

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université A. M. OULHADJ - Bouira
Faculté des Sciences et des Sciences Appliquées
Département de Génie des Procédés



Mémoire

Présenté par

HADIOUI Khadidja
BENAMMAR Samir

Pour l'obtention du diplôme de

MASTER

Filière : Génie des Procédés
Spécialité : Génie Chimique

**Synthèse et caractérisation d'une résine polyester
insaturé orthophtalique**

Soutenu le : 14/01/2020

Devant le jury composé de:

M _r H. LOUNICI	Professeur, UAMO, Bouira	Président
Mme S. AITALI	MCB, UAMO, Bouira	Examinateur
Mme A. SOUALILI	MAA, UAMO, Bouira	Examinatrice
Mme S. ZIANI	MCA, UAMO, Bouira	Rapporteur

Année Universitaire : 2018/2019

Remerciement

Nous remercions, en premier lieu, notre Dieu qui nous a donné la force, la patience, la volonté et le courage pour achever le présent travail.

Ce travail de recherche réalisé au sein du Laboratoire de l'Unité de Production de Lakhdaria (ENAP) de Bouira représente une expérience enrichissante dans notre parcours universitaire. Cette expérience n'aurait pas pu voir une suite sans l'aide d'une équipe tout entière que nous tenons à remercier tout particulièrement l'équipe de laboratoire de l'ENAP/UPL.

Nous exprimons nos profonds remerciements à notre encadreur M^{me} S. ZIANI pour son orientation et ses précieux conseils, pour l'aide qu'elle a nous apporté et sa disponibilité et surtout pour sa patience et sa sobriété.

Nos remerciements vont également aux membres de jury pour l'honneur qu'ils nous ont fait en acceptant d'examiner et de juger notre modeste travail et de nous avoir consacré leurs temps précieux.

Nous remercions tous les enseignants du département de Génie de Procédés qui ont contribué à notre formation.

En guise de reconnaissance, nous tenons à témoigner nos sincères remerciements à toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin au bon déroulement de notre mémoire.

Enfin, pour achever nos remerciements, ces dernières lignes témoignées avec la plus grande affection, s'adresseront aux membres de nos familles pour leur soutien, leur collaboration, leur compréhension et surtout leur grand amour.

Merci à tous

Dedicaces

Dedicaces

A la mémoire de mes parents,

Ma mère et mon père, les mots ne suffisent pas pour vous remercier assez, je souhaite seulement que j'ai pu réaliser l'un de vos rêves en poursuivant mes études ;

A ma femme qui était toujours présente à mes côtés tout au long de mes études ;

A mes enfants adorés, Sara, Ahmed Yacine et Adem ;

A mes frères et sœurs, chacun à contribuer à sa manière à la réalisation de ce travail ;

A toutes les personnes qui m'ont aidé de près ou de loin en vue de la réalisation de ce travail.

Benammar Samir

Dedicaces Dedicaces

*Avec un énorme plaisir, un cœur ouvert et une immense joie, je dédie
ce mémoire à :*

*Mes très chers parents qui ont été pour moi une source d'amour
et d'encouragements durant toutes ces années d'études ;*

*Mes sœurs Nour, Mouna, Nerges, Ania et en particulier Khaoula
et mon frère Mohamed Moundhire, pour leur amour et leur
encouragement ;*

*Tous mes professeurs, particulièrement notre encadreur
Dr S. Ziani que je ne remercierai jamais assez. Vous serez
toujours en ma mémoire, un symbole de sagesse et de
bravoure ;*

*Mon collègue de travail, Mr S. Benammar, sans oublier
mes chers amis qui m'ont aidé. Merci à eux, à leurs soutiens et
leur compréhension ;*

*Toutes les personnes qui m'ont aidé de près ou de loin en vue de la
réalisation de ce travail.*

Hadioui Khadidja

Sommaire

Sommaire

Liste des abréviations.....	i
Liste des figures.....	ii
Liste des tableaux.....	iv
Introduction générale.....	01

Chapitre I : Présentation de l'ENAP

I.1. Présentation de la société ENAP.....	02
I.2. Capacité de production	05
I.3. Domaines d'activités stratégiques de l'ENAP/UPL	06
I.4. Position sur le marché.....	07
I.5. Innovation et recherche.....	08

Chapitre II : Notions sur les peintures et les résines polyester insaturé

II.1. Généralités sur les peintures.....	09
II.1.1. Définition d'une peinture.....	09
II.1.2. Principaux constituants des peintures.....	09
II.1.2.1. Liants.....	09
II.1.2.2. Pigments	09
II.1.2.3. Charges.....	10
II.1.2.4. Solvants.....	10
II.1.2.5. Stabilisants	10
II.1.2.6. Additifs.....	10
II.1.3. Processus de fabrication des peintures	11
II.1.3.1. Empackage.....	11
II.1.3.2. Broyage.....	11
II.1.3.3. Dilution	11
II.2. Généralités sur les résines polyester insaturé.....	11
II.2.1. Définition des résines polyester insaturé.....	11
II.2.2. Principaux types de résines polyester insaturé	12
II.2.3. Synthèse d'une résine polyester insaturé	12
II.2.3.1. Préparation de prépolymère polyester insaturé.....	12

Sommaire

II.2.3.2. Dilution et copolymérisation Polyester-Styrène	14
II.2.3.3. Procédés nécessaires pour éliminer l'eau du milieu réactionnel.....	16
II.2.3.4. Réactions secondaires.....	16

Chapitre III : Matériaux et techniques de caractérisation expérimentales

III.1. Matières premières de bases.....	17
III.2. Système catalytique	17
III.3. Elaboration de la résine polyester insaturé.....	18
III.3.1. Synthèse du polyester insaturé	18
III.3.2. Durcissement de la résine polyester insaturé.....	19
III.4. Elaborations des éprouvettes de résines	20
III.5. Caractérisation de la résine synthétisée et la résine commercialisée.....	20
III.5.1. Indice d'acide	20
III.5.2. La viscosité	21
III.5.3. La masse volumique	22
III.5.4. L'extrait sec	23
III.5.5. Point d'éclair	23
III.5.6. Coloration Gardner (aspect).....	24
III.5.7. Temps de gélification	24
III.5.8. Test de traction	25
III.5.9. Analyse infrarouge à Transformée de Fourier.....	25
III.6. Mise en œuvre dans le produit fini	26
III.7. Caractérisation de produit fini (Gel Coat blanc)	27
III.7.1. La finesse de broyage	27
III.7.2. Indice de blancheur	27
III.7.3. Essais de quadrillage (adhérence)	28
III.7.4. Indice de brillance	29
III.7.5. Test de pliage conique	30
III.7.6. Résistance au choc	31
III.7.7. Test de stabilité.....	31

Sommaire

Chapitre IV : Résultats et discussion

IV.1. Caractérisation de résines synthétisée et commercialisée.....	32
IV.1.1. Caractéristiques physicochimiques.....	32
IV.1.2. Analyse Infrarouge à Transformée de Fourier.....	34
IV.1.3. Test de traction	35
IV.2. Caractérisations du produit fini.....	37
IV.3. Impact de produit fini (Gel Coat) sur l'environnement	42

Chapitre V : Etude technico-économique de projet résines polyester insaturé

V.1. Analyse du marché des résines polyester insaturé	43
V.1.1. Evolution des importations (2011-2013)	43
V.1.1.1. Détermination des positions tarifaires	43
V.1.2. Evolution globale des importations des résines polyester	43
V.1.3. Répartition des importations par pays d'origine.....	44
V.1.4. Procédures d'approvisionnement en résines.....	44
V.1.5. Demande nationale en résine polyester instauré.....	44
V.1.5.1. Méthodologie d'intervention	44
V.1.5.2. Identification des secteurs utilisateurs	45
V.1.5.3. Coût de matières (année 2014)	45
V.2. Technologies de mise en œuvre et domaines d'application de la résine polyester insaturé	46
V.3. Opportunités et menaces	48
V.4. Conclusion.....	48
Conclusion générale et perspectives.....	50
Annexe	51
Références bibliographiques.....	53

Liste des abréviations

Liste des abréviations

AM	Anhydride maléiques
AP	Anhydride phtalique
CA	Chiffre d'affaire
CIE	Commission Internationale de l'Eclairage
DCPD	Dicyclopentadiène
DTP	Direction des travaux publics
DWI	Ecart de l'indice de blancheur
EMod	Module d'élasticité
ENAP	Entreprise Nationale Algérienne des Peintures
Ia	Indice d'acide
ISO	Organisation Internationale de Normalisation (International Organization for Standardization)
M	Module
OPGI	Office de Promotion et de Gestion Immobilières
PG	Mono propylène glycol
PMEC	Peroxyde de methylethylcétone
Po	Poise
St	Styrène
UP	Polyester insaturé (Unsaturated Polyester)
UPR	Résine polyester insaturé (Unsaturated Polyester Resin)
UPL	Unité de production de Lakhdaria
V	Vitesse
WI	Indice de blancheur (White Indice)

Liste des figures

Chapitre I : Présentation de l'ENAP

<i>Fig. I.1</i> : Localisation de l'ENAP sur le territoire national.....	02
<i>Fig. I.2</i> : Entreprise Nationale Algérienne des Peintures, le siège et l'Unité de Production de LAKHDARIA, ENAP/UPL.....	03
<i>Fig. I.3</i> : Plan de l'ENAP/ Unité UPL, Bouira.....	04
<i>Fig. I.4</i> : Organigramme de l'unité de production de Lakhdaria (ENAP/UPL).....	05
<i>Fig. I.5</i> : Production par gamme en volume (tonnes) en 2018 par l'ENAP/UPL.....	06
<i>Fig. I.6</i> : Schéma de distribution des produits de l'ENAP/ UPL dans le marché Algérien.	07

Chapitre II : Notions sur les peintures et les résines polyester insaturé

<i>Fig.II.1</i> : Réaction de polyaddition, l'addition de glycol sur l'anhydride phtalique.....	13
<i>Fig.II.2</i> : Réaction de polyaddition, l'addition de glycol sur l'anhydride maléïque.....	13
<i>Fig.II.3</i> : Réaction de polycondensation de prépolymère polyester insaturé.....	14
<i>Fig.II.4</i> : Réaction de copolymérisation de polyester insaturé – Styène.....	15

Chapitre III : Matériaux et techniques de caractérisation expérimentales

<i>Fig.III.1</i> : Réacteur de la synthèse.....	19
<i>Fig. III.2.</i> (a) Moule normalisé utilisé pour fabriquer les éprouvettes pour le test de traction, (b) Eprouvettes démoulées.....	20
<i>Fig.III.3</i> : Viscosimètre Brookfield avec les différents mobiles amovibles.....	21
<i>Fig.III.4</i> : Pycnomètre de 50 cm ³	22
<i>Fig. III.5</i> : Appareil point d'éclair et représentation schématique du montage de la coupe d'essai.....	23
<i>Fig. III.6</i> : Comparateur des couleurs Lovibond® 3-Field.....	24
<i>Fig.III.7</i> : Machine d'essais de traction électromécanique de marque Zwick / Z010.....	25
<i>Fig. III.8</i> : Spectromètre à transformée de Fourier.....	26
<i>Fig.III.9</i> : Jauge de finesse de broyage.....	27
<i>Fig.III.10</i> : Spectrophotomètre CM-2500d.....	28
<i>Fig. III.11</i> : Brillancemètre PolyGloss.....	30
<i>Fig. III.12</i> : Mandrin conique.....	30

Chapitre IV : Résultats et discussion

Fig. IV.1 : Aspect huileux : (a) jaunâtre de la résine synthétisée, (b) transparent de la résine commercialisée.....	33
Fig.IV.2 : Suivi de l'indice d'acide en fonction du temps.....	34
Fig. IV.3 : Spectroscopie Infrarouge des résines synthétisée et commercialisée.....	34
Fig. IV.4 : Courbe contrainte/déformation des deux résines polyester insaturé.....	36
Fig. IV.5 : Représentation des coordonnées colorimétriques dans l'espace de la matrice Gel Coat à base de résine synthétisée.....	38
Fig.IV.6 : Les incisions résultantes par le test d'adhérence sur la peinture à base de la résine synthétisée (Gel Coat).....	40
Fig.IV.7 : Résultat du pliage conique de la peinture de Gel Coat à base de UPR synthétisée.....	41
Fig.IV.8 : Le résultat de choc recto/verso sur la peinture Gel Coat à base d'UPR synthétisée.....	41

Liste des tableaux

Chapitre I : Présentation de l'ENAP

Tableau I.1 : Domaines d'activités de l'ENAP, UPL..... 06

Chapitre III : Matériaux et techniques de caractérisation expérimentales

Tableau III.1 : Caractéristiques des matières premières utilisées dans la synthèse..... 17

Tableau III.2 : Formulation de synthèse de la résine polyester insaturé..... 18

Tableau III.3 : Formulation de Gel Coat blanc à base de la résine polyester synthétisée.. 26

Tableau III.4 : Classification des résultats d'essai de quadrillage 29

Chapitre IV : Résultats et discussion

Tableau.IV.1 : Caractéristiques physicochimique de la résine synthétisée en comparaison avec celle commercialisée..... 32

Tableau IV.2 : Evolution des propriétés mécaniques en traction des deux résines..... 35

Tableau IV.3 : résultats des testes pour le Gel Coat à base de UPR synthétisée et le Gel Coat (Eurogel GCP)..... 37

Tableau IV.4 : Résultats statiques des coordonnées colorimétriques dans l'espace pour les deux résines..... 39

Tableau IV.5 : Résultat de l'indice de blancheur des deux résines par le logiciel Isomatch par le logiciel Isomatch..... 39

Chapitre V : Etude technico- économique du projet résines polyester insaturé

Tableau V.1 : Evaluation des importations des résines polyester insaturé..... 43

Tableau V.2 : Répartition des importations par pays durant années 2012/2013..... 44

Tableau.V.3 : Consommation de la résine polyester insaturé (en tonne) dans les différents secteurs de l'industrie..... 45

Tableau.V.4 : Coût de matière première pour la fabrication de la résine polyester insaturé durant l'année 2014..... 46

Tableau V.5 : Procédé et domaine d'application de la résine polyester insaturé (UPR).... 47

Tableau V.6 : Analyse SWOT sur UPR..... 48

Introduction générale

Au cours des dernières années, les polyesters non saturés (UP) et les résines polyester non saturé (UPR) n'ont pas cessé de susciter l'attention des milieux universitaire et industrielle vue leur large éventail d'application dans plusieurs domaines (utilisation en tant que fibres, plastiques, composites, revêtements, peintures...etc). Cette utilisation inéluctable leur est procurée du fait que ces résines thermodurcissables, fabriquées à partir de monomères bon marché, sont non seulement faciles à synthétiser mais aussi à traiter.

Selon la méthode de synthèse adaptée et la nature des réactifs utilisés, les résines polyester insaturé (UPR) résultantes présentent des différentes variétés. Chacune d'elle possède des caractéristiques spécifiques adaptées et un usage bien déterminé. Cependant, malgré le potentiel croissant de leur fabrication à l'échelle mondiale, ces résines connaissent un grand manque dans le marché algérien, ce qui conduit notre état à dépendre du marché étranger pour importer cette matière avec des coûts très chers.

Pour palier ce problème et afin de remplir ce manque, nous nous sommes fixés pour objectifs de formuler le même produit importé (résine polyester insaturé) avec un coût réduit tout en augmentant le taux d'intégration (valeur ajoutée). Ainsi, dans cette étude qui consiste à synthétiser, par réactions de polycondensation entre des anhydrides et des glycols à diverses conditions opératoires, une résine polyester insaturé standard (selon les exigences et les moyens disponibles de l'Entreprise Nationale Algérienne des Peintures (ENAP)), nous avons voulu rapprocher l'université du monde professionnel à travers une contribution dans la prise en charge des problèmes techniques que connaît le secteur industriel national. Pour ce faire, nous avons scindé ce travail de recherche en trois parties :

La première est la partie théorique, constituée de deux chapitres, dont le premier est consacré à une présentation de l'entreprise ou nous avons effectué nos recherches (ENAP) tandis que le second rassemble les éléments de la bibliographie nécessaire à l'étude.

La deuxième partie est la partie expérimentale, elle rassemble deux chapitres (III et IV). Le chapitre III est consacré à : la synthèse proprement dite de la résine polyester insaturé à partir de matières premières, la mise en œuvre dans le produit commercialisé et la présentation des testes de contrôle pour caractériser la résine UP synthétisée ainsi que le produit fini. Le chapitre IV, quant à lui, regroupe les résultats obtenus ainsi que leur discussion.

La dernière partie est consacrée à une étude technico-économique du projet résines polyester insaturé.

Enfin, nous terminons notre travail par une conclusion générale et des perspectives.

Chapitre I :
Présentation de l'ENAP

I.1. Présentation de la société E.N.A.P

L'Entreprise Nationale Algérienne des Peintures (ENAP), est une entreprise publique économique qui a pour métier de base la production des revêtements organiques et dérivés : peintures, vernis, colles, résines, émulsions et siccatifs. Elle est considérée comme l'une des plus importantes compagnies industrielles alimentant le marché Algérien en divers produits de revêtement.

L'ENAP est issue de la restructuration de la Société Nationale des Industries Chimiques (SNIC). Elle est devenue opérationnelle le premier janvier 1983. En mars 1990, l'ENAP a été transformée en SPA (Société Par Action), avec un capital social de 9 milliards de DA réparties en 90000 actions détenues en totalité par le Holding ACS (Alegria Chemical Spécialities) [1].

L'ENAP est composée de six unités de production et deux unités commerciales implantées à travers le territoire national (Fig. I.1). Elles sont réparties comme suit [1] :

- une unité commerciale à la wilaya d'Alger ;
- une unité commerciale à la wilaya de Sétif ;
- deux unités de production à la wilaya d'Alger (Oued-smar et Cheraga) ;
- une unité de production à la wilaya d'Oran (Oran) ;
- une unité de production à la wilaya de Mascara (Sig) ;
- une unité de production à la wilaya de Souk-Ahras ;
- une unité de production à la wilaya de Bouira (Lakhdaria), (Fig. I.2).

