

Etude du séchage et de la réticulation de vernis en base aqueuse sous rayonnement infrarouge

Nadine ALLANIC, Patrick SALAGNAC*, Patrick GLOUANNEC, Jean Pierre PLOTEAU

Laboratoire d'Etudes Thermiques, Energétiques et Environnement (LET2E),
UBS, Centre de recherche, rue Saint-Maudé, B.P. 92116, 56321 Lorient Cedex, France
*(auteur correspondant : patrick.salagnac@univ-ubs.fr)

Résumé - Cette communication porte sur l'étude expérimentale du séchage et de la réticulation par infrarouge de films de vernis monocomposants en base aqueuse (dispersion de polymères polyuréthane) appliqués en couche mince sur un substrat en élastomère. Afin de bien appréhender l'impact de l'infrarouge sur l'évaporation des solvants et la réticulation, deux produits sont étudiés. Après avoir mesuré différentes propriétés thermiques et hydriques, des cinétiques de cuisson sont établies à l'aide d'un dispositif expérimental. Des essais réalisés à différents niveaux d'éclairement sont analysés notamment en terme de vitesse de montée en température et de temps de séchage.

Nomenclature

a_w	activité du produit	<i>Symboles grecs</i>	
e	épaisseur du produit, m	ρ	masse volumique, $kg.m^{-3}$
E	éclairement, $W.m^{-2}$	τ	coefficient de transmission
M	masse, kg	<i>Indices et exposants</i>	
T	température, K	A	vernis A
t	temps, s	B	vernis B
W	teneur en eau en base sèche, $kg.kg^{-1}$	c	critique
		IR	infrarouge

1. Introduction

Afin de répondre aux nouvelles normes environnementales qui tendent à limiter les rejets dans l'atmosphère des composés organiques volatils, les produits à base de solvants organiques couramment utilisés dans de nombreux secteurs industriels (peinture, colle, vernis...) sont remplacés par des produits à base aqueuse [1]. Ceci implique de redéfinir les procédés de séchage et de réticulation notamment au niveau de leur dimensionnement et du réglage des niveaux de sollicitations thermiques. En effet, l'élimination de l'eau nécessite un apport d'énergie supérieur qui doit être correctement maîtrisé afin d'obtenir un produit fini de qualité tout en minimisant les coûts de production.

Des travaux menés sur des peintures [1, 2] ont montré que la qualité du produit est directement liée aux conditions de chauffage qui ont un impact direct sur les deux mécanismes mis en jeu, l'évaporation des solvants puis la cuisson. Ces produits étant semi-transparents et de faibles épaisseurs, l'exploitation de sources d'infrarouge court ou moyen s'avère intéressante car elles offrent la possibilité d'induire des apports d'énergie dans le film. Il est toutefois nécessaire de bien quantifier ces apports d'énergie [4].

Dans cette communication, on présente l'étude du séchage et de la réticulation de deux vernis en base aqueuse appliqués en couches minces (environ 50 μm) sur une plaque plane en

élastomère. L'objectif de ces travaux est, dans un premier temps, de développer une méthodologie expérimentale permettant d'appréhender le comportement thermique et hydrique de ces produits lorsqu'ils sont soumis à un éclairage infrarouge conséquent ($E_{IR} > 20 \text{ kW.m}^{-2}$). Dans ce contexte, un dispositif expérimental a été mis en place en s'inspirant des études menées sur les peintures [1-3]. Celui-ci permet d'accéder à l'évolution de la masse de solvants évaporés et à la réponse en température du produit et du substrat.

Dans la première partie de la communication nous présentons les différentes propriétés mesurées sur les deux vernis. Ensuite, le dispositif expérimental est décrit et nous analysons les cinétiques obtenues pour les deux produits à différents niveaux d'éclairage.

