة الدهانات الكبيرة فهو يسمح بنشر طبقة الطلاء المستمرة و يشجع على الاتصال بين مكونات طلاء الفينيل المختلة للطلاء.

Liste des Figures :

Figure 1 :Direction générale.....	10
Figure 2 : Situation géographique.....	11
Figure 3 : Organigramme.....	11
Figure 4 : Monomère (éthyle en blanc, acide acrylique en orange, maléique en jaune.....	15
Figure 5: Réaction de polymérisation.....	16
Figure 6: Schéma d'une molécule tensioactive.....	14
Figure 7: Agent tension actif	16
Figure 8 :Schéma d'une molécule tensioactif anionique	16
Figure 9: Schéma d'une molécule tensioactif cationique	17
Figure 10: Schéma d'une molécule tensioactif Amphotères(Zwitterionique).....	17
Figure 11: Schéma d'une molécule tensioactif non ionique.....	17
Figure 12: Mode d'action des tensioactives.....	18
Figure 13: Dispersion huile dans l'eau et l'eau dans l'huile.....	16
Figure 14 : Shéma bloc.....	18
Figure 15:Fabrication du PVA assistée par ordinateur	26
Figure 16: Fabrication du PVA assistée par ordinateur	26
Figure 17: Pycnomètre	29
Figure 18: Pycnomètre utilisé à laboratoire	30
Figure 19: Coupe Ford	30
Figure 20: Etuve	31
Figure 21: Plaque métallique.....	32

Liste des tableaux

Tableau 1: Taux de matières premières utilisées dans la polymérisation radicalaire en émulsion.....	23
Tableau 2: Résultats expérimentaux.....	32

Introduction générale

Le développement de génie de procédés au sein des ateliers, ainsi que les demandes industrielles de plus en plus fréquents pour la résolution des problèmes pratiques rencontrés sur les chaînes de production, ou pour la mise au point d'un procédé montrent la nécessité de développer cette discipline.

L'industrie des peintures et vernis est un modèle d'une de ces industries de transformation où son rôle est devenu très important dans la vie moderne, donc il est nécessaire d'intervenir pour la résolution des problèmes pratiques.

Les peintures sont des revêtements composés d'un liant, de liquides, additif, ainsi de pigment et de charge, ayant des effets protectifs et décoratifs. Ils sont appliqués à l'état liquide sur les supports d'application.

Afin d'obtenir le diplôme de licence professionnel en génie chimique j'ai effectué mon stage pratique à l'Entreprise Nationale des Peintures (ENAP) unité de Oued-Smar, dans le département développement et qualité et le département de production (atelier de production de PVA).

Mon travail commence par une introduction générale, il comprend 05 chapitres.

- ❖ Chapitre I : Présentation de l'organisme d'accueil.
- ❖ Chapitre II : Présentation de la zone d'étude.
- ❖ Chapitre III: Estimation des besoins.
- ❖ Chapitre IV : Description de projet.
- ❖ Chapitre V : Vérification de projet de l'adduction.

Enfin je termine par une conclusion générale.

Chapitre I

Chapitre I : Présentation de l'entreprise

1) Entreprise Nationale des Peintures (ENAP) :

C'est une Entreprise Publique Economique qui a pour vocation de base la production des revêtements organiques (peintures, vernis, émulsion Siccatifs et colles).

L'ENAP est composée de six (06) unités de production et deux (02) unités commerciales implantées comme suit :

- Deux unités de production à la wilaya d'Alger (Oued Smar et Cheraga).
- Une unité de production à la wilaya de Bouira (Lakhdaria).
- Une unité de production à la wilaya d'Oran.
- Une unité de production à la wilaya de Mascara (Sig).
- Une unité de production à la wilaya de Souk Ahras.
- Une unité commerciale à la wilaya de Setif.
- Une unité commerciale à la wilaya de Bouira.



Figure1:Direction générale

Afin de développer et consolider ses activités dans les produits de peinture, L'ENAP a son actif un capital d'expérience de plus de 30 années ainsi qu'une capacité de production annuelle de 150 000 tonnes en produits peinture et vernis et 50000 tonnes de semi-finis (résines, émulsions, siccatifs)

L'entreprise nationale des Peinture **ENAP** est issue de la restructuration de la société nationale des industries chimiques(**SNIC**). Cette dernière a été créée en **1968** suite à la nationalisation des sociétés algériennes, son activité a été caractérisée par une politique de

développement dans le sens de la monopolisation des industries des peintures, c'est ainsi que les premiers projets algériens en matière de peinture sont l'œuvre de la **SNIC**.

En **1982** avec la restructuration organique portant référence décret N° **82/417** et **82/422**, a été créée l'Entreprise Nationale des Peintures **ENAP**, jusqu'au **mai 1984**, elle exerçait sa mission sous la tutelle du ministère des industries légères. Le décret n° **84/113** de **mai 1984** a transféré cette tutelle au ministère des industries chimique et pétrochimiques.

Entrant dans le cadre de la réforme économique en **1990** du plan nationale, l'entreprise nationale des peintures a été transformée en société par **EPE/ENAP / SPA** et est passée à l'autonomie le **31 mars 1990** avec un capital de **100** millions de dinars qui est passé en **1995** à **500** millions de dinars algériens répartis sur **5000** action de **100.000** DA chacune détenues en totalité par la société de Gestion des Participation Pharmacie Chimie (**GEPHAC**). Les missions principales de l'**ENAP** se résument dans les points suivants :

- La recherche, le développement et la production des peintures, vernis, encres et émulsion, résines, colles et dérivés.
- La création, l'acquisition, l'exploitation de tout établissement commercial et/ou industriel se rattachant à l'objet ainsi que l'acquisition de tout bien nécessaire à son activité
- L'édification de toute construction en rapport avec l'objet social
- L'exploitation et la mise en valeur de toute licence, brevet nécessaire en relation avec son activité
- La participation à la création d'entreprises nouvelles par voie souscription, fusion, absorption et constitution de groupement

La stratégie actuelle de l'**ENAP** s'articule autour les principaux objectifs suivants :

- Renforcement de sa position sur le marché nationale par la diversification de ses produits et le développement de sa gamme de production dans le sens de l'évolution mondiale de l'industrie des peintures.
- Nouer des relations de partenariat avec des opérateurs économiques de la branche.
- Extension du marché de l'entreprise par le développement des exportations de ses produits.

Grace à sa capacité de production l'**ENAP** couvre les besoins du marché national par ses différents produits qui sont destinés aux divers secteurs d'activités.

- Peinture pour bâtiment.
- Peinture pour carrosserie.
- Peintures et vernis pour bois.
- Peintures anticorrosion.

2) Organigramme de l'unité Oued Samar:

L'unité d'Oued Smar est située au centre d'Oued Smar (figure1) dont l'organigramme est représenté par la figure 2.