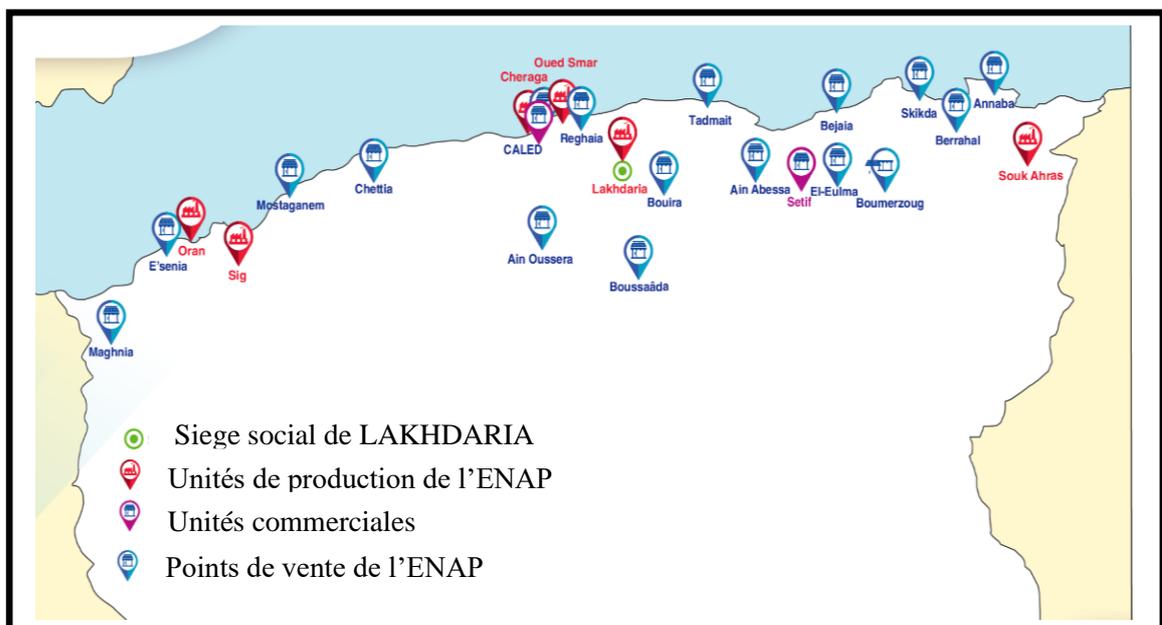


Fig. I.1 : Localisation de l'ENAP sur le territoire national [1].



Fig. I.2 : Entreprise Nationale Algérienne des Peintures, le siège et l'Unité de Production de LAKHDARIA, ENAP/UPL [1].

L'unité ENAP de Lakhdaria, où nous avons effectué notre pratique, est située au nord-ouest de la wilaya de Bouira à 70 Km à l'Est d'Alger, sur la route nationale N°5. Elle s'étale sur une surface de 8 hectares et emploie environ 340 travailleurs répartis entre : cadres, agents de maîtrise et agents d'exécution [1].

L'ENAP de Lakhdaria est partagée en deux zones sud et nord qui, à leur tour, sont divisées en plusieurs départements comme l'illustre le plan de la Fig. I.3 (plan de l'Unité de Production de LAKHDARIA, UPL). La Fig. I.4, quant à elle, représente l'organigramme de la section de fabrication de la peinture [1].

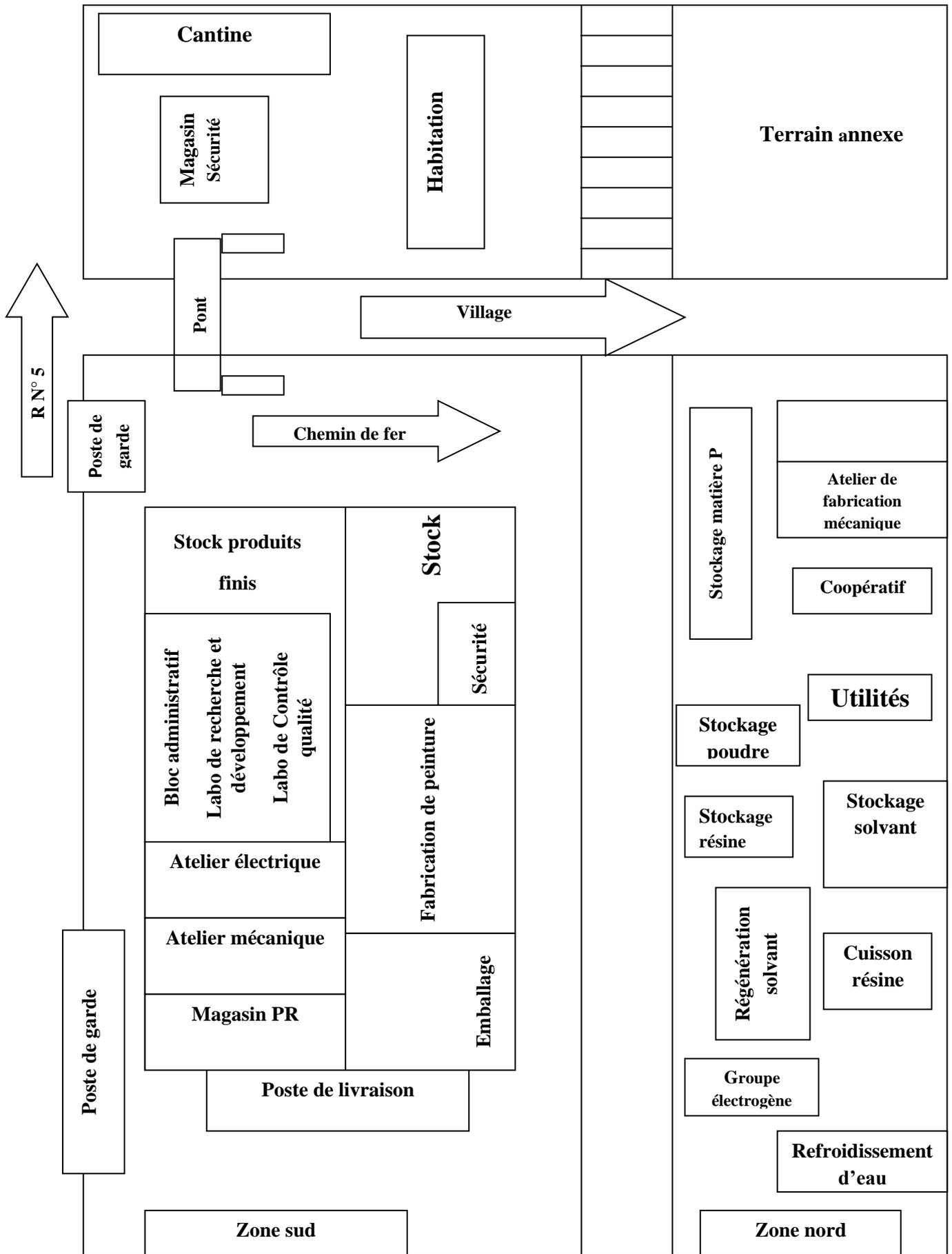


Fig. I.3 : Plan de l'ENAP/ Unité UPL, Bouira [1].

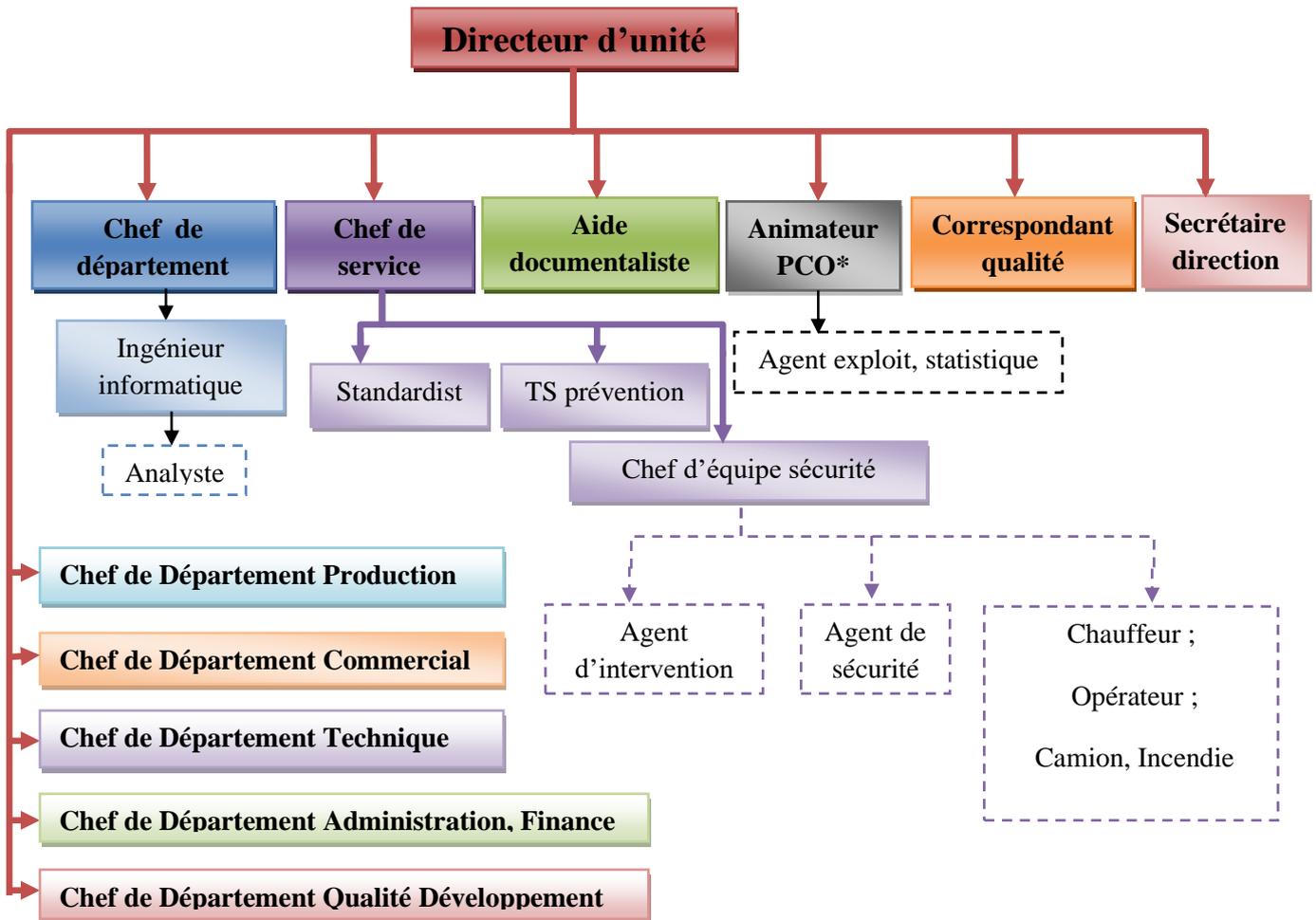


Fig. I.4 : Organigramme de l'unité de production de Lakhdaria (ENAP/UPL) [1].

I.2. Capacité de production

Certifiée selon les normes : ISO 9001/2000 en Juillet 2003, ISO 9001/2008 en Juillet 2009 puis iso 9001 version 2015, depuis Septembre 2018, l'ENAP a à son actif une capitale expérience de plus de 45 années. Elle dispose d'une capacité de production annuelle de 175 000 tonnes de peintures et de 50 000 tonnes de produits semi finis (résines, émulsions et siccatifs). La Fig. I.5 représente le détail des ventes par gamme en volume (tonnes) des produits de peinture de l'ENAP de Lakhdaria pour l'année 2018 [1].

PCO* : planification et contrôle.

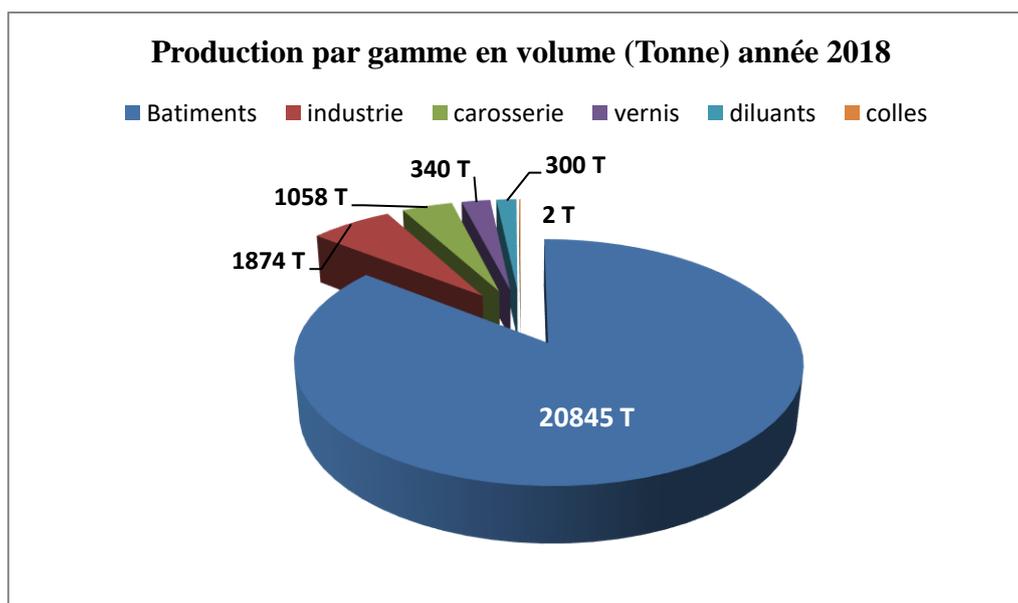


Fig. I.5 : Production par gamme en volume (tonnes) en 2018 par l'ENAP/UPL [1]

I.3. Domaines d'activités stratégiques de l'ENAP, UPL

Le domaine d'activité de l'ENAP, UPL est très varié, il touche pratiquement tous les secteurs de la vie. Le *Tableau I.1* illustre certains de ces domaines [1].

Tableau I.1 : Domaines d'activités de l'ENAP, UPL

Segment	Gammes	Marque commercial des produits
Peintures	Bâtiments	Blanroc , glylac2000, enduynyl, endalo, thixatin thixomat, snilac...etc.
	Carrosseries	Glycar, cellosia, acryla, polycar, cillomast, mastifer.
	Industries	Primafer, glyfour, acryfour, signaryl, epoxamine chloric, epoxamide, aerolac, bimepox, styralin...etc.
	Diluants	Cellulosique, synthetique, acrylique, epoxydiue.
	Vernis	Verinex, vernis cellulosique, vernis marin, vernis acryla...etc.
Résines Siccatisifs Colles	Solvants	Alkydes, aminoplastes...etc.
	Emulsions	Vinylique, acryliques...etc.
	Naphtenates et octaotes	Sictoplomb, sictobalt, sictocal, sictoman...etc.
	A base d'eau	Collesexpress, colles à bois...etc.

Il est à noter que la totalité des produits fabriqués au niveau de l'ENAP, UPL est commercialisée sur le marché national.

I.4. Position sur le marché

L'ENAP jouit d'une position de « leader » sur le marché national. En effet, son portefeuille client dépasse 1800 clients répartie entre distributeurs de grande consommation pour un taux de 74% de chiffre d'affaire (CA) et industriels utilisant ses différents systèmes de peintures pour un taux de 26% de CA [1].

La relation de l'ENAP avec ses clients se fait à travers deux circuits de distribution (Fig. I.6) [1] :

- **Circuit court (ventes directes) :** la vente directe se fait au profit des clients dits « INDUSTRIELS ». On trouve dans ce segment de clients : les entreprises du secteur industriel utilisant les produits de l'ENAP dans leur processus de fabrication, les Offices de Promotion et de Gestion Immobilières (OPGI), Entrepreneurs et entreprises du bâtiment, et Direction des Travaux Publics (DTP).
- **Circuit long :** cette gamme représente les distributeurs et les grossistes.

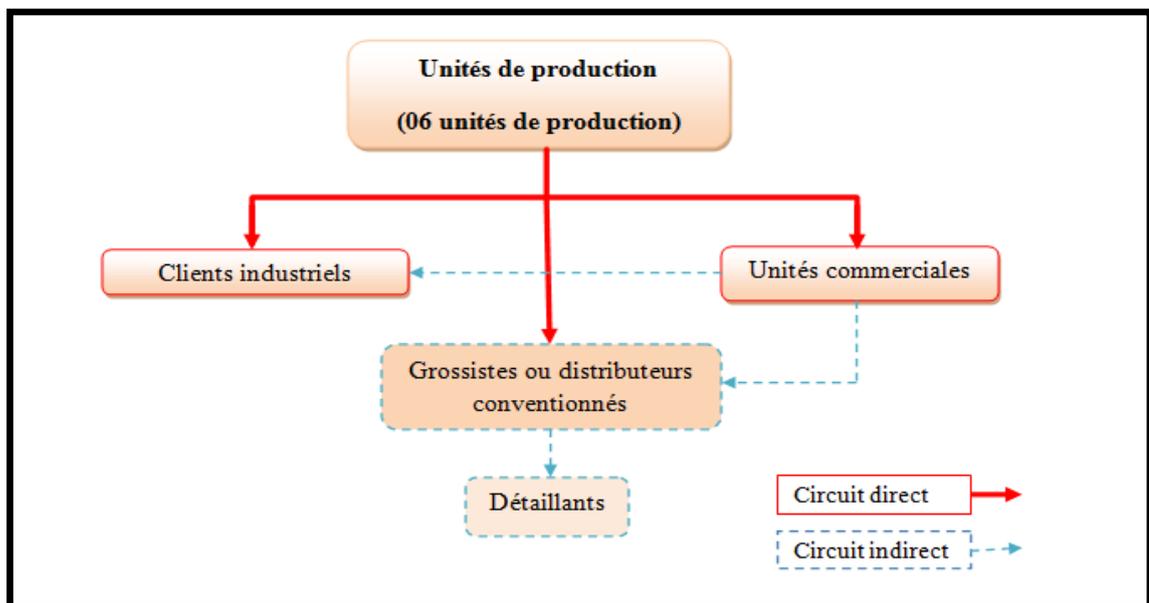


Fig. I.6 : Schéma de distribution des produits de l'ENAP/ UPL dans le marché Algérien [1].

I.5. Innovation et recherche

Le programme d'innovation et de développement de l'ENAP s'articule autour des axes principaux suivants [1] :

- **Intégration en amont** : dans le but de réduire en partie les dépendances de l'importation ;
- **Respect de l'environnement et de la santé** : dans le but d'éliminer toutes les matières premières ayant un impact négatif, toxique sur l'environnement et/ou sur la santé ;
- **Intégration en aval** : dans le but de développer de nouveaux produits pour répondre à des besoins spécifiques du marché en peintures.

Intéressée par ces axes d'innovation et de développement dégagés, l'ENAP/UPL s'est focalisée sur le développement de nouvelles stratégies d'élaboration de peintures afin de :

- économiser plus de capital ;
- améliorer la productivité et gagner de nouvelles parts de marché ;
- conquérir le produit importé et s'en répandre entièrement (surtout en tant que matière de base).

Ainsi, ce travail de Master effectué au sein de l'ENAP/UPL s'inscrit dans cette voie puisque son objectif était de développer des produits semi fini et fini à base de résine polyester insaturé qui permettent de répondre au cahier des charges exigé pour le développement de cette entreprise.

