

**UNIVERSITE SAAD DAHLAB DE BLIDA**



**Faculté des Sciences de l'Ingénieur**

**Département de Chimie Industrielle**

**Mémoire de master**

Spécialité : Génie Chimique

Recherche de formule d'empattage –broyage des peintures permettant  
une utilisation optimum des équipements et un meilleur rendement de la  
fabrication par la méthode de DANIEL

Par

**HAMZA Walid**

Devant le jury composé de :

M <sup>r</sup>	Professeur	U.S.D B	Président
M <sup>r</sup>	Professeur	U.S.D B	Examineur
M <sup>r</sup>	Maitre de conférences A	U.S.D B	Examineur
M <sup>r</sup> El Hadi-Dj	Maitre de conférences A	U.S.D B	Rapporteur

Blida, juin 2013

### ملخص

يهدف هذا العمل إلى البحث عن الصيغة المثالية لمادة معينة انطلاقاً من الصيغة العامة لهته المادة، ويمكن الحصول على هذه الصيغة من خلال تطبيق تقنية 'أسلوب دانيال' هذه التقنية تسمح بالحصول على جودة عالية من التشتت في أقصر مدة زمنية ممكنة وذلك مع استعمال الأمثل لمعدات التشتيت.

الكلمات الدالة طلاء, تشتت, طحن, التفريق, الجودة

### RESUMEE

Le but de ce travail consiste à rechercher à partir de la formule brute du produit considéré une formule d'empattage-broyage des même produits par une technique dite « méthode de Daniel ». Cette technique consiste à augmenter le rendement de production à partir de la formule obtenu par cette méthode, et celle qui donne en un temps minimum une meilleure finesse de dispersion avec une utilisation optimale de l'équipement de dispersion.

Mots clés: peinture, empattage, broyage, dispersion, finesse.

### ABSTRACT

The object of this work is to search from the formula of a product a mashing-grinding formula by a technique called method of Daniel'. This technique increases the production yield from the formula obtained by this method. And the one which gives a better fineness better fineness of dispersion for a very short time. With an optimal use of the dispersion equipment.

Key words : painting, mashing, grinding, dispersion, finesse.

## REMERCIEMENT

On dit souvent que le trajet est aussi important que la destination. Les cinq années de maîtrise m'ont permis de bien comprendre la signification de cette phrase toute simple. Ce parcours, en effet, ne s'est pas réalisé sans défis et sans soulever de nombreuses questions pour lesquelles les réponses nécessitent de longues heures de travail. Avant de faire de quelconque développements au sujet de cette expérience professionnelle, il apparaît opportun de débiter ce mémoire par des remerciements aux mes prof Mr Hadj Sadouk , Mr Fetaka, Mr Elhadi qui m'ont beaucoup aidé au cours de ce mémoire.

Tout d'abord Je tiens à remercier ALLAH le tout puissant de m'avoir donné la foi et de m'avoir permis d'en arriver là.

Mes remerciements vont également à mes très chers parents qui ont le droit de recevoir mes chaleureux remerciements pour le courage et le sacrifice qu'ils ont consentis pendant la durée de mes études en leurs souhaitant une longue vie pleine de joie et de santé.

Surtout un grand merci à mon encadreur Mr : Matouk Latbi pour son encadrement, sa compréhension et sa gentillesse durant tout le long de mon mémoire. Je le remercie aussi, pour la finesse de ses attitudes sur le plan aussi bien humain que scientifique. Ses remarques successives ont permis d'améliorer les différentes versions de ce travail. Grâce à son approche respectueuse de la personne humaine, je me suis continuellement senti à l'aise. Je lui en sais infiniment gré.

Je remercie les personnes qui ont accepté de prendre part au jury de ma thèse.

Je tiens à remercier aussi les parents de mes amis Mr KHELIFA Nedjm Eddine et Mr ALLOUCHE Salah pour leurs générosités et leurs soutiens moraux.

Je remercie aussi toute ma famille et tous ceux qui m'ont aidé et encourager de près ou de loin à réaliser ce travail.

Enfin je remercie tous les professeurs du département chimie industrielle de l'université de SAAD DAHLEB BLIDA.

# *Dédicaces*

*Je dédie ce modeste travail*

*A ceux que j'aime le plus au monde*

*A ma mère, à ma mère, a ma mère et mon père*

*A mes chers frères*

*A mes chères sœurs*

*A mes tantes et mes oncles*

*A Dr Ismail*

*Je dédie aussi ce travail à mes amis. K, Islem, Sidou Ilyas, Hamim, Housseem, Zaki, Sid Ali*

*Djamel Damousi, Salah Eddine, Nassim, Ami Ali, Dahmene, Imene, Amina, Wahiba,*

*Khira.....*

*A tous mes amis d'enfance :D*

*A tous ceux qui ont fait avec nous un mi-chemin*

**.....WàLID**

TABLE DES MATIERES

RESUME

REMERCIEMENTS

TABLE DES MATIERES

LISTE DES ILLUSTRATIONS, GRAPHIQUES ET TABLEAUX

INTRODUCTION GENERALE..... 1

**Partie bibliographique :**

**Chapitre I: Composition d'une peinture:**

1.1. Définition de la peinture :..... 3

1.2. Constituants de la peinture et leurs rôles :..... 3

1.2.1. Liant : ..... 4

1.2.1.1. Résines alkydes : ..... 4

1.2.1.2. Résine de polyuréthanes ..... 5

1.2.1.3. Résines époxydique ..... 5

1.2.1.4. Résines polyesters ..... 6

1.2.2. Solvants ..... 6

1.2.3. Matières pulvérulents (pigments et charges) ..... 7

1.2.3.1. Pigments ..... 7

1.2.3.2. Charge ..... 7

1.2.3.4. Morphologie des pigments et charges ..... 8

1.2.4. Additifs (adjuvants) ..... 8

1.2.4.1. Principaux additifs dans la formulation des peintures ..... 8

**Chapitre II : Fabrication des peintures :**

2.1. Fabrication des peintures ..... 13

2.2. Procédés de fabrication ..... 13

2.3. Caractéristiques de la fabrication ..... 13

2.4. Processus de la fabrication d'une peinture ..... 14

2.4.1. Pesée ..... 14

2.4.2. Empattage-broyage ..... 14

2.4.2.1. Importance de l'étape empattage-broyage ..... 14

2.4.2.2. Formulation des pâtes de broyage .....	14
2.4.2.2. 2.Composition d'une pâte de broyage .....	15
2.4.2.2.3. Etape importantes de la fabrication .....	16
<b>Chapitre III: La dispersion :</b>	
3.1. Généralité sur la dispersion : .....	17
3.2. Définition de la dispersion .....	17
3.3. Les contraintes mécaniques de la dispersion.....	17
3.4. Dispersion à l'aide d'un disperseur .....	18
3.5. Dispersion à l'aide de broyeurs à billes.....	19
3.5.1. Mécanisme de la dispersion à l'aide d'éléments de broyage .....	19
3.5.2. Construction et utilisation des broyeurs à billes.....	20
3.6. Contrôle de dispersion .....	21
3.7. facteurs influençant sur la dispersion .....	21
3.7.1 Viscosité de la pate de broyage .....	21
3.7.2. Nature de liant et solvant.....	21
3.7.3. Agents de mouillage et de dispersion.....	21
3.7.4. Vitesse de cisaillement .....	21
3.7.5. Température.....	21
3.8. Méthode de Daniel .....	22
3.8.1. Définition .....	22
3.8.2. Point d'écoulement.....	22
3.8.3. Composition optimale de la pate d'empattage-broyage .....	23
3.8.4. Comportement de la pate à disperser.....	23
3.8.5. Dilution.....	25
3.9. Contrôle de la peinture .....	25
3.9.1 Finesse .....	25
3.9.2. La Densité .....	26
3.9.3. Extrait sec .....	26
3.9.4. Viscosité .....	26

**Chapitre IV :Physico-chimie des peintures :**

4. Physico-chimie des peintures .....	27
4.1. Concentration pigmentaire volumique (CPV).....	27
4.2. Concentration pigmentaire volumique critique (CPVC).....	28
4.2.1. Détermination de la CPVC.....	28
4.2.1. 1.Méthode de la prise d’huile .....	28
4.3. Importance de la concentration pigmentaire .....	29
4.4. Rhéologie des peintures liquides .....	29
4.4.1. Comportements rhéologiques.....	30
4.4.1.1. Écoulement newtonien .....	30
4.4.1.2. Écoulement pseudoplastique .....	30
4.4.1.3. Écoulement thixotrope .....	30

**Chapitre V:Matériels et méthode:**

5.1. Introduction .....	32
5.2. Présentation des produits et appareils .....	32
5.2.1. Description du matériel utilisé : .....	32
5.2.2. Produits utilisés .....	32
5.3. Mode opératoire .....	33
5.3.1. Préparation des solutions de polymère.....	33
5.3.2. La Procédure de la fabrication de la peinture.....	34
5.4. Choix des produits à étudier.....	34
5.5. La méthode de travail actuel .....	35
5.5.1. Formule 1 : Laque bleue.....	35
5.5.1.1. Les méthodes de Calcul du poids final du produit .....	36
5.5.2. Formule 2 : Laque blanche.....	36
5.5.2 .1.La méthode de Calcul du poids final du produit .....	37
5.5.3. Formule 3 : Sous couche noir.....	38
5.5.3. 1.La méthode de Calcul du poids final du produit .....	39
5.6. Caractérisation des propriétés physico - chimiques de la peinture préparée.....	39
5.6.1 Point d’écoulement de Daniel .....	39
5.6.2. La dispersion .....	40
5.6.3. La Mesure de la finesse :.....	40
5.6.4. Mesure de la densité.....	41

5.6.5. Extrait sec .....	41
5.6.6. Mesure de la viscosité .....	41
<b>Chapitre VI:Résultats et discussion:</b>	
6.1. Introduction .....	42
6.2. Etude des trois formules .....	42
6.2.1. La Laque bleue économique .....	42
6.3 .Mesure des volumes donnant les points d'écoulement .....	43
6.4. Laque blanche .....	47
6.4.1. Mesure des volumes donnant les points d'écoulement .....	48
6.5. Sous couche noire.....	52
6.5.1 .Mesure des volumes donnant les points d'écoulement .....	52
6.6. Les tests sur les trois formules .....	56
CONCLUSION GENERALE.....	58

REFERENCES

APPENDICES



## Liste des figures

Figure 1.1 : la composition schématique d'une peinture. ....	4
Figure 3.1 : contraintes mécaniques lors de la dispersion des agglomérats pigmentaires .....	18
Figure 3.2: disperseur de laboratoire. ....	19
Figure 3.3: schéma d'un broyeur à billes à cuve fermée. ....	20
Figure 3.4 : Indice de la concentration D'une solution de résine alkyde dans.....	23
Le white-spirit sur le point d'écoulement d'une pate de TiO <sub>2</sub> . ....	23
Figure 3.5 : Géométrie du récipient et schéma d'écoulement. ....	25
Figure 3.6 Comportement optimal à l'écoulement et comportement inpropre à l'écoulement .	25
Figure 3.7 la finesse .....	26
Figure 3.8 : une consistométrie .....	27
Figure 4.1 : Illustration de la concentration pigmentaire volumique dans un feuil sec de peinture. ....	29
Figure 4.2 : Comportement rhéologique des peintures ( $\eta = f(D)$ ). ....	31
Figure 5.1 : Méthode de la mesure de point d'écoulement. ....	40
Figure 6.1 : Variation du volume en fonction de la concentration de la solution du liant pour 20g de la poudre. ....	43
Figure (6.2) : Variation du volume en fonction de la concentration du liant pour 20 g des poudres. ....	48
Figure (6.3) : Variation du volume en fonction de la concentration du liant pour 20 g des poudres .....	53

Liste des tableaux

Tableau 1.1 : pourcentage d’huile dans différents types de résine..... 5

Tableau 2.2 : Valeurs d’orientation de la composition de la pâte de broyage ..... 16

Tableau 4.1: valeurs de quelques concentrations pigmentaires volumiques.....27

Tableau 5.1 : Principaux caractéristiques de la laque bleue..... 35

Tableau 5.2: La composition de la formule d’empattage-broyage et de dilution de la laque bleue. .... 35

Tableau 5.3 Principaux caractéristiques de la laque blanche. .... 36

Tableau 5.3: La composition de la formule d’empattage-broyage et de dilution de la laque blanche. .... 37

Tableau 5.4 .Principaux caractéristiques de la sous couche noire..... 38

Tableau 5.5 : La composition de la formule d’empattage-broyage et de dilution de la sous couche noire.....38

Tableau 6.1: la composition de la formule brute de la laque bleue économique. .... 42

Tableau 6.2 : les volumes de liant à chaque concentration.....43

Tableau 6.3 : la composition de la pâte empattage-broyage ainsi que la partie dilution..... 45

Tableau 6.4 : la composition de la formule brute de la laque blanche. .... 47

Tableau 6.5 : les volumes de liant à chaque concentration. .... 48

Tableau 6.6 : la composition de la pâte empattage-broyage ainsi que la partie dilution.....50

Tableau 6.7 : la composition de la formule brute de la sous couche noire ..... 52

Tableau 6.8. : les volumes de liant à chaque concentration ..... 52

Tableau 6.9: la composition de la pâte empattage-broyage ainsi que la partie dilution..... 55

Tableau 6.10 : Ces résultats montre la validité de la méthode de DANIEL ..... 56

Tableau 6.11 : Comparatif des résultats ..... 56

## Nomenclature

---

- V<sub>pi</sub>** : volume de chacune des matières pulvérulentes.
- V<sub>ls</sub>** : volume du liant sec.
- ρ<sub>dh</sub>** : correspondante à la prise d'huile du pigment ou de la matière de charge exprimée en grammes d'huile pour 100 grammes de poudre.
- ρ<sub>p</sub> et ρ<sub>h</sub>** : masse volumique respectives de la matière pulvérulente et de l'huile.
- ω** : vitesse de rotation.
- V** : sens de déplacement du cisaillement.
- CPV** : concentration pigmentaire volumique.
- CPVC** : concentration pigmentaire volumique critique.
- η** : La viscosité. (mpa.s)
- D** : La vitesse de cisaillement.(s<sup>-1</sup>)

## INTRODUCTION GENERALE

L'art de la peinture remonte aux premiers âges de l'humanité. Son aspect décoratif, protecteur et lumineux fait d'elle un élément de revêtement important.

Le domaine de la peinture est très vaste et il est aussi d'actualité. Maitriser ce domaine et arriver à une fabrication qualitative et quantitative est un point très sensible pour le producteur. Donc cela conduit à rechercher une méthode pour atteindre ces résultats.

C'est la raison pour laquelle il faut mettre en place une méthode de production efficace. Il existe une seule méthode jusqu'à présent qui peut répondre à cela, c'est : « *la méthode de DANIEL* ».

Cette méthode consiste à rechercher à partir de la formule brute du produit considéré une formule d'empilage-broyage à mettre en œuvre dans un ordre bien établi afin de permettre une utilisation optimale des équipements ainsi qu'un meilleur rendement de fabrication.

Cette formule correspond approximativement au point d'écoulement de DANIEL dont la composition est la suivante : une partie de liant, une partie de solvant, le mouillant dispersant, et la totalité des poudres. Cette composition est celle qui nous donne par dispersion les meilleurs résultats de finesse dans un temps très court. Le complément de la formule sera ajouté dans la phase de dilution.

