

Utilisation des noirs de carbone Raven[®] dans les applications de peintures et de revêtements

Introduction

Les noirs de carbone Raven[®] de Columbian Chemicals Company peuvent être utilisés dans un grand nombre d'applications impliquant des peintures. Cette brochure présente un résumé de ces applications, décrit la bonne utilisation du noir de carbone dans les différents types de peintures et de revêtements et vous aidera à choisir les noirs de carbone Columbian les plus adaptés à vos applications de peintures et de revêtements.

TABLE DES MATIÈRES

Peintures et revêtements - Définitions

Propriétés générales des revêtements.....

Caractéristiques importantes des peintures et revêtements

Couleur

Brillance.....

Rhéologie

Durabilité

Autres.....

Applications et fonctions

Automobile.....

Couches de finition

Primaires.....

Enduits de type E

Revêtements industriels.....

Revêtements d'architecture

Colorants universels.....

Revêtements en Peintures poudre

Principes de base des noirs de carbone

Propriétés fondamentales du noir de carbone et leur influence sur les performances.....

Morphologie

Distribution de la taille des particules

Structure

Porosité.....

Surfaces spécifiques totale et externe

Chimie de la surface

Caractéristiques spéciales

Noirs de carbone Raven[®] Ultra[®]

Propriétés physiques des particules de carbone

Microscopie électronique à transmission.....

Choix des noirs de carbone Raven® pour les applications de peintures et revêtements

Adapter les performances aux besoins des applications
Noirs de carbone Raven® couramment utilisés dans les peintures et les revêtements (tableau).....

Dispersion des noirs de carbone Raven®

Techniques de dispersion recommandées pour les noirs de carbone employés dans les peintures et les revêtements (Tableau)

Prémélange
Le procédé de prémélange
Prémélange, etc.

Mesure de la dispersion
Méthode d'évaluation de la dispersion.....
Critères de dispersion
Qualité et stabilité de la dispersion.....

Rhéologie
Viscosité de la pâte broyée
Résines solides
Chimie du liant.....

Prémélange

Équipements et méthodes de dispersion

Détermination du point final
Dispersion dans un attriteur.....
Dispersion en broyeur à disques
Dispersion en broyeur à billes
Limitations du broyeur à billes
Formulation pour une viscosité idéale en broyeur à billes
Méthode du point d'écoulement de Daniel
Courbe du point d'écoulement (Graphe).....
Détermination du point d'écoulement
Détermination du point final
Vérification de la dispersion
Tests de floculation.....
Coupage ou réduction des pâtes broyées.....
Choc colloïdal
Dilution des systèmes aqueux
Tirer parti des noirs en perles.....

Mesure des performances

Aspect
Couleur
Brillance.....
Durabilité

Service clientèle

Les explications, opinions et recommandations énoncées se basent sur des informations, des données, des rapports ou des essais jugés fiables. CEPENDANT, COLUMBIAN N'ASSUME AUCUNE GARANTIE DE PRÉCISION OU D'EXHAUSTIVITÉ EN LIAISON AVEC LE CONTENU DE CETTE BROCHURE, NI AUCUNE GARANTIE DE QUALITÉ MARCHANDE DES PRODUITS COLUMBIAN CONCERNÉS OU D'ADÉQUATION DE CES PRODUITS À UN USAGE DONNÉ. Les passages mentionnant une utilisation possible des produits Columbian ne sont pas destinés à servir de recommandation en vue d'une utilisation de ces produits en violation d'un brevet éventuel.

PEINTURES ET REVETEMENTS - DEFINITIONS

Description générale

D'après le New International Dictionary de Webster, un revêtement est "une couche d'une substance quelconque servant à recouvrir, protéger, décorer ou apporter une finition". Bien que d'une définition simple, un revêtement peut s'avérer très sophistiqué en termes de composition, de chimie du durcissement et de performances des applications.

Les principaux progrès des techniques de revêtement ont été réalisés au cours des vingt dernières années. Avant les années 70, les **revêtements à base de solvants et pauvres en matières solides** régnaient sur le marché. Mais l'inquiétude quant aux conséquences des solvants sur la santé et l'environnement ont fait apparaître toute une génération de nouvelles technologies de revêtement, soucieuses avant tout de réduire la teneur en composés organiques volatiles. Plusieurs types de formulations alternatifs continuent à être développés pour parvenir à abaisser cette teneur.

Les **revêtements à base de solvants et riches en matières solides** constituaient une évolution naturelle par rapport aux revêtements pauvres en matières solides pour réduire les émissions organiques. Bien que le passage à des teneurs en matières solides plus élevées ait permis de réduire les émissions de solvants, différentes réglementations extérieures à l'industrie des revêtements et des peintures exercent encore une influence et ont fixé des objectifs ambitieux en matière de réduction des composés organiques volatiles.

Les **revêtements en poudre** sont particulièrement attrayants pour diverses applications, car ils ne contiennent que des matières solides et présentent, par rapport aux revêtements liquides, une grande propreté et une grande facilité d'application, que ce soit en bain fluidisé ou par des techniques électrostatiques. Cependant, leur principal inconvénient réside dans l'investissement nécessaire pour la conversion, la formulation et la rigueur des couleurs après la production, l'aspect global et les performances après application, ainsi que pour la gestion des déchets, qu'il s'agisse de retraitement, de captage des nuages pulvérisés ou d'élimination. Malgré ces inconvénients, les revêtements en poudre conservent une forte présence dans l'industrie des revêtements et leur technologie continue à se développer.

Les **revêtements durcissables par rayonnement** présentent l'avantage d'être sous une forme similaire aux revêtements conventionnels. Cela permet à l'utilisateur de recourir à des équipements conventionnels pour l'application, tout en délivrant des performances attrayantes, caractéristiques des revêtements traditionnels, comme un bon rendu, l'aspect et les propriétés physiques. De plus, il est possible d'obtenir un durcissement très rapide avec pratiquement aucune émission organique sur des équipements peu coûteux, notamment pour le durcissement aux UV. Le marché des revêtements durcissables par rayonnement continue à croître à un rythme soutenu et les utilisations devraient encore se multiplier à mesure que la technologie mûrit.

Les **revêtements aqueux** ont enregistré une croissance importante ces dernières années. Les revêtements à base de latex et d'émulsions sont les plus courants, leurs principales utilisations concernant entre autres des applications d'architecture et de maintenance. Les revêtements aqueux produisent moins de composés organiques volatiles que leurs homologues à solvant, mais les co-solvants nécessaires pour obtenir des propriétés acceptables contribuent aux émissions organiques. Les revêtements aqueux tendent également à présenter des teneurs en matières solides inférieures à celles des revêtements conventionnels à base de solvants. De nouveaux progrès dans les formulations et les applications, parallèlement à l'instauration de règlements encore plus sévères quant aux émissions de composés organiques volatiles, contribueront sans aucun doute à renforcer la popularité future des revêtements aqueux.

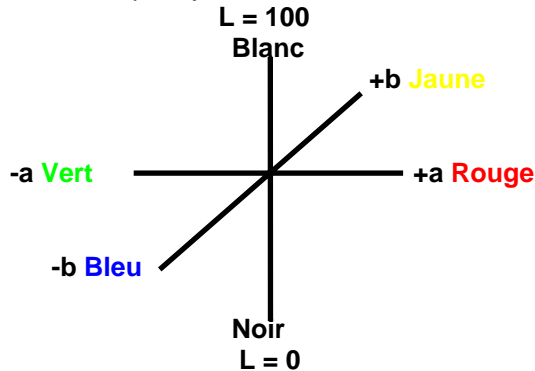
CARACTERISTIQUES IMPORTANTES DES PEINTURES ET REVETEMENTS

Couleur - La couleur d'une peinture que nous observons résulte des propriétés optiques des pigments employés dans le revêtement. La plupart des pigments sont sélectifs, en ce qu'ils absorbent et diffusent certaines parties du spectre visible plus complètement que d'autres. Le noir de carbone peut servir à accroître la quantité de lumière absorbée par un revêtement.

Les propriétés de couleur d'un revêtement peuvent se mesurer au moyen d'instruments spéciaux. De manière très simplifiée, des mesures permettent de décrire la couleur en convertissant les données de réflectance spectrale en une position dans un espace de couleur à

trois dimensions. La méthode de mesure des couleurs L,a,b de Hunter positionne la couleur de l'échantillon dans un espace défini par sa position le long de trois axes :

- ◇ axe "L" pour luminosité/obscurité
- ◇ axe "a" pour rouge/vert
- ◇ axe "b" pour jaune/bleu.



La couleur relative de deux échantillons peut être décrite par leur différence de position le long des axes L, a et b. La différence de couleur totale entre deux échantillons est décrite dans le système Hunter par DU, c'est-à-dire la racine carrée de la somme des carrés de leurs différences sur L, a et b.

