

# Partie 1 – Formulation et fabrication d’une peinture murale acrylique en phase aqueuse

## Ces activités se décomposent en 4 parties :

- Détermination de la formule d’une peinture
- Fabrication de cette peinture
- Réalisation de quelques contrôles sur le produit liquide et le film sec
- Contretype d’une teinte cible

## 1. Formulation d’une peinture

Vous allez mettre au point une formule d’orientation, c’est-à-dire un « prototype » de la peinture à fabriquer. Celle-ci devra répondre au cahier des charges suivant :

Performances techniques		Exigences réglementaires	
Pouvoir opacifiant à 150 µm humides	> 95 %	Taux de COV	0 g.L <sup>-1</sup>
Brillant à 60°	35 ± 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)	60 ± 1 %		
Application / mise en œuvre		Contraintes économiques	
Viscosité Brookfield, 10T/min, 20° C	3000 ± 200 mPa.s	Prix, 1L	< 10 €
Viscosité apparente 1000 s <sup>-1</sup> , 20° C	1700 ± 200 mPa.s	Produit monocouche	
Résistance à la coulure	> 150 µm		
Temps de séchage, 20°C, 50% HR	< 30 min		

## Travail à réaliser :

- 1.1. Parmi les liants proposés dans le **document 1** de l’annexe, 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 un carbonate de calcium parmi les deux qui vous sont proposés.
- 1.4. Sélectionnez 3 additifs pertinents pour cette formulation.
- 1.5. Sachant que la valeur de la CPVC est de 61 %, 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 : 40 %  
Charge : 60 %
  - Les calculs seront réalisés pas à pas, en complétant le tableau ci-dessous

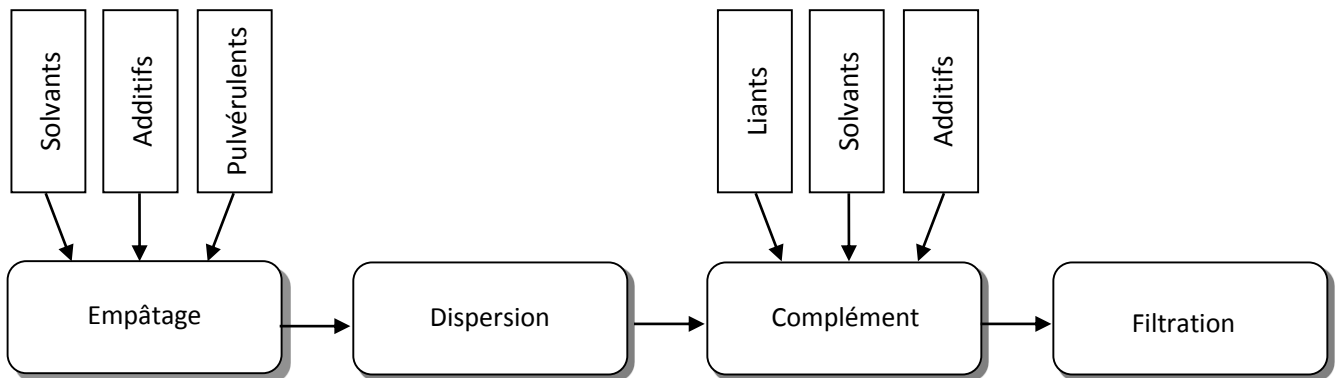
**Tableau à compléter :**

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

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

## 2. Fabrication

Fabriquer une peinture consiste à disperser les matières pulvérulentes dans une solution ou une dispersion de résine. Le processus peut se schématiser de la façon suivante :



Lorsque l'on fabrique une peinture en dispersion aqueuse, **pour l'empâtage il est conseillé d'utiliser le minimum de liquide possible**, afin d'optimiser la viscosité lors de la dispersion (le mélange doit être pâteux lors de la dispersion) : on commence généralement par ajouter la moitié de l'eau prévue lors de cette étape de la fabrication, quitte à ajuster par la suite pour obtenir une viscosité adéquate.

