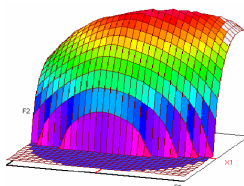




Année Universitaire : 2010-2011



**Master Sciences et Techniques CAC Agiq  
Chimométrie et Analyse Chimique : Application à la gestion  
industrielle de la qualité**

MEMOIRE DE FIN D'ETUDES  
Pour l'Obtention du Diplôme de Master Sciences et  
Techniques

**Optimisation de la viscosité d'une peinture à l'eau par  
les plans d'expériences**

**Présenté par:**

**ELMEJJATTI Asmae**

**Encadré par:**

- M<sup>me</sup>. LAKHEL Zoulikha      société MIDI peinture
- Pr. A. BEN TAMA              FST Fès

**Soutenu Le 20 Juin 2011 devant le jury composé de:**

- M<sup>r</sup>. A. BEN TAMA
- M<sup>r</sup>. A. BOULAHNA
- M<sup>r</sup>. F. OUZZANI
- M<sup>r</sup>. F. KHALIL

**Stage effectué à : MIDI peinture-Oujda**



# ***Dédicace***

**Ce travail est dédié à mon cher papa**

**Pour son soutien et son encouragement...**

**A ma chère maman pour sa**

**Tendresse et sa grande générosité ....**

**A mes deux chers frères**

**A tous mes amis.**

**Et à tous ceux qui m'ont aidé de**

**Près ou de loin....**



# Remerciements

*Avant d'entamer mon rapport, je tiens à adresser mes profonds remerciements et mes extrêmes gratitudee au directeur général de la société MIDI peinture qui a bien voulu m'accueillir et me faire bénéficier de la compétence de ses personnels et leurs conseils enrichissants.*

*Je tiens à rendre un hommage respectueux à Monsieur le Professeur E.M.EL HADRAMI, responsable du master «Chimiométrie et Analyse Chimique : Application à la gestion industrielle de la qualité », qu'il trouve ici l'expression de ma profonde gratitude pour ses précieux conseils et ses encouragements qu'il n'a pas cessé de me donner tout au long de notre formation.*

*Je tiens à remercier Monsieur le Professeur BEN TAMA Abdeslam à la Faculté des Sciences et Techniques de Fès, pour avoir assuré la poursuite de mon encadrement, pour ses conseils et ses encouragements.*

*Madame Zoulikha lakhel, je vous remercie pour avoir dirigé ce travail. Je tiens à manifester ma reconnaissance pour votre gentillesse, votre rigueur et votre façon de travailler. C'est une chance inouïe d'avoir eu l'occasion de travailler sous votre direction.*

*J'adresse mes sincères remerciements à Mr F.OUAZZANI, Mr F.KHALIL, et Mr A.BOULAHNA professeurs à la FST de Fès d'avoir accepté de juger ce travail,*



## Sommaire

<i>Introduction générale.....</i>	5
<i>Chapitre 1 :Présentation de la société MIDI.....</i>	7
<b>I. Généralités sur la société :</b> .....	8
<b>II. Fiche technique et organigramme de la société.....</b>	8
<b>1. Fiche technique de la société:</b> .....	8
<b>2. Organigramme de la société.....</b>	9
<b>III. Processus de fabrication dans la société :</b> .....	9
<b>1. réception et traitement des commandes.....</b>	9
<b>2. Traitement des commandes.....</b>	10
<b>3. Lancement de la production et contrôle de la qualité.....</b>	10
<b>IV. Les différents types des produit fabriqués par MIDI :</b> .....	11
<b>1. Impression :</b> .....	11
<b>2. Enduits :</b> .....	11
<b>3. Finition mates :</b> .....	11
<b>4. Finitions brillantes :</b> .....	11
<b>5. Finitions décoratives :</b> .....	12
<b>6. Vernis :</b> .....	12
<b>7. Produits spéciaux :</b> .....	12
<i>Chapitre 2 : Généralités sur la peinture .....</i>	13
<b>I. Introduction :</b> .....	14
<b>II. Composition .....</b>	14
<b>1. Le liant.....</b>	14
<b>2. Pigments :</b> .....	15
<b>3. Solvants :</b> .....	15
<b>4. Les charges :</b> .....	16
<b>5. Additifs :</b> .....	16
<b>III. Types de peintures :</b> .....	17
<b>1. peintures à base d'eau :</b> .....	17
<b>2. Peintures À base de solvant organique: .....</b>	18
<b>IV. Processus de fabrication et analyse des peintures .....</b>	19
<b>1. Processus de fabrication :</b> .....	19
<b>2. analyse des matières premières :</b> .....	20
<b>3. Analyses des peintures :</b> .....	21
<b>4. Analyse des vernis :</b> .....	22



<i>Chapitre 3 : Optimisation de la viscosité d'une peinture à l'eau par les plans d'expériences</i> .....	23
<b>I. Les plans d'expériences :</b> .....	24
<b>1. Notion d'espace expérimental</b> .....	24
<b>2. La modélisation mathématique :</b> .....	26
<b>3. Plans de criblage :</b> .....	26
<b>4. Notion de surface de réponse</b> .....	26
<b>5. Démarche méthodologique :</b> .....	27
<b>II. Partie expérimentale</b> .....	27
<b>A. Objectif de l'étude :</b> .....	27
<b>B. Mise en place des paramètres d'étude</b> .....	28
<b>1. Choix des facteurs</b> .....	28
<b>2. Choix des réponses</b> .....	28
<b>C. Étude de criblage</b> .....	29
<b>1. Stratégie</b> .....	29
<b>2. Analyse des résultats du plan de criblage</b> .....	30
<b>3. Conclusions</b> .....	31
<b>D. Plan d'optimisation</b> .....	31
<b>1. Objectif de l'étude</b> .....	31
<b>2. Paramètres</b> .....	31
<b>3. Réponse</b> .....	32
<b>4. Stratégie</b> .....	32
<i>Chapitre 4 : Etude de la stabilité d'une peinture à l'eau</i> .....	39
<b>1. Objectif :</b> .....	40
<b>2. tests de conservation de la peinture:</b> .....	40
<b>3. résultats obtenus :</b> .....	40
<b>4. Interprétation :</b> .....	43
<i>Conclusion générale</i> .....	45
<i>Bibliographie</i> .....	47



# *Introduction générale*



Les circonstances actuelles exigent les entreprises à faire face à la compétitivité et à la mondialisation, pour un secteur aussi concurrentiel que celui de la peinture, la réduction du prix de revient, l'amélioration de la productivité et l'invention de nouveau produit représente le souci majeur des fabricants de la peinture.

Dans ce contexte MIDI peinture, prétend à relever ce défi par un travail permanent pour la performance et la fiabilité de ses produits.

C'est dans ce cadre que s'inscrit le présent travail, effectué au sein de l'entreprise MIDI peinture. Qui comme toute entreprise ambitieuse, a inscrit parmi ses objectifs, l'amélioration de ses performances, afin d'améliorer son processus de fabrication. En effet, l'objectif de notre projet s'inscrit pleinement dans cette politique. En effet nous nous sommes intéressés à l'optimisation de la viscosité d'une peinture à l'eau nommé « MIDI NY1 ». Nous visons à trouver une viscosité de l'ordre de 20tr/min.

Nous allons tout d'abord faire une étude de criblage des paramètres du procédé. Les résultats de ce plan vont nous renseigner sur les paramètres qui sont, réellement, influents de ceux qui ne le sont pas sur le procédé. Ensuite nous engageons, dans une étude beaucoup plus fine, les paramètres jugés influents par le plan de criblage, dans un plan de surface de réponses.

Par conséquent, mon rapport sera scindé en quatre chapitres majeurs :

- Chapitre1 : portera sur une étude bibliographique concernant une présentation succincte de la société « MIDI peinture », ses activités principales ainsi que ses différents produits.
- Chapitre2 : dans cette partie nous essayerons de citer quelques généralités de la peinture (définitions, composition, types, procédé de fabrication) ainsi de décrire les différentes analyses assurées par le laboratoire de contrôle de qualité de la société.
- Chapitre3 : la troisième partie portera essentiellement sur ma contribution au sein de la société à savoir l'optimisation de la viscosité d'une peinture à l'eau par l'utilisation des plans d'expériences essayerons bien sur de relever les données, présenter les résultats, les interpréter et tirer les conclusions qui s'imposent.
- Chapitre 4 : la quatrième et dernière partie est axée essentiellement sur une étude de stabilité de la peinture, notamment les variations de la viscosité de ce produit à des conditions définies.

Enfin mon rapport prendra fin par une conclusion générale résumant tout le travail accompli.



# *Chapitre 1 :Présentation de la société MIDI*





## **I. Généralités sur la société :**

MIDI peinture a été reprise par les actuels dirigeants dès 1987.

D'une petite entreprise artisanale produisant à peine 400T\An, ils ont réussi à en faire une industrie à la capacité dix fois supérieure, réputée sur l'ensemble du Maroc pour la qualité de ses produits et services.

MIDI peinture est spécialisée dans la production des peintures pour le bâtiment à l'exclusion de toutes autres. Répondant au besoin d'un marché en continuelle expansion, l'offre s'est récemment élargie aux peintures d'intérieur décoratif à plus forte valeur ajoutée. Par ailleurs, une filiale apporte à l'entreprise les produits de type enduit pour façades.

Installée à Oujda, l'entreprise s'est d'abord attachée à fidéliser la clientèle locale, puis elle s'est intéressée à d'autres régions : Fès, le sud et plus récemment Tanger.une urgence commerciale disposant d'un stock est installée à Casablanca ; cette urgence travaille plus particulièrement avec les promoteurs.

