

LABORATOIRES WOLFF

DEPARTEMENT INDUSTRIE

Service Peintures et Vernis - CERIPEC

181-203 Avenue Jean Jaures - 69342 LYON CEDEX 07 BP 7035

Tél. : 33 (0) 4 78 69 53 79 - Télécopie : 33 (0) 4 78 72 06 29



Affaire : BIONIL

Rapport d'étude : N° 991019-7002L





SOMMAIRE

- 1/ PRODUITS TESTES**
- 2/ PRESENTATION DES ESSAIS**
 - 2.1- Essais sur le produit liquide FLUXAL 9707® livré en l'état**
 - 2.2- Essais physico-chimiques**
 - 2.3- Vieillissements artificiels**
 - 2.4- Essai de recouvrement des éprouvettes recouvertes de FLUXAL 9707® par des revêtements organiques**
- 3/ ESSAIS SUR LE PRODUIT LIQUIDE FLUXAL 9707 ® livré en l'état**
 - 3.1- Détermination de l'extrait sec**
 - 3.2- Détermination de la masse volumique**
 - 3.3- Détermination du taux de cendres**
 - 3.4- Caractérisation de la résine utilisée dans la formulation du FLUXAL 9707® par spectroscopie infra-rouge**
- 4/ ESSAIS PHYSICO-CHIMIQUES**
 - 4.1- Essai de chute d'une masse**
 - 4.2- Essai de traction**
- 5/ VIEILLISSEMENTS ARTIFICIELS**
 - 5.1- Tenue au brouillard salin**
 - 5.2- Détermination de la résistance à l'humidité**
 - 5.3- Détermination de la résistance aux atmosphères humides contenant du dioxyde de soufre.**
- 6/ ESSAI DE RECOUVREMENT PAR DES REVÊTEMENTS ORGANIQUES FILMOGENES**
 - 6.1- Essai de traction**
 - 6.2- Tenue au brouillard salin**



Le Laboratoire WOLFF-CERIPEC du Département Industrie des Laboratoires WOLFF a été pressenti par la société BIONIL pour réaliser des essais présentés au paragraphe 2 sur des éprouvettes peintes.

Les essais présentés dans ce rapport reprennent ceux décrits dans le devis n° C171-0999.

1/ PRODUITS TESTES

Date de réception des éprouvettes peintes : 20 Octobre 1999

- Références :
- Produit liquide FLUXAL 9707®
 - Éprouvettes peintes recouvertes de FLUXAL 9707®
 - séchage air (Réf. CERIPEC LA)
 - séchage four (Réf. CERIPEC LB)

2/ PRESENTATION DES ESSAIS

2.1- Essais sur le produit FLUXAL 9707® livré en l'état

- 2.1.1- Détermination de l'extrait sec NF EN ISO 3251 (10/95)
- 2.1.2- Détermination de la masse volumique NF T 30-020 (08/89)
- 2.1.3- Détermination du taux de cendres NF T 30-012 (10/81) à 405°C et 900°C
- 2.1.3- Détermination de la nature chimique de la résine par spectroscopie infra-rouge.

2.2- Essais physico-chimiques

- 2.2.1- Essai de chute d'une masse NF EN ISO 6270 (11/94)
- 2.2.2- Essai de traction NF EN 24 624 (11/92)

2.3- Vieillissements artificiels

- 2.3.1- Exposition au brouillard salin neutre NF X 41-002 (08/75)
- 2.3.2- Détermination de la résistance à l'humidité NF EN ISO 6272 (06/95)
- 2.3.3- Détermination de la résistance aux atmosphères humides contenant du dioxyde de soufre ISO 3231 (01/93)



2.4- Essai de recouvrement des éprouvettes de FLUXAL 9707[®] par des revêtements filmogènes organiques

2.4.1- Recouvrement du FLUXAL 9707[®] à séchage air et séchage four par des peintures acryliques (1 composant), époxydique et polyuréthane à deux composants (base + durcisseur)

2.4.2- Exposition au brouillard salin NF X 41-002 (08/75)

2.4.3- Essai de traction NF EN 24-624 (11/92)

3/ ESSAIS SUR LE PRODUIT LIQUIDE FLUXAL 9707[®] LIVRE EN L'ETAT

3.1- Détermination de l'extrait sec

L'essai réalisé suivant la norme NF EN ISO 3251 (10/1995) consiste à chauffer l'échantillon et à éliminer les produits volatils. Il est effectué à 105°C pendant 1 heure. On exprime un pourcentage d'extrait sec par rapport à la prise d'essai.