- Fabriquez environ 500 g de peinture en respectant les consignes données en annexe, **document 3**. La dispersion se fera jusqu'à obtention d'une finesse de grains de 7 Hegman (env. 15-20  $\mu\text{m}$ ).
- Rédigez une fiche de fabrication destinée à un opérateur. Celle-ci doit se présenter sous forme synthétique (tableau) et doit contenir les informations suivantes :
  - Noms commerciaux des matières premières
  - Ordre d'introduction des matières premières
  - Indications de temps, de vitesses de dispersion ... etc.
  - Matériel utilisé (contenant, disque de dispersion ...etc.)
  - Observations au cours de chaque étape (remarques éventuelles, finesse de grains après la dispersion)
 Un exemple de fiche de fabrication figure en annexe, **document 4**.
- Précisez les difficultés éventuellement rencontrées lors de cette fabrication et proposez des améliorations du mode opératoire et / ou de la formule afin d'y remédier.
- Transposition à l'échelle industrielle : on désire fabriquer la même peinture dans un atelier pilote, à l'aide d'un disque de dispersion de 20 cm de diamètre : quelle vitesse de rotation (en tr/min) préconisez-vous ?

5. Vous appliquerez cette peinture **ainsi que la peinture commerciale fournie** :
  - Au barreau d'application 150 µm humide sur carte contraste et sur 3 plaques métalliques
  - A la brosse sur grande carte contraste (damier)
  - D'autres supports vous seront proposés selon le matériel disponible au laboratoire

### 3. Caractérisation de la peinture

On contrôlera dans cette partie la peinture fabriquée à la section 2, ainsi que la peinture commerciale de manière à comparer leurs propriétés.

#### Contrôle du film sec

1. Mesurez l'épaisseur du film en 10 points de chaque plaquette métallique. Pour chaque plaque la spécification de l'épaisseur prendra la forme suivante :
$$e_i = \bar{e}_i \pm \Delta e_i$$
 $\bar{e}_i$  est l'épaisseur moyenne, et  $\Delta e_i$  l'écart-type correspondant à la dispersion des épaisseurs sur chaque plaque.
2. L'écart-type précédent est-il associé à une incertitude de mesure ?
3. Sachant que la dispersion relative entre les plaques doit être au maximum de 10 %, votre application est-elle acceptable ?
4. Mesurez la brillance du film de peinture à 60°. 5 essais seront réalisés, et vous évalueriez l'incertitude élargie correspondante (facteur d'élargissement :  $k=2,78$  pour un niveau de confiance de 95 %).
5. Cette peinture est-elle brillante, mate ou satinée ? Répond-elle au cahier des charges ?
6. Déterminez l'opacité de cette peinture par une mesure de rapport de contraste. La peinture répond-elle au cahier des charges ?
7. Évaluez l'adhérence de cette peinture sur plaquette métallique par un essai de quadrillage.
8. Évaluez la résistance mécanique de cette peinture avec le matériel disponible au laboratoire.
9. Évaluez la résistance chimique de cette peinture.
10. Rédigez une fiche de contrôle complète pour cette peinture (voir exemple en annexe, **document 5**).

#### Contrôle de la peinture liquide

11. Mesurez la masse volumique de la peinture à l'aide d'un pycnomètre. Vous réaliserez pour cela deux essais dont l'écart ne devra pas dépasser  $0,005 \text{ g.mL}^{-1}$ . La valeur du résultat sera la moyenne de ces deux essais.
12. Mesurez l'extrait sec massique de la peinture dans les conditions d'étuvage suivantes : 1h30 – 165° C. Deux essais seront effectués. Les 2 valeurs sont acceptables si elles diffèrent de moins de 2% par rapport à leur moyenne. Le résultat doit être exprimé à 0,1 % près.
13. Cette manière de déterminer l'extrait sec conduit-elle à le sous-estimer ou à le surestimer ? Expliquez. S'agit-il d'un défaut de fidélité de la mesure, ou bien d'un défaut de justesse ? Comment appelle-t-on une telle erreur ?

### 4. Mise à la teinte : contretypage d'une teinte cible

#### Caractérisation de la teinte cible

Vous avez à votre disposition une teinte cible, c'est-à-dire un standard à contretyper.

14. Mesurez la couleur du standard dans le système CIE 1931 (paramètres XYZ) avec un colorimètre tristimulaire (ou éventuellement avec un spectrocolorimètre).
15. A l'aide du diagramme de chromaticité (annexe, **document 6**) déterminez la longueur d'onde dominante, ainsi que la saturation de cette teinte sous l'illuminant D65. Les coordonnées correspondant à cet illuminant sont (0.3127, 0.3291).  
On rappelle que  $x=X/(X+Y+Z)$  et  $y=Y/(X+Y+Z)$
16. Le modèle CIE 1931 est-il pertinent pour évaluer des différences de teintes ? Pourquoi ?
17. Mesurez la couleur du standard dans le système CIELAB.