Chapitre II :

*Notions sur les peintures et les résines
polyester insaturé*

II.1. Généralités sur les peintures

II.1.1. Définition d'une peinture

La peinture sert à protéger et à décorer, sa fonction protectrice est primordiale à l'extérieur, tandis qu'à l'intérieur le but recherché est surtout décoratif. Une peinture (en anglais : paint) est une préparation fluide qui peut s'étaler en couche mince sur différents supports pour former par évaporation d'un solvant un feuil adhérent, résistant, opaque, blanc ou coloré.

Selon les produits qui entrent dans sa composition, le feuil de peinture peut avoir un aspect brillant, semi brillant, satiné ou mat. Les peintures à fort pourcentage d'huile sont brillantes, celles à faible pourcentage (au-dessous de 20%) sont semi brillantes ou satinées. Les peintures à l'eau sont mates [2].

II.1.2. Principaux constituants des peintures

Une peinture est constituée, dans le cas général, de diverses catégories de matières premières que nous étudierons sommairement dans l'ordre suivant : liants, pigments, charges, solvants, stabilisants et additifs.

II.1.2.1. Liants

Le liant, appelé aussi résine, constitue le composant essentiel des peintures et vernis. Il est l'élément filmogène qui permet d'agglomérer les autres composants de la formulation de la peinture. Les liants sont des substances macromoléculaires solides ou liquides, solubles dans de nombreux solvants organiques. Ils permettent l'étalement de la peinture en un film continu (adhérent, souple, dur, imperméable...) [2]. Les liants les plus utilisés dans l'industrie des peintures sont : les alkydes (en aléoglycérophthaliques), les acryliques, les époxy, les polyuréthanes, les caoutchoucs et les polyesters insaturés.

II.1.2.2. Pigments

Ce sont des substances minérales ou organiques qui se présentent généralement sous forme de fines particules insolubles dans le milieu de suspension (liant et solvant). Ils sont utilisés pour colorer et rendre opaque le film de peinture pour masquer le support et lui donner l'aspect désiré. Ils ont également pour rôle de renforcer les qualités protectrices du feuil de peinture soit par leurs propriétés chimiques ou physiques (optique, protectrice et décorative) [2]. Au fait, les pigments sont classés comme suit:

- pigments minéraux : dioxyde de titane, oxyde de fer rouge ;
- pigments organiques : vert phtalo, rouge molybdène ;

- pigments métalliques : poussière de zinc, pâte d'aluminium.

II.1.2.3. Charges

Ce sont des substances minérales, en poudre, pratiquement insolubles dans le milieu de suspension. Elles sont utilisées pour des raisons économiques et techniques particulières (consistance, imperméabilité, résistance). En effet, les charges facilitent le durcissement et augmentent la durée de la résistance à la corrosion [2]. Les principales charges utilisées dans la fabrication des peintures sont : le carbonate de calcium (CaCO_3), le sulfate de baryum (BaSO_4), le talc (silicate de magnésie hydraté naturel : $3\text{MgO}, 4\text{SiO}_2, \text{H}_2\text{O}$) et le sulfate de chaux (gypse ($\text{CaSO}_4, 2\text{H}_2\text{O}$) ou blanc minéral).

II.1.2.4. Solvants

Les solvants sont des produits organiques liquides, simples ou mixtes, généralement transparents et volatils. Leur rôle est de rendre la peinture ou tout filmogène (résine), assez fluide pour faciliter son application. Après son élimination par évaporation, il est facile de retrouver une phase solide. Les principaux solvants utilisés sont : dans quatre familles distinctes :

- hydrocarbures : hydrocarbures aliphatiques, hydrocarbures aromatiques, hydrocarbures cycliques ;
- solvants halogénés : bromés (1-bromopropane), chlorés (trichloréthylène), iodés (iodure de propyle), fluorés (2,3-dihydrodécafluoropentane) ;
- solvants oxygénés : alcools, cétones, esters, éthers, éthers de glycol ;
- autres solvants : acétonitrile, N,N-diméthylformamide, disulfure de carbone, nitroparaffines.[24, 25]

II.1.2.5. Stabilisants

Les stabilisants sont des produits de faible poids spécifique que l'on ajoute aux pigments pour favoriser leur suspensions dans le liant et éviter l'agglomération et la présence de dépôt. Toutes les charges légères peuvent être considérées comme stabilisants (blanc de silice, bentonite...etc) [2].

II.1.2.6. Additifs

Les additifs, appelés aussi adjuvants, sont des produits ajoutés en quantités relativement faibles afin d'apporter ou modifier un certain nombre de propriétés. Leur action intervient à toutes les étapes de la fabrication et d'emploi de la peinture. Ainsi, au stade de la fabrication,

on ajoutera des agents mouillants dispersants et anti-mousses. Pour le stockage, on ajoutera des modificateurs de rhéologie, des agents anti-flottation et anti-floculation. Pour le séchage, on ajoutera des agents de coalescence, des siccatifs anti-ultra violets, des fongicides et des éclaircissants optiques [24, 25].

II.1.3. Processus de fabrication des peintures

La fabrication d'une peinture consiste à mettre en suspension dans un liquide, un solide finement divisé. Le processus de fabrication d'une peinture comprend trois phases complémentaires :

II.1.3.1. Empattage (mouillage)

Le pigment tel qu'il est fourni, présente un certain degré d'agglomération (amas de particules élémentaires avec emprisonnement d'air). Le mouillage consiste en la pénétration du liant dans les interstices des agglomérats avec déplacement de l'air absorbé, il s'agit donc de remplacer l'interface particule solide/air par l'interface particule solide/milieu de dispersion. Cette méthode est facilitée par l'emploi d'agent mouillant, la préparation et le soin apporté à l'empattage conditionnent en grande partie le rendement des broyeurs [2].

II.1.3.2. Broyage (dispersion)

Ce premier mouillage n'est pas suffisant, il doit être complété par le broyage qui consiste à séparer mécaniquement les gros agglomérats des plus petits dispersés dans le liant. Cette opération est réalisée par les forces de cisaillement transmises par les microbilles du broyeur ou tri cylindre. Un broyage correct signifie des propriétés optimums pour la peinture: pouvoir couvrant, teinte, brillance, propriétés mécaniques, stabilité, etc [2].

II.1.2.3. Dilution

Elle consiste en l'addition, sous agitation, de toutes les matières premières qui rentrent dans la formule (résines, solvants, additifs, etc.) pour stabiliser la dispersion et développer certaines propriétés particulières (étalement, séchage, résistivité,...) [2].

II.2. Généralités sur les résines polyester insaturé

II.2.1. Définition des résines polyester insaturé

Les résines polyester insaturé (UPR) sont des copolymères dont la mise en œuvre conduit à des matériaux réticulés thermodurcissables (infusibles et insolubles). Elles sont constituées d'un prépolymère polyester insaturé (UP) ; obtenu par polycondensation d'un ou plusieurs glycols avec un ou plusieurs diacides (et/ou anhydride de diacide), dont l'un au

moins contient une double liaison éthylénique [3]; dissous dans un solvant réactif : le styrène (St). Ce dernier procure à la résine une réactivité élevée (cinétique de polymérisation rapide en cas de décomposition rapide de l'amorceur), ainsi qu'une fluidité suffisante pour permettre son écoulement à température ambiante. Les résines polyester insaturé sont notées : UPR (taux UP / taux St), ce qui signifie que leurs propriétés dépendent non seulement de la composition du polyester insaturé mais aussi du taux de styrène incorporé [3-14].

II.2.2. Principaux types de résines polyester insaturé

Les UPR peuvent être classées en différentes catégories en fonction de la composition du polyester. Les plus courantes sont [15] :

- **Résines pure maléique** : si le polyester est synthétisé à partir d'anhydride maléique (ou d'acide maléique ou fumarique) et d'un ou plusieurs glycols ;
- **Résines orthophtalique** : si le polyester est synthétisé à partir d'un mélange d'anhydride maléique et d'anhydride orthophtalique (AP) (ou des diacides correspondants), ainsi que d'un ou plusieurs glycols ;
- **Résines isophtalique** : si le polyester est synthétisé à partir d'un mélange d'anhydride maléique (ou des diacides correspondants) et d'acide isophtalique, ainsi que d'un ou plusieurs glycols.

Ces résines ont une bonne aptitude à imprégner les fibres de verre, un prix peu élevé, un durcissement assez rapide sans élimination de produits secondaires [6].

II.2.3. Synthèse d'une résine polyester insaturé

La synthèse de la résine polyester insaturé se fait pratiquement en deux étapes synchrones. La première étape consiste à préparer la résine polyester insaturé tandis que la seconde subsiste en sa réticulation.

II.2.3.1. Préparation de prépolymère polyester insaturé

D'après Deligny et al.[16] et Yoan [15], de nombreux polymères ou résines peuvent être obtenus selon deux principaux mécanismes : la polyaddition suivie par une polycondensation. Ainsi, Hamam [18] dans ses travaux, confirme que la préparation des polyesters à partir de l'anhydride maléique (AM) et l'éthylène glycol (EG) se fait en deux étapes, la première représente l'estérification pour former le monoester sans la formation de sous produit (H_2O) tandis que la seconde illustre la polycondensation, où le monoester établi dans la première étape s'unit pour former le polycondensat avec H_2O comme sous produit.

a) Polyaddition :

Une réaction de polyaddition sans libération de sous produit est une réaction de polymérisation en chaîne. Dans ce cas, le mécanisme implique généralement l'ouverture d'une double liaison (C=C, par exemple) ou l'ouverture d'un cycle [7]. D'après cette réaction, on réalise la synthèse de monoester qui intervient entre 60 et 130°C, par addition de glycols sur les anhydrides de diacide [8].

La cinétique de cette réaction suggère qu'il s'agit d'une réaction du second ordre et irréversible. La formation de monoesters dépend de la réactivité des glycols vis-à-vis des anhydrides. Par exemple, l'éthylène glycol (EG) et le propylène glycol (PG) sont supposés avoir la même réactivité vis-à-vis de l'ouverture du cycle, mais les anhydrides ont des réactivités différentes. Les vitesses auxquelles l'anhydride maléique (AM) réagit avec EG et PG pendant l'ouverture du cycle sont égales, mais différentes pour le moment où elles réagissent avec AP. Dans la plupart des cas, la formation de monoester est suivie de la réaction principale de polyesterification (polycondensation) entre les esters formés et les acides et alcools, avec l'élimination de l'eau en tant que sous-produit [6].

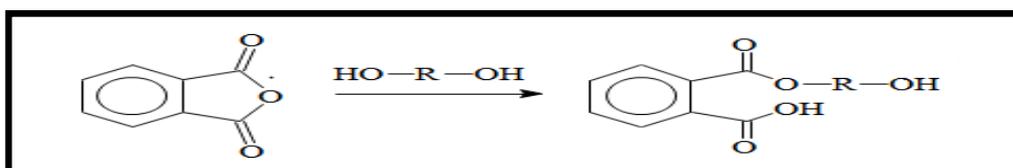


Fig.II.1 : Réaction de polyaddition, l'addition de glycol sur l'anhydride phtalique [21].

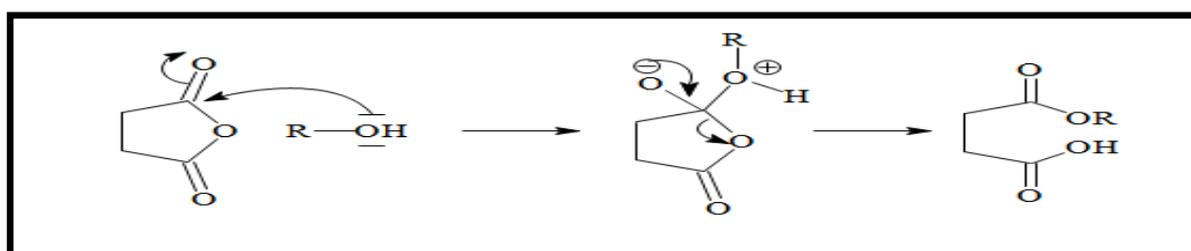


Fig.II.2 : Réaction de polyaddition, l'addition de glycol sur l'anhydride maléïque [21].

b) Polycondensation

La polycondensation est une réaction de polymérisation dans laquelle plusieurs molécules de natures différentes s'unissent pour former un polymère avec élimination de molécules légères [10-13]. Elle est caractérisée par la disparition rapide du monomère [18], bien avant que se soit formé le polymère de masse molaire suffisamment élevée [16]. Sous l'effet du chauffage ou d'un catalyseur, les extrémités fonctionnelles des monomères réagissent entre

elles pour donner des oligomères ayant toujours des groupes fonctionnels aux extrémités et donc capable de réagir à nouveau [6-8].

Ce procédé de synthèse est donc généralement obtenu par la réaction de deux monomères, qui sont tous deux des molécules au moins bifonctionnelles [16].

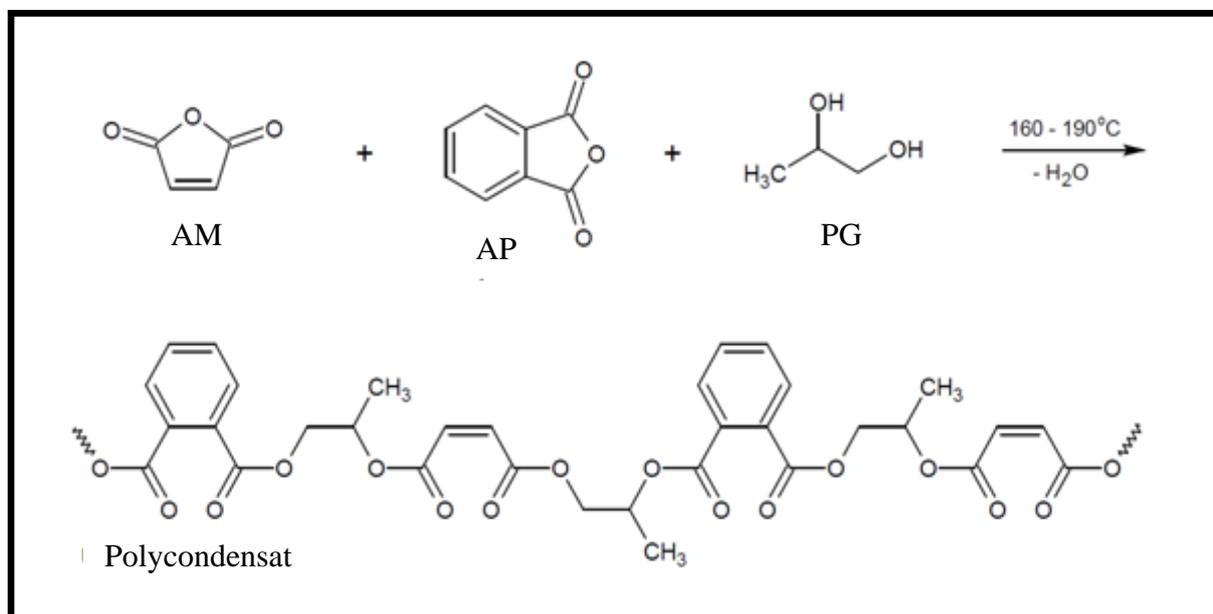


Fig.II.3 : Réaction de polycondensation de prépolymère polyester insaturé [20].

I.2.3.2. Dilution et copolymérisation Polyester-Styrène :

Le prépolymère polyester est mis en solution dans un monomère réactif qui est généralement le styrène. C'est le monomère le plus couramment utilisé, cela en raison de sa bonne compatibilité et de sa bonne réactivité avec les polyesters insaturés, de son point d'ébullition relativement élevé (142-146°C) et de son coût attractif. Les systèmes réactifs à base de polyester insaturé contiennent entre 30 et 40 % en masse. Le taux de styrène est un moyen d'ajuster la viscosité de la résine mais il détermine aussi la cinétique de réaction et la morphologie du matériau. Ainsi, les doubles liaisons du monomère peuvent, lors d'une réaction chimique, copolymériser avec celles de la chaîne polyester jusqu'à former un réseau tridimensionnel. Cette copolymérisation est nommée réticulation et le monomère est de ce fait appelé agent de réticulation [8-11].

La copolymérisation polyester-styrène est assurée par l'apport d'un amorceur radicalaire (peroxyde organique) et conduit à une réticulation tridimensionnelle qui s'accompagne d'une forte exothermie [4,6]. Sous l'action de la chaleur ou en présence de radicaux libres, cette résine conduit, par réaction de copolymérisation, à un produit infusible, insoluble, thermodurci à structure tridimensionnelle [10].

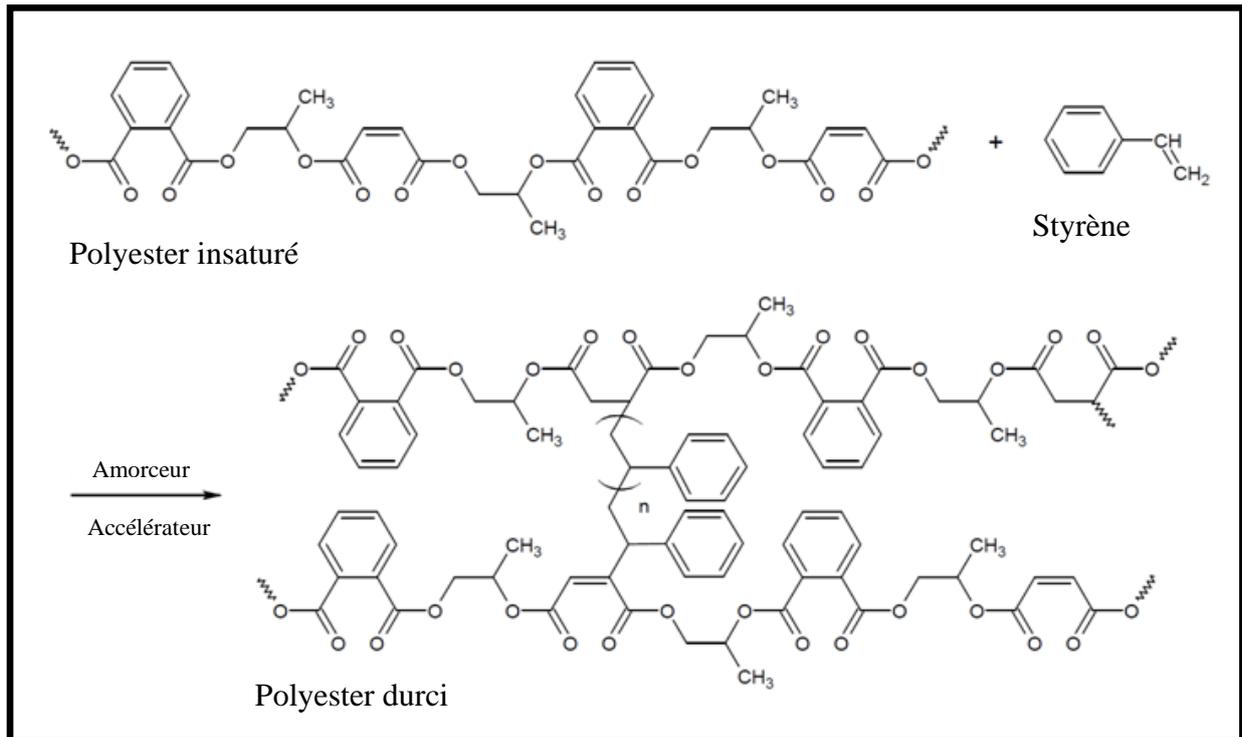


Fig.II.4 : Réaction de copolymérisation de polyester insaturé – Styrène [20].

