

Handwritten notes: 11/04/10, 908, CH, 814

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Université 8 Mai 1945 Guelma
Faculté des Sciences et de la Technologie
Département de Génie des Procédés

Mémoire de Projet de Fin d'Etudes

2^{ème} Année Master

Étude de la rhéologie des émulsions et de peinture

Filière : Génie des Procédés

Option : Matériaux et Génie des Procédés : Génie Chimique

Présenté par :

CHORFA HELA

Sous la direction de :

Pr. Benhamza M Hocine.

Juin 2015

45/3183

Remerciements

Je tien d'abord à remercier Dieu pour la force et la patience qu'il m'a donné pour surmonter toutes les épreuves vécues au cours de ce travail de recherche

Je remercie chaleureusement Pr. Benhamza. M. Hocine, d'avoir encadré ce travail, pour tous les précieux qu'il m'a apporté et M^{lle}: Ferdénache. H

Nous remercier également tous les enseignants de département de génie des procédés et aux membres de juré qui ont accepté de juger notre tous nos collègues de la promotion 2015.

Tous les personnes qui ont noué aidée durant notre stage à l'ENAP

Que toute personne ayant participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail accepte nos grands et sincères remerciements.



Dédicace

A mes très chers parents qui ont toujours été là pour moi, et qui m'ont donné un magnifique modèle de labeur et de persévérance.

Je dédie aussi ce modeste mémoire A toute ma famille, frères et sœurs.

Mes sœurs : Farida, Sandra, Salsabila. Est sur tout mon petit frère : chouchou

Est tous mes famés : rahouia, missouda, mibarka, zahwa, Siwa, Hasna, Lamia, Karima, Nabila, sonya, Hayat, Farida, dzaiar, habiba, Mona, akila, samya, ,sublina

Est : rachid, yosif, Liamine, Ali, Saïd, Nabil, Mahdi bouda, fouzi, yonnaise, Cherif, rida, Samir, rhayim, Walid, diya, wasim, zobir.

Est tous mes amis surtout : marieme, Hanane, ahlam, siheme, narimane, Fatiha, basma.

A tous les employeurs de l'ENAP

Mais aucune dédicace ne serait témoin de notre profond amour, mon immense gratitude et mon plus grand respect, car on ne pourrait jamais oublier la tendresse et l'amour dévoué par lesquels ils m'ont toujours entouré depuis mon enfance.

Est tout ceux-ci je dédie le fruit de mes efforts qui est ce mémoire .



I.5.4 Les peintures naturelles.....	14
I.6 Type de peinture suivant mode de formation de film	14
I.6.1 Séchage physique	14
I.6.2 Polymérisation par action chimique.....	15
I.6.3 Réaction chimiques diverses	15
I.7 Mode de fabrication des peintures	15
I.7.1 Contrôle des matières premières	15
I.7.2 Préparation d'une peinture	16
I.8 Différents gammes de peintures.....	18
I.8.1 Peinture pour bâtiments.....	18
I.8.2 Peinture carrosseries.....	18
I.8.3 Les peintures marines.....	18

Chapitre II : Les émulsions

II.1 Introduction	19
II.2 Différents systèmes des « émulsions »	19
II.2.1 Les macroémulsions	19
II.2.2 Les nano/mini émulsions	20
II.2.3 Les microémulsions	20
II.3 Les différents types d'émulsion.....	20
a) Les émulsions simples	20
b) Les émulsions double (ou multiples)	20
c) Les biémulsions.....	20
II.4 formulation et caractérisation des émulsions.....	21
II.5 composition d'émulsion	22
II.6 La stabilisation d'émulsion	23
II.7 La déstabilisation de l'émulsion	23
a)Sédimentation et crémage	23
b)La coalescence	24
c)La floculation	24
II.8 Propriétés rhéologique des émulsions	25
II.8.1- Viscosité d'une émulsion	25
II.8.2- Influence de la viscosité et le rôle de l'émulsifiant sur la stabilité d'émulsion....	26

II.9 Les émulsifiants	26
-----------------------------	----

Chapitre III : Rhéologie

III.1 Introduction	28
III.2 Définition de la rhéologie.....	29
III.3 Grandeurs étudiées en rhéologie	29
a) Mouvement de cisaillement.....	29
b) Vitesse de cisaillement	30
c) La contrainte de cisaillement.....	31
d) Déformation de cisaillement	31
e) Gradient de vitesse	32
f) Viscosités	33
III.4 Différents comportements rhéologiques	33
a) Fluides newtoniens	34
b) Fluides non newtoniens.....	34
c) Fluides rhéofluidifiants	35
d) Fluides rhéoépaississants	35
e) Fluide thixotropie	35
f) Fluide anti-thixotropes.....	36
g) Fluide viscoélastiques	36
h) fluides plastiques	38
III.5 Le facteur temps en rhéologie	38
III.6 Fluage	39
III.7 Oscillation	39

Chapitre IV : méthodes expérimentales

IV.1 Introduction	40
IV.2 Méthodes de contrôle	40
IV.2.1 détermination de la viscosité.....	40
a) Principe.....	40
b) Caractéristiques.....	40
c) Mode opératoire	40

IV.2.2 Détermination de la viscosité « Brookfield ».....	41
a) Principe.....	41
b) Appareillage.....	41
c) Mode opératoire.....	42
d) Expression des résultats.....	42
IV.2.3 Détermination de pH.....	42
a) Principe.....	42
b) Appareillage.....	43
c) Mode opératoire.....	43
IV.2.4 Détermination de la viscosité « Coupes Ford ».....	43
a) Principe.....	43
b) Appareillage.....	43
c) Mode opératoire.....	44
IV.2.5 Détermination de l'extrait sec.....	44
a) Principe.....	44
b) Appareillage.....	45
c) Mode opératoire.....	45
d) Expression des résultats.....	45
IV.2.6 Détermination de la densité « Pycnomètre ».....	45
a) Principe.....	45
b) Appareillage.....	46
c) Mode opératoire.....	46
d) Expression des résultats.....	47
IV.2.7 Détermination des durées de séchage Hors Toucher (HT) et sec.....	47
a) principe.....	47
b) Appareillage.....	47
c) Mode opératoire.....	47
IV.6 Détermination de la brillance.....	47
a)Principe.....	48
b) Appareillages.....	48
c)Mode opératoire.....	48
d) Expression des résultats.....	48

Chapitre V : résultats et discussion

V.1 Introduction	49
V.2 L'émulsion à base de l'émulsifiant ENAP	49
A) Formulation d'émulsion I.....	49
V.2.1 Interprétation des résultats rhéologiques de l'émulsion I.....	52
B) Formulation d'émulsion II	52
V.2.2 Interprétation des résultats rhéologiques de l'émulsion II	54
C) Formulation d'émulsion III	55
V.2.3 Interprétation des résultats rhéologiques de l'émulsion III.....	57
D) Formulation d'émulsion IV.....	57
V.2.4 Interprétation des résultats rhéologiques de l'émulsion IV	60
E) Formulation d'émulsion V	60
V.2.5 Interprétation des résultats rhéologiques de l'émulsion V	63
V.3 Viscosimètre type « Brookfield »	64
- Interprétation de résultat	64
V.4 pH est la l'empérature	64
- Interprétation de résultat	64
V.5 Formulation de peinture	65
V.6 Les tests rhéologiques de la peinture préparée à partir de différentes émulsions	66
- Interprétation de résultats rhéologiques de la peinture préparée avec d'émulsions.....	68
V.7 Viscosimètre type « Coupe Ford »	68
- Interprétation de résultat	69
V.8 L'extrait sec.....	69
- Interprétation de résultat	70
V.9 La densité	70
- Interprétation de résultat	70
V.10 le séchage Hors Touche (HT) et sec.....	70
- Interprétation de résultat	71
V.9 la brillance	71
- Interprétation de résultat	71
Conclusion générales.....	72
Annexe	73

Liste d'abréviation

CVO: Bohlin instruments (BOHLIN SOFTWARE PRODUCT).

D : la densité

ES : L'extrait sec

ENAP : Entreprise Nationales des Peintures

E/H : Eau dans l'huile

H/E : Huile dans l'eau

Ps : poise

S : seconde

t : tempes

t_C : temps caractéristiques

t_E : temps d'observation

η : La viscosité

η_0 : Viscosité de la phase continue pure

Φ : Volume de la phase dispersée / volume de la phase continue

τ : contrainte de cisaillement

γ : La déformation de cisaillement

μ : viscosité dynamique

ν : *Viscosité cinématique*

ρ : est la masse volumique du fluide

σ_0 : contrainte constante

Liste des figures

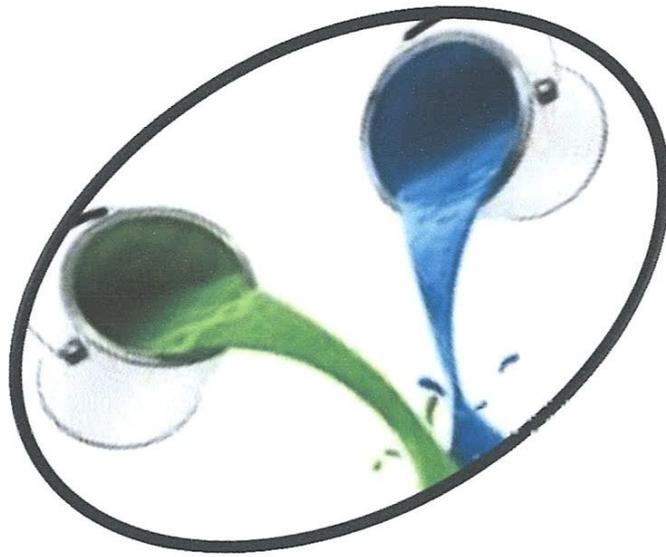
Figure(1): Fabrication de résine alkyde	04
Figure(2): Processus de fabrication de peinture.....	04
Figure(3): Fabrication d'émulsion	05
Figure(4): Contrôle des Matières Premières à la réception.....	05
Figure(5): Contrôle des produits en cours de fabrication (finesse, viscosité).....	05
Figure I.1: Différentes étapes de la fabrication d'une peinture	17
Figure II.1: les différents types d'émulsions	21
Figure II.2: phénomène de crémage et sédimentation	24
Figure II.3: phénomène de coalescence.....	24
Figure II.4: phénomène de floculation.....	25
Figure III.1: mouvement de cisaillement.....	29
Figure III.2: vitesse de cisaillement.....	30
Figure III.3: la contrainte de cisaillement.....	30
Figure III.4: déformation de cisaillement	31
Figure III.5: gradient de vitesse des fluides.....	32
Figure III.6 : courbe d'écoulement (gauche) et de viscosité (à droite) pour un fluide newtonien	33
Figure III.7: courbes d'écoulement et de viscosité d'un fluide rhéofluidifiant	34
Figure III .8: Courbes schématiques d'écoulement (à gauche) et de viscosité (à droite) pour un fluide rhéoépaississant.	35
Figure III.9: thixotropie (a) et anti-thixotropie (b)	36
Figure III.10: Rhéogramme d'un corps de Bingham.....	37
Figure III.11: Rhéogramme d'un corps de casson.....	37
Figure III.12: Fluage primaire, secondaire et tertiaire.....	38
Figure IV.1: Le rhéomètre CVO	40
Figure IV.2: Viscosimètre « Brookfield »	41
Figure IV.3: Thermomètre	41
Figure IV.4 : Papier pH.....	42
Figure IV.5: Viscosimètre « Coupes Ford »	43
Figure IV.6: Thermomètre	43
Figure IV.7 : Etuve thermostatique.....	44
Figure IV.8: balance de précision	44

Figure IV.9: dessiccateur	44
Figure IV.10: Pycnomètre.....	46
Figures V.1: Courbes de la Viscosité et de la déformation pour la formulation d'émulsion I de l'essai 1	50
Figures V.2: Courbes de la Viscosité et de la déformation pour la formulation d'émulsion I de l'essai 2	50
Figures V.3: Courbes de la Viscosité et de la déformation pour la formulation d'émulsion I de l'essai 3	51
Figures V.4: Courbes de la Viscosité et de la déformation pour la formulation d'émulsion I de l'essai 4	51
Figures V.5: Courbes de la Viscosité et de la déformation pour la formulation d'émulsion II de l'essai 1	52
Figures V.6: Courbes de la Viscosité et de la déformation pour la formulation d'émulsion II de l'essai 2	53
Figures V.7: Courbes de la Viscosité et de la déformation pour la formulation d'émulsion II de l'essai 3	53
Figures V.8: Courbes de la Viscosité et de la déformation pour la formulation d'émulsion II de l'essai 4	54
Figures V.9: Courbes de la Viscosité et de la déformation pour la formulation d'émulsion III de l'essai 1	55
Figures V.10: Courbes de la Viscosité et de la déformation pour la formulation d'émulsion III de l'essai 2	56
Figures V.11: Courbes de la Viscosité et de la déformation pour la formulation d'émulsion III de l'essai 3	56
Figures V.12: Courbes de la Viscosité et de la déformation pour la formulation d'émulsion III de l'essai 4	57
Figures V.13: Courbes de la Viscosité et de la déformation pour la formulation d'émulsion IV de l'essai 1	58
Figures V.14: Courbes de la Viscosité et de la déformation pour la formulation d'émulsion IV de l'essai 2	59
Figures V.15: Courbes de la Viscosité et de la déformation pour la formulation d'émulsion IV de l'essai 3	59
Figures V.16: Courbes de la Viscosité et de la déformation pour la formulation d'émulsion IV de l'essai 4	60

Figures V.17: Courbes de la Viscosité et de la déformation pour la formulation d'émulsion V de l'essai 1	61
Figures V.18: Courbes de la Viscosité et de la déformation pour la formulation d'émulsion V de l'essai 2.....	62
Figures V.19: Courbes de la Viscosité et de la déformation pour la formulation d'émulsion V de l'essai 3.....	62
Figures V.20: Courbes de la Viscosité et de la déformation pour la formulation d'émulsion V de l'essai 4.....	63
Figures V.21: Courbes de la Viscosité et de la déformation pour la formulation de peinture d'émulsion I.....	66
Figures V.22: Courbes de la Viscosité et de la déformation pour la formulation de peinture d'émulsion II.....	66
Figures V.23: Courbes de la Viscosité et de la déformation pour la formulation de peinture d'émulsion III.....	67
Figures V.24: Courbes de la Viscosité et de la déformation pour la formulation de peinture d'émulsion IV.....	67
Figures V.25: Courbes de la Viscosité et de la déformation pour la formulation de peinture d'émulsion V.....	68

Liste des tableaux

Tableau (1) : représentant les différents produits commercialisés à l'ENAP	03
Tableau (2) : Domaine d'application des peintures de l'ENAP	06
Tableaux V.1 : Formulation d'émulsion I.....	49
Tableaux V.2 : Formulation d'émulsion II	52
Tableaux V.3 : Formulation d'émulsion III.....	55
Tableaux V.4 : Formulation d'émulsion IV	58
Tableaux V.5 : Formulation d'émulsion V	61
Tableau V.6 : résultats de la viscosité en poise (0.1 Pa. s) pour différents émulsions	64
Tableaux V.7 : les résultats de la température et pH des différents essais	64
Tableau V.8 : formulation de peinture	65
Tableau V.9 : résultats de viscosité pour différents peintures	69
Tableau V.10 : pourcentage de l'extrait sec pour différents peintures	69
Tableau V.11 : résultats de densité	70
Tableaux V.12 : résultats de séchage Hors Touche (HT) et sec	71
Tableaux V.13 : les résultats de la brillance	71



Introduction générale

Introduction générale

Le travail de recherche de la présente étude consiste à la formulation d'une émulsion de peinture ainsi que sa caractérisation. Ces mesures ont été réalisées au niveau du laboratoire central de l'entreprise nationale algérienne des peintures (ENAP) ainsi qu'au niveau du laboratoire de recherche LAIGM de l'Université de 08 mai 1945 de Guelma.

Une peinture est une préparation fluide qui peut être liquide ou pâteuse, qui s'étale en couche mince sur toutes sortes de matériaux appelés supports. Après séchage ou réticulation un revêtement mince ou film, adhérent et résistant jouant un rôle protecteur et/ou décoratif, est formé.

De nos jours, les émulsions sont partout. Elles sont utilisées dans l'industrie, notamment l'industrie pharmaceutique, cosmétique, agroalimentaire, les peintures, l'agrochimie et l'industrie pétrolière. Dans l'industrie pharmaceutique, les applications sont nombreuses : émulsion parentérales, topiques, orales ou ophtalmiques.

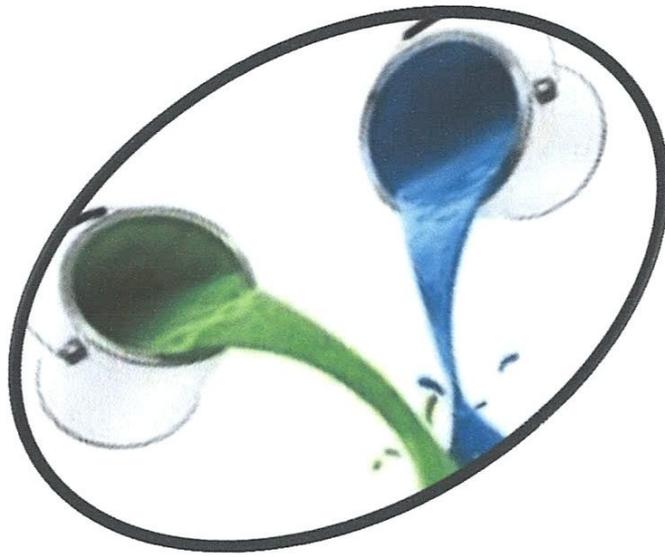
La rhéologie est le cadre théorique permettant de décrire les comportements mécaniques complexes des matériaux qu'ils soient solides ou liquides, en prenant en compte à la fois les échelles de taille des matériaux, le type de sollicitation appliquée et les conditions thermodynamiques comme la température et la pression.

L'objectif principal de ce travail est d'étudier la rhéologie d'émulsions et des peintures.