Très sensible à la qualité du service, notamment en matière de délais les peintures de Midi sont capables de livrer leurs clients casablancais dans des délais équivalents ou plus courts que leurs concurrents locaux en dépit de la distance.

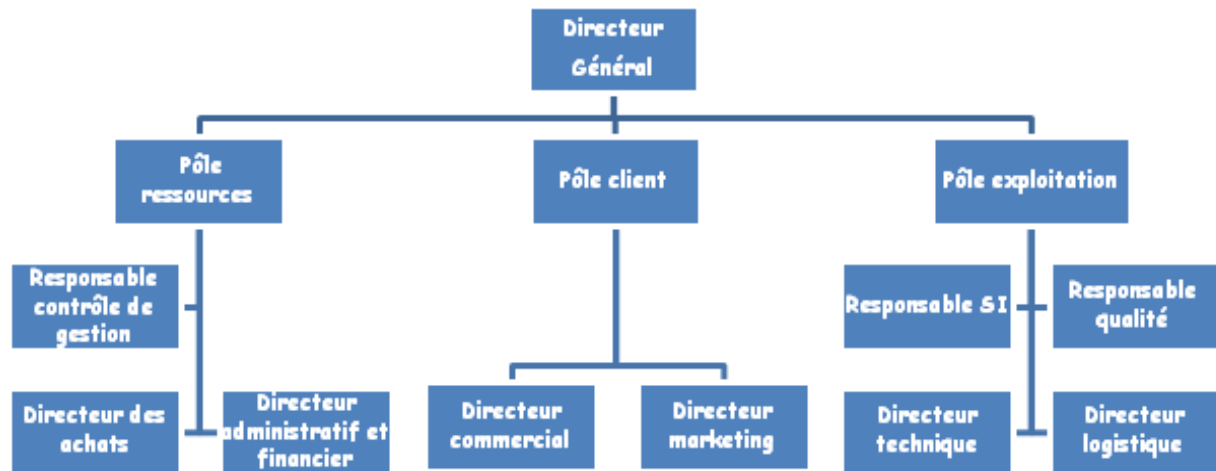
L'entreprise a connu une croissance rapide mais contrôlée, passant de 10 employés en 1987 à plus de 110 employés aujourd'hui. La part de marché estimée est de l'ordre de 4 à 5%, ce qui place les peintures du Midi parmi les 10 premiers producteurs distributeurs de peintures marocains. Les moyens matériels à savoir machines, moyen de transport, matériel informatique, surface ont suivi la même évolution imposant aujourd'hui la recherche d'une extension de l'usine pour faire face au développement prévu dans les trois années à venir.

## **II. Fiche technique et organigramme de la société**

### **1. Fiche technique de la société:**

- **Raison sociale** : MIDI peintures
- **Forme juridique** : Société anonyme
- **Siège** : Zone industrielle -B.P.334-  
60000-Oujda
- **Téléphone** : 0536687017-18/0536690113
- **Fax** : 0536689932
- **Capital social** : 21.120.000 DH
- **Date de création** : 1984
- **Date d'activité** : 1986

## 2. Organigramme de la société



### III. Processus de fabrication dans la société :

Le processus de fabrication des produits finis à partir des commandes de la clientèle passe par plusieurs phases selon les fonctions de chaque service.

Chacun de ces services effectue une transformation à la commande jusqu'à l'obtention des produits finis en vue de satisfaire la clientèle.

#### 1. réception et traitement des commandes

Le service commercial recueille ou collecte les commandes fermes qui ont été confirmées par les clients. Ces commandes font réellement partie de la porte feuille de la société.

Le représentant commercial se base toujours sur un inventaire de stock pour mieux gérer les commandes de sa clientèle.

Cet inventaire qui indique le stock min et le stock max, est établi chaque deux jours, afin de suivre la rotation du stock.



## 2. Traitement des commandes

Après avoir enregistré les prises de commandes par le représentant commercial, le service magasin traite ces dernières, afin de les planifier dans le planning de charge de la société, selon le stock et la quantité demandée.

Dans le cas d'une commande habituelle, le client est livré le même jour et règle le montant correspondant à la prestation.

Si la commande est considérée comme spéciale, le client ne peut être livré qu'après 48h.

La transformation des commandes fermes en des commandes terminées, nécessite un délai pareil afin de prendre toutes les mesures nécessaires et de répondre aux critères exigés.

Dans le cas d'une grande quantité (commande spéciale) ; pouvant atteindre le stock min, le magasiné est obligé de lancer une préparation de fabrication, afin d'assurer une bonne rotation du stock et d'éviter les ruptures.

## 3. Lancement de la production et contrôle de la qualité

### ➤ Contrôle des fiches de production et de la qualité :

Après la réception des commandes de fabrication, le responsable du laboratoire traite ces derniers afin de lancer des fiches de fabrication correspondantes aux ordres de fabrication, tout en les contrôlant.

Ces fiches sont lancées aux opérateurs pour passer à la fabrication.

Après la fabrication, le laboratoire effectue un test sur un échantillon afin de mesurer les caractéristiques spécifiques selon des normes internes.

Si les résultats obtenus se trouvent dans la plage des caractéristiques à obtenir, le produit passe au soutirage, après la validation par un cachet VISA.

### ➤ Stockage et livraison :

Le produit emballé passe au magasin accompagné de deux exemplaires du bon d'entrée l'un de comparer la quantité demandée à la quantité fabriquée, l'autre pour la gestion de stock de matières premières et emballages, il est gardé comme preuve.

Pour livrer ces commandes la société dispose des :

- Camions des capacités 10T, utilisés pour les grandes commandes.
- Voitures des capacités 1,8T pour les petites commandes.



#### **IV. Les différents types des produit fabriqués par MIDI :**

##### **1. Impression :**

Produits souvent marginalisés à tort, pourtant ils jouent un rôle essentiel dans la préparation des supports avant peinture, ainsi que la bonne adhérence du système sur le support brut tant pour l'intérieur que pour l'extérieur de la maison.

- MIDI FIX O
- MIDI PRIM
- MIDI PLAST
- VERNIS BOUCHE PORES

##### **2. Enduits :**

Une gamme complète d'enduits pâte et poudre adaptée aux besoins des clients et ayant pour fonction première le dressage et le lissage des surfaces intérieures.

- MIDI STOP 1
- ENDUIT PATE SUPER
- ENDUIT PATE STANDARD
- ENDUIT POUDRE SUPER
- ENDUIT POUDRE STANDARD

##### **3. Finition mates :**

Peintures acryliques ou glycérophtaliques mates, onctueuses et riches en pigments. Elles assurent un haut pouvoir opacifiant, une grande facilité d'application, une durabilité des couleurs et un fini exceptionnel sur tous types de supports.

- MIDI VINYL
- MIDI NYL
- MIDI LUX
- MAT BATIMENT
- MIDI SUD
- SUPER MAT ESSENCE
- MAT ESSENCE

##### **4. Finitions brillantes :**

En extérieur ou en intérieur pour tous travaux neufs et d'entretien. La gamme de peinture brillante est particulièrement adaptée pour les locaux humides, les surfaces métalliques, toutes les menuiseries et les locaux nécessitant un entretien fréquent.



- MIDI SATIN
- MIDI LAC SUPER
- MIDI LAC

## 5. Finitions décoratives :

- AMOUAGE
- Carravagio
- Decorà
- Majecstuc
- MIDI PATINE
- MIDI STUCCO
- Midiéval
- OUALILI
- STUC AL MARJANE
- SYSTEME 3C
- TALOGREX
- GRANILUX NATUREL OU COLOR
- MIDI PHONE
- MIDI CREPI

## 6. Vernis :

Une large gamme de vernis offrant un large choix technique et esthétique, pour garantir le meilleur résultat pour la protection et l'embellissement du bois en fonction du support. Disponibles à base d'eau, mais également à base de solvants.

- MIDIXIM MAT OU BRILLANT
- VERNIS ACRYLIQUE
- VERNIS CELLULOSIQUE
- VERNIS LE MENUISIER
- VERNIS POLYURETHANE
- Antirouilles
- LIDO
- MIDI FER

## 7. Produits spéciaux :

Qu'il s'agit d'embellissement de façades ou l'harmonisation de vos intérieurs, les teintes colorantes à l'eau permettent de créer une palette de couleurs variées à votre image.

- TEINTE MIDI



## *Chapitre 2 : Généralités sur la peinture*



## **I. Introduction :**

Une peinture est une préparation fluide qui peu s'étaler en couches minces sur différents supports pour former, après durcissement, une pellicule opaque appelée "film" ou feuil adhérent, résistant, opaque, blanc ou coloré. C'est une suspension de poudres colorées, insolubles dans un liant, en solution dans un mélange de solvants, donnant, après application, un certain degré de brillance.

L'industrie de la peinture est un domaine qui se développe continuellement, en rependant aux besoins de la qualité, de l'application facile, et moins riche en solvants pour minimiser la pollution.

Depuis la Seconde Guerre mondiale, l'emploi des peintures de synthèse s'est développé afin de répondre de manière plus souple aux exigences des artistes en matière de siccativité des matériaux (temps de séchage), de maniabilité (possibilité d'employer des instruments d'application plus variés) et de stabilité des couleurs. Il s'agit d'émulsions composées de résines de synthèse de type vinylique ou acrylique (matières plastiques). Elles possèdent un grand pouvoir couvrant, ce qui permet de les utiliser même sur des supports particulièrement difficiles, comme le béton ou le ciment. Elles sèchent en peu de temps et évitent ainsi à l'artiste l'inconvénient majeur de la peinture à l'huile. En outre, les couleurs sont remarquablement stables et presque inaltérables dans le temps. On peut enfin réguler la densité du produit, dont dépend la matité de la couleur, par une simple adjonction d'eau.