Columbian observe une excellente corrélation entre la perception visuelle d'une couleur et les valeurs de couleur obtenues avec des spectrophotomètres à réflectance équipés d'une géométrie 0/45 ou 45/0 pour mesurer les couleurs noires éclatantes.

La présence de noir de carbone réduit principalement la valeur de L de la couleur mesurée sur le revêtement. Cette propriété peut servir à obtenir une couleur de masse (éclat) si le noir de carbone est le seul pigment utilisé ou sert à assombrir une teinte. Les noirs de carbone bien dispersés présentent un sous-ton qui va de neutre à bleu. Les noirs moins bien dispersés tendent à présenter un sous-ton brun.

Brillance - La brillance d'un revêtement dépend de sa texture de surface. La texture de surface d'un film durci est influencée par le type de liant, le choix des solvants, les agents de mouillage, le choix du pigment, la chimie de surface du pigment, la concentration en pigment et le niveau de dispersion atteint. Les noirs de carbone ont tendance à agir comme des absorbeurs de liant. Cela produit généralement une réduction directionnelle de la brillance. Plus les besoins en liant du noir sont importants, plus cette perte de brillance deviendra importante. Le choix d'un noir de carbone présentant de bonnes propriétés de dispersion et de faibles besoins en liant peut permettre d'obtenir une brillance maximale.

Rhéologie - La viscosité d'une peinture est ajustée en fonction de l'utilisation finale et de la technique d'application. Généralement, une augmentation de la surface spécifique, de la structure et de la concentration du pigment augmentera la viscosité d'un revêtement. La nature particulière du noir de carbone, et son affinité pour le liant dans lequel il est dispersé, tendent à augmenter la viscosité du liant non pigmenté et à rendre le système moins newtonien. Un traitement de surface du noir de carbone peut permettre de réduire la viscosité et d'améliorer les propriétés d'écoulement.

Durabilité - La faculté du film de peinture à résister aux dégradations résultant de son exposition aux éléments et aux sollicitations physiques de tout genre constitue sa durabilité. L'excellente absorption de toutes les longueurs d'ondes par le noir de carbone en fait un bon choix pour protéger contre les UV le système de peinture dans lequel il est dispersé. Les noirs les plus fins tendent à absorber plus fortement les UV que les noirs plus grossiers ; les grades fins sont donc préférés quand une protection UV est nécessaire. L'augmentation de la charge permet également d'augmenter l'absorption des UV.

L'absence de toute impureté dans le pigment est importante pour obtenir une durabilité maximale dans un film de peinture. La technologie des noirs de carbone Ultra® de Columbian fournit des noirs de carbone dont le niveau d'impuretés (cendres, résidus et métaux résiduels) est inférieur d'un ordre de grandeur à ceux de leurs prédécesseurs.

A PPLICATIONS ET FONCTIONS

Les couches de finition automobiles sont responsables de la beauté que nous éprouvons en constatant l'aspect de surface d'une automobile. La couche de finition est là pour protéger et créer l'aspect de surface recherché. La taille de particules de 8 nm et la chimie de surface de Raven 5000 Ultra® II lui ont permis de s'imposer comme le pigment de prédilection pour ces applications de coloration en masse, qui nécessitent un éclat, une brillance et une protection UV parfaits. Raven 5000 Ultra® III est le produit haut de gamme pour le marché de l'automobile. Il présente une pureté nettement améliorée, une faible teneur en sels résiduels et une très faible teneur en soufre, ainsi qu'un éclat impossible à obtenir jusque là.

Les primaires automobiles nous sont invisibles, mais ils constituent le fondement de la surface qui nous plaît tant. Les critères sont ici la dispersibilité, la pureté et,

dans certains cas, les propriétés électriques. Parmi les produits de choix figurent notamment les carbones de la série Raven 400.

Les enduits automobiles de type E se divisent en deux catégories : ceux appliqués par électrodéposition et ceux qui sont conducteurs et appliqués sur des substrats non-conducteurs qui facilitent l'application de la couche de peinture suivante par électrodéposition. Les meilleurs noirs pour la première catégorie comprennent, de nouveau, les noirs de la série Raven 400. Le Conductex 975 Ultra® convient bien pour les primaires conducteurs utilisés comme base d'électrodéposition.

Les revêtements industriels apparaissent sur la surface des machines et des équipements. Ils sont soumis à des exigences très variées en matière de pigments. Ces systèmes ne sont pas limités à un type de liant donné, ni à une méthode d'application ou à une couleur. Des noirs de carbone Columbian Raven® allant des substituts des lampblack aux noirs de carbones à couleurs riches profondes sont utilisés dans ces applications. Le choix du noir de carbone doit se baser sur les exigences propres à chaque application.

Les revêtements d'architecture utilisent le noir de carbone principalement comme un pigment teintant. Les noirs à grosses particules grossiers, plus faciles à disperser, constituent souvent le pigment de prédilection. Si une protection UV à long terme est recherchée, des noirs approchant la plage de finesse de 20 nm seront préférés. Les exigences relatives à la teinte portent souvent sur la stabilité, la résistance au nuancement et les propriétés du sous-ton bleu. Ces critères sont satisfaits par les noirs substituts de lampblack, qui fournissent un excellent sous-ton bleu dans les applications de teinte, et par les noirs de couleur moyenne à faible si le coût joue un rôle important.

Les colorants universels servent à pigmenter les revêtements aqueux et à l'huile. Les colorants universels peuvent se composer d'un pigment dispersé dans un solvant combiné à des co-solvants, des diluants et des agents de mouillage. Ils contiennent rarement des résines solides. Cette application a ses propres exigences, notamment la durée de conservation en termes de stabilité de couleur, de résistance à la floculation, de stabilité de la viscosité et d'absence de décantation. Les noirs de carbone grossiers sont généralement les plus faciles à stabiliser et sont donc très appréciés dans les colorants universels.

Les revêtements en poudre ont introduit une méthode d'application quasiment exempte de composés

organiques volatiles. La procédure de préparation de base consiste à disperser le pigment dans la résine choisie, puis à transformer la dispersion en une poudre. La dispersion est souvent fabriquée par un procédé continu, avec une extrudeuse mélangeuse formant le produit à travers une filière en tôle, avant que celui-ci soit transformé en granulés, puis soumis à un broyage final pour transformer la dispersion en une poudre.

La capacité du noir à former une dispersion complète malgré l'énergie relativement faible de l'extrudeuse constitue un paramètre clé de la réussite du produit. Le choix du noir de carbone est surtout basé sur des critères de couleur, mais également sur l'efficacité de la dispersion. Les noirs traités peuvent présenter certains avantages pour cette application.

PROPRIETES FONDAMENTALES DU NOIR DE CARBONE

Parmi les propriétés fondamentales du noir de carbone qui influencent les propriétés finales des peintures et revêtements, citons notamment :

La finesse, ou distribution de taille des particules

La structure, ou distribution de taille/forme des agrégats

La porosité, ou distribution de taille des pores, et

La chimie de surface, ou distribution de l'activité de surface

Les propriétés du carbone influencent les performances

Diverses propriétés du carbone peuvent avoir un effet important sur les performances des peintures et des revêtements. Ce sont Elles sont les suivantes:

Petite taille de particules (plus grande surface spécifique)

- Augmente la noirceur
- Augmente la force teintante
- Augmente la protection UV et l'absorption
- Augmente la conductivité électrique
- Augmente les besoins en liant et la viscosité
- Diminue la dispersibilité

Plus grande structure (augmente l'absorption de DBP)

Réduit la noirceur et la force teintante
 Augmente la dispersibilité
 Augmente les besoins en liant et la viscosité
 Augmente la conductivité électrique

Porosité accrue (plus grande différence entre les surfaces spécifiques NSA et STSA) (Note : NSA et STSA mesurent respectivement la surface spécifique totale et la surface spécifique externe)

Augmente les besoins en liant et la viscosité
 Augmente la conductivité électrique
 Permet des charges réduites dans les applications conductrices

Plus forte teneur en oxydes superficiels (plus de matières volatiles)

Améliore le mouillage du liant
 Réduit la viscosité des systèmes liquides
 Abaisse la conductivité électrique

Parmi les autres propriétés du noir de carbone qui peuvent affecter les performances d'une peinture ou d'un revêtement figurent les *autres constituants* du noir de carbone, comme le soufre, les cendres, les résidus, etc., et sa *forme physique*, c'est-à-dire poudre, perles ou perles huileuses à l'huile.

Les propriétés fondamentales du noir de carbone concernent principalement des distributions. Un grade de noir de carbone donné, par exemple, ne peut pas être produit avec une taille de particule unique ; il comprend donc toute une distribution de tailles de **particules**. On parle en général de la taille moyenne des particules, mais la largeur et la forme de la distribution constituent également des facteurs importants pour les performances d'une peinture ou d'un revêtement.

