

Embellir et protéger

Formulation d'une peinture de façade

JIREC 2015 – Atelier formulation



Maisons à la Havane (Cuba)

La société qui vous emploie est un grand fabricant de peintures, destinées aussi bien au grand public qu'aux professionnels (peintres/décorateurs, promoteurs immobiliers, etc.). Votre marque jouit d'une excellente réputation, mais depuis quelques années, la concurrence est rude ! D'autres fabricants dans le monde sont en effet désormais capables de proposer à très bas coût des produits similaires aux vôtres. Afin de se démarquer, votre société a adopté une stratégie axée sur l'innovation et la performance. C'est dire si votre rôle au sein du laboratoire « pilote » est central ! D'autant plus que vous venez d'accepter de devenir l'assistant du responsable de ce laboratoire, lui-même docteur en chimie organique et macromoléculaire. Vous dirigez désormais une équipe constituée de trois techniciens et d'un applicateur (peintre professionnel).

Vos missions :

- Concrétiser les idées de votre responsable
- Adapter les formules pour la fabrication à grande échelle
- Améliorer les gammes existantes
- Conseiller les clients

Voici les grandes lignes du projet en cours :

- Mise au point d'une peinture de façade acrylique écorespectueuse, antigraffiti, autonettoyante
- Recherche d'une rhéologie optimale pour cette peinture
- Analyse des retours de clients

Le cahier des charges retenu est le suivant :

Performances techniques		Exigences réglementaires	
Pouvoir opacifiant à 150 µm humides	> 95 %	Taux de COV	0 g.L ⁻¹
Brillant à 60°	45 ± 5 ub	Matières premières écorespectueuses	
Résistance à l'abrasion sèche, 100 T	< 20 mg		
Résistance à l'abrasion humide	> 2000 a/r		
Dureté Persoz, 20°C	> 60 s		
Extrait sec massique (1h30, 165°C)	50 ± 1 %		
Application / mise en œuvre		Contraintes économiques	
Viscosité Brookfield, 10T/min, 20° C	3000 ± 200 mPa.s	Prix, 1L	< 10 €
Viscosité apparente 1000 s ⁻¹ , 20° C	1700 ± 200 mPa.s	Produit monocouche	
Résistance à la coulure	> 150 µm		
Temps de séchage, 20°C, 50% HR	< 30 min		

1. Formulation de la peinture de façade

La première étape de votre travail est de mettre au point une formule d'orientation, c'est-à-dire un « prototype » de la peinture à fabriquer. Celle-ci fera ensuite l'objet d'ajustements afin d'optimiser ses différentes propriétés.

Vous trouverez en annexe différents documents vous permettant de faire les bons choix !

Travail à réaliser :

- 1.1. Parmi les liants proposés dans le document 1, choisissez celui qui vous semble le plus adapté pour l'application envisagée.
- 1.2. Quel pigment allez-vous sélectionner parmi les deux choix proposés ?
- 1.3. Sélectionnez une charge parmi celles qui vous sont proposées.
- 1.4. Sélectionnez 4 additifs pertinents pour cette formulation.
- 1.5. Sachant que la valeur de la CPVC est de 60 %, à quelle CPV devra-t-on formuler cette peinture pour obtenir le brillant souhaité ? Vous choisirez l'une des trois valeurs suivantes et motiverez votre choix : 10 % - 40 % - 80 %. Le document 2 de l'annexe indique l'évolution des propriétés des films en fonction du rapport CPV/CPVC.
- 1.6. Déterminer la formule massique de cette peinture, ramenée à 100g, en vous aidant des indications suivantes :
 - Pour réaliser le calcul, on se fixera comme point de départ un volume sec de peinture de 100 mL
 - La composition volumique des pulvérulents est la suivante :
Pigment : 25 %
Charge : 75 %
 - Les calculs seront réalisés pas à pas, en complétant le tableau ci-dessous

Tableau à compléter :

Matières premières		Volumes	Masses	% massiques
Liant	Sec			
	Total			
Dioxyde de titane				
Carbonate de calcium				
Additif 1				
Additif 2				
Additif 3				
Additif 4				
Eau				
TOTAL				

- 1.7. Proposez 3 matières premières supplémentaires, susceptibles d'améliorer les performances de cette peinture.