Ainsi la composition chimique des peintures est plus complexe, ce qui ouvre un grand domaine de recherche pour les chimistes, en approfondissant la chimie industrielle.

La chimie des polymères tient une grande importance dans le domaine de la peinture. Et ces résultats ont une grande applicabilité.

## **II. Composition**

Les éléments rentrant dans la composition d'une peinture sont :

- Les liants
- Les pigments
- Les solvants
- Les charges
- Les additifs

### **1. Le liant**

Il lie les particules de pigments et les charges en un film uniforme et continu qui lui permet d'adhérer à la surface. En principe, tout ce qui colle peut être utilisé comme liant. Le terme « peinture » est toujours suivi de la désignation chimique du liant utilisé. Par exemple, une



peinture au latex utilise le latex comme liant. La nature et la quantité de liant déterminent la plupart des propriétés: solubilité, dureté, rétention de couleur, souplesse et durabilité.

Les marques industrielles utilisent des liants à base de résines synthétiques (époxyde, polyuréthane) pouvant se révéler irritantes pour les voies respiratoires et la peau. Les marques écologiques utilisent des liants à base d'huiles végétales (lin, romarin, lavande, ricin, carthame...), de cire d'abeille, de résines naturelles (pin), de caséine de lait.

La nature des liants détermine la famille de la peinture et le choix des solvants convenables, ce qui permet l'amélioration de la qualité de peinture (coloration, résistance à l'environnement extérieur, temps de séchage ...etc). En règle générale, plus le taux de pigments et de liant est élevé, plus la peinture est meilleure.

## 2. Pigments :

Les pigments déterminent la couleur d'une peinture (pouvoir colorant) et son aptitude à opacifier un support après séchage (pouvoir couvrant). Ils améliorent certaines propriétés physiques du film telles que la dureté, l'imperméabilité ou la résistance à la corrosion. En absorbant ou en réfléchissant les rayons ultraviolets, les pigments protègent les liants contre la dégradation photo lytique et contribuent ainsi à la durabilité du film de peinture.

Les pigments issus de la pétrochimie offrent la plus grande diversité de couleurs. Mais certains peuvent présenter des dangers pour la santé; d'autre part, il faut garder présent à l'esprit que leur fabrication génère une pollution importante. Les plus toxiques sont ceux à base de métaux lourds comme le plomb, le zinc, le chrome, le cadmium.

Les marques écologiques les ont remplacés par de la craie (pigment blanc), des pigments végétaux (valériane, thé, oignon...) ou minéraux (terre de sienne, oxydes de fer...). Tous ces pigments proviennent de matières premières renouvelables ou dont les gisements sont très importants (comme la craie, par exemple, dont l'extraction ne pose pas de problème écologique).

## 3. Solvants :

Les solvants permettent d'ajuster la viscosité (la consistance) de la peinture. Après l'application ils s'évaporent pendant que le film de peinture durcit. Le white spirit est le solvant usuel des peintures décoratives même s'il tend à être remplacé par des versions sans odeur beaucoup plus confortables à utiliser. L'eau n'est pas un solvant mais plutôt un diluant. Les résines utilisées dans les peintures en phase aqueuse ne sont pas dissoutes mais simplement dispersées sous forme de petites particules dans l'eau.

Chimiquement on distingue plusieurs familles de solvants : alcools, esters, cétones, hydrocarbures aliphatiques et aromatiques.



Voici quelques exemples représentés dans le tableau 1 :

Alcools	esters	cétones	Hydrocarbures aromatiques	Hydrocarbures aliphatiques
*Alcools éthyliques et isopropyliques dénaturés	*Acétate d'éthyl	*Acétone	*Toluène	*White spirit
* Butanol	*Acétate de butyl	*Méthyléthylcétone (MEK).	*Xylène	*Essence de térébenthine
*Les glycols	*Acétate d'éthyl glycol	*Méthylisobutylcétone	*Solvants naphtha	*Solvants chlorés

Tableau1 : exemples des solvants

#### 4. Les charges :

Les charges sont également des produits pulvérulents insolubles dans le milieu de dispersion mais possède un pouvoir opacifiant négligeable, en général des poudres minérales. Elles n'ont ni pouvoir couvrant, ni pouvoir colorant, leurs indice de réfraction étant voisin de celui des liants. Il s'agit de substances telles que le carbonate de calcium (CaCO<sub>3</sub>), le sulfate de baryum (BaO<sub>4</sub>), des silices, Pierre ponce ...etc.

Les charges jouent un rôle important sur les caractéristiques rhéologiques d'une peinture (viscosité, écoulement, ...), sur l'imperméabilité, la facilité de ponçage ou la résistance à l'abrasion. Il peut par exemple réduire la brillance, augmenter les propriétés mécaniques du film (Elles permettent également de répartir uniformément les pigments.) c'est le rôle de silicate de magnésium, réduire le prix de revient par l'utilisation de carbonate de calcium par exemple.

#### 5. Additifs :

Aux principaux composants d'une peinture, liants, pigments, et solvants, s'ajoutent en plus ou moins grande proportion une série d'adjuvants divers, Ce sont donc des éléments chimiques complémentaires, qui ont des fonctions et des propriétés bien déterminées même lorsqu'ils entrent en faible proportion dans la composition d'une peinture.. ; Leurs rôles sont très variés : faciliter la fabrication, le stockage, l'application ou doter la peinture de propriétés spéciales anticorrosives, fongicides ou insecticides : les éventuels insectes sont éliminés lorsqu'ils sont en contact avec le mur peint. Il existe également des peintures anti-acariens recommandées pour les personnes sensibles ou asthmatiques.

- **agent épaississant** : est employé pour



- augmenter la viscosité des peintures
- éviter les coulures ou retarder le dépôt des matières pulvérulentes
- **agent dispersant** : c'est un agent qui
  - aide la machine à disperser des produits (gain d'énergie).
  - élimine la coagulation et rend la peinture plus durable.
  - maintien la viscosité dans le temps

On trouve ces deux derniers additifs dans les peintures à l'eau aussi dans les peintures à solvant.

Pour les peinture à l'eau on ajoute d'autre additifs comme :

- **agent de coalescence** : c'est un agent qui facilite la formation du film à basse température.
- **agent anti mousse** : évite la formation da la mousse lors de la fabrication.
- **agent de conservation** : évite le développement bactérien.

Et pour les peintures à solvants on ajoute :

- **siccatif** : c'est un mélange des métaux qui accélère le séchage
- **anti peau** : retarde la formation de la peau

### **III. Types de peintures :**

Il existe deux grandes familles de peinture : les peintures à l'eau et les peintures à l'huile. Ces dénominations sont issues du nom du solvant qui les compose, l'eau et le white-spirit. On les appelle communément les "Glycéro" et les "Acryliques".

#### **1. peintures à base d'eau :**

Comme leur nom l'indique, ces produits sont fabriqués avec de l'eau et il s'agit la plupart du temps de peintures murales (désignées habituellement comme "peintures de dispersion"). Elles sèchent en général rapidement, ne sentent pas beaucoup et ont tendance à être moins nuisibles à l'environnement. Alors qu'elles se sont depuis longtemps établies comme peintures d'intérieur pour les murs et les plafonds, les progrès technologiques d'aujourd'hui montrent que les produits à base d'eau conviennent également de plus en plus pour les surfaces en bois et les substrats métalliques. Pour les peintures en extérieur, on utilise des peintures de dispersion qui peuvent "respirer" (c'est-à-dire laissent passer la vapeur), causant ainsi moins de problèmes dus à la formation de bulles et à l'écaillement. Pour obtenir les meilleurs résultats, la peinture doit s'appliquer que lorsqu'il ne fait ni trop chaud ni trop froid. Après les travaux de peinture, il suffit de nettoyer pinceaux et rouleaux avec de l'eau et du savon.

- **Les qualités de la peinture à l'eau :**

De l'avis unanime des utilisateurs, les qualités du produit sont nombreuses:



- la colorimétrie est beaucoup plus fidèle ;
- le pouvoir couvrant est "extra" ;
- une grande facilité d'application ;
- l'application des peintures en phase aqueuse peut se faire avec des moyens traditionnels ;
- la présence d'eau réduit les problèmes d'odeurs généralement liés à l'utilisation des solvants;
- le risque d'incendie est moindre que pour les peinture en phase solvant;
- les émissions des solvants sont réduites (ce qui contribue à la diminution du risque d'intoxication et de pollution de l'environnement.

- **Les inconvénients :**

- quand le taux d'hygrométrie dépasse 90 %, l'eau s'évapore très difficilement;
- la tension de surface élevée de l'eau en fait un mauvais solvant eu égard aux propriétés d'écoulement (mauvais « tendu » du film);
- les liants en phase aqueuse présentent souvent une stabilité limitée ;
- l'application industrielle des peintures en phase aqueuse nécessite un contrôle de l'humidité relative et de la température.

## **2. Peintures À base de solvant organique:**

Avec cette catégorie, on désigne la plupart du temps des produits qui sont à base d'huile ou de résine alkyde et fournissent une surface de peinture très dure et lisse qui a toutefois tendance à devenir poreuse et à se fendiller avec le temps. Elles ne sont pas aussi écologiques que les peintures à base d'eau, sèchent plus lentement et sentent plus fort. On les trouve plus souvent, en raison de leurs bonnes qualités d'adhérence, parmi les peintures brillantes, elles ne conviennent toutefois pas pour l'utilisation sur les métaux galvanisés ou la maçonnerie fraîche. Pour nettoyer vos pinceaux après utilisation d'une peinture à base de solvants, utilisez de l'essence ou de la térébenthine.