2. Présentation des vernis

Cette étude porte sur deux vernis monocomposants à base de dispersion de polymères polyuréthane en phase aqueuse convenant aux profilés d'étanchéité dans l'industrie automobile et noté ici respectivement vernis A et B. De couleur noire, d'aspect liquide, leur extrait sec a une masse volumique similaire ($\rho = 1120\text{-}1140 \text{ kg.m}^{-3}$). Leur principale différence est leur teneur initiale en extrait sec. En effet, une analyse thermogravimétrique (ATG) réalisée à $2^\circ\text{C}/\text{min}$ a montré que le vernis A contient 80,8% en masse de liquide soit une teneur en eau initiale $W_A = 4,64 \text{ kg.kg}^{-1}$. Le vernis B ne contient que 65,8% en masse de liquide soit une teneur en eau initiale $W_B = 2,35 \text{ kg.kg}^{-1}$. De ce fait, l'épaisseur de produit sec est d'environ $10 \mu\text{m}$ pour le vernis A et de $15 \mu\text{m}$ pour le vernis B. De plus, il est à noter que plusieurs pertes de masse sont observées sur les deux ATG. L'eau n'est donc pas le seul composé volatil de ces vernis, des co-solvants sont évaporés avant 100°C .

L'activité, paramètre influençant les cinétiques de séchage, est donnée à titre indicatif sur la figure 1. Grâce à une enceinte climatique dont l'humidité relative et la température d'air peuvent être régulées, elle a été mesurée à une température de 60°C . Son évolution est similaire pour les deux vernis. Notamment, elle chute pour de très faibles teneurs en eau ($W_c = 0,15 \text{ kg.kg}^{-1}$). Le coefficient de transmission des vernis à l'état liquide a aussi été mesuré à l'aide de deux spectromètres travaillant dans deux gammes de longueurs d'ondes différentes (visible/IRc et IRc/IRm) pour une épaisseur de produit de $5 \mu\text{m}$. La figure 2 montre que le spectre de transmission des deux vernis fait apparaître les pics d'absorption de l'eau dans l'infrarouge moyen. Le coefficient de transmission du vernis A est plus élevé que celui du vernis B puisqu'il contient plus d'eau à l'état initial.

Enfin, une analyse calorimétrique des deux vernis (DSC) a été menée sur des échantillons de vernis, étuvés pendant trois heures à 80°C , afin de mettre en avant les phénomènes de réticulation. Deux passages sont effectués avec une rampe de température de $20^\circ\text{C}/\text{min}$ de 25°C à 240°C afin de pouvoir comparer le flux de chaleur du produit supposé au premier passage non réticulé et réticulé au deuxième. Les résultats obtenus pour le vernis A sont donnés respectivement lors de la première montée en température puis de la deuxième montée en température sur les figures 3 et 4, et de même pour le vernis B sur les figures 5 et 6. En dessous de 120°C , les divers pics observés sont vraisemblablement dus à l'évaporation des produits volatils restants. La comparaison entre les deux passages montre pour les deux vernis plusieurs pics exothermiques au-delà de 120°C correspondant à la réticulation, ce qui est conforme à la littérature [3].

3. Résultats et discussion

Pour appréhender les différents phénomènes physiques qui entrent en jeu dans cette étude, différents essais expérimentaux ont été réalisés.

3.1. Dispositif expérimental

Le pilote mis en place permet de mener des essais en infrarouge dans une enceinte fermée dont les parois sont refroidies en continu par une circulation d'eau. La cassette infrarouge est composée de trois lampes en infrarouge court de 2 kW chacune. Leur puissance est modulée par le biais d'un bloc thyristor. Le vernis est appliqué à l'aide d'un pistolet sur un substrat en élastomère de 100 x 50 x 4 mm. Le dispositif expérimental a été conçu pour suivre les évolutions de masse et de température. Le substrat repose sur un système de pesée disposé sous l'enceinte. Pour connaître sa réponse en température, trois thermocouples sont implantés : en surface (T_1), et respectivement à 2 mm (T_2) et 4 mm (T_3) de profondeur (figure 7). Un pyromètre permet d'obtenir la température en surface du produit. Les mesures de températures d'air et de parois sont aussi effectuées. Tous les capteurs sont reliés à un système d'acquisition.