Résultats

Les résultats sont présentés **Tableau I.**

3.2- Détermination de la masse volumique

Principe

L'essai réalisé selon la norme NF T 30-20 (08/1989) consiste à mesurer la masse d'un volume connu de produit à l'aide d'un pycnomètre spécifié.

Conditions opératoires

L'essai est réalisé à l'aide d'un pycnomètre cylindrique à ouverture large.

Résultats

Les résultats sont présentés **Tableau I.**

3.3- Détermination du taux de cendres

Principe

L'essai réalisé suivant la norme NF T 30-012 (10/1981) consiste à chauffer l'échantillon à 900°C pendant deux heures après avoir éliminé les produits volatils. On exprime un pourcentage pondéral de cendres par rapport à la prise d'essai.

Un essai complémentaire est réalisé dans les mêmes conditions à une température de 450°C.

Résultats

Les résultats sont présentés **Tableau I**.

Tableau I
Caractéristiques physico-chimiques du FLUXAL 9707®

Essais	Résultats
Extrait sec (%)	40,3
Masse volumique (g/ml)	0,996
Taux de cendres à 450°C (%)	16,4
Taux de cendres à 900°C (%)	17,6

3.4- Caractérisation de la résine utilisée dans la formulation du FLUXAL 9707® par spectroscopie infra-rouge

3.4.1- Généralités

Lorsqu'une radiation infra-rouge traverse une molécule on observe, pour certaines longueurs d'ondes, une absorption sélective correspondant principalement aux fréquences de vibration caractéristiques des différentes liaisons chimiques.

Le spectre d'absorption infra-rouge, obtenu à l'aide du spectrophotomètre Perkin-Elmer IR 882, est constitué de bandes dont l'identification fournit des renseignements sur le composé chimique analysé.

3.4.2- Mode opératoire

- Grattage mécanique du revêtement de manière à isoler les écailles de peinture du support métallique.
- Extraction du polymère par l'acétone RP.
- Identification du liant à l'aide de l'appareil « Infrared Spectrophotometer IR 882 » de la Société Perkin-Elmer après dépôt de la phase organique sur un cristal en chlorure de sodium et évaporation du solvant d'extraction.



3.4.3- Résultats

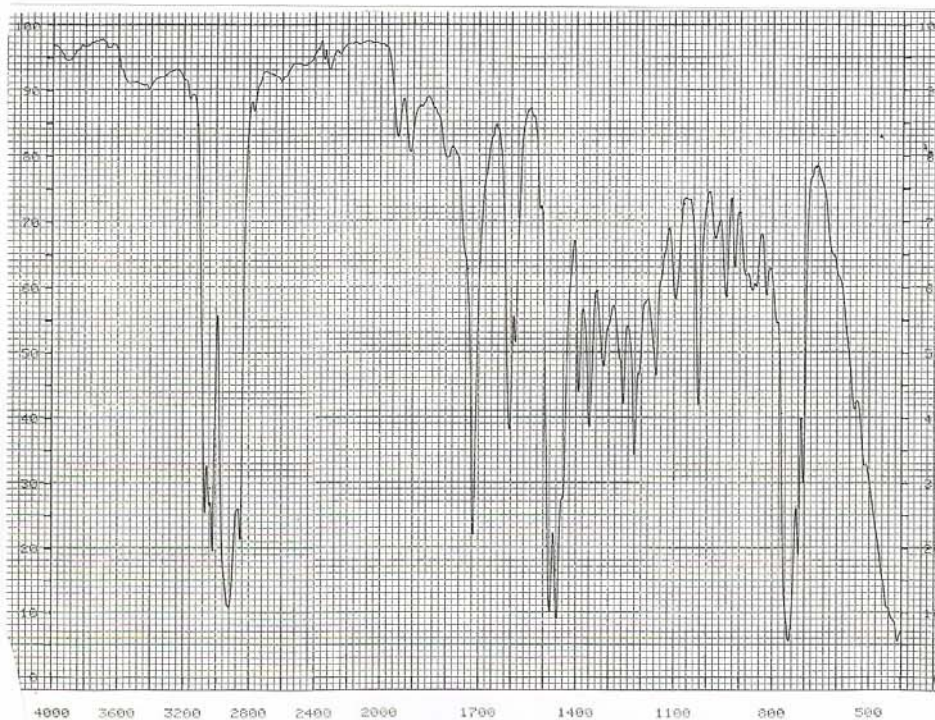
Le spectre infra-rouge du polymère utilisé dans la fabrication du FLUXAL 9707® est présenté Figure 1.