On peut aussi distinguer des sous familles :

- **Peintures cellulosiques:**

Elles présentent une bonne résistance à l'eau et aux agents atmosphériques, insensibles aux huiles lubrifiantes et à l'essence, dureté et résistance à l'abrasion.

La formation du film est de nature purement physique, il se forme par simple évaporation des solvants, de ce fait ces peintures ont une forte teneur en substance volatile.

- **Peintures synthétiques:**

Elles ont une très grande résistance aux agents atmosphériques, le film est sec très dur, brillant et aussi très résistant à l'action des solvants.

La formation du film est de nature chimique, elle se produit par polymérisation ou par polycondensation.

#### **IV. Processus de fabrication et analyse des peintures**

##### **1. Processus de fabrication :**

Fabriquer une peinture ou une encre consiste à disperser des matières pulvérentes dans une solution ou une dispersion de résine. C'est parfois le même processus qui est utilisé dans la fabrication des colles et adhésifs qui contiennent des charges minérales. Le processus peut se schématiser de la façon suivante :

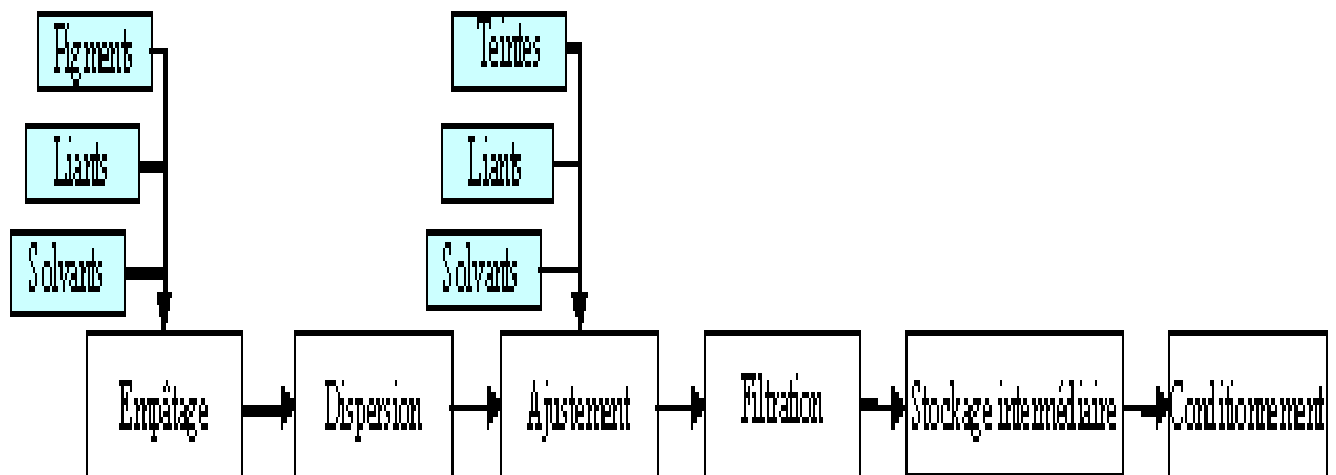


Figure 1 : Procédé de fabrication de la peinture et du vernis

#### ***Les étapes de fabrication***

Après l'empâtage des pigments, liants et solvant, plusieurs opérations unitaires sont nécessaires afin d'obtenir le produit fini. Ces opérations peuvent être effectuées de différentes manières suivant les machines utilisées.

##### **a) Pré-dispersion et dispersion dans des disperseurs à grande vitesse**

A ce stade du processus de fabrication, les pigments, les liants et les solvants sont mélangés afin de constituer des bases concentrées colorées. Cette opération consiste à casser les agglomérats des pigments et à les enrober de liants.

L'opération de pré-dispersion ou dispersion est réalisée en mélangeant les poudres dans les liquides agités par un disque à dents de scie en rotation à grande vitesse (1000 tours/min) qui provoque une turbulence et un échauffement.



### **b) Le Broyage**

Plus le broyage est fin, plus on obtient du brillant, plus la force du pigment se développe. En fonction de la peinture voulue, on ajoutera ensuite des agents matant pour obtenir une peinture satinée ou mate.

### **c) Le mélange**

Les opérations de mélange sont réalisées dans les mêmes types de récipients que pour la dispersion. La différence réside dans la vitesse de rotation de l'agitateur (hélice, barre, disque, turbine) qui est plus faible, et seuls des produits à l'état liquide sont ajoutés à ce stade.

Le mélange des bases permet d'obtenir les teintes définitives. On ajoute aussi du liant, des siccatifs et des additifs en fonction des qualités recherchées pour la peinture (par exemple des additifs anti-rouille pour obtenir de la peinture pour le fer.

### **d) Le transfert vers la filtration et le conditionnement**

Le transfert se fait souvent au moyen de cuves ouvertes. Il peut être réalisé dans des récipients divers, par des pompes, des tuyauteries flexibles ou par gravité.

Après le transfert une filtration est nécessaire. Elle peut s'effectuer à l'aide de filtre en poche, directement en sortie des cuves, sur des tamis vibrant ou à l'aide de filtres contenus dans les carters où le matériau est pompé. La plupart des installations de filtrage sont équipées de trémie de chargement.

### **e) Conditionnement**

Le conditionnement peut être réalisé de plusieurs manières :

- \_ Par pesée manuelle au moyen d'une trémie d'alimentation et d'une vanne ou d'un robinet
- \_ Par utilisation manuelle d'une pompe volumétrique
- \_ Par utilisation de conditionneuses à pompe volumétrique semi-automatique ou totalement automatique.

\_ L'installation peut être complétée d'équipements de pose d'étiquettes de couvercles etc.

Pour les petits volumes, les méthodes manuelles peuvent être nécessaires pour éviter les pertes dues aux résidus dans es tuyauteries d'alimentation des machines.

Enfin, les emballages pleins sont normalement transportés sur les lieux de stockage par palettes.

## **2. analyse des matières premières :**

Ce type d'analyse consiste à contrôler les bulletins d'analyses des matières premières à chaque arrivage même si la matière contrôlée est achetée d'un même fournisseur. La qualité des matières premières est la base de la production et se reflète sur la qualité du produit fini.

### **a. Pour l'émulsion :**

- Test de résistance à l'abrasion humide :



- on prépare une peinture en phase aqueuse.
- La peinture d'essai est appliquée sur une feuille noire, séchée (10jours) et mise sur une plaque de verre.
- on fixe ensuite la feuille avec un cadre.
- on lessive avec une brosse de nylon et un liquide nettoyant (à midi on utilise de l'eau), jusqu'à constatation et détérioration.

#### **b. Pour résine :**

- Test de séchage :

- on prépare un vernis
- on l'applique sur papier contraste
- on compte le temps de séchage

### **3. Analyses des peintures :**

Il consiste à contrôler la qualité du produit de façon régulière afin de vérifier sa conformité avec les spécifications internes. Au sein de la société MIDI peinture on contrôle le pH, la densité, la finesse, la viscosité et la teinte :

#### **➤ pH**

La plupart des produits à l'eau fabriquée doivent avoir un pH qui est basique généralement compris entre 8 et 9 et pour arriver à ce point dans MIDI peinture on ajoute des quantités précises de la base. La mesure se fait par un simple trempage du papier pH dans la peinture ou à l'aide d'un pH mètre.

#### **➤ la densité**

Principe : consiste à déterminer la masse d'un volume bien déterminé puis on calcule la densité par rapport à l'eau.

Appareillage : on utilise un densimètre qui suit les normes internationales, il s'agit d'un pycnomètre de 100 cm<sup>3</sup> et une balance très sensible.

Mode opératoire : on remplit le pycnomètre de peinture, on élimine l'excès et on le pèse puis on divise par 100 pour avoir la densité de l'échantillon qu'on analyse.

#### **➤ finesse**

Principe : cette caractéristique permet de déterminer le degré de dispersion des pigments et des charges dans une peinture.

Appareillage : on utilise la jauge de north qui comprend une rainure à faible pente graduée en micron. Une raclette en acier à bords biseautés.

Mode opératoire :

- a. Le produit est déposé dans la partie profonde au niveau zéro.
- b. On étale la peinture par la raclette sur toute la longueur des cannelures.



- c. Ensuite on effectue la lecture et on note la graduation où les agglomérats et les particules deviennent visibles.

Pour les peintures brillantes la finesse trouvée est compris entre 8 et 9.

Pour les peintures non brillantes, elle est inférieure à 6.

### ➤ la viscosité

La viscosité d'un fluide est la propriété à laquelle est due la résistance interne offerte par une portion quelconque de ce fluide lorsqu'il accuse un mouvement laminaire par rapport à une portion contiguë. Il existe différents types de viscosimètre absolus, principalement sont les viscosimètres à chute de billes, rotatifs et certains viscosimètres capillaires. Le laboratoire de MIDI peinture utilise un viscosimètre rotatif : viscosimètre de Krebs, et la mesure est exprimée en unité de Krebs (UK) ou en Tour par minute (Tr/min).

Principe : le viscosimètre Krebs permet la mesure de la viscosité ou de la consistance par la détermination du poids qui est nécessaire pour imprimer à l'agitateur normalisé à une vitesse donnée à température ambiante.

Cet instrument est muni d'un agitateur normalisé à deux ailettes, immergé dans le produit à tester.

Une charge variable est attachée à l'extrémité d'un câble fixé à un tambour d'enroulement.