On peut maîtriser la copolymérisation et l'effectuer dans des conditions précises grâce à l'emploi de systèmes catalytiques convenablement choisis : amorceurs + température ou amorceurs + accélérateurs.

Les amorceurs ont une action qui dépend de leur aptitude à fournir des radicaux libres et de leur stabilité (pourcentage en oxygène actif et durée de demi-vie à une température bien définie). Ils sont utilisés à raison de 1 à 3 % en masse par rapport à la résine diluée et sont des peroxydes organiques (peroxyde d'acétylacétone, peroxyde de dicumyle, peroxyde de méthyléthylcétone,...) [17].

Pour activer ces amorceurs, on est obligé d'ajouter un accélérateur de décomposition pour travailler à froid [11]. Ces accélérateurs sont habituellement : des sels métalliques (par exemple : cobalt, vanadium), des amines tertiaires (par exemple : diméthylaniline) et des dérivés soufrés (par exemple laurylmercaptan).

Chaque accélérateur est spécifique d'un type d'amorceur. On utilise ainsi par exemple les couples [17]:

- amines tertiaires + peroxyde d'acyle ;
- sels métalliques + peroxydes de cétones ou hydroperoxydes.

Le choix du système catalytique dépend de la température d'emploi, des exigences concernant le produit fini (dureté, temps au bout duquel on peut démouler ou poncer,

coloration, tenue aux intempéries) et de la durée de conservation en pot demandée (en anglais *pot-life* : temps durant lequel le polyester reste liquide à température ambiante donc susceptible d'être manipulé) [12].

II.2.3.3. Procédés nécessaires pour éliminer l'eau du milieu réactionnel

Au cours de la réaction de polycondensation, l'eau se présente comme un produit de réaction et elle doit être extraite en continu de la masse réactionnelle, car elle inhibe la vitesse de la réaction [11]. Pour cela, plusieurs méthodes ont été proposées :

- **Procédé sous vide** : le procédé sous vide implique la déshydratation de la masse réactionnelle en réduisant la pression intérieure du réacteur. Le principal avantage du procédé sous vide réside dans le fait que l'eau, le composant azéotropique et d'autres composés volatils sont convertis plus facilement en phase gazeuse. Le processus sous vide entraîne également une augmentation du taux de réduction de la valeur acide. La vitesse à laquelle l'indice d'acide diminue est proportionnelle à la vitesse à laquelle la masse réactionnelle est déshydratée. Le principal inconvénient de la polyestérification sous vide est la formation de molécules supplémentaires, qui ne sont pas présents lorsque la polyestérification est effectuée à la pression atmosphérique [4] ;
- **Procédé à base d'un solvant azéotropique** : le procédé à base de solvant azéotropique implique l'addition d'un hydrocarbure aromatique, par exp. xylène, au cours de la réaction de polycondensation. Ce solvant intermédiaire, miscible avec la masse en cours de réaction et non miscible avec l'eau à froid, le but de ce procédé est pour augmenter la vitesse d'élimination de l'eau en augmentant la pression de vapeur des composés volatils [4, 9].

II.2.3.4. Réactions secondaires

La réaction de polyestérification s'accompagne de diverses réactions secondaires. Parmi les réactions secondaires indésirables, citons l'élimination du milieu réactionnel d'une partie des glycols du fait de leur déshydratation (transformation en éther cyclique) ou de leur départ par distillation azéotropique avec l'eau, la modification de la répartition des masses molaires et de la fonctionnalité des polycondensats due aux réactions de transestérification et aux réactions d'Ordelt. Néanmoins, une autre réaction, cette fois fort utile, peut se produire au cours de la polycondensation pour une formulation où le réactif insaturé utilisé est de l'anhydride (ou acide) maléique : l'isomérisation des motifs maléique en fumarique [3, 8, 15].

Chapitre III :

*Matériaux et techniques de caractérisation
expérimentales*

Ce chapitre décrit succinctement la méthode de synthèse adaptée pour l'élaboration de la résine polyester insaturé, les différentes matières utilisées pour la réalisation de cette étude ainsi que les différentes techniques d'analyse et de caractérisation suivis.

III.1. Matières premières de base

L'ensemble des produits utilisés pour réaliser la synthèse est fournis par l'entreprise nationale des peintures (ENAP). Le *Tableau III.1* ci-dessous représente les caractéristiques de chaque matière utilisée durant la synthèse.

Tableau III.1 : Caractéristiques des matières premières utilisées dans la synthèse.

Matières	Formule brute	Masse molaire (g/mol)	Pureté (%)	Température d'ébullition (°C)	Température de fusion (°C)	Indice de réfraction à 21 °C	Aspect à température ambiante
Monopropylène glycol (PG)	C ₃ H ₈ O ₂	76,09	99	188,2	-	1,4320	Liquide visqueux jaune
Anhydride phtalique (AP)	C ₈ H ₄ O ₃	148,11	99	248	132	-	Cristaux blancs
Anhydride maléique (AM)	C ₄ H ₂ O ₃	98,06	99	202	53	-	Cristaux blancs
Xylène	C ₈ H ₁₀	106,16	95	139,1	-25	1,4914	Liquide incolore
Hydroquinone	C ₆ H ₄ (OH) ₂	110,11	98	286,5	172	-	Poudre blanche
Styrène	C ₈ H ₈	104,14	99	145,14	-30,6	1,5464	Liquide incolore

III.2. Système catalytique

a) Accélérateur Co 6%

A base de sels de cobalt (octoate de cobalt 6%), il a pour but d'activer la vitesse de décomposition de l'initiateur. Par une réaction d'oxydo-réduction, il accélère la décomposition du peroxyde qui amorce la réaction de polymérisation. Seul, l'accélérateur sert à modifier le temps de gel. Le taux en accélérateur est compris entre 0,1 et 0,4 g pour 100 g de résine.

En effet, plus la quantité en amorceur et en sels de cobalt est élevée plus les temps de gélification enregistrés sont courts.

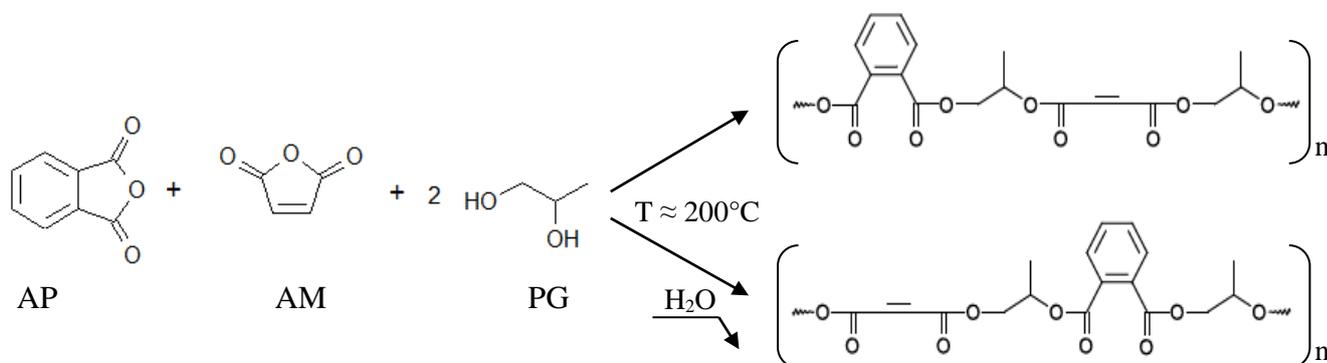
b) Initiateur PMEC

Appelé aussi amorceur, c'est un peroxyde de méthyléthylcétone (PMEC), utilisé pour le durcissement à froid (ou à des températures peu élevées) des résines polyesters insaturées. Les PMEC sont utilisés en combinaison avec un sel métallique comme l'octoate de cobalt.

III.3. Elaboration de la résine polyester insaturé

III.3.1. Synthèse du polyester insaturé

Dans cette étude, nous avons calculé les rapports massiques des matières premières à partir de la réaction chimique suivante :



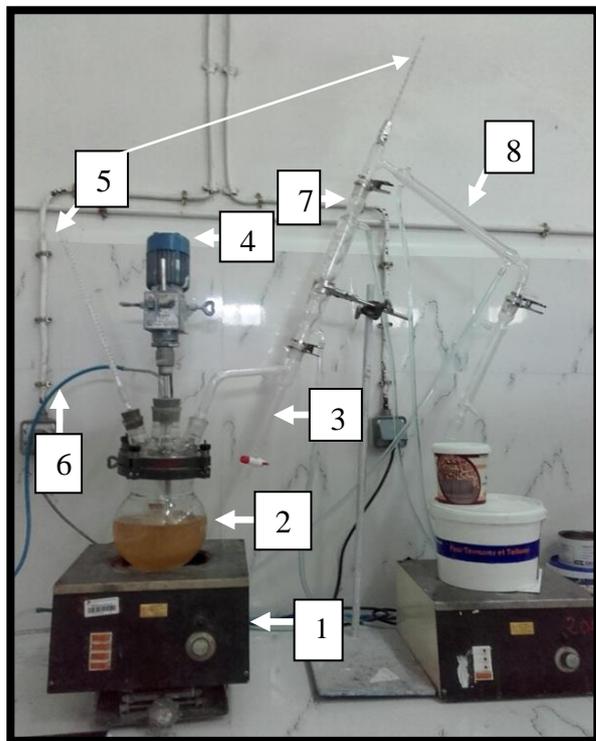
Les résultats trouvés sont répertoriés dans le *Tableau III.2* suivant :

Tableau III.2 : Formulation de synthèse de la résine polyester insaturé.

Matières premières	% (en masse)
Mono propylène glycol	38,2
Anhydride phtalique	37,18
Anhydride maléiques	24,62

Pour synthétiser le polyester insaturé, nous avons mélangé une partie de cette formulation (PG + AP) dans un réacteur de 2L muni d'une entrée d'azote, d'un thermomètre, d'un Dean-Stark, d'une colonne de distillation et d'un réfrigérant comme l'illustre la *Fig. III.1*. Ce mélange réactionnel a été agité mécaniquement et chauffé jusqu'à 130°C sous un courant d'azote. Lorsque la masse réactionnelle devient claire, nous la laissons refroidir à une température inférieure à 90°C, puis nous lui rajoutons l'AM tout en maintenant le chauffage jusqu'à atteindre 160°C pour assurer la formation des monoesters par la polyaddition. Au-delà

de cette température ($T=160^{\circ}\text{C}$), nous introduisons dans le réacteur une quantité d'hydroquinone dissoute dans le xylène. La réaction de polycondensation aura lieu entre 160 à 200°C , à ce moment là, nous mesurons l'indice d'acide jusqu'à atteindre [20-30] mg de KOH/g.



- 1 : Chauffe ballon
- 2 : Ballon tricols
- 3 : Dean-Stark
- 4 : Agitateur mécanique
- 5 : Thermomètre
- 6 : Entrée d'azote
- 7 : Colonne de distillation
- 8 : Réfrigérant

Fig.III.1 : Réacteur de la synthèse.

Il est à noter que l'eau qui se forme au cours de la réaction d'estérification est retirée de la masse réactionnelle au fur et à mesure, à l'aide du xylène par une distillation azéotrope.

Une fois la réaction est achevée, le prépolymère polyester insaturé obtenu a été refroidi en dessous du point d'ébullition de diluant réactif (styrène). Le polycondensat ainsi formé, a été ensuite mélangé avec le styrène à 33% en poids de la résine.

III.3.2. Durcissement de la résine polyester insaturé

Le durcissement de la résine synthétisée précédemment nécessite l'adjonction d'une solution d'accélérateur octoate de cobalt Co 6% et de l'amorceur de la réaction de réticulation PMEC 50, entre les insaturations des prépolymères polyester et celles du styrène. Au fait, les taux considérés pour la réaction de réticulation, que ce soit pour la résine seule ou le composite, sont de 1% pour le PMEC et 0,5% pour l'accélérateur Co 6%.

A la résine, on ajoute en premier l'accélérateur puis en second l'amorceur. On ne mélange jamais l'accélérateur et l'amorceur en même temps sinon la réaction peut être explosive.

III.4. Elaborations des éprouvettes des résines

L'élaboration des éprouvettes des résines a été faite à température ambiante en introduisant dans les deux résines 1% de P MEC et 0, 5% de solution sel de cobalt. La transformation de la résine est effectuée par coulée dans des moules (*Fig. II.2.A*) selon les dimensions requises par les normes ISO 527 pour la traction. Après conditionnement à température ambiante pendant 24 heures, les éprouvettes sont démoulées (*Fig. II.2.C*), elles subissent par la suite une post-cuisson à 80°C pendant 08 heures d'après l'étude de Perrot [23] qui a confirmé que l'utilisation d'un tel conditionnement permet d'obtenir un état de réticulation reproductible et représentatif de celui rencontré à l'échelle industriel.

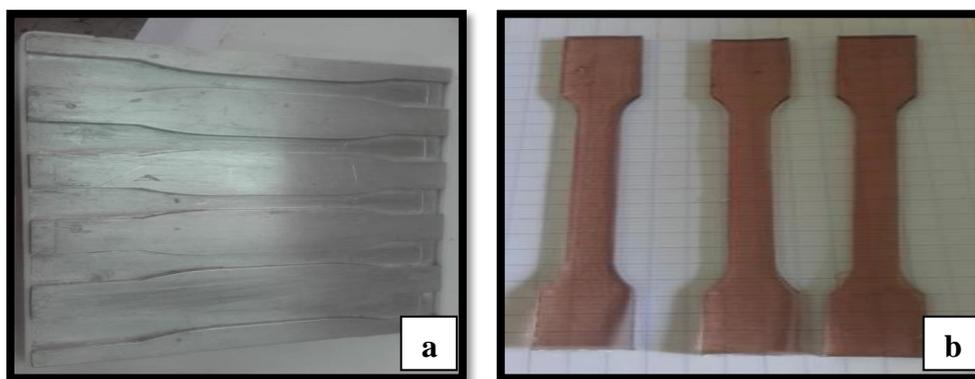


Fig. III.2. (a) Moule normalisé utilisé pour fabriquer les éprouvettes pour le test de traction, (b) Eprouvettes démoulées.

III.5. Caractérisation de la résine synthétisée et la résine commercialisée

III.5.1. Indice d'acide

Pour déterminer l'indice d'acide de deux résines (synthétisée et commercialisée), nous avons utilisé la méthode de titrage colorimétrique, elle est réalisée selon la norme ISO 2114. Au fait, nous avons prélevé une quantité de la résine, de masse connue, est dissoute dans un mélange de solvants (contenant en volume, 2 parties de xylène et une partie d'éthanol). A cette solution de résine, nous ajoutons quelques gouttes de phénolphtaléine, puis nous procédons au titrage à l'aide de la solution d'hydroxyde de potassium jusqu'à ce que la coloration rose apparaisse. Ainsi, l'indice d'acide (I_a) est calculé à partir de l'équation suivante :

$$I_a = \frac{N \times V}{m}$$

Avec :

N : facteur de la solution de KOH (la normalité \times la masse molaire de KOH);

V : volume de la solution de KOH utilisée pour neutraliser la solution de résine (mL) ;

m : masse de la prise d'essai (g).

III.5.2. Viscosité

Nous avons déterminé la viscosité de deux résines selon le procédé Brookfield, il est réalisé selon la norme ISO 2555. Ainsi, le viscosimètre utilisé dans ce travail est de marque Brookfield modèle RVT (*Fig. III.3*), il permet de mesurer la viscosité d'un fluide à diverses vitesses de cisaillement à l'aide des mobiles amovibles interchangeables qui se présentent sous forme de cylindres ou de disques de métal.

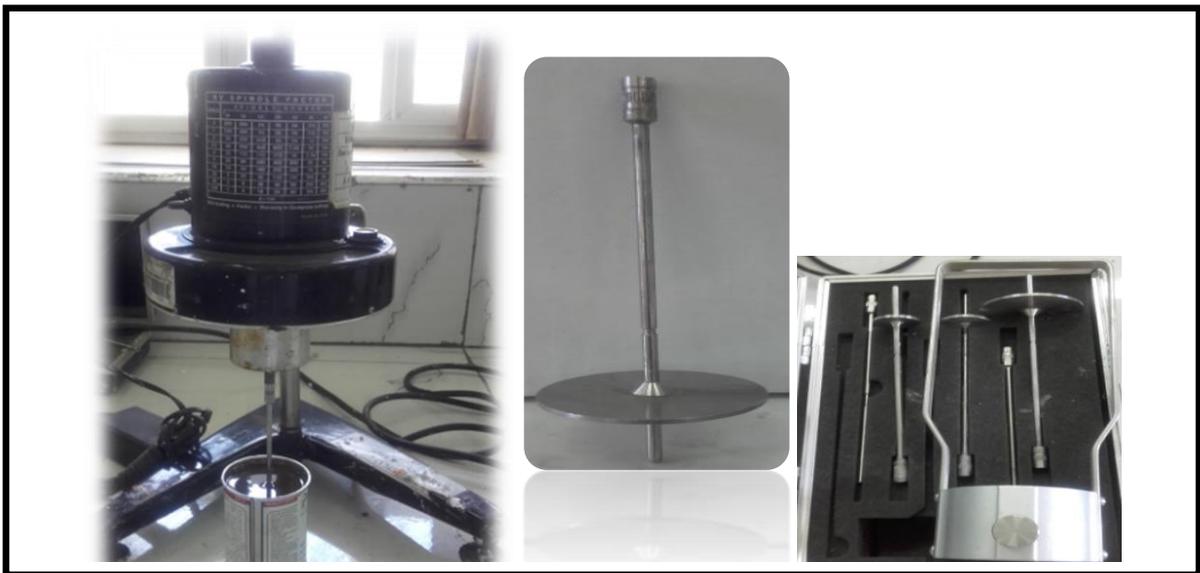


Fig.III.3 : Viscosimètre Brookfield avec les différents mobiles amovibles.