NOIRS DE CARBONE RAVEN® **ULTRA**®

La technologie **Ultra**® est un développement commercial de Columbian Chemicals Company qui vise à fabriquer des noirs de carbone d'une extrême pureté. Les grades de noir de carbone produits par cette technologie novatrice présentent typiquement des teneurs en cendres et en résidus 325 mesh égales au dixième de celles des grades fabriqués par des technologies conventionnelles. La présence du nom **Ultra**® dans une dénomination **Raven**® désigne un produit pour peintures et revêtements

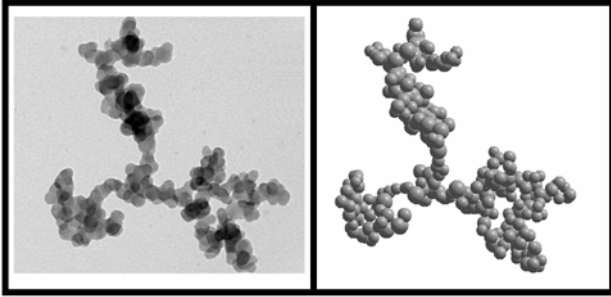
dont on peut être certain qu'il présentera des fortes améliorations en termes de facilité de dispersion, de brillance, de stabilité et de consistance.

PROPRIETES PHYSIQUES DES PARTICULES DE CARBONE

Des techniques de microscopie électronique en transmission couplées à une analyse automatique d'images (TEM/AIA) sont utilisées quotidiennement par Columbian Chemicals Company pour déterminer les distributions de taille et de forme des particules de noir de carbone. Une technique de microscopie électronique avancée utilisant plusieurs images d'agrégats a récemment été employée pour mieux analyser la structure tridimensionnelle des agrégats. En faisant tourner les agrégats à l'aide du goniomètre du microscope électronique, on peut déterminer différents aspects de la structure sous différents angles. On peut alors construire des modèles tridimensionnels des agrégats à partir de ces multiples images. En moyenne, avec les agrégats complexes à grande structure, les images projetées varient plus fortement avec la rotation que celles d'agrégats à faible absorption de DBP (faible structure).

La figure ci-dessous montre une image au microscope électronique d'un agrégat (à gauche) et l'image projetée d'un modèle informatique tridimensionnel du même agrégat (à droite), à agrandissement identique. Bien que les images elles-mêmes soient bidimensionnelles, l'image du modèle (à droite) donne une véritable sensation d'espace et aide l'observateur à mieux comprendre les relations spatiales entre les particules qui forment les agrégats. Par ailleurs, il est possible de faire tourner ces modèles informatiques et de les observer ou de les mesurer sous n'importe quelle angle. Les progrès futurs des techniques d'analyse tridimensionnelle permettront une meilleure compréhension de la façon dont la structure des agrégats influence les propriétés des applications.

Noir de carbone fortement structuré
 Image MET Modèle 3D



Il existe un noir de carbone Raven® pour chaque application de peinture.

Columbian fabrique plus de 20 noirs de carbone **Raven®** destinés à la préparation des peintures et revêtements. La gamme des applications couvre les primaires de base, les colorants universels, les revêtements conducteurs, les finitions industrielles et les couches de finition automobiles, pour n'en citer que quelques-unes.

La section suivante présente les méthodes de dispersion disponibles pour exploiter pleinement les propriétés des noirs de carbone employés.

FAIRE UN CHOIX

Les noirs de carbone Raven® de Columbian ont établi une véritable référence en matière de qualité et de performances, avec 20 noirs de carbone différents pour peintures et revêtements qui satisfont ou dépassent les attentes de leurs utilisateurs. Nous sommes fiers de la réputation de qualité et de service dont jouissent les produits Raven®.

Il existe un noir de carbone Raven® adapté à chaque application de peinture et revêtement. Toutefois, si votre application nécessite des propriétés très particulières, les services techniques, les techniciens produits et le laboratoire d'assistance de Columbian seront prêts à trouver une solution qui réponde à vos besoins.

Cette section présente des informations générales qui vous seront nécessaires pour choisir le noir de carbone le plus adapté à votre application de peinture ou revêtement. Le tableau ci-dessous constitue un guide qui vous aidera dans le choix des noirs de carbone pour de nombreuses applications ; il ne donne qu'une présentation générale des noirs de carbone couramment utilisés et/ou conçus pour les types de peintures et de revêtements indiqués.

Noirs de carbone Raven® couramment utilisés dans les peintures et les revêtements				
Grade	Couleurs supérieures Profondes Automobile, meubles	Couleurs riches moyennes Industrie, équipements	Couleurs normales faibles Colorants universels, Teintes	Spécialités
Raven 5000 Ultra® III ¹				
Raven 5000 Ultra® II ¹				
Raven 7000 ¹				
Raven 3500 ¹				
Raven 2500 Ultra®				
Raven 1500				
Raven 1255 ¹				
Raven 1200				
Raven 1170				
Raven 1100 Ultra® ¹				
Raven 1060 Ultra® ¹				
Raven 1040 ¹				
Raven 1035 ¹				
Raven 1020				
Raven L				
Raven 1000				
Raven 890				
Raven 850				
Raven 460				
Raven 450				
Raven 420				
Raven 410				
Raven 22			Types Lampblack Sous-ton bleu Teintes	
Raven 16				
Raven 14 ¹				
Raven H2O ¹				Dispersion à faible énergie
Conductex 975 Ultra®				Éléments conducteurs

¹ post-traité

La section suivante décrit les techniques générales recommandées pour disperser les noirs de carbone, ainsi que les critères applicables au broyage. Ces informations vous aideront à profiter pleinement de tous les avantages de la gamme des noirs de carbone **Raven®** pour vos applications de peintures et de revêtements.

DISPERSION DES NOIRS DE CARBONE RAVEN®

Cette section décrit les différentes méthodes et techniques employées pour disperser correctement les noirs de carbone **Raven®** dans vos applications de peintures et revêtements. La section précédente expliquait comment choisir le meilleur noir de carbone **Raven®** en vue d'une application donnée, tandis que cette section détaille comment optimiser l'utilisation des noirs de carbone **Raven®**.

Le tableau ci-dessous donne un aperçu rapide des techniques de dispersion recommandées pour les noirs de carbone **Raven®** utilisés dans les applications de peintures et de revêtements.

TECHNIQUES DE DISPERSION RECOMMANDEES POUR LES NOIRS DE CARBONE EMPLOYES DANS LES PEINTURES ET REVETEMENTS

Équipement de dispersion	Classification de la dispersion	Prémélange	Forme de noir de carbone Raven® recommandée
Broyeurs à disques	Cisaillement moyen	Nécessaire	De préférence poudres ; éventuellement perles avec un bon prémélange
Broyeurs deux cylindres	Cisaillement fort	Souhaitable	Perles
Broyeurs à billes	Cisaillement moyen	Non nécessaire	Perles
Attriteurs	Cisaillement moyen	Non nécessaire	Perles
Rotor-stator	Cisaillement faible	Non nécessaire	Poudre
Turbine à grande vitesse	Cisaillement faible	Utilisé surtout comme prémélangeur	Poudre

Les noirs de carbone **Raven®** constituent de véritables références dans le domaine des peintures et des revêtements. Mais pour exploiter pleinement le potentiel d'un noir de carbone donné, plusieurs étapes sont nécessaires :

- intégrer le noir de carbone au système liant,
- extraire l'air entraîné dans le noir de carbone avec le liant (mouiller le pigment),

- réduire les macro-agglomérats de noir de carbone par broyage pour former des micro-agglomérats ou des agrégats

Les noirs de carbone **Raven®** délivreront des performances optimales en termes d'éclat, de sous-ton, de teinte, de brillance, de stabilité et de rhéologie si toutes ces opérations sont conduites avec succès.

MESURE DE LA DISPERSION

L'industrie des peintures et revêtements utilise de très nombreux outils, comme les jauges de broyage Hegman et PC, pour caractériser le niveau de dispersion atteint dans une peinture. Différents groupes peuvent utiliser et interpréter ces outils de différentes manières.

Les jauges de broyage reposent sur un principe simple : Quand un échantillon de dispersion est aspiré depuis l'extrémité basse de la jauge en direction de son extrémité haute, les agglomérats non dispersés dépassent de la surface de la peinture contenue dans le canal si leur taille est supérieure à la profondeur de la jauge. Ces protubérances apparaissent donc sous la forme de grains à la surface de la peinture sur la trajectoire de celle-ci dans la jauge.

Une jauge Hegman, dont le canal a une profondeur allant de 100 μ à 0 μ , sert à déterminer le point auquel on n'observe plus aucune augmentation de la fréquence des grains. On relève la profondeur du canal en ce point, mesurée en microns. L'échelle de la jauge Hegman va de 0 à la profondeur 100 μ à 8 à la profondeur 0 μ . Un taux de broyage Hegman de 8 est idéal. Un taux de broyage Hegman de 0 est mauvais.