2. Recherche d'une rhéologie optimale



Les exigences concernant la rhéologie des peintures bâtiment sont très fortes. Sur ce plan, votre produit doit être irréprochable ! Il doit à la fois posséder de bonnes performances techniques (garnissant, tendu), mais en plus être agréable et pratique à utiliser.

Pour optimiser la rhéologie, vous décidez d'utiliser comme référence la peinture d'un concurrent. Votre peinture et la peinture témoin sont confiées à l'applicateur « en aveugle » (il ne sait pas quelle peinture il applique). Voici ses retours sur la formule que vous avez fabriquée :

- Mauvaise tenue en pot : la peinture sédimente en quelques jours
- Tendance du produit à goutter lors du transfert vers le support
- Onctuosité insuffisante : lors de son mélange, le manque de résistance de la peinture ne donne pas l'impression d'un produit qualitatif
- Problème de garnissant : la quantité déposée lors de l'application est insuffisante pour permettre un bon pouvoir opacifiant
- Coulures après application

L'étude rhéologique comparée, réalisée par l'un de vos collaborateurs, donne les résultats suivants :

Mesure	Peinture formulée	Peinture de référence
Viscosité Brookfield 10 rpm (Pa.s)	0.9	4
Seuil d'écoulement avant cisaillement (Pa)	0.8	4
Seuil d'écoulement après cisaillement (Pa)	0.5	2
Viscosité apparente à 1000 s^{-1} (cP)	200	400

- 2.1. Quelles mesures permettent d'expliquer la mauvaise tenue en pot, ainsi que le problème de gouttes lors du transfert ?
- 2.2. Quelles mesures permettent d'expliquer le problème de garnissant ?
- 2.3. Quelles mesures permettent d'expliquer les coulures ?
- 2.4. Quel type de mesure faudrait-il faire pour rendre compte du problème d'onctuosité ?
- 2.5. Quelles informations importantes faudrait-il préciser pour que ces résultats puissent être tout à fait fiables ?

Pour corriger tous ces défauts, votre première idée est d'employer l'épaississant Viscoatex 730 (voir fiche technique en annexe, document 3). Celui-ci est ajouté (en post-addition) à votre peinture formulée. Conformément aux prescriptions de la fiche technique, vous réalisez ensuite une neutralisation à l'aide d'une solution d'ammoniac à 30 %. Problème : des grumeaux apparaissent alors, apparemment impossible à faire disparaître !

- 2.6. Justifiez le choix du Viscoatex 730. Décrivez son mode d'action, en précisant notamment le rôle de l'ammoniac.
- 2.7. Quels autres épaississants, parmi ceux proposés en annexe, aurait-on pu choisir ?
- 2.8. Quelle peut-être selon vous la cause d'apparition des grumeaux ?
- 2.9. Proposez un mode opératoire plus judicieux pour l'incorporation de cet épaississant.

Après correction du mode opératoire, l'épaississant apporte pleine satisfaction : l'aspect en pot est bien homogène, et les problèmes de sédimentation, de gouttes, et de coulures sont corrigés. Mais le résultat ne vous paraît pas encore satisfaisant : la peinture est un peu trop gélifiée, ce qui rend difficile l'alimentation de l'outil d'application. Par ailleurs, aucun progrès notable n'a été constaté pour le garnissant.

- 2.10. Les problèmes constatés étaient-ils prévisibles ? Expliquez.
- 2.11. Pour résoudre le problème, il peut être judicieux d'utiliser le Viscoatex 730 en plus petite quantité, et de

compléter son action avec un second épaississant. Lequel choisiriez-vous dans la liste proposée en annexe (document 4) ? Justifiez.