Remarque :

Aucun spectre identique à celui déterminé expérimentalement n'est trouvé dans « Atlas of Polymer and Plastics Analysis » Hummel et Scholl (Edition 1984).



Figure 1 : Spectre infra-rouge
Liant utilisé dans la formulation du FLUXAL 9707® (*)



(*) Pour des raisons de confidentialité la nature chimique du liant ne sera pas nommée.

4/ ESSAI PHYSICO-CHIMIQUES

4.1- Essai de chute d'une masse

L'essai réalisé suivant la norme NF EN ISO 6272 (11/1994) consiste à soumettre un panneau au choc d'une masse donnée tombant en chute guidée d'une hauteur donnée puis à examiner le panneau d'essai.

Les essais sont effectués par choc direct avec l'appareil d'essai au choc de Touzart et Matignon, muni d'une masse d'un kilogramme.

Les résultats sont présentés **Tableau II**.

Tableau II
Relation Hauteur de chute/Défaut de revêtement

Référence CERIEPEC	Référence séchage	Hauteur (cm)	Observations visuelles
LA	AIR	45	Apparition de petites fissures.
LB	AIR	27	Apparition de petites fissures.

Les épaisseurs des feuil secs de peinture FLUXAL 9707® sont comprises entre 57 et 66 microns pour les éprouvettes à séchage air, entre 37 et 40 microns pour les éprouvettes à séchage four.

Les valeurs indiquées sont telles que $e_{\text{mesurée}} = (e_{\text{réelle}} + 2 Ra)$. Ces valeurs ne prennent pas en compte la déduction du Ra (μm) non communiqué au laboratoire.

4.2- Essai de traction

L'essai effectué suivant la norme NF EN 24-624 (11/1992) consiste à arracher à l'aide d'un dynamomètre un plot collé à la surface du feuil. La résistance à l'arrachement est la valeur de la contrainte nécessaire pour désolidariser le feuil de son support. La force de traction s'exerce sur un plot de 20 mm de diamètre.

La méthode utilisée est celle convenant aux subjectiles rigides.

Le collage des plots s'effectue à l'aide de la colle époxydique sans solvant AW 134-Durcisseur HV 997 pendant 24 heures.

La partie du feuil de peinture collée est séparée du reste de l'éprouvette à l'aide d'un scalpel.

Les résultats des essais de traction réalisés avant et après exposition au brouillard salin sont présentés **Tableau III**.

Tableau III
Résistance à la rupture (R) en MegaPascal (MPa)

Référence CERIEC	t ₀			t ₁		
	Nature de la rupture	R (Valeurs)	R moyenne	Nature de la rupture	R (Valeurs)	R moyenne
LA	100 % B	0,28	0,25	100 % B	0,27	0,25
	100 % B	0,27		100 % B	0,14	
	100 % B	0,20		100 % B	0,19	
	100 % B	0,26		100 % B	0,35	
	100 % B	0,23		100 % B	0,32	
	100 % B	0,25				
LB	100 % B	0,31	0,32	100 % B	0,25	0,23
	100 % B	0,24		100 % B	0,19	
	100 % B	0,45		100 % B	0,27	
	100 % B	0,35		100 % B	0,21	
	100 % B	0,28				
	100 % B	0,27				

Légende :

- a/ t₀ : Essai effectué avant exposition au brouillard salin
t₁ : Essai effectué après exposition au brouillard salin

R : Résistance en MégaPascals (MPa)

$$R = \frac{F \times 4}{\pi(20)^2} \quad F \text{ (Force de rupture en Newton)} \quad \text{Diamètre du plot : 20 mm}$$

- b/ **Nature de la rupture**

B : Rupture de cohésion dans la couche de Fluxal 9707®

- c/ **Épaisseur du feuil de peinture (e_{μm})**

53 ≤ e_{μm} ≤ 68 : Éprouvettes séchage air (LA)
50 ≤ e_{μm} ≤ 60 : Éprouvettes séchage four (LB)

(Concernant les épaisseurs : même remarque qu'au paragraphe 41)



5/ VIEILLISSEMENTS ARTIFICIELS

5.1- Tenue au brouillard salin

L'essai est réalisé suivant la norme NF X 41-002 (08/1975). Il consiste en une attaque corrosive accélérée des matériaux et revêtements par un brouillard salin artificiel de composition définie, dans des conditions spécifiées de température et de pression.