Sous le poids de la charge, le câble se déroule sur une petite poulie et le tambour communique à l'agitateur un mouvement de rotation. Un compteur indique le nombre de tour par minute qu'on peut le convertir en unité Krebs (UK).

### ➤ la teinte

Cette caractéristique est contrôlée à l'aide d'un papier appelé : carte à contraste, cette carte est utilisée dans des essais comparatifs de la nuance et de la brillance.

Cette carte sert également pour la comparaison de deux échantillons du même produit fabriqué par MIDI peinture. Le premier qui est déjà contrôlé est considéré comme référence, le deuxième c'est le nouveau produit.

La comparaison se fait par l'application des deux peintures simultanément sur la même carte à contraste à l'aide d'un applicateur qui est une barre cylindrique revêtue d'un enroulement de fil d'acier inoxydable.

## 4. Analyse des vernis :

On utilise les mêmes analyses que pour les peintures tel que, la viscosité, la densité, et la teinte (si le vernis est teinté).



## *Chapitre 3 : Optimisation de la viscosité d'une peinture à l'eau par les plans d'expériences*





## Introduction

Dans le cadre d'une amélioration et d'une optimisation du procédé, nous avons décidé d'exploiter un volet important de notre formation qui est les plans d'expériences dans l'optimisation de la viscosité d'une peinture à l'eau, pour atteindre une qualité aussi bonne que possible.

L'étude a été faite à l'aide du logiciel NEMRODW, l'incontournable de la réalisation des plans d'expériences : système boîte noire qui a montré son efficacité en tant qu'outil informatique s'intégrant d'une façon révolutionnaire dans le domaine de la chimie analytique et procédurale, assurant ainsi une bonne optimisation des méthodes et des procédés de fabrication des produits industrialisés.

### I. Les plans d'expériences :

Les plans d'expériences permettent d'organiser au mieux les essais qui accompagnent une recherche scientifique ou des études industrielles. Ils sont applicables à de nombreuses disciplines et à toutes les industries, à partir du moment où l'on recherche le lien qui existe entre une grandeur d'intérêt  $y$ , et des variables,  $x_i$ . Il faut penser aux plans d'expériences si l'on s'intéresse à une fonction du type :

$$y = f(x_i)$$

Avec les plans d'expériences on obtient le maximum de renseignements avec le minimum d'expériences. Pour cela, il faut suivre des règles mathématiques et adopter une démarche rigoureuse. Il existe de nombreux plans d'expériences adaptés à tous les cas rencontrés par un expérimentateur. Les principes fondamentaux de cette science seront indiqués et les principaux plans seront passés en revue.

La compréhension de la méthode des plans d'expériences s'appuie sur deux notions essentielles, celle *d'espace expérimental* et celle de *modélisation mathématique* des grandeurs étudiées.

### 1. Notion d'espace expérimental

Un expérimentateur qui lance une étude s'intéresse à une grandeur qu'il se mesure à chaque essai. Cette grandeur s'appelle la **réponse**, c'est la grandeur d'intérêt. La valeur de cette grandeur dépend de plusieurs variables. Au lieu du terme «variable» on utilisera le mot **facteur**. La réponse dépend donc de un ou de plusieurs facteurs. Le premier facteur peut être représenté par un axe gradué et orienté. La valeur donnée à un facteur pour réaliser un essai est appelé **niveau**. Lorsqu'on étudie l'influence d'un facteur, en général, on limite ses variations entre deux bornes. La borne inférieure est le niveau bas. La borne supérieure est le niveau haut comme le montre la figure 2 ci-dessous.

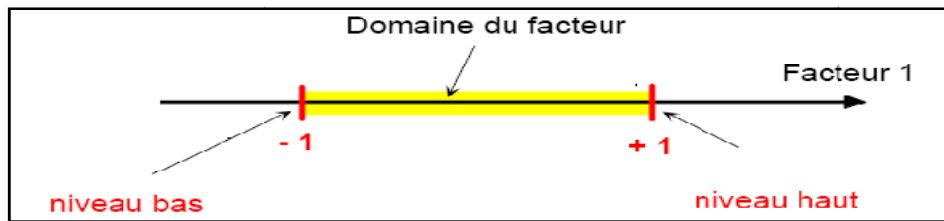


Figure 2: Domaine du facteur

L'ensemble de toutes les valeurs que peut prendre le facteur entre le niveau bas et le niveau haut, s'appelle le domaine de variation du facteur ou plus simplement le domaine du facteur.

On a l'habitude de noter le niveau bas par  $-1$  et le niveau haut par  $+1$ .

S'il y a un second facteur, il est représenté, lui aussi, par un axe gradué et orienté. On définit, comme pour le premier facteur, son niveau haut, son niveau bas et son domaine de variation. Ce second axe est disposé orthogonalement au premier. On obtient ainsi un repère cartésien qui définit un espace euclidien à deux dimensions. Cet espace est appelé l'espace expérimental.

Le niveau  $x_1$  du facteur 1 et le niveau  $x_2$  du facteur 2 peuvent être considérés comme les coordonnées d'un point de l'espace expérimental. Une expérience donnée est alors représentée par un point dans ce système d'axes, un plan d'expériences est représenté par un ensemble de points expérimentaux.

Le regroupement des domaines des facteurs définit le «*domaine d'étude ou le domaine expérimental*» (Figure 3). Ce domaine d'étude est la zone de l'espace expérimental choisie par l'expérimentateur pour faire ses essais. Une étude, c'est-à-dire plusieurs expériences bien définies, est représentée par des points répartis dans le domaine d'étude.

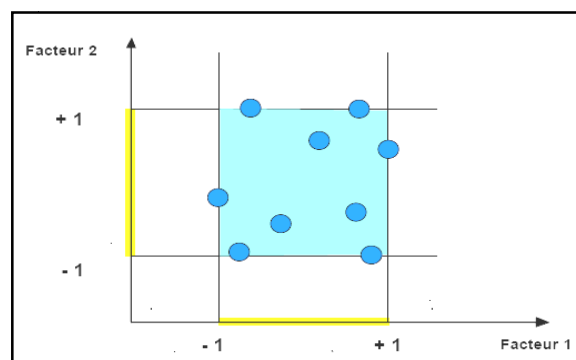


Figure 3 : Domaine d'étude ou domaine expérimental

## 2. La modélisation mathématique :

Elle consiste à chercher l'équation mathématique appelée « modèle » qui relie la réponse observée aux facteurs. Ce modèle a la propriété d'expliquer le phénomène observé et peut servir pour prédire même des essais qui ne sont pas réalisés.

$$y = a_0 + \sum a_i x_i + \sum a_{ij} x_i x_j + \dots + \sum a_{ii} x_i^2 + a_{ij\dots z} x_i x_j \dots x_z$$

- $Y$  est la réponse ou la grandeur d'intérêt. Elle est mesurée au cours de l'expérimentation et elle est obtenue avec une précision donnée.
- $x_i$  représente le niveau attribué au facteur  $i$  par l'expérimentateur pour réaliser un essai, cette valeur est parfaitement connue. On suppose même que ce niveau est déterminé sans erreur (hypothèse classique de la régression).
- $a_0, a_i, a_{ij}, a_{ii}$  sont les coefficients du modèle mathématique adopté à priori. Ils ne sont pas connus et doivent être calculés à partir des résultats des expériences.

## 3. Plans de criblage :

Ces plans sont conçus pour déterminer les facteurs les plus importants affectant une variable de réponse. La plupart de ces plans utilisent des facteurs à deux niveaux uniquement.

## 4. Notion de surface de réponse

Les niveaux  $x_i$  représentent les coordonnées d'un point expérimental et  $y$  est la valeur de la réponse en ce point. On définit un axe orthogonal à l'espace expérimental et on l'attribue à la réponse. La représentation géométrique du plan d'expériences et de la réponse nécessite un espace ayant une dimension de plus que l'espace expérimental. Un plan à deux facteurs utilise un espace à trois dimensions pour être représenté : une dimension pour la réponse, deux dimensions pour les facteurs.

A chaque point du domaine d'étude correspond une réponse. A l'ensemble de tous les points du domaine d'étude correspond un ensemble de réponses qui se localisent sur une surface appelée la surface de réponse.

Le nombre et l'emplacement des points d'expériences est le problème fondamental des plans d'expériences. On cherche à obtenir la meilleure précision possible sur la surface de réponse tout en limitant le nombre d'expériences (figure4).

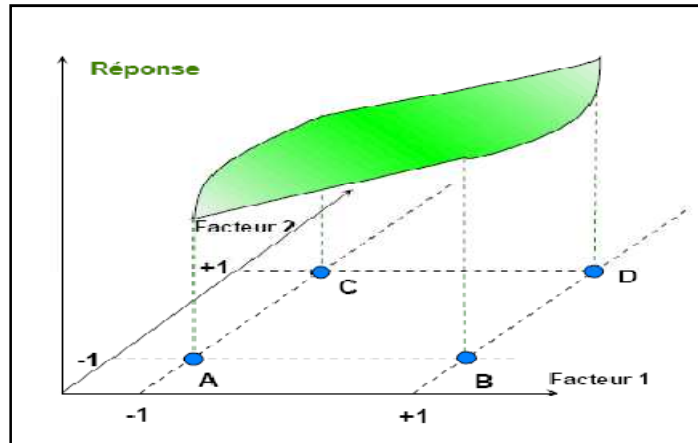


Figure 4: la surface de réponse

## 5. Démarche méthodologique :

La mise en œuvre d'un plan d'expérience pour étudier la surface de réponse d'un système expérimental et trouver un optimum peut se résumer selon la procédure suivante:

- 1- Définir le problème à étudier.
- 2- Sélectionner la réponse et les facteurs contrôlables.
- 3- Définir le domaine expérimental, en fixant les niveaux des facteurs sélectionnés..
- 4- Choisir un modèle.
- 5- Choisir un plan d'expérience tenant compte des conditions propres au problème à traiter.
- 6- Réaliser les essais.
- 7- Traiter les données par un logiciel adéquat.
- 8- Interpréter la validité du modèle postulé et la significativité des coefficients.
- 9- Sélectionner les coefficients significatifs si le modèle est validé.
- 10- Prédire les niveaux des facteurs à l'optimum.
- 11- Faire un essai complémentaire en appliquant les valeurs optimales des facteurs pour valider les conclusions.