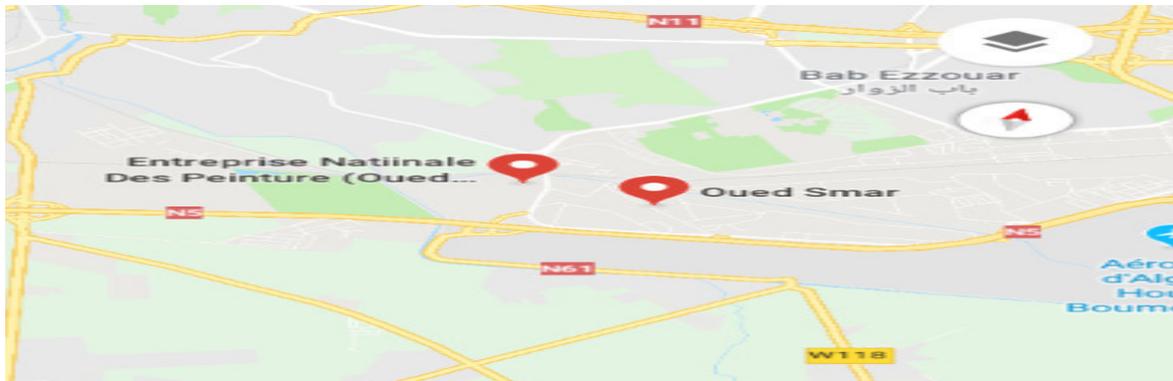


Figure 2 : Situation Géographique

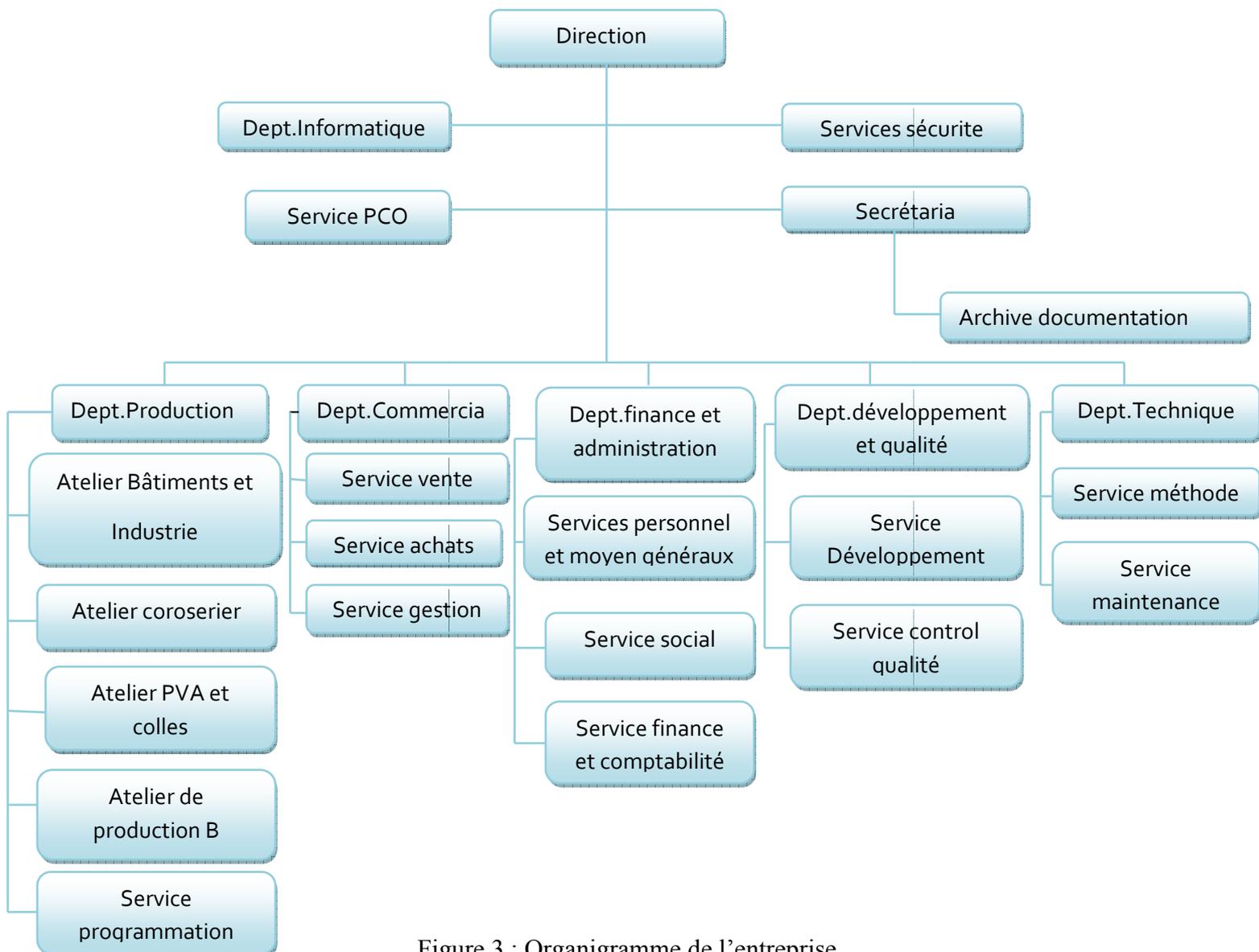


Figure 3 : Organigramme de l'entreprise

Chapitre II

Chapitre 02 : Notions Générales

Une peinture est une composition **liquide** ou **poudre**, colorée et opacifiante qui a la propriété principale de passer de l'état liquide à l'état solide dans un certain laps de temps. La pellicule posée épouse la forme du support y adhère fortement et contribue à la décoration de ce dernier.

1) Composition d'une peinture

La peinture est composée essentiellement de liants, des pigments, de solvants, de charges et d'additifs.

1).1 Les liants

Les liants sont des substances macromoléculaires naturelles ou synthétiques solides ou liquides solubles dans des nombreux solvants organiques. Ils permettent l'étalement de la peinture en film continu et favorisent la liaison entre les pigments.

1).2 Les pigments

Un pigment de peinture est sous forme d'une poudre de fine particules diffuse la lumière du spectre visible ce qui donne l'effet de blanc, ou qui absorbe certaines longueurs d'ondes ce qui produit la couleur, ainsi le mélange des pigments détermine la couleur souhaitée de la peinture.

1).3 Les solvants

Ce sont des composés organiques liquides volatils qui servent à rendre la peinture assez fluide pour s'étaler facilement. Le solvant s'évapore lors de séchage de la peinture. Les solvants sont classés selon leur degré de volatilité en solvant lourd, léger, moyen.

1).4 Les additifs

Les additifs se sont des substances qu'on introduit à faibles doses dans les peintures pour obtenir certaines propriétés qui sont : La fluidisation, L'épaississement, action conservatrice particulières. A titre exemple nous avons

- ❖ Le siccatif.
- ❖ L'anti moule.
- ❖ Les épaississants.

1).5 Les charges

Les charges généralement sont des substances minérales en poudre insolubles dans le milieu de suspension, utilisé pour des raisons économiques et techniques particulières. Elles se distinguent des pigments par leurs pouvoirs colorant et opacifiant faible.