Les densités de flux appliquées au produit par les émetteurs infrarouges ont été mesurées par un fluxmètre développé au laboratoire [5]. Malgré les diverses précautions prises pour éviter que la balance ne s'échauffe au cours des essais, une dérive de la balance liée à la température d'air de l'enceinte a été constatée. L'analyse thermogravimétrique des vernis ayant montré que l'eau et les divers co-solvants présents dans les vernis s'évaporent avant 150°C, un blanc de mesure est réalisé sur cette plage de température avant chaque essai de façon à corriger la dérive de la balance. Les mesures de températures sont exploitées jusqu'à 180°C afin de s'assurer d'une réticulation, si ce n'est entière, au moins partielle des vernis au cours des essais.

Trois séries de tests ont été menées à des éclaircissements de 9,7 kW/m², 14,3 kW/m² et 22,4 kW/m² correspondant à une tension appliquée aux émetteurs de 15%, 20% et 30% de la tension nominale de commande. Pour chaque niveau d'éclaircissement, un essai est mené avec le substrat vernis mais non instrumenté de thermocouples afin d'éviter que leur frottements ne perturbe la pesée puis un essai avec le substrat vernis instrumenté. La figure 8 présente l'ensemble des résultats expérimentaux obtenus pour le vernis B cuit avec un éclaircissement de 9,7 kW/m². Au début, le séchage du produit est très rapide puisqu'en moins de 100 s, il a perdu près de 50% en masse. Durant cette période, l'activité est proche de 1 et les phénomènes d'évaporation prépondérants. La perte de masse devient beaucoup plus lente, ce qui correspond à une phase où le phénomène moteur est la diffusion [3]. La mesure de température de surface réalisée avec un substrat instrumenté est similaire à la température de surface de l'élastomère T_1 . De plus, la figure 8 montre la présence d'un fort gradient de température au sein de l'élastomère.

3.2. Analyse des résultats expérimentaux

La figure 9 présente l'évolution des teneurs en eau des deux vernis pour un éclaircissement de 9,7 kW/m² et 22,4 kW/m². L'évolution de masse est considérée jusqu'à ce que la température de vernis atteigne 150°C. Comme le vernis B contient moins d'eau que le vernis A, son temps de séchage est plus rapide. Pour atteindre la teneur en eau de 1 kg.kg⁻¹ avec un éclaircissement de 22,4 kW/m², il faut 100s pour le vernis A et seulement 40s pour le vernis B. De même, pour un éclaircissement de 9,7 kW/m², il faut respectivement 280 s et 95 s. Ces résultats montrent

qu'en augmentant l'éclairement infrarouge, on tend à réduire considérablement le temps de séchage.

La figure 10 présente l'évolution de la température de surface des deux vernis pour les trois éclairagements considérés dans cette étude. Pour un faible éclairage ($9,7 \text{ kW/m}^2$), trois phases peuvent être distinguées. Tout d'abord, la température augmente très rapidement jusqu'à 40°C . Ensuite, la température augmente lentement ce qui correspond à une activité proche de 1. Dans ce cas, comme le montre la figure 9, l'évolution des teneurs en eau est linéaire. Enfin, respectivement à partir de 50°C pour le vernis A et 60°C pour le vernis B, la vitesse de montée en température augmente. Plus l'éclairage infrarouge est élevé, plus ces trois phases sont difficiles à distinguer. De ce fait, lorsque les vernis sont soumis à un fort éclairage ($22,4 \text{ kW/m}^2$), leur comportement thermique est similaire. Ils atteignent alors tous deux 180°C en 170 s. Plus l'éclairage infrarouge est faible et plus la vitesse de montée en température du vernis A est lente devant celle du vernis B. Ainsi, à $14,3 \text{ kW/m}^2$ et $9,7 \text{ kW/m}^2$, la température de 180°C est atteinte respectivement en 390 s et 850 s pour le vernis A et en 340 s et 670 s pour le vernis B. Cette différence est principalement due à une activité pour le vernis A qui chute plus tard du fait de sa forte teneur en eau (Figure 3).

Ainsi, l'analyse des cinétiques de séchage et de l'évolution des températures a aussi permis de quantifier l'influence de l'éclairage infrarouge sur la vitesse de séchage mais aussi sur la vitesse de montée en température. L'objectif a été de relier cette dernière au taux de réticulation des vernis [1, 2]. En terme de temps de séchage, le vernis B semble plus intéressant que le vernis A. Toutefois, puisque les deux vernis tendent vers un comportement thermique similaire lorsqu'ils sont soumis à de fortes sollicitations, il n'en est pas forcément de même quant au taux de réticulation. Une analyse de la qualité du produit final devra donc être menée. Les résultats expérimentaux ont aussi montrés la nécessité de réaliser des essais avec de faibles éclairagements pour bien appréhender le comportement thermique et hydrique des vernis.