Le principe de fonctionnement de RVT consiste à faire entraîner un moteur synchrone, par l'intermédiaire d'une boîte de vitesses, un axe vertical. Ce premier axe vertical entraîne, par l'intermédiaire d'un ressort spiral, un deuxième axe (inférieur), dans le prolongement du premier. A ce deuxième axe est fixé un mobile amovible immergé dans la résine. Les deux axes tournent donc à la même vitesse mais, lorsque le mobile est immergé, ils enregistrent un décalage angulaire qui dépend de la résistance qu'oppose le liquide à la rotation du mobile

(viscosité). Ce décalage est mesuré au moyen d'une aiguille horizontale. Ainsi, la viscosité des résines est déterminée par la relation suivante :

$$\eta = L \times F$$

Avec :

η : viscosité mesurée à température ambiante (Po) ;

L : lecture sur le cadran ;

F : facteur (fonction de corps de mesure et de la vitesse).

III.5.3. Masse volumique

La masse volumique des deux résines a été déterminée via la méthode pycnométrique selon la norme ISO 2811. En effet, nous avons utilisé un pycnomètre en métal, d'une capacité de 50 cm³, constitué d'un cylindre en matériau résistant à la corrosion présentant une finition lisse, avec un couvercle ajusté comportant un trou au centre (*Fig. III.4*). Nous avons ainsi pesé le pycnomètre vide puis rempli avec la résine tout en prenant soin d'éviter la formation de bulles d'air. La masse volumique de la résine est calculée par la suite via l'équation suivante :

$$\rho = \frac{m_2 - m_1}{V}$$

Où :

m_1 : masse du pycnomètre vide (g) ;

m_2 : masse du pycnomètre rempli du produit à la température ambiante (g) ;

V : volume du pycnomètre à la température ambiante (cm³).

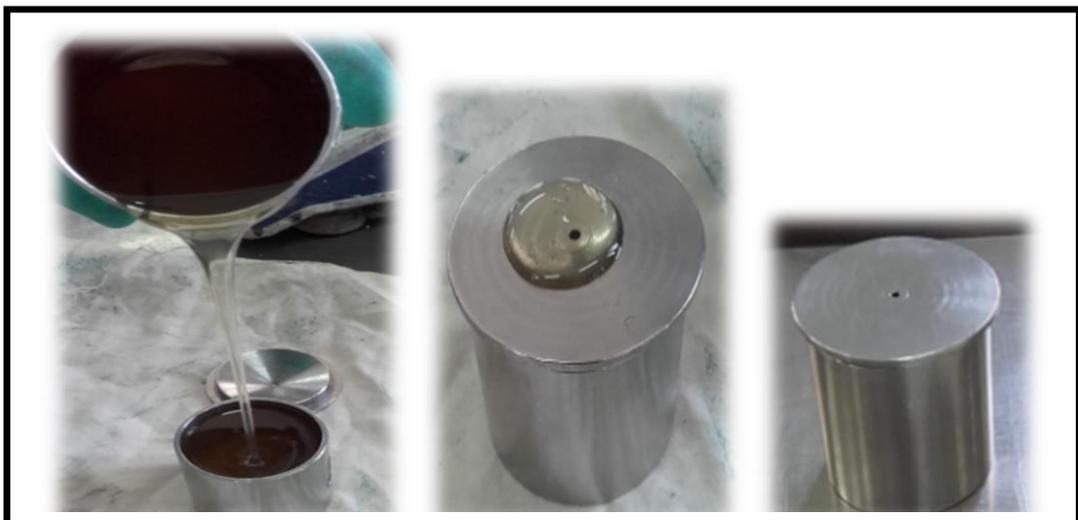


Fig. III.4 : Pycnomètre de 50 cm³

III.5.4. Extrait sec

D'après la norme ISO 3251, cette méthode consiste à déterminer l'extrait sec des résines; le résidu en masse obtenu par évaporation dans des conditions spécifiques. Pour cela, nous avons procédé à la peser d'une capsule propre et sèche à vide (m_0), puis rempli par une masse d'environ 1,5 g de la résine polyester insaturée bien homogénéisée (m_1). Par la suite, nous avons mis cette capsule ainsi rempli dans l'étuve pendant 2 heures à 150°C. Après refroidissement de l'ensemble, nous l'avons pesé une second fois, soit (m_2).

La fraction massique de l'extrait sec de la résine (ω) est alors déterminée à laide de l'équation suivante :

$$\omega = \frac{(m_2 - m_0)}{(m_1 - m_0)} \times 100$$

Avec :

m_0 : masse de la capsule vide (g);

m_1 : masse de la capsule contenant la prise d'essai (g);

m_2 : masse de la capsule contenant le résidu (g).

III.5.5. Point d'éclair

Nous avons déterminé le point d'éclair des deux résines selon la norme ISO 3679. Cette mesure a été effectuée sur un appareil point d'éclair creuset fermé, illustré sur la Fig. III.5.

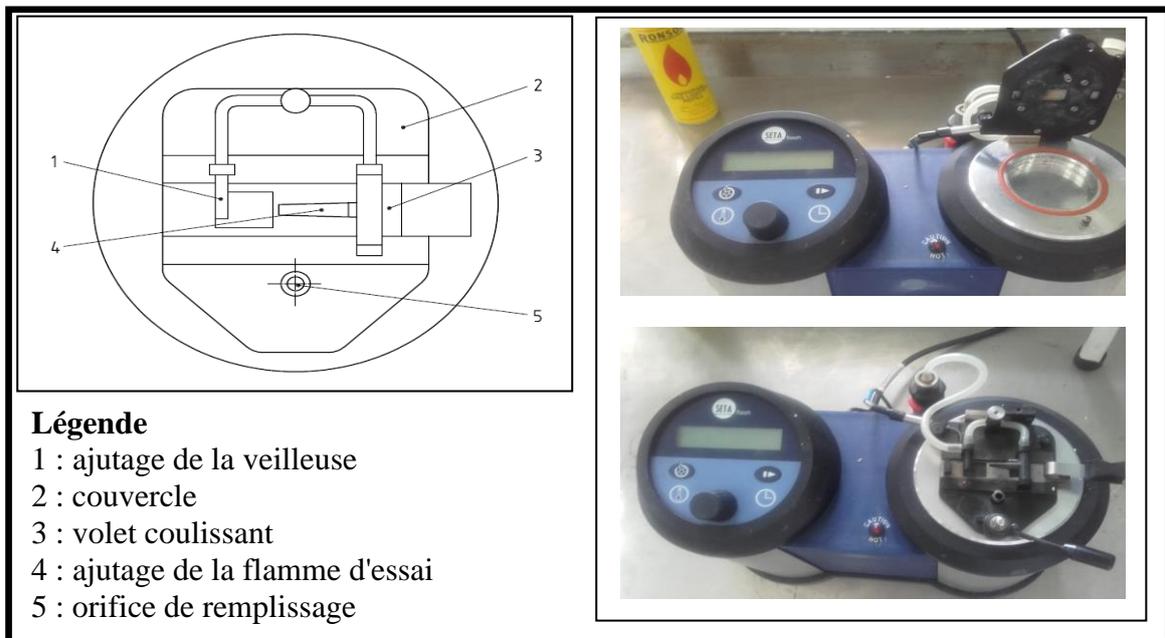


Fig. III.5 : Appareil point d'éclair et représentation schématique du montage de la coupe d'essai

Pour mesurer le point d'éclaire des deux résines, nous avons prélevé environ 2 ml d'échantillon à analyser avec une seringue propre puis nous l'avons transféré dans la coupe d'essai de l'appareil tout en déclenchant le chronomètre pour un laps de temps de 1 minute. En parallèle, nous avons ouvert la vanne de contrôle du gaz et allumé la veilleuse et la flamme d'essai. Lorsque le signal sonore du chronomètre se fait entendre et en présence de la flamme d'essai, nous ouvrons lentement et régulièrement le volet coulissant et refermons après une période de temps de 2 à 3 secondes. Le point d'éclaire représente alors la température qu'affiche l'appareil lorsque nous observons l'apparition d'un éclair.

III.5.6. Coloration Gardner

Cette méthode permet de déterminer la couleur des liquides transparents par rapport à une échelle de référence dite échelle Gardner [26]. Ainsi, la détermination de la coloration Gardner des deux résines a été effectuée sur un appareil comparateur de couleur de marque Lovibond® 3-Field, représenté sur la *Fig. III.6*.



Fig. III.6 : Comparateur des couleurs Lovibond® 3-Field

Cet appareil comprend 18 étalons en verre qui représentent l'échelle sous forme d'une paire de disques. Pour obtenir des résultats rapides, nous comparerons directement la couleur de notre échantillon avec les valeurs colorimétriques données. Ainsi, nous obtenons plus rapidement et plus facilement la concordance idéale des couleurs.

III.5.7. Temps de gélification

Pour déterminer le temps de gélification de deux résines polyester insaturé selon la norme ISO 2535, nous avons fait immerger à environ 80 mm de longueur, un tube à essai préalablement nettoyer et hermétiquement fermé, dans un bain réglé à 25°C. Par la suite, nous avons introduit 50g de résine dans un bécher plongé dans un bain thermostaté réglé à 25°C.

Une fois la température de la résine est stabilisée, nous lui rajoutons, à l'aide d'une pipette, 0,5 mL de la solution CO 6% puis 0,7 mL de la solution de PMEC et nous déclenchons immédiatement le chronomètre. Afin de placer la partie de dispositif de mesurage de la viscosité dans le tube, on arrête le chronomètre quand la viscosité atteint environ 50 Pa.s, nous notons la durée indiquée par ce dernier, en l'arrondissant à 0,1 min.

III.5.8. Test de traction

Les essais de traction ont été effectués sur une machine Zwick / Z010 (Fig. III.7), selon la norme ISO 527. La cellule de charge (dynamomètre) est reliée à une chaîne d'acquisition qui permet l'enregistrement simultané du temps, du déplacement, de la charge et de la déformation. Les informations sont stockées et traitées par ordinateur à l'aide du logiciel TestXpert.

Les éprouvettes de traction ont été testées avec une vitesse de 2mm/min. Les dimensions des éprouvettes ont été mesurées avant l'essai et introduites dans le programme de mise en marche. Le logiciel de commande de la machine permet d'accéder directement au module de Young, à la contrainte maximale et à la déformation à la rupture.



Fig.III.7 : Machine d'essais de traction électromécanique de marque Zwick / Z010

III.5.9. Analyse infrarouge à Transformée de Fourier

L'infrarouge à Transformée de Fourier est une technique d'analyse moléculaire basée sur l'étude des modes d'oscillations des arrangements d'atomes qui entrent en vibration dans des fréquences bien définies lors de l'émission de rayons infrarouges [14,23].

Les analyses infrarouge des deux résines ont été réalisées sur un spectromètre de type Jasco, modèle FT/IR-4200 (Fig. III.8). Le spectre est enregistré entre 400 et 4000 cm^{-1} avec une résolution de 4 cm^{-1} .



Fig. III.8 : Spectromètre à transformée de Fourier.

III.6. Mise en œuvre dans le produit fini

Afin de tester l'efficacité et la compatibilité de la résine polyester insaturé synthétisée, nous avons procédé à sa mise en œuvre dans le produit fini pour préparer le Gel Coat blanc. La préparation de ce dernier nécessite l'utilisation de charges, pigments et principalement le liant. Sa formulation correspondante est présentée dans le *Tableau III.3* ci-dessous.

Tableau III.3 : Formulation de Gel Coat blanc à base de la résine polyester synthétisée.

N°	Désignation	Poids %
1	Silice pyrogénée	1,5
2	Mouillant et dispersant	0,15
3	Oxyde de titane	22
4	Carbonate de calcium	12
5	Silicate de magnésium	7
6	Polyester Insaturé synthétisée	57,25
7	Solution de cobalt 6%	0,1
Total		100

III.7. Caractérisation de produit fini (Gel Coat blanc)

Nous tenons à signaler que nous avons déterminé pour le Gel Coat la viscosité, la densité et le temps de gélification de la même manière que mentionné précédemment pour la résine polyester insaturé. D'une autre part, nous avons comparé ultérieurement les caractéristiques du produit fini par le Gel Coat commercialisée (Eurogel GCP- France).

III.7.1. Finesse de broyage

Cette méthode permet l'observation de la dissolution des charges dans la résine polyester insaturé, ce test est certifié par la norme ISO 1524.

Après le broyage de la formulation du Gel Coat, nous avons fait appel à la jauge de finesse de broyage sur laquelle nous avons versé une quantité suffisante de l'échantillon dans l'extrémité la plus profonde de la rainure pour qu'elle déborde légèrement de celle-ci tout en évitant la formation de bulle d'air. Par la suite, nous avons saisi la raclette des deux mains entre les pouces et les autres doigts et nous l'avons placé en contact avec la surface de la jauge du côté le plus profond de la rainure. Ainsi, en maintenant la raclette perpendiculaire à la surface de la jauge et en formant un angle droit avec la longueur de la rainure, nous essayons de la déplacé à vitesse constante sur la surface de la jauge de 1 à 2 secondes au-delà du point de profondeur nulle de la rainure et nous faisons la lecture sur la jauge pour savoir si notre produit fini a un aspect lisse après l'étalement ou pas (*Fig. III.9*).

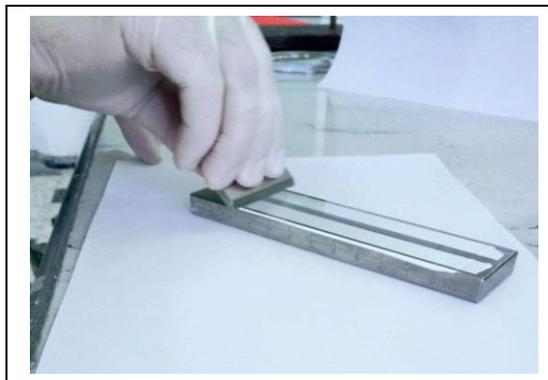


Fig.III.9 : Jauge de finesse de broyage

III.7.2. Indice de blancheur

Cette méthode consiste à comparer l'indice de blancheur (WI) du produit fini Gel Coat à base de la résine polyester insaturé synthétisée par rapport à ceux de concurrence. Le spectrophotomètre utilisé dans cette méthode de contrôle est de type MINOLTA, modèle CM-2500d (*Fig. III.10*).

Pour déterminer l'indice de blancheur (WI) du Gel Coat, nous avons préparé d'abord le mélange du Gel Coat catalysé et accéléré avant de l'appliquer sur une plaque métallique à

une épaisseur suffisante à l'aide de la barre Coater (100, 120 ou 150 μ m). Une fois le mélange est séché, nous avons fait la lecture sur le spectrophotomètre.



Fig.III.10 : Spectrophotomètre CM-2500d

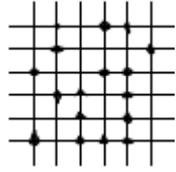
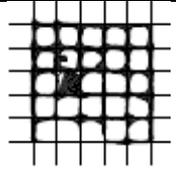
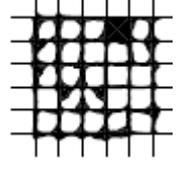
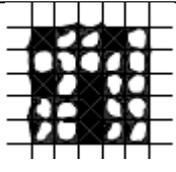
III.7.3. Essais de quadrillage (adhérence)

Cette méthode permet de déterminer le comportement d'un film de peinture ou de vernis après incision en quadrillage, selon la norme ISO 2409. Le principe de 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 (*Tableau III.4*).

Selon le type de peigne utilisé, nous avons pratiqué 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). Par la suite, nous avons soufflé sur la partie quadrillée pour éliminer les fines particules qui se sont détachées de l'incision et nous avons appliqué une bande de 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 ; il faut arracher le ruban d'un mouvement rapide et continu.

A la fin, nous examinons les parties quadrillées et les traces sur le ruban et nous notons les résultats selon le tableau au dessus.

Tableau.III.4 : Classification des résultats d'essai de quadrillage*.

Classification	Description	Aspect de la partie quadrillée pour laquelle un écaillage s'est produit (Exemple de six incisions parallèles)
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. Moins de 5 % de la zone quadrillée est affectée.	
2	Le revêtement s'est écaillé le long des bords et/ou aux intersections des incisions. La zone quadrillée est affectée sur plus de 5 % mais sur moins de 15 %.	
3	Le revêtement s'est écaillé le long des bords des incisions en partie ou en totalité en larges bandes et/ou s'est écaillé en partie ou en totalité en divers endroits des quadrillages. Une zone quadrillée de plus de 15 % mais de moins de 35 % est affectée.	
4	Le revêtement s'est écaillé le long des bords des incisions en larges bandes et/ou quelques carrés se sont détachés en partie ou en totalité. Une zone quadrillée de plus de 35 % mais de moins de 65 % est affectée.	
5	Tous les degrés d'écaillage qui ne peuvent pas être classés selon la classification 4.	—

(*) : La norme ISO 2409

III.7.4. Indice de brillance

L'ISO 2813 spécifie une méthode pour la détermination de l'indice de brillance des revêtements selon trois géométries : 20°, 60° et 85°. La méthode convient pour la mesure de brillance de revêtements non texturés sur des substrats plans et opaques. Le brillancemètre

utilisé est de type TQC, modèle polygloss. Pour réaliser ce test sur les deux produits finis (plaques peintes), nous avons choisi l'angle qui convient puis nous avons réglé l'appareil en affichant pour cet angle la valeur de la brillance de l'étalon à l'aide du bouton de réglage. Le brillancemètre affiche directement la valeur de la brillance du revêtement.



Fig. III.11 : Brillancemètre PolyGloss.

III.7.5. Test de pliage conique

Cette méthode a pour objectif de définir la résistance d'un film de peinture appliquée sur une plaque métallique, aux craquelures et au décollement, lorsqu'il est soumis au pliage sur un mandrin conique (Fig. III.11). Son principe consiste à plier la plaque recouverte d'un film sec sur mandrin conique selon les normes fixées sans craquelure ou décollement du film.



Fig. III.12 : Mandrin conique.

Pour réaliser ce test, nous avons appliqué le Gel Coat sur une plaque d'acier dans les mêmes conditions que celles utilisées par le client (épaisseur, séchage air, étuvage, etc...), puis nous l'avons laissée sécher pendant 24 heures à température ambiante. Par la suite, nous avons glissé la plaque entre le mandrin et la barre de pliage (la face peinte étant tournée vers

la barre) tout en serrant les vis de blocage et abaissant le levier de 180° à vitesse uniforme. Nous examinons aussitôt la plaque.

III.7.6. Résistance au choc

Cette méthode consiste à vérifier la résistance au choc d'un film de peinture appliquée sur un support métallique. Son principe consiste à soumettre la plaque recouverte d'un film sec à un choc recto ou verso et on note la hauteur d'impact selon les normes ISO 6272-1 et ISO 6272-2, sans craquelure ou décollement du film.