2) Généralité sur les polymères

a) Définition et types des Polymères

On appelle polymère une grande molécule constituée d'unités fondamentales appelées monomères (ou motifs monomères) reliées par des liaisons covalentes.

Les polymères peuvent être d'origine naturelle (animale ou végétale) ou d'origine synthétique. Les macromolécules naturelles sont les caoutchoucs, les polysaccharides, le glycogène, l'ADN, les protéines... Les macromolécules synthétiques sont représentées par exemple par le polyéthylène, le polypropylène, le polystyrène, le PVC, le PTFE, les polyester, les polycarbonates, les polysiloxanes, les polyamides...

On divise les polymères en deux catégories :

- Les polymères d'addition, obtenus par l'enchaînement d'un grand nombre de molécules monomères, si ces molécules sont identiques on obtient un homopolymère, par contre si les monomères sont différents (en général deux) on obtient un copolymère.
- Les polymères de condensation, obtenus par la condensation d'un grand nombre de molécules, cette réaction s'effectuant avec l'élimination d'une petite molécule, en général l'eau

b). Les monomères

Un monomère est un composé constitué de molécules simples pouvant réagir avec d'autres monomères pour donner un polymère. Contrairement au polymère, un monomère a une faible masse moléculaire (figure 4).

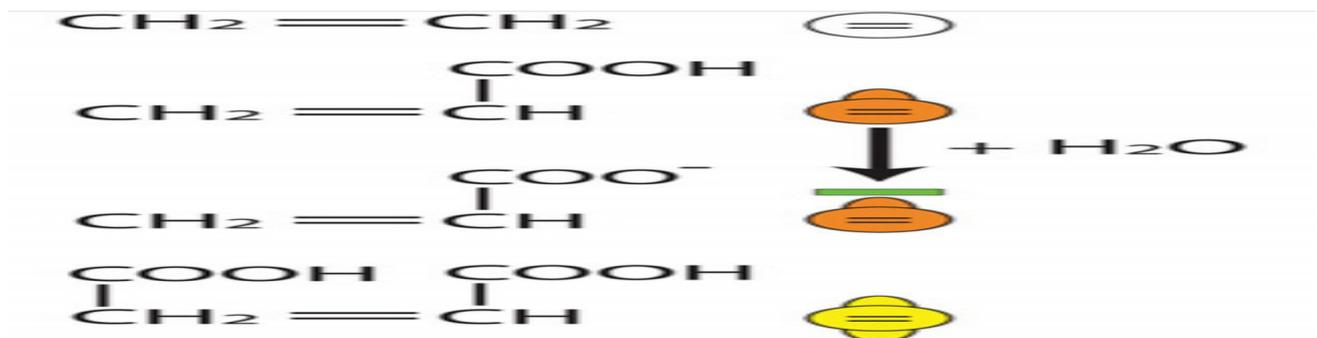


Figure 4: Monomère (éthyle en blanc, acide acrylique en orange, maléique en jaune).

c). Polymérisation

c).1- Définition

La polymérisation est la réaction qui, à partir des monomères, forme en les liants des composés de masse moléculaire plus élevée, les polymères ou macromolécules. Les noyaux des monomères sont le plus souvent constitués d'un atome de carbone (molécules organiques) ou d'un atome de silicium (polymères siliconés) [1].

Par une autre définition c'est une réaction entre les monomères pour former un produit final appelé polymère [2] (Figure 5).

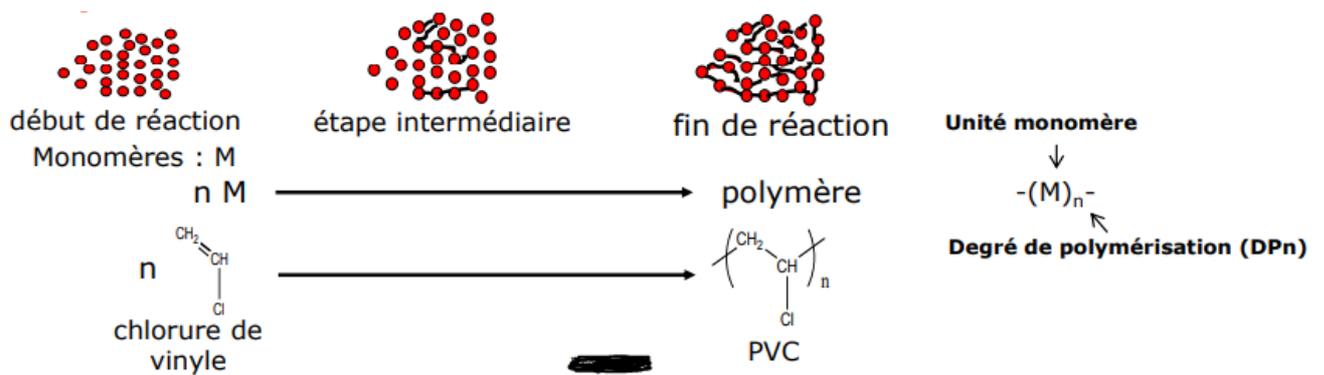


Figure 5 : Réaction de polymérisation avec un exemple

d) Les tension actifs

d).1- Définition

Les **tensioactifs** sont des substances solubles dans l'eau et ayant la propriété de se concentrer, de s'agréger aux interfaces entre l'eau et d'autres substances peu solubles dans l'eau, les corps gras notamment. (Figure 6,7) [3].

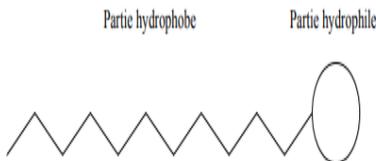


Figure 6 : Schéma d'une molécule tensioactive

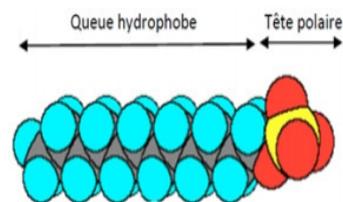


Figure 7: Agent tension actif

d).2- Les types des tensioactifs

d).2.1- Les tension actifs Anioniques

Les tensions actives sont historiquement les premières tensions actifs utilisées sous forme de savon. Ce sont des sels d'acides carboxylique $R-COO^- M$, résultant de la saponification de triglycérides d'origine végétale ou animale (figure 8) [4].



Figure 8 : Schéma d'une molécule tensioactif anionique

d).2.2-Les tension actifs Cationiques

Les tensions actives cationiques sont caractérisées par une partie hydrophile chargée positivement (figure 9). Le plus souvent ce sont des sels d'ammonium quaternaire tri méthyle ou des sels pyridinium [4].



Figure 9: Schéma d'une molécule tension actif cationique

d).2.3- Les tensioactifs Amphotères (zwitterionique)

Les tensions actives Amphotères possèdent sur la partie hydrophile une charge positive et une charge négative (figure 10). Ce type de tension actif peut alors devenir cationique ou anionique selon le PH de la solution dans laquelle ils sont solubles [4].