Conditions opératoires

Une scarification en forme de V est réalisée sur les trois éprouvettes testées.

Appareil utilisé : Brouillard salin Le Matériel Physico-Chimique

Concentration du brouillard : 5 %

Volume de solution recueilli par heure et par collecteur : 1,7 ml

Corrosivité du brouillard salin : 150 g/m²

Masse volumique : 1038 kg/m³

pH : 6,6

Température : 35 °C ± 1 °C

Pression air : 1 bar ± 0,2 bar

Durée d'exposition : 790 heures

Les observations visuelles réalisées au cours du vieillissement sont présentées

Tableau IV.

Tableau IV
Observations visuelles des éprouvettes

Durée d'exposition en heures	Référence	Surface non scarifiée	Au voisinage de la scarification	Au niveau des tranches non protégées par un ruban adhésif
0	Éprouvettes séchage air (LA)	Aucune altération du feuil de peinture (Absence cloques)	• Rouille dans la scarification	• Rouille sur les tranches
à 790	Éprouvettes séchage four (LB)		• Absence de cloquage le long de la scarification	• Pas de corrosion filiforme décelée visuellement

Remarque :

Perte de brillant du feuil de peinture vraisemblablement due à l'oxydation superficielle de l'aluminium dès 48 heures d'exposition au brouillard salin.

5.2- Détermination de la résistance à l'humidité

L'essai consiste à déterminer la résistance d'un feuil de peinture à des conditions de forte humidité selon la norme NF EN ISO 6272 (06/1995)

L'essai est réalisé en maintenant l'eau du bac à une température de $(38 \pm 2)^{\circ}\text{C}$. Les éprouvettes sont positionnées avec un angle de 15 degrés par rapport à l'horizontal.

Les résultats sont présentés **Tableau V**.

Tableau V
Observations visuelles

Durée d'exposition (en heures)	Référence Éprouvettes	Observations visuelles
0 à 590	- Séchage air (LA) - Séchage four (LB)	Aucune altération du feuil de peinture (Absence de cloquage).

Épaisseur des feuil secs : ($e_{\mu\text{m}}$)

- Éprouvettes séchage air : $54 \leq e_{\mu\text{m}} \leq 65$
- Éprouvettes séchage four : $48 \leq e_{\mu\text{m}} \leq 54$

(Concernant les déterminations de cette grandeur : même remarque que celle indiquée au paragraphe 4.1)

Remarque :

Perte de brillant du revêtement filmogène dès 24 heures d'exposition à la condensation due à l'oxydation superficielle de l'aluminium.

5.3- Détermination de la résistance aux atmosphères humides contenant du dioxyde de soufre (SO₂)

L'essai effectué suivant la norme ISO 3231 (01/93) consiste en l'exposition cyclique d'éprouvettes peintes dans une enceinte à atmosphère humide en présence de dioxyde de soufre. Le revêtement est examiné après n cycles.

Les essais sont réalisés dans l'enceinte Kesternich de Erichsen dans les conditions suivantes :

- Concentration en gaz : 0,2 litres de dioxyde de soufre injecté dans 2 litres d'air distillé
- Nombre de cycles : 30.

L'ensemble des résultats est présenté Tableau VI.

Tableau VI
Observations visuelles des éprouvettes
en fonction de la durée d'exposition

Nombre de cycles	Référence	Observations visuelles
2	LA - LB	Teinte grise plus foncée. Le revêtement devient mat.
3 à 12	LA - LB	Présence de rouille rouge dans la scarification.
17	LA	Quelques traces de rouille rouge en surface.
	LB	Mêmes observations que précédemment.
22	LA	Traces de rouille rouge en surface . Quelques cloques dimension 2 proche de la scarification. Traces blanchâtres sur toute la surface.
	LB	Rouille rouge dans la scarification et quelques cloques dimension 2 proche de la scarification.
30	LA	Traces de rouille et traces blanchâtres sur toute la surface. Quelques cloques dimension 2 proche de la scarification.
	LB	Rouille rouge dans la scarification et quelques points de rouille rouge en surface. Quelques cloques dimension 2 proche de la scarification.

Remarques

1/ Les anomalies constatées visuellement sur les plaques recouvertes de FLUXAL 9707® sont vraisemblablement dues à une épaisseur insuffisante de peinture compte-tenu du traitement de surface réalisé par jet d'abrasifs.

2/ Pour obtenir une protection maximale du support en acier greanillé, il faut déposer un feuillet de peinture dont l'épaisseur soit telle que :

$$e_{\mu m \text{ réelle}} = e_{\mu m \text{ mesurée}} - 2 \text{ Ra } \mu m (*)$$

(*) Ra : Rugosité en microns (μm).