### Coloration d'une base blanche à l'aide de concentrés pigmentaires

18. Vous disposez d'une base blanche, ainsi que de concentrés pigmentaires. Réalisez, à partir un mélange judicieux une teinte la plus proche possible de la teinte cible.
19. Après séchage, mesurez la couleur de votre échantillon dans le système CIELAB (annexe, [document 7](#)).
20. Calculez l'écart colorimétrique  $\Delta E$  entre l'échantillon et le standard.
21. Sachant que la tolérance fixée par le cahier des charges est  $\Delta E (\text{max}) = 1$ , que peut-on conclure du résultat précédent ?

# Annexes

## Document 1 : Matières premières pour la formulation

### Liants

<b>Bayhydrol U 475</b>	Polyol en dispersion aqueuse	Extrait sec massique : 75 % Densité sèche : 1,1 teneur en hydroxyle : 1,1 % sur la résine sèche
<b>Acronal S790</b>	Dispersion aqueuse de polymère acrylique	Extrait sec massique : 50 % Densité sèche : 1,04
<b>Bayhydur 3100, dilué à 75 % dans l'eau</b>	Polyisocyanate en dispersion aqueuse	Extrait sec massique : 75 % Densité sèche : 1,16 Teneur en NCO : 17,4 % sur la résine solide
<b>Coporob 2426 HV</b>	Résine glycérophthalique en solution dans le white spirit	Extrait sec massique : 50 % Densité sèche : 1,06 Teneur en huile : 63 %

### Pigments et charges

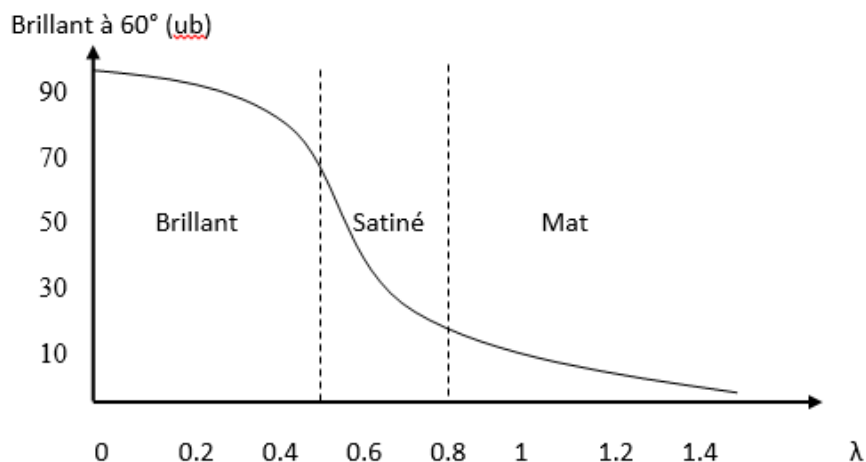
<b>Tioxide HRC 1</b>	Dioxyde de titane anatase	Densité : 3,85 Prise d'huile : 18 %
<b>Kronos 2056</b>	Dioxyde de titane rutile, traité à l'alumine	Densité : 4,1 Prise d'huile : 21 %
<b>Durcal 5</b>	Carbonate de calcium (charge)	Densité : 2,75 Prise d'huile : 15% Diamètre de particule moyen : 5 µm Répartition granulométrique comprise entre 2 et 25 µm
<b>BMP C200</b>	Carbonate de calcium (charge)	Densité : 2,8 Prise d'huile : 15% Diamètre de particule moyen : 80 µm Répartition granulométrique comprise entre 10 et 160 µm

### Additifs

<b>Tego Foamex 805</b>	Antimousse	Dosologie : 0.5 % sur la masse totale de peinture
<b>Borchers Dry 0133</b>	Mélange de siccatifs	Dosologie : 5% en masse sur le liant sec
<b>Coadis BR3</b>	Agent dispersant pour pigments inorganiques	Dosologie : 1,5% sur la masse de pulvérulents
<b>Borchi Gen 1253</b>	Agent mouillant pour pigments organiques	Dosologie : 5% sur la masse de pigments organiques
<b>Texanol</b>	Agent de coalescence	Dosologie : 10% sur la masse sèche de liant
<b>Borchers LH 10</b>	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 du film