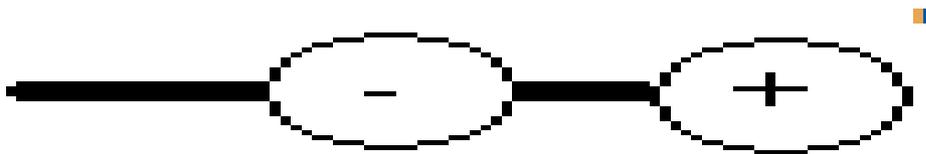


Figure 10 : Schéma d'une molécule tension actif Amphotères (Zwitterionique)

d).2.4- Les tensions actives Non ionique (figure 11)



Figure 11 : Schéma d'une molécule tension actif non ionique

d).3- Mode d'action des tensioactifs (Les émulsions)

Aux interfaces eau-matière grasse, les tensioactifs se concentrent, leur partie lipophile s'immergeant dans le corps gras et leur partie hydrophile dans l'eau. Ces agrégats de molécules de tensioactifs ainsi formés s'appellent des micelles.

Par exemple pour la dispersion Eau/Huile, deux types d'émulsion sont à distinguer les émulsions directes (huile dans l'eau) et émulsions indirectes (l'eau dans l'huile). Le terme émulsion est caractérisé d'une dispersion stabilisée par la présence d'un agent amphiphile se plaçant à l'interface eau/huile [3].

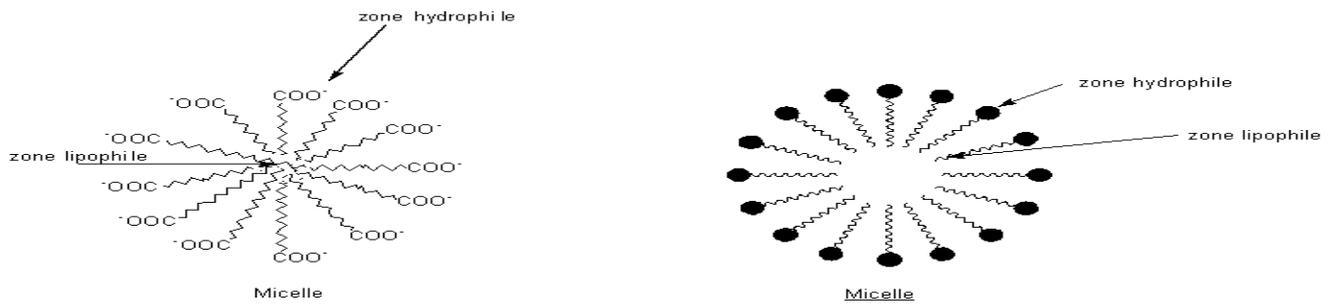


Figure 12: Mode d'action de tensions actives.

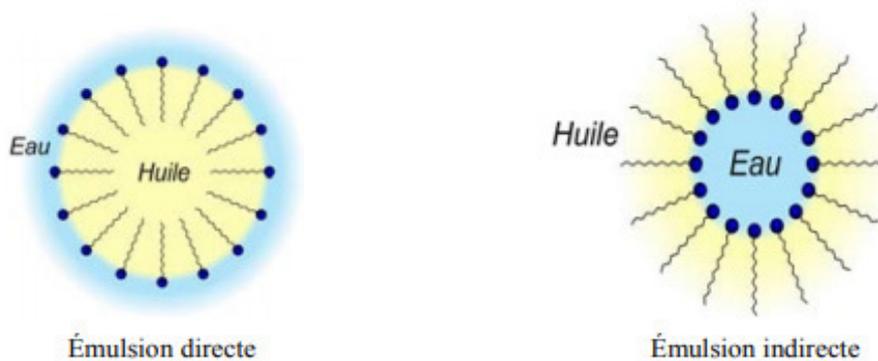


Figure 13 : Dispersion huile dans l'eau et l'eau dans l'huile, stabilisée par les tensioactifs

e) Les catalyseurs

e) 1-Définition

Un catalyseur est une espèce qui accélère une réaction et que l'on retrouve non transformée chimiquement en fin de réaction. Il ne figure pas dans l'équation de la réaction qu'il catalyse. Son action sur une réaction s'appelle une catalyse de cette réaction [6].

e).2- Caractéristiques de l'action catalytique

- Non consommé dans la réaction.
- Il peut être recyclé, agit en quantité très faible.
- Il ne modifie pas les conditions thermodynamiques mais seulement cinétiques.
- La catalyse est sélective : on peut accélérer sélectivement une réaction quand plusieurs réactions sont possibles.

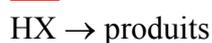
e).3- Les différents types de catalyse

e).3.1- Catalyse homogène (catalyse acide et basique)

Lorsque le catalyseur appartient à la même phase que les réactifs.

➤ Catalyse acide

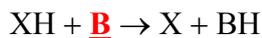
→ L'étape clé est le transfert d'un proton H^+ du catalyseur HA au substrat X :



HA : catalyseur

➤ **Catalyse basique**

→ L'étape clé est le transfert d'un proton H⁺ du substrat XH à une base B :



X → produits

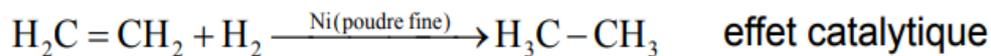
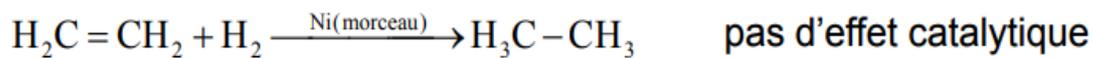
B : catalyseur

e).3.2-La catalyse hétérogène

➤ Catalyseur : solide

→ La réaction a lieu à la surface du catalyseur solide

Exemple :



➤ La réaction est d'autant plus rapide que la surface du catalyseur est plus grande (poudres, fils métalliques, dépôts pulvérulents sur un support, matériaux poreux).

e).3.3-La catalyse enzymatique

Protéine ou acide nucléique qui contient un site actif où se fixe le substrat (réactif) et où s'opère sa transformation en produit [5].

Chapitre III

Chapitre III : Fabrication Polyvinyle Acrylique

1) Spécification des matières premières

1.1- Poly vinyle acétate(AVM)

L'acétate de vinyle à température ambiante est un liquide incolore fortement diélectrique miscible à la plupart des solvants organiques mais pas avec l'eau.

On peut obtenir l'acétate de vinyle par trois méthodes à partir de l'acétaldéhyde et d'anhydride acétique, d'éthylène et acide acétique et à partir d'acétylène et l'acide acétique.

Un azéotrope existe avec l'eau de température d'ébullition à pression atmosphérique égale à 66C° et contenant 7.3% d'eau en masse [1].

L'acétate de vinyle non stabilisée polymérisé en macromolécule linéaire suivants un mécanisme radicalaire.