4. Conclusion

Ce travail expérimental a permis grâce à l'implantation de capteurs de température sur le substrat et la mesure en continu de la masse du produit d'appréhender le comportement de vernis en base aqueuse sous rayonnement infrarouge. Les résultats obtenus ont mis en évidence l'importance de bien maîtriser les apports rayonnants et les différences de comportement entre deux vernis couramment utilisés dans l'industrie automobile. La suite de ce travail consistera à mener une analyse plus approfondie de la réticulation afin de pouvoir s'assurer de la qualité du produit final. De plus, à titre de comparaison, une démarche expérimentale analogue sera menée avec des lampes à faible inertie qui fonctionnent dans l'infrarouge moyen.

Références

- [1] D. Blanc, Etude théorique et expérimentale du séchage et de la réticulation sous rayonnement infrarouge d'une peinture de type époxy-amine à base aqueuse sur support métallique, Thèse de l'Université Claude Bernard Lyon 1 (1997).
- [2] S. Vessot, D. Blanc, P. Laurent, J. Andrieu. Etude expérimentale du séchage infrarouge et convectif de peintures automobiles modèles sur support plastique ou métallique, Revue Générale de Thermique, (1997), 36, 209-223.
- [3] V. Lamaison, Y. Scudeller, J.P. Bardon, F. Danes, S.W. Peng, J.P. Dory, Etude expérimentale des phénomènes de transferts lors du séchage et de la cuisson de films de peinture sous rayonnement infrarouge, International Journal of Thermal Science, (2001), 40, 181-194.

[4] N. Allanic, Optimisation sous contraintes d'une opération de séchage combinant la convection et les technologies rayonnantes infrarouges - Application à un polymère en solution aqueuse, Thèse de doctorat, Université de Bretagne Sud, Lorient (2006).

[5] J.P. Ploteau, P. Glouannec, H. Noël, Conception of thermoelectric flux meters for infrared radiation measurements in industrial furnaces, Applied Thermal Engineering, (2007), 27, 2-3, 674-681.

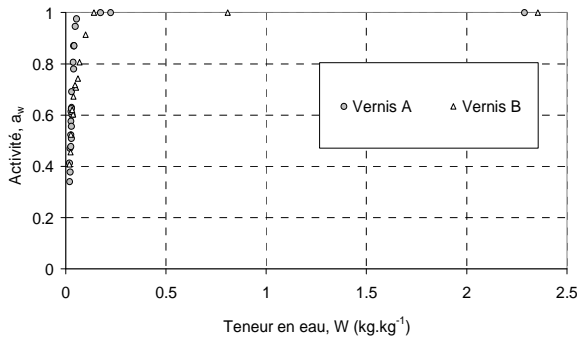


Figure 1 : Evolution de l'activité

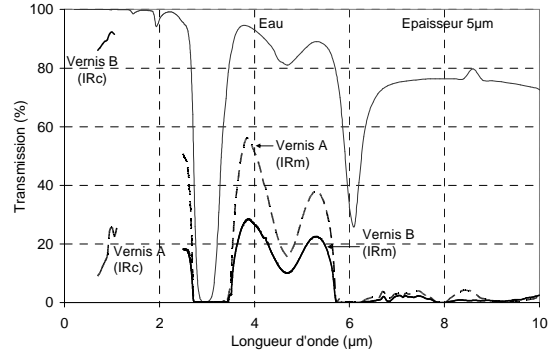


Figure 2 : Spectre de transmission

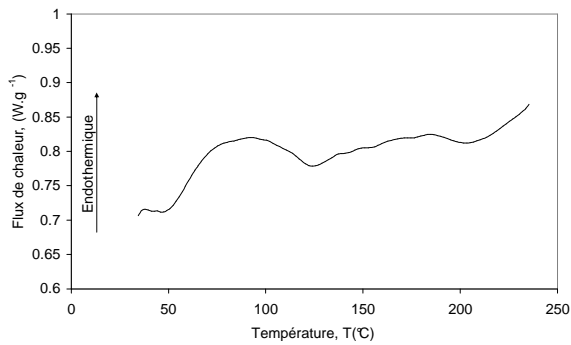


Figure 3 : Vernis A – 1^{er} passage.