Le présent travail comporte cinq chapitres :

- Le premier présente les différents types de peinture et leurs processus de fabrication.
- Le deuxième chapitre concerne l'émulsion et leurs caractérisations, les types d'émulsion et les différents systèmes, compositions....etc.
- Le troisième chapitre expose les études rhéologiques, les grandeurs étudiées et les différents comportements rhéologiques.
- Le quatrième chapitre énumère les différentes méthodes expérimentales utilisées dans cette étude.
- Le dernier chapitre comporte les résultats et leur interprétation

Enfin, nous couronnons ce mémoire par une conclusion.



Chapitre I :
Généralités sur les
peintures

Parte 1 : présentation de l'entreprise ENAP

I.1 Présentation de l'entreprise ENAP

Après la réorganisation des Entreprise Nationales des Industries Pétrochimique, l'Entreprise National des Peintures ENAP est née par le décret N° 419-82 en date du 04/12/1982. Elle est entrée en activité à partir de janvier 1985. Son siège administratif se trouve à El AKHDARIA – BOUIRA.

L'Entreprise Nationale des Peintures ENAP est chargée dans le cadre du plan national du développement des activités de production des peintures et de ces dérivés, dans le but de couvrir les besoins dans ce volet.

Elle a plusieurs spécialité, puisque elle produit la peinture des véhicules ; le vernis ; le déliant ; les émulseurs ; les colles et les résines. Ces derniers ce sont des produits semi fabriquées qui entre dans la composition de toutes les peintures.

L'ENAP englobe six unités de productions réparties sur le territoire algérien :

- Une direction générale + un complexe de production à **LAKHDARIA**.
- Une unité de peinture à **OUED-SMAR**.
- Une unité de peinture à **CHERAGA**.
- Une unité de peinture à **ORAN**.
- Un complexe de production à **SIG**
- Un complexe de production à **SOUK-AHRAS**.

Parmi les unités les plus importantes l'unité de **SOUK AHRAS « UPSA »**.

I.2 Identification de l'unité

- Dénomination sociale et statut : unité de production de Souk –Ahras.
- Capital social : le montant du capital est fixé 64 million de DA.
- Raison sociale : la recherche, le développement et la production des peintures, vernis, émulsion, résines, colles, siccatifs et dérivés.
- Superficie totale de l'unité : 120000m³ dont superficie couverte 26,641m²
- Nature fluidique du terrain de l'unité de **PENAP**.
- Certification ISO9001 / 2000 : certifiée depuis 2003.

I.3 Principaux produits commercialisés

Tableau (1) : représentant les différents produits commercialisés à l'ENAP

DOMAINES	GAMMES	MARQUE COMMERCIALE DES PRODUITS
PEINTURES	Bâtiment	Blanco, Blylac 2000, Enduinyll, Endalo, Thixatin, Thixomat, Snilac, Superlac, Muralsat
	Carrosserie	Glycar, Cellosia, Acryla, Polycar, Cellomast, Mastifer
	Industrie	Primafer, Glyfour, Acryfour, Signaryl, Epoxamine, Chloric CC, Epoxamine, Aérolac, Bomepox, Styralin.
	Diluants	Cellulosique, Synthétique, Acrylique, Epoxydique.
	Vernis	Verrines, Vernis Cellulosiques, Vernis Marin, Vernis Acryla.
RESINES SICCATIFS COLLES	Solvants	Alkydes, Aminoplastes
	Emulsions	Vinyliques, Acryliques
	Naphténates et Octanes	Sic Colomb, Sic tobalt, Sanctoral, Sic toman
	A base d'eau	Colles express, Colles à bois

La capacité de production est toujours liée au nombre d'équipes mises en œuvres. On remarque que la production est toujours inférieure à la capacité et cela peut être dû aux nombreuses pertes lors de la production .

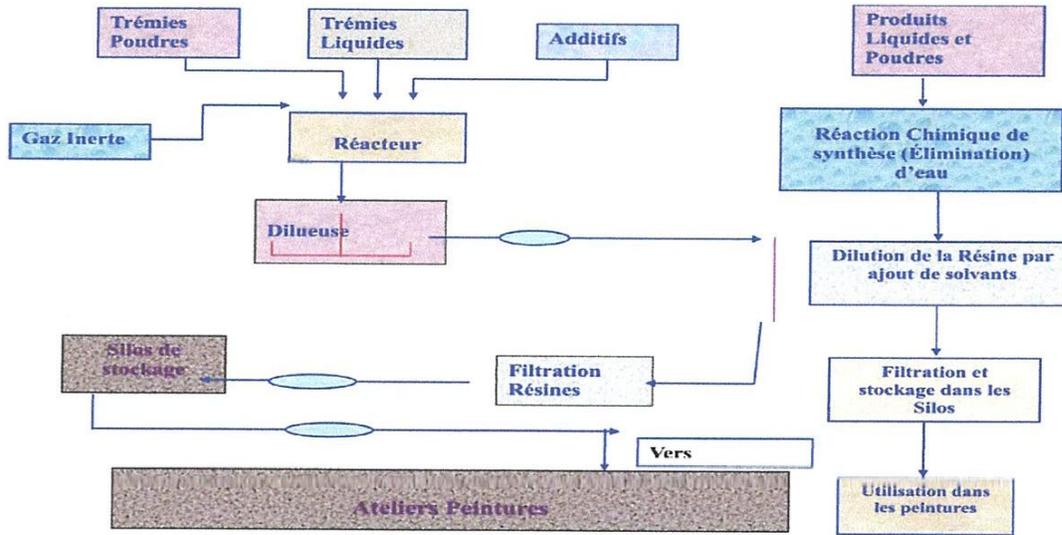
I.4 Organisation de l'unité

L'unité de Souk-Ahras comprend un effectif est répartis en quatre groupes sections appelés département.

a- Département maintenance: comprend le service transport maintenance et le bureau de méthode.

b- Département production: englobe 3 services qui sont les suivants :

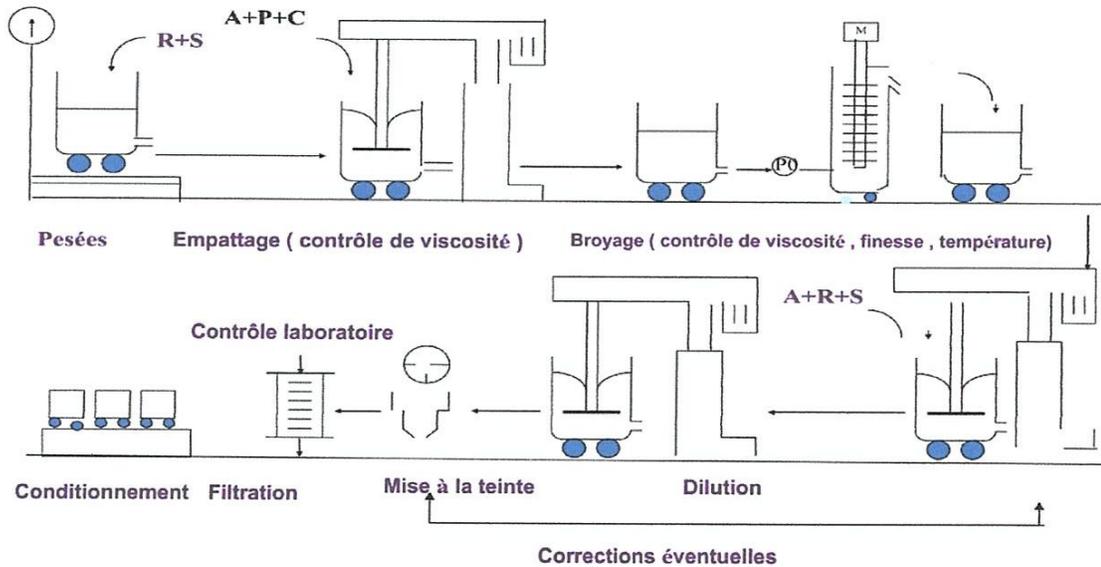
- *Ligne de fabrication résine alkyde :* suivant le schéma suivant



Figure(1) : Fabrication de résine alkyde.

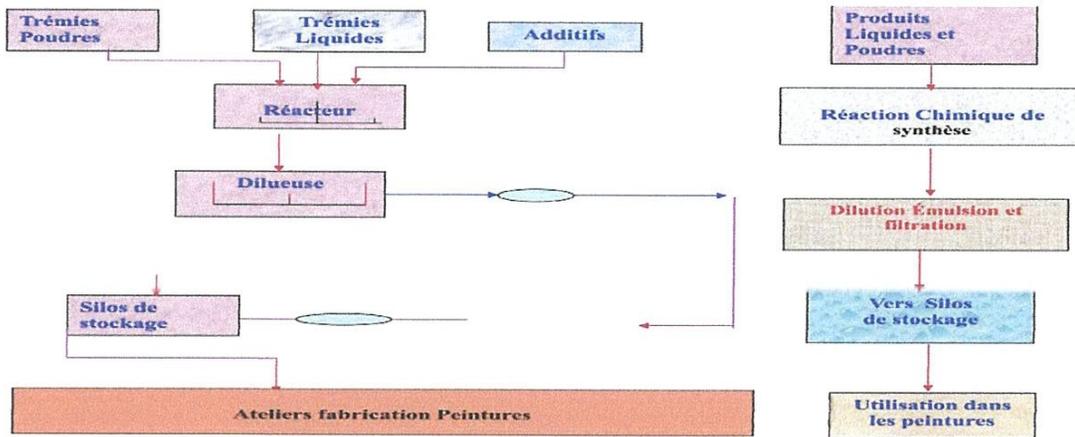
- Ligne de fabrication de peinture :

Après préparation des matières premières conformément aux formules, le processus de fabrication des peintures comprend les phases suivantes : Empâtage, Broyage, Dilution, Filtration, Mise à la teinte, Conditionnement (Fig.2).



Figure(2) : Processus de fabrication de peinture.

- Ligne de fabrication d'émulsion :



Figure(3) : Fabrication d'émulsion

c- Département commerciale :

Englobe les services suivants : vente, gestion des stocks et matières premières avant l'utilisation.

d- Département laboratoire (laboratoire central)

Comprend 3 services

a-Contrôle matières premières avant l'utilisation et durant le stockage.



Figure(4): Contrôle des Matières Premières à la réception



Figure(5): Contrôle des produits en cours de fabrication (finesse, viscosité)

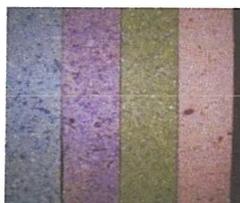


b-Service assistance de la qualité des produits finis et de présentation des produits dans le marché extérieur.

- Finesse et Viscosité
- Densité

- Teinte
- Aspect et Blancheur
- Dureté et Résistance au Choc
- Rendement
- La vabilité

c-Service développement et recherche : chargé d'étudier des nouvelles formules pour peinture et résine.



Les services personnel et sécurité : chargé de veiller sur la sécurité de l'unité et hygiène dans le poste de travail et la prévention contre les risques d'accidents de personnel et les maladies professionnelles.

I.5 Activité de l'unité

Fabrication des peintures, colles et semi- finis.

- ✓ **Segments des peintures** : bâtiment, industrie, carrosserie, vernis, diluants, colles.
- ✓ **ISegments des semi - finis** : émulsions, Résines alkydes et siccatifs.

I.6 Domaines d'application des peintures de l'ENAP

Tableau (2) : Domaine d'application des peintures de l'ENAP

GAMMES PRODUITS	LIGNE DE PRODUIT	DESTINATIONS
BATIMENT	-Vinyliques+acryliques (peintures, crépis et enduits à eau) - Glycérophthaliques (peintures brillantes satinées, mâtes et vernis). - Peintures à l'huile - Peintures et vernis - Mastic - Lis bois	- Travaux de bâtiment intérieur et extérieur (droguerie et professionnel). - Sols, réservoirs en béton. - Vitrierie.

I.9 Composition de peinture

Une peinture est une dispersion de particule (appelés selon leurs matières pigments et charges) dans des substances macromoléculaires plus ou moins visqueuses (appelés matières filmogènes ou liants), liquides volatils (appelés solvants ou diluant permettre de régler la viscosité de l'ensemble). Les peintures comprennent essentiellement divers constituants, ces derniers sont classés en cinq grandes catégories :

- Les liants (résines),
- Les solvants et diluants,
- Les pigments,
- Les charges,
- Les additifs [4].

I.9.1 Le liant

Huile ou résine, c'est un polymère (corps chimique formé par polymérisation) qui peut être liquide ou solide et dans ce cas, il est utilisé soit dissous dans un solvant, soit en dispersion dans l'eau. Le liant est également appelé "*Résine*". Le pourcentage de résine utilisé définira l'aspect de la peinture (brillant, mat, satiné) ainsi que sa résistance et sa durabilité.

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

I.9.2 Les pigments

Poudre minérale ou organique, blanche ou colorée qui donne l'opacité à la peinture. Substance solide, très fine, insoluble dans le liant et qui donne à la peinture sa teinte et son pouvoir couvrant. On distingue les pigments organiques (le noir de carbone, le noir de fumée) et les pigments minéraux (les oxydes de fer, cuivre de chromate).

I.9.3 Les solvants

Ce sont en général des dérivés d'hydrocarbures, liquides volatils qui servent de fluidifiants des peintures pour s'étaler facilement.

Dans l'industrie de la peinture, le diluant désigne le mélange de solvants qui est ajouté à la peinture concentrée et qui permet d'obtenir la peinture prête à l'emploi. Dans ces conditions pour éviter des ennuis, il faut se conformer rigoureusement au mode d'emploi de la peinture.

Le choix des solvants est très important car il règle la facilité d'application d'une peinture et conditionne le résultat obtenu.

On classe les solvants en trois catégories:

- **Solvants légers:** Point d'ébullition inférieure à 100.
- **Solvants moyens:** Point d'ébullition inférieure à 130.
- **Solvants lourds:** Points d'ébullition supérieure à 130.

Dans un film de peinture, l'évaporation des solvants doit être continue et régulière, sans paliers pour éviter leur emprisonnement, les solvants légers partant les premiers. L'évaporation se fera rapidement au départ pour éviter les coulures au moment de l'application mais pas trop cependant pour ne pas risquer la rétention des solvants lourds. Le dernier solvant à partir doit être un bon solvant des éléments filmogènes contenus dans la peinture. Chimiquement on distingue plusieurs familles de solvants: alcools, esters, cétones, hydrocarbures aliphatiques et aromatiques [5].

I.9.4 Les charges

Les charges sont aussi appelés les pigments ayant un faible pouvoir opacifiant conférant à la pellicule finale des propriétés spécifiques bénéfiques pour cela, une sélection judicieuse des types spécifiques de charges rend possible l'amélioration des caractéristiques finales d'une peinture et modifier les propriétés rhéologiques (la viscosité). Ils sont utilisés pour diminuer le prix de revient de la peinture, telle les carbonates de calcium, les sulfates de baryum et les silicates comme le talc qui est un silicate de magnésium.

I.9.5 Les additifs ou les adjuvants

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

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

- **Les siccatifs:** Ce sont des accélérateurs de séchage pour les peintures qui sèchent par oxydation (le séchage à l'air).
- **Les agents anti-peaux:** Ce sont des adjuvants susceptibles de ralentir ou empêcher la formation des peaux à la surface des peintures au contact de l'air.

- **Les agents anti-mousses:** Ce sont des adjuvants susceptibles de diminuer ou d'éviter la formation des mousses intempestives soit en cours de fabrication, soit au cours de l'application.
- **Les agents mouillants:** Ce sont des adjuvants qui confèrent aux peintures la propriété de mouiller plus facilement la surface peindre.
- **Les agents fongicides et bactéricides:** Ce sont des adjuvants susceptibles de réduire ou d'empêcher l'attaque des peintures (liquides ou sous forme de film sec) par champignons.
- **Les agents divers:** Dispersants, émulsionnants, épaississants, stabilisants [3,5].

I.10 Rôle des peintures

La peinture est un mélange de matières hétérogènes dont les deux fonctions principales sont de protéger les supports (bois, plastiques, métaux, maçonneries...) et de les décorer (couleur, brillance, structure...) et cela selon les besoins.

- **Rôle de protecteur :** que ce soit la protection contre la corrosion des structures et objets métalliques, la protection contre les intempéries des matériaux de construction ou encore la protection des bois contre les dégradations photochimiques ou biologiques.
- **Rôle de décoration :** il est également importante pour rendre plus agréable le cadre de vie, les lieux de travail, des objets. Souvent, les formules de peinture qui assurent la protection n'ont qu'un effet décoratif réduit, d'où l'utilisation de systèmes de peinture de diverses couches jouant des rôles différents mais complémentaires. On distingue dans ce cas les couches primaires ou d'impression, qui sont directement au contact du support, les couches intermédiaires et enfin la couche de finition décorative.

La sélection d'un système de peinture adéquat est toujours une opération délicate qui doit prendre en compte de nombreux paramètres, tels que la nature des surfaces à traiter, leur préparation, l'ambiance dans laquelle l'objet peint sera placé, les sollicitations mécaniques et chimiques et auxquelles il sera soumis, les moyens d'application disponibles, etc [3].

I.11 Types de peintures

A partir de matières premières décrites précédemment sont formulées des peintures liquides parmi lesquelles on distingue celles en phase solvant, en phase aqueuses et celles durcissant sous rayonnement ultraviolet, et des peintures en poudre.

I.11.1 Peintures à l'eau

Les peintures à l'eau sont constituées à partir d'une colle ou d'un colloïde délayé dans l'eau. Ce sont des peintures pour maçonneries d'une manière générale ; elles adhèrent mal sur les métaux et le bois et elles ne sont pas lessivables. Par contre elles sont bon marché, faciles à colorer et à appliquer. Le film est rigide et fragile.