Pour réaliser ce test, nous avons appliqué le Gel Coat sur une plaque d'acier dans les mêmes conditions que celles utilisées par le client (épaisseur, séchage air, étuvage, etc...), puis nous l'avons laissée sécher pendant 24 heures à température ambiante. Par la suite, nous avons placé la plaque sur le support de l'appareil d'essai au choc 1 kg et nous avons laissé tomber la masse de 1kg à la hauteur de chute fixée par la norme sans craquelure ni décollement. Dans notre cas nous avons fixé la hauteur à 55 cm.

III.7.7. Test de stabilité

Cette méthode consiste à vérifier la stabilité au stockage (dépôt et gélification) de produit fini (Gel Coat blanc) à base de la résine polyester insaturé. Pour cela, nous avons pesé 200 g du produit préalablement réglé en viscosité et le placé dans une étuve à 70 °C pendant 16 heures puis nous le laissons refroidir à température ambiante. Le produit fini à base de polyester insaturé testé ne doit présenter aucune gélification et aucun dépôt (sauf dépôt mou facile à remettre en suspension manuellement).

Chapitre IV :
Résultats et discussion

Dans ce chapitre, nous allons présenter les résultats des différents tests de contrôle réalisés dans le cadre de la présente étude. Nous commençons tout d'abord par les caractéristiques physicochimiques des résines synthétisée et commercialisée qui se regroupent en une description de leur aspect d'une manière comparative, suivis par les résultats des tests rhéologiques, chimiques et mécaniques. Au final, les caractéristiques de produit fini à base de ces résines sont aussi illustrées.

IV.1. Caractérisations des résines synthétisée et commercialisée

IV.1.1. Caractéristiques physicochimiques

L'ensemble des résultats de la caractérisation physicochimique de la résine polyester insaturé comparé à celle commercialisée est présenté dans le *Tableau IV.1*.

Tableau.IV.1 : Caractéristiques physicochimique de la résine synthétisée en comparaison avec celle commercialisée.

Caractéristiques	Normes ISO	Résine synthétisée	Résine commercialisée*	Caractérisation selon la fiche technique	Observations
Aspect	--	Liquide huileux jaunâtre	Liquide huileux transparent	--	Conforme
Coloration Gardner	--	5 – 6	5	--	Conforme
Extrait sec (%)	ISO 3251	63	64,19	62-65	Conforme
Viscosité Broockfeiled (M1/V2) (Poise)	ISO 3219	5	4	4,5±0,5	Conforme
Densité	ISO 2811	1,11	1,164	1,15±0,02	Acceptable
Temps de gel (min)	ISO 2535	120	8	5±1	Plus long que celui de la résine commercialisée
Ia (mg KOH/g)	ISO 2114	19	30,53	25±5	Acceptable
Point d'éclaire (°C)	ISO 3679	34	34	--	Conforme

(*) : ES 1060DK-Turquie

L'aspect de la résine est un paramètre très important pour la commercialisation du produit. Au fait, après la synthèse de notre résine polyester insaturé (UPR), nous avons remarqué qu'elle avait un aspect liquide huileux homogène, de couleur légèrement jaunâtre contrairement à la résine commercialisée qui présente un aspect huileux transparent. Cette constatation a été confirmée par le test de coloration Gardner (*Tableau IV.1*), chose qui est dû probablement à la présence des impuretés dans l'anhydride phtalique (AP) utilisé, l'aspect

jaunâtre du mono propylène glycol (PG), l'absence de l'antioxydant et le temps de cuisson qui lui, peut être élevé par rapport à celui de la résine commercialisée *Fig IV.1.2*.

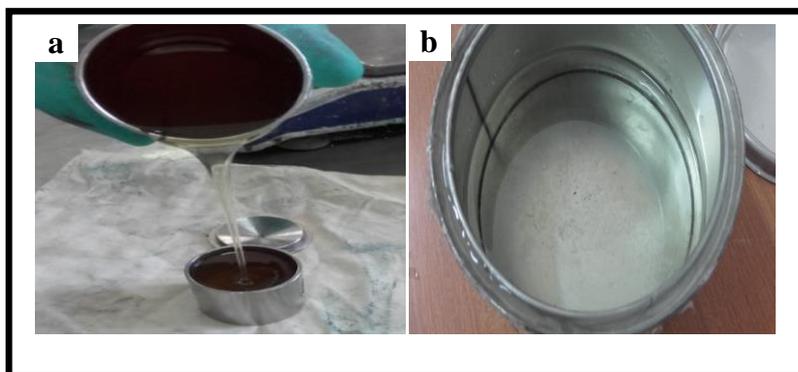


Fig. IV.1 : Aspect huileux : (a) jaunâtre de la résine synthétisée, (b) transparent de la résine commercialisée.

Par ailleurs, il est à noter que les deux résines enregistrent des viscosités et densités légèrement différentes à température ambiante à cause du pourcentage de monomère (styrène) incorporé dans leur structure, chose qui se traduit par les résultats de l'extrait sec obtenu pour chaque résine. Ces valeurs trouvées sont conformes puisqu'elles appartiennent à l'intervalle des normes de viscosités et de densités requises.

Concernant le temps de gel, ce dernier est beaucoup plus long dans le cas de la résine synthétisée (120 min) en comparaison avec la résine commercialisée (8 min). Cette différence si importante est dû au fait que la résine commercialisée contient un taux d'accélérateur pré déterminé. Ce paramètre n'influence pas d'une manière notable sur la nature de la résine polyester insaturé. En revanche, il représente un avantage pour les applicateurs de manipuler à temps libre. De plus, il faut savoir que l'ajout du PMEC et CO 6% à la résine conduit à une réaction exothermique qui permet son passage successif de l'état liquide visqueux à l'état solide infusible avec un état intermédiaire de gel.

A l'inverse du temps de gel, l'indice d'acide obtenu pour la résine synthétisée est moins important (19 mg KOH/g) en comparaison avec la résine commercialisée (30,53 mg KOH/g). Cette constatation nous permet de conclure que le taux de groupements carboxyliques ou encore des anhydrides libres contenus dans la résine est plus important, ce qui veut dire que le temps cuisson est inférieure à celui de la résine synthétisée et cela se concrétise par l'aspect transparent de la résine commercialisé par rapport à celle du polyester synthétisé.

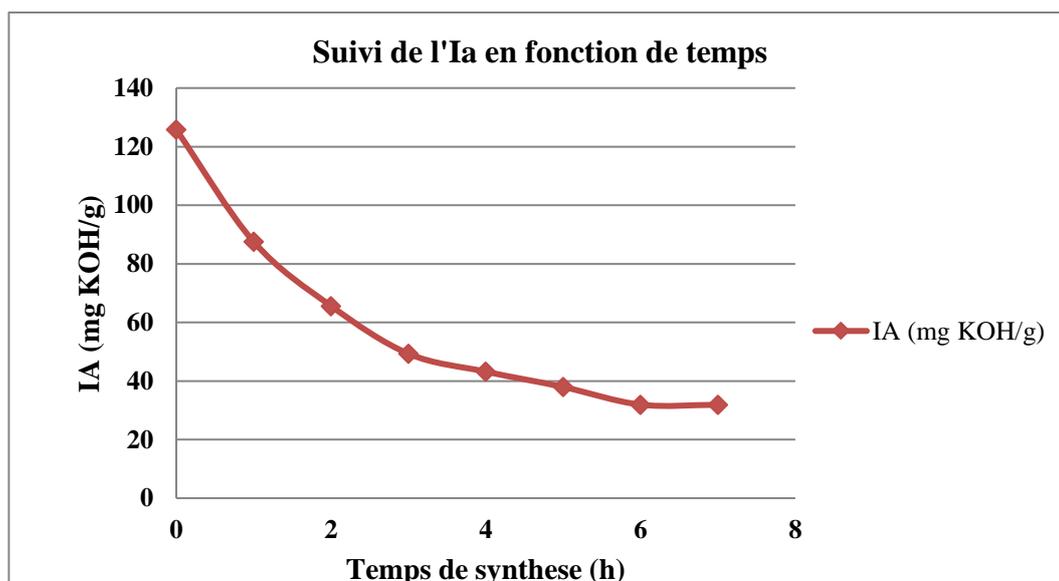


Fig.IV.2: Suivi de l'indice d'acide en fonction du temps

Pour le point d'éclair, les deux résines présentent des valeurs identiques, chose qui nous a permis de dire que la résine polyester synthétisée a la même composition de solvants volatiles que la résine commercialisée. Ainsi, au final de cette comparaison, nous pouvons dire que la résine synthétisée au laboratoire de l'ENAP est très proche de la résine commercialisée et est conforme aux normes exigées.

IV.1.2. Analyse Infrarouge à Transformée de Fourier

Les spectres d'absorption infrarouge des résines synthétisée et commercialisée illustrés sur la Fig. IV.3, révèlent leur similitude. En effet, les mêmes bandes d'absorption sont exhibées pour les deux résines.

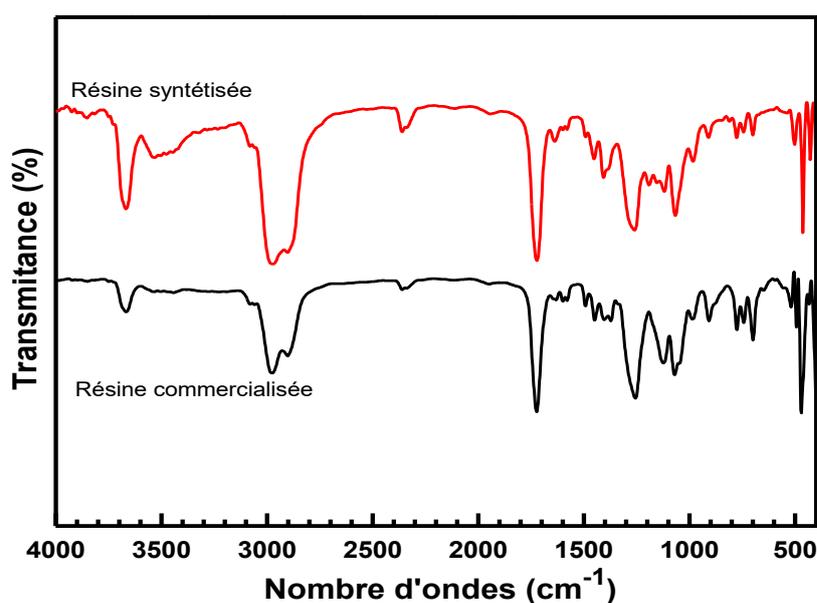


Fig. IV.3 : Spectroscopie Infrarouge des résines synthétisée et commercialisée

Nous notons la présence de bandes d'absorption relatives aux groupements C=O et C=C caractéristiques du polyester insaturé. Ainsi, les pics détectés à 1700 et 1500 cm^{-1} sont attribués aux liaisons C=O et C=C du cycle aromatique respectivement. Les bandes qui s'étalent à 3600 cm^{-1} et de 3500 à 3200 cm^{-1} correspondent respectivement aux vibrations de valence du groupement OH qui provient du PG non réagit plus les vibrations de liaison de l'eau adsorbée. Cependant, le pic enregistré à 2900 cm^{-1} et le domaine complexe délimité entre 1000 et 400 cm^{-1} sont caractéristiques des vibrations d'élongation et de déformation des groupements C-H. La succession de pics de très faibles intensités constatés entre 1500 et 1000 cm^{-1} provient de la vibration d'élongation de la liaison C-O de l'acide. La bande d'absorption située à 982 cm^{-1} correspond à l'élongation C=C du polyester, alors que celle du styrène se retrouve à 915 cm^{-1} [14,23].

IV.1.3. Test de traction

Les essais mécaniques en traction des deux résines sont réalisés pour obtenir les valeurs des constantes de l'Ingénieur à savoir, le module d'élasticité (EMod), la contrainte à la rupture (σ_{rupt}) et la déformation à la rupture (ϵ_{rupt}). Ces essais sont effectués en déplacement contrôlé avec une vitesse de 2mm/min à température ambiante. Le comportement des deux résines est représenté dans la *Fig. IV.3*.

L'allure des courbes obtenues pour les deux résines laisse apparaître deux phases bien distinctes. La première phase est linéaire, elle traduit le comportement global de la résine avant toute apparition d'endommagement. Quant à la seconde, non linéaire, elle interprète la fissuration transversale progressive et un comportement ductile remarquable en fin de chargement. La même allure a été enregistrée dans l'étude de Matassia et al. [23] pour la résine polyester insaturé ortho phtalique.

Les valeurs des constantes de l'Ingénieur des deux résines sont résumées dans le *Tableau IV.2*.

Tableau IV.2 : Evolution des propriétés mécaniques en traction des deux résines.

Résines	Propriétés mécaniques					
	a (mm)	b (mm)	L (mm)	EMod (N/mm ²)	σ_{rupt} (N/mm ²)	ϵ_{rupt} (%)
UPR synthétisée	3,582	9,862	105,96	306,89	11,83	17,02
ES 1060 DK-Turquie	3,987	9,877	105,83	1609,97	29,33	4,50

Avec :

(a) : épaisseur de l'éprouvette (mm) ;

(b) : largeur de l'éprouvette (mm) ;

(L) : distance entre les mâchoires de la machine (les mors) (mm).

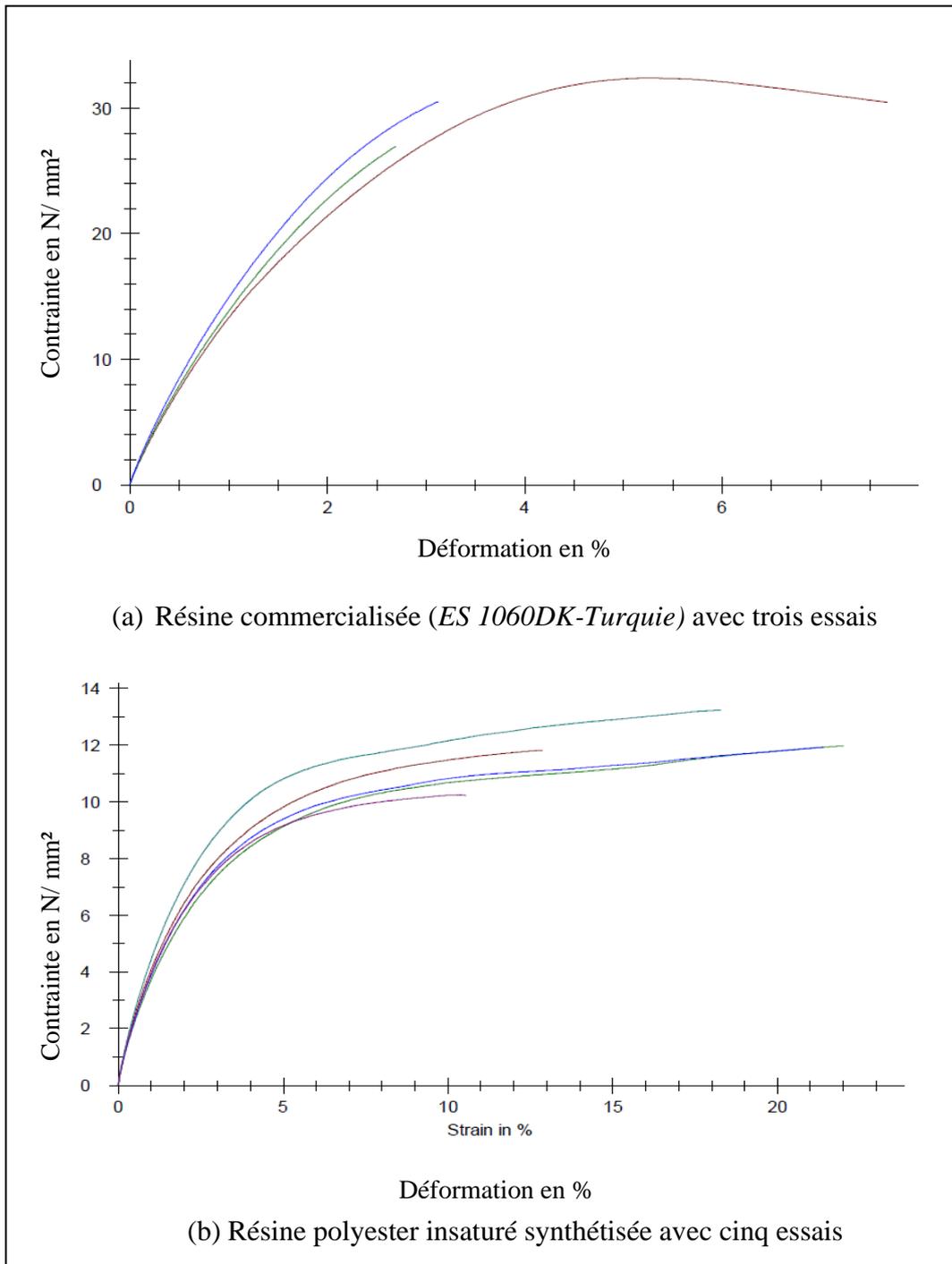


Fig. IV.4 : Courbe contrainte/déformation des deux résines polyester insaturé

Il ressort des résultats reportés dans ce tableau que les valeurs du module d'élasticité (EMod) et la résistance mécanique (σ_{rupt}) de la résine synthétisée par rapport à celles commercialisée sont faibles. Ce comportement est lié directement de la mauvaise qualité du

monomère styrène utilisé dans la synthèse. Généralement, cette contrainte est résolue en renforcement de la matrice via l'intégration de fibre de verre.

IV.2. Caractérisations du produit fini

Pour avoir l'efficacité de la résine polyester insaturé synthétisée, il est nécessaire de l'introduire dans le produit fini à l'usage commercial comme Gel Coat (l'ENAP a déjà cette formule et ce produit fini), puis par la suite comparer cette matrice (Gel Coat à base de résine synthétisée) ainsi préparée avec un Gel Coat (Eurogel GCP) commercialisé. Les résultats de caractérisations des deux gels sont répertoriés dans le *Tableau IV.3*.

La valeur de la finesse de la matrice Gel Coat à base de résine synthétisée reportée dans le *Tableau IV.3* est dans l'intervalle de la norme requise et est proche de celle du Gel Coat (Eurogel GCP) commercialisé. Ce qui veut dire que la résine UP synthétisée présente une bonne compatibilité et bonne mouillabilité avec les charges et les pigments.