Du point de vue structure, ce manuscrit s'articule de la manière suivante :

Une introduction où nous essayons de faire ressortir en relief la problématique afin de justifier le choix du sujet.

Une synthèse bibliographique est présentée, elle rassemble des données essentielles sur notre étude. Cette partie est composée de quatre chapitres :

Le premier chapitre constitue une revue bibliographique sur la composition d'une peinture, constituants de la peinture et leurs rôles, Morphologie des pigments et charges.

Le second chapitre traite les Procédés de fabrication : la Formulation des pâtes de broyage, c'est une étape importante de la fabrication.

Le troisième chapitre traite la dispersion :mécanisme de la dispersion à l'aide d'éléments de broyage, facteurs influençant sur la dispersion, composition optimale de la pâte d'empilage-broyage, et le comportement de la pâte à disperser.

La deuxième partie est réservée à l'aspect expérimental et comprend deux opérations :

La première porte sur les appareils et produits utilisés, protocole de synthèse et méthodes de caractérisation de la peinture ainsi que les tests de contrôle.

La deuxième porte sur la présentation des discussions et interprétations de différents résultats obtenues.

Enfin, nous avons achevé le manuscrit par une conclusion générale relatant les principaux résultats de cette étude et les perspectives à entreprendre pour la continuité du travail.

### ملخص

يهدف هذا العمل إلى البحث عن الصيغة المثالية لمادة معينة انطلاقاً من الصيغة العامة لهته المادة، ويمكن الحصول على هذه الصيغة من خلال تطبيق تقنية 'أسلوب دانيال' هذه التقنية تسمح بالحصول على جودة عالية من التشتت في أقصر مدة زمنية ممكنة وذلك مع استعمال الأمثل لمعدات التشتيت.

الكلمات الدالة طلاء, تشتت, طحن, التفريق, الجودة

### RESUMEE

Le but de ce travail consiste à rechercher à partir de la formule brute du produit considéré une formule d'empattage-broyage des même produits par une technique dite « méthode de Daniel ». Cette technique consiste à augmenter le rendement de production à partir de la formule obtenu par cette méthode, et celle qui donne en un temps minimum une meilleure finesse de dispersion avec une utilisation optimale de l'équipement de dispersion.

Mots clés: peinture, empattage, broyage, dispersion, finesse.

### ABSTRACT

The object of this work is to search from the formula of a product a mashing-grinding formula by a technique called method of Daniel'. This technique increases the production yield from the formula obtained by this method. And the one which gives a better fineness better fineness of dispersion for a very short time. With an optimal use of the dispersion equipment.

Key words : painting, mashing, grinding, dispersion, finesse.

### 2.1. Fabrication des peintures :

Contrairement au processus classique de production de produit chimique, la production des peintures n'implique aucune réaction chimique. Elle consiste essentiellement, pour chaque produit et chaque composition, à réaliser au moyen d'appareils appropriés, une succession d'opération de dosage, de mélange, de dispersion et de contrôle, dans des conditions optimales.

Il n'existe pas pour ce type de produit (peintures) un schéma de production défini avec précision.

Par contre, il est intéressant d'éclairer certaines particularités des différentes étapes de la fabrication « stratégies de la production » et de s'en tenir aux bases fondamentales physico-chimiques ou techniques des opérations et à l'étude de l'appareillage [4].

### 2.2. Procédé de la fabrication :

Le procédé de fabrication des peintures se fait en général en discontinu. Selon ce procédé, on effectue une succession d'opérations portant sur les quantités définies de produit à fabriquer.

La quantité de produit de peinture faisant l'objet d'un processus de fabrication défini est appelé « batch »[4].

### 2.3. Caractéristiques de la fabrication :

Les spécificités de la fabrication des peintures peuvent être résumées comme suit :

- ✓ Une abondance des matières premières,  
Conséquence : frais importants liés au contrôle, à la tenue des stocks et à la répartition.
- ✓ Des installations de production variées, mais aussi des matériels de fabrication hétérogènes,  
Conséquence : frais élevés d'utilisation de nettoyage et de maintenance.
- ✓ Un très grand nombre de produit finis,  
Conséquence : frais élevés générés par le contrôle, la tenue des stocks et l'expédition [4].

## **2.4. Processus de la fabrication d'une peinture :**

La production des peintures consiste essentiellement, pour chaque composition, à réaliser au moyen d'appareils appropriés une succession d'opérations de dosage, de mélange, de dispersion et de contrôle, dans des conditions optimales [3].

### **2.4.1. Pesée :**

Elle consiste à peser les constituants de la peinture qui sont : la résine, le solvant, les pigments et charges et les additifs.

### **2.4.2. Empatage-broyage :**

#### **2.4.2.1. Importance de l'étape empatage-broyage :**

L'empatage-broyage est l'opération la plus importante et la plus coûteuse du processus de la fabrication d'une peinture, parce que le fabricant doit, à ce stade particulier, réussir à obtenir la meilleure finesse de dispersion car c'est de cette finesse qui dépend la quantité de produit fini [4].

#### **2.4.2.2. Formulation des pâtes de broyage :**

Au moment de la livraison, les pigments et les matières de charge se trouvent dans un état plus ou moins aggloméré. En principe, ces agglomérats ne devraient plus exister dans le produit de peinture fini.

Il faut donc détruire les agglomérats de pigments et de matières de charge lors de son élaboration. Cette opération constitue souvent une étape particulière du processus de fabrication, appelée couramment broyage, mais qui est en fait un travail de dispersion des particules pulvérulentes.

Le résultat de la dispersion des agrégats dépend beaucoup de la composition du mélange (constitué par les pigments, matières de charge, liants et solvants) soumis au travail de dispersion, c.-à-d. la pâte de broyage (en anglais. "mill base"). La dispersion étant souvent le stade le plus coûteux du processus de fabrication d'une peinture, il importe de déterminer la quantité optimale de pigments qui peut être dispersée par unité de temps.



Les conditions d'une dispersion rapide sont les suivantes :

- ✓ Des forces de cisaillement importantes,
- ✓ Une faible viscosité de la phase dispersante (liant de broyage et solvants éventuels), permettant un mouillage rapide des pigments (phase dispersée) et donc la possibilité de mettre en œuvre une forte proportion de pigments [27].

#### **2.4.2.2. 1. Viscosité de la pâte de broyage :**

La viscosité de broyage doit être adaptée à chaque appareil de dispersion. La teneur en pigment de la pâte est inversement proportionnelle à la viscosité de la solution de liant : plus cette dernière est basse, plus forte pourra être la quantité de pigment. A cause de sa faible viscosité, un solvant pourrait, à lui seul, mouiller rapidement une grande quantité de pigment, mais il n'a pas la possibilité de stabiliser la dispersion et éviter la floculation.

C'est pourquoi la pâte de broyage contient nécessairement, outre les pigments et solvants, une certaine quantité de liant et/ou d'agents mouillants et dispersants. Pour que la viscosité de la pâte de broyage reste la plus basse possible, malgré une teneur importante en pigments, la proportion de liant doit être limitée à la quantité strictement nécessaire. Le risque de choc de dilution est également limité lors de la stabilisation après broyage [36].

#### **2.4.2.2. 2. Composition d'une pâte de broyage :**

La pâte de broyage peut être formulée de différentes manières.

Le tableau (2.1) propose à titre indicatif des proportions pour les pigments organiques et les noirs de carbone.

Etant donné que les pigments et matières de charge des différents groupes se différencient aussi bien par leur surface spécifique que par le caractère chimique de leur surface et qu'il peut y avoir avec le liant des interactions très variées, les "fourchettes" d'orientation du tableau sont assez larges. A partir de ces valeurs, il faut effectuer une série d'essais de dispersion, avec des proportions différentes, afin de trouver une formulation optimale de la pâte de broyage, en tenant compte des différentes indications citées plus haut.

Avec les pigments minéraux, il ne suffit pas de se baser sur les données d'orientation du tableau (2.2), car la composition optimale de la pâte de broyage peut être déterminée

expérimentalement en laboratoire, par la mesure de la prise d'huile et du point d'écoulement *de Daniel*, par mélange des pigments avec des solutions de liant à différentes concentrations [27].

**Tableau (2.2) :** Valeurs d'orientation de la composition de la pâte de broyage.

Pigments et matières de charge	Matériel de dispersion	Teneur dans la pâte de broyage en %
De nature minérale (relativement faciles à disperser)	disperseur	$\geq 60$
	Broyeur à billes de verre (ou broyeur à sable ou broyeur à boulets)	45 à 60
De nature minérale (assez difficiles à disperser) et organiques sans problèmes	Disperseur ou 3 cylindres	10 à 30
	Broyeur à billes de verre (ou broyeur à sable ou broyeur à boulets)	5 à 25
Organiques très et noirs de carbone	Disperseur ou 3 cylindres	$\leq 5$
	Broyeurs à billes de verre (ou broyeur à boulets)	$\leq 4$

#### 2.4.2.2. 2.1. Etape importantes de la fabrication :

Avant la filtration et le conditionnement et en fonction du domaine d'emploi et du niveau de qualité, les produits subissent un grand nombre de contrôle d'acceptation différents.

La dispersion : c'est une opération qui consiste à fragmenter aussi finement que possible les agglomérats de particules solides (pigment et matières de charge), de manière à obtenir une répartition régulière. La dispersion est l'étape la plus difficile et la plus coûteuse d'une peinture [3].

### 3.1. Généralité sur la dispersion :

Dans la fabrication des peintures, la dispersion est donc une opération indispensable, lorsqu'il s'agit de mettre en œuvre des pigments et/ou des matières de charge. Disperser signifie alors détruire les agglomérats de pigment (assemblage de particules primaire ou d'agrégats) et les répartir dans une phase liquide, le plus souvent une solution de liant.

Dans le langage courant, la dispersion est souvent appelée « broyage » bien que ce terme soit scientifiquement inexact. C'est l'étape qui consomme le plus d'énergie et qui, sur le plan technique est la plus coûteuse.

Pour que la dispersion se fasse de façon optimale dans un appareil de broyage donné, la formulation de la charge à disperser doit être déterminée, de manière à établir les proportions les plus appropriées des trois matières premières principales : pigments (et matières de charge éventuelles), liant et solvant, avec le cas échéant, des additifs de dispersion [37].

### 3.2. Définition de la dispersion :

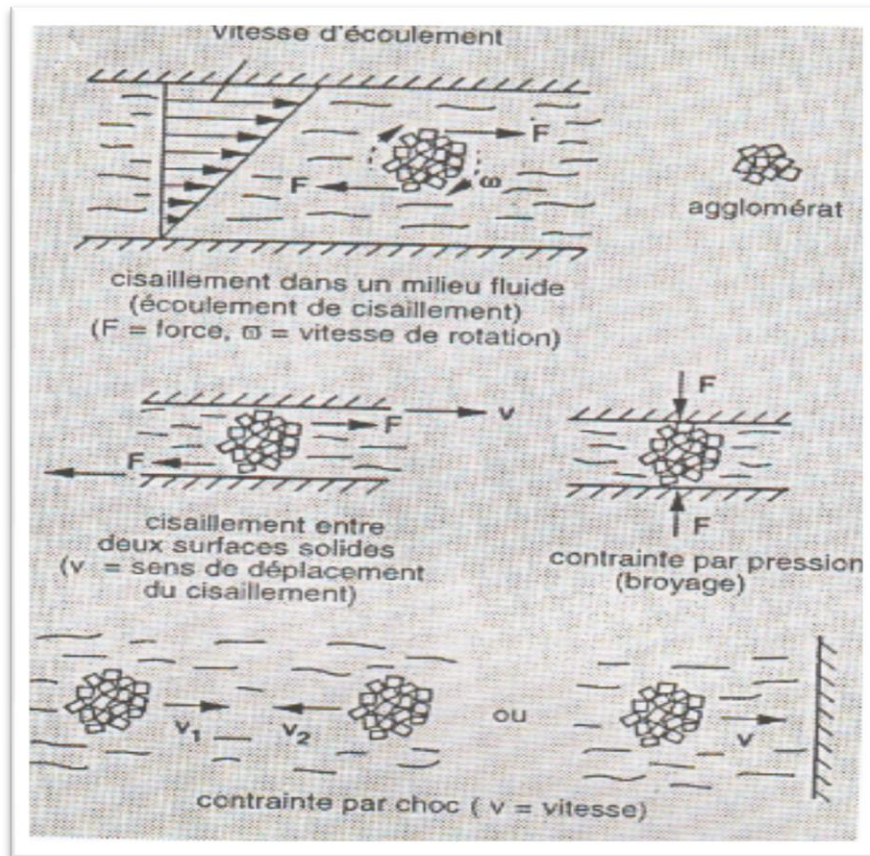
Dispersion signifie la destruction des agglomérats de pigments et leur répartition de façon homogène dans la solution liant. Elle est appelée couramment « broyage » mais c'est en fait un travail de dispersion des particules pulvérulentes.

La dispersion est réalisée dans un récipient à l'aide d'un disperseur. Un disperseur est un mélangeur à grande vitesse muni d'un disque denté.( figure (3.1)) [37].

### 3.3. Les contraintes mécaniques de la dispersion :

Une force mécanique agissant sur une particule, par exemple un agglomérat, constitue une contrainte mécanique.

La figure (3.1) illustre les différentes contraintes mécaniques auxquelles peuvent être soumises les particules ou agglomérats de pigments pendant la dispersion [8].

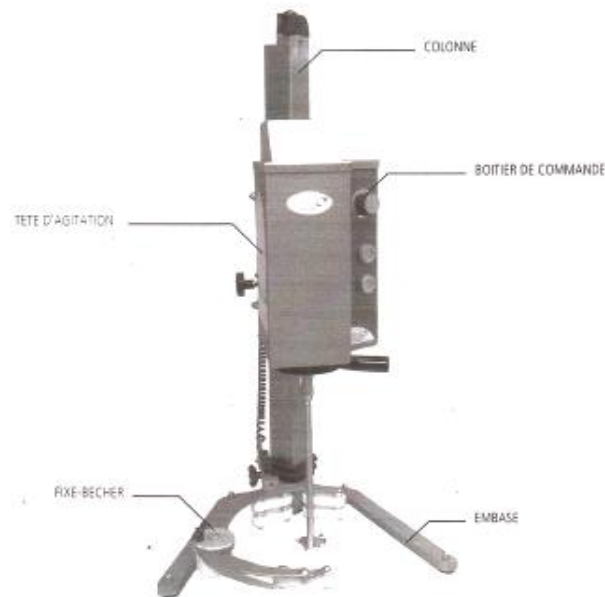


**Figure (3.1) :** contraintes mécaniques lors de la dispersion des agglomérats pigmentaires

### 3.4. Dispersion à l'aide d'un disperseur :

Le disperseur est un mélangeur à grande vitesse muni d'un disque denté. Il sert en principe à effectuer des pré-mélanges ou des pré-dispersions.

Cependant, lorsqu'on ne recherche pas une très grande finesse de dispersion, ou lorsque les pigments sont faciles à disperser, on s'en sert également pour réaliser la dispersion complète. La Figure (3.2): représente un modèle de disperseur de laboratoire [8].