Les peintures à l'eau sont aussi appelée peintures à émulsion :

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

Elles sont composées à partir d'un des liants suivants en dissolution dans l'eau:

- **Les colles** : (animales, d'amidon, cellulosiques): ces peintures, réservées pour l'intérieur (plafond), sont sensibles à l'eau et aux produits chimiques ; elles résistent au frottement mais peuvent se putréfier dans les locaux humides,

- **La caséine** : elle donne des produits relativement lavables, imperméables et ignifuges,

- **La chaux** : la chaux éteinte est mélangée à l'eau et appliquée sous forme de badigeon avec parfois une addition d'alun qu'améliore sa tenue; cette peinture possède un pouvoir bactéricide et peut être employée à l'extérieur sous réserve d'être renouvelée fréquemment,

- **Les silicates** : ce sont des peintures pour maçonneries extérieures (béton, enduits au mortier), se combinant avec la chaux contenue dans le support, manquant de souplesse et dont les coloris sont plus nombreux; le film, souple, suit les mouvements du support et attaque le verre; l'aspect est mate terne mais la résistance est bonne aux intempéries; leur porosité permet la respiration du mur,

- **Le ciment** : le liant est du ciment blanc ce qui donne des peintures intermédiaires entre Les silicates et la chaux; lavables, elles sont déconseillées sur le fer et le bois,

- *Les fluates* : sont des peintures imperméabilisantes formant une pellicule dure au contact de la chaux libre du ciment ; elles sont généralement employées sans pigment, ce qui conserve leur couleur aux matériaux.

I.11.2 Peintures aux résines

Les peintures aux résines sont des mélanges de résines synthétiques diluées dans l'eau ou un solvant approprié mais elles sont insolubles dans l'huile. L'application en est commode car les outils se nettoient à l'eau. Le séchage est rapide et le film ne comporte aucune trace de brosse ou de rouleau. Il est lisse et lavable, résistant aux intempéries et au soleil.

On citera les principales.

- *Les peintures glycérophthaliques* : ce sont des résines alkydes modifiées à l'acide gras et diluées dans un solvant naphtha ou à base d'essence, imperméables et possédant une bonne résistance aux produits acides; les oléo glycérophthaliques sont diluées dans l'huile ; elles sont peu sensibles au soleil, aux intempéries et aux lessivages,

- *Les peintures vinyliques dont le diluant est l'eau* : elles sont hors poussière en une ou deux heures et sèches en six heures au plus ; non toxiques, elles craignent le gel,

- *Les peintures au caoutchouc chloré* : elles ont une excellente résistance aux produits chimiques mais elles sont d'application délicate et nocive (solvants benzéniques),

- *Les peintures aux polyuréthanes* : peu employées car onéreuses, elles supportent des lavages violents et nombreux (enlèvements de graffitis par exemple); elles sont surtout employées dans l'industrie nucléaire.

- *Les peintures aux résines époxydes* : ce sont des peintures épaisses, très résistantes aux produits chimiques, d'une excellente adhérence ; coûteuses, elles sont surtout employées dans l'industrie ou dans des cas particuliers (peintures de sol, cuvelage étanche pour hydrocarbure, etc.).

I.11.3 Peinture en phase solvant

Les peintures en phase solvant sont des solutions polymériques qui, après durcissement, donnent sur le support une pellicule filmogène continue, adhérente et insoluble en présence des solvants usuels. Le durcissement ou séchage se définit comme le mécanisme physico-chimique qui permet le passage de l'état liquide à celui de solide. L'état solide se caractérise par la formation de liaisons chimiques obtenues d'un réseau macromoléculaire tridimensionnel [1,3].

I.11.4 Les peintures naturelles

Le terme « peinture naturelle » est très vague et peut-être interprété différemment selon les personnes. En effet, par exemple l'adjectif « naturel » ne désigne pas forcément quelque chose de sain pour l'homme (ex : amiante, plomb...) ; a contrario, même si les peintures dites « naturelles » sont composées d'éléments directement puisés dans l'environnement, elles nécessiteront quand même une transformation en vue d'obtenir le produit final (elles ne seront pas utilisables telles qu'elles sont puisées dans l'environnement) [6].

En trouve par exemple :

a- Les peintures hydrosolubles

Dans ce type de peinture, les pigments et les charges sont dispersés dans un broyeur avec peu de liant. Lorsque la dispersion est suffisante, le produit est transféré dans une cuve où le reste du liant est incorporé avec les autres constituants de la formulation. On obtient, après agitation avec l'eau, un mélange homogène dans lequel le corps dissous se trouve en dispersion moléculaire dans un milieu continu (solvant).

b- Les peintures hydrodiluable

Les pigments et les charges sont préalablement dispersés sous forme de dispersion et épaissement. Après transfert de la pâte obtenue dans une cuve, le liant en émulsion est incorporé sous faible agitation à tous les autres constituants de la peinture.

La présence de quantités plus importantes de solvants organiques, ainsi que la présence d'amines aliphatiques dans les peintures hydrosolubles, oriente le choix vers les peintures de type hydrodiluable [7].

I.12 Type de peinture suivant mode de formation de film

I.12.1 Séchage physique

Processus simple de formation de film, les solvants sont employés pour leur mise en solution. Dans le cas de ces peintures, une détrempe du film est donc possible et son importance est fonction de l'activité des solvants utilisés dans cette opération.

Dans cette famille, rentrant en particulier:

- Les peintures cellulosiques.
- Les peintures au caoutchouc chloré.
- Les peintures acryliques thermoplastiques.

I.12.2 Polymérisation par action chimique

I.12.2.1 Oxydation

L'oxydation de l'atmosphère se diffuse dans le film après départ des solvants et provoque une lente polymérisation en réagissant avec les groupes chimiques oxydables du liant utilisé.

I.12.2.2 Action de chaleur

La polymérisation débute à un seuil de température. Quand il n'est pas atteint, la réaction est incomplète, le film ne possède pas les caractéristiques recherchées et peut voir des faiblesses rédhibitoires.

On trouve dans cette catégorie:

- Les peintures Glycéro-aminoplastes.
- Les peintures époxy-phénoliques
- Les systèmes acryliques.

I.12.3 Réaction chimiques diverses

La plupart de ces produits sont utilisés en deux éléments que l'on mélange au moment de l'emploi, le mélange ayant une stabilité limitée dans le temps (quelques heures à quelques jours suivant le type de peinture).

On distingue:

- Les peintures polyuréthanes.
- Les peintures aminoplastes à catalyse acide.
- Les peintures polyesters.
- Les peintures époxy-polyamines [5].

I.13 Mode de fabrication des peintures

I.13.1 Contrôle des matières premières

La première opération réalisée lors de fabrication des peintures consiste au contrôle des matières premières utilisées en vue de vérifier sa conformité. Le contrôle de certaines propriétés est donc indispensable tel que la viscosité, la densité, l'extrait sec et autres, à savoir chaque matière première et ses caractéristiques propres. Les résultats trouvés seront comparés avec ceux de la fiche technique accompagnée.

I.13.2 Préparation d'une peinture

Les étapes de la préparation d'une peinture industrielle diffèrent d'un fabriquant à l'autre, selon l'ENAP, l'opération se déroule en cinq étapes :

a- L'empattage : les pigments et les charges dispersés dans une partie de liant en présence d'un agent mouillant dispersant pour avoir une pâte d'empattage.

b- Le broyage : opération de dispersion de matières pulvérulentes (en générale, pigments et matières de charge) dans un liant ou tous autres milieux appropriés par action mécanique. Le broyage ne désigne pas ici une opération de fragmentation en particules solides plus fines, mais seulement une opération de dispersion. Par cette opération on peut obtenir, soit des pâtes, soit des produits broyés, soit directement des peintures.

c- La dilution : dans cette phase, on ajoute le reste du liant et certains additifs tels que l'agent d'étalement et résines de réticulation.

d- La filtration : après broyage et dilution, on procède à la filtration de la peinture afin d'éliminer les impuretés.

e- Le conditionnement : qui est la dernière étape de processus de fabrication qui consiste à remplir le produit finale (peinture) dans les boites [3,8].

Les différentes étapes, les diverses matières premières utilisables ainsi les différentes opérations nécessaires pour fabriquer une peinture, peuvent être représenté par la figure suivante :

Matière première mise en œuvre

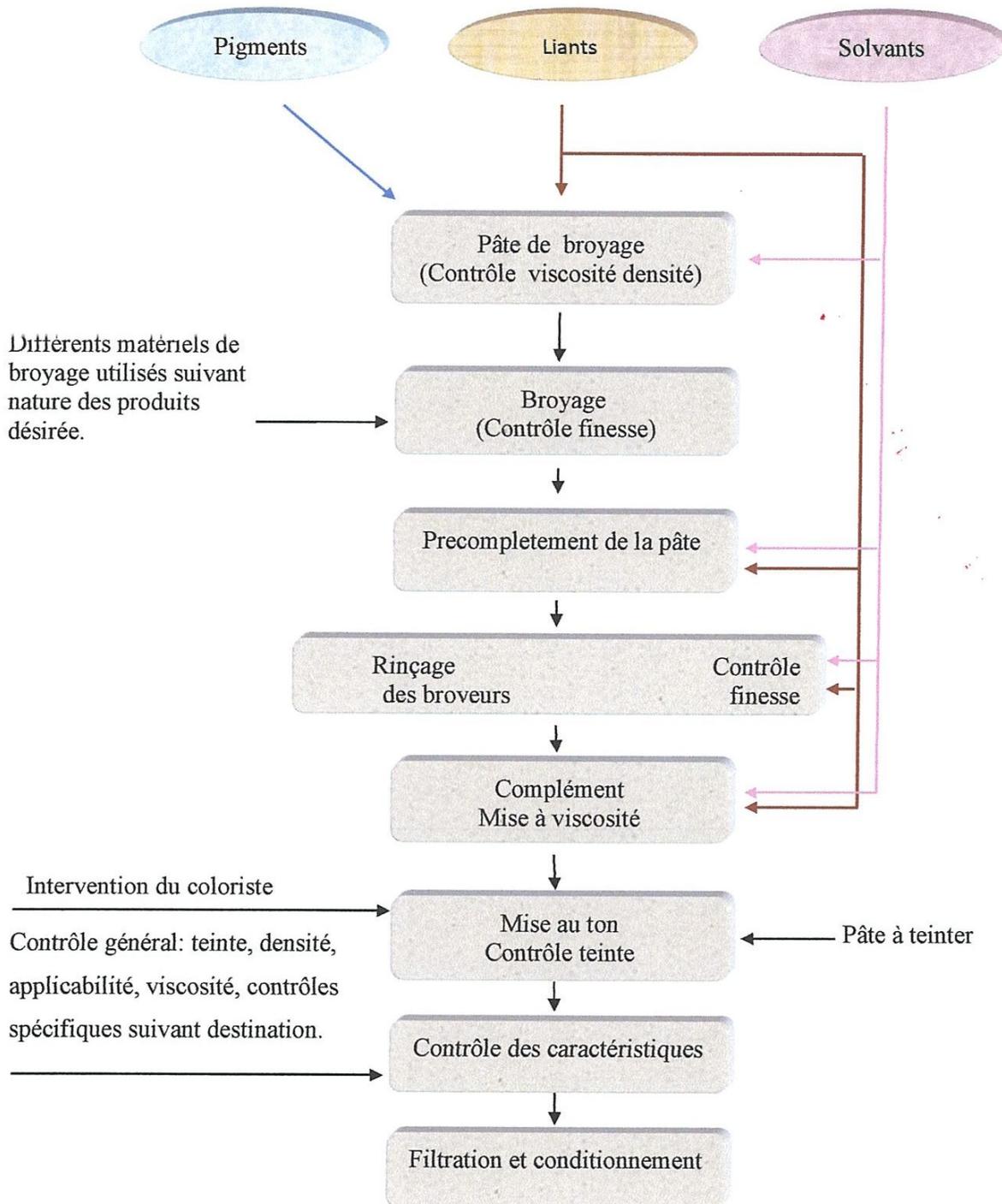


Figure I.1 : Différentes étapes de la fabrication d'une peinture [3].

I.14 Différentes gammes de peintures

Il existe différents types de peintures

I.14.1 Peinture pour bâtiments

Ce type de peinture est utilisé à l'intérieur des bâtiments et on emploie largement les peintures Brillantes, Satinées et Mate. Il est utilisé aussi à l'extérieur où le sujet est dans la plus part des cas du béton et où les surfaces doivent être dépoussiérées.

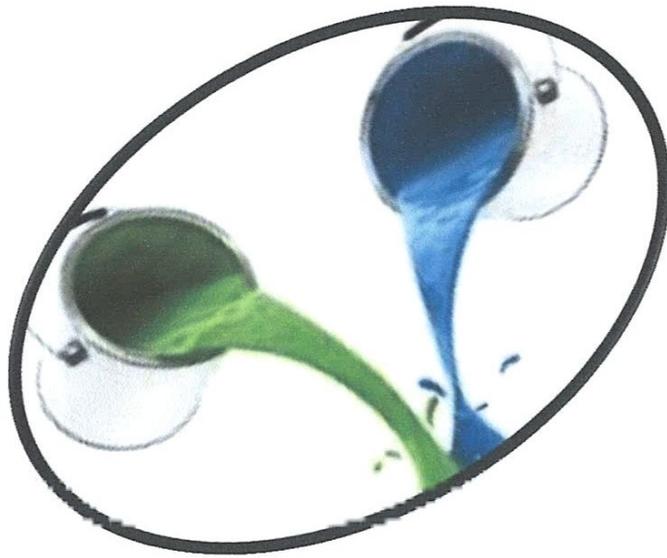
I.14.2 Peinture carrosseries

Les peintures carrosseries sont destinées pour la protection et la décoration des véhicules légères et lourds, on distingue deux secteurs bien distincts:

- √ Carrosserie retouche réparation, des véhicules déjà peints.
- √ Carrosserie constructrice.

I.14.3 Les peintures marines

Ce sont des peintures spécialement étudiées et formulées pour la protection des surfaces en contact avec l'eau ou situées au bord de la mer [9].



Chapitre II :
L'émulsion

II.1 Introduction

Une émulsion est un cas particulier de colloïde. Les deux substances liquides en présence sont appelées des phases. Une phase est continue. L'autre phase, discontinue, est dispersée dans la première phase sous forme de petites gouttelettes.

Une « émulsion » est un système comprenant au moins deux liquides non miscibles, dont l'un est dispersé dans l'autre, sous une forme plus ou moins stable. Une émulsion est souvent décrite comme une dispersion de gouttelettes de l'une des phases dans l'autre. On distingue donc une phase dispersée et une phase continue.

Pour que l'émulsion soit durable (c'est-à-dire que l'état dispersé lorsque l'agitation mécanique cesse), il est nécessaire d'utiliser un agent émulsionnant ou émulsifiant

Les émulsions sont souvent composées d'une phase aqueuse, semblable à de l'eau et d'une phase huileuse, semblable à de l'huile :

- Une émulsion huile dans l'eau (H/E ou O/W pour Oil in Water) est composée d'une phase huileuse dispersée dans une phase aqueuse. Il s'agit d'une émulsion « directe ».
- Une émulsion eau dans l'huile (E/H ou W/O pour Water in Oil) est composée d'une phase aqueuse dispersée dans une phase huileuse. Une émulsion E/H est plus grasse au toucher, car le toucher correspond majoritairement à la nature de la phase externe. Une telle émulsion est dite « inverse ». [10,11]

II.2 Différents systèmes des « émulsions »

Selon la taille des particules qui les composent, les émulsions peuvent être classées en macroémulsion, nanoémulsion et microémulsion

II.2.1 Les macroémulsions

Il s'agit de systèmes, dispersés hors équilibre comportant deux phases non miscibles. Les émulsions sont des systèmes instables de point de vue thermodynamique, car la cinétique de grossissement de gouttes peut être suffisamment retardée pour que l'émulsion reste stable pendant une durée déterminée. Le diamètre moyen de ces émulsions classiques est supérieur ou égal au micromètre. Compte tenu de la taille et en fonction de la viscosité de la phase continue, les gouttes des émulsions sédimentent (ou crément) sous l'effet de la gravité.

II.2.2 Les nano/mini émulsions

Ces deux termes sont utilisés pour nommer des systèmes biphasiques, de taille de gouttes comprises entre 20 et 200 nm. En raison de la taille des gouttes, les nanoémulsions sont transparentes ou translucides à l'œil et sont stables à la sédimentation ou au crémage. La préparation des nanoémulsion exige soit l'utilisation de méthodes hautement énergétiques, comme la microfluidisation, ou bien l'utilisation de méthodes non conventionnelles et complexes, mais de faible consommation énergétique, comme l'inversion de phase. L'avantage des miniémulsions est leur extraordinaire stabilité au vieillissement et à la dilution.

II.2.3 Les microémulsions

Ce terme est utilisé aujourd'hui pour désigner un système monophasique dans lequel un tensioactif particulièrement performant rend possible la coexistence, à l'échelle quasi moléculaire, des phases eau et huile. Contrairement aux macros ou nanoémulsions, elles sont thermodynamiquement stables [11].

II.3 Les différents types d'émulsion

L'absence de miscibilité de deux liquides, ou leur miscibilité très limitée, nécessaire à la formation d'une émulsion, provient d'une différence de nature entre les interactions majoritairement responsables de leur cohésion respective.

Il existe plusieurs types d'émulsions selon la dispersion des phases aqueuses et huileuses.

a) Les émulsions simples

Sont appelées eau-dans-huile (E/H) quand des gouttelettes d'eau sont dispersées dans la phase huileuse et huile-dans-eau (H/E) pour l'inverse.

b) Les émulsions double (ou multiples)

Sont symbolisées par h/E/H ou e/H/E; h (respectivement e) indique la phase la plus interne et H (respectivement E) indique la plus externe. Les phases h et H ou e et E peuvent être identiques ou différentes.

c) Les biémulsions

Sont des émulsions contenant deux différentes phases internes de gouttelettes, soit de même nature (mais de taille différente), soit de nature différente (quel que soit la taille) [11].