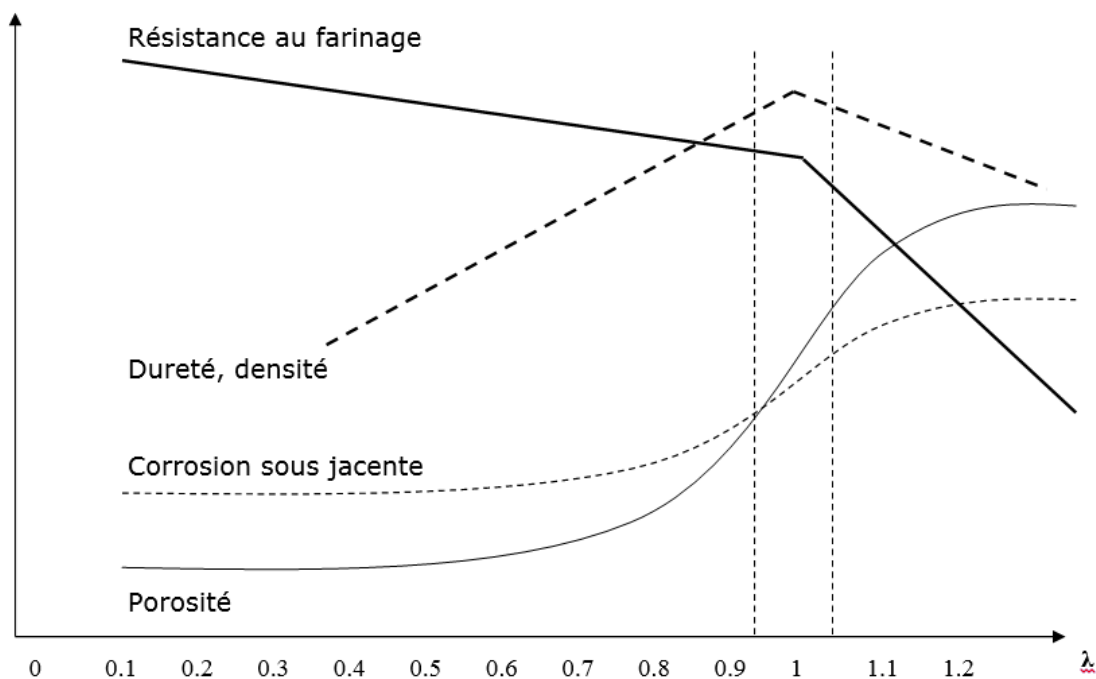
Les valeurs indiquées ci-dessous sont indicatives mais peuvent servir de base pour l'établissement d'une formule d'orientation. On rappelle que  $\lambda = CPV / CPVC$ .



Echelles de brillant			
	20°	60°	85°
Brillant	20-90	70 - 95+	--
Satiné	--	10 - 70	25-40
Mat	--	0 -10	0-15

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

### Caractéristiques



## Document 3 : Le processus de dispersion

### Objectif

La dispersion consiste en l'incorporation de particules solides dans des milieux liquides de manière à obtenir des suspensions **stables** (pas de sédimentation des particules).

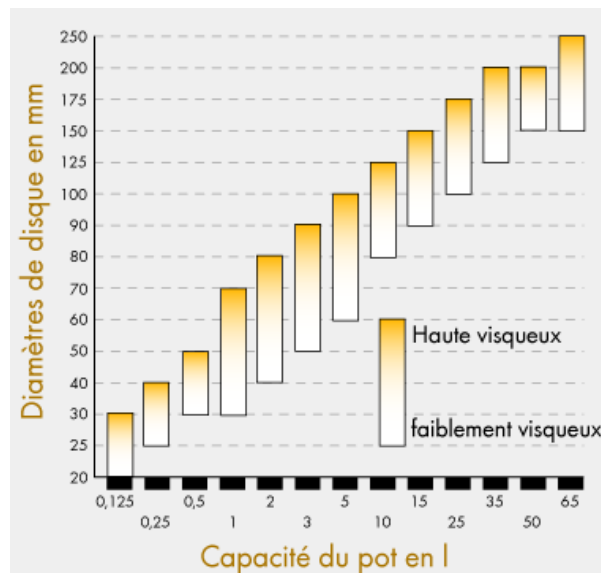
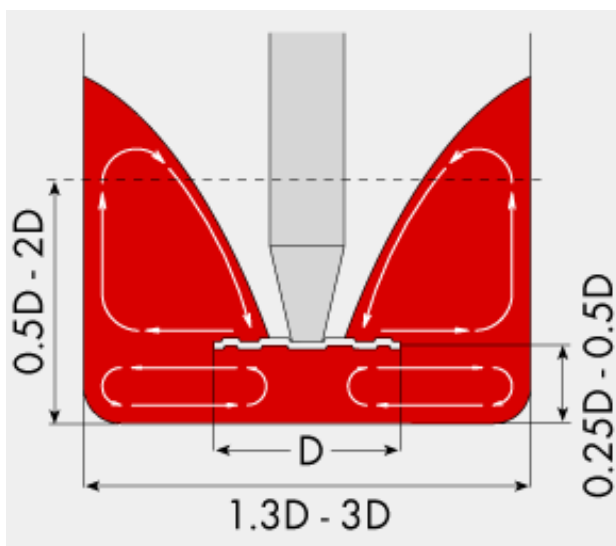
Au cours du processus de dispersion, trois phénomènes ont lieu simultanément :