Il forme aussi des copolymères avec de nombreux autres monomères tels que l'acétate d'éthyle-2-héxyle sous l'action des radicaux libres afin de produire le polymère poly acétate de vinyle peut être stable soit par l'hydroquinone ou soit par un autre inhibiteur [1].

1.2-L'acrylate d'éthyl-2-hexyle

L'acrylate d'éthyl-2-hexyle c'est un liquide incolore de mauvaise odeur, très toxique, non volatil provoque facilement des réactions d'addition avec de nombreux composés organiques et inorganiques, avec un fort dégagement thermique ce qui lui permet d'être facilement polymérisable. En particulier, la vitesse de polymérisation des acrylates d'éthyle augmente très vite avec la température et les polymérisations de ces esters peuvent devenir explosives si les masses en cours de polymérisation sont importantes [2].

L'acrylate d'éthyle-2-hexyle est un produit d'une grande souplesse, d'emploi particulièrement adapté à la formation des copolymères de poly acétate de vinyle utilisés comme liants dans les peintures en émulsion[2].

1).3-Persulfate de potassium

C'est des cristaux à blanc, inodores, il est utilisé comme un catalyseur dans la réaction de polymérisation, le persulfate de potassium joue le rôle d'un initiateur de la chaîne par sa décomposition en radicaux libre sous l'effet de la chaleur, Il augmente aussi la vitesse de la réaction [3].

1.4-Persulfate d'ammonium

C'est des cristaux blancs, il est utilisé comme un initiateur pour la polymérisation radicalaire des monomères ainsi que pour l'oxydation du grand agent dans plusieurs applications [3].

1.5-Hydroxyéthylcellulose

C'est une poudre blanche, facilement soluble dans l'eau froide ou chaude, son nom commercial est NATROSOL 250, donnant des solutions de viscosité variée. Chimiquement, c'est un polymère ionique, dérivé de la cellulose possédant une longue de chaîne courte à très longue, qui a été étherifiée avec un groupement hydroxéthyl pour obtenir des propriétés optimales. L'hydroxyéthylcellulose est utilisé pour modifier la viscosité et la rhéologie, comme colloïde protecteur, stabilisant, agent de suspension et de rétention d'eau, ainsi il assure une dispersion régulière des gouttelettes des monomères et empêche leur coalescence pendant le processus de polymérisation.

1.6-Bicarbonate de sodium

C'est une poudre blanche inodore, est utilisée comme un régulateur de PH dans la préparation de l'émulsion, son rôle principale est de neutraliser le milieu.

1.7-Nonyl phénol Ethoxyle

C'est un liquide transparent visqueux, sans odeur spécifique, c'est une tensioactif non ionique, il est utilisé comme émulsifiant spécifiquement adopté pour la polymérisation de l'acétate de vinyle, son nom commercial est HELMOL.

1.8-L'eau

L'eau joue le rôle de solvant pour certains composés et de milieux dispersants pour d'autres. C'est un solvant relativement bon marché et non polluant qui permet entre autre d'absorber la chaleur dégager par les réactions. L'eau utilisée pour préparer une émulsion doit être déminéralisée pour réduire sa dureté. La dureté d'une eau représente le nombre totales d'atomes de « Ca » et « Mg » qu'elle renferme la présence de ces dernier réduits l'efficacité des tensioactifs et l'amorceur de la réaction de polymérisation. C'est le milieu réactionnel, sa quantité dans le réacteur est 50%.

2.2-Procédé de fabrication du poly acétate de vinyle

Le procédé de fabrication pour la préparation du PVA est semi continu, le monomère est incorporé dans le réacteur de façon contrôlée, afin d'obtenir une meilleur distribution l'émulsion vinylique se fait en deux étapes :

2.2.1- La première étape

Elle consiste à préparer la solution aqueuse. Dans un réacteur semi-continu muni sous agitation moyenne nous versons de l'eau déminéralisée à une température ambiante, lorsque la température de l'eau atteint 45C° nous ajoutons le colloïde protecteur(NATROSOL), puis à une élévation de température qui est égale à 50C° nous additionnons le régulateur de PH (bicarbonate de sodium).

Nous terminons cette étape par l'ajout des tensioactifs anionique et non ionique quand la température du milieu atteint 55C°.

2).2.2-La deuxième étape

Une fois la température de la phase aqueuse atteint 60C° nous ajoutons la première quantité de solution de catalyseur (persulfate de potassium ou d'ammonium) pour amorcer la

polymérisation, lorsque la température atteint 65C°, 10% du monomère (AVM et acrylates d'éthyle-2-hexyle) sont ajoutés en petites quantités pour éviter chute de température et l'apparition de mousse.

Quand les 10% des monomères sont terminés on augmente le chauffage jusqu'à 82C° à 86C° à cette température nous versons les 90% des monomères restant avec un débit constant pour avoir un temps d'addition environ 4h. Pendant cette période nous ajoutons la solution de catalyseur en petites quantités toutes les 5 minutes, la température de mélange réactionnel est comprise entre 78C° et 86C°.

A la fin de la réaction nous ajoutons la solution de catalyseur final et nous laissons refroidir jusqu'à 45C°.

Tableau 1: Taux de chaque matières premières utilisées dans la polymérisation radicalaire en émulsion.

Les matières premières	Taux(%)
Eau déminéralisée	Z
Colloïde protecteur	1.4
Régulateur de PH	0.2
Tension actifs ionique	0.1
Tension actifs anionique	0.8
Catalyseur de l'étape initiation	X
Catalyseur de l'étape propagation	0.15
Catalyseur de l'étape finale	0.06
Monomère AVM	40.5
Monomère acrylates d'éthyle-2-hexyle	6.25
TOTAL	100.00

Le processus de fabrication peut être représenté par un schéma bloc simple (figure