Tableau IV.3 : Résultats des testes pour le Gel Coat à base de UPR synthétisée et le Gel Coat (Eurogel GCP)

Caractéristiques	Gel Coat à base d'UPR synthétisé	Gel Coat (Eurogel GCP) commercialisé	Caractérisation (selon la fiche technique)	Normes ISO	Observations
Finesse	5,5	6-6,5	4±0,5	ISO 1524	Conforme
Viscosité	700 Po (M4/V2)	75"	1200±60 (M5/V2) 100-110(Euromere)	ISO 2555	Acceptable
Densité	1,5	1,246	1,6±0,05 1,25(Euromere)	ISO 2811	Conforme
Extrait sec (%)	80,15	61,58	79±1	ISO 3251	Conforme
Temps de gel (h)	2	2	--	--	Conforme
Brillance à 60°	61	56	--	ISO 2813	Conforme
Indice de blancheur WI (CIE)	75,63	71,58	--		Conforme
Adhérence (1mm)	Bonne	Bonne	--	ISO 2409	Conforme
Pliage conique	Bon	bon		ISO 6860	Conforme
Choc Recto Verso (1kg/50cm)	Bon	Bon	--	ISO 6272	Conforme
Test de stabilité	Pas de gélification Pas de dépôt	Pas de gélification Pas de dépôt	--	--	Conforme

Par ailleurs, la matrice Gel Coat à base de résine synthétisée présente une viscosité faible par rapport à la norme et plus élevée par rapport au Gel Coat (Eurogel GCP) commercialisé. Ceci est dû à la formulation et à l'aspect rhéologique de la résine employée dans la formule de Gel Coat ENAP. De ce fait, il en résulte que la densité de la matrice Gel Coat à base de résine synthétisée enregistre une légère différence tandis que son extrait sec converge dans le même sens que sa viscosité, ce qui est dû principalement aux formulations de base utilisées dans pour la fabrication des deux produits finis.

Il est à noter que l'ajustement de la viscosité peut se faire en ajoutant ou diminuant la quantité de solvants dans la formule centésimale ou dans le produit fini, d'une manière à préserver les autres paramètres dans l'intervalle des normes.

Concernant le test de pot life qui se fait par dosage de la résine avec l'amorceur P MEC à 1,5% et l'accélérateur cobalt 6% à 0,75%, il en résulte des valeurs identiques. De même pour le temps de séchage après la réticulation totale.

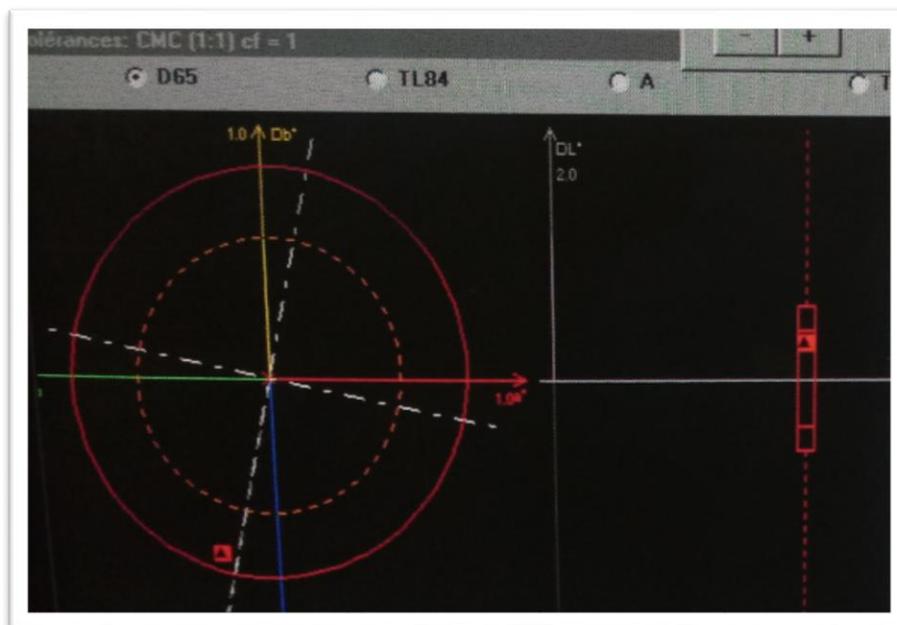


Fig. IV.5 : Représentation des coordonnées colorimétriques dans l'espace de la matrice Gel Coat à base de résine synthétisée

Quant à l'aspect de brillance, les résultats ont montré que notre peinture Gel Coat à base la résine polyester insaturé synthétisée présente une meilleure brillance par rapport à la peinture Gel Coat commercialisé en raison de faible extrait sec de cette dernière. De même, nous constatons que la matrice Gel Coat à base de résine synthétisée donne une meilleure blancheur par rapport au produit commercialisé à base de résine commercialisée. Cela est démontré par la valeur de l'indice de blancheur (WI) qui est élevé dans le cas de la matrice

Gel Coat à base de résine synthétisée. Aussi, les axes des coordonnées chromatiques L*, a* et b* (Fig. IV.5) qui représentent successivement la clarté, la coloration rouge/vert et la coloration jaune/bleu montrent que notre produit fini est plus blanc, moins rougeâtre et moins jaunâtre par rapport au produit fini commercialisé, chose qui prouve que la coloration légèrement jaunâtre de la résine synthétisée n'a pas d'influence sur la teinte du produit fini qui par la suite sera commercialisé. Les résultats de ce test sont regroupés dans les Tableaux IV.4 et IV.5 respectivement.

Tableau IV.4 : Résultats statiques des coordonnées colorimétriques dans l'espace pour les deux résines.

Illuminant	D65					
Référence :	L*	C*	h*	a*	b*	
Gel Coat (Eurogel)	94,45	3,32	77,60	0,71	3,25	
Echantillon :	L*	C*	h*	a*	b*	dE
Gel Coat (à base de UPR synthétisée)	94,74	2,56	78,94	0,49	2,51	0,94

Tableau IV.5 : Résultat de l'indice de blancheur des deux résines par le logiciel Isomatch.

	WI	DWI
Gel Coat (Eurogel)	71,58	-
Gel Coat (à base de UPR synthétisée)	75,63	4,05

Rappelons que les paramètres colorimétriques sont intégrés dans le logiciel Isomatch sous les formules suivantes [22] :

$$L^* = L^*$$

$$C^* = \sqrt{a^{*2} + b^{*2}}$$

$$h^\circ = \text{Arc tangent}\left(\frac{b^*}{a^*}\right)$$

$$W\ CIE = Y + 800(x_n - x) + 1700(y_n - y)$$

Où Y est la valeur trichromatique de l'échantillon, x et y sont les coordonnées chromatiques de l'échantillon, x_n et y_n sont les coordonnées chromatiques du diffuseur parfait pour la CIE (Commission Internationale de l'éclairage).

En ce qui concerne les propriétés mécaniques, le test d'adhérence appliqué pour la matrice Gel Coat à base de résine synthétisée a révélé que les bords des incisions sont parfaitement lisses (*Fig. IV.5*); aucun des carrés du quadrillage ne s'est détaché. Donc nous pouvons conclure que cette peinture à base de la résine synthétisée a un bon accrochage et cela quelque soit sa nature renforcée ou pas renforcée par la fibre de verre et elle est comparable à celle du Gel Coat commercialisé.

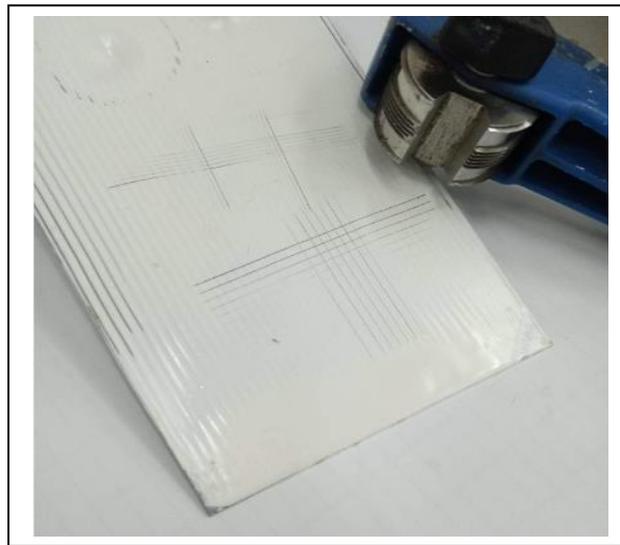


Fig.IV.6 : Les incisions résultantes par le test d'adhérence sur la peinture à base de la résine synthétisée (Gel Coat).

Pour le test du pliage conique, ce dernier montre la résistance d'une couche de peinture aux craquelages du film lorsqu'il est soumis au pliage sur mandrin cylindrique dans des conditions normalisées. Ainsi, les résultats obtenus révèlent une bonne souplesse du film de peinture à base de la résine synthétisée et aucune craquelure n'a été enregistrée (*Fig. IV.6*). Ce test est conforme à la norme requise et identique à celui de la peinture commercialisée.



Fig.IV.7 : Résultat du pliage conique de la peinture de Gel Coat à base de UPR synthétisée

Cependant, le test de choc recto-verso réalisé pour voir la résistance d'une couche de peinture Gel Coat aux craquelures du film sous l'effet d'un essai de choc montre la bonne résistance aux chocs recto et verso de la peinture à base de la résine synthétisée (pas de craquelures et une bonne souplesse), ce qui confirme que la peinture est résistante selon les normes requises (*Fig. IV.8*).

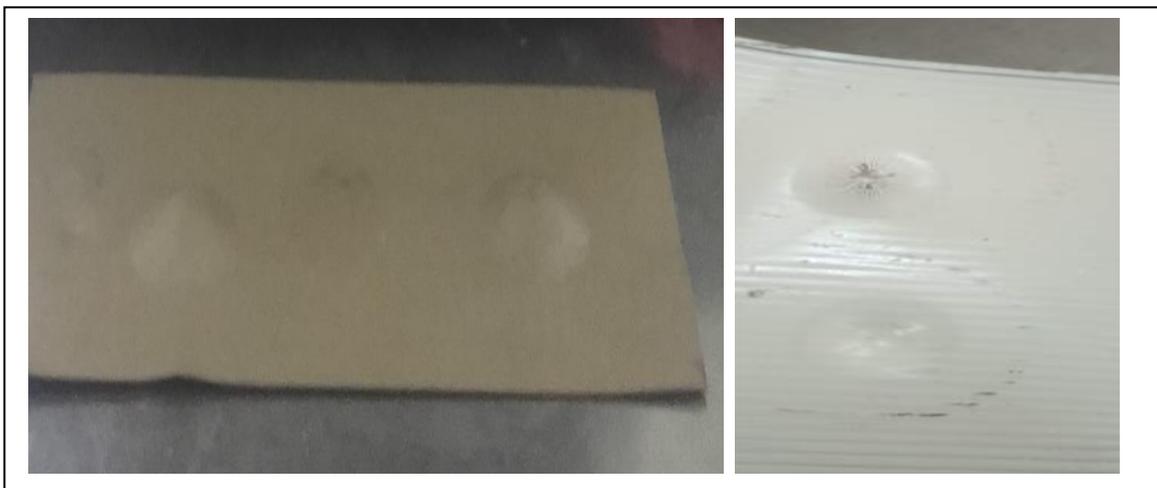


Fig.IV.8 : Le résultat de choc recto/verso sur la peinture Gel Coat à base d'UPR synthétisée.

Au final de ces propriétés mécaniques, le test de stabilité montre une bonne stabilité de peinture Gel Coat à base UPR synthétisée, ce qui revient à dire que cette dernière ne représente ni gélification, ni dépôt, ni sédimentation.

IV.3. Impact de produit fini (Gel Coat) sur l'environnement

Comme tous les produits chimiques, le Gel Coat présente également des risques pour l'environnement et la santé humaine, en particulier lors de sa fabrication. Il contient des produits toxiques (additifs chimiques, pigments contenant des composés organiques volatils (COV), biocides ...) qui sont libérés pendant et après leur mise en œuvre. Pour palier ce problème, la Commission Européenne sur la fabrication des polymères s'est fixée pour objectif de réduire les émissions totales des COV lors de la fabrication des résines polyester insaturé et aussi pour la fabrication du Gel Coat [28, 29].

Il est à noter que si nous prenons les précautions nécessaires lors de la fabrication ou de l'application de Gel Coat, ce mélange ne présente pas de danger pour l'environnement. Aucune atteinte à l'environnement n'est connue ou prévisible dans les conditions normales d'utilisation.

Chapitre V :

*Etude technico- économique du projet
résines polyester insaturé*

Le projet d'élaboration d'une étude technico-économique pour la fabrication des résines polyester insaturé est initié par ENAP Spa et réalisé par CETIC spa « Centre des techniques de l'information et de la communication » en Septembre 2014 avec comme objectif le développement de l'entreprise, la diversification de ses activités et sa contribution à l'effort des pouvoirs publics du développement industriel à la diminution des importations.

Par ce projet, l'entreprise entend s'inscrire dans la politique industrielle nationale. Il s'agit de développer la croissance industrielle et une plus grande contribution du secteur industriel.

V.1. Analyse du marché des résines polyester insaturé

Actuellement, le marché national est alimenté exclusivement avec de la résine polyester insaturé importée. L'analyse du marché concerne les résines polyester insaturé, elle vise à réunir tous les éléments du marché qui peuvent impacter le dimensionnement du projet. L'étude est réalisée selon les Termes de Référence de la mission qui soulignent en particulier : la définition du produit, l'identification des utilisateurs, l'évaluation des besoins du marché, l'identification de l'offre et l'adéquation Offre/demande. D'autres items ont été traités, notamment la segmentation du marché.

V.1.1. Evolution des importations (2011-2013)

V.1.1.1. Détermination des positions tarifaires

Conformément au Tarif Douanier, les résines polyester insaturé sont dédouanées sous la sous-position suivante :

Sous-Position 39 07 91 00 : Autres polyesters insaturées.

V.1.2. Evolution globale des importations des résines polyester

Le marcher des résines polyester insaturé a enregistré une hausse importante dans le taux d'importation (*Tableau V.1*) et prévoit toujours cette croissance durant les prochaines années.

Tableau. V.1 : Evaluation des importations des résines polyester insaturé [27]

Années	2011	2012	2013
Quantité (T)	3015	3072	6267
Valeur (Million \$)	9,2	9,3	17,7

L'évolution spectaculaire observée en 2013 a été générée par les importations opérées par les importateurs des matières premières et les principaux utilisateurs (ECOREP, Sarl POLYOR, Eurl Efareb, FIPEXPLAST, ENAP...etc) de ce produit [27].

V.1.3. Répartition des importations par pays d'origine

En 2013, quatre pays sur un total de 12 ont alimenté le marché national en résine à hauteur de 83%. Il s'agit de la Slovénie, l'Italie, la France et l'Espagne...etc. (Tableau V.2).

Il est utile de rappeler que les produits en provenance de ces pays ainsi que des autres membres de l'Union Européennes, sont exonérés des droits de douane [27].

Tableau V.2 : Répartition des importations en Algérie par les pays exportateurs durant années 2012/2013

Pays	2012		2013	
	Quantité	%	Quantité	%
Slovénie	211200	7	1760000	28
Italie	1060806	35	1430238	27
Espagne	19235	1	1066880	13
France	983447	32	970221	15
Turquie	378050	12	570101	9
Emirat Arabes				
Unis	240750	8	423120	7
Autres pays	198280	7	47332	1
Total	3072533	100	6267892	100

V.1.4. Procédure d'approvisionnement en résines

L'étude a relevé que les principales sociétés consommatrices de résines polyester insaturé recourent à l'importation directe auprès des fournisseurs étrangers. En revanche, les sociétés consommant des quantités moyennes ou faibles s'approvisionnent auprès des importateurs/distributeurs locaux qui représentent certaines marques internationales.

V.1.5. Demande nationale en résine polyester instauré

V.1.5.1. Méthodologie d'intervention

Pour la réalisation de la présente étude, il a fallu procéder à l'application d'une démarche globale qui s'appuie sur les 3 étapes opérationnelles suivantes (Fig. V.1) [27]:

- **Recherche documentaire** : identification des grands secteurs utilisateurs et recueil de données auprès des départements ministériels concernés (Ministère de la Pêche et des Ressources halieutiques, des douanes algériennes et des associations professionnelles (Bourse Algérienne de la Sous-traitance et de Partenariat (BASTP)).
- **Détermination de l'échantillon** : détermination de l'échantillon des entreprises à enquêter.
- **Réalisation des enquêtes terrain** : réalisation des enquêtes-terrain auprès des organismes et société retenus dans l'échantillon.

V.1.5.2. Identification des secteurs utilisateurs

L'étude a permis d'identifier plusieurs secteurs utilisateurs de la matière en sujet qui sont cités ci-après :

- 1) Construction navale ;
- 2) Construction automobile ;
- 3) Fabrication des articles sanitaires ;
- 4) Fabrication de tuyaux de canalisation.

Le *tableau V.3* montre leur consommation approximative de la résine polyester insaturé.

Tableau.V.3 : Consommation de la résine polyester insaturé (en tonne) dans les différents secteurs de l'industrie

Secteurs utilisateurs	Consommation (T)
Tuyaux de canalisation	3 643
Articles sanitaires	1 000
Construction navale	500
Construction véhicules industries	100
TOTAL	5 243

V.1.5.3. Coût de matières (année 2014)

Le *Tableau V.4* ci-dessous montre le coût et le prix unitaire des matières premières de base pour la fabrication de la résine polyester insaturé durant l'année 2014 [27].

Tableau.V.4 : Coût de matière première pour la fabrication de la résine polyester insaturé durant l'année 2014

Matières premières	UM	Densité kg/litre	quantité T/an	prix euros	Coût euros unitaire	Coût euros total	Coût dollar unitaire	Coût dollar total	coût total DA
anhydride phtalique	Kg	1,53 gr/cm ³	1519,5	24,10 euro/kg	24,1	36619,95			3 834 108,77
anhydride maléique	Kg	1,48 gr/cm ³	1519,5	38,80 euro/kg	38,8	58956,6			6 172 756,02
propylène glycol	Kg	1,036 kg/l	2843	14,60 euro/litre	14,0926641	40065,44402			4 194 851,99
styrene PF	Kg	0,909 kg/l	2500	26,80 euros/l	26,80	67000			7 014 900,00
Xylene	Kg	0,86 kg/l	250	12,30 euro/litre	14,3023256	3575,581395			374 363,37
Azote gas	litre		112000	0,0138 euros/litre	0,0138	1545,6			161 824,32
dioxyde de silicium	Kg		50	33,95 euro/kg	33,95	1697,5			177 728,25
dioxyde de titane	Kg		50				21	1050	840,00
diverses matières de remplissage	Kg		50	10 euro/kg	10	500			52 350,00
DCPD poudre (20% à 30%)	Kg	0,980kg/litre	625	9 euro/kg	9	5625			588 937,50
DCPD liquide (20% à 30%)	Kg	1,036 kg/litre	625	9,20 euro/litre	8,88030888	5550,19305			581 105,21
TOTAL									23 153 765,43

V.2. Technologies de mise en œuvre et domaines d'application de la résine polyester insaturé

La mise en œuvre du polyester insaturé se fait par plusieurs méthodes et ses domaines d'application sont très variés. Le tableau ci-dessous, regroupe les différents procédés de mise en œuvre de la résine polyester insaturé ainsi que ses domaines d'application.