La jauge de broyage ne constitue qu'un outil basique pour décrire les performances de dispersion relatives d'une peinture encore sous forme liquide. Columbian utilise également des mesures de brillance, la microscopie optique et la microscopie électronique combinée à une analyse automatique d'image pour compléter les évaluations à la jauge de broyage et évaluer la qualité d'une dispersion.

CRITERES DE DISPERSION - CHARGE EN NOIR DE CARBONE

Pour produire une peinture ou un revêtement de manière efficace et économique, la quantité de noir utilisée dans le procédé de dispersion doit être la plus grande possible, tout en permettant de bonnes performances de broyage et en étant conforme au type et à la qualité du produit fabriqué.

Des peintures différentes nécessitent des niveaux de dispersion différents. Dans de nombreux cas, les mauvaises performances d'une peinture noire peuvent être imputées à une dispersion insuffisante des pigments.

Cela montre toute l'importance qu'il y a à obtenir et maintenir de bons niveaux de dispersion.

Une excellente dispersion est nécessaire pour les revêtements soumis à des exigences strictes en termes d'apparence et de prise. Par exemple, une dispersion parfaite du noir de carbone n'est généralement pas nécessaire pour les primaires. Cependant, l'obtention d'un bon niveau de broyage (taille des agglomérats < 5 μ) permettra de mieux contrôler les propriétés de la peinture ou du revêtement, comme la couleur, le sous-ton, la viscosité, la brillance, la durabilité, etc.

QUALITE ET STABILITE DE LA DISPERSION

Lors de la fabrication d'une dispersion, l'objectif consiste à obtenir un produit conforme aux critères de performances du client. Cependant, il se présente régulièrement des situations dans lesquelles la qualité de la dispersion et la stabilité finale du produit ne permettront pas d'obtenir des performances optimales pour le noir de carbone. Une mauvaise dispersion ou une dispersion instable peut faire apparaître toute une variété de problèmes au niveau du concentré de broyage ou de l'aspect de la peinture finale, donc au niveau des performances obtenues. Nous exposons ci-dessous certains des problèmes les plus couramment rencontrés :

- 1) "Granulation," "granulosité" et "agglomération" sont des termes courants pour décrire l'aspect de petits agglomérats ressemblant à un gel, qui résultent d'une instabilité de la dispersion. L'obtention d'une bonne dispersion par des améliorations mécaniques, des additifs ou d'autres techniques constitue la réponse à ce problème.
- 2) Une mauvaise dispersion dans le concentré de broyage produira un éclat réduit, des sous-tons plus bruns et un brillant moindre dans le produit final. Quand les mauvaises performances sont dues à la teneur en résines solides ou à la chimie du liant, la qualité finale de la peinture pourra être améliorée en coupant rapidement le produit broyé avec un bon liant réducteur. Les problèmes liés à une mauvaise dispersion ne peuvent être résolus qu'en augmentant la durée du broyage ou en optimisant la charge en noir de carbone, puis en procédant à un second broyage.

- 3) La forte viscosité associée à une charge élevée en noir de carbone peut provoquer un dégagement de chaleur excessif pendant le broyage, qui s'avérera néfaste pour des liants sensibles à la chaleur. L'excès de chaleur peut provoquer la formation de gels qui dégradent la qualité et la stabilité de la dispersion. Il est fréquent d'observer un excès de chaleur avec les techniques de dispersion de copeaux. La réduction de la charge ou un contrôle adéquat de la température peut permettre de résoudre ce problème.

L'utilisation de noirs post-traités, d'additifs et d'agents de dispersion et de mouillage peut aider à surmonter les situations critiques en termes de stabilité et à accroître la mobilité de la pâte.

RAPPORT NOIR DE CARBONE/MATIÈRES SOLIDES DU LIANT

Des rapports élevés entre le noir de carbone et les matières solides du liant sont souhaitables dans les produits broyés, même si chaque liant présente des capacités limitées comme milieu de dispersion. Cette limite ne peut être déterminée que par des expériences sur le produit et l'équipement de dispersion disponible pour le fabriquer.

Si la peinture finale doit être coupée ou réduite avec un solvant ou un diluant (comme cela se pratique couramment pour les revêtements appliqués par pulvérisation), assurez-vous que le milieu de dispersion (la résine ou les matières solides du liant) est présent en quantité suffisante pour conférer une protection colloïdale et une bonne stabilité au noir de carbone **Raven**[®], afin d'obtenir des performances de broyage optimales.

PROBLEMES ET LIMITATIONS DES FORTES CHARGES

De nombreux problèmes peuvent apparaître quand on utilise des charges importantes (plus de 20 %) dans la fabrication d'une dispersion de noir de carbone. S'il est certes souhaitable de travailler avec une charge élevée, la

quantité utilisable est également soumise à certaines limites, qui sont décrites dans ce qui suit :

VISCOSITÉ DU PRODUIT BROYÉ

Il existe sur le marché de nombreux types d'équipements de broyage qui présentent une efficacité variable pour obtenir des niveaux de dispersion adéquats avec le noir de carbone. Le facteur le plus important est ici la viscosité du produit broyé. L'équipement de dispersion, par exemple un broyeur trois cylindres, est conçu pour tenir compte de la viscosité élevée du produit broyé. Les broyeurs à disques et les broyeurs à billes/galets demandent une viscosité plus faible ou une température plus élevée pour traiter correctement les concentrés.

RÉSINES SOLIDES

La quantité de résines solides présente dans le broyeur influence la stabilité finale du produit broyé. La réduction de la teneur en résines solides tend à nuire à la stabilité, car une moindre quantité de résine est disponible pour former une "barrière" stérique entre les agglomérats de noir de carbone. Au fil du temps, les produits broyés présentent des caractéristiques thixotropes accrues, ainsi qu'un épaissement progressif à mesure que la teneur en matières solides dans le liant diminue.

CHIMIE DU LIANT

La compatibilité entre le liant et le noir de carbone peut affecter grandement le temps de dispersion et la stabilité finale de la peinture ou du revêtement. Une bonne interaction entre le liant et le noir de carbone facilitera le mouillage et accélérera le processus de dispersion. En d'autres termes, une meilleure interaction entre le noir de carbone et la résine garantit une meilleure stabilité de la peinture ou du revêtement.

Dans toutes les situations nécessitant de fortes charges, il convient d'utiliser des liants capables de traiter de telles charges.

Le bon choix d'agents mouillants et dispersants efficaces peut améliorer considérablement les performances de la peinture ou du revêtement. De plus, les fabricants de peintures et de revêtements doivent penser aux avantages de dispersion et de rhéologie que les noirs post-traités peuvent apporter à leurs applications.

PREMELANGE

Comme le montre le tableau au début de cette section, tous les équipements de dispersion ne nécessitent pas un prémélange du noir de carbone avec le liant. Pour obtenir les meilleurs résultats sur les broyeurs à disques et les broyeurs deux cylindres, nous recommandons cependant de procéder à un prémélange afin de garantir un fonctionnement optimal du broyeur.

Un pré-mouillage approprié et l'élimination de l'air entraîné sur le noir de carbone durant l'étape de prémélange peuvent également faire gagner un temps de travail appréciable sur le broyeur de dispersion, et améliorer également la stabilité de la peinture ou du revêtement.

Un bon prémélange avec le liant et un noir de carbone **Raven®** de qualité comporte de nombreux avantages :

- meilleur pré-mouillage du noir.
- élimination de la majeure partie de l'air entraîné.
- initiation du processus de dispersion.
- utilisation précoce et efficace d'additifs, comme des agents de dispersion et de mouillage, des siccatifs supplémentaires, etc.
- temps suffisant pour qu'un équilibre partiel s'instaure entre les composants du liant et la surface du noir de carbone **Raven®**.
- viscosités initiales plus uniformes, qui permettent un cisaillement optimal.
- dispersion plus rapide et plus complète dans le broyeur.
- moins de "gonflement" de la pâte broyée sous l'effet de l'air entraîné, moindre détérioration des liants les plus sensibles à l'oxydation et à la polymérisation.

LE PROCÉDE DE PREMELANGE

Le prémélange doit commencer avec de petites quantités de liant, tout en ajoutant juste assez de noir de carbone **Raven®** pour obtenir une pâte assez épaisse, mais encore mobile. On ajoute ensuite une quantité plus importante de liant que l'on mélange soigneusement, avant d'ajouter du noir de carbone **Raven®**. On répète ce cycle jusqu'à ce que la charge soit prête dans le mélangeur. Le temps de mélange doit être le plus long possible si l'on désire un prémélange intime.