6/ **ESSAI DE RECOUVREMENT PAR DES REVÊTEMENTS ORGANIQUES FILMOGENES**

Des peintures industrielles de type acrylique, époxydique et polyuréthane à deux composants sont appliquées sur des éprouvettes recouvertes de FLUXAL 9707®. Les éprouvettes peintes sont ensuite mises à sécher 3 jours à l'étuve puis à 3 jours à $(23 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ et $(50 \pm 5) \%$ d'humidité relative.

6.1- Essai de traction

Les essais de traction sont réalisés avant et après vieillissement au brouillard salin. Le principe et les conditions opératoires sont ceux décrits au paragraphe 4.2. Quant aux résultats, ils sont présentés **Tableau VII**.

Tableau VII
Résistance à la rupture (R) en MégaPascals (MPa)

Référence	t ₀			t ₁		
	Nature rupture	R (Valeurs)	R (Moyenne)	Nature rupture	R (Valeurs)	R (Moyenne)
LA + peinture acrylique	100 % B	0,42	0,41	-	-	-
	100 % B	0,41				
	100 % B	0,41				
	100 % B	0,42				
LA + peinture époxydique	100 % B	0,26	0,30	100 % B	0,23	0,22
	100 % B	0,24		100 % B	0,23	
	100 % B	0,33		100 % B	0,18	
	100 % B	0,39		100 % B	0,29	
	100 % B	0,25		100 % B	0,16	
	100 % B	0,30		100 % B	0,16	
LA + peinture polyuréthane	100 % B	0,42	0,31	100 % B	0,31	0,24
	100 % B	0,32		100 % B	0,37	
	80% A/B – 20%B/C	0,37		90% B – 10%B/C	0,24	
	100 %B/C	0,20		50% B – 50%B/C	0,032	
	100 % B/C	0,25				
LB + peinture acrylique	100 % B	0,32	0,32	-	-	-
	100 % B	0,35				
	100 % B	0,26				
	100 % B	0,34				
	100 % B	0,34				
LB + peinture époxydique	100 % B	0,21	0,33	100 % B	0,32	0,25
	100 % B	0,32		100 % B	0,22	
	100 % B	0,55		100 % B	0,29	
	100 % B	0,25		100 % B	0,09	
				100 % B	0,38	
				100 % B	0,21	
LB + peinture polyuréthane	100 % B	0,39	0,25	90 %B-10 %B/C	0,27	0,20
	60 %B – 40% B/C	0,095		100 % B	0,26	
	100 % B	0,26		100 % B	0,16	
	75 % B- 25 % B/C	0,42		100 % B	0,10	
	100 % B/C	0,10		100 % B	0,21	

Légende :

t₀ : Essai effectué avant exposition au brouillard salin
t₁ : Essai effectué après exposition au brouillard salin.

R : Résistance en MégaPascals (MPa)

$$R = \frac{F \times 4}{\pi(20)^2} \quad F \text{ (Force de rupture en Newton)} \quad \text{Diamètre du plot : 20 mm}$$

Nature de la rupture :

- A/B : Rupture d'adhérence entre le subjectile et la première couche.
 B : Rupture de cohésion de la première couche
 B/C : Rupture d'adhérence entre la première et la couche de finition

6.2- Tenue au brouillard salin

Les éprouvettes recouvertes de "Fluxal 9707[®] /peinture époxydique à 2 composants", Fluxal 9707[®] /peinture polyuréthane à 2 composants" sont exposées au brouillard salin durant 750 heures. Les peintures utilisées sont deux peintures à séchage air.

Le principe et les conditions opératoires de l'essai sont ceux précisés en paragraphe 5.1. Quant aux résultats, ils sont présentés **Tableau VIII**.