## II. Partie expérimentale

### A. Objectif de l'étude :

Le but de cette étude est d'ajuster les facteurs agissant la viscosité d'une peinture à l'eau « MIDI Nyl ».

Pour répondre à cette problématique, nous avons utilisé la méthodologie des surfaces de réponse, qui sera précédée par une étude de criblage pour éliminer les facteurs qui n'ont pas d'influence sur la réponse.

## B. Mise en place des paramètres d'étude

### 1. Choix des facteurs

Nous avons choisis 5 paramètres et nous avons aussi fixé les différents domaines de variation des ces paramètres, le tableau 2 montre les différents facteurs ainsi que les niveaux de chacun de ces facteurs.

Facteurs	Nombre de niveaux	Niveaux	Unité
L'eau	2	100	g
		300	
Agent dispersant	2	0	g
		4	
Agent mouillant	2	0	g
		2	
Agent épaississant	2	0	g
		10	
Emulsion	2	50	g
		200	

Tableau 2 : Facteurs fixés et leurs domaines de variation

### 2. Choix des réponses

La réponse à optimiser est la viscosité de la peinture à l'eau.

Nous souhaitons une réponse « viscosité » égale à 20 tr/min.

Le tableau 3 montre la réponse ciblée :

	Réponse	Unité
Y1	La viscosité	Tr/min

Tableau 3: Réponse étudiée

## C. Étude de criblage

### 1. Stratégie

Dans le cas de cinq paramètres, il est nécessaire d'en faire une étude de criblage. Cette étude permettra de confirmer, sans ambiguïté, l'importance de l'influence de ces paramètres sur la viscosité. Nous allons adopter le plan de **Plakett-Burman**. Ce plan exige huit essais pour cinq facteurs.

#### a. Caractéristiques du problème

Le tableau 4 représente les caractéristiques du problème

Objectif de l'étude	Étude de Criblage
Nombre de variables	5
Nombre d'expériences	8
Nombre de coefficients	6
Nombre de réponses	1

Tableau 4 : caractéristiques du problème

#### b. Modèle postulé

$$Y = b_0 + b_1 * X_1 + b_2 * X_2 + b_3 * X_3 + b_4 * X_4 + b_5 * X_5$$

C'est un modèle de premier degré sans interaction.

#### c. Matrice d'expériences

Le tableau 5 présente la matrice d'expériences à réaliser

N°Exp	X1	X2	X3	X4	X5
1	1	1	1	-1	1
2	-1	1	1	1	-1
3	-1	-1	1	1	1
4	1	-1	-1	1	1
5	-1	1	-1	-1	1
6	1	-1	1	-1	-1
7	1	1	-1	1	-1
8	-1	-1	-1	-1	-1

Tableau 5: Matrice d'expériences

#### d. Plan d'expérimentation

Le tableau 6 illustre le passage des valeurs codées aux valeurs réelles, ainsi que la réponse mesurée.

N°Exp	Rand	EAU	Agent Dispersant	Agent Mouillant	Agent Epaississant	Emulsion	Viscosité
		g	g	g	g	g	tr/min
1		300	4	2	0	200	23.00
2		100	4	2	10	50	18.00
3		100	0	2	10	200	21.00
4		300	0	0	10	200	30.00
5		100	4	0	0	200	17.00
6		300	0	2	0	50	18.00
7		300	4	0	10	50	22.00
8		100	0	0	0	50	12.00

Tableau 6 : Plan d'expérimentation

## 2. Analyse des résultats du plan de criblage

L'objectif de cette étude est de voir, parmi les paramètres étudiés, ceux qui ont une influence assignable sur la réponse.

### a. Analyse des effets des paramètres

Le plan choisi pour cette étude est un plan de Plackett et Burman, le modèle postulé à priori est un modèle linéaire de premier degré sans interaction. Le graphe des effets montre clairement que la Quantité d'eau, de l'épaississant et de l'émulsion influencent significativement sur la viscosité de la peinture. Les autres paramètres affectent peu cette réponse.



Figure 5 : Effets Pareto individuels

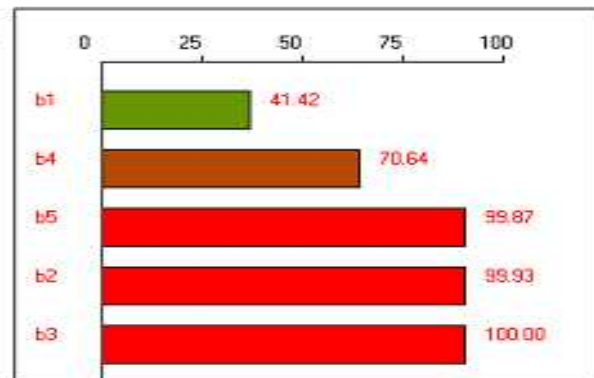


Figure 6 : Effets Pareto cumulés

### 3. Conclusions

Suite à l'analyse des résultats de ce plan de criblage nous constatons que :

La quantité de l'eau, la quantité de l'agent épaississant et la quantité de l'émulsion ont une influence sur la viscosité plus que les deux autres facteurs (agent mouillant et agent dispersant).

Les résultats sont confirmés par l'analyse de Pareto. En effet, les deux paramètres (X1, X4 et X5) influencent la viscosité à hauteur de 99,87%.

### D. Plan d'optimisation

Suite à une large discussion sur les résultats du plan de criblage, notre choix s'est porté, pour la suite de ce travail, sur un plan de surface de réponse.

#### 1. Objectif de l'étude

L'objectif de l'étude est d'optimiser la viscosité d'une peinture à l'eau.

#### 2. Paramètres

Le domaine d'opérabilité est regroupé dans le tableau 7 ci-dessous :

	Facteur	Unité	Centre	Pas de variation
U1	eau	g	200	100.0000
U2	agent épaississant	g	5	5.0000
U3	émulsion	g	125.0000	75.0000


Tableau 7: Facteurs et leurs domaines de variation





### 3. Réponse

Nous avons retenu la même réponse de l'étude de criblage des paramètres, à savoir :

 Y : la viscosité (tr/min)

### 4. Stratégie

Nous proposons pour cette étude un modèle de second degré. Notre choix s'est porté sur un plan Box-Behnken pour sa compatibilité avec les conditions expérimentales de notre étude ainsi pour ses différents avantages notamment :

- Un nombre raisonnable d'expérience ;
- Un réglage facile des différents paramètres ;

Ce plan nécessite 12 essais. Nous ajouterons 3 essais pour évaluer l'erreur expérimentale et faire une analyse de la variance du modèle postulé à priori, ce qui porte le nombre des essais à 15 essais.

#### a. Caractéristiques du problème

Les caractéristiques du problème sont regroupées dans le tableau 8 ci-dessous

Objectif de l'étude	Étude dans un domaine expérimental: Surface de Réponses
Nombre de variables	3
Nombre d'expériences	15
Nombre de coefficients	10
Nombre de réponses	1

Tableau 8: caractéristiques du problème

#### b. Modèle mathématique

Le modèle mathématique postulé est un modèle quadratique avec interaction

$$Y = b_0 + b_1 * X_1 + b_2 * X_2 + b_3 * X_3 + b_{11} * (X_1 * X_1) + b_{22} * (X_2 * X_2) + b_{33} * (X_3 * X_3) + b_{12} * (X_1 * X_2) + b_{13} * (X_1 * X_3) + b_{23} * (X_2 * X_3)$$

### c. Matrice d'expériences

La matrice d'expériences est représentée par le tableau 9 suivant :

N°Exp	X1	X2	X3	Y1
1	-1.0000	-1.0000	0.0000	15.00
2	1.0000	-1.0000	0.0000	19.00
3	-1.0000	1.0000	0.0000	17.00
4	1.0000	1.0000	0.0000	22.00
5	-1.0000	0.0000	-1.0000	14.00
6	1.0000	0.0000	-1.0000	20.00
7	-1.0000	0.0000	1.0000	21.00
8	1.0000	0.0000	1.0000	25.00
9	0.0000	-1.0000	-1.0000	17.00
10	0.0000	1.0000	-1.0000	24.00
11	0.0000	-1.0000	1.0000	23.00
12	0.0000	1.0000	1.0000	23.00
13	0.0000	0.0000	0.0000	21.00
14	0.0000	0.0000	0.0000	18.00
15	0.0000	0.0000	0.0000	20.00

**Tableau 9: Matrice d'expériences**

#### d. Plan d'expérimentation

Le tableau 10 suivant donne le plan des expériences réalisé dans l'ordre aléatoire recommandé:

N°Exp	eau	Agent épaississant	émulsion	viscosité
	g	g	g	tr/min/kg
1	100.0000	0.0000	125.0000	15.00
2	300.0000	0.0000	125.0000	19.00
3	100.0000	10.0000	125.0000	17.00
4	300.0000	10.0000	125.0000	22.00
5	100.0000	5.0000	50.0000	14.00
6	300.0000	5.0000	50.0000	20.00
7	100.0000	5.0000	200.0000	21.00
8	300.0000	5.0000	200.0000	25.00
9	200.0000	0.0000	50.0000	17.00
10	200.0000	10.0000	50.0000	24.00
11	200.0000	0.0000	200.0000	23.00
12	200.0000	10.0000	200.0000	23.00
13	200.0000	5.0000	125.0000	21.00
14	200.0000	5.0000	125.0000	18.00
15	200.0000	5.0000	125.0000	20.00

**Tableau 10: Plan d'expérimentations**

## e. Interprétation des résultats

### i. Analyse de la variance

Le tableau 11 suivant montre les résultats de l'analyse de la variance de la réponse

Source de variation	Somme des carrés	Degrés de liberté	Carré moyen	Rapport	Signif
Régression	137.5167	9	15.2796	6.6918	<u>2.67</u> *
Résidus	11.4167	5	2.2833		
Validité	6.7500	3	2.2500	0.9643	<u>54.4</u>
Erreur	4.6667	2	2.3333		
Total	148.9333	14			

Tableau 11: analyse de la variance de la réponse « viscosité »

D'après le tableau de l'analyse de la variance (Tableau 11), nous pouvons conclure que:

L'ANNOVA 1 montre que la régression explique bien le phénomène étudié puisque la signification du risque est inférieure à 5.