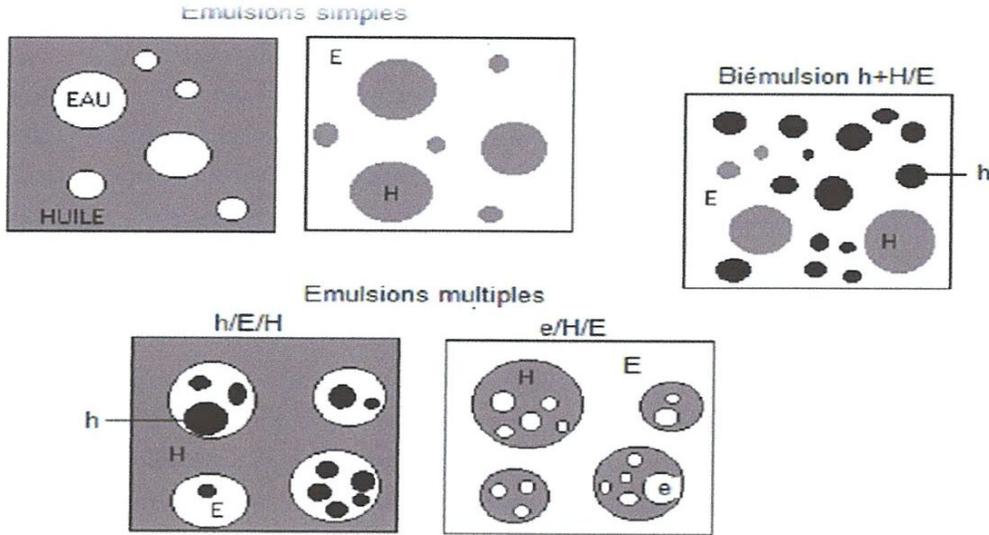


Figure II.1 : les différents types d'émulsions

II.4 Formulation et caractérisation des émulsions

On peut définir une émulsion comme une dispersion de gouttelettes d'un liquide A dans une phase liquide continue B.

Les émulsions, instables thermodynamiquement, possèdent un minimum de stabilité cinétique, assurée le plus souvent par l'addition d'agents tensioactifs, de solides finement divisés, de polymères ou de macromolécules biologiques (émulsifiants).

La production d'émulsion (ou émulsification) s'accompagne d'un accroissement considérable de l'aire interfaciale et nécessite un apport d'énergie, fournie, par exemple, par agitation mécanique. La fabrication des émulsions doit prendre en compte les variables de composition ou de formulation proprement dites (nature et proportion des phases, choix et quantités d'additifs, en particulier l'émulsifiants) et les conditions dans lesquelles ces émulsions sont produites (température, etc.) ; ces paramètres conditionnent le type de l'émulsion. D'autre part, les variables de procédé, relatives à la technique d'émulsification, déterminent en grande partie la qualité de l'émulsion, (finesse, stabilité).

II.5 Composition d'émulsion

La phase aqueuse (ou assimilée) peut contenir des électrolytes, des composés plus ou moins solubles (hydrophiles), etc.

La phase organique est constituée au sens large par une huile d'origine « minérale » (hydrocarbure, mélange d'hydrocarbures, dérivés halogénés ou autres composés « synthétiques » non ou peu polaires et très peu miscibles à l'eau), végétale ou animale, ou encore par une huile de silicone. Dans les émulsions commerciales, la phase « huile » consiste fréquemment en un mélange de substances.

L'émulsion, en dehors de l'eau et de l'huile ou des monomères comportera comme autres ingrédients, le ou les initiateurs avec éventuellement un limiteur, les agents de transfert de chaîne, les stabilisants et un tampon dont le rôle sera de contrôler le PH. Ce tampon sera particulièrement intéressant si l'on utilise un persulfate comme initiateur, sinon le PH va avoir tendance à descendre pendant la réaction.

Il sera aussi intéressant pour maintenir un PH constant avec les monomères qui ont tendance à s'hydrolyser, par exemple l'acétate de vinyle. Si on utilise un système Redox, il est absolument nécessaire de travailler sous gaz inerte, tel l'azote. Un courant d'azote est également souvent employé lorsque l'initiateur est un persulfate. Un colloïde est généralement ajouté à l'émulsion, parfois seul, le plus souvent en association avec des tensioactifs. Sa fonction est de varier la viscosité du milieu et d'agir comme Co-stabilisateur, en augmentant la stabilité mécanique de l'émulsion de polymère.

Les produits naturels utilisés dans la fabrication des émulsions sont les amidons ou leurs produits de dégradation par hydrolyse et les dextrines. La formule brute des amidons et des dextrines est la suivante : $(C_6H_{10}O_5)_n$. Il peut y avoir des variations entre différents amidons et différentes dextrines. En effet, l'amidon a deux formes chimiques possibles, dépendant de la nature de la liaison entre les chaînes

Une forme est l'amylose, polymère linéaire de masse moléculaire allant de 100 à 150000, l'autre est l'amylopectine macromolécule ramifiée, a poids moléculaire beaucoup plus élevé pouvant atteindre 10^6 .

Cette dernière forme donne des solutions plus faciles à réaliser de viscosité plus basse. L'amidon de sorgho est très riche en amylopectine et donne de résultats comme colloïde stabilisant des émulsions. La cellulose a une formule brute identique à celle de l'amidon, mais la nature des liaisons est différente et elle n'est pas soluble dans l'eau. En revanche, beaucoup

de dérivés de la cellulose sont solubles dans l'eau et donnent des gels permettant d'obtenir des émulsions stables [12].

II.6 La stabilisation d'émulsion

Les émulsions peuvent être stabilisées tout comme les mousses par addition de corps très finement pulvérisé susceptible de demeurer à l'interface des deux liquides. Le liquide dispersant est celui dans lequel les particules se trouvent en majeure partie c'est-à-dire celui qui mouille le plus de solide. La couche stabilisante serait située en majeure partie à l'extérieure du liquide dispersé comme s'il fallait laisser le plus de place possible aux particules de cette couche constituée par des molécules adsorbées.

En principe deux liquide non miscibles ne peuvent donner des émulsions stables pour obtenir des émulsions stables il faut que l'un au moins des deux liquide renferme en solution un corps capillairement actif. Ce corps vient, par suite du phénomène d'adsorption, se concentrer à la surface de séparation des deux liquides ; les gouttelettes sont comme enveloppées par le film d'adsorption. Ce corps capillairement actif est dit émulsifiant pour que l'émulsion soit stable, il faut que le film interfacial ne soit ni trop mobile ni trop rigide, il y'a de nombreuses substances qui peuvent être émulsifiantes (savon acalin, huile sulfonée, acide sulfuricinique).

Une des principales fonctions du film interfacial est de diminuer la tension interfaciale. Il apparait bien que ce film stabilisant n'est jamais plus que mono-moléculaire. D'après Dervichian, l'émulsionnant enveloppe les gouttelettes, et les rend solubles superficiellement s'opposant ainsi aux forces de cohésion qui tendaient à les faire fusionner.

II.7 La déstabilisation de l'émulsion

Les mécanismes de déstabilisation des émulsions sont :

a) Sédimentation et crémage

Ce mécanisme résulte de la différence de densité entre phase dispersée et phase continue. On parle de crémage quand il s'agit d'une ascension de la phase dispersée et de sédimentation quand la phase dispersée chute. C'est un phénomène réversible : l'interface existe toujours, il suffit d'agiter pour revenir à l'émulsion.

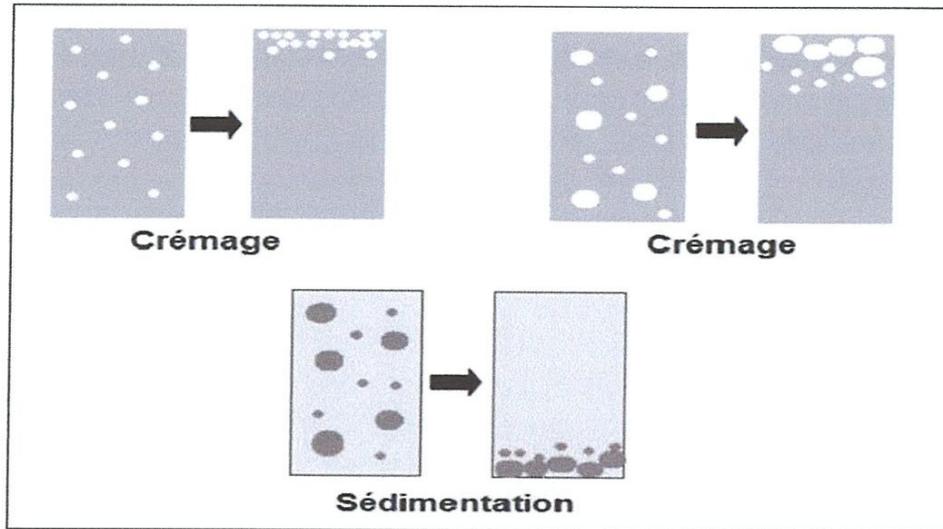


Figure II.2: phénomène de crémage et sédimentation

b) La coalescence

C'est la fusion irréversible de deux ou plusieurs gouttelettes de la phase dispersée pour: stabilité du film interfacial vis-à-vis de la coalescence.

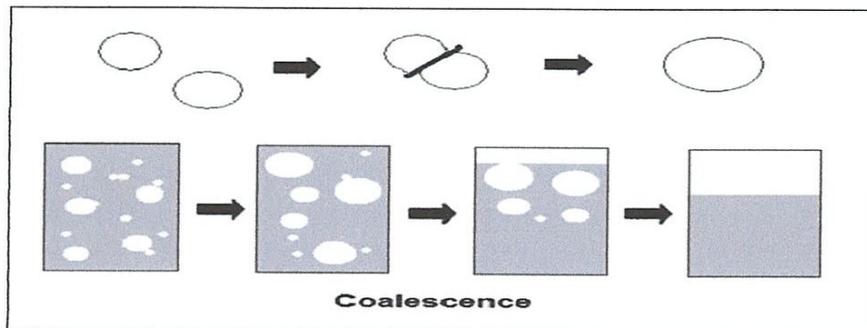


Figure II.3: phénomène de coalescence

c) La floculation

C'est l'agrégation de plusieurs gouttelettes sous l'effet d'interactions. Ces mécanismes sont liés entre eux la coalescence et la floculation peuvent être limitée par les agents tensioactifs. Le crémage peut limiter par une viscosité importante de la phase continue et par des globule de petites tailles. [11]

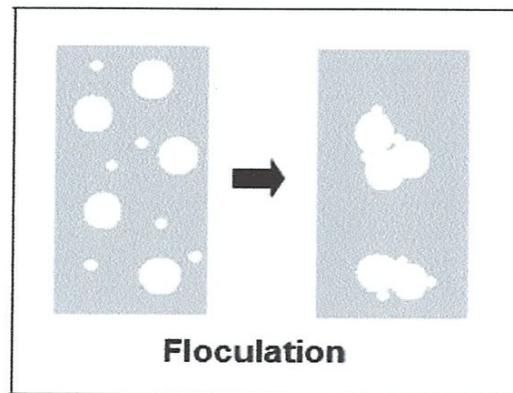


Figure II.4: phénomène de floculation

II.8 Propriétés rhéologique des émulsions

La considération des propriétés rhéologique des émulsions constitue le meilleur moyen pour étudier l'influence des paramètres de formulation des émulsions d'une part, et de l'influence de procédé de leur fabrication, d'autre part. C'est aussi une méthode de contrôle de la reproductibilité et de l'appréciation globale des changements qui se produisent au sien des émulsions.

Les méthodes rhéologiques appliquées à l'étude des systèmes émulsionnés font souvent appel aux mesures sous cisaillement continu, à l'aide de viscosimètre à cylindres coaxiaux ou à plateaux et cône. La plupart des émulsions, à l'exception des systèmes dilués, ont un comportement viscoélastique aux faibles vitesses de cisaillement. Celui-ci est dû à l'état de floculation des globules et/ou aux structures cristallines responsables de la consistance.

II.8.1 Viscosité d'une émulsion

La viscosité par définition est la propriété que possède un matériau à résister à un mouvement relatif interne. Sa connaissance sous différentes expressions suffit parfois à caractériser de façon précise le comportement rhéologique. La viscosité d'une émulsion dépend de plusieurs facteurs savoir : la viscosité de la phase continue, la fraction de volume de la phase dispersée, la distribution de la taille des micelles, la viscosité de phase dispersée, la taille moyenne des particules et leur distribution granulométrique, le taux de cisaillement et la nature et la concentration de l'agent émulsifiant : des études effectuées sur une série

d'émulsion E/H stabilisée par du mono-oléate de sorbitane ont abouti à la conclusion qu'un accroissement de la concentration en surfactant provoque une augmentation de la viscosité des émulsion par suite de la formation de micelles dans la phase continue à partir de l'excès d'émulsifiants. Ces micelles emprisonnent du liquide dispersant et modifient le rapport volumique entre la phase dispersée et la phase continue, ce qui engendre une augmentation de la viscosité. [13]

II.8.2 Influence de la viscosité et le rôle de l'émulsifiant sur la stabilité d'émulsion

La viscosité est une autre propriété importante des émulsions. Il peut arriver que la viscosité d'une émulsion ne soit pas supérieure à celle de la phase extérieure isolée. C'est le cas en générale des émulsions diluée. La viscosité augment avec la concentration de la phase dispersée et peut atteindre des valeurs telles que le système se comporte pratiquement comme un solide. Pour que système qui donnent, suivant la concentration des émulsions H/E et E/H, la courbe de la viscosité en fonction du rapport des volumes pourra présenter un maximum au voisinage du point d'inversion. Une viscosité élevée est généralement favorable à la stabilité d'une émulsion, puisqu'elle diminue la fréquence des collisions entre les globules dispersée et simultanément l'énergie des collisions étonnante par des changements relativement minimes dans la nature et dans la concentration de l'agent émulsifiant. La viscosité des émulsions est directement liée à la structure de celles-ci. C'est-à-dire au rapport volumique des phases dispersée et continues. Pour des émulsions diluées, et des gouttelettes sphériques rigides, la viscosité est donnée par la relation d'Einstein :

$$\eta = \eta_0 (1 + 2.5 \varphi)$$

η : La viscosité de l'émulsion

η_0 : Viscosité de la phase continue pure

φ : Volume de la phase dispersée / volume de la phase continue

II.9 Les émulsifiants

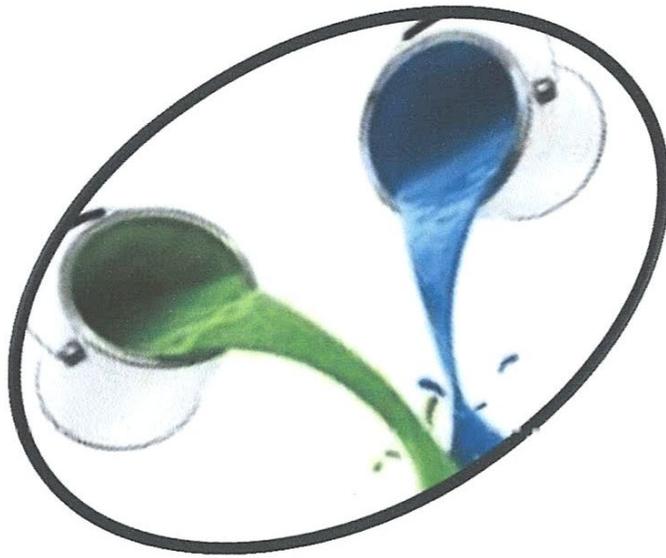
Les émulsifiants, appelés parfois émulsionnants, stabilisent l'émulsion. Ce sont le plus souvent des tensioactifs ou agents de surface. Cependant, des particules solides (émulsions de Pickering), des polymères synthétiques ou des macromolécules biologiques peuvent aussi jouer ce rôle. Le jaune d'œuf sert d'émulsifiant dans la préparation de sauces en cuisine. Cette

est très utilisée dans les préparations industrielles. La caséine est une protéine du lait qui est aussi émulsifiante.

➤ *Rôle de l'émulsifiant :*

Les connaissances du rôle spécifique des agents émulsifiants dans les phénomènes d'émulsification sont résumées de la façon suivante :

- La science des émulsions, autant que leur technologie est extraordinairement complexe. Il n'y a pas de rapport avec les agents émulsifiants, les facteurs physiques essentiels pour l'émulsification et pour la stabilité des émulsions comprenant le traitement mécanique, la viscosité, les volumes, la répartition en dimension des particules
- Dans certains cas, les émulsifiants sont d'une importance secondaire dans la formation des films. Pour la plupart des émulsions industrielles, ils constituent l'élément essentiel qui détermine la stabilité, le type et la facilité de la formation.
- L'importance des agents émulsifiants résulte principalement de leur aptitude à former des films interfaciaux. La formation et le comportement de ces films, sont plus sous la dépendance des forces de Van Der Waals que des forces de coulomb. Ces dernières peuvent avoir une grande influence sur la nature du film dans les systèmes complexes en émulsion [3].



Chapitre III :
Rhéologie

III.1 Introduction

Le mot rhéologie (du grec rhéo, s'écouler et logie étude), a été proposé par Eugene Cook Bingham en 1929, pour désigner la science qui étudie les déformations et de l'écoulement de la matière. Devant l'impuissance de la théorie de l'élasticité et de la mécanique des fluides à décrire et à expliquer les propriétés de matériaux aux comportements mal définis qui est intermédiaires entre celui du solide élastique parfait et celui du fluide Newtonien, il est apparu nécessaire d'élaborer cette nouvelle discipline.

La rhéologie en tant que discipline, s'intéresse à un éventail considérable de corps : métaux et alliages, plastiques caoutchoucs, produits pétroliers (bitumes, asphaltes, huiles), sols (sables, argiles, boues), roches, (naturelles et artificielles), verres, bois, peintures, mastics, encres d'imprimerie, colles, crèmes pharmaceutiques et cosmétique, produits alimentaires et substances biologiques [14].

III.2 Définition de la rhéologie

La rhéologie est une branche de la physique qui étudie l'écoulement ou la déformation des corps sous l'effet des contraintes qui leur sont appliquées, compte tenu de la vitesse d'application de ces contraintes ou plus généralement de leur variation au cours du temps.

Les procédés de préparation de produits (solutions, pâtes, etc...) ou de formage de pièces (en métallurgie, en plasturgie, etc. ...) nécessitent inmanquablement l'écoulement de la matière, il est donc nécessaire de connaître le comportement de cette matière pour déterminer les forces à mettre en jeu.

La rhéologie se décompose en plusieurs sortes d'études :

- **rhéologie expérimentale** : détermination expérimentale des relations de comportement (entre contraintes et déformation ou vitesse de déformation)
- **rhéologie structurale** : explication des comportements à partir de la structure du matériau
- **rhéologie théorique** : fournir des modèles mathématiques en nombre limité des comportements indépendamment de la structure microscopique [3,14].

III.3 Grandeurs étudiées en rhéologie

a) Mouvement de cisaillement

Un exemple simple est le mouvement d'un échantillon entre deux surfaces planes, l'une immobile, l'autre animée d'un déplacement parallèle à la première. Ce mouvement idéal s'apparente à celui de la peinture étalée à la brosse sur un mur, de la crème cosmétique étendue sur le beurre étalé sur la tartine de pain [14].