Le mélange d'épaississant corrige apparemment tous les problèmes constatés. Vous réalisez néanmoins une nouvelle étude comparative pour conforter vos choix. Celle-ci donne les résultats suivants :

Mesure	Peinture formulée	Peinture de référence
Viscosité Brookfield 10 rpm (Pa.s)	5	4
Seuil d'écoulement avant cisaillement (Pa)	6	4
Seuil d'écoulement après cisaillement (Pa)	5	2
Viscosité apparente à 1000 s ⁻¹ (cP)	600	400

2.12. A quel problème peut-on éventuellement s'attendre ici ?

3. Sur le terrain ...

Votre produit vit maintenant sa propre vie. Il y a quelques mois, un « lot test » a été fabriqué, et des échantillons ont été envoyés à quelques-uns de vos clients pour faire un premier retour d'expérience. Voici les impressions que vous avez pu recueillir :



Premier client :

« La prise en main du produit est très agréable, la peinture s'applique aisément et offre un beau rendu. Nous avons voulu tester les propriétés antigraffiti, et apparemment cela fonctionne ! »

« J'ai néanmoins constaté quelques problèmes : Sur l'un des chantiers, j'ai observé un problème de reprise : on voit la jonction entre la partie peinte avant notre pause, et celle que nous avons ajoutée par la suite. Par ailleurs, il semble qu'il y ait quelques problèmes d'adhérence ... par endroits, j'ai pu apercevoir que de petites cloques se forment. »



Second client :

« Le pouvoir couvrant de ce produit est particulièrement bon, malgré un prix modéré. Il s'agit d'un véritable produit monocouche, qui nous fera gagner du temps, d'autant que le séchage est relativement rapide. »

« En revanche, j'ai observé un problème de farinage au bout de plusieurs semaines, sur un mur très exposé au soleil. »

- 3.1. Quelle est votre analyse du problème de reprise ? Quelles améliorations peut-on apporter à la formule pour corriger cela ?
- 3.2. Comment expliquer que seul l'un des deux clients se plaint d'un manque d'adhérence ? Votre produit doit-il être forcément incriminé ? Quels tests pourriez-vous mettre en œuvre pour convaincre le client que votre produit est hors de cause ?
- 3.3. Quelle est la cause du farinage ? Comment remédier à ce problème ?

ANNEXE

Document 1 : Matières premières pour la formulation

Liants

Bayhydrol U 475	Polyol en dispersion aqueuse	Extrait sec massique : 75 % Densité sèche : 1,1 teneur en hydroxyle : 1,1 % sur la résine sèche
Primal EC2848	Dispersion aqueuse de polymère acrylique, réticulable en surface à la lumière	Extrait sec massique : 60 % Densité sèche : 1,04 Tg = -35°C
Bayhydur 3100, dilué à 75 % dans l'eau	Polyisocyanate en dispersion aqueuse	Extrait sec massique : 75 % Densité sèche : 1,16 Teneur en NCO : 17,4 % sur la résine solide
Coporob 2426 HV	Résine glycérophtalique en solution dans le white spirit	Extrait sec massique : 50 % Densité sèche : 1,06 Teneur en huile : 63 %
Rhodopas AVD 900	Dispersion aqueuse de polymère acrylique	Extrait sec massique : 50 % Densité sèche : 1,02 Tg = 20°C