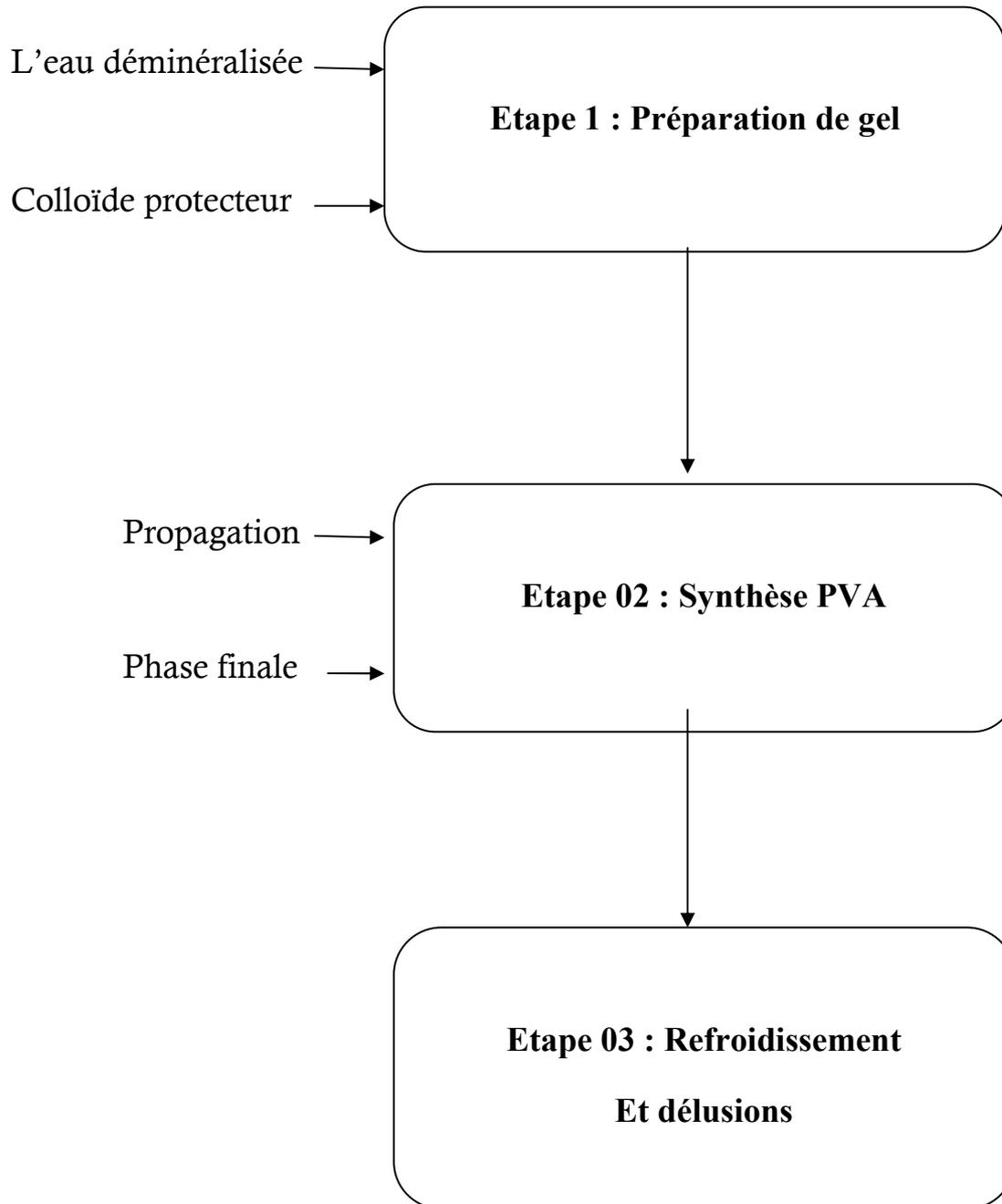


Figure 13 : Schéma bloc

a) Initiation

- Chauffer l'eau de 40 à 50 C°
- Ajouter le colloïde protecteur sous agitation moyenne est on laisse 20 à 30 minutes jusque la dissociation total de colloïde.

b) Propagation

- A 50C° on ajoute le bicarbonate du sodium pour le réglage de PH
- On ajoute deux agents émulsifiant à 55C° réduisant l'agitation pour éviter la formation du mousse (catalyseur).
- On ajoute une solution de persulfate du potassium +Eau à 60C° dans le réacteur
- A 65C° on ajoute les 10% de mélange monomère et on augmente le chauffage lentement et on arrête le chauffage à la vapeur pour obtenir une température de $80\pm 2C^\circ$ à la cour de la réaction à l'intérieur du réacteur et on laisse les 10% réagir de 10 à 12 minutes
- Enfin on rajoute les 90% pendant 4h à débit constant.

c) Phase finale

- A la fin de la réaction on refroidir le mélange de 80C° à 50C° et on fait un control.

✚ Toutes les étapes de fabrication de PVA sont assistées par un micro-ordinateur (Fabrication Assistée par Ordinateur) où est installé avec un logiciel qui nécessite la présence d'un ou deux personnes pour le contrôle et la bonne marche de la fabrication (figure 15, 16)