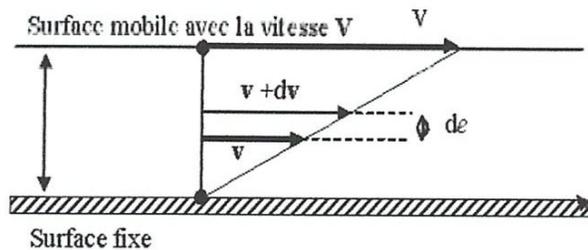


Figure III.1: mouvement de cisaillement.

Hypothèses du modèle

Pendant toute la durée de l'écoulement (du cisaillement) :

- Le mouvement est laminaire (non turbulent). Les couches glissent les unes sur les autres.
- Le matériau est assimilé à une superposition de couches adjacentes d'épaisseur d'infiniment minces sans qu'il y ait transfert de matière entre les couches.
- Le fluide adhère bien aux parois [14].

b) Vitesse de cisaillement

La valeur de la vitesse de cisaillement dépend, non seulement de la vitesse de déplacement de la plaque mobile mais aussi, de l'épaisseur cisillée. Si elle est faible, il est possible d'atteindre des vitesses de cisaillement élevées même avec des vitesses de déplacement de la plaque mobile relativement faibles.

La valeur de la vitesse de cisaillement dépend, non seulement de la vitesse de déplacement de la plaque mobile mais aussi, de l'épaisseur e cisillée. Si e est faible, il est possible d'atteindre des vitesses de cisaillement élevées même avec des vitesses v relativement faibles.

Remarque

Il convient de ne pas confondre vitesse de cisaillement et déformation de cisaillement. La déformation correspond au vecteur déplacement de la particule fluide d'une couche sous l'effet du mouvement de cisaillement pendant une durée t . [3,14]

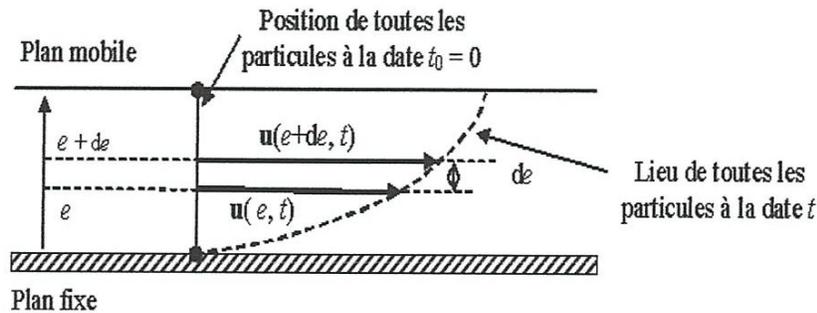


Figure III.2: vitesse de cisaillement

c) La contrainte de cisaillement

Considérons deux couches au contact l'une de l'autre, elles se déplacent relativement l'une par rapport à l'autre. Il en résulte l'apparition de forces de frottement qui s'exercent tangentiellement à la surface de la couche : ce sont les forces de cisaillement.

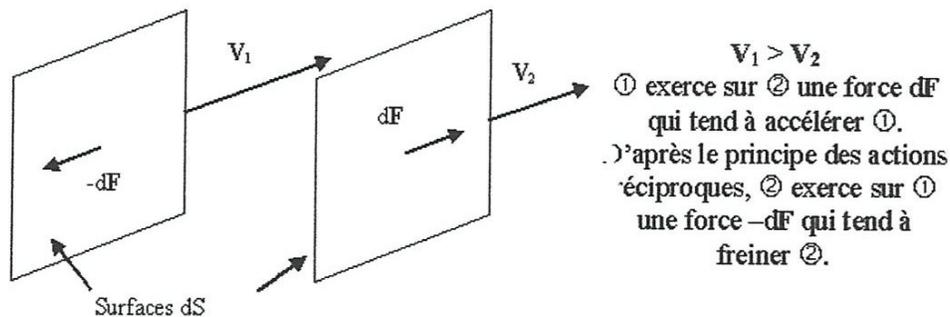


Figure III.3: la contrainte de cisaillement

Ces forces dépendent de la surface considérée. On est amené à définir la contrainte de cisaillement par :

$$\tau = \frac{dF}{dS}$$

Unité : $N/m^2 = \text{pascal (Pa)}$

La contrainte de cisaillement est une grandeur définie en tout point du matériau. Elle varie en général d'une couche à l'autre mais est constante en tout point de la même couche.

d) Déformation de cisaillement

Considérons un petit élément de surface d'une nappe du fluide dS situé à la cote z . A l'instant t après le début de l'expérience, elle a parcouru une distance x qui dépend de z (et de t) à la cote $z + dz$, elle aurait parcouru $x + dx$.

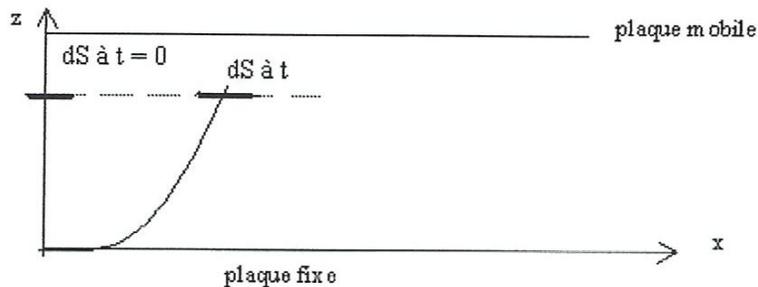


Figure III.4: déformation de cisaillement

La déformation de cisaillement traduit la variation de la distance parcourue par dS en fonction de son éloignement à la plaque support fixe :

e) Gradient de vitesse

Que se passe-t-il au sein du fluide ?

- si v_0 n'est pas trop grande, les molécules de fluide en contact avec la paroi sont entraînées par lui à la vitesse v_0 , en une couche mince.
- les forces de Van der Waals permettent de transférer une partie de l'énergie cinétique de cette couche aux molécules en dessous qui sont entraînées mais à une vitesse moindre : plus ces forces d'interactions sont fortes, plus le fluide est visqueux et plus la vitesse décroît vite quand on s'éloigne de la couche du dessus.
- le mouvement se propage en s'atténuant au sein du fluide : il est nul au contact de la plaque support qui est fixe.

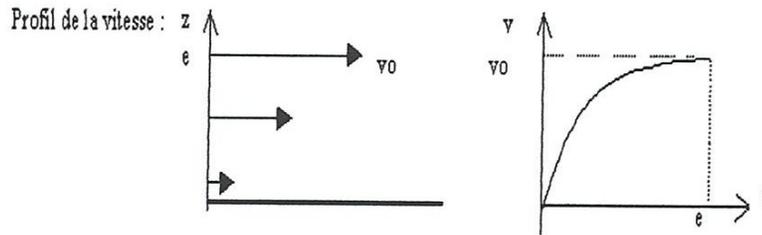


Figure III.5: gradient de vitesse des fluides

Le gradient de vitesse va traduire l'évolution de la vitesse au sein du fluide :

Gradient de vitesse : dv / dz

Unité : en s^{-1}

f) Viscosités

La viscosité est la propriété d'un fluide qui tend à empêcher son écoulement lorsqu'une force de cisaillement est appliquée. Les fluides de grande viscosité résistent à l'écoulement et les fluides de faible viscosité s'écoulent facilement. La viscosité est une constante caractéristique du fluide, dans le sens qu'elle ne dépend pas de la contrainte appliquée mais dépend d'autres paramètres en particulier de la température et de la pression.

On définit différents coefficients de viscosité : [14]

➤ **Viscosité dynamique**

Elle est définie par la relation suivante :

$$\mu = \frac{\tau}{\dot{\epsilon}}$$

Unités : en système S.I Pa.s ou poiseuille (PI) ; l'unité cgs peut encore être rencontrée : le poise (1 P₀=0.1Pa.s).

La viscosité dynamique, absolue ou tout court la viscosité [14].

➤ **Viscosité cinématique**

Elle est déterminée par le rapport entre la viscosité dynamique sur la masse volumique.

$$\nu = \mu / \rho$$

Où ρ est la masse volumique du fluide.

Unité dans le système international : Pa.s.kg-1.m3.

➤ *viscosité de cisaillement*

La viscosité de cisaillement peut être vue comme la résistance à l'écoulement des différentes couches d'un fluide les unes sur les autres [15].

III.4 Différents comportements rhéologiques

a) Fluides Newtoniens

Les fluides newtoniens sont caractérisés par une relation linéaire entre la contrainte de cisaillement τ que l'on applique au fluide et sa vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ et n'ont aucune résistance à l'écoulement.

$$\tau = \mu \cdot \dot{\epsilon}$$

Avec

τ : contrainte de cisaillement (Pa)

μ : coefficient de viscosité (Pa.s)

$\dot{\epsilon}$: Vitesse de déformation ou de cisaillement.

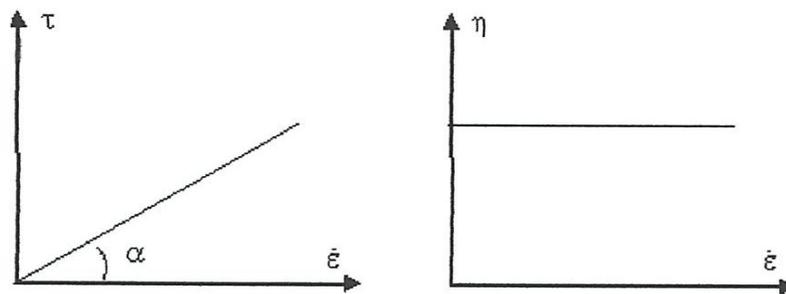


Figure III.6: courbe d'écoulement et de viscosité pour un fluide newtonien.

d) Fluides rhéoépaississants

Le rhéoépaississement correspond à une augmentation de la viscosité à une mesure que le gradient de vitesse croit. Donc la courbe d'écoulement correspondant à ce comportement passe par l'origine et va s'incurver vers le haut. Ce comportement est beaucoup moins fréquent. Ce phénomène est lié soit à l'augmentation de volume de la matière ou par structuration induites par le cisaillement.

Il concerne aussi des dispersions très concentrés, les solutions d'amidon, sables mouillés et compactés, certaines huiles polymériques et certains amidons dans l'eau. [14]

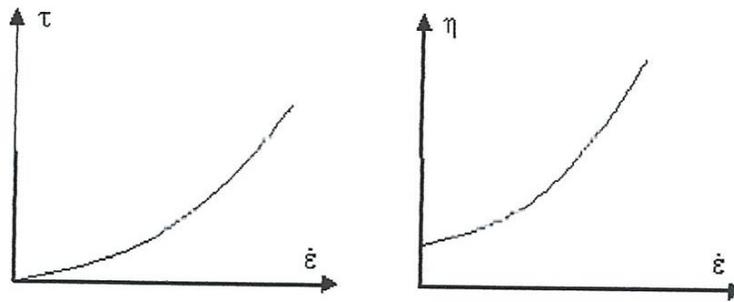


Figure III.8: Courbes schématiques d'écoulement et de viscosité pour un fluide rhéoépaississant.

e) fluide Thixotropie

Par définition les fluides thixotropes sont tout corps dont la viscosité apparente a tendance à décroître dans le temps quand on lui applique une contrainte (ou une viscosité de cisaillement) constante, est dit thixotrope ; pourvu qu'après suppression du cisaillement et un temps de repos suffisant, sa structure initiale se régénère.

f) fluide anti-thixotropes

L'inverse de la thixotropie. Ces fluides ont une viscosité qui augmente avec le temps quand on leur applique une contrainte constante. Après suppression de cette contrainte, on ne retrouve la viscosité initiale qu'après un certain temps plus ou moins long.

Il s'agit du passage de l'état liquide à un état liquide plus visqueux, gélifié ou solide, lorsqu'une contrainte est appliquée pendant un certain temps.

Comme le montrent les figures ci-dessous, un fluide thixotrope et anti-thixotrope. [14,16]

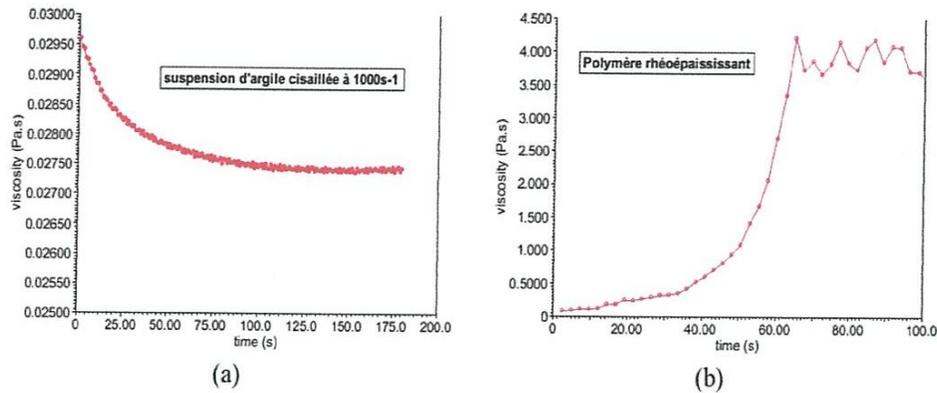


Figure III.9: thixotropie (a) et anti-thixotropie (b) [16].

g) Fluide viscoélastiques

Un fluide viscoélastique est un fluide qui possède à la fois des propriétés de viscosité et d'élasticité.

On parle alors d'un comportement viscoélastique, intermédiaire entre celui du solide élastique parfait et du liquide visqueux newtonien. Il existe plusieurs types de tests permettant de décrire ce comportement, parmi lesquels on distingue principalement les tests de fluage, de relaxation et les tests oscillatoires.

h) fluides plastiques

Ils sont caractérisés par une contrainte de cisaillement seuil τ_c en dessous de laquelle l'écoulement n'est pas possible. Autrement dit, lorsqu'ils sont soumis à une contrainte très faible, leur viscosité est tellement forte qu'ils ne peuvent pas s'écouler.

Leur viscosité diminue ensuite si une contrainte supérieure au seuil est appliquée.

Ce dernier terme indique qu'ils s'écoulent à partir d'une certaine valeur de contrainte τ_c . Au repos le fluide possède une structure tridimensionnelle rigide (particules emboîtées) ou floculées. Le seuil d'écoulement correspond à l'énergie nécessaire pour les séparer.

On distingue deux types de fluides plastiques :

➤ fluide plastique idéal ou fluide de Bingham :

Ces fluides présentent un seuil d'écoulement τ_c au-delà duquel ils s'écoulent comme un fluide newtonien : c'est le comportement plastique idéal. Si le mélange suffisamment concentré, il se forme un réseau d'interaction tridimensionnel dans tout le volume.

Le fluide présente alors un seuil de contrainte minimum τ_c appelé également seuil de plasticité qu'il est nécessaire d'appliquer pour briser le réseau et amorcer l'écoulement.

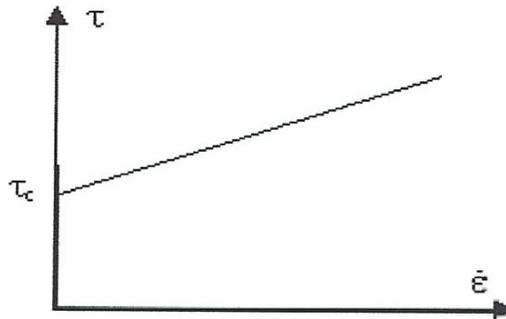


Figure III.10: Rhéogramme d'un corps de Bingham.

Exemple :

Bingham a étudié les peintures à l'huile qui sont des fluides newtoniens. Ce n'est plus le cas des peintures actuellement fabriquées qui répondent à des cahiers des charges plus draconiennes : étalement facile, absence de trace de pinceau, absence de coulure...

➤ **fluides de Casson :**

Ces fluides présentent un comportement plastique non idéal qui se traduit par une concavité dirigée vers le bas de leurs rhéogramme. C'est un comportement plastique fluidifiant. Comme le montre la figure :

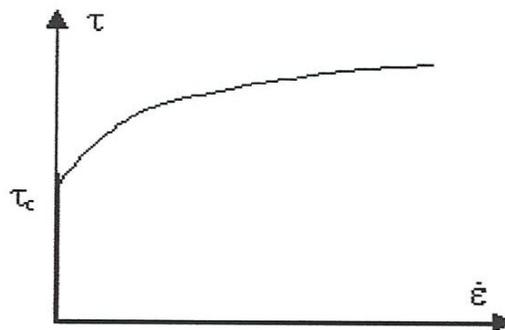


Figure III.11: Rhéogramme d'un corps de Casson

La plupart des fluides plastiques sont des fluides de Casson, comme les boues, les pâtes dentifrices, les pâtes à pain, les matières grasses, les suspensions de sulfates de zinc ou baryum [14].

III.5 Le facteur temps en rhéologie

Une peinture ou un vernis à ongle doivent posséder une faible viscosité à fort cisaillement afin de pouvoir être étalés facilement. Par contre, elle doit retrouver rapidement une forte viscosité dès que la contrainte s'annule (faible cisaillement, par exemple gravitationnel) afin d'éviter les coulures, mais pas trop rapidement si l'on veut un effet tendu. Cela impose de connaître un temps caractéristique t_C de la cinétique de restructuration, comparativement au temps d'observation (séchage dans notre exemple) t_E . Le rapport t_C/t_E s'appelle le nombre de Deborah (De) ou encore le nombre de Weissenberg (We) [15].

III.6 Fluage

Le fluage est le phénomène physique qui provoque la déformation irréversible différée (c'est-à-dire non-instantanée) d'un matériau soumis à une contrainte constante (notée σ_0), inférieure à la limite d'élasticité du matériau, pendant une durée suffisante. Le fluage ainsi que la relaxation de contrainte sont deux méthodes en quasi statique de caractérisation des matériaux visqueux (cas du béton) [3,14].