- Le mouillage de la surface des particules solides par les liquides
- La désagrégation mécanique des agglomérats (ou agrégats) de particules, de manière à obtenir des particules primaires
- Stabilisation des particules, afin d'empêcher leur réagglomération (rôle du dispersant)

### L'effet « doughnut »

Les meilleurs résultats sont obtenus lorsque les paramètres suivants sont respectés :

- Diamètre du disque adapté au diamètre du pot
- Profondeur d'immersion du disque adaptée
- Vitesse de rotation du disque adaptée
- Comportement rhéologique des matières à broyer adapté



Lorsque ces conditions sont respectées, le disperseur imprime aux matières à broyer une circulation fluide, sans aucune turbulence à l'intérieur du pot. Il se forme alors un cratère au fond duquel on distingue le centre du disque. A propos de ce phénomène on parle aussi de l'effet « doughnut ».



Effet « doughnut »

**Attention** : la composition du mélange est fondamentale pour garantir une dispersion optimale :

- Si la teneur en matières solides n'est pas suffisante, la viscosité est trop faible, provoquant ainsi des éclaboussures et de la mousse au cours de la dispersion. De plus, en raison de la faible puissance mécanique fournie, le pouvoir de désagglomération du disque est fortement diminué. Si, par contre, la teneur en solides est trop importante, la viscosité sera trop élevée pour assurer l'effet « doughnut ».

### Vitesse et temps de dispersion

En pratique, le procédé suivant permet d'obtenir de bons résultats : Tout d'abord on remplit le pot des composants liquides. Ensuite on leur ajoute portion par portion, **le disque tournant à basse vitesse**, autant de composants solides jusqu'à ce que se forme l'effet doughnut à haute vitesse du disque. On procède alors à la dispersion. A ce stade, il ne faut pas craindre les vitesses de rotation élevées!

**Une dispersion optimale sera obtenue pour une vitesse périphérique de 18 à 25 m/s.**

La vitesse périphérique  $v$  est liée à la vitesse de rotation  $n$  par la relation suivante :

$$v = \frac{\pi \cdot d \cdot n}{60}$$

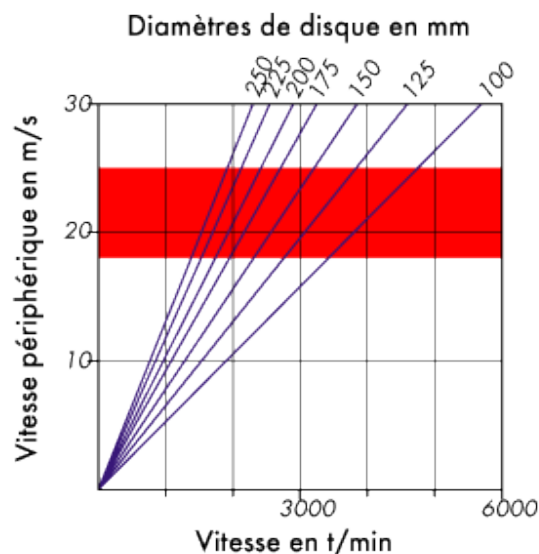
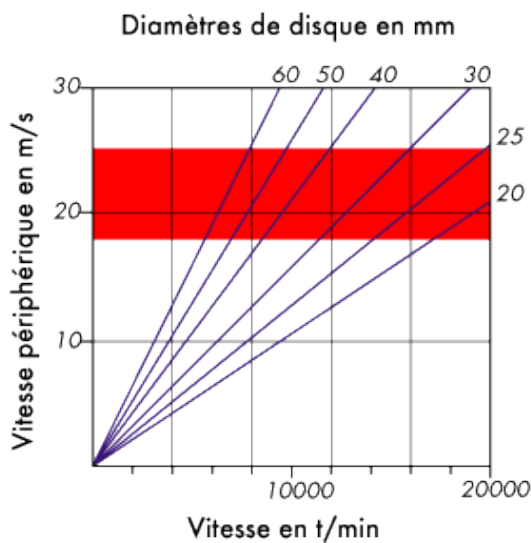
$v$  = vitesse périphérique en m/s