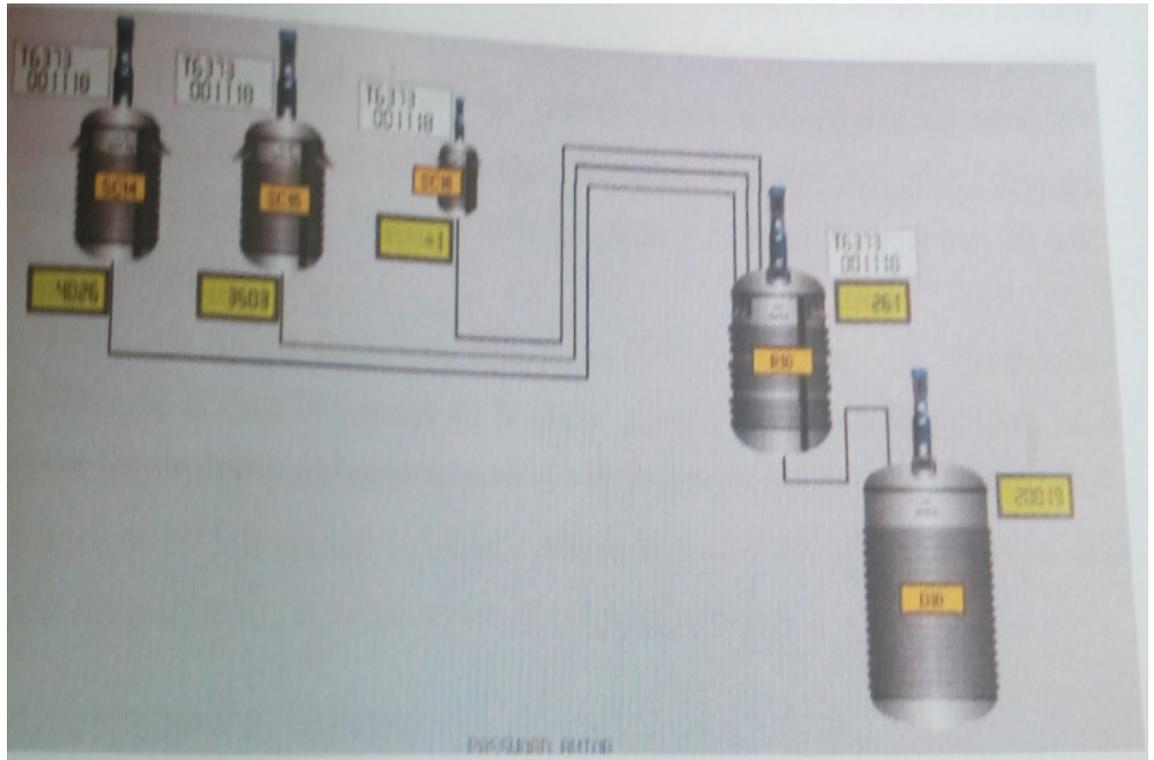


Figure 15 : Fabrication du PVA assistée par ordinateur

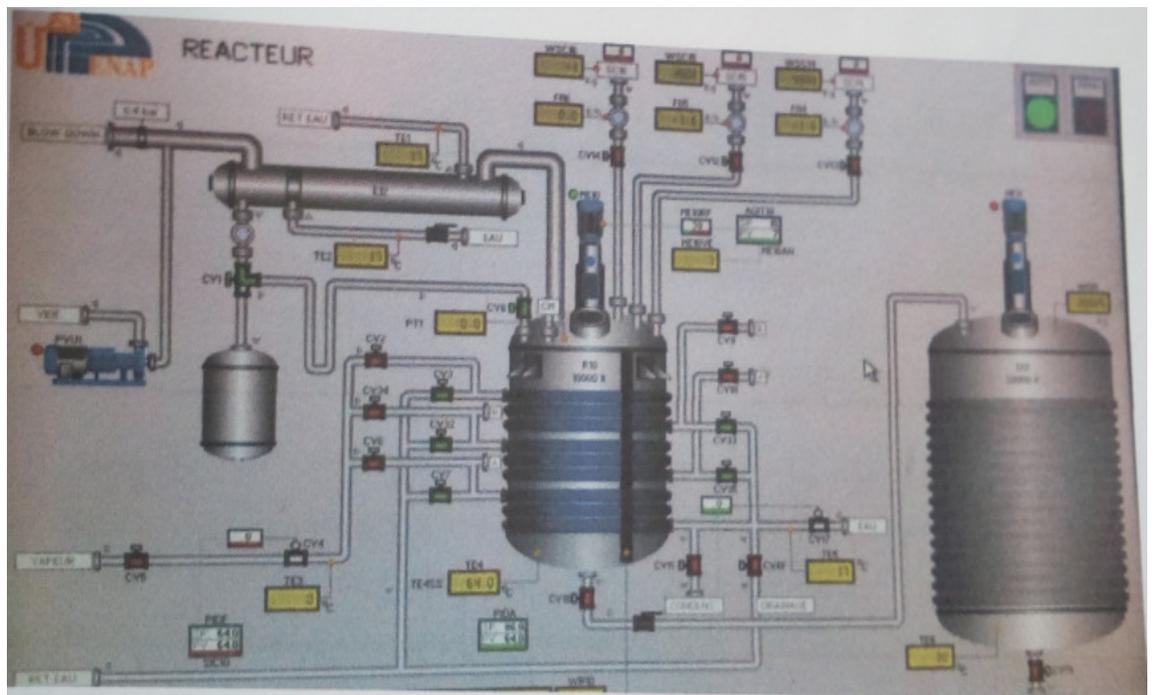


Figure 16 : Fabrication du PVA assistée par ordinateur

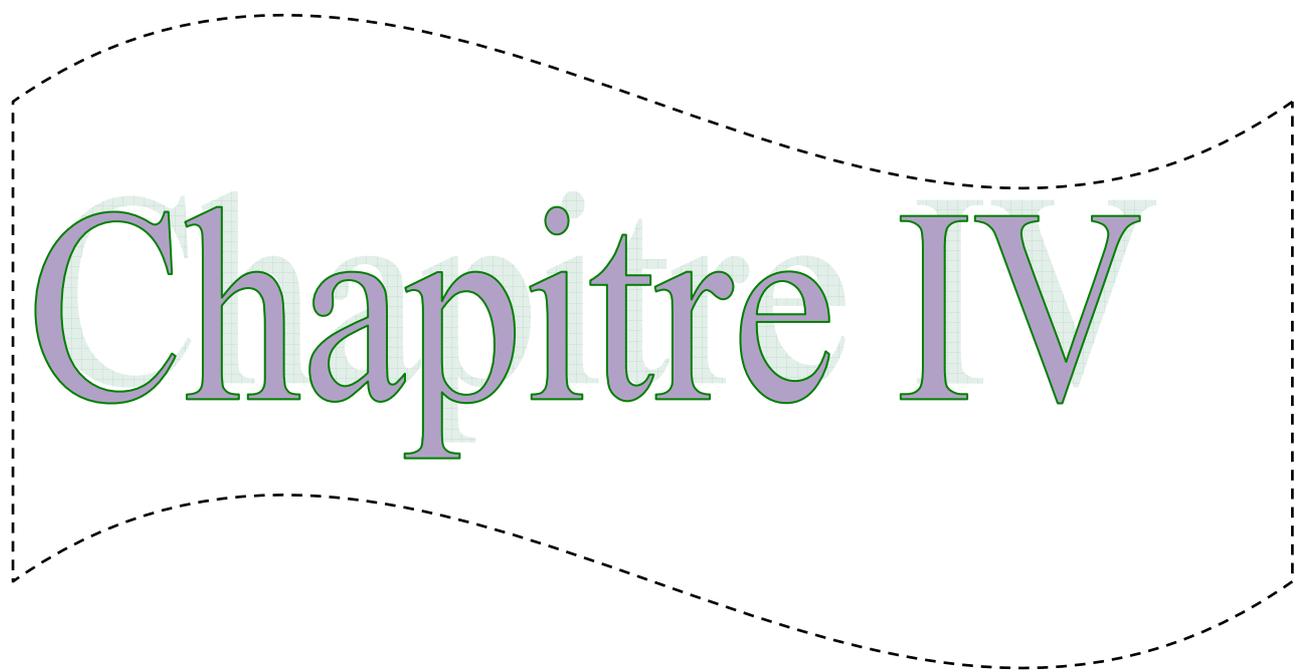
3) Les avantages et les inconvénients de PVA :

3.1- Avantages

Leur principal avantage tient à ce qu'un film résistant à l'eau peut être obtenu simplement par départ de l'eau, entre autre, le fait d'utiliser de l'eau comme milieu volatil permet d'obtenir un prix de revient plus bas que pour les solutions de résines dans les solvants organiques. Enfin on évite de toxicité et d'inflammabilité, et le nettoyage à l'eau du matériel de fabrication est d'utilisation facile.

3.2- Inconvénients

L'inconvénient des dispersions réside dans le fait que leur film retient de petites quantités de colloïdes protecteurs, d'émulsifiants et autres adjuvants utilisés dans leur fabrication de ce fait, les films ne sont pas aussi résistants que ceux que l'on obtiendrait avec une solution de polymère de même masse moléculaire.



Chapitre IV

CHAPITRE IV:CONTROLE DE QUALITE

Le contrôle est une opération destinée à déterminer, avec des moyens appropriés, si le produit ou matières premiers contrôlé est conforme ou non à ses spécifications ou exigences préétablies et incluant une décision d'acceptation, de rejet ou de retouche [9].

Dans l'entreprise ENAP on fait trois control pour la PVA (puisque c'est un produit semi-fini donc il considère comme étant une matière première) sont :

- Densité
- Viscosité
- L'extrait sec

1) Densité

Les mesures de densité des particules de polymère en suspension sont effectuées au moyen d'un Densimètre thermogravimétrique de haute précision qui permet de mesurer une gamme de densité.