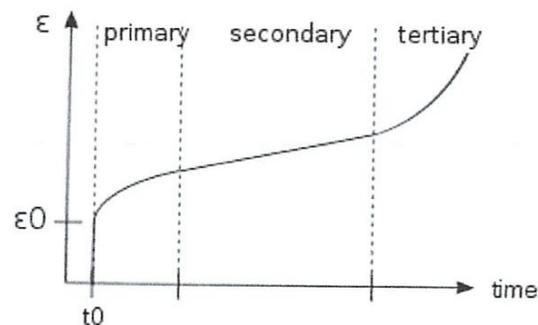


Figure III.12: Fluage primaire, secondaire et tertiaire [3].

Lors d'un essai mécanique de fluage, réalisé avec une éprouvette soumise à une contrainte et une température constantes, l'allongement est mesuré en fonction du temps. La courbe ainsi obtenue présente trois différentes zones, de comportements différents : il s'agit des trois modes de fluage :

- fluage primaire: endommagement rapide.
- fluage secondaire : le mieux connu, permettant le dimensionnement de pièces mécaniques.
- fluage tertiaire : endommagement final de l'éprouvette, rupture [3].

➤ *Fonction de fluage et de relaxation*

Les fonctions de fluage et relaxation sont les fonctions essentielles en viscoélasticité linéaire.

a) Fonction de fluage

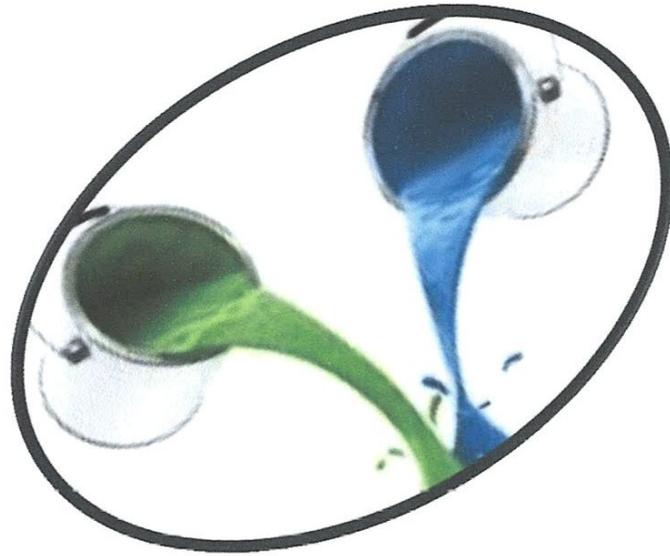
La fonction fluage $f(t)$ est la déformation subie par le matériau, lorsqu'on impose à ce dernier une contrainte d'amplitude unité à l'instant initial $t=0$, **contrainte** qui maintenue constante au cours du temps.

b) Fonction de relaxation

La fonction relaxation $G(t)$ est la résultante de l'application d'une déformation d'amplitude unité à l'instant initial $t=0$, déformation qui est maintenue constante au cours du temps [14].

III.7 Oscillation

Une oscillation est un mouvement ou une fluctuation périodique. Les oscillations sont soit à amplitude constante soit amorties. Elles répondent aux mêmes équations quel que soit le domaine. Une oscillation est un mouvement répétitif d'une pièce mobile autour d'un point fixe d'équilibre [3].



Chapitre IV :
Méthode
expérimentale

IV.1 Introduction

Ce chapitre énumère les différentes méthodes de contrôle et de mesure effectuées pendant la préparation des émulsions, (mesures de température, pH et viscosité à chaque essai) ainsi que lors de la préparation de la peinture.

IV.2 Méthodes de contrôle

IV.2.1 détermination de la viscosité



Figure IV.1: Le rhéomètre CVO

a) Principe

Le rhéomètre Bolin CVO (Figure IV.1) est un système de rhéomètre flexible approprié pour la recherche, le développement de produits et de contrôle de la qualité. Il permet de mesurer la viscosité ainsi que tous les différents paramètres rhéologiques.

b) Caractéristiques

- Contrôlé par microprocesseur électronique intégré.
- Automatique Gap zéro et ajustement.
- Technologie unique de roulement Air.
- Gamme de couple large.
- Micro contrainte Position Capteur.
- Capacité haut débit.

IV.2.5 Détermination de l'extrait sec

a) Principe

Pour la détermination de l'extrait sec, le produit est mis dans une étuve pendant un temps donné à une température constante et ceci en fonction du type de produit (peinture à base de solvant ou à base d'eau, résine ou émulsion).

b) Appareillage

L'appareillage utilisé se compose essentiellement de :

- Coupelles à extrait sec en aluminium ou couvercles de boîtes 1/4
- Etuve thermostatique, figure IV.7
- Balance de précision à 10^{-4} g, figure IV. 8
- Dessiccateur, figure IV.9



Figure IV.7 : Etuve thermostatique



Figure IV.8 : balance de précision



Figure IV.9 : dessiccateur

b) Appareillages

- Brillance mètre.
- Plaque en acier 180 x 80 x 0,8mm

c) Mode opératoire

Choisir l'angle voulu, régler l'appareil en affichant pour cet angle la valeur du brillant de l'étalon à l'aide du potentiomètre de réglage. Placer ensuite la plaque peinte dont on veut déterminer la brillance, on relève directement la valeur de la brillance affichée. Refaire trois fois la mesure en trois endroits différents et faire la moyenne des lectures.

d) Expression des résultats

Indiquer la moyenne de trois mesures en précisant l'angle utilisé.

V.2.1 Interprétation des résultats rhéologiques de l'émulsion I

Les courbes de la viscosité et de la vitesse de déformation pour l'émulsion I montre que pour l'essai 1 la viscosité diminue rapidement avec l'augmentation de la contrainte et la de vitesse de déformation. Par contre pour les essais 2, 3 et 4 la viscosité ne diminue pas excessivement et elle presque constante.

B) Formulation d'émulsion II

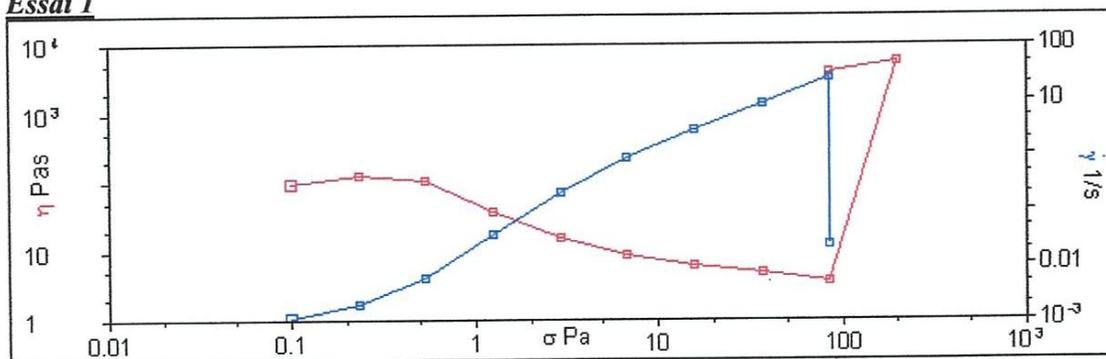
Pour la formulation de cette émulsion les quantités de la résine sont moindres et celles de l'eau varie en diminuant au contraire de l'émulsion précédente où la quantité a été maintenue constante. Pour le solvant sa quantité est maintenue constante avec l'anti mousse. L'émulsifiant quant à lui varie en augmentant au contraire de l'émulsion I où il a été maintenu constant.

Tableau V.2 : Formulation d'émulsion II

	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 4
Résine (T2470)	71.7g	65.7g	53.7g	44.7g
Solvant (W.S) (S3110)	15g	15g	15g	15g
Anti mouss(A7150)	0.3g	0.3g	0.3g	0.3g
Emulsifiant (mono glycéride brute)	3g	9g	21g	30g
Eau	210g	210g	210g	210g

Formulation d'émulsion II

Essai 1



Figures V.5 : Courbes de la Viscosité et de la déformation pour la formulation d'émulsion II de l'essai 1

Formulation d'émulsion III
Essai 4

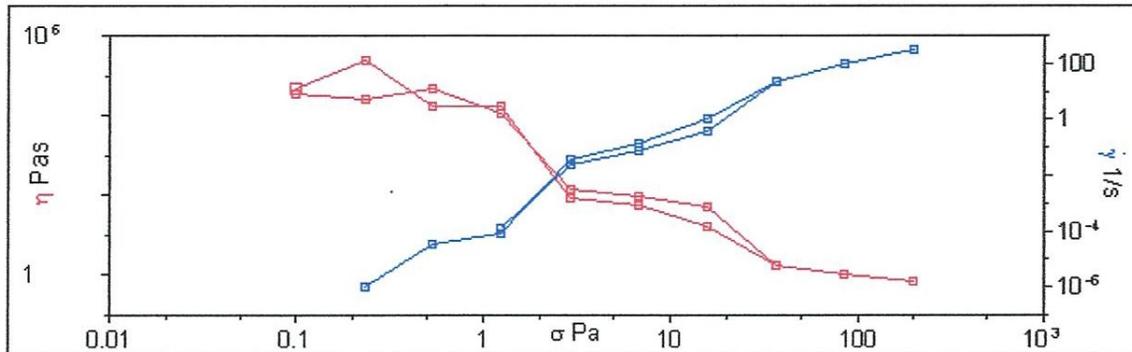


Figure V.12 : Courbes de la Viscosité et de la déformation pour la formulation d'émulsion III de l'essai 4

Remarques concernant les différentes courbes de ce test

- ✓ La température est constante et égale à 23°C
- ✓ Contrainte σ varie entre 0,1 – 200 (Pa) [aller]
- ✓ Viscosité η $4,537 \cdot 10^4$ - 0,694 (Pa.s).
- ✓ Gradient de vitesse $\dot{\gamma}$ varie entre $2,204 \cdot 10^{-6}$ - 287,9 (1/s)

V.2-3 Interprétation des résultats rhéologiques de l'émulsion III

Les résultats obtenus de la viscosité montrent que pour les essais 1 et 2 ont des valeurs de viscosités moindres (η entre 0,080 - 0,049), et leur variations est presque nulle (considérée comme constante) et ceci avec l'augmentation de la contrainte et de la vitesse de déformation. Par contre les essais 3 et 4, l'état initial de l'émulsion présente une forte viscosité atteignant pour l'essai 4 une valeur de $4,537 \cdot 10^4$ (Pa.s), celle-ci diminue vigoureusement pour atteindre des valeurs 0,694 (Pa.s).

D) Formulation d'émulsion IV

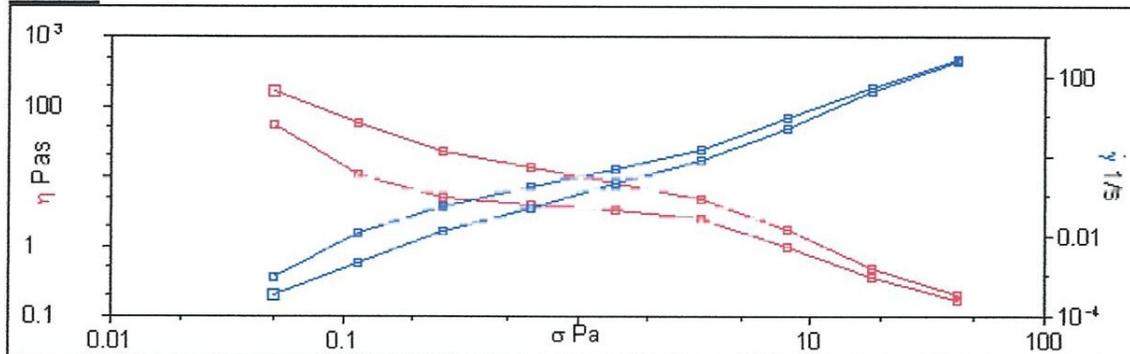
Pour de cette émulsion les quantités de la résine et le solvant ont augmenté et celles de l'eau ont diminué par rapport à l'émulsion III. Tandis que les quantités de l'anti mousse et de l'émulsifiant sont maintenues constantes avec les mêmes valeurs de l'émulsion précédentes.

Tableau V.4 : Formulation d'émulsion IV

	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 4
Résine (T2470)	116.7g	110.7g	98.7g	89.7g
Solvant (W.S) (S3110)	30g	30g	30g	30g
Anti mousse(A7150)	0.3g	0.3g	0.3g	0.3g
Emulsifiant (mono glycéride brute)	3g	9g	21g	30g
Eau	150g	150g	150g	150g

Formulation d'émulsion IV

Essai 1



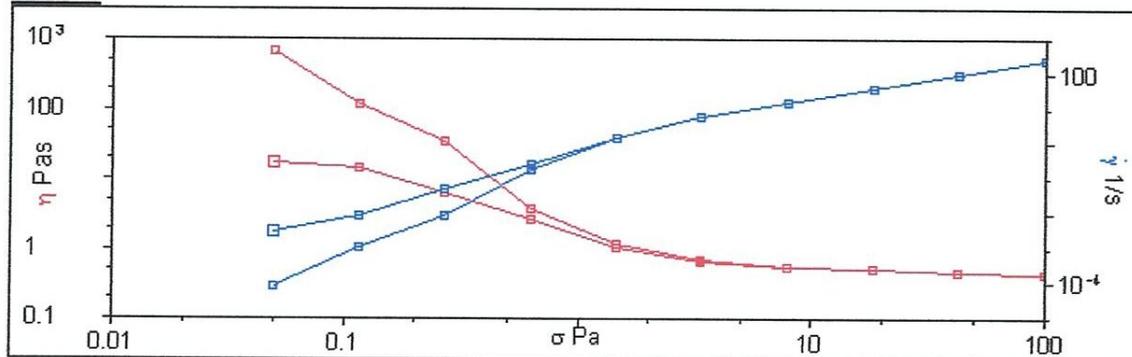
Figures V.13 : Courbes de la Viscosité et de la déformation pour la formulation d'émulsion IV de l'essai 1

Remarques concernant les différentes courbes de ce test:

- ✓ La température est constante et égale à 23°C
- ✓ Contrainte σ varie entre 0,05 - 42,98 (Pa) [aller]
- ✓ Viscosité η 161,4 – 0,191 (Pa.s)
- ✓ Gradient de vitesse $\dot{\gamma}$ varie entre 0,0003 - 224,3 (1/s)

Formulation d'émulsion IV

Essai 2



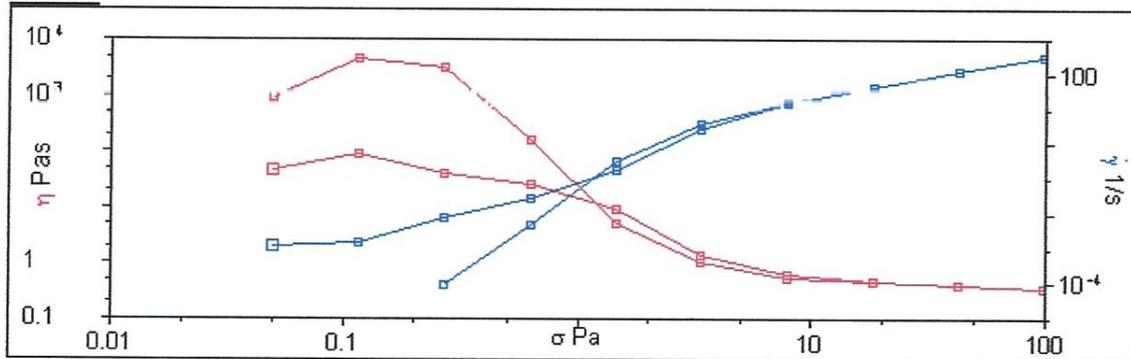
Figures V.14: Courbes de la Viscosité et de la déformation pour la formulation d'émulsion IV pour l'essai 2

Remarques concernant les différentes courbes de ce test

- ✓ La température est constante et égale à 23°C
- ✓ Contrainte σ varie entre 0,05 -100 (Pa) [aller]
- ✓ Viscosité η 16,58 - 0,409 (Pa.s).
- ✓ Gradient de vitesse $\dot{\gamma}$ varie entre 0,003 - 244,4 (1/s)

Formulation d'émulsion IV

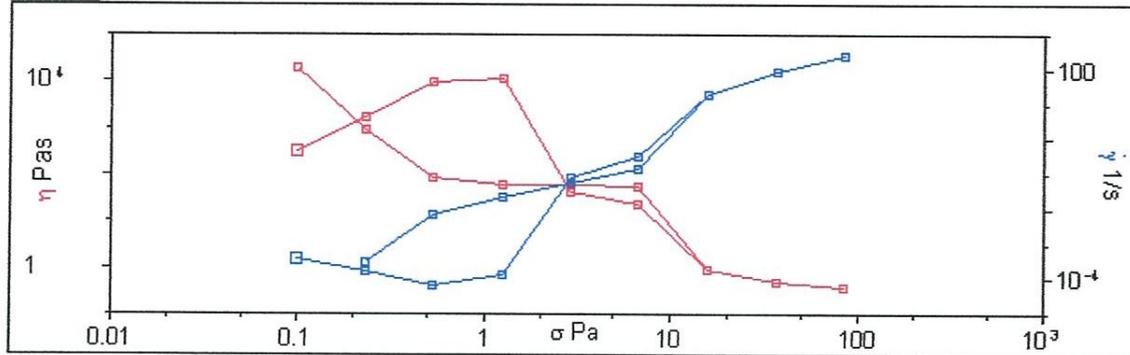
Essai 3



Figures V.15 : Courbes de la Viscosité et de la déformation pour la formulation d'émulsion IV pour l'essai 3

Remarques concernant les différentes courbes de ce test

- ✓ La température est constante et égale à 23°C
- ✓ Contrainte σ varie entre 0,05 – 100 (Pa) [aller]
- ✓ Viscosité η 43,57 - 0,3396 (Pa.s)
- ✓ Gradient de vitesse $\dot{\gamma}$ varie entre 0,001 - 294,5 (1/s)

Formulation d'émulsion IVEssai 4

Figures V.16 : Courbes de la Viscosité et de la déformation pour la formulation d'émulsion IV pour l'essai 3

Remarques concernant les différentes courbes de ce test

- ✓ La température est constante et égale à 23°C
- ✓ Contrainte σ varie entre 0,1 - 85,95 (Pa) [aller]
- ✓ Viscosité η 297,4 - 1,008 (Pa.s)
- ✓ Gradient de vitesse $\dot{\gamma}$ varie entre 0,0003 - 2436 (1/s)

V.2.4 Interprétation des résultats rhéologiques de l'émulsion IV

Les valeurs initiales de la viscosité de cette émulsion sont moyennes, elles diminuent vigoureusement pour les essais 1 et 2, par contre pour les essais 3 et 4 la tendance des courbes montre une augmentation de la viscosité au début des mesures puis elle diminue. Ceci pour des augmentations de la contrainte et de la vitesse de la déformation.