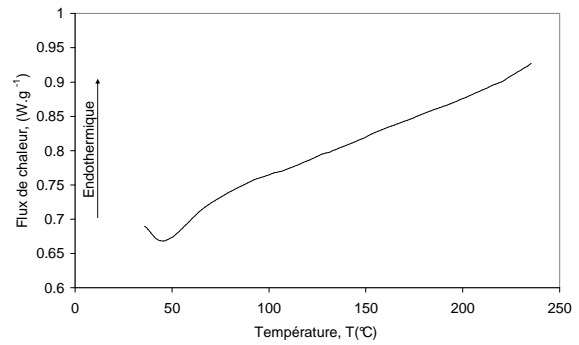


Figure 4 : Vernis A – 2^{ème} passage.

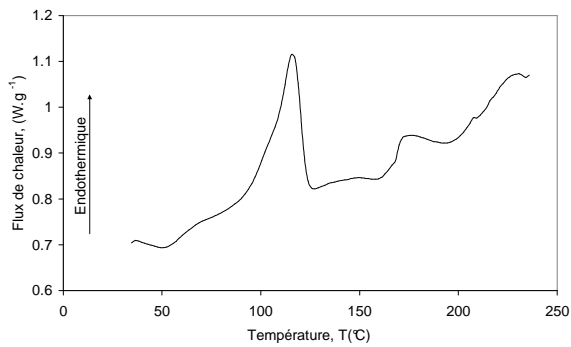


Figure 5 : Vernis B – 1^{er} passage.

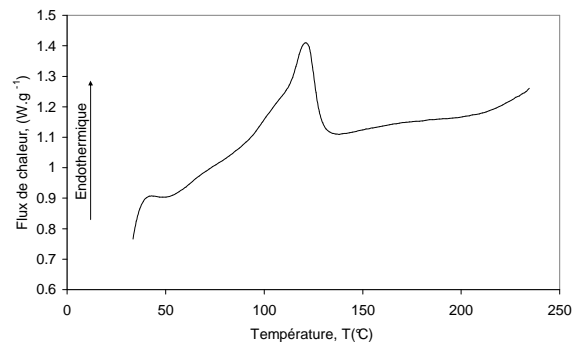


Figure 6 : Vernis B – 2^{ème} passage.

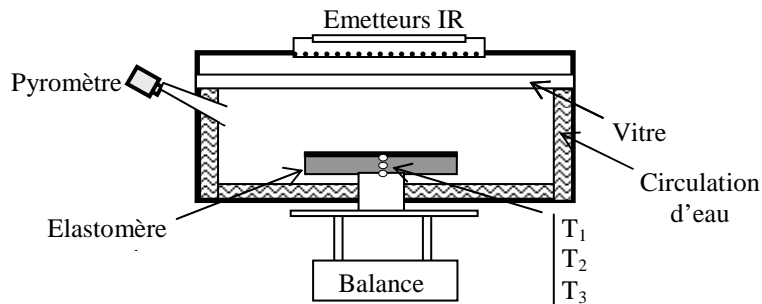


Figure 7 : Pilote expérimental.