Pigments et charges

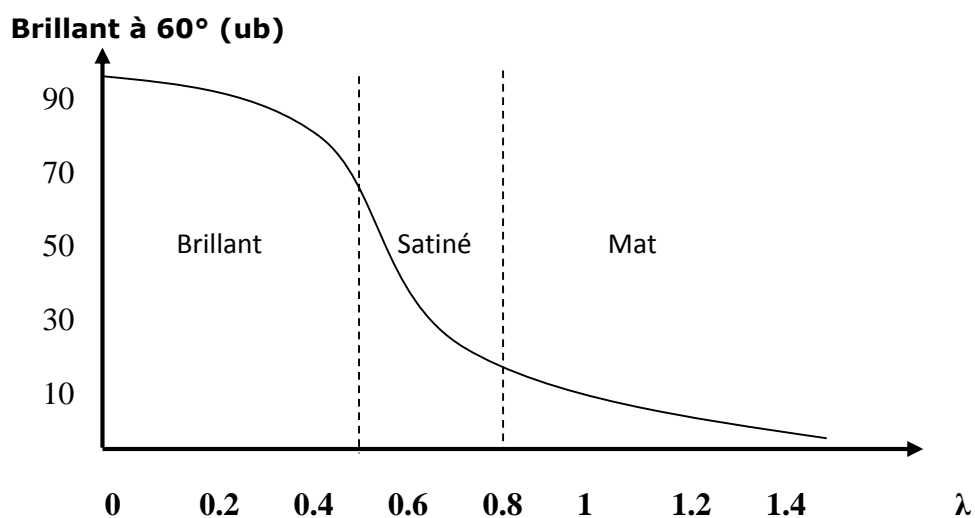
Tioxide HRC 1	Dioxyde de titane anatase	Densité : 3,85 Prise d'huile : 18 %
Kronos 2190	Dioxyde de titane rutile, traité à l'alumine	Densité : 4,1 Prise d'huile : 21 %
Durcal 5	Carbonate de calcium (charge)	Densité : 2,75 Prise d'huile : 15% Diamètre de particule moyen : 5 µm Répartition granulométrique comprise entre 2 et 25 µm
BMP C200	Dolomie (charge)	Densité : 2,8 Prise d'huile : 15% Diamètre de particule moyen : 80 µm Répartition granulométrique comprise entre 10 et 160 µm

Additifs

Additol VXW 6210	Antimousse	Dosologie : 0.5 % sur la masse totale de peinture
Borchers Dry 0133	Mélange de siccatifs	Dosologie : 5% en masse sur le liant sec
Additol VXW 6208	Agent dispersant pour pigments inorganiques ; taux de matière active dans le produit livré : 50 %	Dosologie : 4 % de matière active sur la masse de pulvérulents
Borchi Gen 1253	Agent mouillant pour pigments organiques	Dosologie : 5% sur la masse de pigments organiques
Texanol	Agent de coalescence	Dosologie : 10% sur la masse sèche de liant
Tinuvin 1130	Absorbant UV	Dosologie : 2 % sur la masse de peinture
Tego Phobe 1401	Agent hydrophobant	Dosologie : 3% sur la masse de peinture
Borchers LH 10	Catalyseur de la réticulation des systèmes polyuréthanes ; teneur en matière active : 10 %	Dosologie : 0.5 % en masse de produit sous forme commercial sur le liant sec

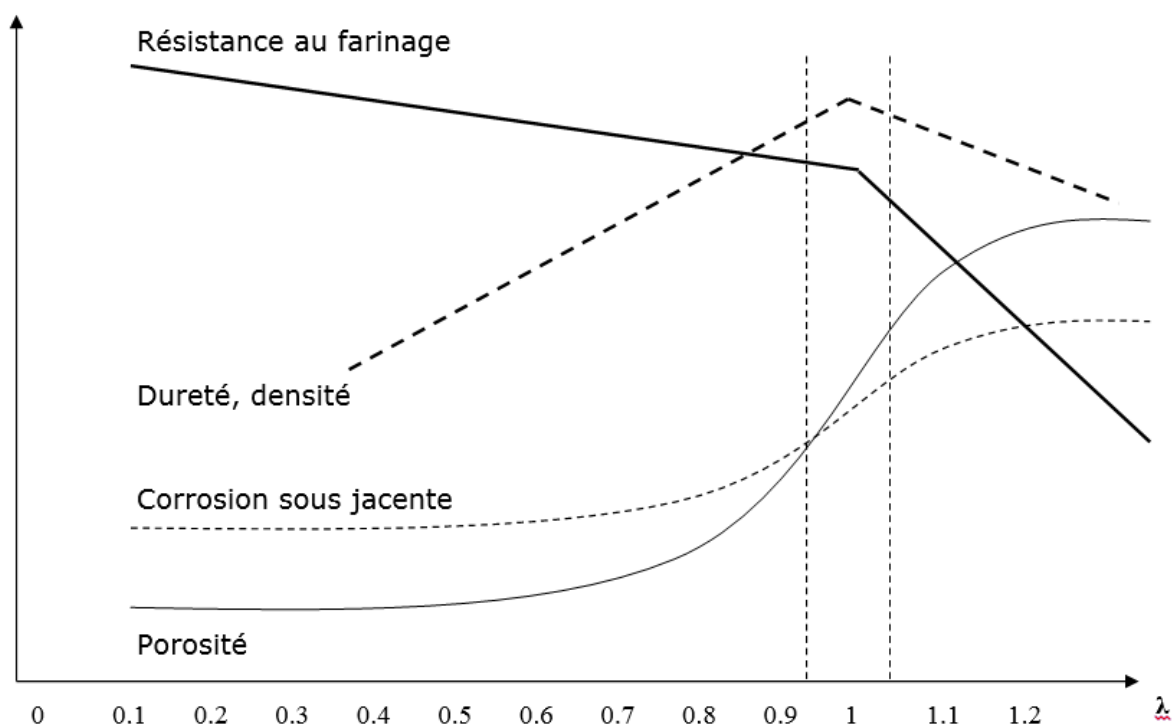
Document 2 : Influence de la CPV sur les propriétés des films de peintures