CHOISIR UN PREMELANGEUR

Aujourd'hui, les fabricants de peintures et de revêtements utilisent de nombreux types de prémélangeurs, le mélangeur grande vitesse de type Cowles étant un exemple typique. Les fabricants peuvent choisir en outre entre deux méthodes de base pour effectuer la dispersion. Soit ils décident de fabriquer leurs produits en

une seule étape, soit ils utilisent un procédé de dispersion de base, la concentration en pigment dans la phase dispersée étant alors nettement supérieure à celle de la peinture finale. Chaque producteur effectue son choix en fonction des capacités et des besoins de ses équipements.

Les bases pour peintures présentent généralement une viscosité assez grande, que l'on coupe avec des liants appropriés pour obtenir la consistance nécessaire après le traitement. Le procédé consistant à prémélanger des bases de peintures de grande viscosité peut produire une quantité considérable de dispersion de noir de carbone. Quand on travaille avec des concentrations en noir très importantes, les bases peuvent nécessiter des températures élevées pour conserver des viscosités permettant le traitement.

PREMELANGE, ETC.

Parmi les autres aspects à prendre en compte dans le procédé de prémélange, citons :

- 1) Le coupage des bases épaisses doit se faire avec le plus grand soin. Le liant et les diluants doivent être ajoutés lentement par petits incréments et avec une agitation permanente afin d'obtenir des mélanges homogènes.
- 2) Une maturation de la base prémélangée avant la dispersion en broyeur peut s'avérer très utile, car elle améliore encore le pré-mouillage. Dans ce procédé, cependant, les pertes thermiques doivent être prises en compte. Après la maturation, la surface du noir de carbone peut absorber les agents dispersants et les autres ingrédients du liant et instaurer ainsi un équilibre.



Après avoir présenté les exigences liées au prémélange, nous pouvons aborder le procédé de dispersion.

DISPERSION A HAUTE PLASTICITE

L'utilisation de broyeurs deux cylindres fait appel au principe de broyage à haute plasticité. Ces broyeurs se composent de deux cylindres très proches l'un de l'autre, qui changent chacun fréquemment de vitesse de surface. La distance entre les rouleaux est souvent inférieure à ~1 - 2 mm.

Les broyeurs deux rouleaux servent de temps à autre pour obtenir une dispersion parfaite lorsqu'on mélange du noir de carbone à des produits comme des laques à la nitrocellulose pour les peintures automobiles.

La dispersion à haute plasticité des noirs de carbone est utilisée par les fabricants de peintures et de revêtements depuis de nombreuses années et comporte de nombreux avantages :

- meilleur mouillage
- haut degré de dispersion du noir de carbone
- haute brillance
- grande charge en pigments dans la dispersion de base
- meilleur développement de la couleur et du sous-ton
- résultats difficiles à obtenir par d'autres moyens
- efficacité améliorée en termes d'utilisation des agents dispersants

De nombreuses résines et liants solides peuvent être utilisés pour la dispersion à haute plasticité des peintures et revêtements. *Attention : Prendre toutes les mesures nécessaires pour prévenir les risques d'explosion et d'incendie dès qu'on emploie de la nitrocellulose.*

Le procédé à haute plasticité constitue une méthode de dispersion fiable pour obtenir de bonnes couleurs, une belle brillance et d'autres caractéristiques importantes. Cependant, comme dans tous les types de dispersion, il est nécessaire d'utiliser le bon milieu de dispersion, les bons agents dispersants, les bons solvants et les bonnes proportions entre le noir de carbone et les matière solides du liant, ainsi que de prévoir une durée suffisante pour atteindre le niveau de dispersion souhaité.

Les couches de finition automobiles et d'autres types de peintures comme les finitions pour meubles en laque à la nitrocellulose peut utiliser les produits finaux de ces techniques de dispersion à haute plasticité. L'utilisation du broyeur ~~deux rouleaux~~ **bi-cylindres** n'est pas indispensable à ce procédé ; d'autres équipements, comme des broyeurs à sable/grenaille à hautes performances, peuvent également être utilisés de manière tout à fait satisfaisante.

EXEMPLE - DISPERSIONS A HAUTE PLASTICITE DE PEINTURES ET REVETEMENTS LIQUIDES

Il existe plusieurs méthodes de base pour fabriquer des peintures et revêtements noirs pour l'automobile, les meubles, ou autres. Ces dispersions peuvent se faire directement sous la forme d'un liquide dans des broyeurs à billes, des attriteurs ou toute forme de broyeur à

grenaille, ou dans une phase solide ou plastique, avec dilution ultérieure dans de grandes quantités de solvant.

Lorsqu'on utilise un broyeur ~~deux~~ **bi-cylindres**, les composants à haute plasticité sont traités avec des résines, comme des acryliques, de la nitrocellulose, de l'acétate de cellulose et des résines solubles dans l'alcool. Tous les noirs de carbone **Raven®**, du plus fin au plus grossier, conviennent à ces applications.

Dans ce procédé, les proportions des ingrédients utilisés et la température du broyeur doivent permettre à la charge d'être suffisamment molle pour s'enrouler sur le broyeur ~~deux~~ **bi-cylindres** au début du broyage. La température augmentant et le noir se dispersant, la charge épaisit sous l'effet de l'accroissement de la surface spécifique du noir disponible pour adsorber du liant. Il est nécessaire de contrôler la température afin de réguler l'épaisseur de la charge et d'éviter une perte trop importante de solvant ou une décomposition du liant.

Selon le produit, la charge peut être retirée du broyeur deux cylindres sous la forme d'une feuille souple ou cassante, ou coupée avec des liants et des solvants réducteurs dans un mélangeur approprié. Les produits retirés du broyeur sous forme de feuilles peuvent être brisés en petits fragments et conservés en l'état en vue d'une utilisation ultérieure.

On obtiendra une meilleure brillance de la peinture si le noir de carbone a été correctement dispersé de cette manière. Un niveau de dispersion supérieur produit également des tons plus noirs et des sous-tons plus bleus.

DISPERSION EN ATTRITEUR

Pour l'essentiel, un attriteur est un broyeur à billes dans lequel la rotation de la cuve a été remplacée par celle d'un axe vertical portant des ergots disposés perpendiculairement à l'arbre. Ces ergots servent à agiter une charge de billes qui passent à travers la charge. L'attriteur s'est avéré réduire considérablement le temps nécessaire à l'obtention d'une dispersion complète par rapport à un broyeur à billes. Les attriteurs présentent des exigences similaires aux broyeurs à billes en termes de rhéologie. De ce fait, les formulations qui fonctionnent bien dans un broyeur à billes nécessiteront peu d'ajustement pour fonctionner dans un attriteur.

DISPERSION EN BROYEUR À DISQUES

D'une certaine manière, on peut considérer que les broyeurs à disques sont une extension des broyeurs à billes, mais utilisant des corps broyants de plus petite

taille. Le procédé de dispersion employé dans un broyeur à disques est similaire à celui d'un broyeur à billes, car la dispersion est produit au moyen de forces exercées par les corps broyants sur le pigment. Cependant, le broyeur à disques est tributaire des forces centrifuges appliquées aux corps broyants par des disques plats tournant à grande vitesse pour créer la dispersion, alors qu'un broyeur à billes exploite les forces gravitationnelles pour obtenir une retombée en cascade des corps broyants.

Parmi les avantages du broyeur à disques, on peut citer la vitesse d'obtention d'une dispersion terminée (quelques minutes, au lieu de plusieurs jours pour le broyeur à billes), le fait qu'il s'agit d'un procédé continu, la possibilité de travailler avec de bons résultats sur des systèmes de haute viscosité, et sa taille réduite par rapport à la quantité de produit dispersée. Un inconvénient du broyeur à disques est qu'il nécessite généralement un prémélange des divers ingrédients de la formule pour être réellement efficace.

La grenaille d'acier, les perles de verre et les billes en céramique sont quelques exemples parmi la très grande variété de corps broyants utilisés dans les broyeurs à disques.

Généralement, il est possible d'améliorer la dispersion dans les broyeurs à disques en utilisant des corps de plus petite taille pour augmenter le nombre de points d'impact potentiels et maintenir un volume de corps broyants égal à environ 80-90 % du volume interne du broyeur. Pendant le fonctionnement du broyeur, les corps se répartissent uniformément dans tout le broyeur. Une réduction du pourcentage volumique des corps chargés dans le broyeur augmentera l'espacement entre les corps et réduira l'efficacité du broyeur à disperser le pigment. Au contraire, l'utilisation d'une trop grande quantité de corps broyants provoquera une usure excessive des corps.

Avec l'expérience, les fabricants de peintures parviennent à d'excellents résultats avec un broyeur à disques.

DISPERSION EN BROYEUR À BILLES

Le broyeur à billes jouit d'un statut important dans les techniques de production des peintures. Ce broyeur disperse le pigment sous l'effet de retombée en cascade des corps broyants à l'intérieur du broyeur fermé. Pendant la rotation du broyeur, la viscosité de la formulation entraîne les corps broyants vers le haut autour de la circonférence du broyeur. Quand les forces de gravité dépassent l'action de levage exercée par la formulation, les corps broyants retombent en cascade sur le produit et appliquent des forces de compression et de cisaillement sur le pigment, qui produisent finalement la dispersion de celui-ci. La forme perlée du noir de carbone, inventée par Columbian Chemicals Company, a contribué à accroître

la popularité du broyeur à billes pour la dispersion des noirs de carbone.