Tableau VIII
Observations visuelles des éprouvettes peintes
(Epreuves non scarifiées)

Durée d'exposition en heures	Références CERIEC	Peintures	Observations visuelles
0 à 750	LA	Epoxydique	Aucune altération du feuil de peinture n'est décelée visuellement. (Absence de cloques/rouille)
		Polyuréthane	
	LB	Epoxydique	
		Polyuréthane	

LA : Épreuves recouvertes de FLUXAL 9707[®] à séchage air
 LB : Épreuves recouvertes de FLUXAL 9707[®] à séchage four

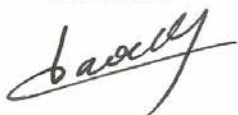
Épaisseurs des feuil secs :

Peinture époxydique : $40 \leq \text{es } \mu\text{m} \leq 50$

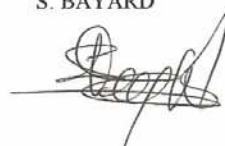
Peinture polyuréthane : $40 \leq \text{es } \mu\text{m} \leq 55$

Fait à Lyon, le 11 Janvier 2000

Responsable du Service Peintures et Vernis
 J.C. LAOUT



Adjoint au Responsable du Service
 S. BAYARD





NOTE TECHNIQUE FLUXAL 9707®

Essais effectués par le laboratoire WOLFF-CERIPEC Accrédité par le COFRAC (n° 1-0063)

Adresse : 181 à 203 avenue Jean Jaurès
BP 7035
69342 LYON cedex 07
Tél : 04.78.69.53.79
Télécopie : 04.78.72.06.29

Responsable du Service Peintures et Vernis : J.C. LAOUT

1/ PREPARATION DES EPROUVETTES PEINTES

- Éprouvettes en acier grenillées recouvertes de peinture FLUXAL 9707® fournies par la société LORITO CHIMIE
 - { - Éprouvettes séchage air : épaisseur du feuil de peinture 60 microns
 - Éprouvettes séchage four : épaisseur du feuil de peinture 40/45 microns
- Date des essais : Novembre / Décembre 1999

2/ PRESENTATION DES ESSAIS

2.1- Essais physico-mécaniques

2.1.1- Essai de chute d'une masse [norme NF EN ISO 6272 – 11/1994 – (Choc Direct)]

Absence de fissuration du feuil de peinture pour des hauteurs de chute inférieure à 45 cm pour les peintures à séchage air et inférieure à 27 cm pour les peintures à séchage four.

2.1.2- Essai de traction (norme NF EN 24-624 – 11/1992)

Rupture cohésive du feuil de peinture (séchage air et four), c'est-à-dire rupture au sein du feuil de peinture.



2.2- Vieillissements artificiels

2.2.1- Essai au brouillard salin (NF X 41-002 – 08/1975)

Après 790 heures d'exposition au brouillard salin, aucune altération du feuil de peinture n'est décelée visuellement : absence de cloquage le long de la scarification et sur la surface non scarifiée des éprouvettes et ce quel que soit le séchage air ou four.

2.2.2- Résistance à l'humidité (NF EN ISO 6272 – 06/1995)

Après 590 heures d'exposition à l'humidité, aucune altération des feuil de peinture à séchage air et four n'est constatée visuellement.

2.2.3- Résistance aux atmosphères humides contenant du dioxyde de soufre (Norme ISO 3231 -01/1993)

Pour obtenir une protection maximale du support en acier grenailé, il faut appliquer un feuil de peinture dont l'épaisseur soit telle que :

$$(e_{\text{réelle}}) \mu\text{m} = (e_{\text{mesurée}}) \mu\text{m} - 2 Ra \mu\text{m}$$

3/ RECOUVREMENT DE LA PEINTURE FLUXAL 9707® PAR DES REVETEMENTS ORGANIQUES

- Adhérence très faible
- Sensibilité à la scarification

4/ CONCLUSION

- Nécessité d'agiter mécaniquement la peinture FLUXAL 9707® sous faible agitation avant sa mise en œuvre.
- Pour obtenir une protection maximale, respecter les épaisseurs conseillées par le fabricant de peinture (Tenir compte du Ra lors du grenailage des supports).
- Bonne tenue du feuil de peinture aux essais de vieillissement accéléré notamment : brouillard salin, résistance à l'humidité.



- Bonne tenue au choc d'une masse et bonne adhérence sur éprouvettes en acier grenailé.
- Dans l'état actuel, les feuilx de FLUXAL 9707® ne peuvent être recouverts par des peintures de type acrylique, époxydique, polyuréthane...

EN RESUME :

La peinture FLUXAL 9707® à base de pigment d'aluminium et d'un liant spécifique doit se suffire à elle-même dans la protection des supports métalliques en acier grenailé à condition qu'elle soit appliquée dans les règles de l'art.

Les principaux paramètres à prendre en compte pour obtenir une protection efficace contre la corrosion sont :

- la qualité du traitement de surface,
- le nombre de couches de peinture,
- le respect des épaisseurs humides et/ou sèches du feuil de peinture,
- l'adéquation : température ambiante/hygrométrie/température du support.