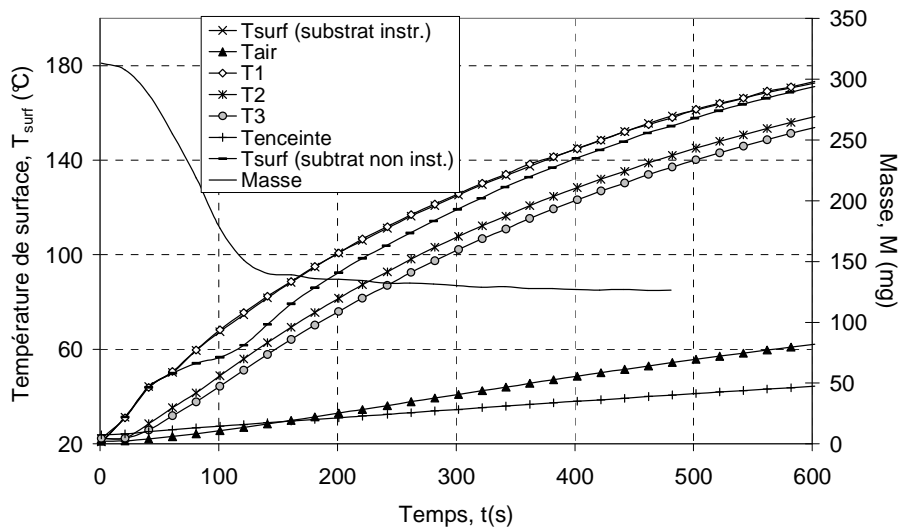


Figure 8 : Essai avec substrat instrumenté et non instrumenté – vernis B ($E_{IR} = 9,7 \text{ kW.m}^{-2}$).

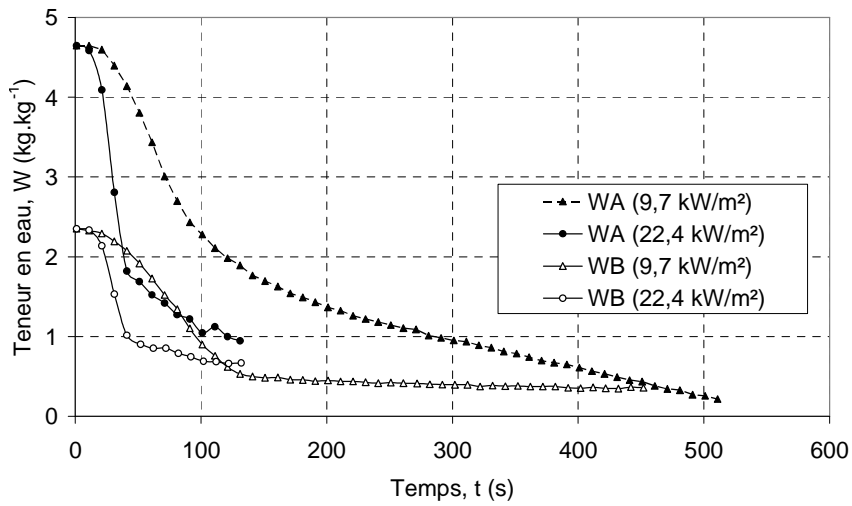


Figure 9 : Cinétiques de séchage obtenues pour plusieurs éclaircements.

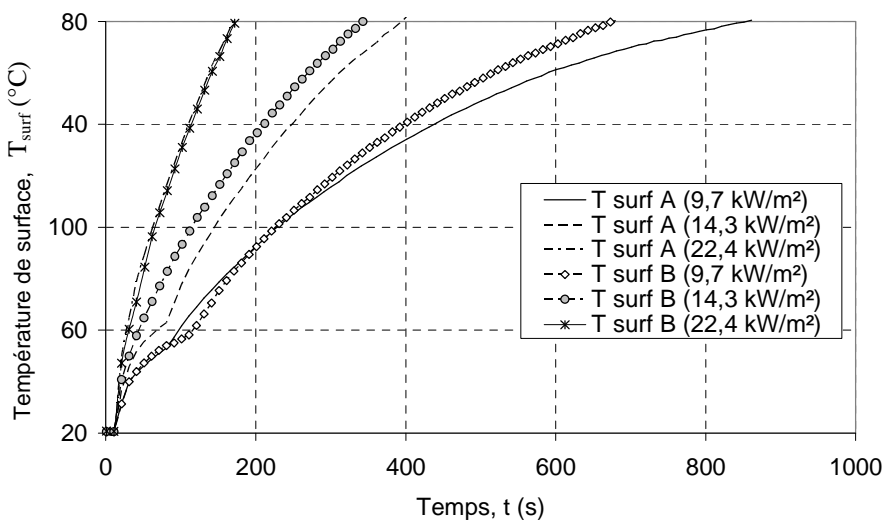


Figure 10 : Evolutions des températures obtenues pour plusieurs éclaircements.