Les études que nous avons menées sur la dispersion du noir de carbone dans un broyeur à billes en acier ont montré qu'un équilibre précis entre les résines ou les parties solides du liant, le noir de carbone et le solvant permet d'augmenter les charges de noir de carbone et d'obtenir une plus grande quantité de noir dispersé.

L'utilisation de la forme perlée du noir de carbone produit généralement une dispersion de meilleure qualité. Cette amélioration semble due au mouillage contrôlé que permettent les perles, par rapport à la haute viscosité initiale que l'on observe quand on ajoute un noir de carbone en poudre à un système liant liquide. Cette viscosité peut en effet gêner l'effet d'agitation à l'intérieur du broyeur à billes et perturber la dispersion.

Le broyeur à billes est très largement utilisé dans la fabrication de très nombreuses peintures et revêtements.

LIMITATIONS DU BROYEUR A BILLES

La viscosité du liant pigmenté limite l'efficacité du broyeur à billes (ou de tout broyeur de type comparable). Dans ce type de broyeur, il n'est possible d'obtenir une dispersion très satisfaisante du noir de carbone qu'en ajustant correctement la viscosité de la pâte broyée.

Le noir de carbone est disponible sous forme perlée dans pratiquement tous les grades **Raven**[®] de Columbian pour peintures et revêtements.

Parmi les facteurs à prendre en compte avec un broyeur à billes en acier de ce type, citons notamment :

- la meilleure forme physique du noir de carbone - **des perles**
- le meilleur type de **noir de carbone** pour les peintures et les revêtements
- la vitesse du broyeur et sa conception interne
- la bonne taille de billes et la quantité de billes à utiliser pour obtenir les meilleurs résultats
- le volume de peinture ou de base à disperser
- la consistance ou la viscosité de la peinture à disperser
- le contrôle de la température
- la propreté du broyeur d'une charge à une autre
- l'instant choisi pour ajouter les différents composants de la formulation

Les valeurs de la viscosité et du rendement de la charge en cours de dispersion constituent les facteurs les plus importants à prendre en compte avec les broyeurs à billes et à galets. On suppose ici que la conception des garnitures, des déflecteurs, la taille de la charge et les

bonnes billes ou les bons galets ont été correctement choisis, et qu'on contrôle la température et la vitesse. Si la peinture ou la base est trop épaisse, les corps broyeurs n'établiront pas un contact correct, ils ne retomberont pas en cascade de la bonne manière et le noir de carbone ne sera pas dispersé. Inversement, si la charge est trop fluide, les billes ou les galets se frotteront les uns aux autres et seront peu efficaces en termes de dispersion. Par ailleurs, cela peut également entraîner une contamination du fait de l'usure des corps broyeurs.

Des travaux de laboratoire menés sur des broyeurs à billes en acier chez Columbian Chemicals ont montré que, dans une dispersion normale dans un broyeur à billes en acier, un bon point de départ correspond à une viscosité comprise entre 1600 et 2400 cps pour un cisaillement modéré (10-100 sec⁻¹).

Ce point de départ doit cependant être ajusté localement à un niveau supérieur ou inférieur, en fonction des nombreux facteurs concernés, notamment le type de liant, le comportement dans différentes conditions de température, le type de noir en liaison avec le liant, et de nombreuses autres considérations.

FORMULATION POUR UNE VISCOSITÉ IDÉALE EN BROYEUR À BILLES

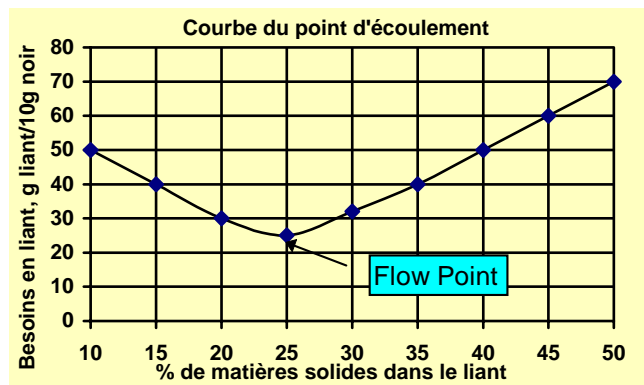
Méthode du point d'écoulement de Daniel - F.K. Daniel a développé une méthode pour optimiser à la fois la concentration en pigment et la teneur en matières solides dans le liant dans le contexte d'un broyage à billes. Pour les pigments comme TiO₂, la méthode applique une agitation simple pour incorporer le pigment dans un liant contenant toute une gamme de constituants solides. L'essai nécessite d'ajouter lentement le liant jusqu'à obtention de l'écoulement.

L'illustration ci-dessous permet de reconnaître les propriétés d'écoulement souhaitables :

On plonge la spatule dans un mélange pigment/liant, puis on la retire. Quand la fluidité idéale a été atteinte, le mélange s'écoule de la spatule et l'écoulement s'achève par une remontée élastique en direction de la spatule. Quand la viscosité est trop élevée, le mélange présente au mieux un écoulement limité. Au contraire, si l'on a ajouté trop de liant, on n'a plus de remontée élastique.

Cet effet peut également être démontré à l'aide d'une courbe du point d'écoulement (courbe ci-dessous). La quantité de liant par unité de pigment utilisée y est portée en fonction de la teneur en matières solides dans le liant.

On relie ensuite les points de la courbe pour déterminer le minimum de la courbe du "point d'écoulement".



Le minimum de la courbe indique à la fois la concentration en pigment et la teneur en matières solides dans le liant qui conviennent le mieux à une dispersion dans un broyeur à billes.

Détermination du point d'écoulement - La méthode de Daniel doit être modifiée pour le noir de carbone, du fait de la grande variation de la surface spécifique accessible à mesure que l'on disperse le noir de carbone. Pour déterminer le "point d'écoulement" d'un noir de carbone, il convient de conduire l'essai dans un petit broyeur à disques à dessus ouvert, avec un pot d'une pinte, du sable ou de la grenaille et un mélangeur à grande vitesse équipé d'un disque de 50 mm.

Les corps et le pigment doivent être mélangés doucement l'un à l'autre. On ajoute ensuite lentement les liants, avec une vitesse de disque suffisante pour créer un tourbillon dans le mini-broyeur à sable. Quand des conditions d'écoulement sont atteintes, on laisse le mélange se poursuivre pour garantir que la surface spécifique du noir a été exposée au liant. De petits ajouts de liant sont nécessaires à mesure que le noir se disperse, afin de compenser l'augmentation de la surface spécifique mouillée. Les propriétés d'écoulement du mélange doivent être déterminées au terme de la dispersion.

La méthode de Daniel modifiée peut servir à développer rapidement une formulation de produit broyé suffisamment riche en liant pour présenter une bonne fluidité dans le broyeur. Cependant, cette formulation basée sur le point d'écoulement ne fournit pas une bonne stabilité colloïdale. Il est donc recommandé d'augmenter de 5 à 10 % la teneur en liant à la fin du cycle de dispersion pour assurer une bonne stabilité colloïdale et réduire les risques de floculation pendant le stockage ou la dilution.

Contrôler la température revêt également une grande importance pour trouver la bonne formulation. Si la préparation nécessite une baisse de la viscosité par la chaleur, ce qui est vrai dans de nombreux cas importants, le contrôle de la température doit être adapté. Si la température n'est pas maintenue uniformément élevée,

on risque d'assister à un épaissement de la charge et à une dégradation de la dispersion.

Malgré tous ces facteurs et toutes ces précautions, les dispersions fabriquées dans des broyeurs à billes ou à galets sont relativement faciles à préparer si l'on prend un minimum de soins. Cette méthode est également très efficace et propre et ne demande qu'une surveillance minimale une fois tous les paramètres ajustés.

EXEMPLE - PREPARATION DE PRIMAIRES DANS DES BROYEURS A BILLES EN ACIER

Il est assez facile de fabriquer des primaires dans un broyeur à billes en acier sans devoir prendre de précaution particulière. Certaines règles courantes doivent cependant être observées.

Il n'est pas nécessaire de fabriquer ici une dispersion parfaite, car la brillance n'est pas un facteur déterminant pour les primaires. La principale fonction d'un primaire est d'assurer l'adhérence entre le substrat et la couche de peinture suivante. Afin de réduire les coûts de production, la dispersion du noir perlé devra durer le moins longtemps possible.