**Figure (3.2):** disperseur de laboratoire.

### **3.5. Dispersion à l'aide de broyeurs à billes :**

#### **3.5.1. Mécanisme de la dispersion à l'aide d'éléments de broyage :**

Alors que les disperseurs et les broyeuses tri-cylindres sont des appareils sans cops de broyage, les broyeurs à boulets (qui ne sont presque plus employés) et les broyeurs à billes, contiennent comme leur nom l'indique, des corps sphériques comme éléments de broyage. Le travail de dispersion est dû au fait que les sphères sont soumises à des mouvements de translation et de rotation et qu'elles se cognent entre elles et contre les parois, ou toute autre surface située dans l'enceinte de l'appareil .

Les sollicitations mécaniques exercées sur les agglomérats sont surtout des contraintes de pression (par écrasement) et de cisaillement, aussi bien par cisaillement laminaire que par frottement humide. (Le frottement humide est un état intermédiaire entre le frottement de deux surfaces sèches et le frottement en présence d'un film liquide présent entre les surfaces, dit film lubrifiant) [37].

Pour faciliter la compréhension des phénomènes provoqués par les éléments de broyage, pendant leur travail de dispersion, on peut considérer que la destruction des agglomérats suppose que :

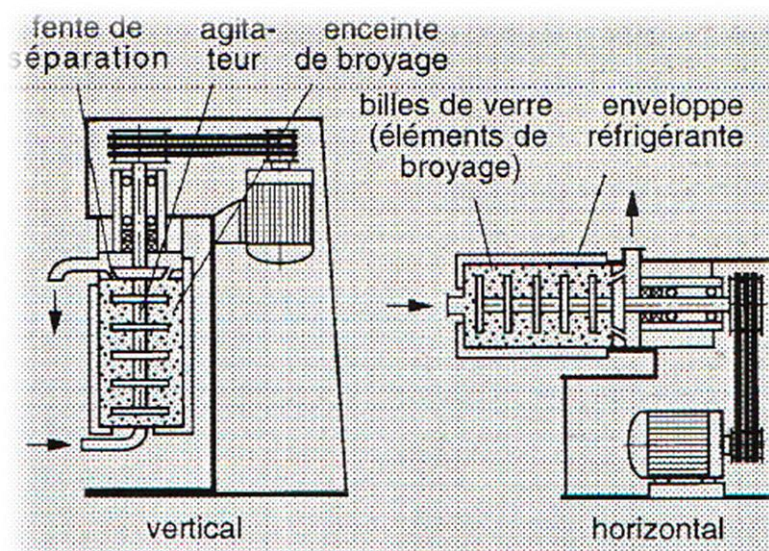
Non seulement les agglomérats s'introduisent entre les surfaces de pression ou de cisaillement (éléments de broyage entre eux, éléments de broyage-parois, etc.),

Mais encore y sont suffisamment contraints.

Il existe des hypothèses tant spatiales qu'énergétiques pour expliquer les conditions d'une dispersion satisfaisante. Ces deux options font appel à des lois statistiques, qu'il ne nous paraît pas utile de développer, compte tenu des mouvements aléatoires des éléments de broyage [22].

### 3.5.2. Construction et utilisation des broyeurs à billes :

Le broyeur à billes est constitué d'une cuve fixe relativement petite. A l'intérieur, la charge de broyage et les billes sont mises en mouvement par un dispositif d'agitation à rotation très rapide.



**Figure (3.3):** schéma d'un broyeur à billes à cuve fermée [2].

### **3.6. Contrôle de dispersion :**

Dans la pratique, il est souvent utile de contrôler les progrès ou la qualité de la dispersion, directement à la sortie du broyeur, de façon simple et rapide. On emploie à cet effet une jauge de finesse, vulgairement appelé " planche de grains », qui donne une indication approximative de la limite supérieure de la répartition des grosseurs de particules [36].

### **3.7. facteurs influençant sur la dispersion :**

#### **3.7.1 Viscosité de la pate de broyage :**

La viscosité c'est l'aptitude d'une substance fluide à s'écouler lorsqu'elle est soumise à une force.

Si la viscosité est trop élevée, la base de broyage s'immobilise et le disque tourne dans le vide. Si la viscosité est trop basse, la pate de broyage est projetée et l'on n'obtient aucune dispersion. Si la viscosité est ni fluide ni épaisse on aura une bonne dispersion [36].

#### **3.7.2. Nature de liant et solvant :**

Le solvant doit avoir une bonne affinité pour le liant, pour que ce dernier puisse pénétrer entre : Les grains des pigments et charges.

Le liant doit avoir une affinité plus grande pour les pigments que pour celle du solvant, pour qu'il puisse s'adsorber sur la surface du pigment [17].

#### **3.7.3. Agents de mouillage et de dispersion :**

Ils peuvent accélérer la pénétration de la phase liquide et la mouillabilité du pigment et charge [17].

#### **3.7.4. Vitesse de cisaillement :**

Pour avoir une bonne dispersion en un minimum de temps, il faut appliquer une grande vitesse de cisaillement car celle-ci augmentera le nombre de frottements [17].

### 3.7.5. Température :

Au cours de la dispersion, la température de la pâte de broyage s'élève par suite de frottements et cela risque de causer l'évaporation du solvant et l'épaississement de la pâte de broyage. Donc on doit maintenir la température constante en utilisant un réfrigérant [17].

### 3.8. Méthode de Daniel :

Cette étape déterminante d'empatage-broyage doit être maîtrisée pour arriver aux meilleurs résultats.

- ❖ Augmenter le rendement de la fabrication.
- ❖ Assurer une bonne qualité des produits.
- ❖ Utiliser les équipements dans des conditions optimums.

La seule technique connue jusqu'à présent qui permet d'obtenir ces résultats est la « méthode de Daniel » [2].

#### 3.8.1. Définition :

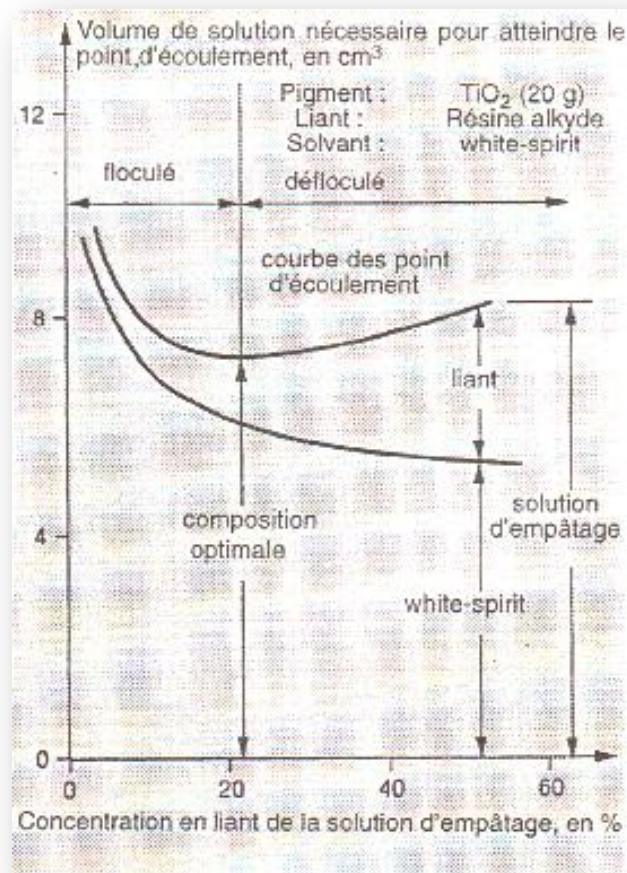
La méthode de Daniel consiste à rechercher d'après la formule brute du produit étudié, une formule d'empatage-broyage en utilisant le maximum de poudre(pigment et charge) avec le minimum de liant et solvant qu'on doit mélanger pour obtenir la finesse dans un temps minimum [2].

#### 3.8.2. Point d'écoulement :

Pour la détermination du point d'écoulement(en anglais : « flow point »), on place 20g de pigment dans un bécher de 100 ml et l'on verse goutte à goutte la solution de liant correspondante, tout en mélangeant avec une baguette de verre. La quantité optimale de liquide est celle qui donne à la pâte une consistance fluide, lui permettant de s'écouler de la baguette. En effectuant cet essai avec des solutions de concentrations différentes, celle qui sera retenue est celle qui donnera la fluidité requise pour un volume minimal.

L'indice d'écoulement dépend de la répartition granulométrique des particules pigmentaires, de leurs superficiel, ainsi que des propriétés du liant et de la concentration de la solution. Les propriétés du solvant ont également une influence [4].





**Figure (3.4) :** Indice de la concentration D'une solution de résine alkyde dans Le white-spirit sur le point d'écoulement d'une pate de TiO<sub>2</sub>.

### 3.8.3. Composition optimale de la pate d'empâtage-broyage :

La composition optimale de la pate d'empâtage-broyage peut être déterminée expérimentalement au laboratoire par la mesure du point d'écoulement de Daniel, par mélange des pigments et charge selon les proportions de la formule considérée avec des solutions de liants à différentes concentration en utilisant une tige en verre [15].

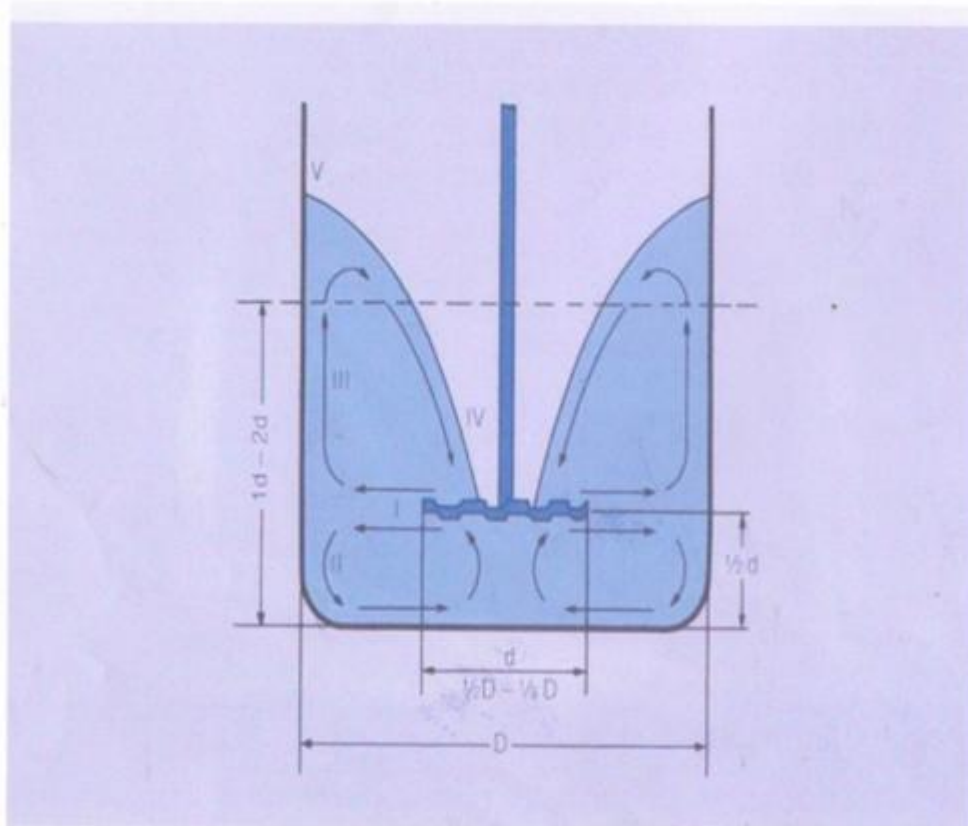
### 3.8.4. Comportement de la pâte à disperser :

Le produit à disperser doit se soulever légèrement puis se diriger en spirale vers le disque en formant un vortex. Cette condition idéale d'écoulement est indispensable pour obtenir une dispersion optimale.

L'expérience montre que si le vortex c'est à dire l'entonnoir crée par le mouvement giratoire de la charge à disperser, découvre la surface du disque denté, on risque d'émulsionner de l'air dans la pâte. Cet air emprisonné diminue la densité du produit, augmente le risque de formation de peau au stockage et donne du bullage lors de l'application. Pour éviter ces inconvénients, il suffit d'apporter une vitesse de rotation qui ne donne pas un vortex trop profond.

Il faut tenir compte des paramètres du récipient et du disperseur qui sont schématisés sur la figure (3.5).

En dehors des paramètres géométriques et de la vitesse de disque, l'écoulement correct de la base de broyage dans le dissolver présente une condition essentielle pour l'obtention d'une dispersion parfaite dans le minimum de temps. ( la figure (3.5). (3.6)) [4].



**Figure (3.5) :** Géométrie du récipient et schéma d'écoulement.



**Figure (3.6)** Comportement optimal à l'écoulement est comportement impropre à l'écoulement.

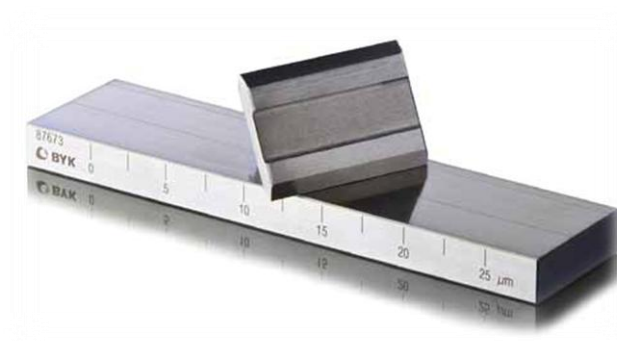
### 3.8.5. Dilution :

Pour l'obtention du produit final, il faut diluer la pate de broyage (concentrée). La dilution se fait par l'ajout des additifs et le reste du solvant et liant en réglant la viscosité du produit final [5].

## 3.9. Contrôle de la peinture :

### 3.9.1 Finesse :

Mesurer la finesse c'est mesurer la grosseur maximale des agglomérats contenus dans la peinture. On mesure la finesse avec une jauge qui est un bloc parallélépipédique en acier poli portant sur sa face supérieure deux rainures en forme de coin, dont la profondeur diminue régulièrement de la graduation de 0 (profondeur 100  $\mu\text{m}$ ) à la graduation 10 (profondeur nulle) [5].



**Figure (3.7)** la finesse

### 3.9.2. La Densité :

La densité d'un produit de peinture est définie comme suit :

$$D = \frac{\text{Masse volumique de la peinture}}{\text{Masse volumique de l'eau}}$$

La méthode de mesure consiste à utiliser le pycnomètre. On pèse d'abord le pycnomètre vide, puis on le repèse une fois rempli. La différence de poids permet de connaître la densité [5].

### 3.9.3. Extrait sec :

L'extrait sec d'un produit de peinture, c'est ce qui reste après évaporation des matières volatiles qu'il contient.

Pour la détermination de l'extrait sec, on prélève un petit échantillon (d'environ 0.5g) du produit à examiner, que l'on étale sur une capsule métallique préalablement tarée. On pèse et, après trois heures d'étuvage à 105 °C. Le résultat est exprimé comme suit :

$$ES\% = \frac{\text{poids du résidu après étuvage}}{\text{poids initial de l'échantillon}} \times 100$$

### 3.9.4. Viscosité :

Elle est mesurée avec une coupe consistométrique Afnor n°4, dont les caractéristiques sont données par la norme Afnor NF T 30014. Pratiquement la durée d'écoulement doit être comprise entre 30 et 300 secondes, le temps est mesuré avec un chronomètre à cadran et la température avec un thermomètre. L'unité de la viscosité est la «poise» [5].