$\pi$  = 3.141...

$d$  = diamètre du disque denté en m

$n$  = nombre de tours par minute en t/min

On peut en déduire les courbes suivantes :



### Disperseur de laboratoire

### Disperseur d'atelier pilote et de production

L'état de dispersion final est normalement atteint au bout déjà de 10 à 15 minutes. L'utilisation du disperseur sur une durée plus longue n'améliorera pas le résultat. Si la taille des particules des produits doit être réduite davantage, on utilisera un broyeur à billes.



## Document 4 : Une fiche de fabrication

**Description :** Peinture acrylique blanche, essai n°1

**Matériel :**

- Hélice dentée 40 mm
- Pot métallique 500 mL

**Fabrication :**

Matières premières	Quantité (g)	Commentaires
Eau	17	Homogénéisation sous lente agitation (300 tr/min)
Coatex BR 3	1,6	
Tego Foamex 805	0,77	
Kronos 2190	34,8	Introduction en pluie fine (300 tr/min)
Durcal 2	35,2	
<b>Dispersion à 10,47 m/s (5000 tr / min) pendant 15 min</b> <b>Finesse de grains obtenue : 7 Hegman</b>		
Mowilith LDM 6119	100,5	Introduction sous lente agitation (200 tr/min)
Coatex Rheotec 2100	3,8	
Eau	40	
Hexylène glycol	19	
Ammoniac	5 gouttes	pH = 8

**Aspect du produit :**

- Viscosité en pot élevée (produit gélifié) après 24h
- Petites bulles apparaissant en surface

## Document 5 : Une fiche de contrôle

**Produit testé** : peinture routière blanche

**Valeurs de référence** : cahier des charges ou produit de référence

### Produit sous forme de livraison (Testé 48h après fabrication)

Propriété contrôlée	Test / Norme / Matériel	Valeur de référence	Peinture testée
Masse volumique à 20°C	Mesure au pycnomètre (ISO 2811-1)	1,25 ± 0,01 g.mL <sup>-1</sup>	1,23 ± 0,01 g.mL <sup>-1</sup>
Extrait sec	1h30 à 165° C (NF T30-085)	51 ± 1 %	49 ± 1 %
Viscosité Brookfield à 25 °C	Mobile n°3, 10 tr.min <sup>-1</sup> (ISO 2555)	660 cP	980 cP
Temps de séchage	Mesure à 20°C, 50% d'humidité (ISO 9117-1)	20 min	20 min

### Feuil sec (Tous les films sont appliqués à 150µm humides)

Formation du film pendant 28 jours à 20° C et 50% d'humidité relative.

Tous les tests sont effectués à 20°C.

Propriété contrôlée	Test / Norme / Matériel	Valeur de référence	Peinture testée
Brillance	Brillancemètre, 60° (ISO 2813)	7,8 ± 0,2 ub	10,8 ± 0,2 ub
Pouvoir masquant	Rapport de contraste (ISO 6504)	96,3 ± 0,5 %	96,3 ± 0,5 %
Résistance à la rayure	Dureté crayon (ISO 15184)	3H	3H
Lessivabilité	Abrasion humide 200 a/r (ISO 7784-3)	Perte de 5 µm	Perte de 7 µm
Dureté	Dureté Persoz (DIN 55 945)	47 s	54 s
Adhérence sur acier	Essai de quadrillage (ISO 2409)	Cot. 1	Cot. 1
Résistance au choc direct	Chute de masse, essai en tout-ou-rien (ISO 62272-1)	36 kg.cm	36 kg.cm

Document 6 : Diagramme de chromaticité CIE 1931