Des noirs de carbone en perles comme **Raven® 450** et **Raven® 410** sont recommandés pour les primaires, pour les raisons suivantes :

- pas de poussière
- facilité de manipulation
- incorporation rapide du noir par le liant
- moins d'air impliqué
- développement de la surface spécifique contrôlé dans les premiers stades du broyage, d'où une dispersion plus rapide du noir.
- facilité de dispersion

Lors de la production de primaires, il est conseillé de choisir une combinaison de liant et de tensioactif afin d'exploiter tous les avantages de l'effet dispersant, ainsi que d'une viscosité abaissée et d'une fluidité accrue, qui jouent un rôle très important dans cette opération.

Le temps nécessaire à la dispersion dépend de l'efficacité du broyeur, des liants, etc. Généralement, huit heures ou moins sont nécessaires pour broyer une primaire.

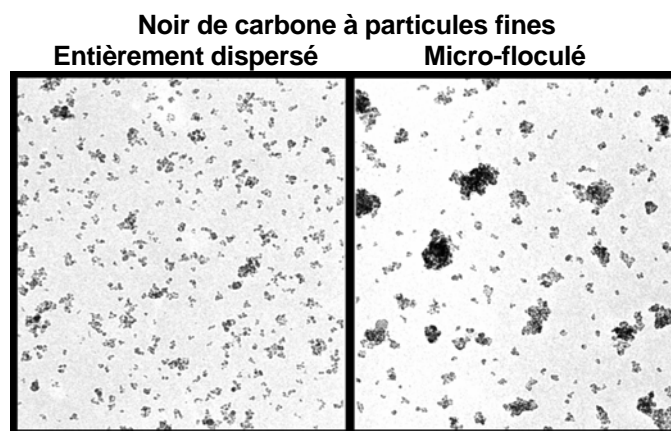
Déterminer le point final - Le point final du cycle de dispersion correspond au moment où le noir est dispersé avec la finesse requise, suivant les besoins du client. Pour ceux qui découvrent ce genre de techniques, il convient de prélever des échantillons dans le broyeur à divers intervalles, en commençant après quatre heures de broyage. D'autres vérifications doivent être pratiquées

périodiquement jusqu'à atteindre la qualité de dispersion recherchée, qui garantit une uniformité raisonnable du produit. Le niveau de broyage peut être déterminé à l'aide de jauges de broyage et/ou par filtration, afin de déterminer si un niveau de résidus donné a été atteint.

La stabilité de la dispersion et la viscosité de la pâte concentrée doivent être examinées après refroidissement jusqu'aux températures de stockage courantes régnant dans un entrepôt froid, ou apparaissant lors du transport vers un lieu éloigné où se fera le mélange. La stabilité doit également être vérifiée à des intervalles de plusieurs jours, semaines ou mois, selon la fréquence d'utilisation de la pâte concentrée avant sa dilution ou son coupage.

EXEMPLE - PREPARATION DE COUCHES DE FINITION AUTOMOBILES EN BROYEUR A BILLES

La dispersion d'une couche de finition automobile demande une grande attention envers toutes les facettes de la formulation et de la dispersion, afin d'obtenir un revêtement de performances optimales. L'évaluation de la dispersion tient une place essentielle dans l'obtention d'un résultat optimal. Le fabricant de revêtements ne peut pas se fier seulement à une jauge de broyage pour savoir quand le niveau de dispersion requis a été atteint. La micrographie électronique ci-dessous compare deux dispersions qui étaient "hors échelle" sur une jauge de broyage. À droite est représenté un noir de carbone micro-floculé ; à gauche, le même noir entièrement dispersé. Ces dispersions seraient toutes les deux jugées correctes avec une jauge de broyage ou un microscope optique.



MET, agrandissement 25 000 X

Les effets de la micro-floculation présentée ci-dessus sont notamment une forte réduction de l'éclat et des sous-tons extrêmement bruns. Dans ce cas, le noir entièrement dispersé était plus éclatant de 50 nuances (on pouvait placer 50 couleurs distinctes entre les deux) et présentait un sous-ton très bleu. La principale raison à ces

différences résidait dans une réduction dans le temps de broyage, avec seulement 8 heures de moins que la durée optimale. Cela montre que les mesures de dispersion avec seulement une jauge de broyage ne permettent pas de prévoir correctement les performances.

Les laboratoires équipés de microscopes optiques et/ou électroniques devront mettre à profit ces ressources pour les applications critiques. Si l'on ne dispose pas d'un microscope électronique, on peut se baser sur l'évaluation des performances finales pour déterminer si les spécifications ont été atteintes. Dans ce cas, la mesure du développement de la couleur révèle les mauvaises performances de la peinture micro-floculée. Dans d'autres cas, la brillance ou la luminosité peut permettre d'identifier un mauvais niveau de dispersion.

Tests de floculation - Il existe plusieurs test simples pour détecter la floculation. On peut frotter avec le doigt une tache de peinture avant la fin du séchage. En cas de floculation, la zone de la partie frottée sera différente de l'autre. Cela indique que le cisaillement exercé en frottant la peinture a suffi à défloculer le pigment. Une deuxième méthode consiste à placer une goutte de peinture entre deux lames de verre et à appliquer une pression suffisante sur les lames pour que la peinture s'étale suffisamment pour devenir transparente. On laisse ensuite les lames reposer pendant quelques minutes, puis on les fait glisser l'une sur l'autre tout en les observant sous une source de lumière. Une peinture non floculée ne changera pas de transparence sous l'effet du cisaillement. Un échantillon floculé deviendra moins transparent après le cisaillement.

La choix d'un noir de carbone post-traité, l'augmentation de l'énergie de dispersion et l'ajouts d'agents de dispersion convenant au système utilisé constituent des moyens possibles pour éviter la floculation.

COUPAGE OU REDUCTION DES PATES BROYEES

Après avoir passé un temps important à expliquer comment obtenir le maximum de noirceur, de pouvoir couvrant et de brillance à partir d'une pâte de noir de carbone **Raven®**, il est indispensable de s'intéresser aux méthodes de coupage pour passer de la pâte à la peinture ou au revêtement final. Chacun des domaines exposés ci-dessus contribue au résultat final, à savoir le meilleur film de peinture possible. Mais n'oublions pas que nous travaillons avec des dispersions colloïdales de noir de carbone.

Même si l'on a employé les meilleures techniques pour les étapes précédentes de la fabrication, il est encore

possible de ruiner complètement tout le travail réalisé par un mauvais coupage de la base pour donner la peinture finale. Voici quelques manières de ne pas en arriver là :

- 1) Si la pâte pigmentaire est visqueuse, le coupage doit se faire lentement, en ajoutant le liant réducteur par petites quantités. On risque sinon de former des gros grumeaux ou des très petits grains de pâte ressemblant à un gel, qui sont très difficiles à briser. Ce dernier effet conduit à une surface rugueuse, à une peinture "sale" ou à un aspect "granuleux".
- 2) Qu'on utilise une pâte fluide ou une pâte épaisse, il ne faut jamais ajouter le liant réducteur trop rapidement. Un choc colloïdal pourrait se produire, provoquant une floculation du pigment, la perte de la couleur ou une nuance brune, ou encore une combinaison des trois.
- 3) La pâte normale doit être agitée ou broyée continuellement pour la garder molle, tout en ajoutant simultanément le liant réducteur.
- 4) Contrôler soigneusement la température de la pâte ou du liant réducteur. Ne pas ajouter un liant réducteur froid à une pâte chaude ou brûlante. Il en résulterait ~~de la~~ **une** floculation, une perte de couleur, etc., par suite d'un choc colloïdal. Cette situation est particulièrement vraie par temps froid, quand l'opérateur prend le vernis réducteur dans l'entrepôt ou dans un magasin extérieur à une température nettement inférieure à celle de la charge à réduire.
- 5) Ne pas stocker trop longtemps les bases fortement pigmentées car, dans certains des cas, le liant utilisé n'est pas un bon stabilisant colloïdal compte tenu des critères de performances. La base risquerait de se décanter ou de se gélifier, sans compter les risques de floculation ou d'agglomération du noir. Dans ce cas, il est plus sûr de couper le produit le plus tôt possible après le broyage. Cela est vrai également pour un bon liant dispersant en cas de sur-pigmentation.
- 6) Le choix d'une résine ou d'un liant réducteur doit être évalué avec beaucoup de soin, en n'oubliant jamais les spécifications du produit final. Toujours employer le meilleur liant, en veillant à ce qu'il soit propre et exempt de fines particules de gel et de toute autre contamination. Les contaminations peuvent parfois faire apparaître des "taches", des "saletés", des "grains", etc., qui dégraderont l'aspect de la surface.
- 7) Dans certains systèmes de peinture utilisant des solvants et des diluants, une combinaison de solvants ne retenant pas en solution les matières solides et les résines ne devra pas être utilisée. Dans le cas contraire, il pourrait se produire en effet un "rejet" ou

une "floculation" des matières solides du liant, emportant avec elles le pigment. Même s'il n'est pas observé pendant la production, le "rejet" peut apparaître pendant le stockage chez le client ou dans l'usine.