D'autres contrôles peuvent être effectués selon les exigences des clients.



Figure (3.8) : une consistométrique

#### 4. Physico-chimie des peintures :

##### 4.1. Concentration pigmentaire volumique (CPV) :

Depuis plusieurs décennies, les peintures sont formulées en volume et non plus en considérant le rapport massique pigment sur liant sec désigné dans la profession par le  $[P/L]$  des peintures.

La concentration pigmentaire volumique définit le rapport des volumes de matières pulvérulentes contenu dans le produit à la valeur de l'extrait sec. Contrairement à ce que laisse entendre sa dénomination, la concentration pigmentaire volumique rend compte, par définition, non pas strictement de la concentration de la pigmentation mais de l'ensemble « pigments – matières de charge » qui sont inclus dans la définition des matières pulvérulentes et s'exprime par la relation (1) [27].

$$CPV \text{ (en \%)} = \frac{(\sum_j V_{Pi})}{(\sum_j V_{Pi} + \sum_j V_{LS})} \times 100 \quad (1)$$

Le tableau (4.1) : présente les domaines d'utilisation des peintures en fonction de leur concentration pigmentaire volumique exprimée en pour-cent. Parfois plusieurs liants peuvent être utilisés dans une même formulation, c'est pourquoi la somme est mentionnée dans l'expression (1).

**Tableau (4.1) :** valeurs de quelques concentrations pigmentaires volumiques.

CPV (%)	Masse de matières pulvérulentes	Domaines d'utilisation
0	↓ Quantités croissantes du haut vers le bas ↓	Vernis
15 à 20		Laques
35 à 50		Peintures satinées : • brillantes • moyennes • mates
50 à 60		Peintures mates
60 à 80		Apprêt/RPE(1)

(1) Revêtement plastique épais.

## 4.2. Concentration pigmentaire volumique critique (CPVC) :

La concentration pigmentaire volumique critique est une valeur particulière de la concentration pigmentaire volumique pour laquelle le liant remplit très exactement le volume laissé disponible entre les particules de matières pulvérulentes supposées au contact et à partir de laquelle certaines propriétés physico-chimiques sont notablement modifiées.

La figure (4.1) permet de rendre compte de la signification physique de la concentration pigmentaire volumique ainsi que de la concentration pigmentaire volumique critique [22].

### 4.2.1. Détermination de la CPVC :

Lorsque le technicien souhaite déterminer la CPVC d'une peinture, il peut opter soit pour une détermination théorique, soit pour une approche expérimentale [22].

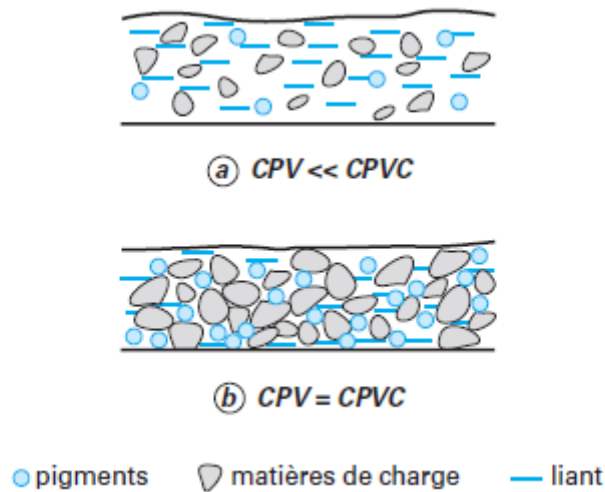
#### 4.2.1. 1.Méthode de la prise d'huile :

La prise d'huile constitue une manière simple d'accéder à la connaissance de la CPVC théorique pour une matière pulvérulente.

La méthode consiste à malaxer la poudre avec la quantité minimale d'huile de lin nécessaire pour obtenir une masse plastique « pigment + huile » qui se détache aisément de la spatule ainsi que de la plaque de verre sur laquelle est effectué le malaxage. Compte tenu de la définition même de la CPV, il serait préférable d'exprimer la prise d'huile en volume par volume car c'est la seule manière de relier CPV et CPVC. La relation empirique qui permet de calculer [29].

La CPVC prise d'huile, pour une matière pulvérulente, s'exprime par la relation (2) :

$$CPVC \text{ (en \%)} = \frac{100/\rho_P}{\left(\frac{100}{\rho_P} + \frac{P_{dh}}{\rho_H}\right)} \times 100 \quad (2)$$



**Figure (4.1) :** Illustration de la concentration pigmentaire volumique dans un feuil sec de peinture.

#### 4.3. Importance de la concentration pigmentaire :

Les propriétés d'une peinture, liées à l'efficacité des pigments, dépendent essentiellement du rapport entre les volumes du pigment et charges utilisés et le volume du feuil sec.

La concentration pigmentaire volumique CPV est égale à 100 fois le volume des pigments et des charges divisé par le volume des pigments plus le volume de liant et des charges.

La concentration pigmentaire volumique critique CPVC et la concentration au-delà de laquelle on observe des modifications importantes des propriétés physico-chimique des feuil de peinture comme par exemple l'abaissement du pouvoir brillant ou l'augmentation de la perméabilité à la vapeur d'eau et de la sensibilité à la corrosion. Les meilleures caractéristiques dépendant de la nature des pigments utilisés sont obtenues avec des peintures ayant des CPV précis et expérimentalement déterminés [29].

#### 4.4. Rhéologie des peintures liquides :

Le comportement rhéologique des peintures décrit les relations entre la viscosité et les forces de cisaillement. Il dépend, principalement pour les peintures en phase solvant, de la masse molaire et de la nature chimique du liant, ainsi que de la concentration pigmentaire volumique.

Le comportement rhéologique est évalué à l'aide de viscosimètres rotatifs, par exemple de type Brookfield (NF T 30-029), où le liquide étudié subit un cisaillement entre une surface au repos et une surface en mouvement. La détermination expérimentale permet d'enregistrer la force de cisaillement ( $\tau$ ) en fonction du gradient de vitesse ( $D$ ) exprimé en  $s^{-1}$ , de sorte que la viscosité ( $\eta$ ) peut être aisément déduite de la relation  $\tau = \eta D$ , valeur exprimée en milli pascals · secondes (mPa · s) [23].

#### 4.4.1. Comportements rhéologiques :

Dans l'industrie des peintures et vernis, on définit trois types d'écoulements : newtonien, pseudoplastique et thixotrope, que l'on peut évaluer à l'aide des normes ISO 2884-1 et ISO 2884-2 [13].

##### 4.4.1.1. Écoulement newtonien :

Lorsque la viscosité de la peinture liquide est indépendante de la vitesse de cisaillement, l'écoulement est dit newtonien (Figure (4.1)). Donc, pour connaître la viscosité, il suffit de la mesurer à une vitesse de cisaillement quelconque pour décrire complètement le système. L'écoulement newtonien qui se rencontre chez les liquides simples comme l'eau ou les huiles minérales n'est pas souhaitable pour les peintures et vernis, car il est à l'origine de coulures lors de leur application et favorise la sédimentation des matières pulvérulentes lors de leur stockage [13].

##### 4.4.1.2. Écoulement pseudoplastique :

Ce type d'écoulement (Figure (4.2)) se rencontre fréquemment dans le domaine des peintures et vernis et se caractérise par une dépendance de la viscosité vis-à-vis de la vitesse de cisaillement. Plus le gradient de vitesse augmente, plus la viscosité diminue, ce qui signifie que la peinture devient de plus en plus fluide sous agitation croissante [13].

##### 4.4.1.3. Écoulement thixotrope :

Dans ce type d'écoulement (Figure (4.2)), la viscosité dépend non seulement de la vitesse de cisaillement mais aussi du temps. Si une peinture thixotrope est soumise à un cisaillement à vitesse constante, on constate que la viscosité diminue tant que la durée de cisaillement augmente. Lorsque la contrainte est supprimée, la viscosité remonte à sa valeur initiale.

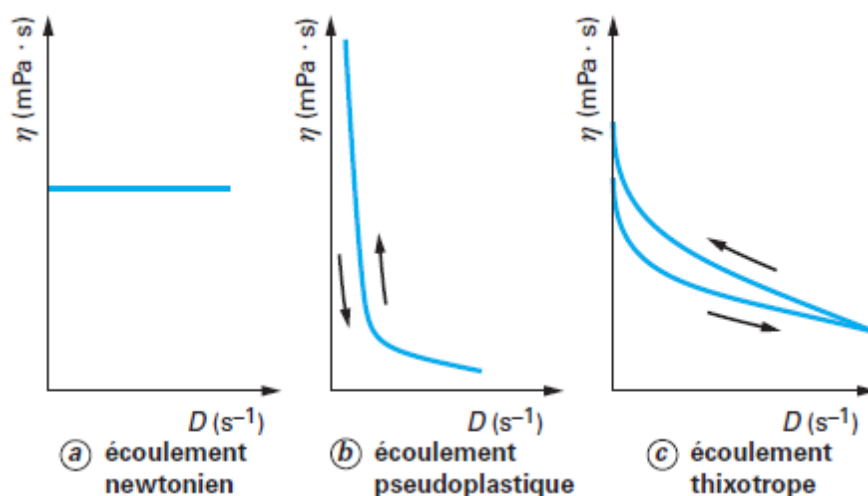


Sur la courbe d'écoulement, on obtient un cycle d'hystérésis avec une partie « montante » et une partie « descendante » et, au regard du tracé des courbes, on constate qu'il n'est pas possible de définir rigoureusement la viscosité uniquement sur la base d'un gradient de vitesse mais qu'il faut tenir compte du diagramme dans sa totalité.

Si la consistance d'une peinture est élevée, elle n'est pas pour autant thixotrope. Seul le tracé de la courbe  $\eta = f(D)$  permet de lever le doute.

La thixotropie est la conséquence des interactions hydrogène intermoléculaires qui sont obtenues à l'aide de composés organiques ou minéraux ou à partir de résines spécifiques telles que les résines alkydes. Ces liaisons hydrogène sont rompues de manière réversible lors du cisaillement et se reforment dès que la contrainte n'est plus appliquée.

L'ajout de ces composés, qui doit se faire sous un gradient de vitesse élevée, nécessite la prise en compte de la nature chimique des solvants (polaires ou apolaires) ainsi que de celle du liant. Cette manière de procéder permet de rendre une peinture thixotrope alors qu'elle ne l'était pas initialement [13].



**Figure (4.2) :** Comportement rhéologique des peintures ( $\eta = f(D)$ ) [13].

### 5.1. Introduction :

Le but de ce chapitre est de présenter les techniques analytiques ainsi que les protocoles expérimentaux utilisés.

La première partie de ce chapitre est consacrée aux protocoles utilisés pour la préparation des solutions de polymère

La deuxième partie de ce chapitre a pour objectif la description du mode opératoire et l'expression des résultats.

La troisième partie décrit brièvement La procédure de la fabrication de la peinture et les différentes techniques de caractérisation physico-chimiques.

### 5.2. Présentation des produits et appareils :

#### 5.2.1. Description du matériel utilisé :

- Le disperseur : c'est un mélangeur à grande vitesse muni d'un disque denté pour la simple dispersion.
- Un broyeur a bille de verre pour obtenir une dispersion complète lorsque les pigments difficiles à dispersé par la simple dispersion
- Une burette de 25 ml.
- Deux balances pour mesurer les petites et grandes quantités comme les charges.
- Un thermomètre pour mesuré la température de la peinture avant mesuré la viscosité.

#### 5.2.2. Produits utilisés :

Dans ce travail, nous avons utilisé les produits suivants

**\*le liant :**

- La résine à 70%.

**\* Mouillant dispersant :**

- Texaphore
- LDA 100

**\*les pigments :**

- Pigment bleu.
- Oxyde de titane.
- Oxyde de fer noir.

**\* Les charges :**

- Carbonate de calcium.
- Talc blanc.

**\*solvants :**

- White spirit.
- Xylène.
- L'eau.

**\*Additif (adjuvants) :**

- Siccatifs.
- Anti-peau.
- Anti-sédimentation.

**5.3. Mode opératoire :****5.3.1. Préparation des solutions de polymère.**

Nous préparons des solutions de polymère à 5%, 10%, 15%, 20%, 25%, 30%, 35% à partir d'une solution de polymère à 70%.

**Exemple : transformation de la solution de polymère à 70% en solution à 5 %.**

Une masse de 100g de solution contient 70g de résine sèche.

Une masse de 5g de résine sèche est contenue dans une masse de solution égale à 7.14g.

Donc, la quantité de solvant à rajouter est :

$$M = 100 - 7.14 = 92.86 \text{ g}$$

Donc la masse de solution à 5% est égale à la masse de l'échantillon à 70% plus la masse de solvant ajoutée.

$$m(\text{solution à 70\%}) + m(\text{solvant}) = m(\text{solution à 5\%}).$$

Nous appliquons la même technique pour la préparation des autres solutions.

### 5.3.2. La Procédure de la fabrication de la peinture :

La fabrication de la peinture passe par les étapes suivantes :

- Dans une cuve propre, on verse une quantité de résine, le mouillant dispersant, l'agent anti-sédimentation plus une partie de solvant.
- Par saupoudrage, on introduit la totalité des poudres sous faible agitation.
- On laisse disperser à haute vitesse (2500 rotation par minute RPM), pendant un temps de 45 min (temps nécessaire pour avoir une finesse de 8-9  $\mu\text{m}$  pour les peintures de finition, et 6-7  $\mu\text{m}$  pour les peintures de sous couche).
- On procède à la dilution par ajout du reste de la formule.
- On homogénéise par agitation du produit.
- On contrôle la viscosité.
- On prélève un échantillon pour le contrôler au laboratoire.

### 5.4. Choix des produits à étudier :

Le choix est porté sur la laque bleue, laque blanche et la sous couche noire. Ce choix est justifié par l'importance en volume de ces produits dans la gamme des produits de l'atelier-laques. Ils représentent environ 70%, dans 35% pour laques (blanche, bleue) et 35% pour la sous couche noire. Les 30% qui restent représentent toutes les autres couleurs.

### 5.5. La méthode de travail actuel :

Dans l'atelier des peintures, on suit une méthode qui correspond aux moyens présents et qui est facile à appliquer en satisfaisant les exigences de la clientèle.

Les tableaux ci-dessous représentent la composition de la formule d'empilage-broyage ainsi que celle de la dilution des trois produits choisis et fabriqués avec leur mode de travail actuel dans l'atelier.

#### 5.5.1. Formule 1 : Laque bleue :

C'est une peinture de la finition à base d'alkyde longue en huile. Elle est appliquée sur tous les supports (ciment, bois.....).