E) Formulation d'émulsion V

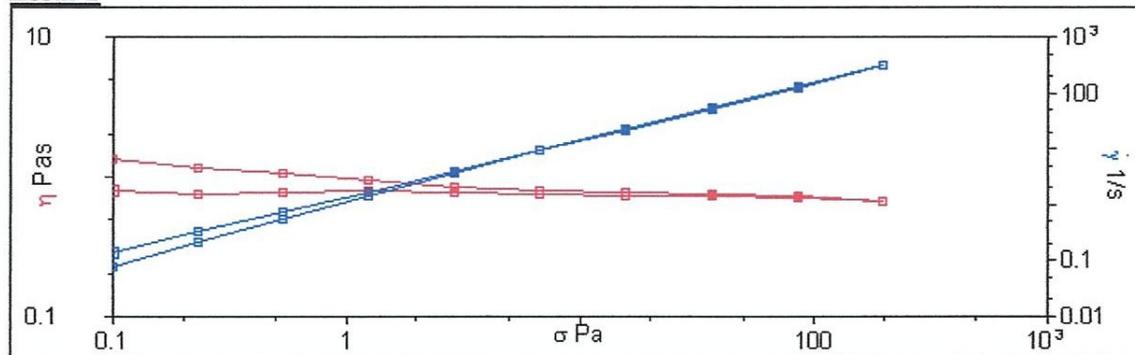
Pour de cette émulsion les quantités de la résine ont augmenté et celles de l'eau ont diminué par rapport à l'émulsion IV. Tandis que les quantités de l'anti mousse et du solvant sont maintenues constantes ainsi que l'émulsifiant, avec les mêmes valeurs de l'émulsion précédentes.

Tableau V.5 : Formulation d'émulsion V

	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 4
Résine (T2470)	176.7g	170.7g	158.7g	149.7g
Solvant (W.S) (S3110)	30g	30g	30g	30g
Anti mousse(A7150)	0.3g	0.3g	0.3g	0.3g
Emulsifiant (mono glycéride brute)	3g	9g	21g	30g
Eau	90g	90g	90g	90g

Formulation d'émulsion V

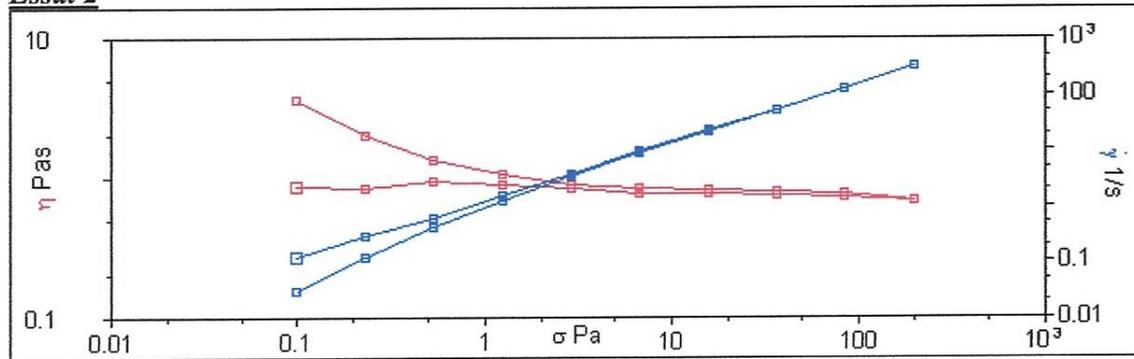
Essai 1



Figures V.17 : Courbes de la Viscosité et de la déformation pour la formulation d'émulsion V pour l'essai 1

Remarques concernant les différentes courbes de ce test:

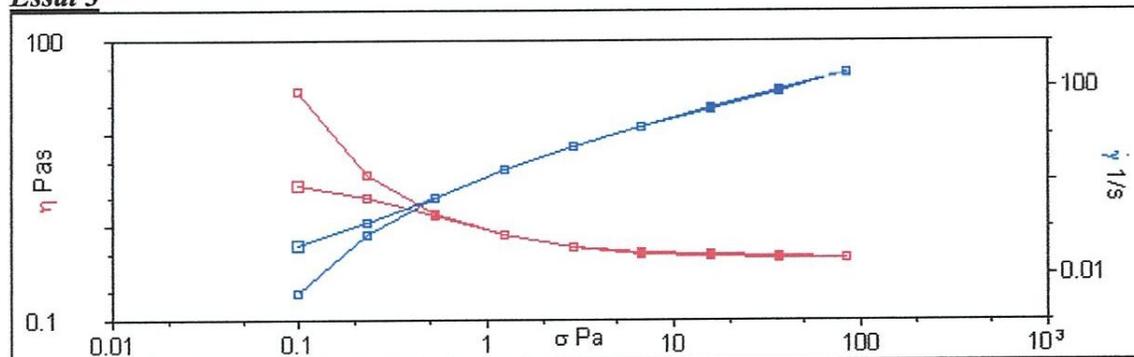
- ✓ La température est constante et égale à 23°C
- ✓ Contrainte σ varie entre 0,1 – 200 (Pa) [aller]
- ✓ Viscosité η 0,771 – 0,662 (Pa.s)
- ✓ Gradient de vitesse $\dot{\gamma}$ varie entre 0,129 - 302,1 (1/s)

Formulation d'émulsion VEssai 2

Figures V.18 : Courbes de la Viscosité et de la déformation pour la formulation d'émulsion V pour l'essai 2

Remarques concernant les différentes courbes de ce test

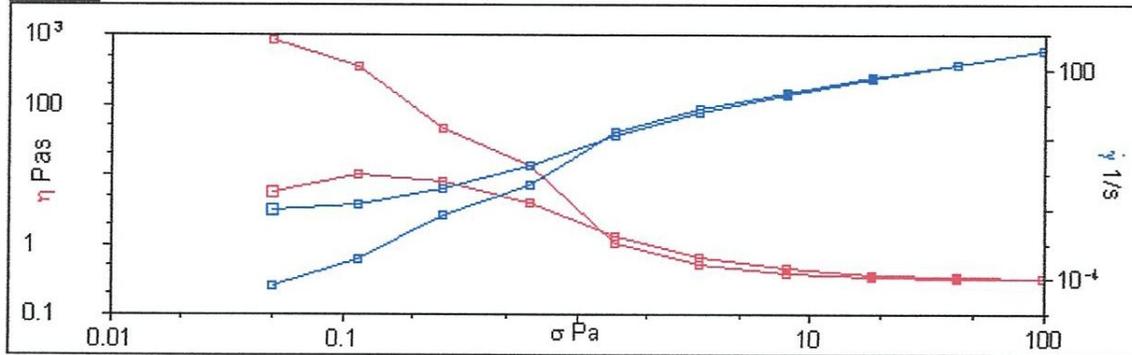
- ✓ La température est constante et égale à 23°C
- ✓ Contrainte σ varie entre 0,1 - 200 (Pa) [aller]
- ✓ Viscosité η 0,862 - 0,678 (Pa.s)
- ✓ Gradient de vitesse $\dot{\gamma}$ varie entre 0,116 - 295 (1/s)

Formulation d'émulsion VEssai 3

Figures V.19 : Courbes de la Viscosité et de la déformation pour la formulation d'émulsion V pour l'essai 3

Remarques concernant les différentes courbes de ce test

- ✓ La température est constante et égale à 23°C
- ✓ Contrainte σ varie entre 0,1 - 85,95 (Pa) [aller]
- ✓ Viscosité η 2,763 - 0,451 (Pa.s)
- ✓ Gradient de vitesse $\dot{\gamma}$ varie entre 0,0362 - 190,4 (1/s)

Formulation d'émulsion VEssai 4

Figures V.20 : Courbes de la Viscosité et de la déformation pour la formulation d'émulsion V pour l'essai 4

Remarques concernant les différentes courbes de ce test

- ✓ La température est constante et égale à 23°C
- ✓ Contrainte σ varie entre 0,05 – 100 (Pa) [aller]
- ✓ Viscosité η 5,439 - 0,3037 (Pa.s)
- ✓ Gradient de vitesse $\dot{\gamma}$ varie entre 0,009 - 329,3 (1/s)

V.2.5 Interprétation des résultats rhéologiques de l'émulsion V

Les valeurs de la viscosité de cette émulsion sont globalement réduites. Pour l'essai 1 la viscosité est constante, de même pour les essais 2 et 3 où elle est presque constante mais avec une petite diminution au départ. Le quatrième test (4) présente quant à lui une grande diminution au début. Et tout ceci pour une augmentation de la contrainte et de la vitesse de la déformation

Conclusion

En conclusion on peut dire que les émulsions IV et V présente les meilleures préparations, où on constate que les courbes sont cohérentes ne présentant pas beaucoup de déformation ; le retour se fait presque de la même façon que l'aller en revenant à l'origine (point de départ). Par contre les émulsions I, II et III présentent de mauvais comportement à différentes contraintes.

V.3 Viscosimètre type « Brookfield »

Les résultats obtenus des différents échantillons est caractérisés par différent viscosité sont donnés dans le tableau suivant :

Tableau V.6 : résultats de la viscosité en poises (0,1 Pa. s) Pour différentes émulsions

	Emulsion 1	Emulsion 2	Emulsion3	Emulsion 4	Emulsion 5
Essai1	11	10	08	26	20
Essai2	09	11	12	34	28
Essai3	10	10	14	36	34
Essai4	12	14	15	76	38

Interprétation de résultats

D'après les résultats obtenus, la viscosité des essais 1, 2, 3 donnée dans le tableau V.6, est presque hors normes; tandis que les essais 4, 5 ont une viscosité comparable avec celle demandée par les normes, puisque la viscosité des émulsions de l'ENAP doit-être supérieur ou égale 25 poises.

V.4 pH est la Température

Les résultats de la température et pH sont donnés dans le tableau suivant :

Tableaux V.7: les résultats de la température et pH des déférents essais

		Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 4
Emulsion 1	T°	12	13	15	14
	pH	5	6	6	5
Emulsion 2	T°	15	17	16	16
	pH	6	6	5	5
Emulsion 3	T°	14	14	16	17
	pH	6	6	6	5
Emulsion 4	T°	15	16	14	15
	pH	5	5	6	4
Emulsion 5	T°	15	15	16	15
	pH	5	4	6	6

Interprétation de résultats

Les valeurs de la température et du pH sont dans les normes qui sont 16°C et 6 respectivement.

V.5 Formulation de peinture

La préparation de peintures à base des différentes émulsions (en nombre de 5) sont données dans le tableau V.8 avec le mode opératoire suivant :

Mode Opératoire

1. Dans une cuve de 500 g peser les 2/3 de la matière N ° 1 et la totalité des matières N ° 2, 7 et 2/3 du N° 4 ; l'agitation dure 2min
 Peser et introduire doucement la matière N°3, après son incorporation il faut augmenter la vitesse de cisaillement au maximum (1300tr/min) ; l'agitation dure 30min
 Si la *Finesse obtenue* = 9, on passe à l'opération N°2
2. Rajouter ensuite sous agitation les matières premières comme suit:
 1/3 de N°1 et le restant du N°2 ainsi que les matières des N°5, 6, 8 et 9 ; l'agitation dure 2min
3. Ensuite verser le mélange dans une cuve de 800 g
4. Introduire sous agitation la quantité de l'émulsion N°10, agitation 5min.

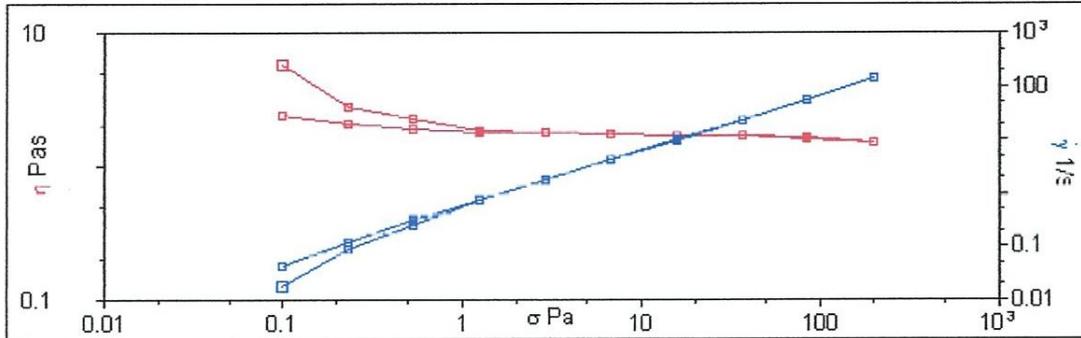
Tableau V.8 : formulation de peinture

Matières premières	En poids	Masse pour 500g
1 : Résine	37%	185
2 : Agent mouillant phase solvant (A5022)	0.1%	0.5
3 : Oxyde de titane (P2132)	12.84%	64.2
4 : W.S (S3110)	6.9%	35.5
5 : Sictobalt (T4347)	0.29%	1.45
6 : Sictoplomb (T4419)	0.40%	2
7 : Sictocal (T4364)	1.36%	6.8
8 : Antipeau (A5025)	0.2%	1
9 : Baze azurage (Z2432)	0.01%	0.05
10 : Emulsion	40.9%	204.5

V.6 Les tests rhéologiques de la peinture préparée à partir de différentes émulsions

Le choix s'est porté sur les émulsions de grandes valeurs de viscosité supérieures ou égales à 25 Poises.

Formulation de peinture à partir d'émulsion I (Essai 4)

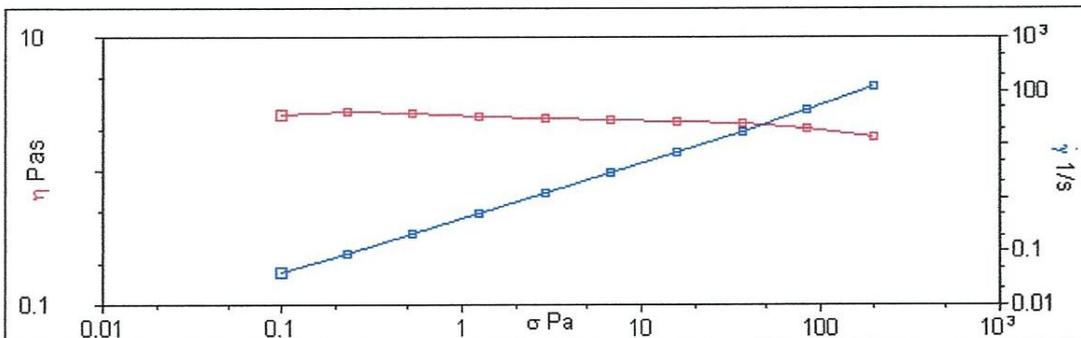


Figures V.21: Courbes de la Viscosité et de la déformation pour la formulation de peinture d'émulsion I

Remarques concernant les différentes courbes de ce test

- ✓ La température est constante et égale à 20°C
- ✓ Contrainte σ varie entre 0,1 – 200 (Pa) [aller]
- ✓ Viscosité η 5,597 - 1,487 (Pa.s)
- ✓ Gradient de vitesse $\dot{\gamma}$ varie entre 0,01 - 134,5 (1/s)

Formulation de peinture à partir d'émulsion II (Essai 4)

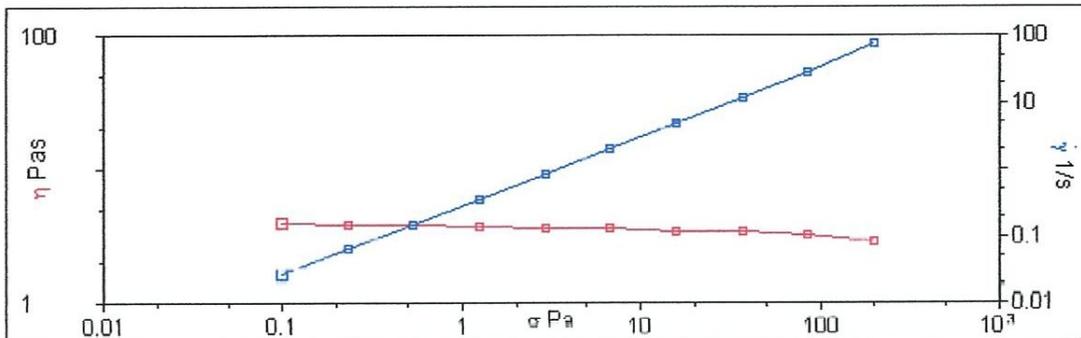


Figures V.22: Courbes de la Viscosité et de la déformation pour la formulation de peinture d'émulsion II

Remarques concernant les différentes courbes de ce test

- ✓ La température est constante et égale à 20°C
- ✓ Contrainte σ varie entre 0,01 – 200 (Pa) [aller]
- ✓ Viscosité η 2,558 - 1,751 (Pa.s)
- ✓ Gradient de vitesse $\dot{\gamma}$ varie entre 0,039 - 114,2 (1/s)

Formulation de peinture à partir d'émulsion III (Essai 4)

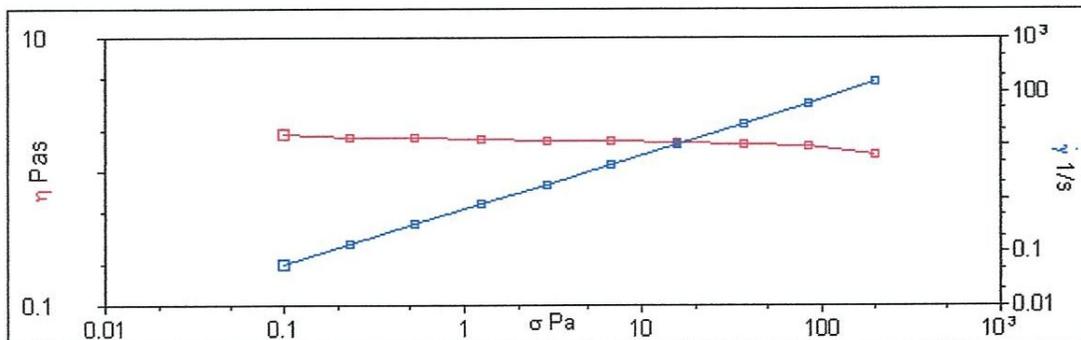


Figures V.23: Courbes de la Viscosité et de la déformation pour la formulation de peinture d'émulsion III