Par temps chaud, on peut ne pas le remarquer du tout, ni chez le fabricant, ni chez le client, mais par temps froid, la floculation intervient au cours d'un transport ou dans l'entrepôt froid du client. Il convient de surveiller tout particulièrement cette situation avec les revêtements de faible viscosité. Ce "rejet" du pigment peut également être dû à un excès de solvant.

CHOC COLLOÏDAL

La perte de stabilité durant la dilution ou le coupage de la pâte est due à un effet de choc colloïdal.

L'ajout du liant fluide, notamment si l'introduction se fait trop rapidement, peut provoquer un déséquilibre entre les deux composants principaux de la base -- le noir de carbone et les matières solides du liant. Il faut du temps pour que la base se mélange à la nouvelle phase liquide et atteigne l'équilibre ou la stabilité maximale de la peinture finale. Pendant cette période de réorientation, une baisse de la couleur et une variation de la nuance peut apparaître, du fait d'une floculation temporaire du seul pigment, ou du pigment et des matières solides de la pâte. L'effet de dilution seul peut s'avérer destructeur.

Il convient de surveiller ces variables, en pensant notamment au respect des standards de noirceur, aux propriétés de travail, au contrôle du noir acheté, et à la fourniture de peintures terminées au client. Un lot usine de peinture fraîchement fabriquée peut être validé par le laboratoire, alors qu'il ne le serait pas après un vieillissement d'une nuit.

La stabilité peut être augmentée par un mélange soigneux et long dans des conditions correctes.

Des agents protecteurs (qui aident à accroître la stabilité de la dispersion, c'est-à-dire des agents dispersants synthétiques ou naturels) peuvent aider à conserver la maîtrise de la stabilité. Cependant, en devenir tributaire deviendrait une habitude dangereuse.

Une bonne pratique consiste à utiliser une partie des agents protecteurs dans le liant de dilution. Ces agents agissent comme stabilisateurs colloïdaux dans les milieux tant organiques qu'aqueux.

DILUTION DES SYSTÈMES AQUEUX

Dans les systèmes aqueux, il convient d'utiliser suffisamment d'agents de dispersion et de mouillage dans la base pour résister à la dilution ultérieure avec le liant réducteur, l'eau seule, ou de l'eau contenant des matières solides liantes.

DIRECTIVES POUR DILUER LES SYSTEMES AQUEUX

Dans les systèmes aqueux, les mêmes règles générales s'appliquent, à savoir agiter lentement dans le liant réducteur. L'incorporation d'une partie des stabilisateurs colloïdaux dans le liant réducteur est également recommandée. Le comportement du pH doit également être contrôlé pendant tout le cycle de dispersion et de coupage. Si une stabilité optimale de la base aqueuse demande un pH proche de 7, comme dans certaines peintures et revêtements, on veillera à ne pas laisser le pH baisser dans la peinture fraîchement fabriquée, ou au cours du vieillissement dans l'usine du client

Avec certains systèmes, si on laisse le pH monter trop haut, une réduction de la viscosité risque de se produire. Celle-ci risque à son tour d'entraîner une décantation du pigment. Cependant, d'autres systèmes de peintures et de revêtements conservent leur stabilité à des pH encore plus élevés. Cela peut être dû aux ingrédients particuliers entrant dans la formulation, par exemple un épaississant servant d'agent de suspension.

Il est assez évident que l'étape de "coupage", ou dilution, est tout aussi importante que les étapes précédentes du procédé. Un bon travail de dispersion peut être détérioré ou rendu commercialement inacceptable si l'on ne procède pas avec suffisamment de soin pour le coupage. Ne jamais oublier l'opposition entre cadences de fabrication et qualité.

Correctement appliquées, les techniques de dispersion peuvent produire la qualité maximale qu'il est possible d'atteindre avec une combinaison pigment/liant donnée.

NOIRS EN PERLES

Les noirs en poudre sont très appréciés pour la production des peintures et revêtements, du fait de leur grande facilité de dispersion. Cependant, la manipulation en vrac, les considérations économiques, le transport, la propreté ou une autre propriété particulière peuvent plaider en faveur des noirs de carbone en perles.

Quand on utilise des noirs en perles, il convient de rallonger les durées de mouillage/prémélange le plus possible afin de s'assurer que les perles ont bien été détruites. Le fabricant de peintures doit s'attendre à ce que la dispersion demande plus de travail lorsqu'il opte pour des noirs en perles. Cependant, ce surplus de travail peut être compensé par l'incorporation plus rapide du noir en perle dans le liant et par des améliorations sensibles au niveau de la manipulation et de la gestion.

L'usine Columbian de North Bend est dotée d'équipements spécialisés qui lui permettent de produire des noirs en perles particulièrement faciles à disperser. Les carbones de grade peintures et revêtements indiqués ci-dessous sont produits à l'usine de North Bend.

NOIRS DE CARBONE RAVEN® NORTH BEND

Raven® 5000 Ultra III	Raven® 5000 Ultra® II
Raven® 7000	Raven® 3500
Raven® 2500 Ultra®	Raven® 1500
Raven® 1255	Raven® 1200
Raven® 1170	Raven® 1100 Ultra®
Raven® 1060 Ultra®	Raven® 1040
Raven® 1035	Raven® 1020
Raven® 1000	Raven® 890
Raven® 850	Raven® 450

Dans certains cas particuliers, le client peut choisir de pulvériser les perles de noir de carbone avant de les incorporer au système liant. Un bon équipement de ventilation/conditionnement d'air est nécessaire pour traiter les poussières, sinon la pulvérisation est impraticable.

EXEMPLE - UTILISATION DE PERLES DANS LES PEINTURES LIQUIDES - PRETREMPAGE

Si l'on utilise des solvants dans la peinture, le fait de tremper les perles dans le solvant les ramollira et les rendra plus faciles à disperser. L'expérience suivante, qui est conduite sur une plaque de verre, le démontre.

Prendre une petite quantité de perles et ajouter juste assez de solvant pour les détremper. Travailler les perles avec une spatule jusqu'à obtenir une masse crémeuse. Mélanger la masse à un liant au vernis épais et noter la facilité d'incorporation. Comparer avec l'utilisation des perles sèches, non trempées. Cette méthode n'est praticable qu'avec des peintures permettant l'utilisation d'une quantité suffisante de solvant. L'ajout d'agents dispersants dans ce cycle de détrempage/mouillage au solvant s'avère très utile.

MESURE DES PERFORMANCES

Obtenir un revêtement dont l'aspect correspond parfaitement aux objectifs de couleur, de brillance, de conductivité et de durabilité constitue un élément clé de la satisfaction du client.

La couleur du revêtement final peut être évaluée subjectivement, à l'œil nu, ou à l'aide d'équipements spéciaux. Comme nous l'avons mentionné précédemment, les mesures de couleur obtenues avec des instruments équipés d'une géométrie 0/45° offrent la meilleure garantie de trouver une bonne corrélation avec la couleur observée visuellement.

Les propriétés de brillance d'une peinture terminée peuvent être caractérisées facilement et avec précision avec n'importe quel brillancemètre. Le choix de l'angle d'incidence pour la mesure est dicté en partie par le niveau général de brillance du revêtement à mesurer. Pour les peintures peu brillantes, la distinction sera plus facile avec un angle d'incidence de 85° ou 60°. Les revêtements très brillants, au contraire, nécessiteront un angle d'incidence de 20°.

La durabilité d'un revêtement peut se mesurer par l'intermédiaire de la dureté de sa surface, de sa résistance aux attaques chimiques, ou de sa faculté à résister au palissement après exposition à l'usure du temps et aux effets des intempéries.

Les essais mécaniques et chimiques utilisés pour la durabilité sont relativement évidents. Les tests de vieillissement accéléré utilisés pour prédire les effets du temps et des éléments sont en revanche beaucoup plus difficiles. Il conviendra de choisir les conditions d'essai avec le plus grand soin et d'établir une corrélation avec une exposition naturelle.

L'utilisation de noirs de carbone de haute qualité soigneusement sélectionnés, combinée à de bonnes techniques de formulation et de dispersion, permettra d'atteindre les objectifs fixés pour le revêtement.

vous avez besoin pour utiliser au mieux vos noirs de carbone **Raven**[®]. Nous nous engageons à fournir à tous nos clients des services, des informations et une assistance du meilleur niveau, tout en fabricant les meilleurs noirs de carbone au monde.

SERVICE CLIENTELE

Chez Columbian Chemicals Company, nous sommes fiers de vous fournir les informations et l'assistance dont

Nous sommes à l'écoute de toutes vos questions et de vos besoins d'assistance, qu'il s'agisse des procédés ou des produits mentionnés dans cette brochure. N'hésitez pas à nous appeler et dites nous en quoi nous pouvons vous être utiles.