Ces principales caractéristiques :

**Tableau (5.1) :** Principaux caractéristiques de la laque bleue.

<b>Extrait sec</b>	38± 1%
<b>densité</b>	1,064
<b>viscosité</b>	200± 20sec CA4 à 20 C°
<b>% CPV</b>	22,71
<b>Aspect</b>	Brillante

La composition de la formule d'empilage-broyage et de dilution de la laque bleue donnée par le fabricant, est exposée dans le tableau (5.2):

**Tableau (5.2):** La composition de la formule d'empilage-broyage et de dilution de la laque bleue.

<b>Empilage-broyage</b>	<b>Quantités(g)</b>	<b>Dilution</b>	<b>Quantités(g)</b>
Résine 70% d'extrait sec (ES)	32,00	Résine 70% (ES)	16,00
Mouillant dispersant	0,20	Siccatif 1	0,17
Pigment bleue	0,60	Siccatif 2	1,70
Pigment blanc	1,20	Siccatif 3	0,69
Charge	28,74	Agent anti-peau	0,20
Agent anti-sédimentation	2,00	Solvant aliphatique	8,50
Solvant aliphatique	8,00		
<b>Total</b>	<b>72,74</b>	<b>Total</b>	<b>27,26</b>

### 5.5.1.1. Les méthodes de Calcul du poids final du produit :

On utilise au niveau de l'atelier des cuves d'empilage-broyage de 800 kg pour les trois types de peinture.

Dans cette étape, nous calculons la masse utilisée dans la partie dispersion avant d'ajouter le complément de dilution.

D'après le tableau (5.2), cette masse (800kg) correspond à 72.74% de la masse totale du produit final.

Dans la phase de dilution, il reste 27.26% de l'opération de préparation de la peinture à compléter. Ceci correspond à une masse de 300.42Kg de produit.

Masse totale = masse utilisée dans la dispersion + masse utilisée dans la dilution

La masse totale = 300,42 + 800 kg

**Masse totale = 1100,42 kg**

### 5.5.2. Formule 2 : Laque blanche :

C'est une peinture de finition à base d'alkyde longue en huile pour le bâtiment et l'industrie.

Ces principales caractéristiques :

**Tableau (5.3)** Principaux caractéristiques de la laque blanche.

<b>Extrait sec</b>	64± 1%
<b>densité</b>	1,064
<b>viscosité</b>	140± 10sec CA4 à 20 C°
<b>% CPV</b>	25,55
<b>Aspect</b>	Satiné brillante

La composition de la formule d'empilage-broyage et de dilution de la laque blanche donnée par le fabricant, est exposée dans le tableau (5.3):

**Tableau (5.3):** La composition de la formule d'empilage-broyage et de dilution de la laque blanche.

<b>Empilage-broyage</b>	<b>Quantités(g)</b>	<b>Dilution</b>	<b>Quantités(g)</b>
Résine 70% d'extrait sec (ES)	19,00	Résine 70% (ES)	7,50
Mouillant dispersant	00,25	Siccatif 1	0,70
Pigment blanc	10,00	Siccatif 2	0,26
Charge	08,00	Siccatif 3	0,25
Agent anti-sédimentation	1,50	Agent anti-peau	0,30
Solvant	2,00	Solvant	17,24
		Emulsion polysaccharide	33,00
<b>Total</b>	<b>40,75</b>	<b>Total</b>	<b>59,25</b>

### 5.5.2 .1.La méthode de Calcul du poids final du produit :

On utilise au niveau de l'atelier des cuves d'empilage-broyage de 800 kg pour les trois types de peinture.

Dans cette étape, nous calculons la masse utilisée dans la partie dispersion avant d'ajouter le complément de dilution.

D'après le tableau (5.3), cette masse (800kg) correspond à 40.75% de la masse totale du produit final.

Dans la phase de dilution, il reste 59.25% de l'opération de préparation de la peinture à compléter. Ceci correspond à une masse de 1163.19Kg de produit.

Masse totale = masse utilisée dans la dispersion + masse utilisée dans la dilution

La masse totale = 1163.19 + 800 kg

**Masse totale = 1963,19 kg**

**5.5.3. Formule 3 : Sous couche noir :**

C'est une peinture appliquée en sous couche dans le système alkyde, appliquée sur les surfaces métalliques.

C'est principales caractéristiques :

**Tableau (5.4) .Principaux caractéristiques de la sous couche noire.**

<b>Extrait sec</b>	67± 1%
<b>densité</b>	1,500± 0,05
<b>viscosité</b>	130± 10sec CA4 à 20 C°
<b>% CPV</b>	52,55
<b>Aspect</b>	Satiné brillant

La composition de la formule d'empilage-broyage et de dilution de la sous couche noire donnée par le fabricant, est exposée dans le tableau (5.5) :

**Tableau (5.5) :** La composition de la formule d'empilage-broyage et de dilution de la sous couche noire.

<b>Empilage-broyage</b>	<b>Quantités(g)</b>	<b>Dilution</b>	<b>Quantités(g)</b>
Résine 70% d'extrait sec (ES)	27,00		
Mouillant dispersant	00,20	Siccatif 1	0,27
Pigment noir (O.F noire)	06,00	Siccatif 2	0,71
Talc blanc	10,00	Siccatif 3	0,34
Charge (2µm)	33,00	Agent anti-peau	0,20
Agent anti-sédimentation	03,00	Solvant	11,28
Solvant	08,00		
<b>Total</b>	<b>87,20</b>	<b>Total</b>	<b>12,80</b>



### 5.5.3. 1. La méthode de Calcul du poids final du produit :

On utilise au niveau de l'atelier des cuves d'empilage-broyage de 800 kg pour les trois types de peinture.

Dans cette étape, nous calculons la masse utilisée dans la partie dispersion avant d'ajouter le complément de dilution.

D'après le tableau (5.5), cette masse (800kg) correspond à 87.20% de la masse totale du produit final.

Dans la phase de dilution, il reste 12.80% de l'opération de préparation de la peinture à compléter. Ceci correspond à une masse de 117.43Kg de produit.

Masse totale = masse utilisée dans la dispersion + masse utilisée dans la dilution

La masse totale = 117.43 + 800 kg

**Masse totale = 917,43 kg**

## 5.6. Caractérisation des propriétés physico - chimiques de la peinture préparée :

### 5.6.1 Point d'écoulement de Daniel :

On mélange parfaitement l'ensemble de (pigment et charge) pour obtenir une masse de poudre de 150 g.

- ✓ On place 20g de pigment dans une plaque, et l'on verse goutte à goutte la solution de liant correspondante, tout en mélangeant avec une baguette de verre.
- ✓ La quantité optimale de liquide est celle qui donne à la pâte une consistance fluide, lui permettant de s'écouler de la baguette.
- ✓ En effectuant cet essai avec des solutions de concentrations différentes, celle qui sera retenue est celle qui donnera la fluidité requise pour un volume minimal.
- ✓ On trace la courbe en portant en abscisse les concentrations en liant des solutions d'empilage-broyage et on ordonne les volumes des solutions nécessaires pour atteindre le point d'écoulement.
- ✓ Ce point représente la quantité nécessaire de liant pour mouiller toute la surface des pigments.



**Figure (5.1) :** Méthode de la mesure de point d'écoulement.

### **5.6.2. La dispersion :**

Cette étape est la plus importante dans la fabrication de peinture :

- Dans une boîte d'un (1) litre, on met la résine et le solvant et on mélange bien avec une dispersion réduite en ajoutant le mouillant dispersant jusqu'à atteindre une homogénéisation parfaite.
- On Introduit sous agitation en saupoudrant les pigments, ensuite on complète par les charges.
- On Laisse cette formule à disperser sous vitesse de rotation de (2400 RPM) pendant une période de 10 min.

### **5.6.3. La Mesure de la finesse :**

On mesure la finesse avec une jauge qui est un bloc parallélépipédique en acier poli portant sur sa face supérieure deux rainures en forme de coin. Dont la profondeur diminue régulièrement de la graduation de 0 (profondeur 100  $\mu\text{m}$ ) à la graduation 10  $\mu\text{m}$  (profondeur nulle). A partir de 10 minutes, on dépose de la peinture en excès à la graduation 0, On tire la racle, On regarde à quel endroit de l'échelle graduée apparaissent des grains.



**Figure (5.2) :** la mesure de la finesse.

#### **5.6.4. Mesure de la densité :**

La méthode de mesure consiste à utiliser le pycnomètre.

- On pèse d'abord le pycnomètre vide, puis on le repèse une fois rempli.
- La différence de poids permet de connaître la densité.

#### **5.6.5. Extrait sec :**

- On prélève un petit échantillon (d'environ 0.5g) du produit à examiner, que l'on étale sur une capsule métallique préalablement tarée.
- On pèse et, après trois heures d'étuvage à 105 c°, on repèse.

#### **5.6.6. Mesure de la viscosité :**

- On fixe la coupe horizontalement sur son support, l'ajustage bouché avec le doigt.
- On remplit la coupe de telle façon que le liquide déborde sur le bord intérieur ;
- On applique alors sur les bords supérieurs de la coupe une plaque de verre,
- On la retire en la faisant glisser horizontalement.
- On libère l'ajustage, au même moment on met en marche le chronomètre.
- Enfin au moment de la rupture de la 1<sup>ère</sup> rupture du filet du liquide on arrête le chronomètre.

### 6.1. Introduction :

Dans cette partie nous exposerons les résultats des caractérisations physico-chimiques des échantillons obtenus par différentes méthodes telles que : Le point d'écoulement de Daniel, la dispersion et le broyage, ainsi que les tests sur les trois formules obtenues : la laque bleue, la laque blanche et la sous couche noire.

### 6.2. Etude des trois formules :

#### 6.2.1. La Laque bleue économique :

Le tableau ci-dessous représente la formule brute de la laque bleue économique.

**Tableau (6.1):** la composition de la formule brute de la laque bleue économique.

Composant	Quantité (g)
Résine 70% ES	48,00
Mouillant dispersant	00,20
Pigment bleue	00,60
Pigment blanc	01,20
charge	28,74
Agent anti-sédimentation	02 ,00
Siccatif 1	00,17
Siccatif 2	01,70
Siccatif 3	00,69
Agent anti-peau	00,20
Solvant aliphatique	16,50
<b>Total</b>	<b>100,00</b>

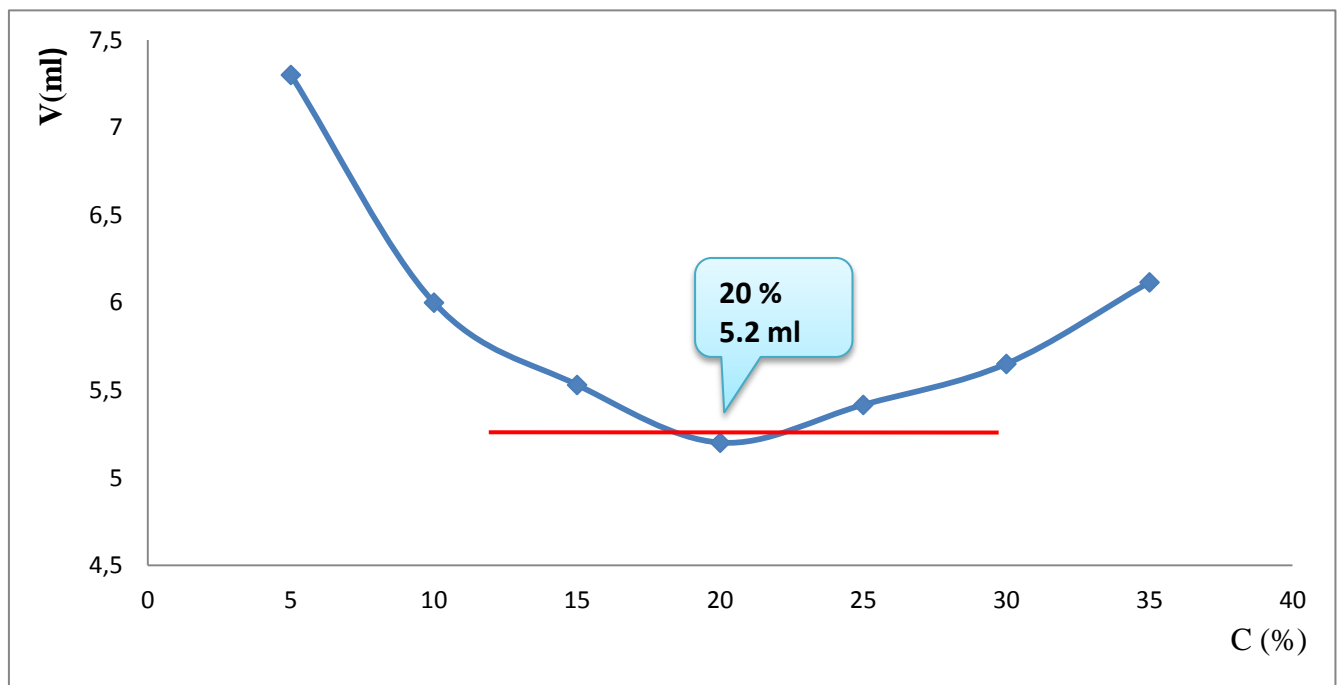
### 6.3 .Mesure des volumes donnant les points d'écoulement :

L'empilage nous a donné les résultats qui sont portés sur le tableau ci-dessous :

**Tableau (6.2)** : les volumes de liant à chaque concentration.

Concentrations	5 %	10 %	15 %	20 %	25 %	30 %	35 %
volume 1	7,3	6	5,5	5,2	5,4	5,6	6
volume 2	7,3	5,9	5,6	5,25	5,45	5,7	6,2
volume 3	7,3	6.1	5,5	5,15	5,4	5,65	6,15
Volume moyen	7,3	6.00	5,53	5,2	5,41	5,65	6,11

Le Tableau précédent regroupe les différents volumes de liant à chaque concentration obtenue pour la méthode de DANIEL.



**Figure (6.1)** : Variation du volume en fonction de la concentration de la solution du liant pour 20g de la poudre.

La figure (6.1) représente la courbe d'écoulement, soient les volumes nécessaires pour mouiller 20g de poudre en fonction des concentrations de solution de polymère.

D'après cette courbe nous remarquons qu'il y a une diminution du volume de liant lorsque la concentration augmente jusqu'à  $C\% = 20\%$ . Cette chute montre que le pigment a besoin d'une concentration optimale de liant pour atteindre le phénomène parfait de mouillage.

Nous constatons que le point d'inflexion de la courbe correspond à un volume de solution de polymère de 5,2 ml, pour une concentration en liant de 20%. D'après la méthode de DANIEL, ce point représente le phénomène de la coulabilité.

D'autre part, Nous remarquons aussi qu'il y a un phénomène de défloculation si la concentration est supérieure de 20%.

D'après la formule brute de la composition de la laque bleue économique, on trouve que la totalité de la masse de la poudre est égale à 30,54g.

$$\text{Masse de 5,2 ml} = \text{densité} \times \text{volume} = 0,851 \times 5,2 \quad \Rightarrow \quad \text{Masse de 5,2} = 4,42\text{g}$$

#### **Calcul de la quantité de résine sèche (RS) :**

Le but de cette étape est de transformer les coordonnées du point optimal obtenu par la méthode de Daniel à partir d'une solution de résine à 20% jusqu'au pourcentage de 70% de solution de résine.

La résine utilisée comme matière première est de concentration égale à 70%

Selon la formule principale de préparation de cette peinture, la masse de poudre (matière pulvérulente) est égale à 30.54g.

Lors de notre expérience, nous avons trouvé qu'une masse de 4.42g est optimale pour l'utilisation de 20g de poudre.