Remarques concernant les différentes courbes de ce test

- ✓ La température est constante et égale à 20°C
- ✓ Contrainte σ varie entre 0,01 – 200 (Pa) [aller]
- ✓ Viscosité η 3,847 - 2,778 (Pa.s)
- ✓ Gradient de vitesse $\dot{\gamma}$ varie entre 0,02 - 71,98 (1/s)

Formulation de peinture à partir d'émulsion IV (Essai 4)

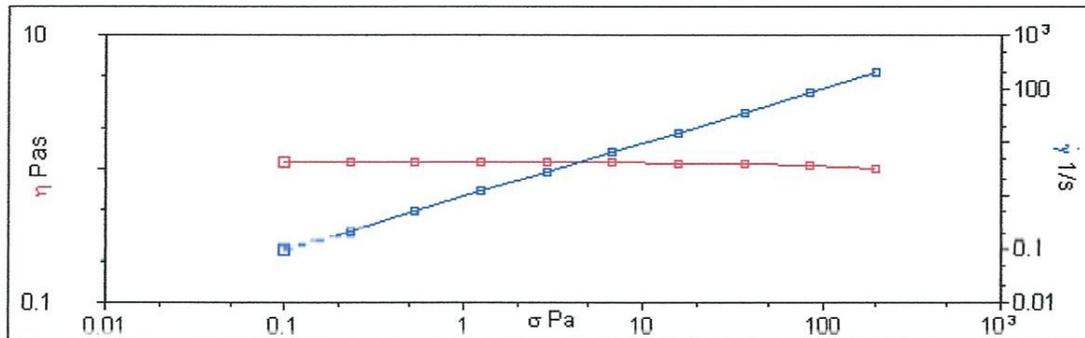


Figures V.24 : Courbes de la Viscosité et de la déformation pour la formulation de peinture d'émulsion IV

Remarques concernant les différentes courbes de ce test:

- ✓ La température est constante et égale à 20°C
- ✓ Contrainte σ varie entre 0,01 – 200 (Pa) [aller]
- ✓ Viscosité η 1,846 - 1,846 (Pa.s)
- ✓ Gradient de vitesse $\dot{\gamma}$ varie entre 0,05 - 150 (1/s)

Formulation de peinture à partir d'émulsion V (Essai 4)



Figures V.25: Courbes de la Viscosité et de la déformation pour la formulation de peinture d'émulsion V

Remarques concernant les différentes courbes de ce test:

- ✓ La température est constante et égale à 20°C
- ✓ Contrainte σ varie entre 0,05 -100 (Pa) [aller]
- ✓ Viscosité η 1,104 - 0,9 (Pa.s)
- ✓ Gradient de vitesse $\dot{\gamma}$ varie entre 0,09 - 200 (1/s)

Interprétation de résultats rhéologiques de la peinture préparée avec d'émulsions

On remarque que les courbes ont presque la même allure, il y a une diminution de la viscosité et une augmentation de contrainte et la vitesse de déformation ce qui correspond à un fluide rhéofuidifiant.

V.7 Viscosimètre type « Coupe Ford »

On utilise ce type de viscosimètre pour mesurer la viscosité des peintures. Les résultats obtenus en temps d'écoulement (secondes), sont donnés dans le tableau V.9 suivant :

Tableau V.9 : résultats de viscosité pour différents peintures

Les Emulsions	La viscosité en temps d'écoulement (S)
Emulsion 1	120
Emulsion 2	140
Emulsion 3	150
Emulsion 4	190
Emulsion 5	234

Interprétation des résultats

On trouve que la peinture préparée à base de l'émulsion N°5 a une meilleure viscosité que celle de l'ENAP.

Les peintures préparées à base des émulsions N°1, 2, 3 et 4 ont des viscosités presque dans les normes.

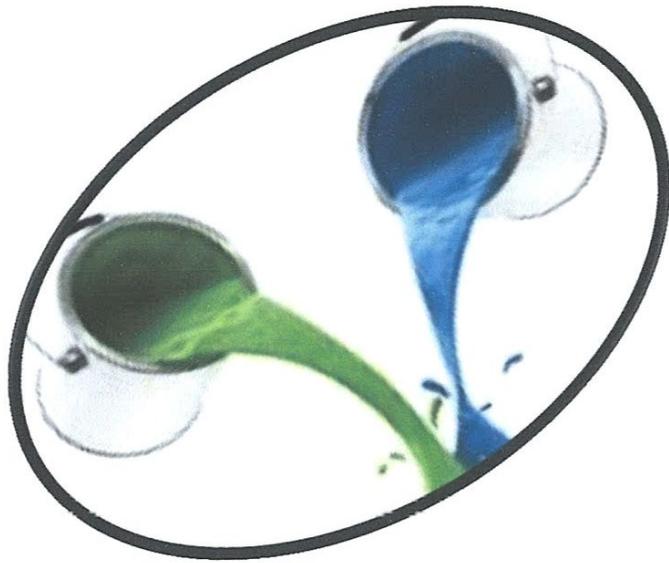
L'augmentation du temps d'écoulement implique une augmentation de la viscosité, c.à.d. une meilleure viscosité.

V.8 L'extrait sec

Les résultats obtenus de l'extrait sec ES sont donnés dans le tableau V.10 :

Tableau V.10 : pourcentage de l'extrait sec pour différents peintures

Les Emulsions	ES(%) des peintures préparées à base des différentes émulsions
Emulsion 1	49.874
Emulsion 2	43.78
Emulsion 3	45.26
Emulsion 4	47.95
Emulsion 5	51.56



Conclusion générale

Références bibliographiques

- [1] **FARDANACH HADRIA**, Etude de la microencapsulation et caractérisation d'une peinture, thèse, université 08 mai 1945 Guelma.
- [2] **L CLEUET** **peinture** industrielles au pistolet, technique et vulgarisation, 1978
- [3] **E.N.A.P**, Chimie générale des résines et émulsions ; Manuel industriel, 2003
- [4] **A. CH. BOYKRA** « Nouvelle formulation d'une peinture hydrodiluable » thèse, Université 08 mai 1945 Guelma, 2013.
- [5] **SAIOUDI FAYSSAL** : formulation des émulsions de peinture. Université 08 Mai 1945-Guelma 2012.
- [6] **PDF** : Guide de choix des éco-matériaux « les peintures » septembre 2008.
- [7] peinture en phase aqueuse(ou peinture à l'eau), composition, risques toxicologiques, mesures de prévention. **Aide-Mémoire technique.**
- [8] **M. RAHIM B. BOUCHAREB, H. KHACHINE**, formulation d'une peinture glylac 2000 supper à base d'une émulsifiant, Guelma, 2007.
- [9] **S. PLATEL, R. GILLARD**, Technologie de la peinture paris, 1983
- [10] **Fernando Léal-Calderon, Véronique Schmitt et Jérôme Bibette**, *Emulsion Science : Basic Principale*, Springer, 2007
- [11] **Diplôme d'Etats de la Docteur en pharmacie par Nadine PIERAT**, thèse: Préparations d'émulsions par inversion de phase induite par agitation. Université Henri Poincare-Nancy1 2010.

Références bibliographiques

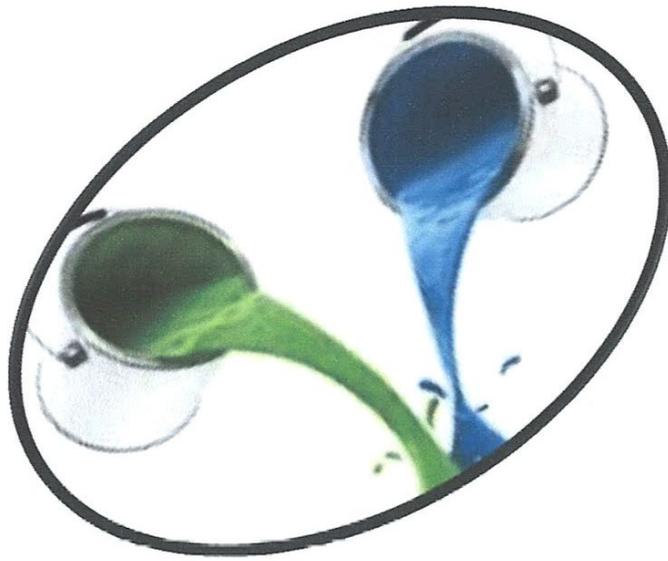
[12] **Pr. Benhamza M Hocine** : Nouvelles formulation pour peinture, résines et adjuvants à basse de tensioactifs biodégradables. Université 08 Mai 1945-Guelma.

[13] **KHELIL Samira**, étude de l'efficacité d'utiliser un tensioactifs comme émulsifiant pour le lavage des sols contaminés par les hydrocarbures. Université KASDI MERBAH OUARGLA 2012.

[14]**Cour Mme Bouchmila** : Etude de la rhéologie, 2015.

[15] **Un article de Wikipédia**, l'encyclopédie libre. Aller à navigation, rechercher

[16] **KADDOUR BENYAHIA** : Contrôle Non Destructives et Propriétés Rhéologies Des Matériaux Diélectriques Mous. Université de Batna, Département d'Electrotechnique Faculté des sciences de l'ingénieur.



Annexe

White Spirit**Mode d'utilisation**

Ce produit est utilisé comme un solvant organique.

Caractéristique

- Point d'ébullition: 150 - 200 °C
- Point de fusion : < -20°C
- Limites d'explosivité dans l'air (en volume %)
- Limite supérieure : 7
- Limite inférieure : 0.6
- Pression de vapeur : 0.2 kPa à 20°C
- Densité de vapeur (air=1) : >1
- Viscosité dynamique : 1.07 mPa.s à 25 °C
- Densité: 0.779-0.783 à 15° C

RESAL 2470

Code Produit : T2470

Désignation : RESAL 2470

Domaine : Semi-finis

Nature : Résine alkyde longue en huile à base d'huile de soja.

Utilisation : Laques brillantes bâtiment.

Propriétés : Bon brillant. Bonne tenue à l'extérieur. Bonne brossabilité.

Forme de livraison : 60% WS

Caractéristiques :

Extrait sec: $60 \pm 1 \%$

Viscosité Gardner à 20 - 25°C : X-Y

Densité : $0,910 \pm 0.05$

Indice d'acide : < 10 Couleur Gardner : 5 - 6 Point d'éclair (creuset fermé) : 40°C

Délai de stockage sous abri : 12 mois dans son emballage d'origine fermé.

Conditionnement : 180 Kg.

Solubilité : - Solvants aliphatiques - Solvants aromatiques

Siccativisation : Peintures blanches : Cobalt:0,025 + plomb:0,5 + calcium:0,25 Peintures colorées : Manganèse: 0,40 + plomb:0,75+ calcium:0,25 ou Cobalt:0,025 + manganèse:0,25+ plomb:0,75 + calcium:0,25 La siccativisation s'effectue en % de métal par rapport à l'extrait sec de la résine utilisée.

Résine : C'est matière naturelle ou synthétique utilisée comme liant dans une peinture. Le terme "résine alkyde ou glycéro" fait référence à une peinture en solvant (peinture à l'huile), tandis que celui de "résine acrylique" désigne une peinture aqueuse à base de polymère acrylique en émulsion.

Les siccatifs : Sictobalt**Nature**

Octoate de cobalt.

Utilisation

Siccateur de surface qui agit en provoquant une oxydation rapide en surface. Il est associé aux octoates de manganèse, de plomb et de calcium.

Propriétés

- Provoque le séchage en surface.
- Donne souplesse et élasticité aux films. - Utilisé également comme accélérateur de polymérisation des résines polyester insaturées.

Caractéristiques

- Teneur en métal : $6\% \pm 0,2$
- Extrait sec : $35\% \pm 2$ - Viscosité Gardner à 20-25°C : A1-A
- Couleur : Violet.
- Densité : $0,870 \pm 0,02$ - Indice d'acide : 180-200
- Point d'éclair creuset fermé : 38°C
- Délai de stockage sous abri : 12 mois dans son emballage d'origine fermé.

Siccativisation

Peintures colorées: Manganèse: 0,40+ plomb: 0,75+ calcium: 0,25 ou Cobalt: 0,025+ manganèse: 0,25+ plomb: 0,75+ calcium: 0,25 ou Cobalt: 0,025+ manganèse: 0,25+ plomb: 0,75 La siccativisation s'effectue en % de métal par rapport à l'extrait sec de la résine utilisée.

Sictocal**Nature**

Octoate de calcium.

Utilisation

Siccatif secondaire qui joue un rôle de modificateur des surfaces. Il est associé aux octoates de cobalt, de plomb et de manganèse.

Propriétés

- S'oppose à la perte de brillant et au voilage.
- Diminue le risque de verdissement des peintures blanches siccativées au cobalt.
- Peut être employé comme agent mouillant.

Caractéristiques

- Teneur en métal : $4\% \pm 0,2$ - Extrait sec : $40\% \pm 2$
- Viscosité Gardner à 20-25°C : C-D
- Couleur Gardner . Max.4 - Densité . $0,860 \pm 0,02$
- Indice d'acide : 15-20 - Point d'éclair creuset fermé. 39°C
- Délai de stockage sous abri : 12 mois dans son emballage d'origine fermé.

Siccativisation

Peintures blanches: Cobalt: 0,025+plomb: 0,50+calcium: 0,25 Peintures colorées: Manganèse: 0,40+plomb: 0,75+calcium: 0,25 ou Cobalt: 0,025+ manganèse: 0,25+plomb: 0,75+calcium: 0,25 ou Cobalt: 0,025+manganèse: 0,25+plomb: 0,75 La siccativisation s'effectue en % de métal par rapport à l'extrait sec de la résine utilisée

Les siccatifs : Sictobalt**Nature**

Octoate de cobalt.

Utilisation

Siccatif de surface qui agit en provoquant une oxydation rapide en surface. Il est associé aux octoates de manganèse, de plomb et de calcium.

Propriétés

- Provoque le séchage en surface.
- Donne souplesse et élasticité aux films. - Utilisé également comme accélérateur de polymérisation des résines polyester insaturés.

Caractéristiques

- Teneur en métal : $6\% \pm 0,2$
- Extrait sec : $35\% \pm 2$ - Viscosité Gardner à 20-25°C : A1-A
- Couleur : Violet.
- Densité : $0,870 \pm 0.02$ - Indice d'acide : 180-200
- Point d'éclair creuset fermé : 38°C
- Délai de stockage sous abri : 12 mois dans son emballage d'origine fermé.

Siccativisation

Peintures colorées: Manganèse: 0,40+ plomb: 0,75+ calcium: 0,25 ou Cobalt: 0,025+ manganèse: 0,25+ plomb: 0,75+ calcium: 0,25 ou Cobalt: 0,025+ manganèse: 0,25+ plomb: 0,75 La siccativisation s'effectue en % de métal par rapport à l'extrait sec de la résine utilisée.

Sictocal**Nature**

Octoate de calcium.

Utilisation

Siccatif secondaire qui joue un rôle de modificateur des surfaces. Il est associé aux octoates de cobalt, de plomb et de manganèse.

Propriétés

- S'oppose à la perte de brillant et au voilage.
- Diminue le risque de verdissement des peintures blanches siccativées au cobalt.
- Peut être employé comme agent mouillant.

Caractéristiques

- Teneur en métal : $4\% \pm 0,2$ - Extrait sec : $40\% \pm 2$
- Viscosité Gardner à 20-25°C : C-D
- Couleur Gardner : Max.4 - Densité : $0,860 \pm 0,02$
- Indice d'acide : 15-20 - Point d'éclair creuset fermé: 39°C
- Délai de stockage sous abri : 12 mois dans son emballage d'origine fermé.

Siccativisation

Peintures blanches: Cobalt: 0,025+plomb: 0,50+calcium: 0,25 Peintures colorées: Manganèse: 0,40+plomb: 0,75+calcium: 0,25 ou Cobalt: 0,025+ manganèse: 0,25+plomb: 0,75+calcium: 0,25 ou Cobalt: 0,025+manganèse: 0,25+plomb: 0,75 La siccativisation s'effectue en % de métal par rapport à l'extrait sec de la résine utilisée

Sictoplamb**Nature**

Octoate de plomb

Utilisation

Siccatif de profondeur qui agit en gélatisant l'intérieur de la couche de peinture. Il est associé aux octoates de cobalt, de manganèse et de calcium.

Propriétés

- Provoque le séchage en profondeur.
- Ne donne pas de coloration. - Associé à l'octoate de calcium, l'octoate de plomb reste en solution et améliore le brillant.

Caractéristiques

- Teneur en métal : $24\% \pm 0,2$
- Extrait sec : $50\% \pm 2$ - Viscosité Gardner à 20-25°C : A1-A
- Couleur Gardner : Max.2
- Densité : $1,070 \pm 0.02$ - Indice d'acide : 80-90
- Point d'éclair creuset fermé : 39°C
- Délai de stockage dans son emballage d'origine fermé.

Siccativisation

Peintures blanches: Cobalt: 0,025+plomb: 0,50+calcium: 0,25 Peintures colorées:
Manganèse: 0,40+plomb: 0,75+calcium: 0,25 ou Cobalt: 0,025+ manganèse: 0,25+plomb:
0,75+calcium: 0,25 ou Cobalt: 0,025+manganèse: 0,25+plomb: 0,75 La siccativisation
s'effectue en % de métal par rapport à l'extrait sec de la résine utilisée

P2132 Dioxyde de titane (pigment)**Emploi**

Pigment pour peintures.

Caractéristiques

- Perte à 105°C : 0,5% ;
- Prise d'huile : 22g/100g H₂O ;
- Masse volumique : 4g/cm³ ;
- pH : 8.

Description

Le dioxyde de titane est destiné à une large gamme d'applications, avec une dispersion rapide dans de nombreux systèmes liants, une très bonne opacité, une grande blancheur et une bonne durabilité. Il est recommandé dans toutes les peintures décoratives, dans les systèmes industriels en phase solvant ou aqueuse, dans les primaires et sous-couches et le couchage du papier.