L'ANNOVA 2 montre que le modèle fait moins d'erreurs que l'expérimentation puisque la signification du risque est supérieure à 5, il est donc prédictif.

### ii. Estimations et statistiques des coefficients :

Le tableau suivant représente l'écart type sur la réponse et les deux coefficients de corrélation

Ecart Type de la réponse	1.511
R2	<u>0.923</u>
R2A	<u>0.785</u>

Tableau 12 : coefficients de corrélation et écart type de la réponse

Le coefficient de corrélation est suffisant, alors que celui ajusté est légèrement insuffisant. Ces deux coefficients ont la même signification. Ils mesurent la quantité de la variation autour

de la moyenne expliquée par le modèle et indiquent la qualité de l'ajustement du modèle aux valeurs expérimentales.

### iii. Les résidus :

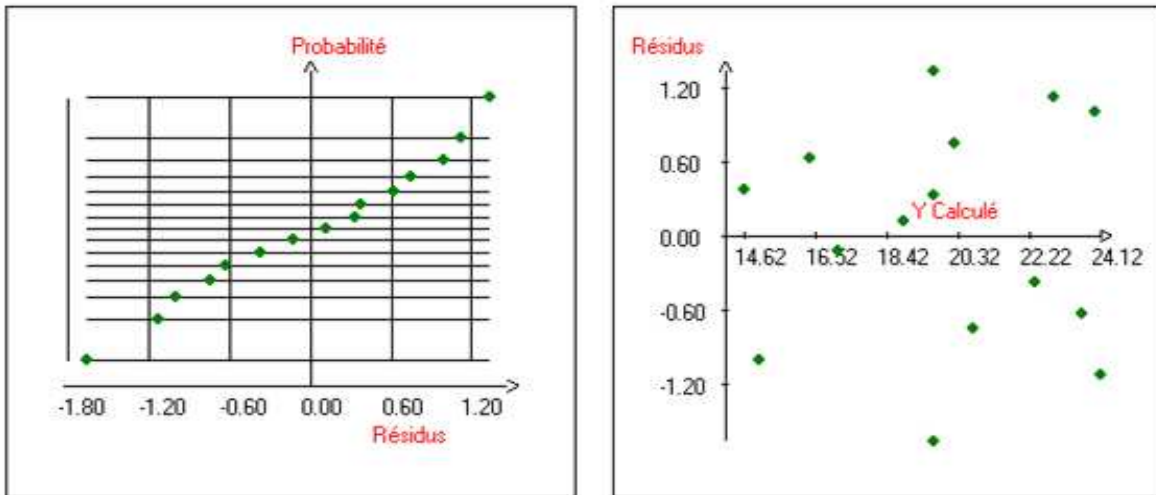


Figure 7 : Étude des résidus de la réponse (viscosité)

La figure 7 montre que les résidus sont distribués de façon aléatoire autour de zéro, et distribués normalement sur la droite d'Henry.

Donc, en plus de l'analyse de la variance et le coefficient de détermination les résidus vérifient les deux conditions qui permettent de valider le modèle postulé.

### iv. Effets des facteurs :

Les effets des facteurs sont regroupés dans le tableau suivant:

Nom	Coefficient	Signif. %
b0	19.667	<b><u>&lt; 0.01 ***</u></b>
b1	2.375	<b><u>0.732 **</u></b>
b2	1.500	<b><u>3.75 *</u></b>
b3	2.125	<b><u>1.11 *</u></b>
b11	-1.583	9.9
b22	0.167	83.4
b33	1.917	5.8

b12	0.250	75.0
b13	-0.500	54.2
b23	-1.750	6.7

**Tableau 13 : Tableau des effets du modèle de la réponse  
« viscosité »**

Seuls les coefficients b0, b1, b2 et b3 sont conservés dans l'équation du modèle, pour lesquels le test de Student a donné une valeur inférieure au seuil de signification 5.

Les effets les plus faibles sont ceux des interactions, car ils ne sont pas significativement différents de zéro (valeurs de test de Student supérieures à 5).

**La réaction du modèle :  $Y=19.667 + 2.375 * X1 + 1.500 * X2 + 2.125 * X3$**

#### v. Vérification du modèle par des points tests

Le modèle postulé a priori est validé statistiquement. Pour le vérifier expérimentalement afin de l'exploiter pour une éventuelle prédiction, nous allons tester ce modèle via des points tests. A ce sujet nous avons effectué plusieurs essais Le tableau suivant donne le résultat expérimental et le résultat théorique donné par le modèle.

Coordonnées du point expérimental			Réponse : « Viscosité »	
X1	X2	X3	Y Prédite	Y Exp
284,9989	6,0434	125	20,91±0,86	21,5

**Tableau 14: Valeurs expérimentales et prédites pour le point test**

Les résultats mentionnés sur le tableau montrent sans ambiguïté qu'il n'y a pas de différence significative entre la réponse expérimentale et celle prédite.

#### vi. La fonction désirabilité :

Variable	Valeur	Facteur	Valeur
X1	-0.175715	eau	182.4285
X2	0.580130	Agent épaississant	7.9007
X3	-0.100909	emulsion	117.4318



**Tableau 15 : Coordonnées du maximum**

Réponse	Nom de la réponse	Valeur	di %	Poids	di min %	di max %
Y1	viscosité	20.00	100.00	1	69.78	100.00
	DESIRABILITE		100.00		69.78	100.00

**Tableau 16 : Caractéristiques du maximum**

La fonction désirabilité élémentaire est construite afin de combiner les attentes individuelles de chaque réponse.

Le point qui maximisera la fonction de désirabilité a comme coordonnées (-0.175715, 0.580130, -0.100909).

Donc pour que la viscosité soit égale à 20 tr/min on doit choisir les quantités suivantes :

Quantité d'eau = 182.4285g

Quantité d'agent épaississant = 7.9007g

Quantité de l'émulsion = 117.4318 g



## *Chapitre 4 : Etude de la stabilité d'une peinture à l'eau*





S'agissant d'un produit industriel très important dans notre vie, il était très important pour nous après une optimisation de la viscosité de pouvoir compléter notre stage par une deuxième étude portant sur la stabilité.

## 1. Objectif :

L'objectif des tests de stabilité réside dans le fait d'évaluer le comportement de la peinture à l'eau après stockage à une température définie.

La stabilité est mesurée par l'évolution de la viscosité avec le temps.

## 2. tests de conservation de la peinture:

Les tests de conservation qu'on a effectuée dans le laboratoire portent essentiellement sur trois points distincts :

- La fabrication au sein de laboratoire
- La mise en conservation
- Mesure de la viscosité

### a. Fabrication :

On a fabriqué deux échantillons de 1kg avec les quantités déjà déterminées dans la partie de la fonction désirabilité.

### b. mise en conservation :

Stocker un échantillon en étuve à 45°C et laisser l'autre à une température ambiante.

### c. mesure de la viscosité:

mesurer la viscosité des deux échantillons chaque 24h.