La masse de poudre égale à 30.54g utilisée dans la formule actuelle correspond à 6.75g de la masse de solution à 20%

Une solution de 100g contient 20g de résine sèche.

De la même manière, on trouve que la solution de masse de 6.75g contient une masse de 1.35g de résine sèche.

Cette valeur représente la quantité sèche de la solution à 20%

Une solution de 100g de résine disponible contient 70g de résine sèche.

Une masse de 1.35g de résine sèche correspond à une masse de solution à 70% égale à 1.93g.

La masse de solvant à rajouter est égale à la différence entre la masse de solution et la masse de la résine sèche et est égale à 4.82g.

Avec ces quantités, nous formulerons notre pâte d'empilage-broyage, ainsi que la partie dilution, schématisée sur le tableau ci-dessous :

**Tableau (6.3) :** la composition de la pâte empilage-broyage ainsi que la partie dilution.

Composants	Quantité(g)	Empilage-broyage(g)	Dilution(g)
Résine 70% ES	48,00	01,93	46,07
Mouillant dispersant	00,20	00,20	-
Pigment bleue	00,60	00,60	-
Pigment blanc	01,20	01,20	-
Charge	28,74	28,74	-
Agent anti-sédimentation	02,00	02,00	-
Siccatif 1	00,17	-	00,17
Siccatif 2	01,70	-	01,70
Siccatif 3	00,69	-	00,69
Agent anti-peau	00,20	-	00,20
Solvant aliphatique	16,50	04,82	11,68
<b>Total</b>	<b>100,00</b>	<b>39,49</b>	<b>60,51</b>

Le Tableau (6.3) : représente la composition de la pâte empâtage-broyage ainsi que la partie dilution. Dans cette formule, nous obtenons pas la finesse à simple dispersion, car elle nécessite un broyage et elle contient aussi un pigment difficile à disperser par simple dispersion.

En plus lorsque la formule est trop chargée par la matière pulvérulente, elle a besoin la procédure du broyage.

Après le broyage on obtient une finesse maximum de 7 -8  $\mu\text{m}$  pendant 20 min.

### **Calcul du poids total :**

L'unité de production de ce type de peinture est divisée en deux compartiments :

Dans la phase d'empâtage- broyage, nous préparons une masse totale de 800Kg de produit.

D'après le tableau (6.3), cette masse correspond à 39.49% de la masse totale du produit final.

Dans la phase de dilution, il reste 60.51% de l'opération de préparation de la peinture à compléter. Ceci correspond à une masse de 1225.83 Kg de produit.

$$\text{Masse finale} = 1225,83 + 800$$

$$\text{Masse totale} = 2025.83\text{kg}$$

Le bilan massique final donne une masse totale de produit égale à 2025.83Kg, préparée dans une période de vingt minutes avec une augmentation de production estimée à 84.09% par rapport à la méthode de préparation de la peinture utilisée actuellement.

Les mêmes étapes sont suivies pour les deux autres formules, et nous obtenons les tableaux suivants résumant les formules d'empâtage-broyage ainsi que la dilution.



**6.4. Laque blanche :**

Le tableau ci-dessous représente la formule brute de la laque blanche :

**Tableau (6.4) :** la composition de la formule brute de la laque blanche.

<b>Composant</b>	<b>Quantité (g)</b>
Résine 70% ES	26,50
Mouillant dispersant	00,25
Pigment blanc	10,00
charge	08,00
Agent anti-sédimentation	01,50
Siccatif 1	00,70
Siccatif 2	00,26
Siccatif 3	00,25
Agent anti-peau	00,30
Solvant aliphatique	19,24
Emulsion polysaccharide	33,00
<b>Total</b>	<b>100,00</b>

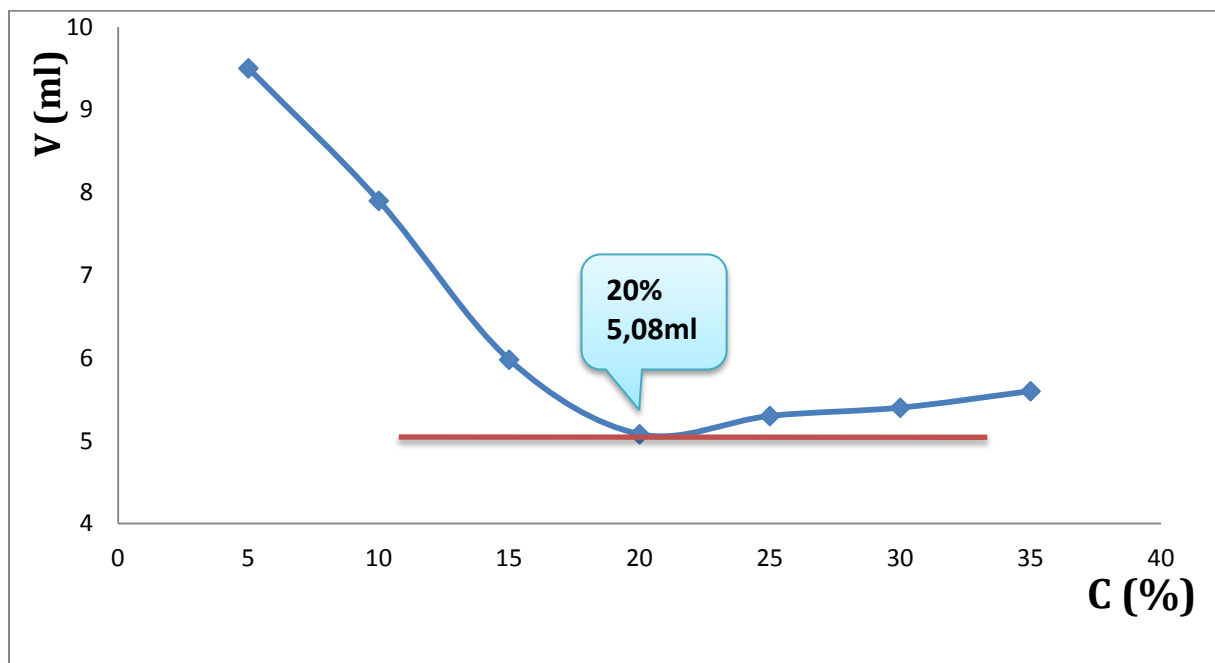
Le tableau (6.4) : représente la composition de la formule brute de la laque blanche. Après la préparation des solutions de différentes concentrations nous appliquons la méthode de Daniel afin d'obtenir le point d'écoulement ou le point de coulabilité de Daniel.

### 6.4.1. Mesure des volumes donnant les points d'écoulement :

L'empatage nous a donné les résultats qui sont portés sur le tableau ci-dessous :

**Tableau (6.5)** : les volumes de liant à chaque concentration.

Concentrations	5 %	10 %	15 %	20 %	25 %	30 %	35 %
Volume 1	9,5	8,1	6,15	5,15	5,15	5,5	5,50
Volume 2	9,5	8	6	5,1	5,3	5,4	5,70
Volume 3	9,5	7,6	5,8	5,5	5,35	5,3	5,60
<b>Volume moyen</b>	9,5	7,9	5,98	5,08	5,3	5,4	5,60



**Figure (6.2)** : Variation du volume en fonction de la concentration du liant pour 20 g des poudres.

La figure (6.2) représente la courbe d'écoulement, c'est à dire les volumes nécessaires pour mouiller 20g de poudre en fonction des concentrations de solution polymère. A partir de cette courbe nous remarquons qu'il y a trois phases, Le premier intervalle [0-20.%] : c'est le phénomène de floculation .qui explique la diminution du volume de liant.

Dans la deuxième phase, nous constatons que le point d'inflexion correspondant à un volume de 5,08 ml, alors nous déduisons que ce volume est optimal pour nos essais.

D'après la formule brute de la composition de la laque bleue économique, on trouve que la totalité des masses de poudres est égale à 18 g.

$$\text{Masse de 5,08 ml} = \text{densité} \times \text{volume} = 0,851 \times 5,08 \quad \Rightarrow \quad \boxed{\text{Masse de 5,08}=4,32\text{g}}$$

#### **Calcul de la quantité de résine sèche (RS) :**

Le but de cette étape est de transformer les coordonnées du point optimal obtenu par la méthode de Daniel à partir d'une solution de résine à 20% jusqu'au pourcentage de 70% de solution de résine.

La résine utilisée comme matière première est de concentration égale à 70%

Selon la formule principale de préparation de cette peinture, la masse de poudre (matière pulvérulente) est égale à 18g.

Lors de notre expérience, nous avons trouvé qu'une masse de 4.32g est optimale pour l'utilisation de 20g de poudre.

La masse de poudre égale à 18g utilisée dans la formule actuelle correspond à 3.88g de la masse de solution à 20%

Une solution de 100g contient 20g de résine sèche.

De la même manière, on trouve que la solution de masse de 3.88g contient une masse de 0.77g de résine sèche.

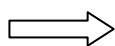
Cette valeur représente la quantité sèche de la solution à 20%.

Une solution de 100g de résine disponible contient 70g de résine sèche.

Une masse de 0.77g de résine sèche correspond à une masse de solution à 70% égale à 1.11g.

La masse de solvant à rajouter est égale à la différence entre la masse de solution et la masse de la résine sèche et est égale à 2.77g.

$$m(\text{Solvant}) = 3,88 - 1,11$$



$$m(\text{solvant}) = 2,77 \text{ g}$$

Avec ces quantités, nous formulerons notre pâte d'empattage-broyage, ainsi que la partie dilution, schématisée sur le tableau ci-dessous :

**Tableau (6.6) :** la composition de la pâte empattage-broyage ainsi que la partie dilution.

Composants	Quantité(g)	Empattage-broyage(g)	Dilution(g)
Résine 70% ES	26,50	01,11	25,39
Mouillant dispersant	00,25	00,25	-
Pigment blanc	10,00	10,00	-
Charge	08,00	08,00	-
Agent anti-sédimentation	01,50	01,50	-
Siccatif 1	00,70	-	00,70
Siccatif 2	00,26	-	00,26
Siccatif 3	00,25	-	00,25
Agent anti-peau	00,30	-	00,30
Solvant aliphatique	19,24	2,77	16,47
Emulsion polysaccharide	33,00	-	33,00
<b>Total</b>	<b>100,00</b>	<b>23,63</b>	<b>76,37</b>

Dans cette formule, nous obtenons une finesse maximum 8-9  $\mu\text{m}$  pendant 25 minute à simple dispersion, elle ne nécessite pas un broyage parce que elle est moins chargée.

### **Calcul du poids total :**

L'unité de production de ce type de peinture est divisée en deux compartiments :

Dans la phase d'empattage- broyage, nous préparons une masse totale de 800Kg de produit. D'après le tableau (6.6), cette masse correspond à 23.63% de la masse totale du produit final.

Dans la phase de dilution, il reste 76.37% de l'opération de préparation de la peinture à compléter. Ceci correspond à une masse de 2585.52 Kg de produit.

$$\text{Masse finale} = 2585.52 + 800$$

$$\text{Masse totale} = 3385.52\text{kg}$$

Le bilan massique final donne une masse totale de produit égale à 3385.52Kg, préparée dans une période de vingt cinq minutes avec une augmentation de production estimée à 72.44% par rapport à la méthode de préparation de la peinture utilisée actuellement.

### 6.5. Sous couche noire :

Le tableau ci-dessous représente la formule brute de la sous couche noire :

**Tableau (6.7.)** : la composition de la formule brute de la sous couche noire.

Composant	Quantité (g)
Résine 70% ES	27,50
Mouillant dispersant	00,20
Pigment noir (O.F noir)	06,00
Talc blanc	10,00
charge	33,00
Agent anti-sédimentation	03,00
Siccatif 1	00,27
Siccatif 2	00,71
Siccatif 3	00,34
Agent anti-peau	00,20
Solvant aliphatique	19,28
<b>Total</b>	<b>100,00</b>

Après la préparation des solutions de différentes concentrations, nous appliquons la méthode de Daniel afin d'obtenir le point d'écoulement ou le point de coulabilité de Daniel.

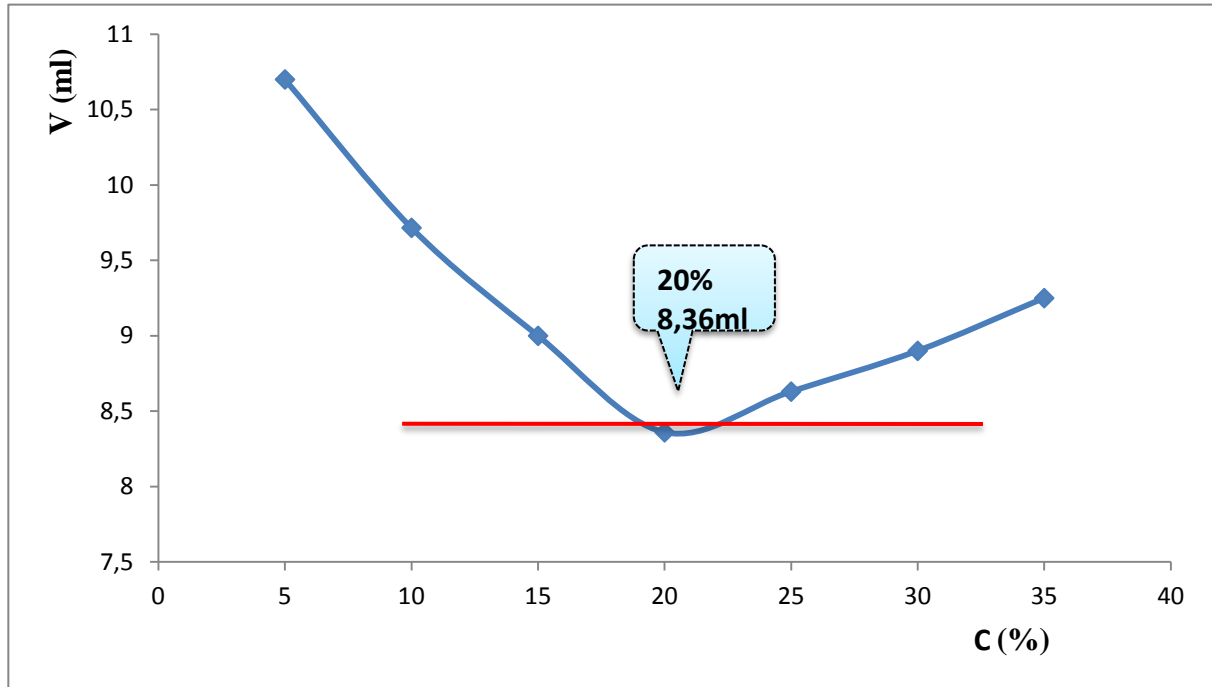
#### 6.5.1. Mesure des volumes donnant les points d'écoulement :

L'empatage nous a donné les résultats qui sont portés sur le tableau ci-dessous.

**Tableau (6.8.)** : les volumes de liant à chaque concentration :

concentrations	5 %	10 %	15 %	20 %	25 %	30 %	35 %
Volume 1	10,7	9,75	9	8,55	8,7	8,9	9,2
Volume 2	10,7	9,8	9,1	8,3	8,6	8,8	9,3
Volume 3	10,7	9,6	8,9	8,25	8,6	9	9,25
<b>Volume moyen</b>	10,7	9,71	9	8,36	8,63	8,9	9,25

Le tableau précédent regroupe les différents volumes de liant correspondant à chaque concentration obtenue pour la méthode de DANIEL.