1)1 Mode opératoire

On utilise la balance et le pycnomètre pour la mesure de la densité

- peser le pycnomètre nettoyé à vide et relever son poids
- thermostatier le bécher et le liquide d'essai à $20\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$ ($68\text{ °F} \pm 1,0\text{ °F}$)
- remplir le pycnomètre
- mettre le couvercle sans le coincer
- éviter les inclusions d'air
- enlever soigneusement le liquide en excès avec un tissu absorbant
- peser le pycnomètre rempli
- calculer la densité à l'aide de la formule

$$d = \frac{\text{pycnomètre rempli de peinture} - \text{pycnomètre à vide (tare)}}{100}$$

Figure 17 : Pycnomètre



Figure 18 : Appareil de mesure utilisé au laboratoire de l'unité

2) Viscosité

2) 1.Mode opératoire

Dans ce contrôle on utilise la coupe Ford.

- D'abord on prélève un échantillon de PVA.
- En fait nettoyer la coupe et on met le chronomètre à (0)
- On obstrue (généralement avec son doigt) la sortie du fluide de la coupe et nous remplissons la coupe ras le bol
- Pour la mesure on ouvre la sortie (on enlève le doigt) de l'appareil et on démarre le chronomètre en même temps d'ouverture de la sortie. On mesure le temps (s) jusqu'à ce que la coupe soit vide. Pour la conversion poises

1)2.2. Appareillage



Figure 19 : Coupe Ford

1)3.L'extrait sec

Résidu obtenu lors de l'évaporation des matières volatiles d'une prise d'essai de produit dans des conditions de température et de durée déterminées. L'extrait sec en poids est le rapport entre la masse du polymère sèche et la masse de polymère humide.

Pour ce type de contrôle on utilise une étuve ou un four

- D'abord on prélève un échantillon de PVA.
- On allume l'étuve et nous apportons une plaque ou une plaque
- Ensuite on applique notre produit (PVA) sur une plaque métallique ou de verre.
- Enfin on met la plaque dans l'étuve chauffée 90 °C pendant 1h.
- Après 1h on calcule l'extrait selon la relation suivante :

$$\text{L'extrait sec} = \frac{M3-M1}{M2-M1} \times 100$$

Avec :

- M1 : La masse de la plaque vide.
- M2 : La masse de la plaque avec PVA.
- M3 : La masse de la plaque après le chauffage.



Figure 20 : Etuve

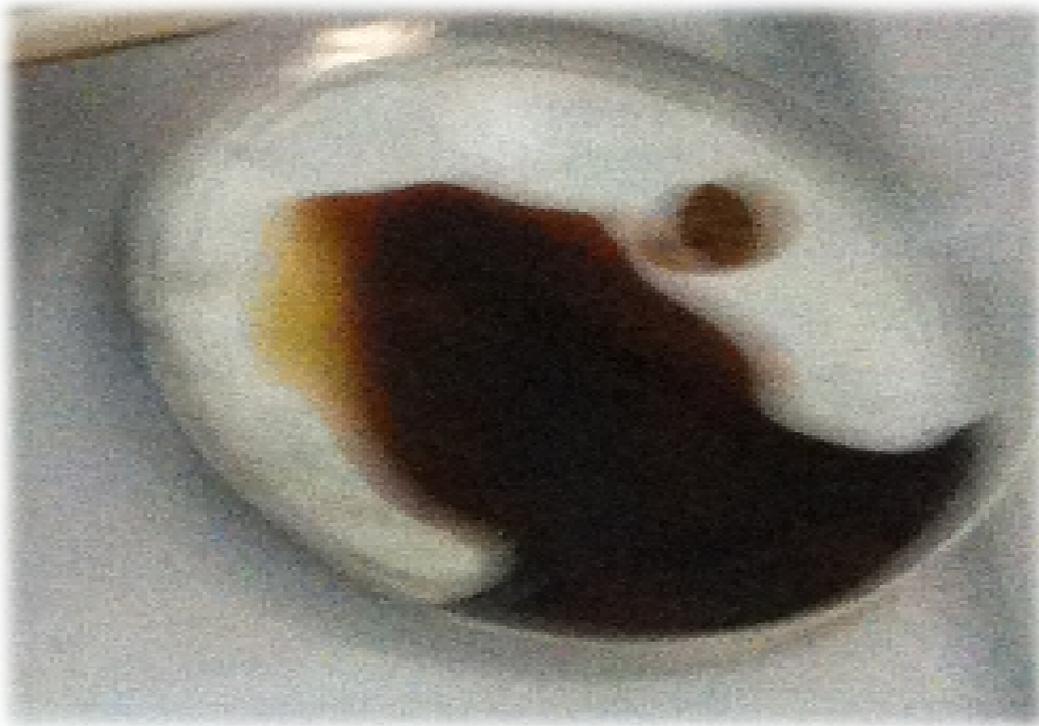


Figure 21: Figure représente la plaque métallique

1) Résultats expérimentaux

Les résultats des trois contrôles que j'ai été fait sont résumés dans le tableau 2.

Tableau 2: Résultats expérimentaux

Paramètres	Fiche Technique	PVA produit au laboratoire	PVA produit en atelier
Viscosité Coupe Ford (Poise)	70 ± 10 Poise	70 Po	80 Po
Densité	1,06 ± 0,05	1,09	1,1
Extrait sec (%)	50 ± 1 %	49 %	50 %

2. Interprétation des résultats

D'après les résultats obtenus, on observe que le polymère produit au laboratoire et en atelier de production présentent des caractéristiques similaires et conformes aux normes de qualité exigées, donc la réaction de polymérisation s'est déroulée correctement

CONCLUSION GENERAL

Durant ce stage pratique j'ai appris beaucoup de choses sur les produits fabriqués par l'ENAP unité de Oued Smar (peinture, vernis...), le procédé de fabrication du PVA et surtout la partie pratique contrôle de qualité au laboratoire qui m'a permis de mieux comprendre les différents contrôles qu'on effectue dans le laboratoire de l'unité.

Références

- [1] La chimie des polymères de la société francophone de Biomatériaux dentaire d'Université Médicale francophone en 2009/2010 (Fichier PDF).
- [2] JULIEN PINAUD sur les polymères (Fichier PDF)..
- [3] Sciences-physiques.ac-Montpellier (Fichier PDF).
- [4] HADJ MOHAMMED Ahmed
Mémoire de master en chimie "Etude des propriétés thermodynamique d'un surfactant"(2013)
- [5] CECILE VANHAVERBEKE,
Chimie-physique. Université JOSEPH FOURIER de Grenoble (2011/2012)
- [6] CALVARIN L.
Technique de l'ingénieur. Acétate de vinyle, Centre Français d'Exploitation (1994).J 6040
- [7] BURRICAND N.
Technique de l'ingénieur. Acrylates, Centre Français l'Exploitation (1993). J 6105
- [8] BOUNARD, LAFON D., MIRAVAL S., PROTOIS J.C. , & SCHNEIDER O.
Fiche toxicologique service technique et médicaux de l'Institut Nationale de Recherche et de Sécurité (2006).
- [9]Alain April, Claude Laporte : Assurance Qualité Logicielle1-concepts de base, Hermes Lavoisier; 2011.