## 3. résultats obtenus :

Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau suivant :

jour	Viscosité (tr/min) à TA	Viscosité (tr/min) à 45°C
1	21,5	22
2	22,5	21
3	22,5	20,5
4	21	15
5	21,5	13
6	19	11

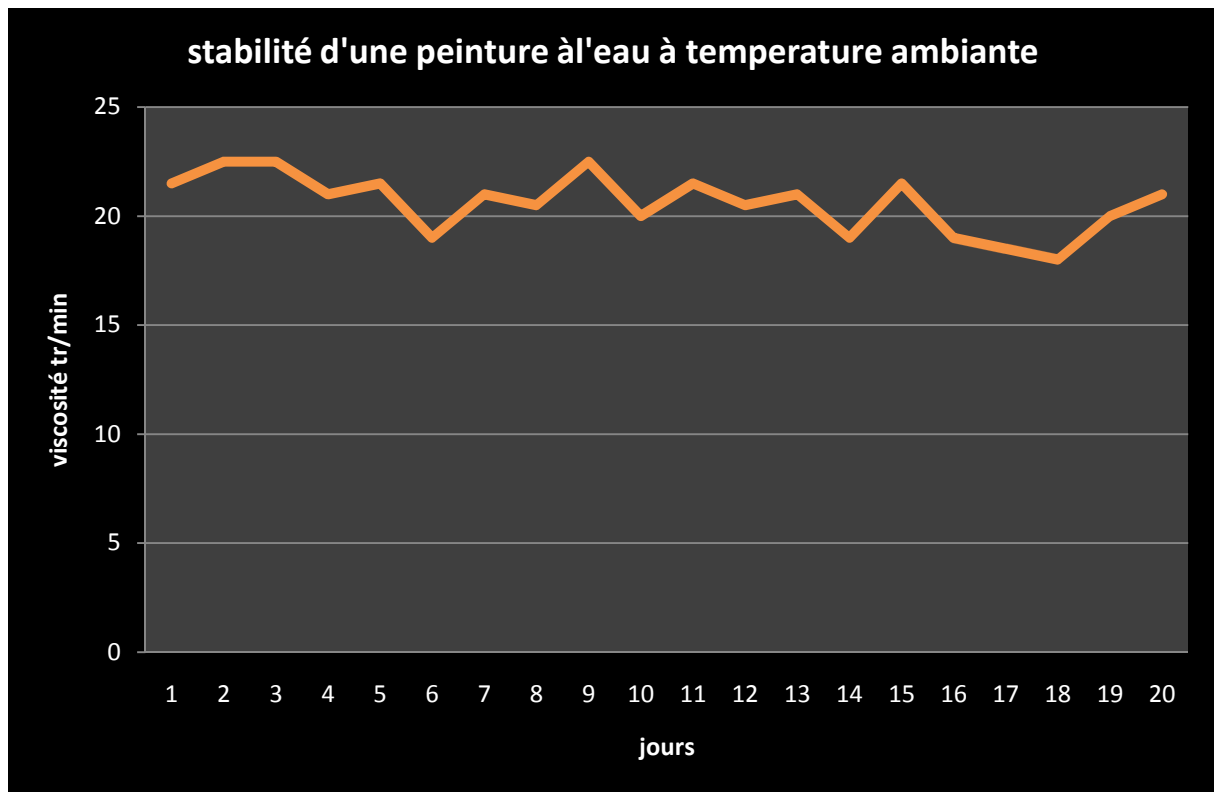


<b>7</b>	<b>21</b>	<b>9,5</b>
<b>8</b>	<b>20,5</b>	<b>7</b>
<b>9</b>	<b>22,5</b>	<b>5,5</b>
<b>10</b>	<b>20</b>	<b>5</b>
<b>11</b>	<b>21,5</b>	<b>2,5</b>
<b>12</b>	<b>20,5</b>	<b>2,5</b>
<b>13</b>	<b>21</b>	<b>1</b>
<b>14</b>	<b>19</b>	<b>1</b>
<b>15</b>	<b>21,5</b>	<b>1</b>
<b>16</b>	<b>19</b>	<b>0,5</b>
<b>17</b>	<b>18,5</b>	<b>0,5</b>
<b>18</b>	<b>18</b>	<b>0,5</b>
<b>19</b>	<b>20</b>	<b>0,5</b>
<b>20</b>	<b>21</b>	<b>0,5</b>
<b>moyenne</b>	<b>20,6</b>	<b>7</b>
<b>min</b>	<b>18</b>	<b>0,5</b>
<b>max</b>	<b>22,5</b>	<b>22</b>

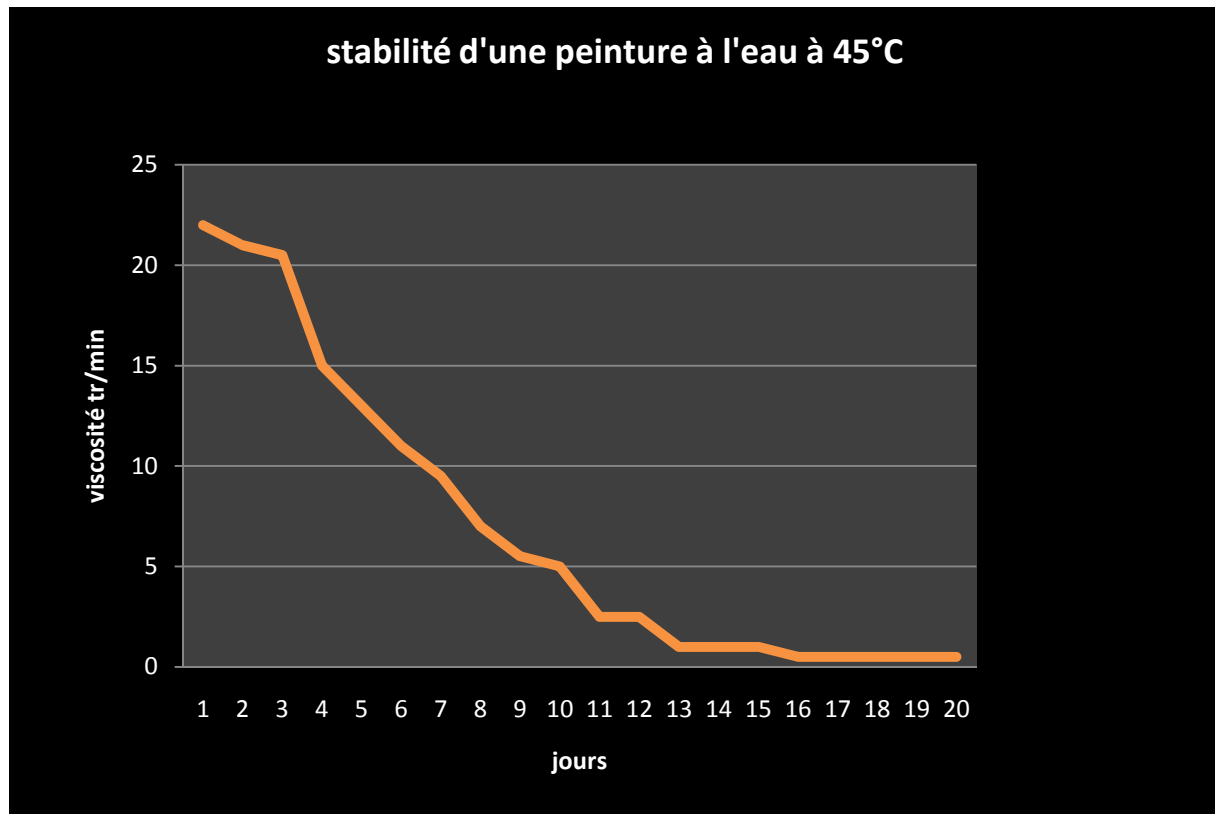
Tableau 17



Le graphe ci-dessous montre la variation de la viscosité de la peinture étudiée à température ambiante :



Le graphe suivant montre la variation de la viscosité de la peinture étudiée à 45°C



#### 4. Interprétation :

Cette opération est effectuée dans le but de soumettre le produit fini à un certain nombre de conditions difficiles, notamment la température, des conditions auxquelles il peut être exposé chez le distributeur, et dans un but de pouvoir tester sa résistance autrement dit sa préservation de toutes ses caractéristiques et de ses qualités.

La lecture des courbes analytiques nous permet de tirer quelques interprétations :

La peinture à l'eau stockée à une température ambiante :

- la moyenne égale à 20,6 ~20 (la valeur de la viscosité désirée).
- la viscosité varie entre [18tr/min ; 22,5tr/min] c'est-à-dire elle est incluse dans l'intervalle [15tr/min ; 25tr/min].

Donc on peut dire que la viscosité de la peinture à l'eau à une température ambiante est stable.

La peinture à l'eau stockée à une température de 45°C :



- la moyenne égale à  $7 \lll 20$  (la valeur de la viscosité désirée).
- chute de la viscosité avec le temps.

Donc on peut conclure que la viscosité est instable à 45°C.

Au vu de ces résultats, on peut déduire que si en soumettant la peinture à une élévation de température (45°C), elle peut présenter des données analytiques non acceptables avec le temps, cela veut dire que le produit perd ses caractéristiques et par conséquent, il devient non applicable. Donc il y a un risque de voir le produit distribué revenir de chez les clients en cas de mauvaises conditions de stockage.



## *Conclusion générale*



Ce travail rentre dans le cadre de mon projet de fin d'étude à la société MIDI peinture est caractérisé par l'utilisation d'un ensemble d'outils de statistique & qualité. En particulier les plans d'expériences qui prouvent, davantage, leur perfectionnement. Les études ainsi réalisées ont permis :

✚ D'optimiser la viscosité d'une peinture à l'eau, l'optimisation a été faite par les plans d'expériences et a comporté les étapes suivante :

- La mise en place des paramètres d'études.

La réponse à étudier est:

- La viscosité de MIDI Nyl.

Le criblage des facteurs, ce qui nous a permis de préciser ceux qui ont une influence sur la réponse considérée. On n'a gardé que trois facteurs (l'eau, l'agent épaississant, l'agent émulsifiant).

L'étude d'optimisation a permis grâce au plan Box-Behnken de donner les modèles mathématiques qui expliquent le phénomène étudié, permettant ainsi grâce à la fonction desirabilité de trouver la région du domaine d'étude où la viscosité de la peinture est égale à 20tr/min.

✚ D'évaluer le comportement de la peinture à l'eau MIDI Nyl après stockage à une température définie.



## *Bibliographie*





- **Les Plans D'Expériences « Jacques GOUPY »**
- **Introduction aux plans d'expériences « Jaques GOUPY et Lee Creighton »**
- **Guide méthodologique pour l'évaluation des incidences sur l'environnement  
« peintures et vernis »**
- **Aide mémoire technique « peinture en phase aqueuse (ou peinture à l'eau) :  
composition, risque toxicologique, mesures de prévention »**