**Figure (6.3) :** Variation du volume en fonction de la concentration du liant pour 20 g des poudres.

La figure (6.3) représente la courbe d'écoulement, c'est -a- dire les volumes nécessaires pour mouiller 20g de poudre en fonction des concentrations de solution de polymère.

Nous constatons que le point d'inflexion correspond à un volume de 8.36 ml, pour une concentration en liant de 20%. D'après la méthode de DANIEL, ce point représente le phénomène de la coulabilité.

D'après la formule brute de la composition de la sous couche noire, on trouve que la totalité des poudres est égale à 49 g.

$$\text{Masse de 8,36 ml} = \text{densité} \times \text{volume} = 0,851 \times 8,36 \implies$$

$$\text{Masse de 8,36} = 7,11\text{g}$$

**Calcul de la quantité de résine sèche (RS) :**

Le but de cette étape est de transformer les coordonnées du point optimal obtenu par la méthode de Daniel à partir d'une solution de résine à 20% jusqu'au pourcentage de 70% de solution de résine.

La résine utilisée comme matière première est de concentration égale à 70%

Selon la formule principale de préparation de cette peinture, la masse de poudre (matière pulvérulente) est égale à 49g.

Lors de notre expérience, nous avons trouvé qu'une masse de 7.11g est optimale pour l'utilisation de 20g de poudre.

La masse de poudre égale à 49g utilisée dans la formule actuelle correspond à 17.43g de la masse de solution à 20%

Une solution de 100g contient 20g de résine sèche.

De la même manière, on trouve que la solution de masse de 17.43g contient une masse de 3.48g de résine sèche.

Cette valeur représente la quantité sèche de la solution à 20%

Une solution de 100g de résine disponible contient 70g de résine sèche.

Une masse de 3.48g de résine sèche correspond à une masse de solution à 70% égale à 4.98g.

La masse de solvant à rajouter est égale à la différence entre la masse de solution et la masse de la résine sèche et est égale à 12.45g

$$m(\text{Solvant}) = 17,43 - 4,98 \quad \Rightarrow \quad \boxed{m(\text{solvant}) = 12,45 \text{ g}}$$

Avec ces quantités, nous formulerons notre pâte d'empilage-broyage, ainsi que la partie dilution, schématisée sur le tableau suivant :



**Tableau (6.9.):** la composition de la pâte empâtage-broyage ainsi que la partie dilution

Composants	Quantité(g)	Empâtage-broyage(g)	Dilution(g)
Résine 70% ES	27,00	04,98	22,02
Mouillant dispersant	00,20	00,20	-
Pigment noir (O.F.noir)	06,00	06,00	-
Talc blanc	10,00	10,00	-
Charge (2µm)	33,00	33,00	-
Agent anti-sédimentation	03,00	03,00	-
Siccatif 1	00,27	-	00,27
Siccatif 2	00,71	-	00,71
Siccatif 3	00,34	-	00,34
Agent anti-peau	00,20	-	00,20
Solvant aliphatique	19,28	12.45	6,83
<b>Total</b>	<b>100,00</b>	<b>69.63</b>	<b>30,37</b>

Dans cette formule, nous obtenons une finesse maximale de 6-7 µm pendant 25 minutes à simple dispersion. Cette finesse est acceptable pour la sous couche noire parce qu'il s'agit d'une peinture de couvrage. par contre, les deux autres nécessitent une finesse plus poussée, car elles sont des peinture de finitions.

#### Calcul du poids total :

L'unité de production de ce type de peinture est divisée en deux compartiments :

Dans la phase d'empâtage- broyage, nous préparons une masse totale de 800Kg de produit. D'après le tableau (6.8), cette masse correspond à 69.63% de la masse totale du produit final.

Dans la phase de dilution, il reste 30.37% de l'opération de préparation de la peinture à compléter. Ceci correspond à une masse de 348.93 Kg de produit.

$$\text{Masse finale} = 348.93 + 800$$

$$\text{Masse totale} = 1148.93\text{kg}$$

Le bilan massique final donne une masse totale de produit égale à 1148.93Kg, préparée dans une période de vingt cinq minutes avec une augmentation de production estimée à 25.23% par rapport à la méthode de préparation de la peinture utilisée actuellement.

#### 6.6. Les tests sur les trois formules :

**Tableau (6.10) :** Ces résultats montre la validité de la méthode de DANIEL

Tests	Formule01	Formule 02	Formule 03
Viscosité (seconde)	130	144	158
Densité	1,24	1,09	1,44
Finesse µm	7-8	8-9	6-7
Extrait sec (%)	62	52	80

**Tableau (6.11) :** Comparatif des résultats :

Produits	Laque bleue		Laque blanche		Sous couche noir	
	Méthode actuelle	Méthode Daniel	Méthode actuelle	Méthode Daniel	Méthode actuelle	Méthode Daniel
Une cuve d'empilage broyage	800 kg	800 kg	800 kg	800 kg	800 kg	800 kg
% phase d'empilage broyage	72,74	39,49	40,75	23,63	87,20	69,63
% phase de dilution	27,26	60,51	59,25	76,37	12,80	30,37
Quantité Production Par passe	1100,42 kg	2025,83kg	1963,19 kg	3385,52 kg	917,43 kg	1148,93 kg
Temps de l'opération de dispersion	45 mn	20 mn	45 mn	25 mn	45 mn	25 mn
Augmentation de la production	<b>84,09 %</b>		<b>72,44 %</b>		<b>25,23 %</b>	

**Remarques :**

Pour rentabiliser l'opération d'empatage-broyage, la cuve de préparation doit être remplie à 800 kg.

Pendant la dispersion, la phase de dilution doit être préparée dans une autre cuve de grand volume dans laquelle se fera la phase d'empatage-broyage après la dispersion.

Les temps des opérations du processus de fabrication et les moyens mis en œuvre restent identiques pour les deux méthodes, La différence résidant uniquement dans le temps de l'opération de dispersion dans le gain par opération est de 20 minutes.

### CONCLUSION GENERALE

Cette présente étude avait pour objectif principal d'augmenter le rendement de l'unité de production de la peinture, et cela se fait par l'application de la méthode de DANIEL. Pour ces trois produits considérés comme stratégiques, ce travail va permettre à l'usine d'augmenter sa production pour chaque passe.

La méthode de DANIEL a bien montré son efficacité, L'augmentation du rendement atteinte a été de 84,09 % pour la laque bleue économique ; de 72,44 % pour la laque blanche ; et de 25,23 % pour la sous couche noire. Ce travail nous a permis également de réduire le temps de chaque opération de vingt minutes, ce qui va engendrer une augmentation sensible du volume de production pour la même période de travail. Ces valeurs vont augmenter la quantité de production par passe de 925,41 kg pour la laque bleue ; 1422.33 kg pour la laque blanche ; et 231.5 kg pour la sous couche noire.

Les formules obtenues par cette méthode permettent enfin une utilisation rationnelle des moyens de production.

La généralisation de cette méthode à l'ensemble des produits fabriqués par la SARL Midy-Peinture est difficile à mettre en œuvre pour les raisons suivantes :

- ✓ La gamme des produits et la gamme des couleurs sont très diverses,
- ✓ Le nombre des cuves aux dimensions requises pour la dilution sera très élevé,
- ✓ L'espace de l'atelier est insuffisant,
- ✓ Des moyens de manutention importante seront nécessaires,
- ✓ Le conditionnement des matières premières n'est pas adapté aux pesées selon les formules,
- ✓ Changement des formules fréquentes pour les adapter aux exigences du marché.

## Présentation de la SARL MIDY PENTURE

La SARL Midy peinture est créée au début de l'année 1990. Elle est spécialisée dans la fabrication de peinture, vernis et dérivés.

Elle est située dans la zone d'activité de Zeralda W. d'Alger et occupe une surface de 3900 m<sup>2</sup> dont 1115 m<sup>2</sup> couverte.

Elle a un effectif de 100 personnes et possède une capacité de production de 10000 tonnes par ans.

La gamme de production couvre tous les secteurs d'activité : le bâtiment, la boiserie, l'industrie, la carrosserie et divers.

Répartition de la gamme par secteur :

- Secteur bâtiment 70 %
- Secteur boiserie 12 %
- Secteur industrie 8%
- Secteur carrosserie 5%
- Secteur divers 5%

L'unité est organisée selon l'organigramme ci-dessous où toutes les fonctions sont représentées :

Direction :

- Secrétariat
- Service production
- Service laboratoire
- Service commercial
- Service approvisionnement
- Service maintenance
- Service finance et compatibilité

- Service personnel
- Service technico-commercial

Le service laboratoire est dirigé par un personnel expérimenté et est équipé de matériel qui lui permet de mener à bien sa mission à savoir :

- Contrôle des matières premières
- Formulation
- Contrôle des produits finis
- Assistance clientèle

Il veille également à la compétitivité des produits sur le marché en terme de qualité et de prix.

## Références bibliographiques

---

### Références bibliographiques

- [1] .heinzdorr,franzholzinger, le dioxyde de titane kronos dans les peintures-émulsion, , 1990.
- [2]. pierre grandou, application sur les peintures et vernis.
- [3].pierre grandou,paulpastour, peintures et vernis, hermann, 1996.
- [4]. manuel de technologie des peintures et vernis, eurocol.
- [5] .tego journal- degussa.
- [6].information chimie n° 180/181,1978.
- [7]. petit (j.), roire (j.) et valot (h.). – encyclopédie de la peinture : formuler, fabriquer,appliquer. érec-puteaux, 429 p., tome 1  
(1999) – 431 p., tome 2 (2001) – tome 3 (1999)(à paraître 2e trimestre 2005).
- [8]. patton (t.c.). – paint flow and pigments dispersion.479 p., interscience publishers a division of j. wiley and sons new-york, london,sydney (1979).
- [9].laout (j.c.) et rhome (m.t.). – mémentodes peintures. laboratoires wolff, 29 p. (déc.1997).
- [10] .lambourne (r.). – paint and surfacecoatings : theory and practice. 695 p., john wiley and sons new-york, chichester, brisbane,toronto (1987).
- [11]. davis (a.) et münster (i.). – titaniumdioxide pigments in industrialcoatings. 89 p.,kronos international inc. (1996).
- [12] .roire (j.). – les solvants. 288 p., érec-puteaux (1989).
- [13] .meybeck (j.). – que sais-je ? les colorants.126 p., presses universitaires de france paris(1963).
- [14]. dörr (h.) et dr. holzinger (f.). – ledioxyde de titane kronos dans les peintures émulsion. 123 p., kronos international inc.(1989).

## Références bibliographiques

---

- [15]. roche (a.), laout (j.c.), joly (a.m.) etromand (m.). – valorisation des revêtementszingués. 34 p., édit. université delyon 1 – villeurbanne (1988).
- [16]. anonyme. – information technique bykchemieri. 17 p., si 1 : 18 p., di : 1 13 p., wi 1 22p., bykchemiegmbh d 46462 wesel (1999).
- [17]. de lanty (p.). – paramètre de solubilité. 18p., sté rhône poulenc, centre de recherchesd'aubervilliers (1993).
- [18]. germain (ch.). – thèse : caractérisationsuperficielle dans le but de prévoir l'adhérence.280 p., université claudes bernardlyon 1, villeurbanne (1994).
- [19]. wu (s.). – surface and interfacial tension ofpolymers, oligomers, plasticisers and organicpigments. brandrup (j.) et immergut.
- [20].site internet: sciences et technologies des poudres : [http://nte.enstimac.fr/stp/co/c2\\_contenu\\_02-02.html](http://nte.enstimac.fr/stp/co/c2_contenu_02-02.html)
- [21] .laout (j.c.). – protection et décoration parpeinture.traitement desmétaux (1999).
- [22]. petit (j.), roire (j.) et valot (h.). – 2001 encyclopédie de la peinture – tome 2. éd. errec, puteaux(2001).
- [23]. petit (j.), roire (j.) et valot (h.). – 2005 encyclopédie de la peinture – tome 3. éd. errec, puteaux(2005).
- [24]. schmid (e.v.) et al. – galvano – organotraitementde surface, p. 762 (nov. 1999).
- [25] .bergeron (v.). – antimousses et agents démoussants. [j 2 205]-[j 2 206] traité génie des procédés (2003).
- [26] .perrin (p.) et hourdet (d.). – polymères en solution. [a 3 050] traité plastiques et composites (1997).
- [27] .wolff (c.) et dupuis (d.). – viscosité. [r 2 350] traité mesures physiques (1994).
- [36]. le neindre (b.). – viscosité. définitions et dispositifs de mesure. [k 478] traité constantes physico-chimiques (2004).
- [37].wyart (d.). – colorants liquides à base dedispersions pigmentaires. [am 3 235]. traitéplastiques et composites (2001).



# KRONOS



## KRONOS® 2360

INFORMATION KRONOS **2.2**

dioxyde de titane

pour des revêtements répondant à de très hautes exigences quant à la stabilité aux intempéries et dotés d'excellentes propriétés optiques.

### Domaines d'emploi

Peintures industrielles de qualité supérieure, stables aux intempéries  
Systèmes de peintures et de couleurs à base d'eau  
Peintures poudre pour l'utilisation à l'extérieur  
Peintures de finition et de réparation blanches ou teintées pour automobiles  
Peintures décoratives de qualité supérieure, stables aux intempéries

### Propriétés

#### Le dioxyde de titane KRONOS 2360

- confère aux peintures et aux couleurs une très grande stabilité aux intempéries
- donne une luminosité très élevée et une tonalité neutre dans des peintures blanches
- permet des tonalités pures et brillantes dans des systèmes de couleur
- est facile à mouiller et aisément dispersible
- confère des pouvoirs couvrant et éclaircissant très élevés
- donne des peintures d'un haut brillant sans voile

### Caractéristiques typiques du produit

Fabrication	pigment rutile produit selon le procédé au chlorure
Traitement de surface	composés d'aluminium et de silicium
Teneur en TiO <sub>2</sub> (ISO 591)	≥ 92,0%
Désignation de la norme (DIN 55 912, Partie 1 ; ISO 591)	R 2
Densité (ISO 787, Partie 10)	3,9 g/cm <sup>3</sup>
Indice d'huile (ISO 787, Partie 5)	18 - 22 g/100 g

### Données typiques du produit

Luminosité (PLV L*) <sup>1</sup>	98,5 - 99,1
Sous-ton, blanc (PLV b*) <sup>2</sup>	0,2 - 0,8
Pouvoir de diffusion relatif (MAB HTS) <sup>3</sup>	97,0 - 104,0
Sous-ton, gris (MAB HSC) <sup>4</sup>	5,6 - 6,2

Méthodes de détermination:

- <sup>1</sup> PLV L\* Luminosité d'une galette comprimée blanche (CIELAB L\*)  
<sup>2</sup> PLV b\* Sous-ton d'une galette comprimée blanche (CIELAB b\*)  
<sup>3</sup> MAB HTS Pouvoir de diffusion relatif selon DIN 53165 (Procédé à pâte grise)  
<sup>4</sup> MAB HSC Sous-ton dans la coloration en gris (valeur de CIELAB b\*)

Les informations contenues dans ce document sont exactes et précises mais sont données sans garantie du fait que nous ne pouvons pas contrôler les conditions d'utilisation. Les dispositions légales, y compris les droits de sauvegarde de tiers, doivent être en tout cas respectées. Afin d'apporter à nos clients toute aide technique lors de l'utilisation de nos produits, nous sommes prêts à étudier les problèmes spéciaux dans nos laboratoires.