Les propriétés dépendent en réalité du rapport $\lambda = CPV / CPVC$



Type de peinture	λ typique
Brillante	0-0,5
Satinée	0,5-0,8
Mate	0,8-1,4

Caractéristiques



VISCOATEX™ 730

Highly effective liquid synthetic thickener for water-based systems

VISCOATEX™ 730 is a synthetic alkali swellable, solvent free and liquid thickener for water-borne systems, highly effective to increase low shear viscosities as well as yield values. Levels of use can thus be significantly reduced in replacing usual low shear effective thickeners by VISCOATEX™ 730.

VISCOATEX™ 730 is recommended for use in flat paints, textured coatings, plasters and woodstains. It is easy to handle and can be incorporated at any manufacture step.

TYPICAL ANALYSIS

Nature: Acrylic copolymer in aqueous emulsion

Appearance (20°C): Milky white liquid

Solids content (%): 30

pH (20°C): 3

Specific gravity (20°C): 1.06

VISCOATEX™ 730 must be used in formulations with final pH above 7 in order to achieve swelling. It is the most effective at pH between 8 and 9. pH adjustment should occur with an alkali addition, e.g. sodium or ammonium hydroxide solution. For use in flat paints with improved levelling or semi-gloss paints, VISCOATEX™ 730 should be combined with a thickener designed to improve high shear viscosity.

ADVANTAGES

VISCOATEX™ 730 is:

- Very effective, thus economical,
- Easy to handle, alone or in combination,
- Incorporable at any manufacture step,
- Resistant towards bacteriae.

VISCOATEX™ 730 improves:

- Stability of high PVC formulations,
- Anti-sagging properties.

Lexique :

Coating :	Revêtement (peinture)
Low shear :	Bas gradient de vitesse
Swellable :	Gélifiant (« gonflable » à l'eau, en milieu basique)
Thickener :	Epaississant
Plaster :	Apprêt
Sagging :	Coulure
Woodstain :	Lasure
Yield value :	Seuil d'écoulement

Document 4 : Propriétés de quelques épaississants

Epaississant	Description
Natrosol 250	Epaississant cellulosique ; Mode d'action : mécanisme non associatif
Coapur 2025	Epaississant polyuréthane ; Mode d'action : mécanisme associatif (efficace à haut gradient de vitesse)
Coapur 6050	Epaississant polyuréthane ; Mode d'action : mécanisme associatif (efficace à bas gradient de vitesse)
Coatex Rheo 2000	Epaississant acrylique avec modifications hydrophobes ; Mode d'action : mécanisme associatif (efficace à haut et bas gradients de vitesse)