Tableau. V.5 : Procédé et domaine d'application de la résine polyester insaturé (UPR).

Procédés	Domaine d'application
Moulage au contact	- Nautisme, Piscine, carrosserie, Bâtiment (façade), travaux public (coffrage)
Moulage par projection simultanée	- Production de bateaux, Revêtements, Bâtiments articles sanitaires, Travaux public (coffrages), Panneaux sandwichs pour camions
Moulage sous vide	- Panneaux sandwichs pour camion isothermes, conteneurs, Pièces diverses : casques de protection enveloppants, ...
Moulage par injection basse pression de résine – RTM (Moulage par Transfert de Résine)	- Eléments de carrosserie pour véhicules, Petits articles sanitaires, Cuves de petites et moyennes dimensions - Pièces industrielles diverses, Fourches de vélo,
Moulage à la presse à froid	- Capotages divers - Bacs de manutention
Infusion de résine sous membrane souple	- Industrie automobile/nautique, Capot voiture Coque bateau
Moulage par injection de compound – BMC (Bulk Molding Compound / préimprégné en vrac)	- Pièces pour appareillages électriques, Pièces automobiles sous capot, Pièces industrielles diverses
Moulage par compression	- Industrie automobile : pièces de carrosseries sous capots, pièces de protection, Industrie électrique : coffrets de comptage, réglette d'éclairage, Pièces industrielles diverses.

V.3. Opportunités et menaces

Le *Tableau V.6* ci-dessous montre les opportunités et les menaces de la résine polyester insaturé selon l'analyse SWOT, Le terme SWOT est un acronyme issu de l'anglais : Strengths (Forces), Weaknesses (Faiblesses), Opportunities (Opportunités), Threats (Menaces). L'analyse SWOT ou matrice SWOT est un outil de stratégie d'entreprise permettant de déterminer les options stratégiques envisageables au niveau Entreprise et des unités opérationnelles [27].

Tableau. V.6 : Analyse SWOT sur UPR

Opportunités	Menaces
Le marché de la résine est relativement important. Il est appelé à connaître une forte progression au cours des prochaines années.	Les principaux utilisateurs s'approvisionnent directement auprès des groupes internationaux. Pour préserver leur présence en Algérie, ces groupes pourraient s'opposer à tout projet d'investissement local, en agissant sur le levier prix.
Les principaux secteurs, notamment les tuyaux de canalisation et des articles sanitaires sont en pleine extension. Leurs besoins en résines ne peuvent qu'augmenter.	Le marché est soumis à de fortes exigences de la part des utilisateurs, notamment en termes de qualité. Le non respect de ces exigences pourrait porter préjudice à tout intervenant sur ce marché.
	L'entrée en production des nouvelles usines permettra de réduire la facture des importations et rend le contexte fortement concurrentiel.

V.4. Conclusion

L'étude du marché national des résines polyester insaturé a permis de retenir les points essentiels développés ci-après.

- 1) la demande est relativement importante. Elle est soutenue par les besoins des différents secteurs de l'industrie (tuyaux de canalisation, articles sanitaires, construction navale et construction automobile) ;
- 2) les besoins du marché national sont satisfaits dans leur totalité par des importations. Mais, l'entrée en production à partir des prochaines années des usines de fabrication de résine polyester insaturé changera fortement la donne.

Tenant compte de ce qui précède, l'investissement dans le domaine de la fabrication des résines polyester insaturé représente une opportunité qui mérite d'être saisie par l'ENAP qui a fortement capitalisée dans l'industrie chimique. Cependant, l'opportunité d'investir demande à être validée par les résultats de l'analyse financière.

Conclusion générale

Conclusion générale et perspectives

Ce travail de Master effectué au sein de l'Entreprise Algérienne Nationale des Peintures (ENAP) ; Unité de Production de Lakhdaria ; Bouira, avait pour objectif de préparer des résines polyester insaturé en vue de leur utilisation dans la formulation du Gel-Coat (peinture) destiné au marché Algérien.

Au cours de cette étude, nous avons pu synthétiser, par une meilleure adaptation des matières premières et de procédé de synthèse, une résine polyester insaturé orthophtalique par une réaction de polycondensation via un mode opératoire propre à nous. La résine ainsi obtenue (UPR synthétisée) a été caractérisée par différentes méthodes puis comparée à la résine commercialisée (ES 1060 DK-Turquie). Les résultats reportés ont montré que certaines caractéristiques physicochimiques (extrait sec, viscosité, densité, indice d'acide, point d'éclaire et analyse infrarouge) de notre résine synthétisée se rapprochent de celles de la résine commercialisée et répondent convenablement aux normes exigées. Cependant, sa coloration Gardner (jaunâtre) et son temps de gélification (120 min) témoignent une différence remarquable qui est due essentiellement à la présence des impuretés dans l'anhydride phtalique (AP), l'aspect jaunâtre du monopropylène glycol (PG), le temps de cuisson élevé (temps de synthèse) et l'absence des agents antioxydants.

Par ailleurs, la mise en œuvre de cette résine synthétisée dans la formulation du Gel Coat (produit fini) produit par l'ENAP révèle des caractéristiques finales identiques avec celles de Gel Coat commercialisé (Eurogel GCP ; Euromère ; France), ce qui nous mène à conclure que les différences enregistrés dans les caractéristiques du produit semi-fini n'influencent pas le produit fini (Gel Coat).

Au final, ce travail ouvre la voie à un grand nombre de perspectives dont nous citerons quelques unes ci-dessous :

- il serait intéressant de renforcer la résistance mécanique de notre résine par ajout de fibre de verre à la matrice ;
- synthétiser une autre résine polyester insaturé flexible par l'addition de l'acide adipique ($C_6H_{10}O_4$) dans le but d'augmenter sa souplesse et réduire sa dureté ;
- réduire le phénomène d'oxydation par l'ajout des agents antioxydant tel que le Triphényl phosphite ($P(C_6H_5O)_3$) qui nous donnera une UPR d'un aspect transparent ;
- réaliser la synthèse à grande échelle afin de minimiser la dépendance à l'importation de cette résine et les besoins du marché national seront satisfaits par cette matière semi finie importante dans le domaine industriel.

Annexe

Annexe : Plastiques- Détermination des propriétés de traction ISO 527/2012

I. Essai de traction

L'essai de traction détermine principalement les propriétés mécaniques d'un moulage. Ces grandeurs caractéristiques sont en principe utilisées à des fins de comparaison.

Les grandeurs caractéristiques sont:

- Contrainte de traction: La force se référant à la section initiale de l'éprouvette ;
- Allongement: Variation de la longueur de référence se référant à la longueur de référence initiale ;
- Module de traction: Pente de courbe dans le diagramme de contrainte-allongement ;
- Point d'élasticité: Contrainte et allongement sur le point de courbe sur lequel se trouve la pente nulle ;
- Point de rupture: Contrainte et allongement au moment de la rupture éprouvette ;
- Coefficient de Poisson: ratio négatif de l'allongement transversal à l'allongement longitudinal.

I.1. Principe de l'essai

L'essai consiste à soumettre une éprouvette à un effort de traction suivant son axe, généralement jusqu'à la rupture en vue de déterminer une ou plusieurs caractéristiques mécaniques.

I.2. Machine de traction

Elle est constituée :

- D'un système de traction
- D'un système de mesure précise des allongements
- D'un système de mesure précise des efforts engendrés

I.3. Formes éprouvette pour l'essai des formes de moulage

I.3.1. Formes géométriques et dimensions

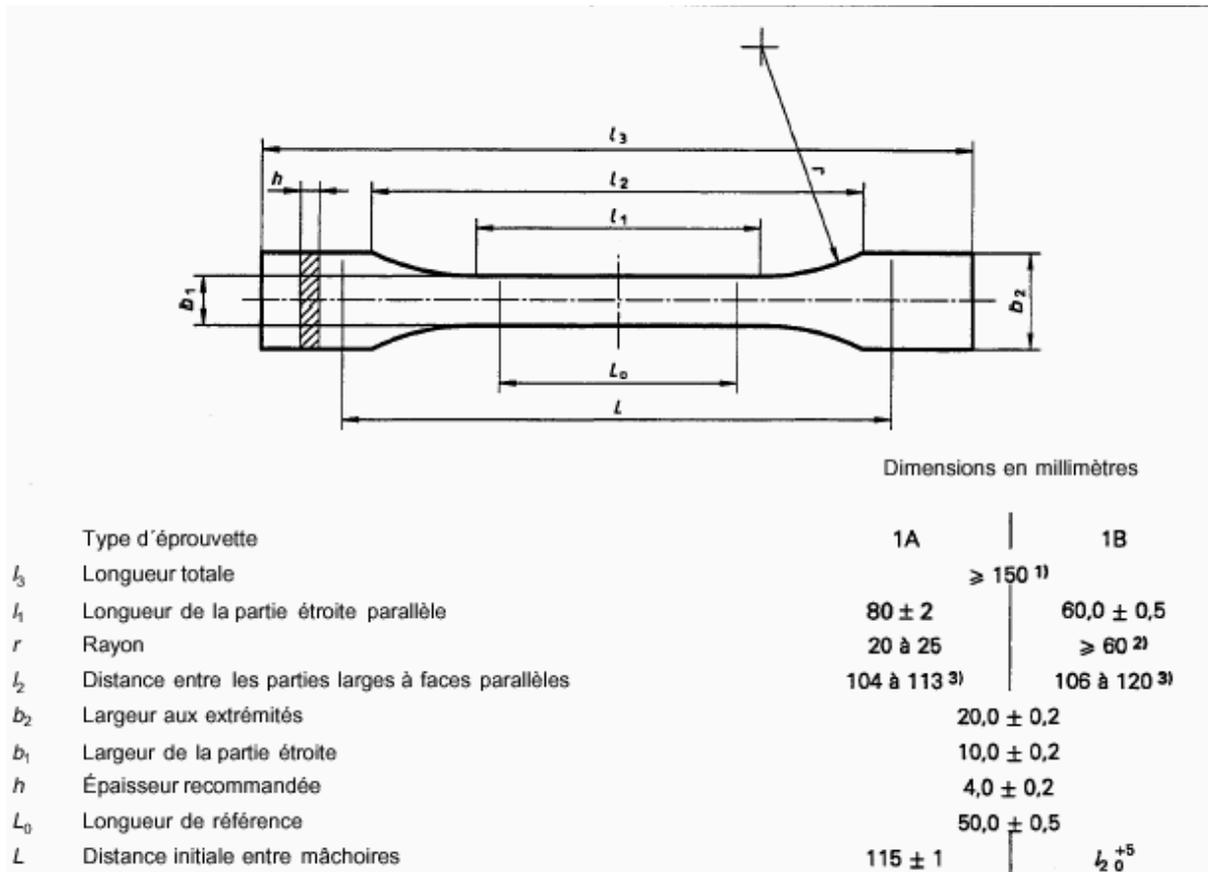


Figure 1 : Epreuves type 1A et 1B

I.4. Technique de l'essai

- Mesurer la largeur et l'épaisseur de l'éprouvette à 0,1mm près pour la largeur et 0,02mm près pour la hauteur en différents points répartis sur la longueur.
- Placer des repères sur l'éprouvette distants de 50 mm.
- Fixer l'éprouvette sur la machine
- Démarrer l'essai avec l'enregistrement des données efforts / allongements.
- Refaire l'essai avec 5 éprouvettes du même matériau.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] Document de l'ENAP/UPL 2015
- [2] K, Aoudia, F, Arkak, Elaboration et caractérisation d'un mastic à base d'une résine polyester : Application à la réparation automobile, Mémoire de D.E.U.A , Université de Tizi Ouzou, Algérie, 2008.
- [3] C. Holuigue, Optimisation de synthèses de polyesters insaturés de polydispersité contrôlée. Thèse de Doctorat, Université de Lille 1, France, 1990.
- [4] A, Bihan, Etude de résines thermodurcissables, et d'un système catalytique encapsulé, Thèse de Doctorat, Université de Lille 1, France, 1998.
- [5] J. M. Simpson, Synthesis and characterization of unsaturated polyesters for use in multi-vesiculated particles (MVPs), Memoire de Master, Université de Stellenbosch, Afrique de sud, 2010.
- [6] J. P. Mercier, E. Maréchal, Chimie des polymeres : Synthèse, réaction, dégradation, 1^{er} Edition. Suisse :Presses Polytechniques, 1993.
- [7] P. Weiss, La chimie des polymères, Support de cours, Université Médicale Virtuelle Francophone, 2010.
- [8] J. Adami, Etude rhéocinétique et diélectrique de systèmes réactifs à base de polyester insaturé (résines UP). Application au suivi en temps réel du processus de polymérisation dans le procédé RTM, Thèse de Doctorat, Institut National des Sciences Appliquées, Lyon, 2004.
- [9] P. Grandou, P. Pastour, Peintures et vernis, Edition Hermann, Paris : 1966.
- [10] P. Belliard, Polycondensation des polyesters insaturés, Techniques de l'Ingénieur, J5860 V3, 2009.
- [11] J. C. Jannel, Polyesters insaturés UP, Techniques de l'Ingénieur, AM3445 V1, 2004.
- [12] P. Arlaud, Polycondensation des polyesters insaturés, Techniques de l'Ingénieur, J5860 V2, 1994.
- [13] D. Braun, H. Cherdron, M. Rehahn, H. Ritter, B. Voit, Polymer Synthesis: Theory and Practice Fundamentals, Methods, Experiments. 5^{ème} Edition, 2013.
- [14] N. Belloul. Procédé de fabrication de structures en composite verre. Mémoire de Magister, Université de Boumerdès, Algérie, 2007.
- [15] Y. Lamy. Nanostructuration de résines polyester insaturé par des copolymères à blocs : Application aux composites SMC et BMC. Thèse de Doctorat. Institut National des Sciences Appliquées Lyon, France, 2012.
- [16] P. Deligny, N. Tuck , Resins for surface coatings, Alkyds & Polyesters. V2. 2^{ème} Edition. London UK : PKT Oldring, 2001.

Références bibliographiques

- [17] Document établi par la Caisse Nationale de l'Assurance Maladie-Direction des risques professionnels, Résine polyester insaturé dans les matériaux composite. Paris, 2016.
- [18] N. Hamam, Polycondensation de dioxolane-1,3 avec les anhydrides maléique et phtalique catalysée par la maghnite-H⁺. Mémoire de Magister, Université d'Oran, Algérie, 2012.
- [19] J. M. BertheloT, Matériaux composites : comportement mécanique et analyse des structures, 3^{ème} Edition, Masson, Paris, 1992.
- [20] C. Bradai, T. Bouraoui, N. Hamed, F. Elhalouani, Réticulation et comportement mécanique d'une résine polyester insaturé pour différents taux de catalyseur. Edition Lavoisier. V4, N 33, p.293-302, 2008
- [21] Document établi par le Groupe Français d'Etudes et d'Application des Polymères International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC), Chimie Macromoléculaire/Polycondensation – Polyaddition, 2013.
- [22] Document établi par X-rite Pantone, Support technique couleur et apparence, journée technique sur la colorimétrie, 2017.
- [23] S. Matassia, A. Dahmane, Synthèse de la résine à base de polyester insaturé à partir du PET recyclé, Mémoire de Master, Université de Boumerdès, Algérie, 2017.
- [24] M. Charretton, M. Falcy, J. Triolet, Peintures en phase aqueuse (ou peintures à l'eau) : Composition, risques toxicologiques, mesures de prévention, Edition INRS ED 955, 2006.
- [25] R. Lebreton, A. Guilleux, Peintres en solvants : Composition, risques toxicologiques, mesures de prévention), Edition INRS ED 971, 2009.
- [26] Document de l'ENAP/UPL : Méthodes de contrôle MP/SF/PF, 2015.
- [27] Document de l'ENAP : ENAP,DC,2014.
- [28] C. Lecomte, S. Martin, Les impacts des différentes peintures sur la santé et l'environnement, Écohabitation, 28/11/2013.
- [29] Direction régionale de l'environnement, de l'aménagement et du logement, Rapport de l'inspection des installations classées pour la protection de l'environnement, Nîmes, 18/04/2016.

Résumé

L'objectif de cette étude était de synthétiser la résine polyester insaturé orthophtalique, en utilisant l'anhydride phtalique, l'anhydride maléique pour l'insaturation et le propylène glycol. Le polycondensat obtenu a été mélangé avec le monomère styrène.

Pour étudier les caractéristiques de cette résine ainsi synthétisée, plusieurs tests de contrôle ont été effectués puis comparés avec la résine commercialisée. Cependant, pour visualiser son comportement, cette dernière a été introduite dans la formulation du Gel Coat. La matrice Gel Coat/résine synthétisée, caractérisé comme étant produit fini a été analysé puis comparé avec le Gel Coat commercialisé. L'ensemble des résultats obtenus confirment la similitude de nos produits avec ceux commercialisés.

Mots clé : résine polyester insaturé, anhydride phtalique, anhydride maléique, propylène glycol, polycondensation.

Abstract

The objective of this study was to synthesize the orthophthalic unsaturated polyester resin using phthalic anhydride, maleic anhydride, and propylene glycol. The polycondensate obtained was mixed with the styrene monomer.

To study the characteristics of this synthesized resin, several control tests were adapted and compared with the commercialized resin. However, to visualize its behavior, it has been introduced into the formulation of Gel Coat. The matrix gel coat / resin synthesized, characterized as being finished product, was analyzed and compared with the commercialized Coat Gel. All the results obtained confirm the similarity of our products with those marketed.

Keywords: Unsaturated polyester resin, phthalic anhydride, maleic anhydride, propylene glycol, polycondensation.

المخلص

الهدف من هذه الدراسة هو صناعة راتنجات البوليستر غير المشبعة، وذلك باستخدام أنهيدريد الفثاليك، أنهيدريد المالنك والبروبيلين غليكول. تم خلط البوليكوندونسا التي تم الحصول عليها مع مونومر الستايرين. لدراسة خصائص هذا الراتنج المركب، أجرينا العديد من اختبارات التحكم ثم قمنا بمقارنتها مع الراتنج التجاري. ولتوضيح سلوك هذا الراتنج، ادخلناه في صياغة Gel Coat الذي يستخدم على نطاق صناعي كبير، مرة أخرى قمنا بدراسة خصائص المنتج النهائي الذي تم الحصول عليه (Gel Coat) بالمقارنة مع Gel Coat التجاري. وجدنا من مجموعة من النتائج انها قريبة جدا من تلك الراتنج التجاري.

الكلمات المفتاحية: راتنجات البوليستر غير المشبعة، أنهيدريد الفثاليك، أنهيدريد المالنك، البروبيلين غليكول، التكتيف.