© KRONOS INTERNATIONAL, Inc., 2009

DS2172F/709F

KRONOS B.V., NL-3078 AJ Rotterdam · KRONOS EUROPE S.A./N.V., B-9000 Ghent · KRONOS TITAN AS., N-1602 Fredrikstad  
KRONOS INTERNATIONAL, Inc., KRONOS Export Department, D-51373 Leverkusen · KRONOS Limited, Wilmslow, Cheshire SK9 1BQ  
KRONOS TITAN GmbH, D-51373 Leverkusen · SOCIETE INDUSTRIELLE DU TITANE S.A., F-75008 Paris · KRONOS CANADA, Inc.,  
Montreal PQ, H3B 3W7 · KRONOS, Inc., Dallas/TX 75240



# Hermacarb 5FN

CARBONATE DE CALCIUM NATUREL MICRONISÉ

## CERTIFICAT D'ANALYSE

Carbonate de calcium micronisé, d'une grande pureté et blancheur, provenant de nos propres carrières situées dans la région de Fériana ( sud ouest Tunisien )

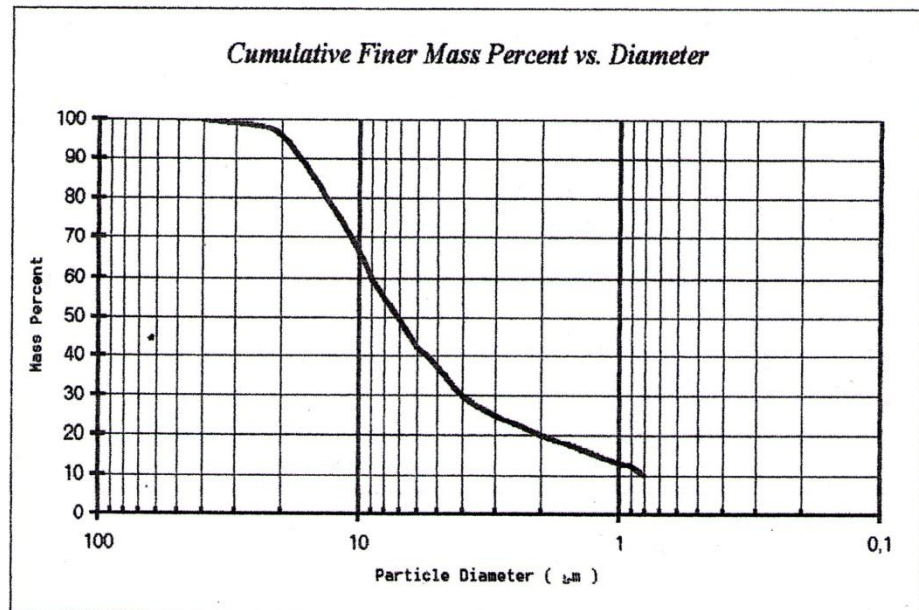
### ANALYSE CHIMIQUE: ( par spectroscopie à rayon X )

CaCO <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	TiO <sub>2</sub>
99,92%	0%	0,01%	0,01%	0,04%	0,02%

### PROPRIÉTÉS PHYSIQUES:

Coupe .....	30 µm
Diamètre moyen .....	7 µm
Masse spécifique .....	2,7 g/cc
Blancheur ( Elrepho, Filtre bleu Rz ) .....	> 90
Absorption d'huile .....	24 %
Humidité maximum ( à l'ensachage ) .....	0,2 %

### DISTRIBUTION GRANULOMÉTRIQUE: ( par SediGraph )



### APPLICATIONS:

- \* Peintures en émulsion aqueuse intérieures et extérieures
- \* Enduits et crépis



SOCIÉTÉ  
TUNISIENNE  
INDUSTRIELLE  
DE CARBONATE  
DE CALCIUM

Route de Kasserine  
Km 2, Fériana  
Tél: 00 216 7 441 266  
Fax: 00 216 7 440 198

Version 00/99

Ces spécifications sont des valeurs moyennes résultants de plusieurs mesures



# Hermacarb 2FN

TUNESIA

CARBONATE DE CALCIUM NATUREL MICRONISÉ

## CERTIFICAT D'ANALYSE

Carbonate de calcium micronisé, d'une grande pureté et blancheur, provenant de nos propres carrières situées dans la région de Fériana (sud ouest Tunisien)

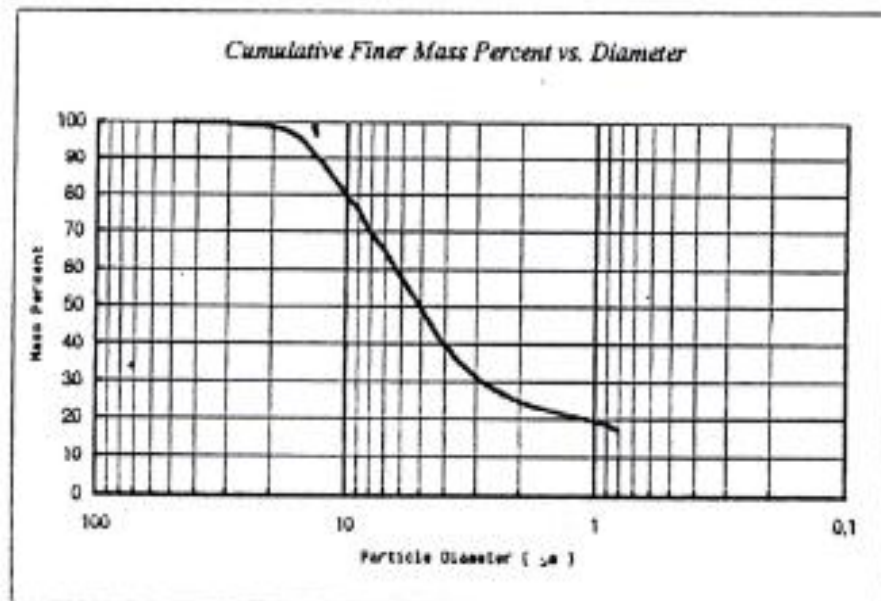
### ANALYSE CHIMIQUE: ( par spectroscopie à rayon X )

CaCO <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	TiO <sub>2</sub>
99,92%	0%	0,01%	0,01%	0,04%	0,02%

### PROPRIÉTÉS PHYSIQUES:

Coups .....	20 µm
Diamètre moyen .....	5 µm
Masse spécifique .....	2,7 g/cc
Blancheur ( Elrepho, Filtre bleu Rz ) .....	> 92
Absorption d'huile .....	28 %
Humidité maximum ( à l'ensachage ) .....	0,2 %

### DISTRIBUTION GRANULOMÉTRIQUE: ( par SediGraph )



### APPLICATIONS:

- Peintures en émulsion aqueuse intérieures et extérieures
- Enduits et crépis



SOCIÉTÉ  
TUNISIENNE  
INDUSTRIELLE  
DE CARBONATE  
DE CALCIUM

Route de Kasserine  
Km 2, Fériana  
Tél: 99 216 2 443 244  
Fax: 99 216 7 418 138

Version: 01/99

Ces spécifications sont des valeurs moyennes résultant de plusieurs mesures

## GUIDE D'INFORMATION

# Tioxyde TR92

AUTRES APPLICATIONS	POINTS FORTS
Revêtements résistant aux agents chimiques	Dispersion, opacité, durabilité
Finitions séchant par irradiation	Brillant, dureté, opacité
Peintures à haut extrait sec	Dispersion, blancheur, opacité, durabilité, brillant. Vitesse de réticulation élevée dans les systèmes à catalyse acide
Finitions et primaires pour électrophorèse	Brillant, durabilité, blancheur
Peintures industrielles à l'eau	Couleur, opacité, dispersion, durabilité
Finitions pour bois	Couleur, opacité. Viscosité stable en milieu acide
Laques vinyliques en solution	Brillant, opacité. Stabilité dans les résines vinyliques modifiées aux acides
Teintures opaques pour bois	Résistance aux intempéries, couleur, dispersibilité
Encres d'imprimerie	Opacité, résistance aux intempéries
Finitions pour cuirs	Dispersibilité, brillant, couleur, durabilité
Papiers et couchages papier	Opacité. Facilité de dispersion. Couleur et éclat dans les papiers spéciaux

### SÉCURITÉ, HYGIÈNE ET ENVIRONNEMENT

*Tous les pigments d'oxyde de titane, y compris le TR92 ne sont pas classés comme dangereux. Néanmoins, Huntsman Tioxyde fournit à ses clients une fiche de données de sécurité en 16 points conforme à la norme internationale ISO 11014-1.*

### CONTACT ALIMENTAIRE

*Ce sujet est trop vaste pour être traité convenablement dans cette fiche technique et les clients sont invités à vérifier la conformité par rapport à chaque législation spécifique les concernant en contactant le Service Technique Européen Peintures ou le Service Ventes de Tioxyde.*

### PROPRIÉTÉS

*Le tableau suivant illustre les propriétés de ce pigment. Il ne s'agit pas d'une spécification. Des spécifications existent par ailleurs.*

TiO <sub>2</sub> (typique)	94,0 %
Enrobage minéral	Alumine, zirconium
Traitement organique	Présent
Taille cristalline	0.24 µm
Poids spécifique	4.05
Perte à 105°C	0.6 %
Densité apparente (tassée) <sup>(1)</sup>	1.2 g/cm <sup>3</sup>
Absorption d'huile <sup>(2)</sup> (g/100g pigment)	18
Demande en eau <sup>(3)</sup> (cm <sup>3</sup> /100g pigment)	28
Durabilité	Hautement durable
Classification ISO 591	R2
Classification ASTM D476	II, III, IV

### LOGISTIQUE

Le Tioxyde TR92 est disponible selon les types de conditionnements suivants :  
 Sacs en papier de 25 kg  
 Big bag d'1 tonne à staticité réduite  
 Le Tioxyde TR92 peut également être livré en vrac

(1) Inspiré de la norme ISO 787/11

(2) Méthode à la spatule, ISO 787/5

(3) En présence de 0.4% (par rapport à la masse du pigment) de sel de sodium d'un complexe polyphosphate



## MICRON TALC 2050 WHITE

CAS-Nr.: 14807-96-8  
ISO/DIS 3262-11 Grade A

Micron Talc is micronised from a high purity steatitic source, originating with exceptionally high brightness from the world's best reserves in India. Micron Talc is extremely lamellar with a high aspect ratio. This product is free from crystalline silica and free of asbestos.

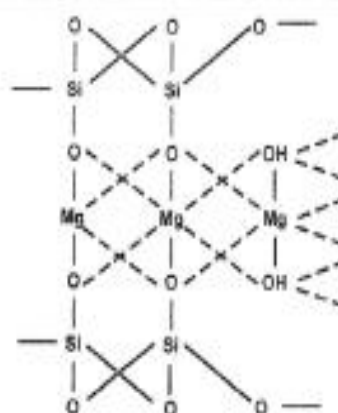
## TYPICAL CHEMICAL ANALYSIS

Talc is a magnesium silicate hydrate with the formula



SiO <sub>2</sub>	53.18%
MgO	40.21%
CaO	0.53%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.45%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.48%

Loss on ignition 5.15% (ISO 3262-1)



## PHYSICAL PROPERTIES

TEST PARAMETERS	MICRON TALC 2050 WHITE	TEST METHODS
Brightness	85 ± 2	DIN 53 163-1977
Specific Gravity	2.7 ± 0.1	ISO 787/10
Bulk Density (g / l)	400 ± 50	DIN 468
Oil Absorption (g /100g)	45 ± 3	ISO 787/5
Hardness	1	MOHS SCALE
Refractive index	1.57	
Ph	9 ± 0.5	ISO 787-9
Moisture (105°)	0.20 %	ISO 787-2
Particle size distribution		SEDIGRAPH 5100
d <sub>97</sub> – 97% Particles below microns	20 ± 3 //	
d <sub>50</sub> – 50% Particles below microns	6 ± 1	

This information is offered in good faith as a guide to expected values, and is, based on our current knowledge and experience, believed to be accurate and reliable as of the date of printing. The values given are not to be considered as a warranty and the users are recommended to make their own tests to determine the suitability of the products to their particular purposes. The values given are subject to change without prior notice.

20 MICRONS  
LIMITED307-308 Arundeeep Complex, 3<sup>rd</sup> Floor, Race Course Circle South, Vadodara 390 007, INDIA

Tel: 91-265-2322957, Fax: 91-265-2333755, E-mail: export@20microns.com, Website: http://www.20microns.com

http://www.eaglefish.com/english/A-5.html

17602007

**LA-Eagle (SW 64-65/70 )**

Long oil alkyd resin based on sunflower or soya bean oil

**Delivery forms**

It's available at 70 ±1% in W.Spirit  
We can supply it 60 ±1% in W.Spirit

**Performance**

1. Exterior durability
2. High gloss & gloss retention
3. Brushability & leveling
4. Very good flexibility

**Suggested uses**

1. High gloss paints
2. Exterior house paints

**Composition**

- |                           |           |
|---------------------------|-----------|
| 1. Phthalic anhydride, %. | 25        |
| 2. Type of oil.           | Sunflower |
| 3. Oil %                  | 64        |
| 4. Type of Polyol.        | Penta     |

**Specification**

- |                               |             |
|-------------------------------|-------------|
| 2. Viscosity C poise at 25°C  | approx.6500 |
| 3. Viscosity Gardner at 25°C  | approx.Z4   |
| 4. Acid value mg KOH/gm solid | 10 Max.     |
| 5. Color                      | 5 Max.      |

**Application**

1. Air
2. Bake
3. Nitrocellulose
4. Catalyze.

**Dilutability**

1. Aliphatic hydrocarbon
2. Aromatic hydrocarbon
3. Chlorinated hydrocarbon
4. Alcohols
5. Esters
6. Ketons
7. Glycol-ethers & esters

Soluble	Limited	Insoluble
---------	---------	-----------

+	-	-
+	-	-
+	-	-
-	-	+
+	-	-
+	-	-
+	-	-

**Compatibility**

1. Zinc white
2. Red Lead
3. Nitrocellulose
4. Chlorinated rubber
5. Stan oil
6. Isocyanate
7. Urea/melamine resins

Compat.	Limited	Incom pat.
---------	---------	------------

+	-	-
+	-	-
-	-	+
+	-	-
+	-	-
-	-	+
-	-	+

**Storage conditions**

SW 64-65/70 should be stored indoors in the original, unopened and undamaged containers in a dry place at storage temperatures between 5°C & 30°C. Exposure to sun shine should be avoided.

**Stability**

Under the above mentioned storage conditions the stability of SW 64-65/70 will be 24 months ex-work.

*EAGLE*   
*RESIN*

Chapitre I  
La composition  
d'une peinture

Chapitre II  
Fabrication  
des peintures



# Chapitre III

## La dispersion

Chapitre IV  
Physico-chimie  
des peintures

# Chapitre V

## Matériels et méthodes

# Chapitre VI

## Résultats et discussion